

## Méthodes Expérimentales (cours, TP)

### Technique Expérimentale d'Analyse Physique et Chimique des Matériaux (Étude Microscopique)

#### INTRODUCTION

L'étude macroscopique des matériaux nous a donné des informations très importantes sur l'évolution de la durabilité au cours du temps et suivant les différents protocoles à l'échelle macroscopique, mais une étude microscopique comme l'analyse au microscope photonique (optique), l'analyse au spectroscopie (résonance magnétique nucléaire (RMN) et infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)), l'analyse au microscope électronique à balayage (MEB), l'analyse par fluorescence X, l'analyse par diffractométrie des rayons X (DRX), l'analyse thermique (calorimétrie différentielle (DSC), thermique différentielle (ATD) et thermogravimétrie (ATG)), l'étude de la porosité volumique (porosité totale à l'eau) et l'étude de la porosité au mercure (porosimétrie par intrusion de mercure) des matériaux s'avère nécessaire pour nous donner des informations complètes et plus pointues sur le comportement des matériaux.

Définissent la distinction entre micro et macrofissure essentiellement sur la base du volume de l'éprouvette considérée. Une microfissure est très petite par rapport au volume de l'éprouvette alors qu'une macrofissure à une taille non négligeable par rapport à ce volume. Une macrofissure est définie comme une discontinuité dans la structure du matériau.

#### I. ANALYSE DU MILIEU POREUX

##### I.1. Porosité au mercure (porosimétrie par intrusion de mercure)

L'analyse du milieu poreux a été approchée en premier par la porosimétrie au mercure. Cette technique est très couramment employée car elle permet de déterminer de manière assez simple la porosité et la distribution en taille des pores des matériaux poreux tels que les roches et les bétons. Le principe est d'injecter sous pression (jusqu'à 205 MPa) du mercure dans un matériau poreux. Le volume de mercure injecté correspond au volume cumulé des pores accessibles au mercure à une pression donnée. La pression appliquée **P** est liée au rayon d'accès aux pores **r<sub>c</sub>** grâce à la loi de *Laplace* :

$$P = \frac{2\sigma \cos\theta}{r_c}$$

Où  $\sigma$  est la tension superficielle du mercure ( $\sigma = 485 \times 10^{-3}$  N/m à 25°C) et  $\theta$  l'angle de contact du mercure/surface du matériau ( $\theta = 130^\circ$ ).

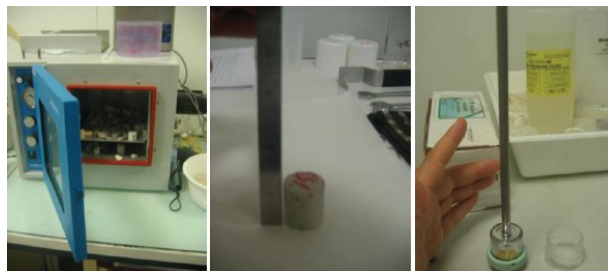
Par incrément de pression, on peut donc explorer les différentes classes de pores présents dans le matériau. En effet, en faisant une hypothèse sur la forme des pores, **le volume de mercure injecté correspond à celui généré par des pores ayant un diamètre donné, et ainsi une distribution porale** caractérisant le matériau est obtenue.

L'exploitation des mesures d'intrusion du mercure repose sur un modèle de pores cylindriques. Ce modèle pour le calcul des rayons équivalents de pores n'est bien sûr pas totalement représentatif des matériaux naturels tels que les roches et les bétons mais il forme une représentation conventionnelle de la structure poreuse.

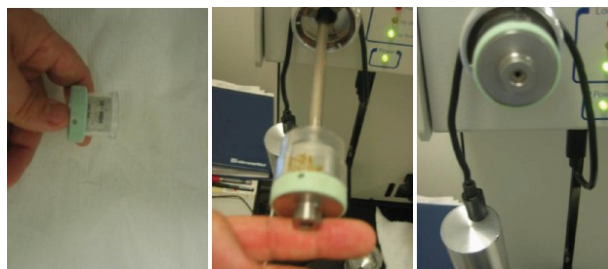
Le réseau poreux d'une roche ou d'un béton présente une géométrie complexe, et la porosimétrie au mercure, avec l'hypothèse simplifiée de pores cylindriques, donne donc une mesure du rayon d'accès au pore, qui n'est pas nécessairement égale au rayon du pore lui-même. **C'est pourquoi cette technique n'est pas quantitative, mais elle est très utile pour la comparaison de différents matériaux.** L'analyse par porosimétrie a été effectuée au laboratoire (figures) sur des échantillons séchés d'un volume d'environ **1 cm<sup>3</sup>**.



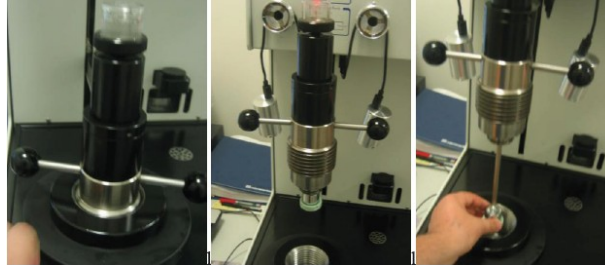
*Appareil de mesure de la porosité au mercure*



*Préparation de l'échantillon*

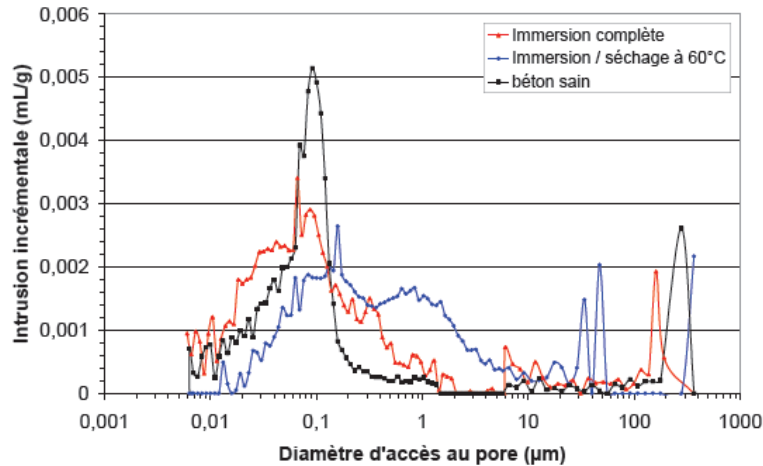


*Mesure de la porosité au mercure à basse pression*



Mesure de la porosité au mercure à haute pression

Les courbes d'intrusion au mercure des échantillons sont données par la figure.



Distribution porale obtenue par porosimétrie au mercure pour les échantillons

Lors de l'analyse, l'endommagement était plus prononcé pour les échantillons soumis à l'immersion/séchage à 60°C que pour ceux soumis à l'immersion complète. La figure montre bien la progression du phénomène de fissuration et de gonflement entre l'état sain et l'immersion/séchage à 60°C avec comme point intermédiaire l'immersion complète : le mode relatif aux diamètres proches de 0,1 μm diminue et le volume de pore relatif aux diamètres supérieurs augmente (jusqu'à 10 μm). L'augmentation du volume des pores entre 1 et 10 μm peut être attribuée à une microfissuration générale de la matrice cimentaire, notamment aux interfaces pâte/granulat. La baisse du volume des pores autour de 0,1 μm, qui correspond au mode principal et donc à la porosité des C-S-H, pourrait signifier que l'ettringite occupe une partie significative de cette porosité.

### ***1.2. Porosité volumique (porosité totale à l'eau)***

La porosimétrie au mercure est utilisée couramment pour déterminer la porosité des matériaux cimentaires. Cependant, la porosimétrie à l'eau peut être une méthode plus réaliste que la porosimétrie par intrusion de mercure. En effet, la porosimétrie à l'eau prend en compte la microporosité capillaire (c-à-d. les pores dont le diamètre moyen est compris entre 0,8 et 2 μm) ainsi que la porosité des C-S-H (volume

interfoliaire) car l'eau peut pénétrer dans des espaces d'une taille de 0.5  $\mu\text{m}$ . A partir du volume de l'éprouvette, on peut alors calculer sa porosité volumique représentant le rapport de son volume poreux à son volume total.

Sur une base expérimentale, soit par la pesée hydrostatique d'une éprouvette saturée, on détermine alors le volume total de l'éprouvette (fraction poreuse et solide) et on calcule ainsi sa porosité volumique,  $\epsilon_{\text{expé}}$  à partir de la relation suivante:

$$\epsilon_{\text{expé}} (\%) = ((M_{\text{sss}} - M_{\text{sèche}}) / (M_{\text{sss}} - M_{\text{eau}})) \times 100\%$$

Où:

$\epsilon_{\text{expé}}$  : porosité volumique établie expérimentalement par pesée hydrostatique, excluant le volume d'air piégé et/ou entraîné (%).

$M_{\text{sss}}$  : masse de l'éprouvette saturée, superficiellement sèche, pesée dans l'air (g).

$M_{\text{sèche}}$  : masse sèche de l'éprouvette (g).

$M_{\text{eau}}$  : masse de l'éprouvette saturée, superficiellement sèche, pesée dans l'eau et déterminée par pesée hydrostatique (g).

La procédure d'évaluation de la porosité est la suivante: les éprouvettes sont séchées dans une étuve à 105°C pendant 24 heures, puis immergées dans l'eau pendant 48 heures, l'échantillon est mis ensuite dans un bain d'eau bouillante pendant 5 heures, les éprouvettes sont retirées pour être pesées à l'air et à l'eau (pesée hydrostatique) (figure). La méthode utilisée dans ce test est celle établie par [ASTM désignation C 624].



*Pesée hydrostatique*

## II. ANALYSE THERMIQUE

L'objectif de cet essai est de déterminer les teneurs de certaines phases solides caractéristiques du béton. Il est ainsi possible d'évaluer la teneur en portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  qui est directement liée au degré d'hydratation du ciment. D'autres phases solides peuvent aussi être quantifiées avec pour objectif l'évaluation de la durabilité du béton. La mesure de la teneur en carbonate de calcium est par exemple utile pour connaître le degré de carbonatation du béton.

### II.1. Thermogravimétrie (ATG)

C'est une technique dans laquelle **la variation de masse** d'un échantillon est mesurée en fonction du temps ou de la température lorsque la température de l'échantillon change de façon contrôlée (dite aussi en mode programmée) dans un atmosphère déterminée. Il y a trois modes possibles :

1. **Mode isotherme**: la mesure se fait à température constante ;
2. **Mode quasi-isotherme**: l'échantillon est chauffé seulement quand sa masse n'est varie pas. Lorsque la masse change la température est maintenue constante ;
3. **Mode dynamique** (le plus utilisé): l'échantillon est chauffé dans un environnement contrôlé. La montée en température est réglée de sorte à chauffer l'échantillon progressivement, de préférence d'une manière linéaire.

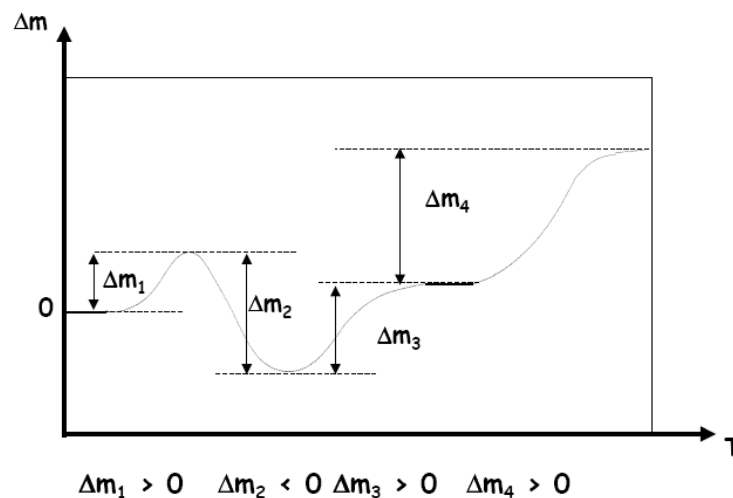
Détermination de la composition des matériaux, et prédiction de leur stabilité thermique jusqu'à 1000°C. La technique permet la quantification des pertes ou gains de masse.

**La plupart des phénomènes se traduisent par des variations de masse**

**$\Delta m < 0$**  : Évaporation, décomposition, certaines réactions chimiques.

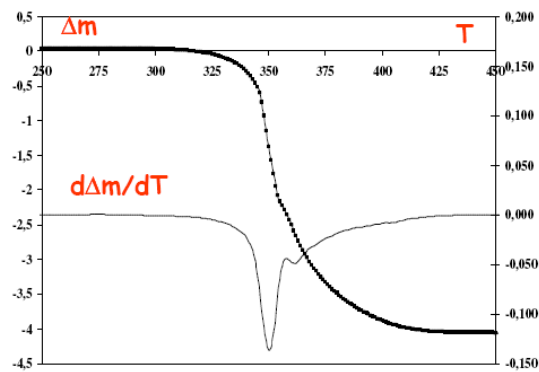
**$\Delta m > 0$**  : Adsorption, fixation d'un constituant de l'atmosphère (oxydation, chloration,...), certaines réactions chimiques.

**Courbe ATG**



relier chaque événement à un phénomène physico-chimique

On calcule la dérivée du signal :  $d\Delta m/dT \leftrightarrow DTG$



**Maxima et minima de la DTG**  
 = points de vitesse maximale des phénomènes  
 (points d'inflexion de la courbe ATG)

Il faut ensuite **relier chaque pic à un phénomène physico-chimique**

### Préparation des échantillons pour l'ATG

Des échantillons représentatifs de 100 g sont cassés en petits morceaux à l'aide d'un marteau. Les morceaux sont ensuite broyés dans un broyeur à billes et passés dans un tamis de 80 microns (figure). Du fait que l'ettringite perd ses molécules d'eau et devient progressivement amorphe lorsque la température augmente, le broyage se fait en plusieurs étapes pour limiter l'échauffement de l'échantillon. Cette étape de préparation des échantillons concerne aussi celle de l'analyse des échantillons à la DRX.



*Préparation des échantillons pour l'ATG et la DRX*

Afin de déterminer les teneurs des différents composants de nos échantillons, des analyses thermogravimétriques ont été effectuées sur les échantillons en béton. Dans cette technique, l'échantillon est chauffé depuis la température ambiante jusqu'à 1000°C à une vitesse constante de 10°C par minute, cette rampe importante n'a pour conséquence qu'un effet d'inertie de la perte de masse par rapport à la température



réellement appliquée. Grâce au dispositif utilisé, une *électrobalance Setaram TG-DTA* (figure), la perte de masse liée au départ de l'eau ou à d'éventuelles réactions chimiques suivant la montée en température est mesurée.

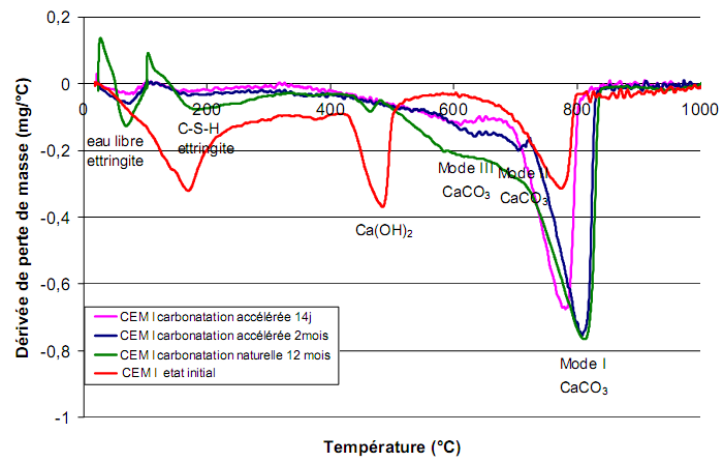


Dispositif utilisé pour l'analyse ATG

Dans le four, l'échantillon est placé sous un léger flux d'argon (25 ml/min) afin d'entraîner les gaz émis pour éviter une recondensation sur l'échantillon ou sur la balance (figure). Pour chaque éprouvette de béton la totalité du volume est broyée avant échantillonnage.



