



# Caractérisation de l'endommagement des lauzes calcaires du Massif central

Yannick Igor Fogue Djombou

► **To cite this version:**

Yannick Igor Fogue Djombou. Caractérisation de l'endommagement des lauzes calcaires du Massif central. Génie civil. IMT - MINES ALES - IMT - Mines Alès Ecole Mines - Télécom, 2019. Français. NNT : 2019EMAL0003 . tel-03275310

**HAL Id: tel-03275310**

**<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-03275310>**

Submitted on 1 Jul 2021

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR D'IMT MINES ALÈS

En Mécanique et Génie Civil

École doctorale I2S – Information, Structure, Systèmes

Unité de recherche C2MA

## CARACTERISATION DE L'ENDOMMAGEMENT DES LAUZES CALCAIRES DU MASSIF CENTRAL

Présentée par Yannick Igor FOGUE DJOMBOU, le 29 Mai 2019

Sous la direction de Eric GARCIA-DIAZ

Devant le jury composé de

Jean-François GEORGIN, Professeur, INSA Lyon

Pierre GERARD, Professeur, Université libre de Bruxelles

Vasco PEIXOTO DE FREITAS, Professeur, Universidade do Porto - FEUP

Philippe DEVILLERS, Maître de conférences-HDR, Ecole Nationale Supérieure d'Architecture de Montpellier

Stéphane CORN, Maître Assistant, IMT Mines Alès

Laurent CLERC, Maître Assistant, IMT Mines Alès

Guillaume HABERT, Professeur, ETH Zürich

Eric GARCIA-DIAZ, Professeur, IMT Mines Alès

Rapporteur

Rapporteur

Président du jury

Examineur

Examineur

Invité

Invité

Directeur de thèse



**IMT Mines Alès**  
École Mines-Télécom



## **Remerciements**

### ***Quelle aventure cette thèse!? Telle une expédition en solitaire vers le savoir...***

*Ces remerciements sont l'occasion pour moi d'adresser ma gratitude envers toutes les personnes qui ont participé à ce périple.*

*Tout d'abord, mes remerciements seront adressés à ceux qui ont fourni les matériaux pour que je puisse confectionner le bateau m'ayant permis de faire mon expédition vers le savoir. Il s'agit du Commissariat Général à l'Égalité des Territoires (CGET) du Massif Central qui a financé le projet LAUBAMAC, la sous-préfecture de Florac qui a coordonné le projet, le PNC (Parc National des Cévennes) et l'ABPS (Association Artisans Bâtisseurs en Pierres Sèches) qui ont copiloté le projet, et enfin Armines, l'IMT Mines Alès, l'Université de Montpellier, l'école d'Architecture de Montpellier, l'école doctorale I2S et la faculté d'ingénierie de l'Université de Porto qui ont mis à disposition les moyens nécessaires à la réalisation de cette thèse. J'en profite pour adresser ma plus grande reconnaissance envers tout le personnel de ces structures, que je ne remercierai pas individuellement car la liste est très longue, pour tout ce qu'ils ont pu apporter à ce travail.*

### ***Une fois le bateau confectionné, l'aventure commença ...***

*Mes remerciements vont également vers les autres marins qui ont pris la mer (en solitaire comme moi ou des fois en groupe) et qui étaient inscrits dans la même course que moi, celle de la préservation d'une culture, d'un savoir-faire et d'un patrimoine d'exception. Il s'agit ici des artisans et les différents partenaires du projet LAUBAMAC (PNC, PNRGC, PNRMA, CMA Lozère, ABPS, ALC, Matthieu, Caroline, Gérard, Marc, Arnaud, Pascaline, Jean-François, Cathie, et j'en passe), je n'oublierai jamais tout le temps et les moyens que vous avez mis à ma disposition, pour m'aider dans mon périple. Sans vous jamais ce travail n'aurait eu une telle qualité.*

### ***Pendant l'expédition...***

*J'ai une très grande reconnaissance envers, ceux que j'appellerai "les bénévoles de la SNSM", qui ont toujours été disponibles et toujours prêts à prendre la mer, au point de mettre leur vie en péril pour venir me secourir et me ravitailler en ressource à chaque fois que le besoin se faisait ressentir. Il s'agit de mes encadrants, Stéphane, Laurent, Philippe et David, à qui j'adresse ma plus grande reconnaissance.*

*J'ai aussi une pensée envers les autres marins solitaires comme moi, avec qui, le temps d'une escale sur une île vierge, nous échangeons sur les difficultés de notre périple. Je parle là des autres doctorants et postdocs. Merci pour le soutien que vous m'avez apporté.*

### ***A la fin de l'expédition...***

*Comme toute bonne expédition, il y a une fin. Mes remerciements vont aux amiraux et commandants d'autres navires qui sont venus de très loin pour m'accueillir à l'arrivée sur l'immense continent du savoir. Il s'agit des membres du jury, à qui j'adresse ma plus grande reconnaissance pour l'intérêt et l'apport qu'ils ont pu porter vis-à-vis de mon travail.*

### ***Tout au long de l'expédition...***

*Enfin, je terminerai avec une petite pensée concernant l'étoile polaire du savoir, mon Directeur de thèse, qui m'a guidé tout au long de mon périple. Je te remercie infiniment d'avoir brillé tout le temps durant mon expédition et d'avoir su me guider jusqu'à la fin.*

*Bien évidemment je remercie aussi les autres étoiles qui n'ont pas cessé de briller tout au long de l'aventure et sur qui j'ai pu compter pour me soutenir. Il s'agit de mes parents, mon père, Dr Djombou Gabriel, mon parrain, Pr Tchuenté Maurice, ma mère, mes frères et soeurs, ma famille, mes amis d'enfance et proches et ma Cannelle...*

## TABLE DE MATIERE

<b>TABLE DES ILLUSTRATIONS .....</b>	<b>6</b>
<b>LISTE DES TABLEAUX .....</b>	<b>8</b>
<b>INTRODUCTION GÉNÉRALE .....</b>	<b>9</b>
<b>LA LAUZE .....</b>	<b>11</b>
<i>Définition.....</i>	<i>11</i>
<i>Utilisation de la lauze à l'échelle Européenne .....</i>	<i>12</i>
<i>Lauze calcaire élément clé du paysage vernaculaire des Causses et Cévennes .....</i>	<i>16</i>
<i>Problèmes de la lauze calcaire rencontrés dans le Massif central .....</i>	<i>18</i>
<b>PROGRAMME DE LA THESE .....</b>	<b>19</b>
<i>Objectif de la thèse.....</i>	<i>19</i>
<i>Intérêt de la recherche .....</i>	<i>19</i>
<i>Plan du document.....</i>	<i>19</i>
<b>CHAPITRE I: ÉTAT DE L'ART .....</b>	<b>21</b>
<b>I.1) FORMATION DES LAUZES CALCAIRES DU MASSIF CENTRAL .....</b>	<b>23</b>
<b><i>I.1.1) Environnements géologiques de formation des lauzes calcaires .....</i></b>	<b><i>23</i></b>
(a) Environnements continentaux.....	25
(b) Environnements transitoires .....	26
(c) Environnements marins.....	26
<b><i>I.1.2) Processus de formation et caractéristiques diagénétiques des lauzes calcaires.....</i></b>	<b><i>27</i></b>
<b>I.2) ENDOMMAGEMENT DES CALCAIRES SOUMIS A DES CYCLES DE GEL/DEGEL .....</b>	<b>30</b>
<b><i>I.2.1) Définition de la gélivité.....</i></b>	<b><i>30</i></b>
<b><i>I.2.2) Mécanismes contrôlant le phénomène de gélivité .....</i></b>	<b><i>31</i></b>
(a) Processus hydriques intervenant dans le phénomène de gélivité .....	31
(b) Processus thermiques intervenant dans le phénomène de gélivité .....	34
<b><i>I.2.3) Paramètres physiques contrôlant les processus de gélivité .....</i></b>	<b><i>34</i></b>
<b><i>I.2.4) Mode d'endommagement des calcaires par le gel .....</i></b>	<b><i>36</i></b>
(a) Endommagements physiques macroscopiques.....	36
(b) Endommagements internes à la structure.....	38
<b><i>I.2.5) Démarches expérimentales de l'étude et de la caractérisation de l'endommagement des calcaires soumis à des cycles de gel/dégel .....</i></b>	<b><i>39</i></b>
<b>I.3) SUIVI DYNAMIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT DES STRUCTURES PAR ANALYSE MODALE .....</b>	<b>41</b>
<b><i>I.3.1) Rappel sur la théorie des vibrations.....</i></b>	<b><i>41</i></b>
<b><i>I.3.2) Généralités : notion de vibration et paramètres modaux.....</i></b>	<b><i>42</i></b>
<b><i>I.3.3) Description des paramètres modaux .....</i></b>	<b><i>43</i></b>
(a) La fréquence propre.....	43
(b) Le taux d'amortissement .....	43
(c) La déformée modale .....	43
<b><i>I.3.4) Analyse modale expérimentale .....</i></b>	<b><i>44</i></b>