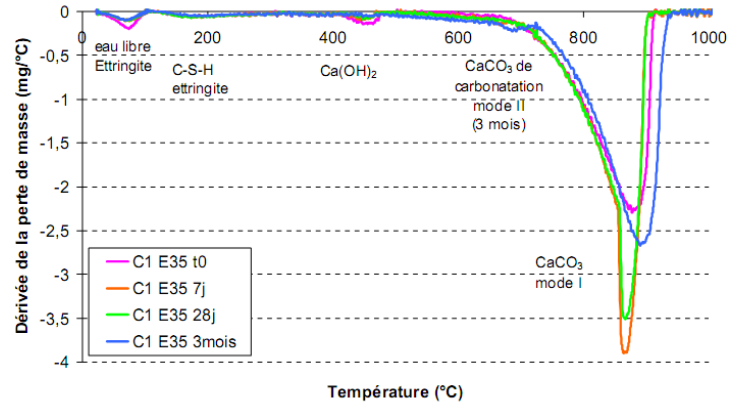
Echantillon analysé à la thermogravimétrie



Analyse thermogravimétrique de la pâte de ciment à l'état sain et carbonaté

Il est possible de distinguer que le pic relatif au mode principal de la calcite se décale vers les plus hautes températures, indiquant que **la progression de la carbonatation se traduit par une augmentation de la diversité** dans la structure des principaux carbonates avec l'apparition notable de carbonates plus stables en température.

L'analyse ATG atteste de *la présence de portlandite en faible quantité*. Pour ce qui est du mode principal de carbonatation, il correspond assez bien à celui *délimité sur l'échantillon ayant subi la carbonatation accélérée*.

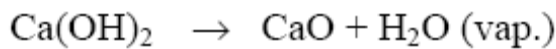


Analyse thermogravimétrique du béton à l'état initial et carbonaté

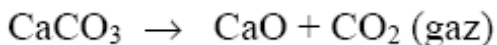
- La présence de la portlandite diminue progressivement en fonction du temps d'exposition au CO<sub>2</sub> ;
- A 7 jours, la disparition de la portlandite est complète ;
- L'apparition d'un pic relatif au mode II au cours de la carbonatation ;
- A 3 mois, le mode principal I de CaCO<sub>3</sub> se déplace vers les plus hautes températures.

- **Le premier pic** concerne l'évaporation de l'eau présente dans toute la porosité du matériau (l'eau libre, l'eau capillaire et l'eau adsorbée plus ou moins liée aux particules solides) et le départ de l'eau chimiquement liée aux hydrates. La perte de masse résultante de la perte d'eau libre et de la déshydratation des C-S-H et de l'ettringite débute à 110°C et peut se poursuivre jusque 130°C.

- **La perte entre 400°C et 600°C** correspond à la **décomposition (déshydroxylation) de la portlandite**.



- **Enfin sur une plage de 600°C à 800°C**, la perte de masse est due à la **décarbonatation du CaCO<sub>3</sub>** (perte de CO<sub>2</sub>) des granulats et/ou produit par carbonatation.



L'une des difficultés de cette technique reste l'interprétation des résultats, c'est-à-dire la distinction entre la décomposition des différentes phases. Il est impossible de distinguer l'eau libre des C-S-H et de l'ettringite. Nous prolongeons le palier entre 20°C et 105°C de 1 h de manière à mieux estimer l'eau libre, il n'est toutefois toujours pas possible de dissocier les pertes de masse liées aux C-S-H et à l'ettringite.



## Quantité de portlandite

La teneur massique de portlandite en (%) se calcule à partir de l'équation :

$$m_{Ca(OH)_2} = \frac{\left[ \Delta m_{400^\circ C \rightarrow 600^\circ C}(t) + m_{d,400^\circ C \rightarrow 600^\circ C}(t) \right] \cdot M_{Ca(OH)_2}}{m_c \cdot M_{H_2O}}$$

$\Delta m_{400^\circ C \rightarrow 600^\circ C}(t)$ : perte de masse de l'échantillon entre 400 et 600 °C [kg]

$m_{d,400^\circ C \rightarrow 600^\circ C}(t)$  : dérive de l'appareil entre 400 et 600 °C [kg]

$m_c$  : masse de ciment anhydre [kg]

$M_{Ca(OH)_2}$  : masse molaire de la portlandite [kg mol<sup>-1</sup>]

$M_{H_2O}$  : masse molaire de l'eau [kg mol<sup>-1</sup>]

Les teneurs en calcite sont calculées avec le même principe, avec les températures correspondantes à sa décomposition.

### II.2. Thermique différentielle (ATD)

C'est une technique dans laquelle **la différence de température** entre l'échantillon et la référence est mesurée en fonction du temps ou de la température lorsque la température de cet ensemble est programmée dans un atmosphère contrôlée.

L'analyse thermique différentielle permet une identification des phases responsables des différents pics endothermiques ou exothermiques observés (pertes ou reprises de masse, recristallisations, transformations  $\alpha \rightarrow \beta$ , etc.).

### **Ecarts thermiques => phénomènes physiques et chimiques**

**Phénomène exo :  $T_E > T_R \Leftrightarrow \Delta T = T_E - T_R > 0 \Rightarrow$  pic vers le haut**

**Phénomène endo :  $T_E < T_R \Leftrightarrow \Delta T = T_E - T_R < 0 \Rightarrow$  pic vers le bas**

La courbe ATD permet d'identifier les phases ayant provoqué des pics endothermiques ou exothermiques, par la température maximale de ces pics comme par exemple :

- < 110-130 °C : C-S-H et ettringite,
- O 175-190 °C : monocarboaluminate de calcium hydraté,
- O 230-240 °C : aluminat de calcium hydraté,
- < 250-270 °C : géhlénite hydratée,
- < 390-400 °C : brucite,
- O 460-510 °C : portlandite,
- < 575-579 °C : quartz,
- < 650-750 °C : calcite de carbonatation,
- O 780-800 °C : partie magnésienne de la dolomite,
- < 850-920 °C : calcite,
- < 900-930 °C : cristallisation de la wollastonite.

La courbe ATD permet également de déterminer quantitativement la teneur en certains minéraux comme le quartz, en calculant l'aire du pic de transformation  $SiO_2\alpha \rightarrow SiO_2\beta$ .

### II.3. Calorimétrie différentielle (DSC)

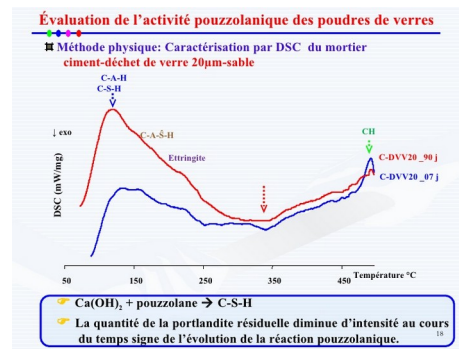
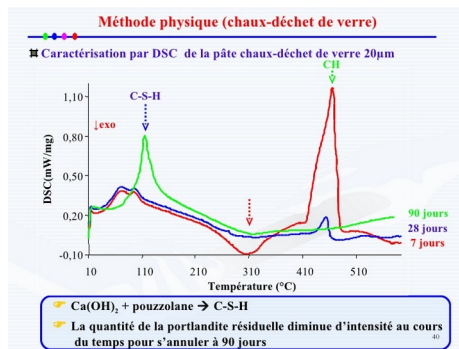
L'analyse calorimétrique différentielle mesure la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence, en fonction de la température ou du temps dans une atmosphère contrôlée. Ces mesures fournissent des informations qualitatives et quantitatives sur les transformations physiques et chimiques entraînant des échanges de chaleur endothermiques ou exothermiques.



Un calorimètre différentiel à balayage

Les analyses sont réalisées sous balayage d'un gaz inerte (par exemple, l'azote ou l'argon) pour éviter toute réaction du matériau à étudier avec l'atmosphère du four.

La calorimétrie différentielle à balayage et l'analyse thermodifférentielle (ATD) sont très souvent *confondues*. Il existe une différence fondamentale entre ces deux méthodes. Avec un appareil de DSC, on mesure des différences d'énergie, tandis qu'avec l'ATD, on mesure des différences de température.



### III.1. ANALYSE PAR FLUORESCENCE (RAYONS X)

- Analyse par fluorescence (x) de *perles* préparées par fusion de poudres.
- Méthode d'analyse permettant le dosage des éléments Si, Al, Fe, Ca, Mg, K, Na, S, Ti, Mn, P, Cr, Zr et Sr, par fluorescence X dans les matériaux cimentiers et les matières premières.
- Poudre *séchée à 105°C* et *broyée* au broyeur et passés dans un tamis de **80 microns**.
- Obtenir des renseignements *qualitatifs* et *quantitatifs* sur la composition chimique de l'échantillon.

### III.2. ANALYSE PAR DIFFRACTOMETRIE DES RAYONS X (DRX)

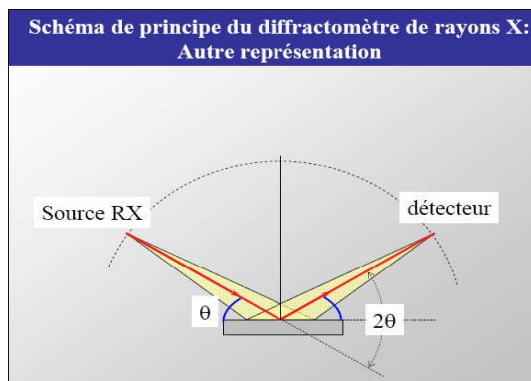
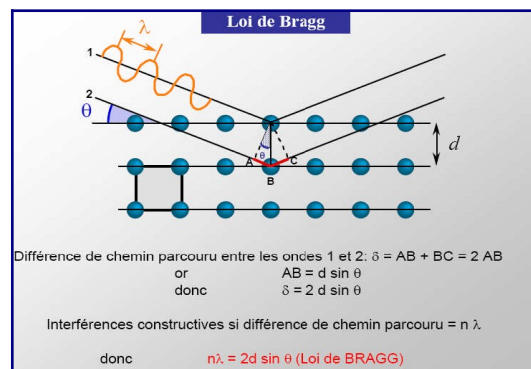
Lorsqu'un échantillon est bombardé par des rayons X, ce rayonnement provoque l'émission de son spectre. Le spectre est formé de raies caractéristiques des différents éléments. On peut analyser la composition chimique de l'échantillon ; La hauteur du pic est

reliée à la concentration de l'élément ; On peut faire la cartographie d'un élément chimique. L'analyse par diffraction aux rayons X utilisant la méthode des poudres, trouve son principal emploi dans la détermination des minéraux. Chaque corps cristallin produit en effet un spectre ou diffractogramme X qui rend compte de sa structure interne et de la nature des minéraux. On peut considérer que tout diffractogramme X est une sorte "*d'empreinte digitale*" spécifique, qui permet de distinguer un minéral d'un autre. Pour identifier un corps, à partir de son diffractogramme X, on dispose d'un *fichier ASTM* où les minéraux sont classés en fonction de leurs trois raies principales, dont l'intensité de la raie la plus forte étant fixée à 100. Si plusieurs espèces minérales sont réunies dans la poudre étudiée, le diagramme est la juxtaposition des diagrammes élémentaires.

Lorsqu'un rayon X monochromatique de longueur d'onde  $\lambda$  est incident aux plans du réseau d'un cristal avec un angle  $\theta$ , la diffraction a lieu seulement lorsque la distance parcourue par les rayons réfléchis de plans successifs, diffère d'un nombre entier de longueur d'onde. C'est la *loi de Bragg* (figure). Où  $d$  est la distance interréticulaire séparant deux plans de même famille ( $h, k, l$ ),  $n$  est l'ordre de diffraction.

Le dispositif expérimental utilisé est un diffractomètre (*PHILIPS*) de poudre à compteur courbe. Il fonctionne avec la raie  $\alpha_1$  du Cuivre:  $\lambda = 1,54056$  angström, sur une plage de  $5$  à  $60^\circ$  ( $2\theta$ ). L'identification est réalisée en comparant le diffractogramme obtenu avec une base de données internationale *J.C.P.D.S* (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) contenant les diffractogrammes de référence de plus de 80000 phases. Cette méthode permet l'identification des différentes phases cristallines constitutives de l'échantillon et aussi d'estimer les proportions relatives de ces différentes phases.

A cet effet, nous avons analysé par diffraction aux rayons X *le sable de dune finement broyé*, pour mettre en évidence sa nature minéralogique. Par la suite, nous avons suivi *la cinétique de fixation de la chaux* en fonction du temps des mélanges en pâtes préalablement conservés dans des tubes en PVC à  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  fermés hermétiquement. Les analyses ont été faites au laboratoire de physique - *Université Amar Telidji Laghouat*.



**Différents types de montage pour acquérir un diffractogramme**

**Bombarder l'échantillon avec des rayons X**

détecteur de rayons X

tube à rayons X

échantillon

détecteur de rayons X

tube à rayons X

échantillon

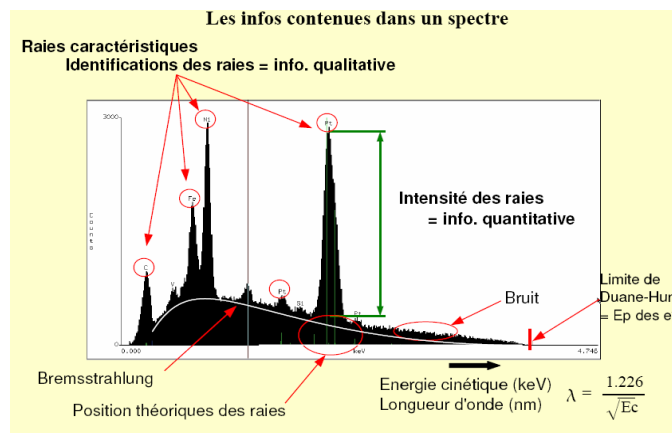
Montage  $\theta - 2\theta$

- Source RX fixe
- détecteur mobile ( $2\theta$ )
- échantillon mobile ( $\theta$ )

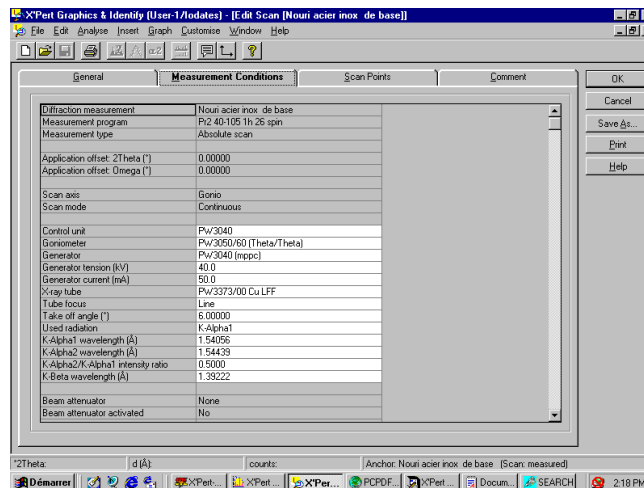
Montage  $\theta - \theta$

- Source RX mobile ( $-\theta$ )
- détecteur mobile ( $+\theta$ )
- échantillon fixe

⇒ possibilité de contrôler l'environnement



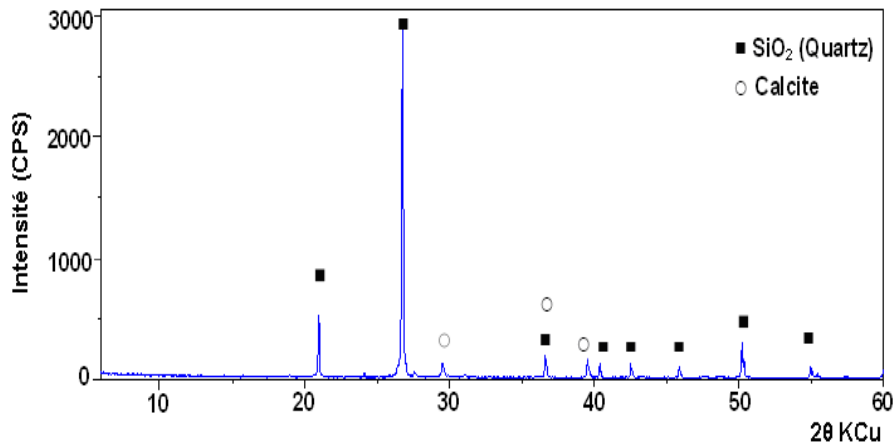
*Diffractomètre de poudre à compteur courbe et la loi de Bragg*



*Paramètres de diffractomètre*

**Nature minéralogique**

La diffraction aux rayons X est effectuée sur sable de dune finement broyé. Les résultats de l'essai sont représentés sur la (figure) schématisant les différents composants minéralogiques.



*Diffractogramme X (sable de dune finement broyé)*

Le diffractogramme X de cet échantillon met en évidence une teneur importante et majoritaire en quartz. Indique que le sable de dune finement broyé présente une structure siliceuse cristallisée du type low-quartz (quartz  $\alpha$  (basse température)).

### **Réactivité pouzzolanique du sable de dune finement broyé**

Afin de mieux cerner l'effet pouzzolanique de cette addition dans les pâtes de ciment Portland, nous avons suivi l'évolution de l'hydratation des mélanges en pâtes 50% Chaux + 50% Sd par diffractométrie aux rayons X.

Cette étude est une approche simplifiée de celle des pâtes de ciment 80% CPA + 20% Sd dans lesquelles la réaction principale est la fixation de la chaux, provenant de l'hydratation du ciment, en présence du sable de dune finement broyé (réaction pouzzolanique).

Afin de mettre en évidence le gain de résistance des pâtes à base de ciment prémélangé au sable de dune finement broyé. A un âge donné, une partie de la pâte est broyée en une poudre très fine, pour être testée par diffraction aux rayons X.

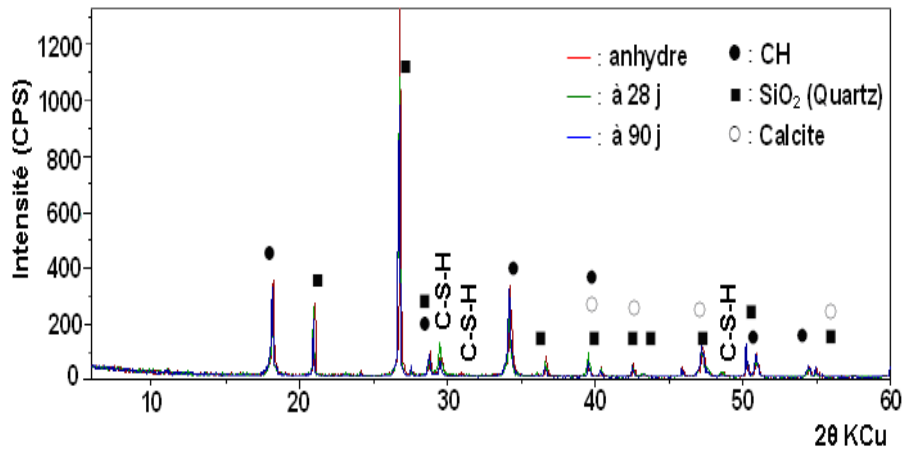
Pour analyses la réactivité du sable de dune finement broyé nous avons étudié: l'évolution de l'hydratation des mélanges (50% Chaux + 50% Sd) et (80% CPA + 20% Sd).

#### **1. Évolution de l'hydratation des mélanges (50% Chaux + 50% Sd)**

L'évolution de la réaction pouzzolanique en fonction du temps a été étudiée par diffraction aux rayons X sur des pâtes contenant (50% Chaux pure + 50% Sd).



Ces mélanges en pâte ont une prise hydraulique due à la formation d'une phase C-S-H. Cette dernière est semi-cristallisée. Les C-S-H obtenus sont semi-cristallisés vu qu'ils ne présentent pas des raies supplémentaires à celles correspondant aux réflexions h.k.l soient: 3.06 Å (220), 2.80 Å (400) et 1.83 Å (040).



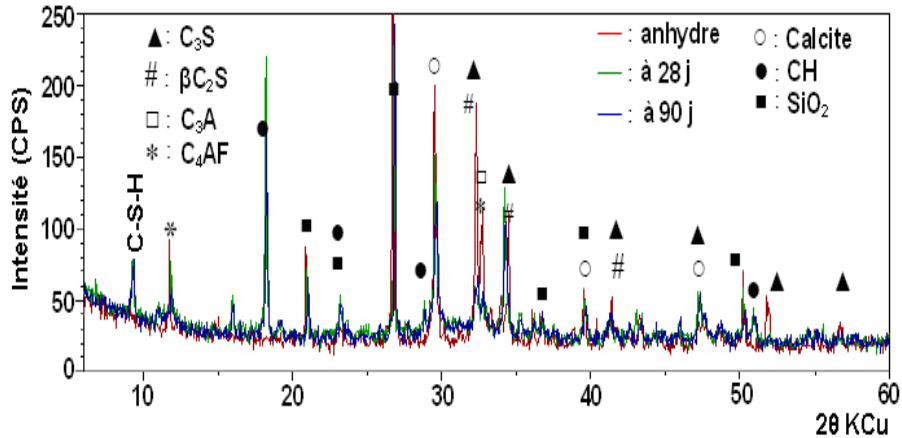
*Hydratation des pâtes aux différents âges (50% Chaux + 50% Sd)*

Les diffractogrammes X de la figure montre que les intensités des raies de la chaux ( $d = 4.9 \text{ \AA}$ ,  $d = 2.62 \text{ \AA}$  et  $d = 1.92 \text{ \AA}$ ) diminuent en fonction du temps, ce qui indique la fixation de la chaux par les grains de silice pour former du silicate de calcium hydraté C-S-H semi-cristallisé (réactivité pouzzolanique partielle du Sd). ( $d$  = distance interréticulaire ou distance entre deux plans cristallographiques).

Le sable de dune finement broyé, malgré sa nature cristalline, présente une réactivité pouzzolanique partielle.

## **2. Évolution de l'hydratation des mélanges (80% CPA + 20% Sd)**

De la même manière, nous avons suivi par diffraction aux rayons X l'évolution de l'hydratation des mélanges sous forme de pâtes (80% CPA + 20% Sd) en fonction du temps. Les modifications des cinétiques d'hydratation du ciment Portland, en présence du sable de dune finement broyé sont mises en évidence par diffractométrie aux rayons X.



*Hydratation des pâtes aux différents âges (80% CPA + 20% Sd)*

L'examen des diffractogrammes X de la figure conduit aux observations suivantes:

- À 28 jours d'hydratation les intensités des raies de chaux CH et de silicate de calcium hydraté C-S-H apparaissent, et les intensités des raies de C<sub>3</sub>S et βC<sub>2</sub>S diminuent ce qui indique l'hydratation des silicates de calcium.
- En présence du sable de dune finement broyé et à 28 jours d'hydratation les intensités des raies du quartz diminuent comparativement à celles du mélange anhydre, donc la réaction pouzzolanique partielle du Sd, ce qui confirme les résultats trouvés précédemment.
- À 90 jours d'hydratation les intensités des raies de chaux et des minéraux du ciment, de même que celle du quartz, diminuent d'une manière significative, ce qui montre l'effet pouzzolanique partiel du sable de dune finement broyé. Ce résultat confirme que le Sd n'est pas inerte et participe à la formation de nouveaux C-S-H II qui rendent la pâte plus dense et plus compacte.

#### **IV. ANALYSE AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)**

Le principe du microscope électronique à balayage repose sur le balayage de l'échantillon par un faisceau d'électrons. L'interaction des électrons avec la matière conduit à l'émission d'électrons secondaires, de photons X, d'électrons rétrodiffusés, d'électrons Auger. Tous peuvent permettre la formation d'une image si le microscope est doté d'un détecteur capable de transformer les électrons ou les photons émis en signal électrique. L'identification de la microstructure du béton peut être réalisée au MEB à partir de fractures ou de surfaces polies.

## 1. Préparation des échantillons (surfaces polies)

1- D'abord coupés sous éthanol et polis afin de présenter une surface plane ;

2- Séchés superficiellement à l'air comprimé ;

3- Ensuite imprégnés de résine sous vide. L'imprégnation débute par une phase de pompage qui assèche la porosité ;

4- Démoulés 24 h après imprégnation et polis jusqu'au micromètre encore 24 h plus tard ; Le polissage enlève une couche d'environ 2 mm d'épaisseur et n'utilise comme lubrifiant que de l'éthanol ;

5- Placées sous vide pour la phase de métallisation au carbone.

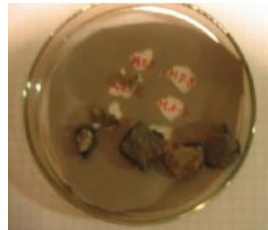


*Préparation des échantillons (découpage et polissage)*

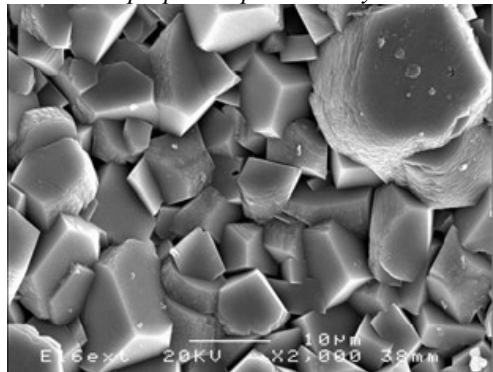
*Mise sous vide des échantillons à surfaces polies*

## 2. Préparation des fractures

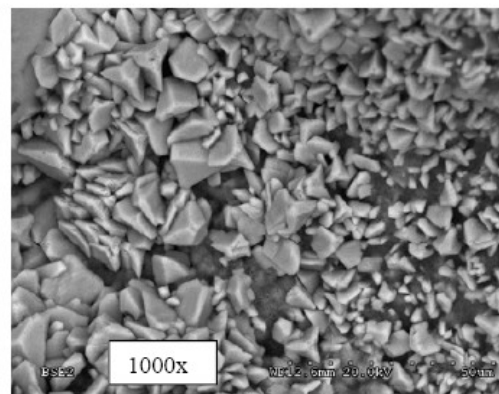
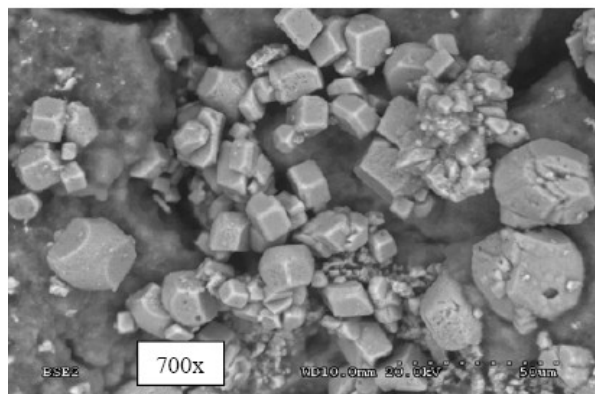
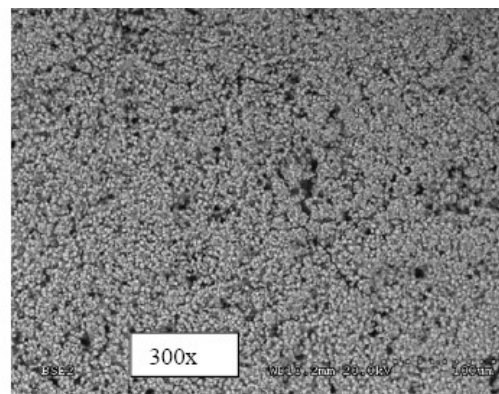
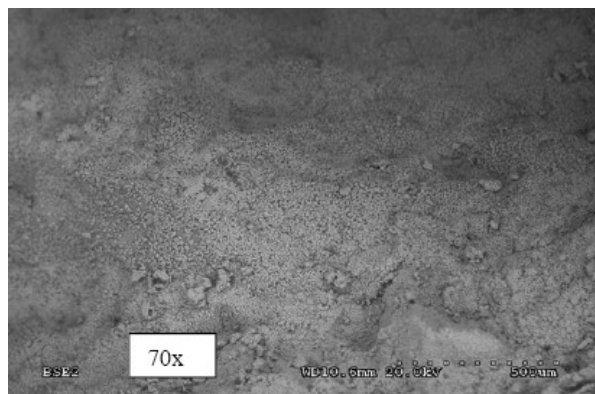
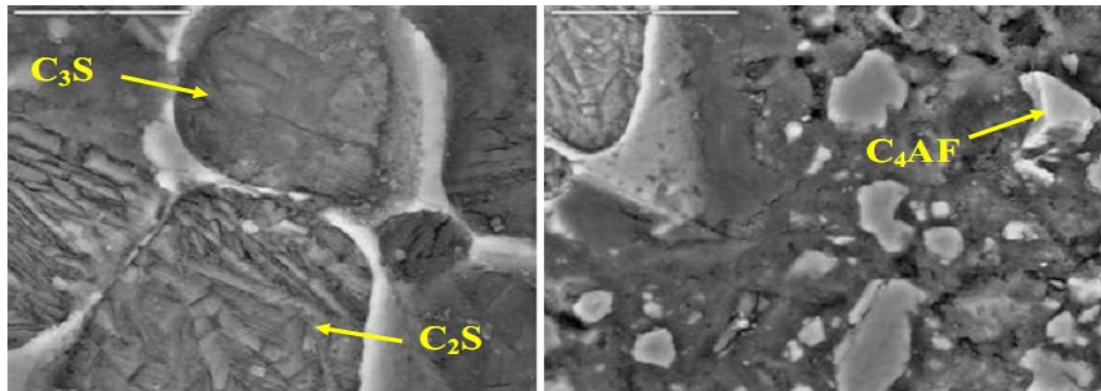
Les fractures sont obtenues en brisant une partie de la carotte (figure) qui a servi à fournir les surfaces polies. La surface fracturée obtenue est fixée sur un plot à l'aide d'une colle conductrice puis badigeonnée de laque d'argent sur les faces latérales avant de procéder à sa métallisation au carbone. Les échantillons sont ensuite observés au MEB en utilisant principalement la technique des électrons secondaires (SE).



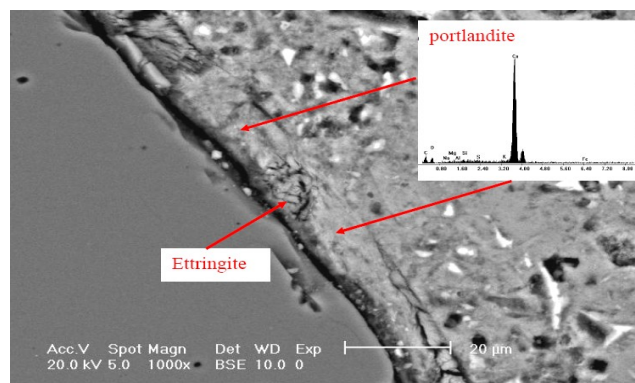
*Fractures préparées pour l'analyse au MEB*



*Observation au MEB de la surface des éprouvettes de béton conservées dans l'eau courante  
(Les cristaux de portlandite sont bien formés)*

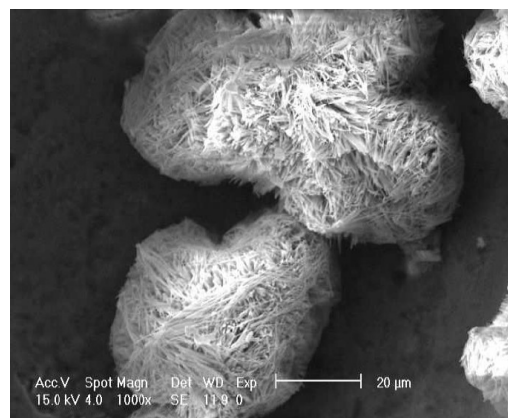
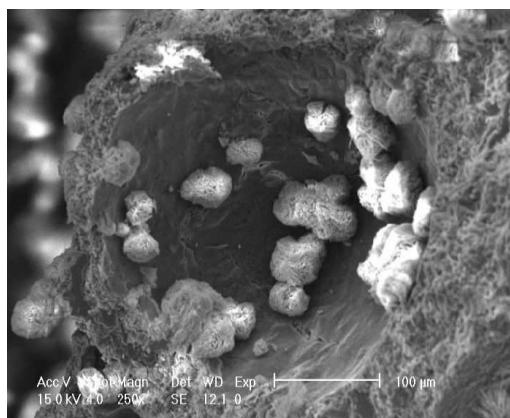
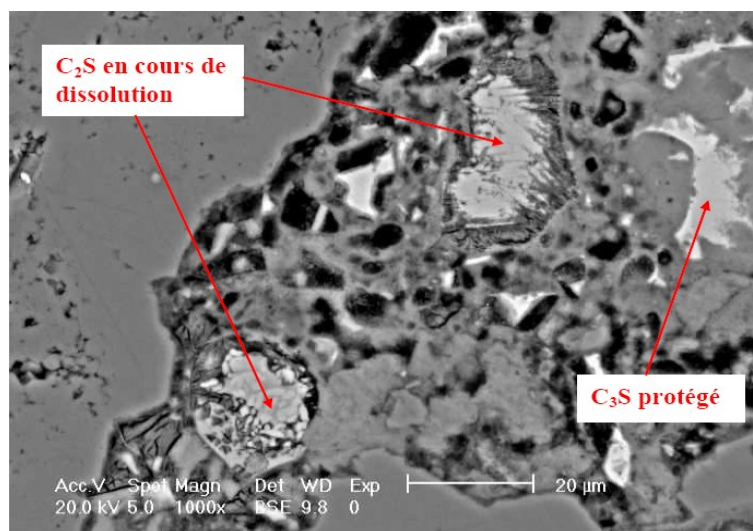


*Observation au MEB à pression variable d'une couche de calcite*



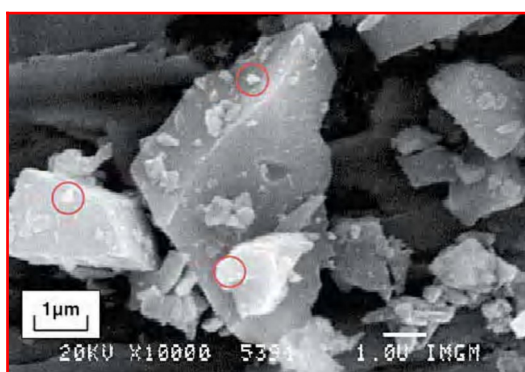






*Une vacuole comporte sur sa périphérie plusieurs pelotes d'ettringite*

La réactivité des poudres de quartz cristallisé, mesurée dans un milieu statique (non activé) thermiquement (essai à 20°C), attribuée jusqu'à présent à une amorphisation de la surface des grains, résulte de la présence de grains très fins adsorbés sur la surface des grains plus gros. Comme la montre la figure ci dessous.