(a) Dispositif d'acquisition.....	44
(b) Extraction des paramètres modaux .....	44
<i>I.3.5) Caractérisation des dommages par analyse vibratoire.....</i>	<i>45</i>
(a) Méthodes d'évaluation des endommagements basées sur l'utilisation des fréquences propres.....	45
(b) Méthodes d'évaluation des endommagements basées sur l'utilisation des amortissements .....	46
(c) Autres méthodes d'évaluation de l'endommagement .....	47
<i>I.3.6) Méthode mixte numérique/expérimentale pour déterminer les paramètres mécaniques d'une structure .....</i>	<i>47</i>
<i>I.3.7) Propriétés acoustiques des matériaux .....</i>	<i>48</i>
(a) Relations entre émission sonore et vibration mécanique .....	49
(b) Les relations psychoacoustiques : les caractéristiques du son .....	49
<i>I.3.8) Conclusion et questionnement abordé dans la thèse .....</i>	<i>50</i>
<b>CHAPITRE II: MATÉRIAUX ÉTUDIÉS.....</b>	<b>53</b>
II.1) DESCRIPTION DES MATERIAUX DE L'ÉTUDE .....	55
II.1.1) Motivation du choix .....	55
II.1.2) Origine des matériaux .....	57
(a) Carrière SAS le Lauzas.....	57
(b) Carrière de Montdardier .....	58
(c) Carrière ALLA.....	60
II.1.3) Critères d'échantillonnage des matériaux.....	61
II.1.4) Conclusion description des matériaux.....	62
II.2) CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX ETUDIÉS .....	62
II.2.1) Propriétés porales .....	62
(a) Rappels des protocoles de caractérisation.....	62
(b) Caractéristiques porales des lauzes étudiées .....	65
II.2.2) Propriétés de transfert .....	66
(a) Rappel des protocoles de caractérisation .....	66
(b) Propriétés de transfert des lauzes étudiées .....	68
II.2.3) Propriétés mécaniques .....	70
(a) Rappel des protocoles de caractérisation .....	70
(b) Résistances mécaniques des lauzes étudiées.....	70
II.3) CONCLUSION SUR LA CARACTERISATION DES MATERIAUX UTILISES .....	70
<b>CHAPITRE III: MÉTHODES DÉVELOPPÉES POUR CARACTÉRISER L'ENDOMMAGEMENT DES LAUZES CALCAIRES.....</b>	<b>73</b>
III.1) PROTOCOLES UTILISES POUR DEGRADER ARTIFICIELLEMENT LES ECHANTILLONS DE LAUZE CALCAIRE .....	75
III.2) METHODES DE CARACTERISATION ET DE SUIVI DE L'ENDOMMAGEMENT .....	77
III.2.1) Généralités.....	77
III.2.2) Comportement sonore: brillance du son .....	79
III.2.3) Comportement en vibration : module d'élasticité dynamique et taux d'amortissement .....	80
(a) Analyse modale expérimentale .....	80

(b) Caractérisation et suivi de l'endommagement mécanique .....	83
III.2.4) Performance mécanique : résistance à la traction .....	84
III.2.5) Observation dans la microstructure .....	85
III.2.6) Comportement au gel : température de gel et quantité de glace formée dans les pores.	85
<b>CHAPITRE IV: UTILISATION DE L'ANALYSE VIBRATOIRE POUR CARACTÉRISER L'ENDOMMAGEMENT DES LAUZES CALCAIRES SOUMIS À DES CYCLES DE GEL/DÉGEL.....</b>	<b>87</b>
ARTICLE N°1: FREEZE-THAW RESISTANCE OF LIMESTONE ROOFING TILES ASSESSED THROUGH IMPULSE VIBRATION MONITORING AND FINITE ELEMENT MODELING IN RELATION TO THEIR MICROSTRUCTURE .....	89
CONCLUSION SUR L'UTILISATION DE L'ANALYSE MODALE EXPERIMENTALE POUR CARACTERISER L'ENDOMMAGEMENT DES LAUZES CALCAIRES SOUMIS A DES CYCLES DE GEL-DEGEL.....	103
<b>CHAPITRE V: PROCESSUS D'ENDOMMAGEMENT DES LAUZES CALCAIRES DU MASSIF CENTRAL.....</b>	<b>105</b>
V.1) CARACTERISATION DES PROCESSUS HYDRIQUES SE PRODUISANT PENDANT LES CYCLES DE GEL/DEGEL .....	107
Article 2: <i>The role of ice formation mechanisms occurring inside diagenetic features on         limestone tilestone frost susceptibility assessment.....</i>	107
V.2) INFLUENCE DES STYLOLITES SUR LES PERFORMANCES MECANIKES AVANT ET APRES ENDOMMAGEMENT.....	133
V.3) CONCLUSION SUR LES PROCESSUS D'ENDOMMAGEMENT DES LAUZES CALCAIRES .....	135
<b>CHAPITRE VI: PRÉDICTION DE LA GÉLIVITÉ D'UNE LAUZE CALCAIRE À PARTIR DE SA RÉPONSE VIBRATOIRE .....</b>	<b>137</b>
ARTICLE 3: PREDICTION OF LIMESTONE ROOFING TILES FROST VULNERABILITY BASED ON THEIR SOUND AND STRUCTURAL VIBRATION RESPONSE.....	139
CONCLUSION SUR L'UTILISATION DES REPONSES EN VIBRATION ET SONORE DES LAUZES CALCAIRES POUR PREDIRE LEUR GELIVITE.....	163
<b>CONCLUSION GÉNÉRALE &amp; PERSPECTIVES .....</b>	<b>165</b>
<b>ANNEXE : PRÉSENTATION DE L'APPLICATION SPECTRALADJUSTIMT.....</b>	<b>171</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>195</b>