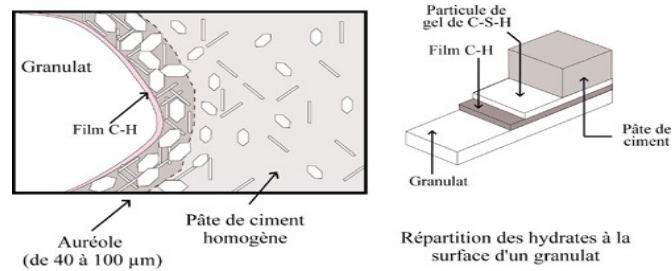


*Adsorbats en surface des grosses particules*



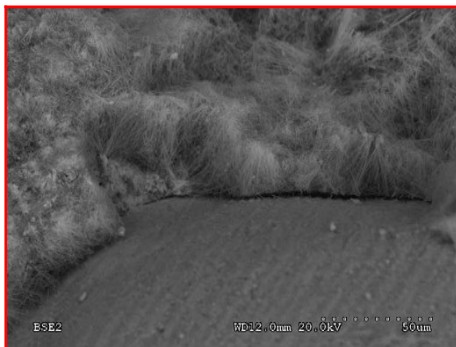
## Microstructure de l'interface pâte/granulat

Une zone de transition, sépare la pâte de ciment hydratée et le granulat (figure).



*Interface entre un granulat et une pâte de ciment  
Portland hydratée*

La figure indique une vue à plus fort grossissement (600×) de la zone d'interface pâte/granulat. On remarque encore, la présence d'une grande quantité d'hydrates fibreux, probablement de l'ettringite. A plus fort grossissement (1000×), on voit apparaître quelques cristaux de calcite enchevêtrés dans les aiguilles d'ettringite (figure).



*Hydrates fibreux à l'interface*

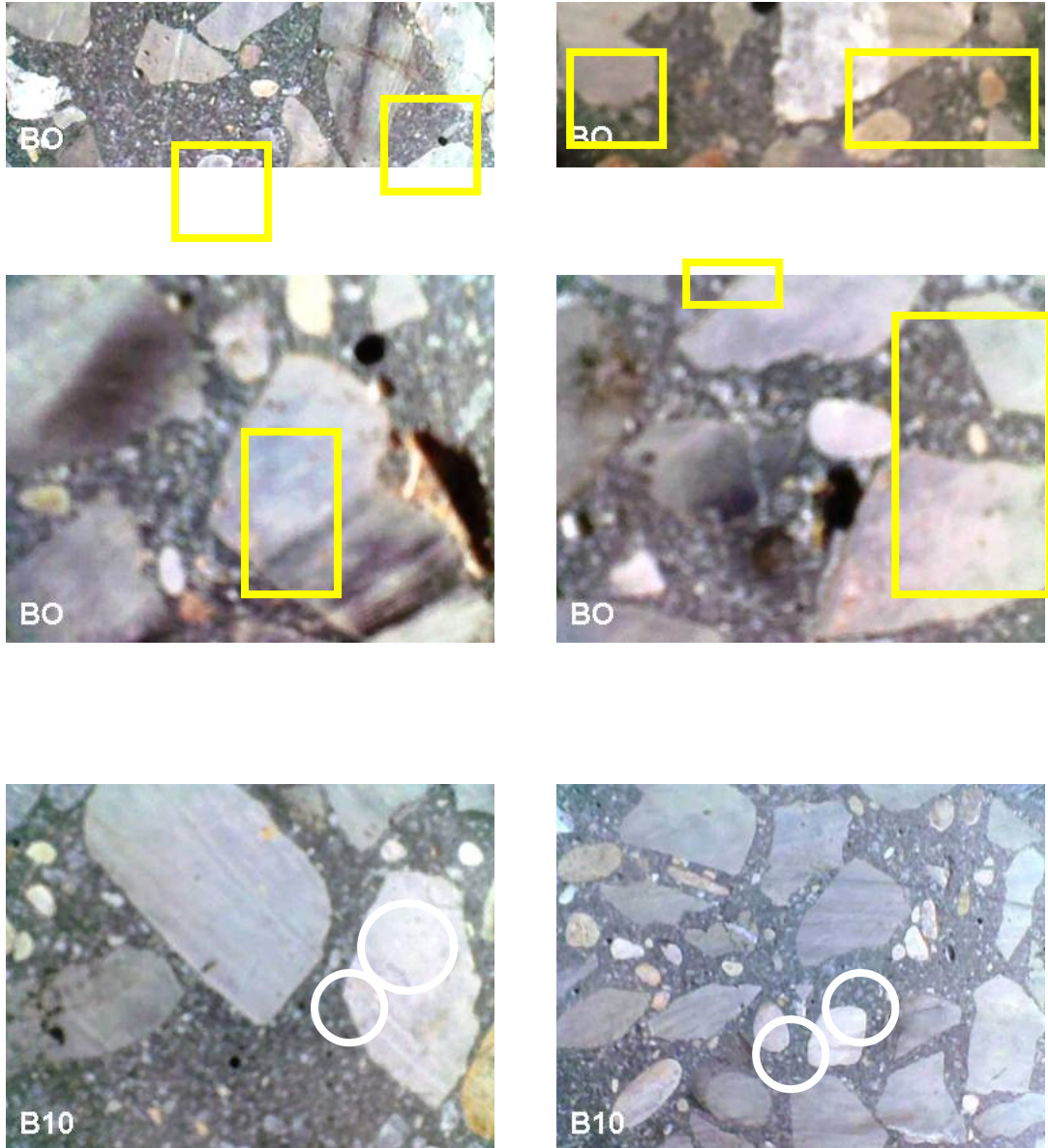
*Calcite et aiguilles  
pâte/granulat (grandissement 600×)*



*d'ettringite à la surface de la fissure  
(grandissement 1000×)*

Cette zone possède une microstructure différente du reste du béton et ceci peut induire des faiblesses locales dans le béton, altérant ses propriétés mécaniques et sa résistance envers la perméabilité à l'eau et des agents agressifs.

La **figure** présente les sections des bétons BO et B10. On observe des cavités dans la structure de béton BO sépare le mortier du gravier, située près de l'interface mortier/gravier. En revanche, elles semblent avoir été éliminées au sein du béton B10.

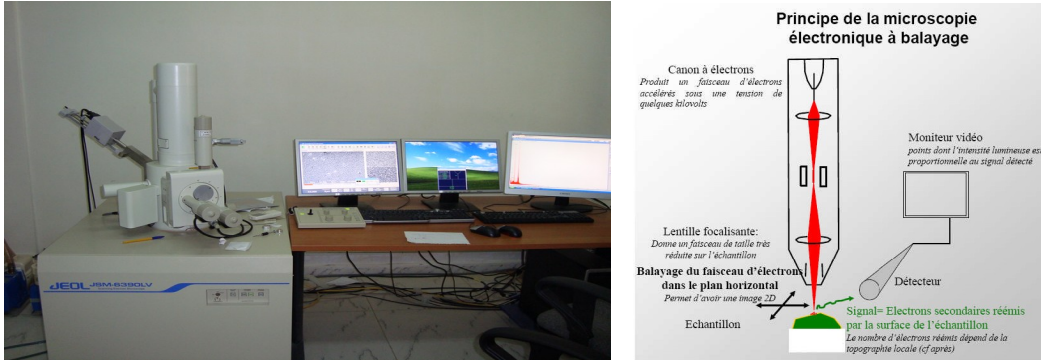


*Sections des bétons*

La zone de transition interfaciale est souvent décrite comme une zone dont l'épaisseur, variable de 10 à 50  $\mu\text{m}$ , dépend principalement des propriétés pouzzolaniques des additions minérales. Cette zone présente une forte porosité ce qui induit des caractéristiques mécaniques médiocres. Il est souvent avancé que l'adhésion entre le gravier et le mortier conditionne la résistance mécanique et les propriétés de transfert du béton. Il est reconnu depuis longtemps que les microfissures se développent en premier à la zone de transition interfaciale.

Pour examiner la zone de transition interfaciale à 180 jours des bétons BO et B10, nous avons procédé différents grossissements à partir d'un microscope électronique à balayage (MEB) sur surfaces polies.

Les analyses ont été faites au laboratoire de *l'université de Biskra*. Le microscope électronique à balayage utilisé pour ce travail est un **JEOL JSM – 6390 LV** équipé d'une microsonde pour l'analyse en sélection d'énergie (figure). La tension d'accélération appliquée est de 15 keV pour l'imagerie sur surface polie et pour la microanalyse élémentaire par spectrométrie X qui permet de cerner leur composition chimique.



*Microscope électronique à balayage de l'université de Biskra*

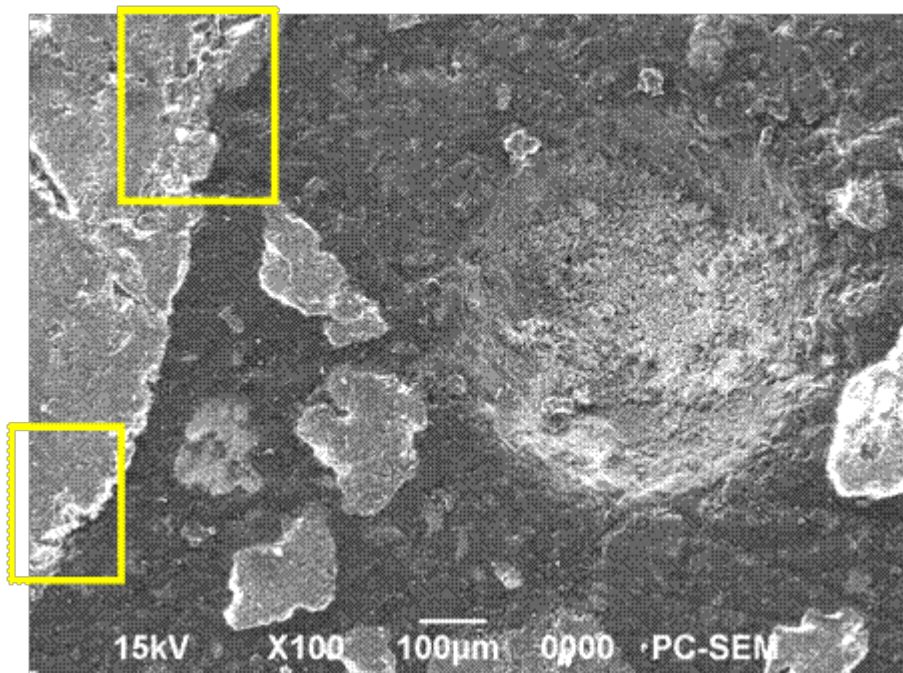
Pour cela, les échantillons sont d'abord coupés et polis afin de présenter une surface plane (figure). La qualité des analyses est donc directement liée à la qualité du polissage. Le polissage est effectué avec des papiers abrasifs pour enlever une couche inférieure à 1 mm d'épaisseur. La surface analysable est de  $(2 \times 2) = 4 \text{ cm}^2$  et l'épaisseur de l'échantillon ne doit pas dépasser 1.5 cm. Une fois le polissage terminé, les échantillons sont observés au MEB en utilisant la technique des électrons rétrodiffusés (BSE) (*image chimique*) et la technique des électrons secondaires (SE) (*image topographique*). Les électrons secondaires, autorisent généralement un grossissement 4 fois plus important que les électrons rétrodiffusés et permettent, grâce à la troisième dimension, d'apprécier la géométrie des cristaux et la texture.



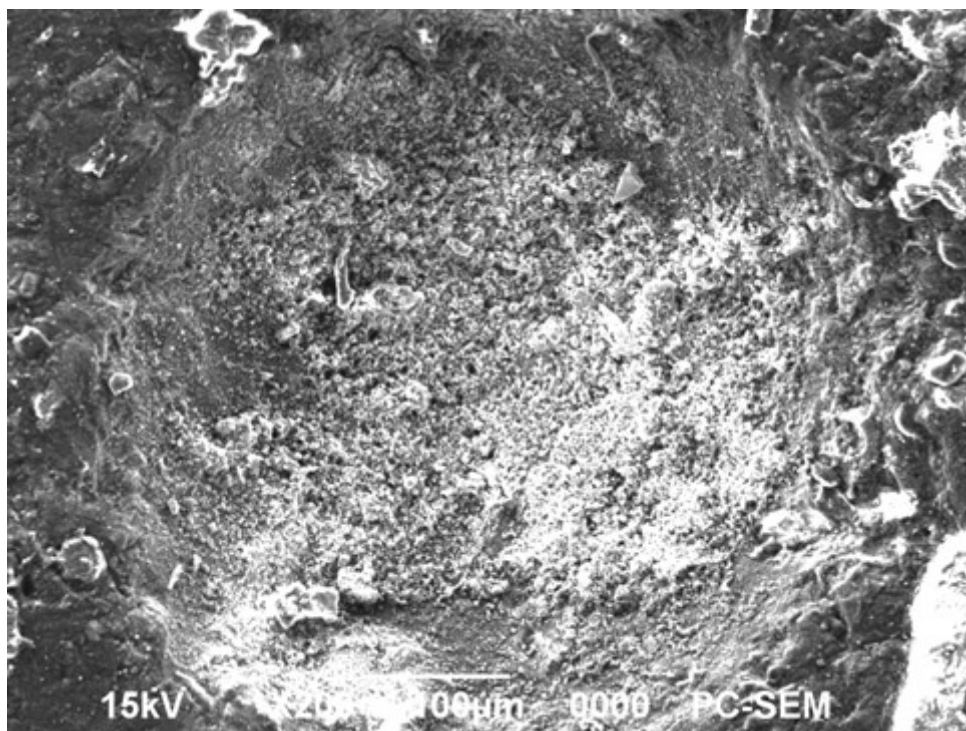
*Les échantillons (BO et B10)*



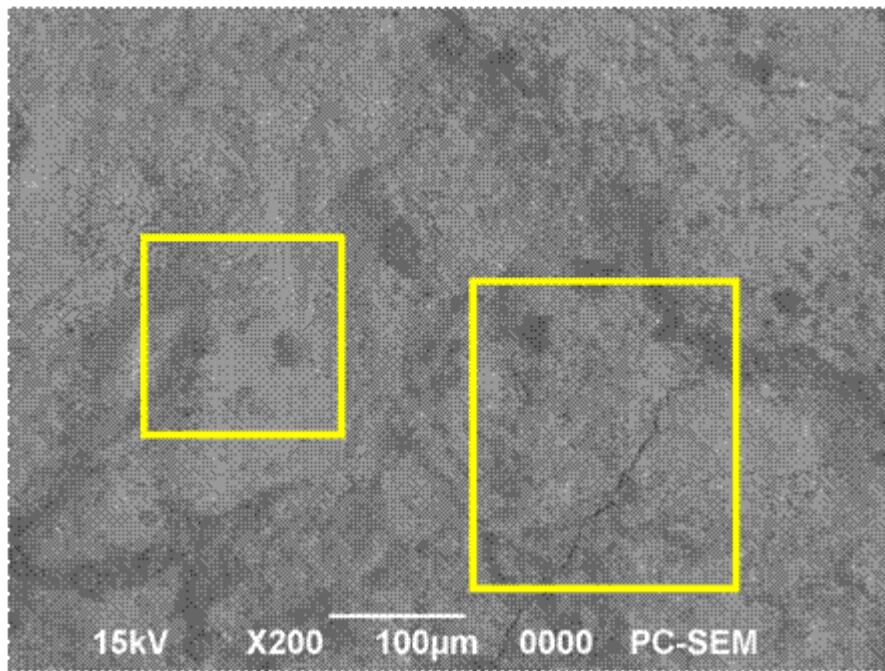
Les photos obtenues au MEB sont présentées sur les figures et la microanalyse élémentaire par spectrométrie X sur la figure.