## Table des illustrations

FIGURE 1 DIFFERENTS TYPES DE LAUZE (A) LAUZE DE SCHISTE, (B) LAUZE DE PHONOLITE, (C) LAUZE DE GNEISS, (D) LAUZE CALCAIRE.....	11
FIGURE 2 APETHORPE ‘PALACE’ IN NORTHAMPTONSHIRE [5].....	12
FIGURE 3 HABITAT (TRULLI) DE LA REGION DES POUILLES (ALBEROBELLO) EN ITALIE COUVERT EN LAUZE CALCAIRE (CHIANCARELLE) (COPYRIGHT UNESCO) .....	13
FIGURE 4 HABITATS TRADITIONNELS COUVERTS EN LAUZE AU PORTUGAL : (A) HABITAT TRADITIONNEL COUVERT EN LAUZE DE SCHISTE A VINHAIS, MOFREITA AU PORTUGAL [6] , (B) HABITAT TRADITIONNEL (BRANDAS DA GEMEA) COUVERT EN LAUZE DE GNEISS A SISTELO AU NORD DU PORTUGAL [7].....	14
FIGURE 5 HABITATS TRADITIONNELS EN FRANCE: (A) CAZELLE DANS LE LOT, (B) FOUR A PAIN EN AVEYRON..	15
FIGURE 6 CARTE DE L’EUROPE AVEC LOCALISATION DES LIEUX (NON EXHAUSTIFS) D’UTILISATION DE LA LAUZE .....	16
FIGURE 7 SYMBIOSE ENTRE ARCHITECTURE ET PAYSAGE: (A) L’ARCHITECTURE LOCALE PRESENTE LES MEMES PROPORTIONS QUE DANS LES ELEMENTS GEOMORPHOLOGIQUE DU PAYSAGE NATUREL, (B) L’ARCHITECTURE SE JOINT AUX CONTOURS NATURELS DU PAYSAGE FORMANT DES AXES CONVERGEANT VERS LES PENTES (HARMONIE DES PENTES) [8] .....	17
FIGURE 8 HARMONIE AVEC LES TEXTURES: (A) MEME TEXTURE ENTRE PAYSAGE ET ARCHITECTURE TRADITIONNELLE, (B) TOITURES, CLAPAS ET SOUTÈNEMENTS DONNENT UNE UNITE DE TEXTURE DU PAYSAGE [8] .....	18
FIGURE 9 DEGRADATIONS DES LAUZES CALCAIRES POUVANT SE PRODUIRE.....	18
FIGURE 10 STRUCTURE D’UNE LAUZE CALCAIRE .....	23
FIGURE 11 CARTE DE LOCALISATION DU MASSIF CENTRAL ET DE LA ZONE D’ETUDE (CAUSSES) DANS LA CHAINE HERCYNIEUNE D’EUROPE DE L’OUEST [16].....	24
FIGURE 12 ENVIRONNEMENTS DE DEPOT FAVORABLES A LA FORMATION DE PLAQUETTES CALCAIRES .....	25
FIGURE 13 PLAQUETTES DU LOTHARINGIEN DU CAUSSE DU LARZAC FORMEES EN ENVIRONNEMENT CONTINENTAL LACUSTRE .....	25
FIGURE 14 PLAQUETTES DU RAURACIEN-SEQUANIEUN DU CAUSSE DE SAUVETERRE FORMEE EN ENVIRONNEMENT TRANSITOIRE.....	26
FIGURE 15 PLAQUETTES DU KIMMERIDGIEUN INFERIEUR DU CAUSSE DE BLANDAS FORMEE EN ENVIRONNEMENT MARIN .....	27
FIGURE 16 CLASSIFICATION DES CARACTERISTIQUES DIAGENETIQUES PROPOSEE PAR NICHOLSON [29].....	28
FIGURE 17 SCHEMA EN TROIS DIMENSIONS D’UNE ROCHE AVEC UNE STYLOLITE HORIZONTALE. LA MOITIE AVANT DE LA MASSE ROCHEUSE SUPERIEURE A ETE RETIREE POUR MONTRER L’INTERIEUR DE LA STYLOLITE [31].....	29
FIGURE 18 TEMPERATURE DE FUSION DE LA GLACE EN FONCTION DU RAYON DES PORES [51–53] .....	32
FIGURE 19 EXEMPLE DE COURBE D’ESSAI DE MESURE CALORIMETRIQUE BASSE TEMPERATURE .....	33
FIGURE 20 REPRESENTATION SIMPLIFIEE DES CONTRAINTES AU SEIN DE CAPILLAIRE INDUITE PAR LES PROCESSUS HYDRIQUES INTERVENANT LORS DU GEL.....	33
FIGURE 21 LAUZE CALCAIRE DEGRADEE SUIVANT LE MODE GELIDISJONCTION.....	37
FIGURE 22 LAUZE CALCAIRE DEGRADEE SUIVANT LE MODE DELITAGE.....	37

FIGURE 23 LAUZE CALCAIRE SOUMISE AU PHENOMENE D'ECAILLAGE .....	38
FIGURE 24 NOTIONS DE MECANIQUE VIBRATOIRE ET PARAMETRES MODAUX.....	42
FIGURE 25 EXEMPLE DE DEFORMEE MODALE DES TROIS PREMIERS MODES POUR UNE STRUCTURE POUTRE ....	43
FIGURE 26 LOCALISATION DES CARRIERES D'OU PROVIENNENT LES MATERIAUX ETUDIES.....	55
FIGURE 27 (A) FRONT DE TAILLE ET (B) LAUZE CALCAIRE DE LA CARRIERE SAS LE LAUZAS .....	57
FIGURE 28 OBSERVATIONS AU MICROSCOPE OPTIQUE DES DEFAUTS DIAGENETIQUES DE LA CARRIERE SAS LE LAUZAS .....	58
FIGURE 29 FRONT DE TAILLE DE LA CARRIERE DE MONTDARDIER .....	59
FIGURE 30 OBSERVATIONS AU MICROSCOPE OPTIQUE DES DEFAUTS DIAGENETIQUES DE LA CARRIERE DE MONTDARDIER.....	59
FIGURE 31 FRONT DE TAILLE DE LA CARRIERE ALLA .....	60
FIGURE 32 OBSERVATIONS AU MICROSCOPE OPTIQUE DES DEFAUTS DIAGENETIQUES DE LA CARRIERE ALLA..	61
FIGURE 33 COURBE D'INTRUSION DE MERCURE DANS LES ECHANTILLONS DE LAUZE.....	66
FIGURE 34 COURBE D'ABSORPTION PAR CAPILLARITE DES ECHANTILLONS DE LAUZE.....	69
FIGURE 35 ISOTHERME DE SORPTION DES MATERIAUX ETUDIES RAMENEES A LA POROSITE ACCESSIBLE .....	69
FIGURE 36 BILAN ETUDE CLIMATOLOGIQUE JOURNALIERE DANS 5 STATIONS (GOURDON, MILLAU, MENDE ET RODEZ) DE LA ZONE D'ETUDE .....	75
FIGURE 37 COMPARAISON DES DIFFERENTS CYCLAGES DE GEL/DEGEL .....	77
FIGURE 38 METHODES DEVELOPPEES POUR CARACTERISER L'ENDOMMAGEMENT DES LAUZES CALCAIRES AU GEL.....	78
FIGURE 39 DISPOSITIF D'ACQUISITION SONORE SUR EPROUVETTE PLAQUE.....	79
FIGURE 40 DISPOSITIF D'ACQUISITION DE LA FONCTION DE REponse FREQUENTIELLE SUR UN ECHANTILLON POUTRE .....	80
FIGURE 41 OBTENTION DES PARAMETRES MODAUX AVEC LES TECHNIQUES DE LISSAGE.....	81
FIGURE 42 PROCEDURE ITERATIVE D'IDENTIFICATION DES PARAMETRES ELASTIQUES .....	83
FIGURE 43 ESSAI DE PULL OFF SUR LES LAUZES (A) PREPARATION DE L'ESSAI/COLLAGE DES ECHANTILLONS (B) DISPOSITIF DE MESURE DE LA CONTRAINTE DE TRACTION .....	84
FIGURE 44 COURBE DE MESURE D'ENERGIE DEGAGEE PENDANT LES ESSAIS DE CALORIMETRIE BASSE TEMPERATURE PENDANT LES PHASES DE GEL ET DE DEGEL .....	86
FIGURE 45 DISPOSITIF EXPERIMENTAL D'ESSAI DE PULL OFF REALISE AU LABORATOIRE LFC DE LA FACULTE D'INGENIERIE DE L'UNIVERSITE DE PORTO.....	133
FIGURE 46 EXEMPLE DE DEGRADATION SE PRODUISANT APRES DES CYCLES DE SECHAGE.....	135
FIGURE 47 PROCEDURE DE RECALAGE NUMERIQUE-EXPERIMENTAL.....	173

## Liste des tableaux

TABLEAU 1 RESULTATS ISSUS DES TRAVAUX DE C. TOURENQ, C. ARCHIMAUD [59] .....	34
TABLEAU 2 QUELQUES REFERENCES NON EXHAUSTIVES DE PROTOCOLES EXPERIMENTAUX DE GEL/DEGEL APPLIQUES AUX CALCAIRES .....	41
TABLEAU 3 DISPOSITIF EXPERIMENTAL DE MISE EN VIBRATION ET D'ACQUISITION DES PARAMETRES MODAUX	44
TABLEAU 4 MATERIAUX UTILISES DANS L'ETUDE ET QUELQUES EXEMPLES DE CONSTRUCTION UTILISANT CES MATERIAUX .....	56
TABLEAU 5 ECHANTILLONS UTILISES DANS LA THESE .....	61
TABLEAU 6 PROPRIETES PORALES DES ROCHES ETUDIEES.....	65
TABLEAU 7 SELS UTILISES POUR LES HUMIDITES RELATIVES.....	67
TABLEAU 8 COEFFICIENT D'ABSORPTION PAR CAPILLARITE .....	68
TABLEAU 9 PROPRIETES MECANQUES DES ROCHES L, M ET S.....	70
TABLEAU 10 VARIATION DES RESISTANCES A LA TRACTION AVANT ET APRES DES CYCLES DE CHOC THERMIQUE .....	134

*“Limestone can yield a roof covering of incomparable dignity and beauty. When the building is itself constructed of local limestone, a roof of stone slates adds the crowning touch of harmony, in color and in texture, with the surrounding landscape.” Sir Alec Clifton-Taylor 1962, The Pattern of English Building*

## ***Introduction générale***

*La lauze élément clé de l'architecture vernaculaire et patrimoniale à l'échelle Européenne*



## La lauze

### Définition

La lauze ou lause, ou encore loze, désigne un matériau naturel, obtenu par clivage manuel suivant les strates d'une roche, utilisé dans l'architecture traditionnelle pour la couverture dans de nombreuses régions d'Europe. La différence entre ce matériau et la tuile ou l'ardoise est l'épaisseur et l'irrégularité de la forme. En effet la lauze a pour particularité d'être relativement épaisse (entre 3 et 8 cm) et avec une forme irrégulière la plupart du temps. En fonction du bassin dans lequel elle est extraite et utilisée, elle peut être sous plusieurs formes minéralogiques (Figure 1):

- *Métamorphique* [1,2] : *lauze de schiste, lauze de gneiss, lauzes de calcschiste*
- *Magmatique* [3] : *lauze de phonolite*
- *Sédimentaire* [4] : *lauze calcaire, lauze gréseuse*



*Figure 1 différents types de lauze (a) lauze de schiste, (b) lauze de phonolite, (c) lauze de gneiss, (d) lauze calcaire*

Il existe un autre matériau naturel obtenu par clivage manuel également utilisé pour la couverture. Il s'agit de l'ardoise. La différence entre ces matériaux se situe notamment au niveau de leur morphologie : tandis que la plupart des ardoises ont une planéité de leur surface plutôt régulière et une épaisseur autour de 2 centimètres, les lauzes ont généralement une planéité irrégulière avec des épaisseurs pouvant aller jusqu'à 8 centimètres d'épaisseur. En outre, tandis que l'ardoise fait référence à un matériau essentiellement métamorphique, lauze se trouve sur plusieurs formes minéralogiques. Et enfin, alors que la production d'ardoise a pu être industrialisable, la production de lauze reste une activité essentiellement artisanale.

## Utilisation de la lauze à l'échelle Européenne

La lauze est un matériau utilisé dans l'architecture vernaculaire et patrimoniale dans beaucoup de régions d'Europe. Le point commun entre ces régions est le lien avec l'activité humaine agropastorale qui a existé ou qui subsiste dans ces régions. L'utilisation de ce matériau participe ainsi au caractère et à l'authenticité de ces régions, aussi bien sur le plan architectural, fonctionnel que sur l'harmonie des paysages. Les régions en Europe où se trouve la lauze sont :

### *En Albanie*

Il a été répertorié des toitures en lauze dans certaines régions d'Albanie, notamment à Gjirokastër, ville inscrite depuis 2005 au patrimoine mondiale de l'UNESCO.

### *En Angleterre*

En Angleterre, les lauzes utilisées sont généralement sédimentaires (calcaire ou gréseuse). Cependant il est aussi également possible de retrouver des lauzes d'origines métamorphiques (micaschiste). Ces matériaux sont utilisés dans de nombreux monuments patrimoniaux [4] tels que l'Apethorpe Palace à Apethorpe, Northamptonshire (Figure 2).



*Figure 2 Apethorpe 'Palace' in Northamptonshire [5]*

### ***En Italie***

En Italie, il existe plusieurs régions dans lesquelles sont trouvées les lauzes, notamment en Vallée d'Aoste, où les constructions traditionnelles sont recouvertes en lauzes (ou *Lobie* en patois franco-provençal valdôtain) de gneiss.

En outre, dans la région des Pouilles en Italie du Sud, dans le plateau situé entre les villes de Bari, Brindisi et Tarente, dans la ville de Alberobello, il s'y trouve une forme typique de construction traditionnelle classée au patrimoine mondiale de l'UNESCO, qui s'appelle trullo, et qui est couverte en lauze calcaire (Figure 3).