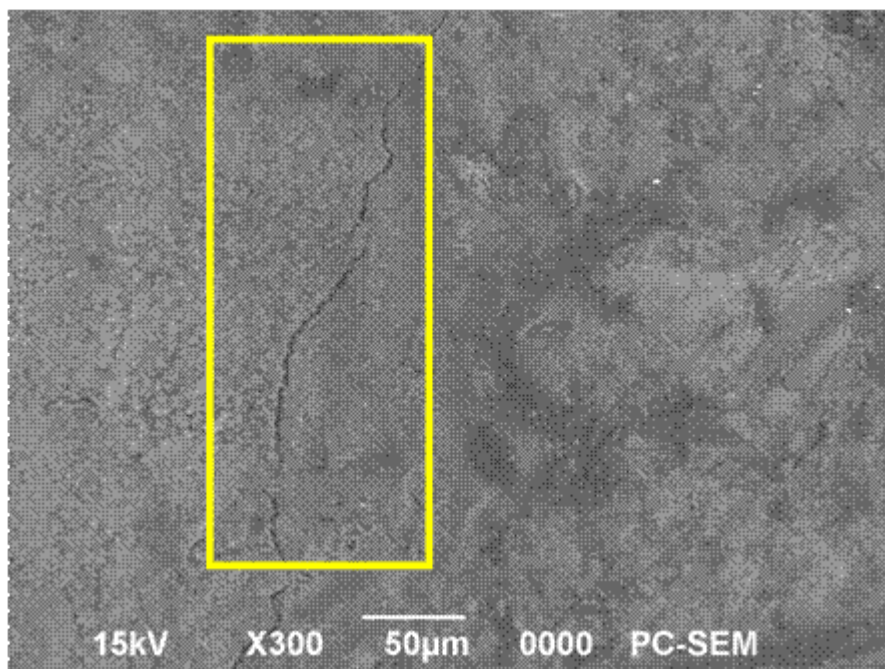
*Une microfissure sépare le mortier du gravier pour le béton ordinaire.  
La présence d'une porosité fermée.*



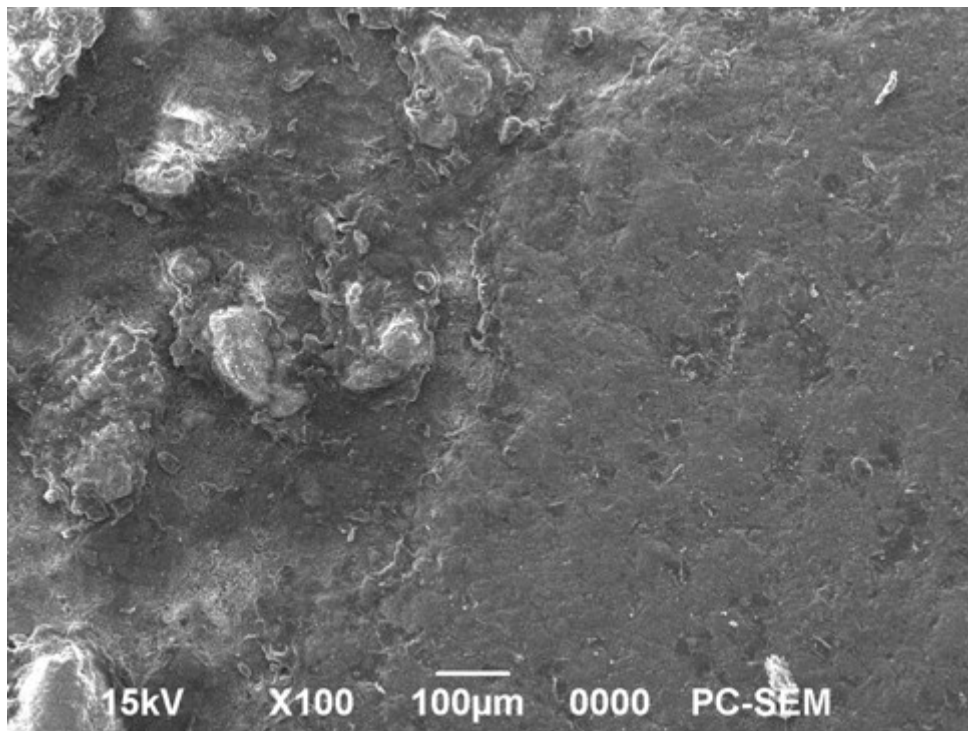
*La présence de la portlandite dans la porosité fermée.*



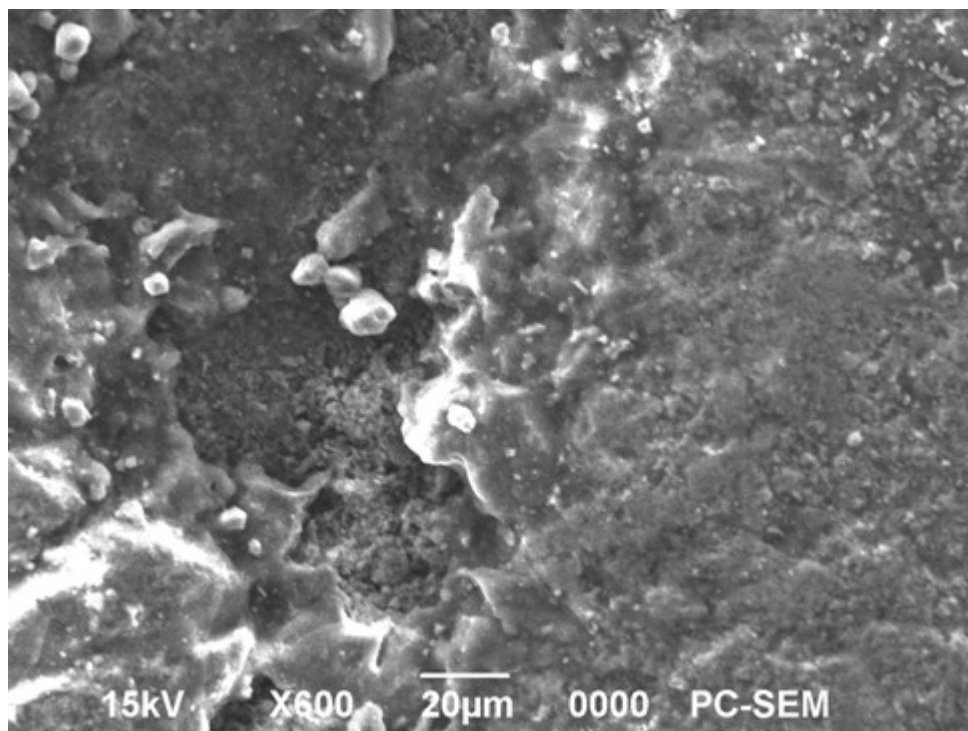
*Une microfissure sépare le mortier du gravier pour le béton ordinaire.  
La fissuration amorcée au sein du mortier.*



*La fissuration amorcée au sein du mortier.*

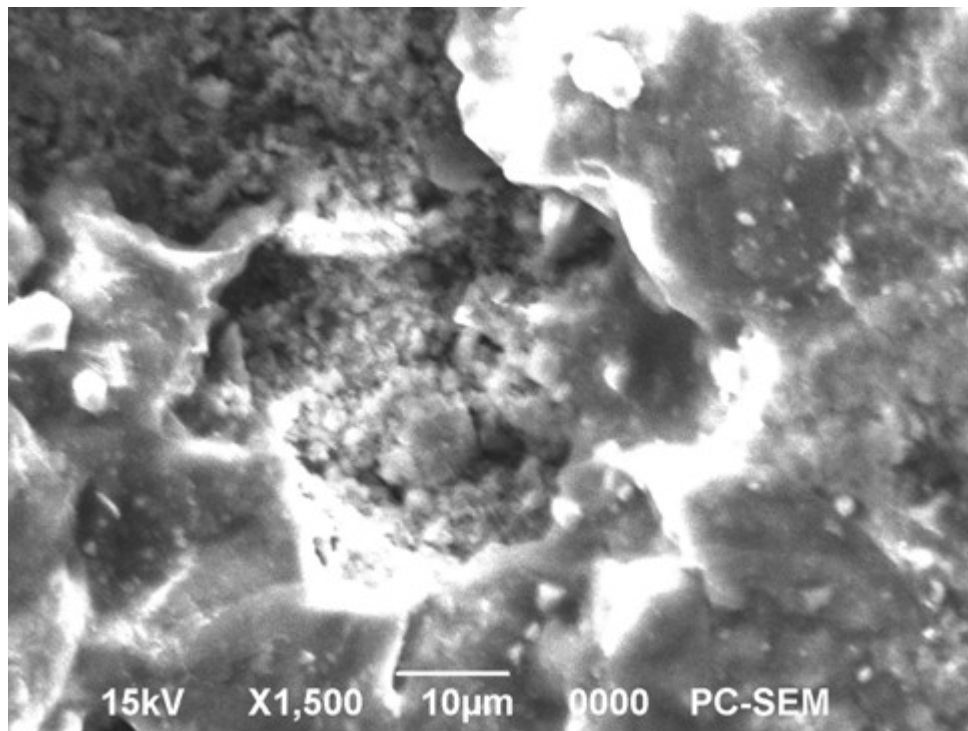


*Le degré de décollement à l'interface pour le béton ordinaire est toujours plus marqué.  
La présence de la portlandite à l'interface mortier/gravier.*

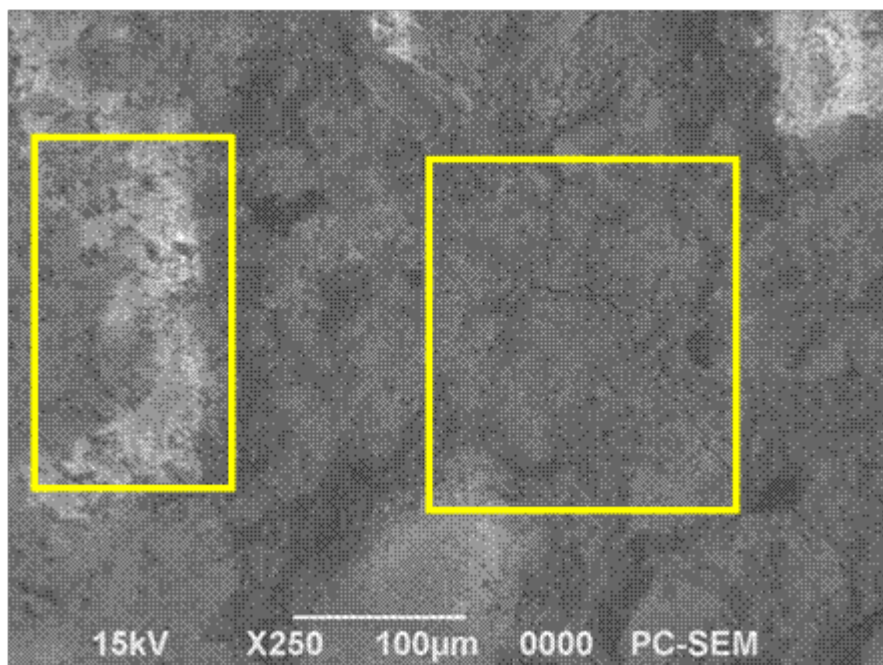


*Le degré de décollement à l'interface pour le béton ordinaire est toujours plus marqué.*

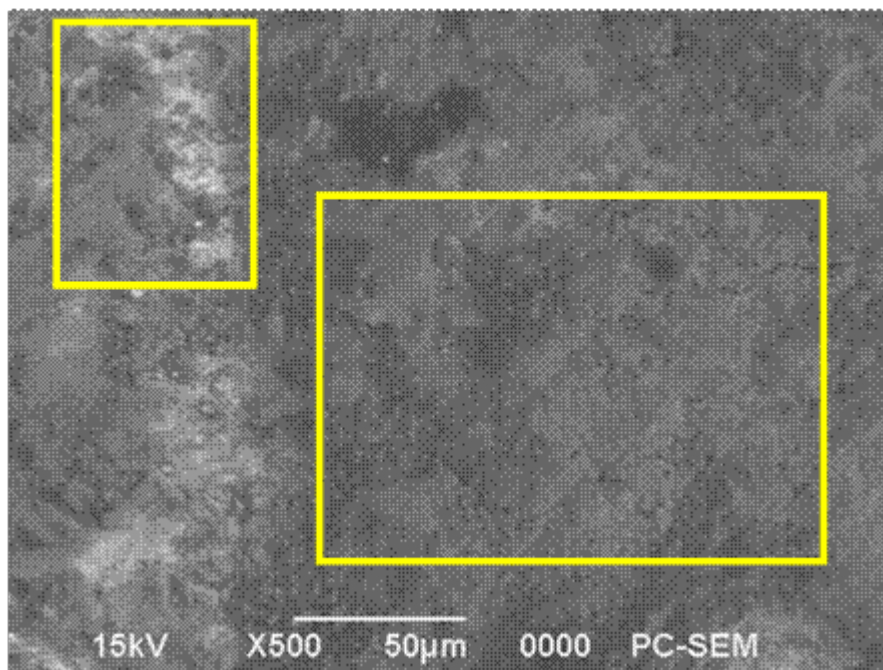




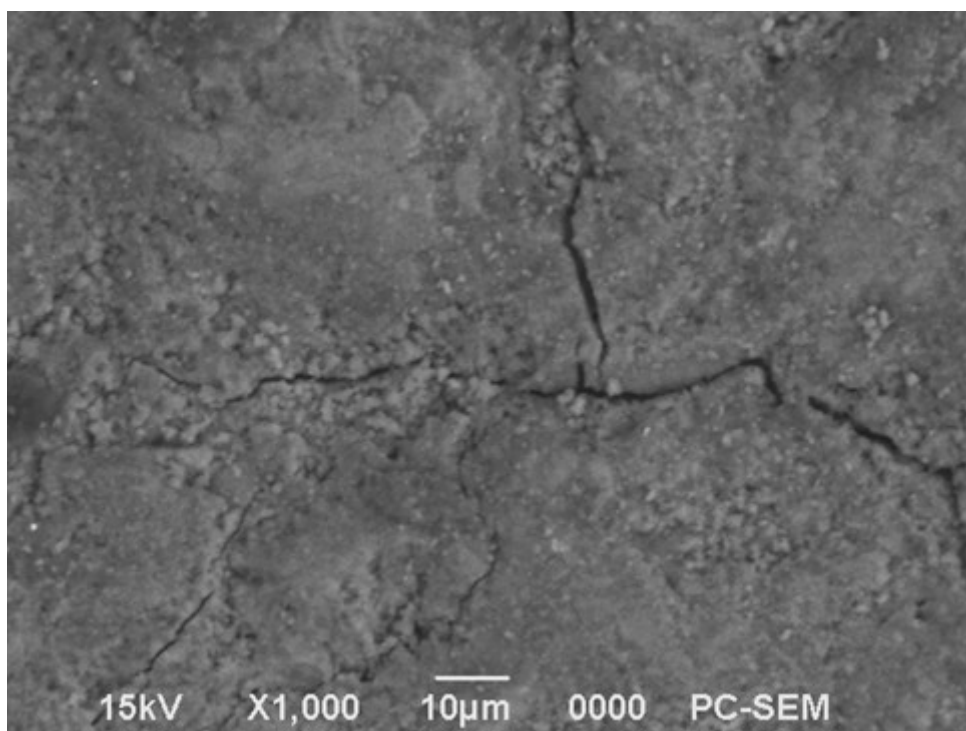
*Le degré de décollement à l'interface pour le béton ordinaire est toujours plus marqué.*