*Figure 3 habitat (Trulli) de la région des Pouilles (Alberobello) en Italie couvert en lauze calcaire (chiancarelle) (Copyright UNESCO)*

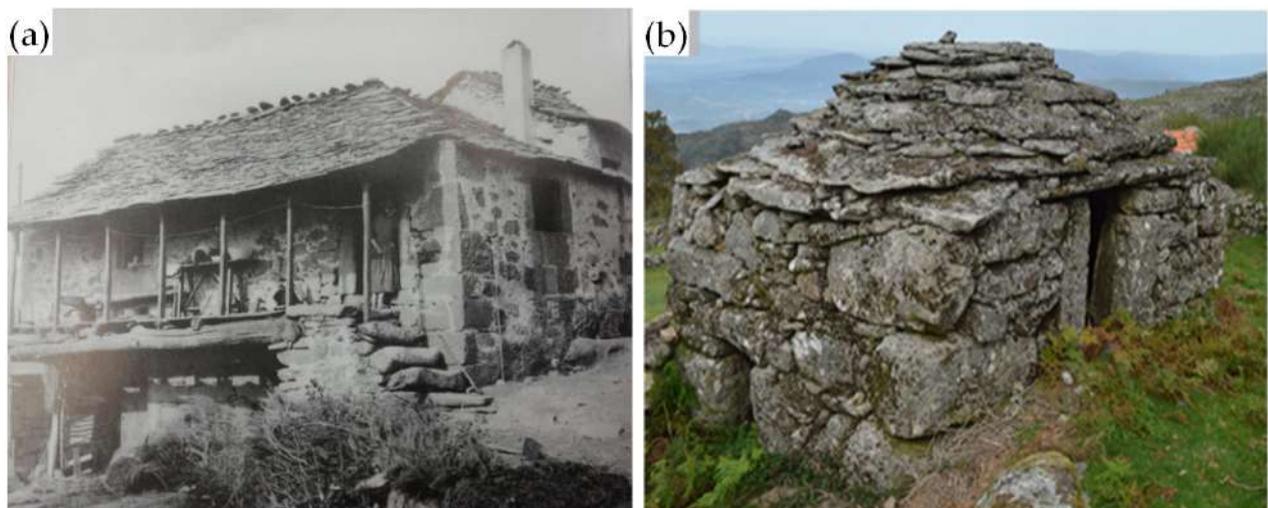
### ***En Suisse***

En suisse, la lauze est présente dans le Tessin, avec les lauzes de gneiss ou de serpentine. La lauze est également présente en Valais, du val Ferret en passant par Martigny jusqu'à Sierre.

Dans les vallées du sud des Grisons, des toits sont également faits en lauze, ainsi que dans la vallée du Rhin antérieur, à partir du Val de Lumnezia, val d'Avers, de l'Oberhalbstein et en Haute-Engadine, jusqu'à Madulain et dans le Rheinwald.

### ***Au Portugal***

La lauze est un matériau également utilisé dans l'architecture vernaculaire et traditionnelle portugaise, notamment pour la couverture des bâtiments en dôme à encorbellement en pierre sèche, appelés brandas, situés dans le parc national de Peneda-Gerês, au nord du Portugal dans la région de Sistelo (Figure 4). La lauze peut aussi se trouver dans la couverture d'habitats traditionnels notamment dans le parc naturel de Montesinho, ou dans d'autres régions montagneuses du pays telles qu'à Bragança, rio do Onor, Pinheiro Novo, Arouca, Campanhò.

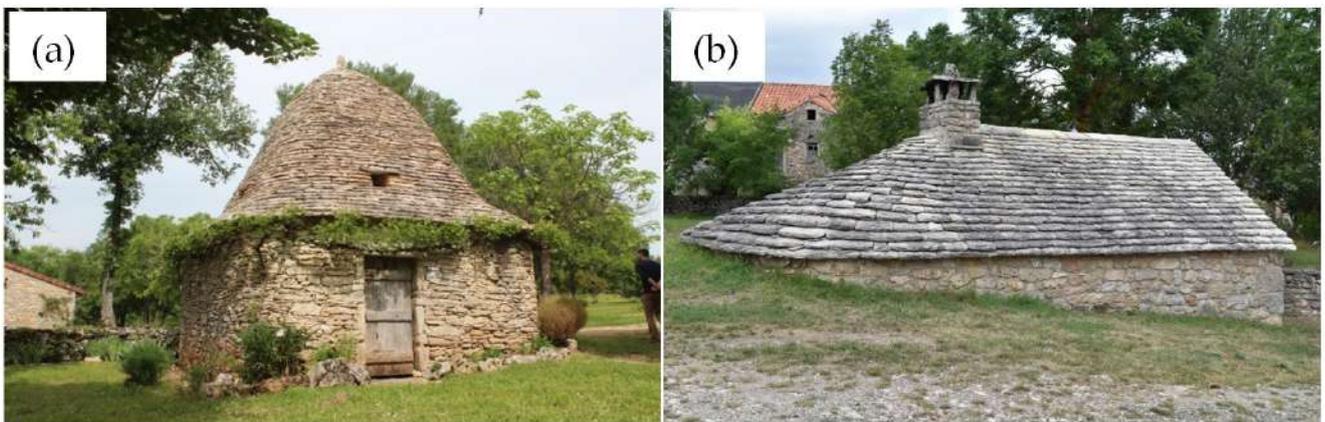


*Figure 4 habitats traditionnels couverts en lauze au Portugal : (a) habitat traditionnel couvert en lauze de schiste à Vinhais, Mofreita au Portugal [6] , (b) habitat traditionnel (Brandas da gêmea) couvert en lauze de gneiss à Sistelo au nord du Portugal [7]*

### ***En France***

En France, la lauze se trouve dans la quasi-totalité des régions montagneuses. Notamment, dans les alpes, en Savoie, la lauze est présente surtout dans les hautes vallées alpines de Maurienne où le bois est rare. Dans les Pyrénées, les constructions traditionnelles du Parc naturels sont recouvertes en lauze de schiste. En Corse, il subsiste encore une tradition d'extraction et de pose de matériaux naturels pour l'architecture locale, notamment à Bastia en Haute corse, où s'y trouvent plusieurs

entreprises de couverture pour le bâti vernaculaire. En Bourgogne et en Franche-Comté, les lauzes, appelées « laves», sont utilisées pour la couverture de la plupart des monuments historiques. Dans le Tarn, au cœur et aux pieds de la montagne noire, les lauzes schisteuses sont très partiellement utilisées sur toitures et en restauration des bardages ancestraux sur les murs orientés à la pluie. La lauze calcaire est présente sur les causses de la Dordogne (dans le Périgord Noir) et du Quercy dans le Lot (Figure 5), où les deux traditions de pose existent, celle de la lauze sur voûte ou sur charpente de bois. Dans le Mézenc, en Haute Loire, ce sont les derniers toits de phonolites qui se restaurent.



*Figure 5 habitats traditionnels en France: (a) Cazelle dans le Lot, (b) Four à pain en Aveyron*

En France, La lauze est surtout présente dans le sud du Massif central, notamment dans les départements de l'Aveyron et de la Lozère qui regroupent la plus grande concentration de toiture couverte en lauze de schiste et en lauze calcaire au niveau national.

Nous remarquons la diversité d'utilisation de ces matériaux naturels pour la couverture, dans l'architecture vernaculaire et patrimoniale, dans l'étendue des régions d'Europe (Figure 6). En particulier en France, ce type de couverture participe au caractère et à l'authenticité paysagère de ces territoires, généralement liés à l'activité humaine agropastorale. En effet une étude récente, menée à l'université de Liège, a permis de montrer que la lauze calcaire constitue un élément clé des paysages du périmètre Causses et Cévennes, situé dans le sud du Massif central, et appartenant au patrimoine mondiale de l'UNESCO [8].

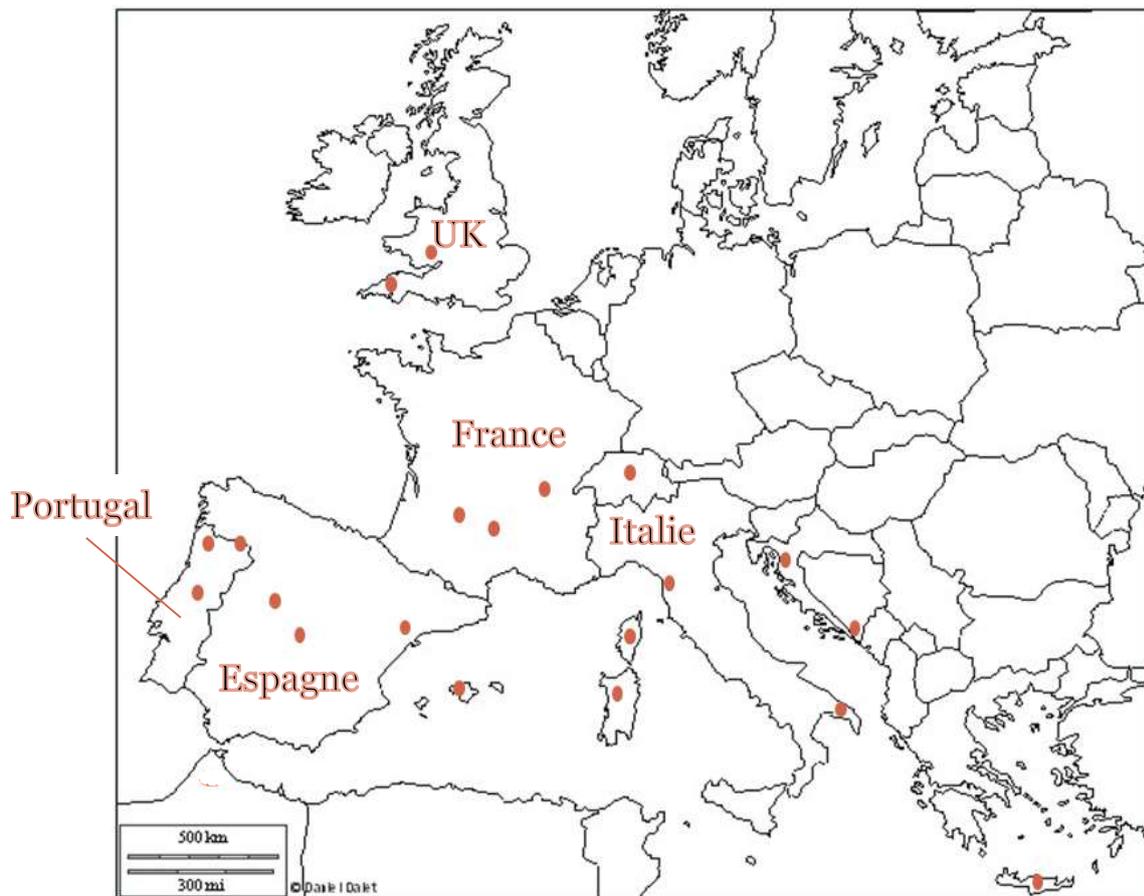
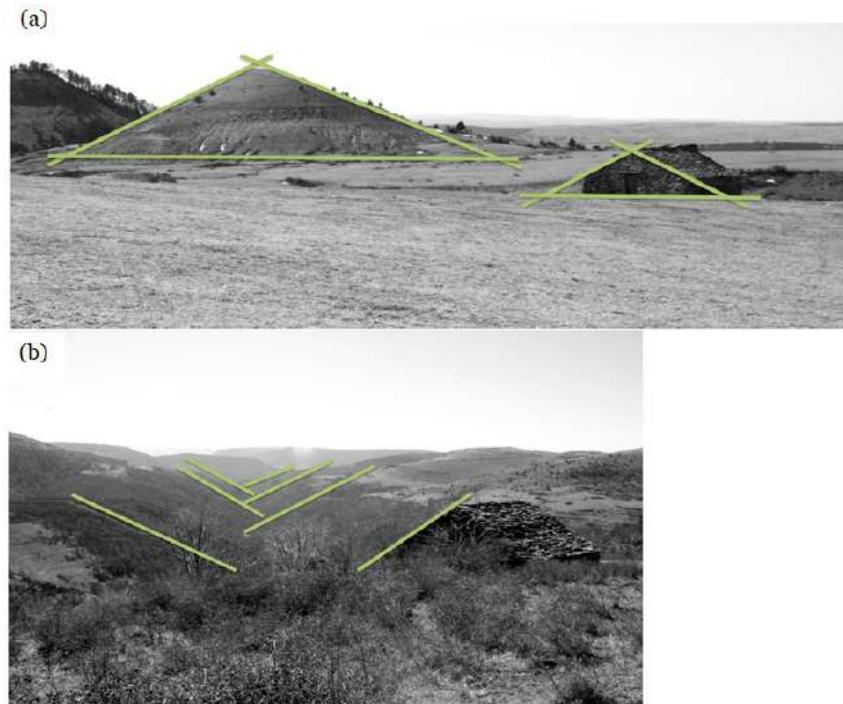


Figure 6 carte de l'Europe avec localisation des lieux (non exhaustifs) d'utilisation de la lauze

### **Lauze calcaire élément clé du paysage vernaculaire des Causses et Cévennes**

En juin 2011, l'UNESCO inscrit les Causses et Cévennes à la Liste du patrimoine mondial de l'humanité au titre de paysage culturel. Cette reconnaissance pour le patrimoine caussenard et cévenol confirme l'importance de la sauvegarde de la lauze calcaire pour préserver l'harmonie et l'authenticité du paysage des Grands Causses. Une étude menée à l'université de Liège en 2013, par Mme Caroline Lecomte, a permis de démontrer que ce matériau est un élément clé du paysage caussenard. La démonstration a reposé sur le principe que ce matériau favoriserait une symbiose entre l'homme et la nature dans ces régions, et ceci à 3 niveaux :

- *symbiose des morphologies : une harmonie existe entre les contours naturels des paysages et l'architecture ; les mêmes proportions géomorphologiques entre les paysages naturels et l'architecture sont retrouvées (Figure 7).*



*Figure 7 symbiose entre architecture et paysage: (a) l'architecture locale présente les mêmes proportions que dans les éléments géomorphologique du paysage naturel, (b) l'architecture se joint aux contours naturels du paysage formant des axes convergeant vers les pentes (harmonie des pentes) [8]*

- *Symbiose des couleurs : l'étude de comparaison des couleurs de différentes toitures (ardoise, gneiss, tuile, tôle, schiste, calcaire) basée sur leur représentation dans le système TSL (Teinte-Saturation-Luminosité), a permis de montrer objectivement que les toitures en lauze calcaire présente une meilleure intégration dans les paysages en terme de couleur.*
- *Symbiose des textures : La région repose sur un substrat calcaire. Ainsi, l'utilisation des matériaux calcaires dans l'architecture vernaculaire locale, avec les gros blocs pour la maçonnerie et les fines plaquettes pour la toiture, crée une certaine harmonie avec les affleurements calcaires qui jonchent le paysage. En outre, les effets de textures produites par les calcaires dans les paysages, permettent d'avoir une certaine appréhension des échelles dans ce paysage tabulaire des causses dépourvu d'éléments significatifs (Figure 8).*



*Figure 8 harmonie avec les textures: (a) même texture entre paysage et architecture traditionnelle, (b) toitures, clapas et soutènements donnent une unité de texture du paysage [8]*

L'une des conclusions de cette étude a été la vulnérabilité de ce matériau, notamment aux intempéries dans certaines régions où le climat peut s'avérer être rude.

### **Problèmes de la lauze calcaire rencontrés dans le Massif central**

Bien que ce matériau ait fait ses preuves au fil du temps, avec des toits ayant duré plus de 100 ans, il a été répertorié dans certaines régions du Massif central des dégradations (Figure 9) sur ces matériaux, suscitant ainsi notre curiosité dans cette étude.