*La fissuration amorcée au sein du mortier.  
La portlandite cristallise à la surface des graviers.*

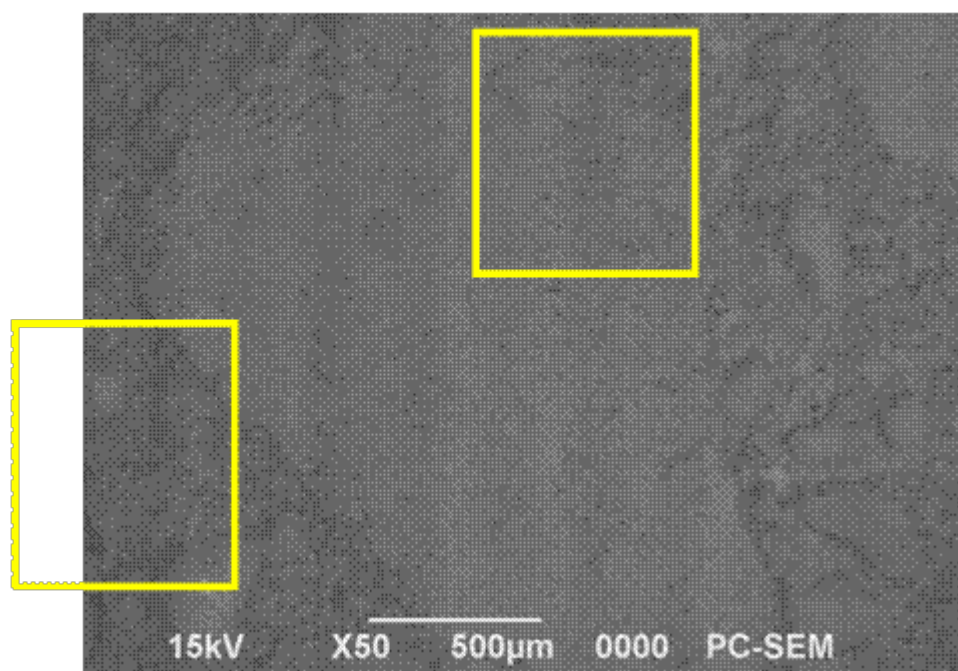


*La fissuration amorcée au sein du mortier.  
La portlandite cristallise à la surface des graviers.*

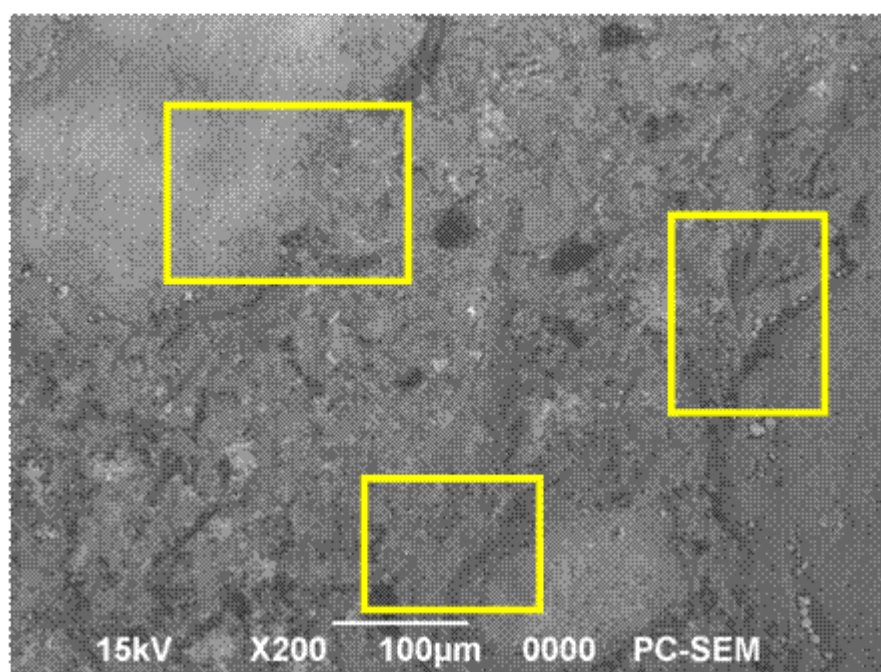


*La fissuration amorcée au sein du mortier.*

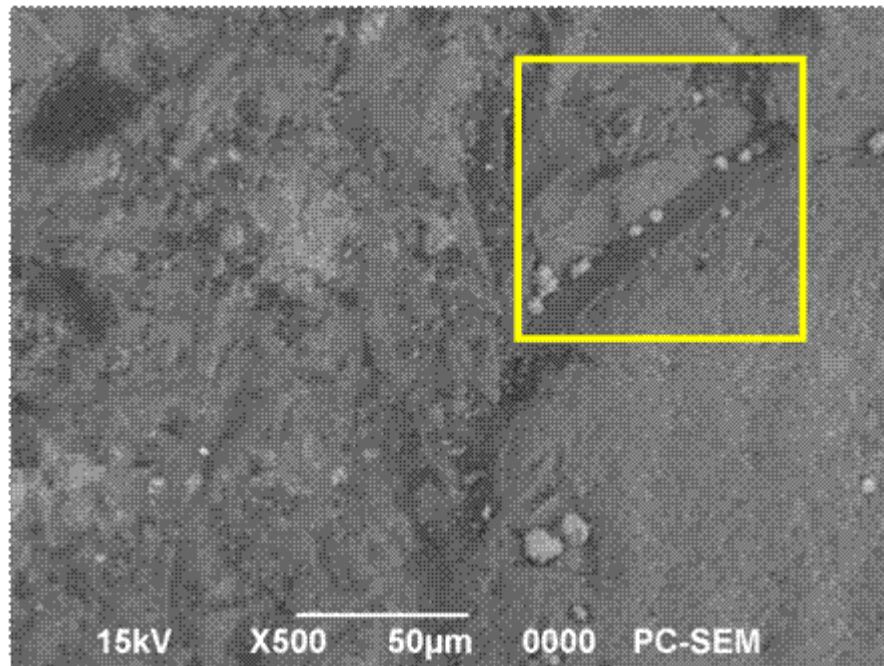
**Béton ordinaire BO à base de CPA**



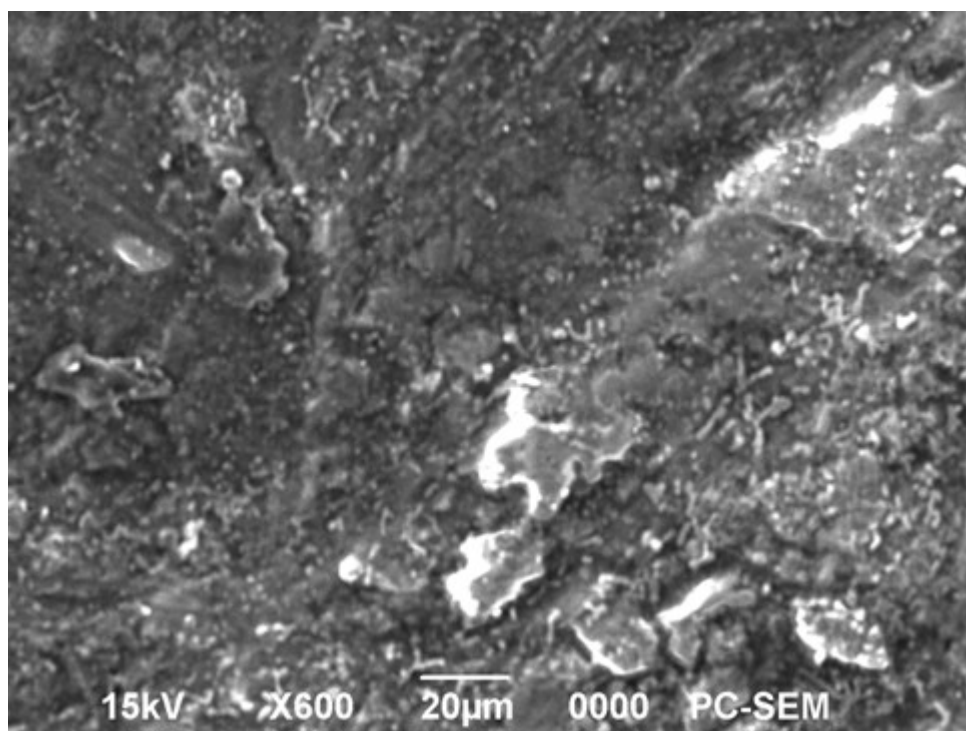
*La zone de transition interfaciale est presque inexistante pour le béton B10.*



*La réaction pouzzolanique permet d'augmenter la résistance à l'interface mortier/gravier. En effet, la portlandite cristallise à la surface des graviers, la réaction avec le Sd permet de consommer celle-ci et de créer des hydrates de type C-S-H II semi-cristallisé de deuxième génération bien liés aux graviers.*

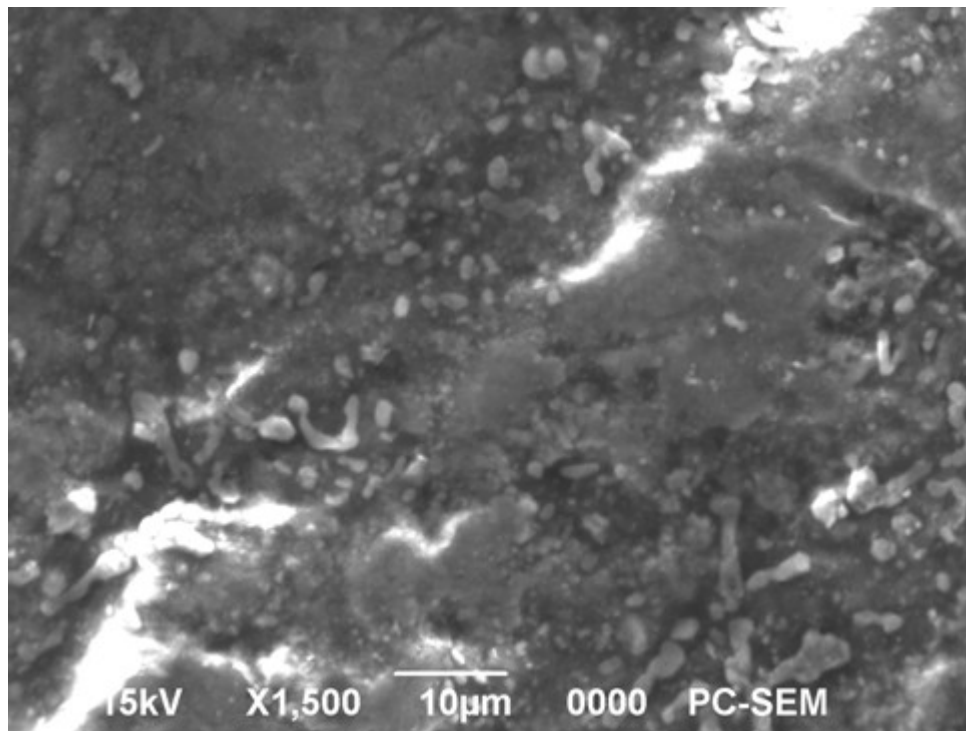


*Une microstructure relativement améliorée dans le béton B10 a été remarquée avec des interfaces relativement plus densifiées.*

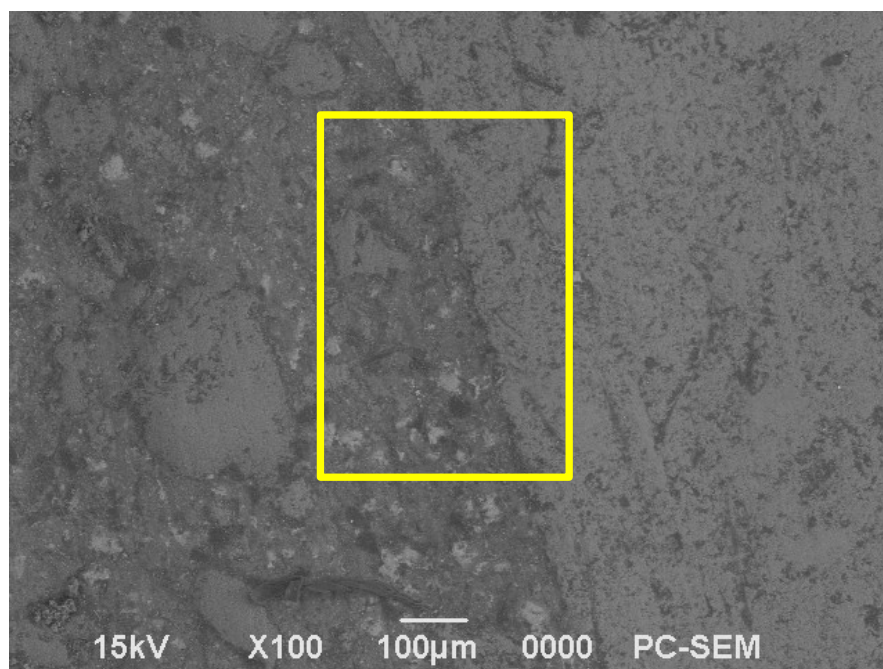


*La microfissure est littéralement freinée à l'interface mortier/gravier par la présence de Sd*

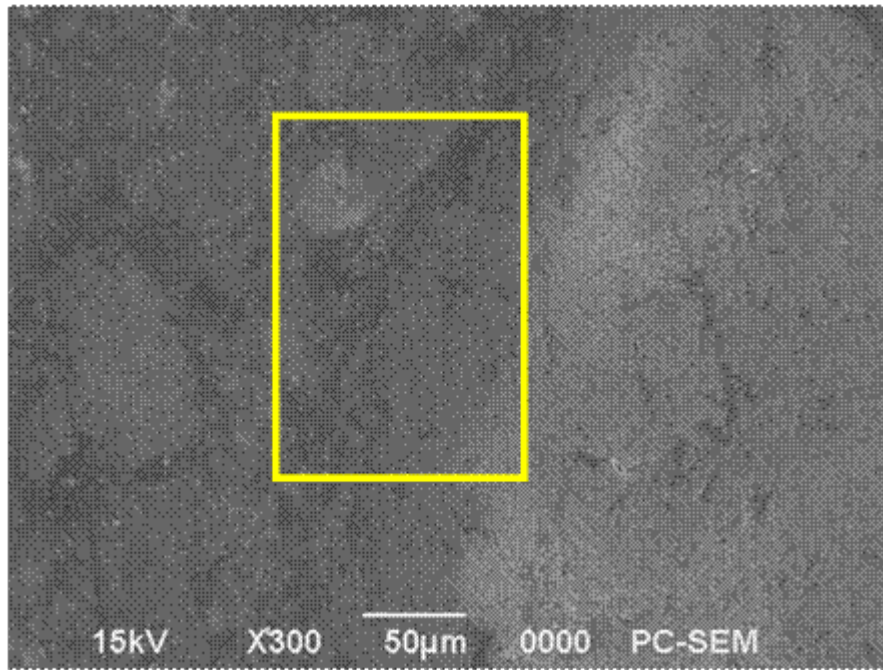




*La microfissure est littéralement freinée à l'interface mortier/gravier par la présence de Sd*



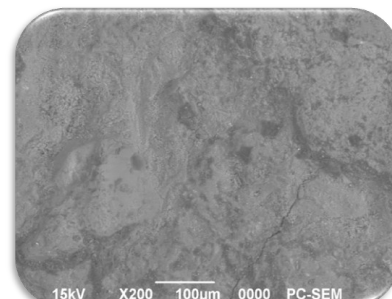
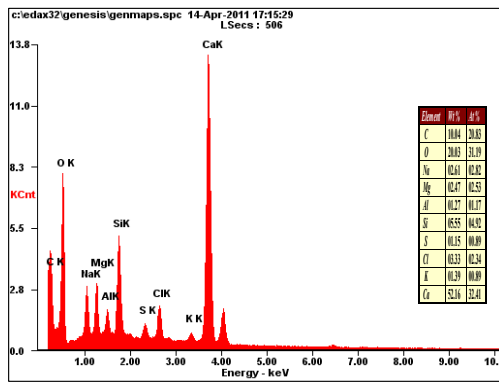
*Une microstructure relativement améliorée dans le béton B10 a été remarquée avec des interfaces relativement plus densifiées.*



La zone de transition interfaciale est presque inexistante pour le béton B10.