*Figure 9 dégradations des lauzes calcaires pouvant se produire*

## **Programme de la thèse**

### **Objectif de la thèse**

Cette thèse a pour objectif de comprendre et de caractériser les processus physiques qui conduisent à l'endommagement des lauzes calcaires lorsqu'elles sont soumises à des cycles de gel/dégel, en se basant sur leur comportement en vibration.

### **Intérêt de la recherche**

**Intérêt scientifique** : caractérisation des processus physiques et de l'endommagement des géomatériaux soumis à des cycles de gel-dégel.

**Intérêt pour la profession** : mieux appréhender la méthode d'extraction des lauzes à fin de s'assurer de leur non gélivité à la sortie de la carrière.

### **Plan du document**

Ce manuscrit est rédigé par articles. Le premier chapitre est l'état d'art, où sont relatées les précédentes études concernant les processus de formation des lauzes calcaires, la caractérisation des processus d'endommagement des calcaires lorsqu'ils sont soumis à des cycles de gel/dégel, et enfin les méthodes de diagnostic des structures basées sur leur réponse en vibration. Dans le second chapitre, sont présentés les matériaux qui ont été étudiés dans cette étude. Ensuite, dans le chapitre trois, les méthodes qui ont été développées pour, d'une part, dégrader artificiellement les échantillons et, d'autres part, caractériser leur endommagement ont été présentées. Le quatrième chapitre est un article qui concerne l'étude de la résistance des lauzes calcaires lorsqu'elles sont soumises à des cycles de gel/dégel en se basant sur le suivi de leur réponse en vibration. L'utilisation d'une méthode d'analyse inverse basée sur le recalage paramétrique, et les observations aux microscopes permettent d'évaluer l'influence de l'endommagement sur les paramètres mécaniques, en relation avec les dégradations survenant au sein de la microstructure. Le cinquième chapitre concerne la caractérisation des processus conduisant à l'endommagement des lauzes calcaires. En effet après le premier article où il a été question de développer une méthode

permettant d'identifier les dégradations au sein de ces matériaux, la suite consistera à décrire et expliquer les processus physiques qui régissent ces dégradations en relation avec les propriétés physiques et la morphologie des caractéristiques diagénétiques de ces matériaux. Le sixième chapitre relate un résultat important pour la profession et à valeur patrimoniale. Il s'agit de l'utilisation de la réponse sonore d'une roche pour prévoir sa tenue au gel. En effet, les artisans lors de l'extraction et avant la pose sur le toit de la lauze, procèdent traditionnellement à un test en la faisant sonner. Il s'avère que cette méthode basée sur l'analyse de la réponse sonore est pertinente pour prévoir le comportement de ces matériaux. Le dernier chapitre conclut, émet des critiques sur le travail exposé et propose des perspectives d'amélioration. L'application (SpectralAdjustmIMT), développée sous l'API du logiciel COMSOL, ayant servi à l'identification des paramètres mécaniques des matériaux à partir des fréquences propres expérimentales, est présentée en annexe.

*« Ces roches schisteuses micacées de différentes couleurs, se divisent en feuilles dont on couvre les maisons, et que l'on nomme lozes; et c'est très probablement leur abondance qui a fait donner le nom de Lozère au corps de montagnes qu'ils environnent et qu'ils recouvrent... » Dolomieu, 1798, journal des mines*

## **Chapitre I: État de l'art**

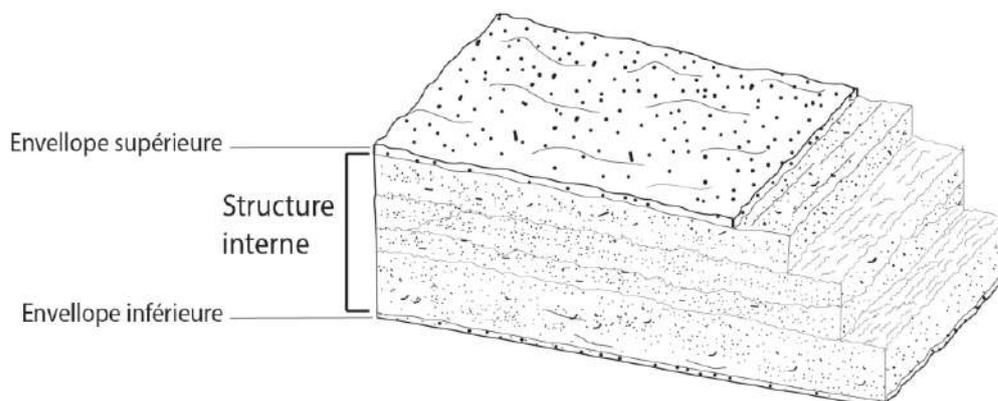
Dans ce chapitre, il sera présenté dans un premier temps les processus géologiques de formation des lauzes calcaires. Ces matériaux résultent de la cyclicité dans les conditions de dépôts des sédiments dont elle se compose. Les lauzes calcaires du Massif central sont pour la plupart formées dans divers environnements géologiques du jurassique (période géologique qui s'étend de -201,3 à 145 millions d'année), ce qui fait qu'elles ont une large variété de faciès ou caractéristiques diagénétiques. Il existe dans la littérature une classification de ces caractéristiques diagénétiques et une analyse de leur rôle dans les processus d'endommagement des calcaires soumis à des cycles de gel/dégel. Dans un deuxième temps, les méthodes de diagnostic basées sur la réponse en vibration des structures seront présentées. Ces méthodes présentent plusieurs intérêts et seront l'une des originalités de ce travail car jusqu'à présent, cette méthode, comme elle est développée ici, n'était pas encore utilisée pour le suivi de l'endommagement de ces géomatériaux soumis à des cycles de gel/dégel. De plus, la perception du son, issu de la vibration d'une telle structure est un paramètre pertinent pour l'évaluation de leur susceptibilité à être gélif.



## ***I.1) Formation des lauzes calcaires du Massif central***

### ***I.1.1) Environnements géologiques de formation des lauzes calcaires***

En sédimentologie, la formation des calcaires en plaquettes résulte de changements cycliques dans les conditions de dépôt sédimentaire [9], induisant soit une modification du débit d'accumulation des sédiments, de la composition des sédiments, soit une alternance des phases de sédimentation et de non sédimentation [10,11]. De façon élémentaire, les mécanismes pouvant provoquer cette cyclicité peuvent être d'origine autocyclique ou allocyclique [9,10,12]. Les causes autocycliques sont contrôlées par les processus qui se produisent au sein du bassin de dépôt des sédiments comme par exemple les marées, les tempêtes ou les subsidences [13,14]. Les causes allocycliques concernent principalement des événements externes, comme la variation du niveau d'eau, les changements climatiques ou les mouvements tectoniques [15]. La combinaison de ces mécanismes permet l'empilement de strate calcaire, de divers faciès, pour constituer les gisements de lauze calcaire. La structure d'une lauze peut être divisée en deux parties (Figure 10) : d'une part, une couche interne qui sera appelée « cœur de lauze », correspondant à la structure interne de la lauze et qui fera l'objet de l'étude, et d'autre part une enveloppe externe (enveloppe inférieure et supérieure) assurant la jonction entre 2 couches de lauzes. Cette partie ne fera pas l'objet d'étude. En effet, en pratique, elle est retirée lors de l'extraction par le carrier ou avant la pose par l'artisan couvreur, car elle s'écaille lorsqu'elle est soumise aux intempéries.