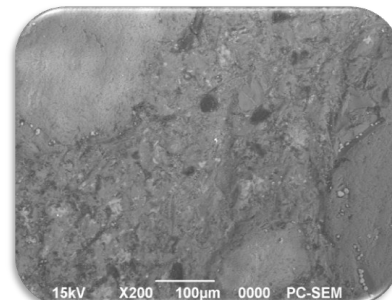
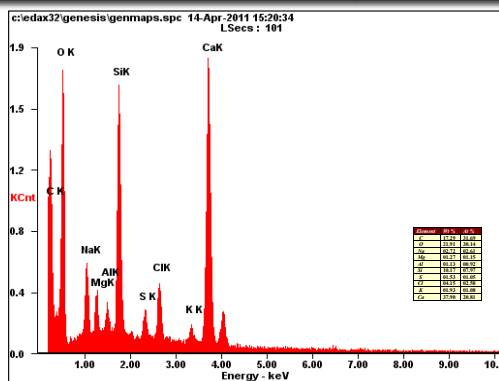
**Béton B10 à base de CPA + 10% Sd**

**Observation au MEB de la zone de transition interfaciale**



Béton ordinaire BO à base de CPA

**Microanalyse élémentaire par spectrométrie X**



Béton B10 à base de CPA + 10% Sd

Microanalyse élémentaire par spectrométrie X



La microanalyse élémentaire par spectrométrie X (figure) montre que le rapport ( $\text{CaO}/\text{SiO}_2$ ) plus faible dans le cas du béton B10 de l'ordre de (1.11) par rapport à celui du béton ordinaire de l'ordre de (1.58), cette diminution du rapport ( $\text{CaO}/\text{SiO}_2$ ) traduit parfaitement la fixation de la portlandite par le sable de dune finement broyé (réaction pouzzolanique).

Dans le même sens, le diagramme de *Verbeck et Copeland* des phases des produits d'hydratation des silicates montre les différentes phases de C-S-H formées sous un traitement thermique en fonction du rapport ( $\text{CaO}/\text{SiO}_2$ ) noté C/S (figure).

A 20°C, le rapport C/S du ciment anhydre correspond à une valeur de 2,7 (point A) qui diminue à 1,75 (point B) durant l'hydratation et la formation des C-S-H. Si l'on ajoute de la fumée de silice, et grâce à la réaction pouzzolanique, on passe d'un rapport C/S de 1,75 à 1,25 (point C).

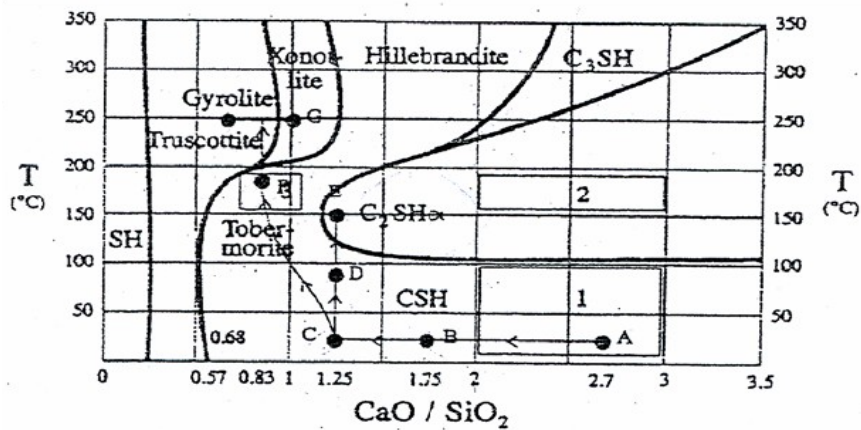
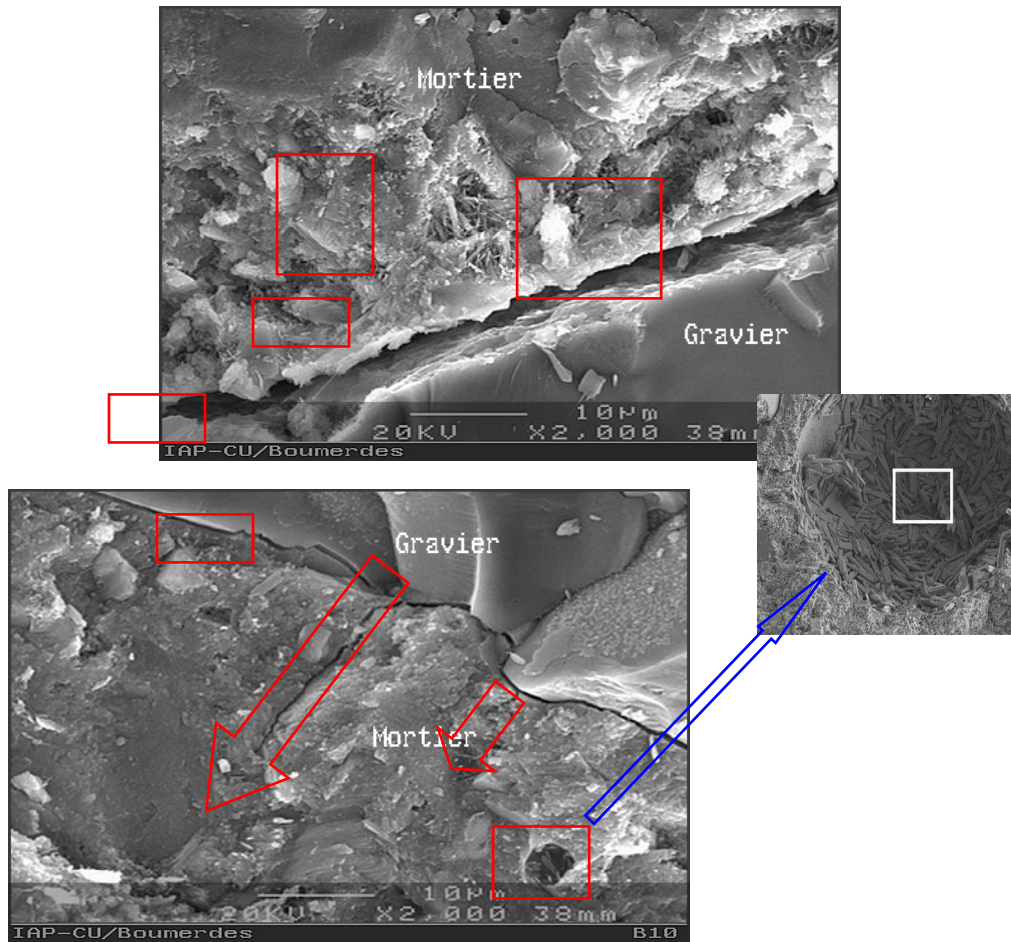


Diagramme de phase des C-S-H de *Verbeck et Copeland*

C'est essentiellement le type du ciment qui détermine le niveau de la perméabilité à l'eau du béton, le type du ciment détermine le degré de microfissures à l'interface mortier/gravier, principal responsable de la percolation d'eau à travers le béton, la présence de ces microfissures facilite le parcours d'eau à travers le réseau des pores capillaires les plus grossiers.

Les photos obtenues sont présentées sur les figures.



#### Observation au MEB de la zone de transition interfaciale

Les observations au MEB ont permis de mettre en évidence les points suivants :

Les figures représentent respectivement l'observation au MEB du point de contact mortier/gravier des bétons. On peut voir que, la zone de transition interfaciale est presque inexistante pour le béton B10, le mortier est en contact direct avec le gravier. Inversement, une couche d'environ **30 μm** sépare le mortier du gravier pour le béton ordinaire BO. Le parcours d'une fissure le long de l'interface mortier/gravier pour le béton ordinaire BO, cette observation peut signifier que *l'ettringite* provoque l'ouverture de la fissure. La localisation préférentielle de l'ettringite dans ces zones serait due à la nature particulière des zones de transition interfaciale et peut-être à leur porosité plus élevée. *L'ettringite sous forme de pelote* à l'interface mortier/gravier. Dans le mortier, on remarque la présence de *cristaux en forme d'aiguilles* qui peuvent absolument être de *l'ettringite*. Ainsi que de la *portlandite*. La présence de *cristaux de sel* dans la porosité du mortier et l'absence complète d'ettringite pour le béton B10. Confirme que l'endommagement a été provoqué par une *précipitation de sel*.

## V. ANALYSE AU SPECTROSCOPIE

### V.1. Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Le rayonnement infrarouge (IR) fut découvert en 1800 par Frédéric Wilhelm Hershel. Ces radiations localisées au-delà des longueurs d'onde dans le rouge, sont situées entre la région du spectre visible et des ondes hertziennes. Le domaine infrarouge s'étend de 0,8  $\mu\text{m}$  à 1000  $\mu\text{m}$ . Il est arbitrairement divisé en 3 catégories, le proche infrarouge (0,8 à 2,5  $\mu\text{m}$  soit 12500-4000  $\text{cm}^{-1}$ ), le moyen infrarouge (2,5 à 25  $\mu\text{m}$  soit 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ ) et le lointain infrarouge (25 à 1000  $\mu\text{m}$  soit 400-10  $\text{cm}^{-1}$ ) (Figure 1).

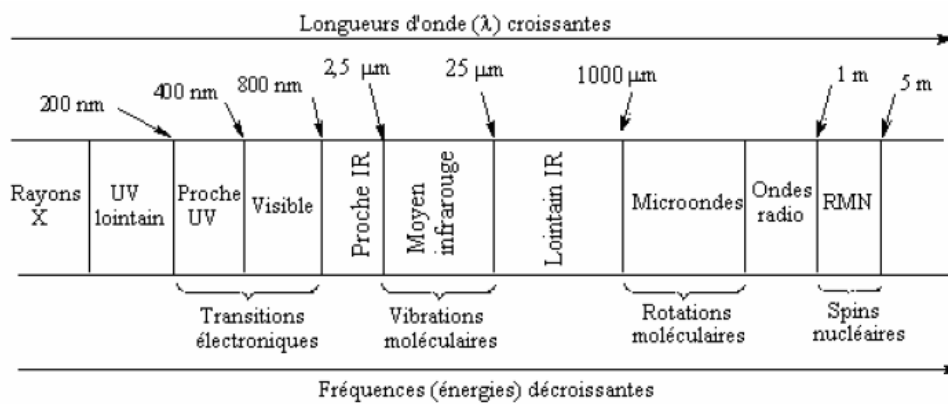
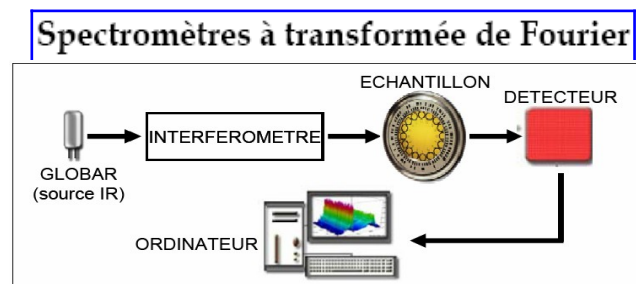


Figure 1 : Domaines de l'IR dans le spectre électromagnétique

Les radiations infrarouges traversent facilement l'atmosphère, même brumeuse. On utilise cette propriété en photographie aérienne, pour prendre des vues panoramiques par temps couvert. L'infrarouge sert aussi au chauffage domestique ou industriel et au séchage des vernis et peintures, du bois, des cuirs, des papiers et pellicules photographiques, à la déshydratation des fruits et légumes. L'une des applications militaires les plus importantes concerne l'autoguidage par infrarouge des missiles. L'infrarouge peut aussi servir pour les appareils de visée nocturne. En thérapie, les rayons infrarouges activent les processus cellulaires, en particulier la cicatrisation.



**Procédés par transmission (absorption)**

*Interféromètre : Cet instrument permet de mesurer les longueurs d'onde*

- Rappels sur la transmission : Le faisceau infrarouge passe à travers l'échantillon et l'énergie provenant de ce dernier est mesurée. La transmission  $T$  est définie comme la fraction d'énergie lumineuse traversant l'échantillon. A l'entrée de l'échantillon, l'intensité de la lumière est  $I_0$ . Elle est égale à  $I$  de l'autre côté de ce même échantillon. On a donc  $T = I/I_0$ . On définit le pourcentage de transmission (Transmittance)  $\%T = 100 (I/I_0)$ . L'absorbance est alors  $A = \log (I_0/I)$ .

Pour un appareil FT-IR, on définit  $I_0=I_{source}(x)$ , l'intensité globale émise par la source en fonction du retard et  $I=I(x)$  est l'intensité transmise après passage à travers l'échantillon (Figure 9).

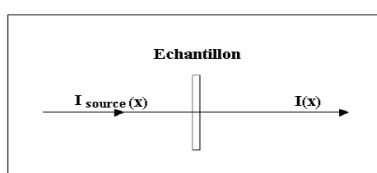


Figure 9 : Principe de la transmission

Suite à la mesure enregistrée par le détecteur et après conversion de l'intensité par transformée de Fourier inverse, on définit le spectre soit en transmittance  $\% T$ , soit en absorbance  $A$ .



TABLEAU I  
Bandes d'absorption infrarouge caractéristiques des composants des ciments anhydres

Constituants	Bandes IRTF caractéristiques (cm <sup>-1</sup> )	Liaisons interatomiques	Forme des bandes	Constituants
Clinker	925	ν Si-O	Large et intense	Silicates (C <sub>2</sub> S et C <sub>3</sub> S)
	520	δ Si-O-Si	Moyenne	
	1 459	ν C-O	Variable	Carbonates de calcium (CaCO <sub>3</sub> )
	875	ν C-O	Epaulement	
Gypse	1 145-1 120	ν S-O	Doublet	Sulfates de calcium (CaSO <sub>4</sub> )
	670-600	δ S-O	Doublet	
	3 540-3 400	ν OH	Doublet ou triplet	Eau (H <sub>2</sub> O)
	1 685-1 620	δ OH	Doublet	
Calcite	1 460	ν C-O	Intense	Carbonate de calcium (CaCO <sub>3</sub> )
	875	ν C-O	Fine et moyenne	
	710	ν C-O	Faible	
Laitier	950	ν Si-O	Large et intense	Silice (SiO <sub>2</sub> )
Pouzzolanes	1 030	ν Si-O	Large et intense	Silice (SiO <sub>2</sub> )
Cendres siliceuses	1 080	ν Si-O	Large et intense	Silice (SiO <sub>2</sub> )
	780	ν Si-O	Faible	
	470	ν Si-O	Moyenne	
Cendres Sulfocalciques	3 642	ν OH	Fine	Ca(OH) <sub>2</sub>
	1 633	ν OH	Moyenne	
	1 155-1 115	δ S-O		Sulfates de calcium (CaSO <sub>4</sub> )
	680-613-600	δ S-O		
	1 080	ν Si-O		Argile calcinée
	1 007	ν Si-O		Argile non calcinée
800-715 560-484	ν Al-O δ Si-O-Si		Argiles	
Fumée de silice	1 448-1 418	ν C-O		Carbonate de calcium (CaCO <sub>3</sub> )
	878	δ C-O		
	1 140	ν Si-O	Large et intense	
	810	ν Si-O	Moyenne	Silice amorphe (SiO <sub>2</sub> )
	480	ν Si-O	Intense	

TABLEAU II  
Bandes d'absorption infrarouge caractéristiques des composants des ciments hydratés

Constituants	Bandes IRTF caractéristiques (cm <sup>-1</sup> )	Liaisons interatomiques	Forme des bandes	Constituants
Portlandite	3 640	ν OH	Fine	Ca(OH) <sub>2</sub>
	3 415	ν OH	Large et intense	Eau
	1 638	ν OH	Moyenne	
	1 477	ν OH	Moyenne	
Ettringite	1 100	δ S-O		Sulfates
	610	δ S-O		
C-S-H synthétique	970	ν Si-O	Large et intense	Silicates

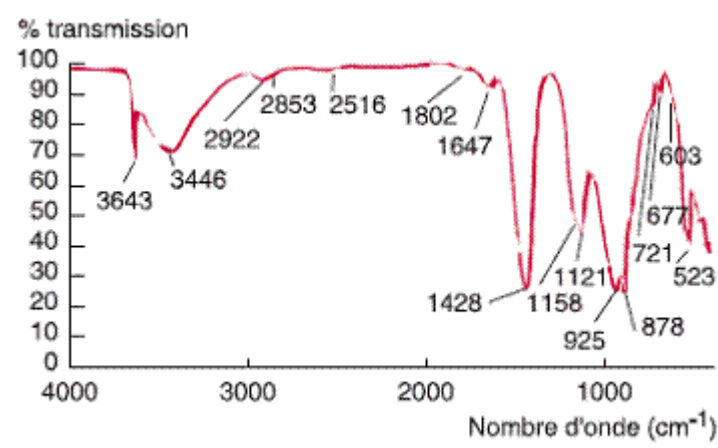
Le spectre infrarouge d'un échantillon est établi en faisant passer un faisceau de lumière infrarouge au travers de cet échantillon. L'examen de la lumière transmise indique *la quantité d'énergie absorbée à chaque longueur d'onde*. On peut le faire avec un faisceau monochromatique, avec une modification de la longueur d'onde dans le temps, ou en utilisant *un instrument à transformée de Fourier* afin de mesurer toutes les mesures d'onde simultanément. On peut alors produire les spectres en absorbance ou en transmittance, et indiquer les longueurs d'ondes d'absorption. Des

spectres simples sont obtenus à partir d'échantillons avec peu de liaisons actives dans l'infrarouge et avec de hauts degrés de pureté. Les structures moléculaires plus complexes conduisent à plus de bandes d'absorption et donc à des spectres plus complexes. Cette technique a cependant été utilisée pour la caractérisation de mélanges très complexes. Les échantillons peuvent être préparés : ***broyer l'échantillon***. Un film mince de ce broyat est appliqué sur les plaques et mesuré.

***La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau.***

Composition du ciment synthétique CPJ-CEM II/B

Constituants	Proportions (%)
Clinker	70
Gypse	1
Calcaire	8
Laitier de haut fourneau	9
Cendres volantes sulfocalciques	12



Spectre IRTF d'un ciment synthétique CPJ-CEM II/B anhydre.

#### Détection du clinker anhydre

Une large bande à  $925\text{ cm}^{-1}$ , une bande à  $878\text{ cm}^{-1}$  et une bande à  $523\text{ cm}^{-1}$ , respectivement caractéristiques des vibrations d'élongation et de déformation de la liaison Si-O (tableau I) ainsi que des harmoniques à

## Conclusion

La spectrométrie infrarouge est une méthode intéressante pour la reconnaissance des matériaux minéraux répertoriés dans une bibliothèque de spectres, la caractérisation partielle des liants hydrauliques et parfois le suivi de leurs hydratations.

Si la spectrométrie IRTF présente quelques limites (identification difficile du laitier et des pouzzolanes dans un mélange avec du clinker, perturbation due à la carbonatation, etc.), cette technique permet toutefois d'obtenir rapidement de nombreuses informations sur la composition des ciments. La rapidité d'exécution de la technique nous permet de disposer d'un spectre IRTF, quelques minutes après le prélèvement du matériau. La difficulté repose alors sur l'interprétation des bandes d'absorption et sur la portée du dépouillement final. Cependant, cette étape laborieuse est facilitée par la consultation d'une bibliothèque de spectres spécifiques aux matériaux couramment utilisés en génie civil.

2 922  $\text{cm}^{-1}$  et 2 853  $\text{cm}^{-1}$ , sont significatives de la présence de clinker. De plus, la forte intensité de la bande à 925  $\text{cm}^{-1}$  révèle un fort taux de clinker.

La spectrométrie IRTF est une méthode d'essai qui répond parfaitement aux exigences d'un diagnostic rapide et pertinent mais elle doit être impérativement complétée par d'autres investigations. Dans le cadre d'une première approche d'expertise sur un matériau inconnu, elle peut fournir une multitude d'informations intéressantes qui seront ensuite confirmées par des moyens analytiques mieux adaptés aux cas à traiter.

#### Détection du gypse

Deux doublets à  $1\ 158\ \text{cm}^{-1}$ - $1\ 121\ \text{cm}^{-1}$  et  $670\ \text{cm}^{-1}$ - $603\ \text{cm}^{-1}$  qui correspondent aux élongations de la liaison S-O du sulfate de calcium ( $\text{CaSO}_4$ ) (tableau I) sont caractéristiques de la présence de gypse.

#### Détection de la calcite

Un triplet à  $1\ 428\ \text{cm}^{-1}$ ,  $878\ \text{cm}^{-1}$ , et  $721\ \text{cm}^{-1}$  caractérise les vibrations d'élongation de la liaison C-O présente dans le carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) (tableau I).

#### Détection du laitier

Du fait que le laitier est présent en faible quantité dans le ciment analysé et qu'il est caractérisé par la vibration de la liaison Si-O à  $950\ \text{cm}^{-1}$  (tableau I), ce constituant est totalement masqué par le clinker. Dans ce cas, nous pouvons affirmer que, pour les ciments de type CPA-CEM I et CPJ-CEM II, où le clinker est majoritaire (de 65 à 100 %), il est impossible de mettre en évidence la présence de laitier par IRTF. À l'inverse, dans le cas des ciments de haut fourneau et des ciments pouzzolaniques où les proportions sont inversées, la détection du clinker peut devenir difficile.

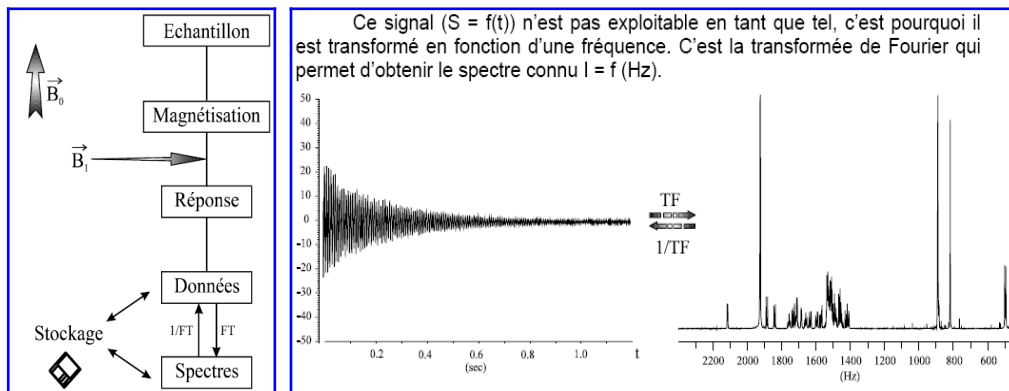
#### Détection des cendres volantes

Comme nous l'avons vu précédemment, l'analyse par IRTF ne permet pas de déceler la présence de cendres sulfo-calciques dans un échantillon inconnu sans que des informations complémentaires ne soient fournies.



## V.2. Résonance magnétique nucléaire (RMN)

L'échantillon est placé dans un champ magnétique statique intense ( $B_0$ ). Les molécules de cet échantillon sont soumises à un champ magnétique appliqué  $B_1$  qui provoque une perturbation des atomes considérés. L'application de ce champ de radiofréquence (RF) choisie (impulsion ou "pulse") est de courte durée, quelques microsecondes. Les noyaux génèrent à leur tour un micro-champ magnétique qui sera capté par une bobine réceptrice, c'est le signal R.M.N. (Données). Ces données sont envoyées à un ordinateur où elles sont analysées et transformées en signal. Le traitement mathématique, ou transformée de Fourier, permet de transformer le signal en spectre R.M.N.



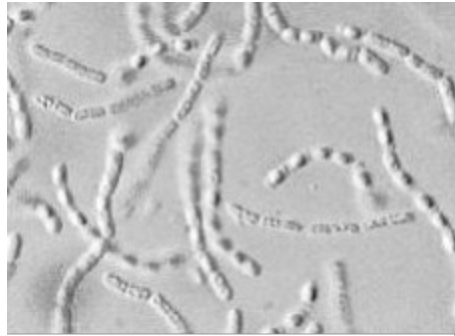
*Spectromètre RMN 200 MHz avec passeur automatique d'échantillons utilisé en chimie organique pour la détermination des structures chimiques*

## VI. ANALYSE AU MICROSCOPE PHOTONIQUE (OPTIQUE)

**Caractéristique :** La préparation est traversée par les rayons lumineux.

**Inconvénient :** Grossissement limité ne permettant pas l'observation des détails.

**Avantage :** Observation d'une cellule entière.



### QUELQUES CONSEILS EN CAS DE DIFFICULTÉ D'UTILISATION DU M.O. :

**Si je ne vois rien, je vérifie :**

- ⇒ l'éclairage, la lampe est-elle allumée, le microscope est-il branché ?
- ⇒ l'emplacement de la lame sur la platine
- ⇒ je recommence les réglages à zéro

**Si ce que je vois, ne me satisfait pas ou que je « perds » la zone à observer :**

- ⇒ je recommence les réglages à zéro
- ⇒ j'explore ma préparation en faisant glisser la lame tout en regardant l'oculaire, de droite à gauche, d'avant en arrière

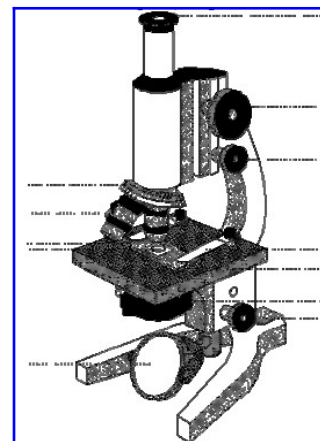
**Si je ne vois que mes cils :**

- ⇒ j'approche mon œil plus près de l'oculaire et je regarde bien dans l'axe du tube optique

Dans un *microscope photonique* (également appelé *microscope optique*) la lumière (*composée de photons*) passe à travers un condenseur qui concentre le flux lumineux en un rayon de lumière. La lumière ainsi focalisée traverse l'échantillon. La lentille de l'objectif permet un premier grossissement (entre **x4** et **x200**) puis la lentille de l'oculaire apporte un deuxième grossissement (en général **x4**) et l'œil reçoit enfin l'image agrandie. L'agrandissement final correspond au produit des deux grossissements des deux lentilles de verre.

### Différentes utilisations de la lumière

- 1- Microscope stéréoscopique ;
- 2- Microscope à fond clair/ à fond noir ;
- 3- Microscope en lumière réfléchie ;
- 4- Microscope à éclairage oblique ;
- 5- Microscope à contraste de phase ;
- 6- Microscope à contraste interférentiel différentiel ;
- 7- Microscope en fluorescence ;
- 8- Microscope confocale en fluorescence ;
- 9- Microscope en ultraviolets ;
- 10- Microscope en infrarouges ;
- 11- Microscope polarisant.



*Schéma de microscope optique*

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Mohammed Rissel KHELIFA. Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants. Thèse de doctorat, Université d'Orléans, 2009.
2. Piguet F., "Protocole expérimental de la Porosité au Mercure sous Autopore IV 9500", Laboratoire de Physique des roches, Université de Cergy-Pontoise, 2007.
3. Renault P., «Theoretical Studies of Mercury Intrusion in Some Networks : Testing the Applicability of Mercury Intrusion in the Size Characterisation of the Lacunars Pore Space of Soil Samples», *Transport in Porous Media*, Vol. 3, p. 529-547, 1988.
4. Gallé, C., «Effect of drying on cement-based materials pore structure as identified by mercury intrusion porosimetry. A comparative study between oven-, vacuum-, and freeze-drying». *Cement and concrete Research*, vol.31(10), p.1467-1477. 2001.
5. Brunetaud X. Thèse de doctorat en Physico-chimie des Matériaux, «Etude de l'influence de différents paramètres et de leurs interactions sur la cinétique et l'amplitude de la réaction sulfatique interne au béton », Ecole Centrale des Arts et Manufactures - Ecole Centrale de Paris, 2005.
6. Baroghel-Bouny V., «Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons : Méthode, analyse, interprétations », Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 1994.
7. Salim GUETTALA. Contribution à l'étude de l'influence de l'ajout du sable de dune finement broyé au ciment, sur les performances physico-mécaniques, la déformabilité & la durabilité du béton. Thèse de doctorat, Université de Biskra, 2012.
8. Lanez M. Contribution à l'étude des bétons de poudres réactives. Magister, USTHB/FGC, Alger. 129, 2005.
9. Tafraoui A. Contribution à la valorisation du sable de dune de l'erg occidental (Algérie) - Application aux nouveaux bétons. Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2009.
10. AFPC-AFREM., Compte rendu des journées techniques du 11 et 12 Décembre 1997, «Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité». Toulouse, 283.
11. Baron J. et Ollivier J.P., «La durabilité des bétons». Press de l'école national des ponts et chaussées, 1992.
12. Richard P. and Cheyrezy M.H., «Composition of reactive powder concretes». *Cement and Concrete Research*, vol.25(7), p. 1501-1511, 1995.
13. Frederique Begou. Méthode d'essais Analyse par fluorescence X de perles préparées par fusion de poudres. Laboratoire central de recherche Analyses & Mesures - LAFARGE. A&M-2001-113.
14. Fatima-Zohra DAKHMOUCHE CHABIL. Carbonatation de bétons adjuvantes a base de ressources locales algériennes. Thèse de doctorat, Université d'Orléans, 2009.
15. Mahmoud Ismail., «Etude des transferts et de leurs interactions avec la cicatrisation dans les fissures pour prolonger la durée de service des infrastructures (ponts, centrales nucléaires)». Thèse de Doctorat de l'INSA, soutenue le 06 Avril 2006, n° d'ordre: 829, Toulouse cedex 4, 234p.
16. Fabienne Farcas et Philippe Touzé. La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)) une méthode intéressante pour la caractérisation des ciments. *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, n° 230, janvier-février 2001, pp.77-88.
17. R. Chaid, R. Jauberthie, A. Bali et M.T. Abadlia. Résistances mécaniques et chimiques des bétons à base de pouzzolane naturelle. 1-9.
18. Abdelhafidh Khmiri. Incorporation des déchets de verres dans le ciment Portland. Laboratoire de chimie industrielle (ENIS). <https://fr.slideshare.net/khmiri.abdelhafidh/expo-2012>.
19. Les différentes techniques de caractérisation (ppnt). [https://www.equipes.lps.u-psud.fr/Bazin/IMG/pdf\\_Support\\_Cours2\\_4Octobre2012.pdf](https://www.equipes.lps.u-psud.fr/Bazin/IMG/pdf_Support_Cours2_4Octobre2012.pdf).
20. ESNOUF Claude. Méthodes des poudres en DRX (ppnt) 2011. INSA - Université de Lyon.
21. Chapitre III. LA SPECTROSCOPIE INFRAROUGE.  
<http://www.fsr.ac.ma/cours/chimie/GUEDIRA/Master%20de%20Sciences%20Analytiques%20UV-visible/Word/Master%20Sc%20Anal%20Cours%20IR.pdf> M9%20Spectr.

22. [https://fr.wikipedia.org/wiki/Spectroscopie\\_RMN](https://fr.wikipedia.org/wiki/Spectroscopie_RMN).
23. Emmanuel MAES. LA RESONANCE MAGNETIQUE NUCLEAIRE (Apprentissage à l'interprétation des spectres à une et deux dimensions des chaînes O-glycanniques). Université des Sciences et Technologies de Lille. <http://glycobase.univ-lille1.fr/documents/livreRMN.PDF>.
24. [https://fr.wikipedia.org/wiki/Calorim%C3%A9trie\\_diff%C3%A9rentielle\\_%C3%A0\\_balayage](https://fr.wikipedia.org/wiki/Calorim%C3%A9trie_diff%C3%A9rentielle_%C3%A0_balayage).
25. [http://www.fed-chimiebalard.cnrs.fr/IMG/pdf/Abstract\\_ISTIEVANO\\_2.pdf](http://www.fed-chimiebalard.cnrs.fr/IMG/pdf/Abstract_ISTIEVANO_2.pdf).
26. Notice TP III. Analyses Thermiques.  
<http://sb.epfl.ch/files/content/sites/fsb/files/sph/TP3/notices/ATherDiff.pdf>.
27. [https://fr.wikipedia.org/wiki/Microscope\\_optique](https://fr.wikipedia.org/wiki/Microscope_optique).