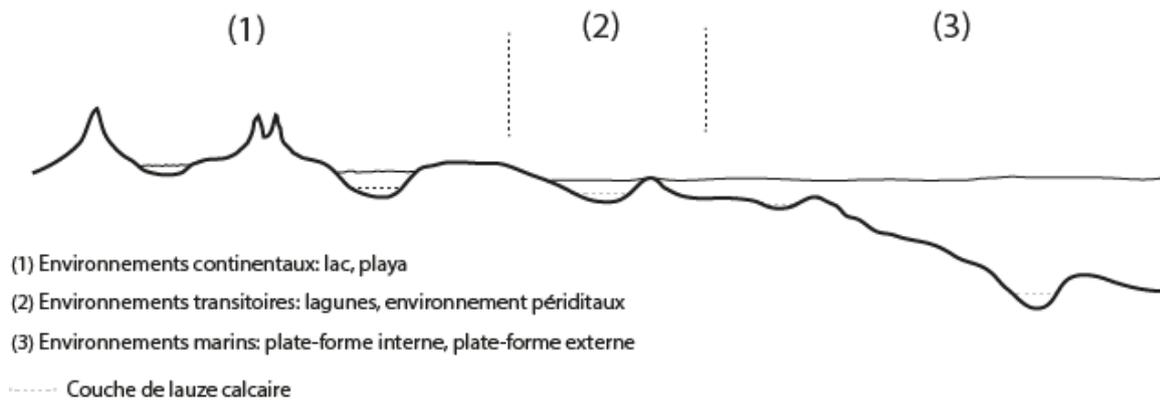
*Figure 10 structure d'une lauze calcaire*

Le Massif central se situe dans la branche sud de la chaîne varisque ou chaîne hercynienne, qui constitue le substratum antépermien de toute l'Europe sud-occidentale, et s'étend sur plus de 3000 km depuis le sud de la Péninsule Ibérique (sud Espagne/Portugal) jusqu'au Massif de Bohême (Pologne) (Figure 11) [16–18]. Le Massif central est composé d'un ensemble de Massifs qui s'étendent du Morvan au nord à la Montagne noire au sud ; et du couloir Rhodanien à l'est au seuil du Poitou à l'ouest [17,18]. Et c'est dans la partie sud de ce Massif que se situent les causses. Les causses se sont de vastes plateaux calcaires qui se sont formés pendant toute la période jurassique, de - 200 millions d'année à -145 millions d'années [19–23] .



*Figure 11 carte de localisation du Massif central et de la zone d'étude (causses) dans la chaîne hercynienne d'Europe de l'Ouest [16]*

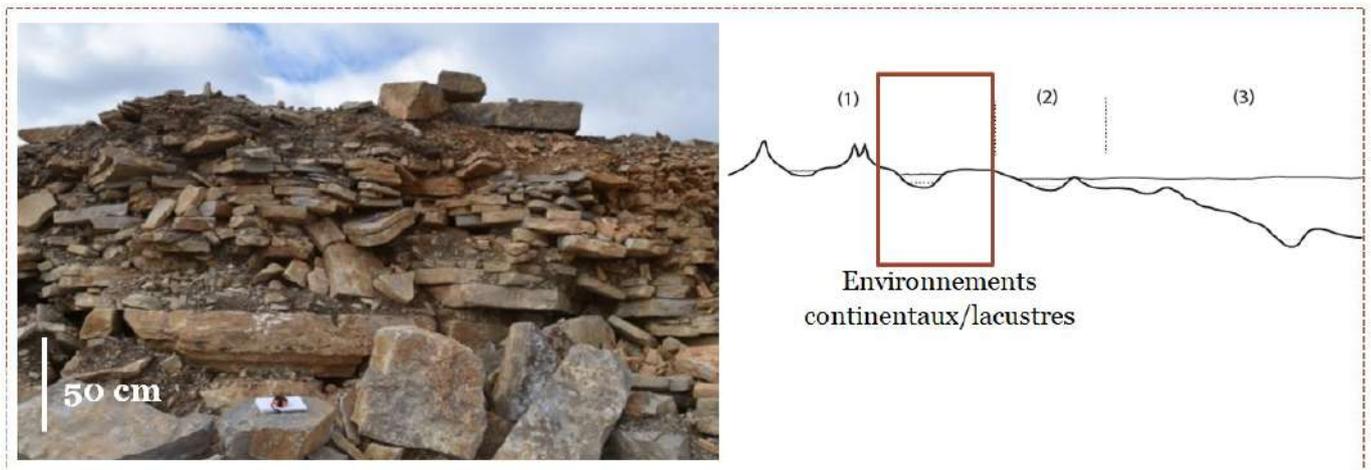
Tout au long de cette période, s'est succédée la création, dans l'étendue des causses, de divers environnements propices à la formation de lauzes [19]. Ces environnements peuvent être subdivisés en trois groupes (Figure 12) [10,11] : environnements continentaux, environnements transitoires et environnements marins.



*Figure 12 environnements de dépôt favorables à la formation de plaquettes calcaires*

### **(a) Environnements continentaux**

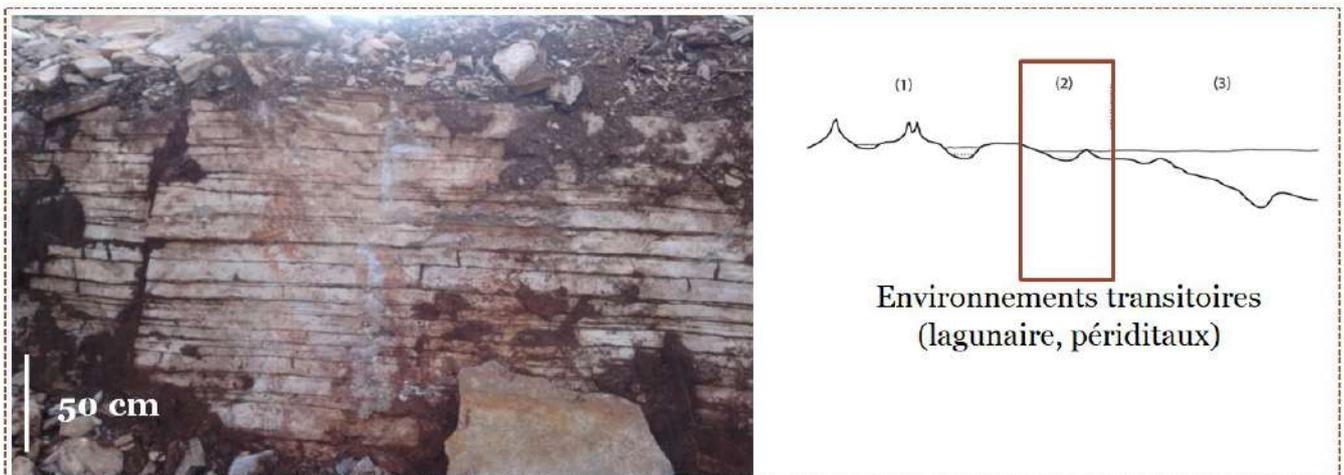
Pour les lauzes calcaires d'origine lacustre, la cyclicité peut être due à une migration périodique de la ligne de rivage, notamment causée par un assèchement (cas des playas) qui serait favorable à une alternance en apport sédimentaire d'origine calcaire ou siliceux. Ou alors, dans les lacs à eau claire et peu profonde, la cyclicité due aux dépôts de sédiments riches puis pauvres en matière organique peut aussi favoriser la formation de lauze calcaire [10]. Il est possible de retrouver ce type de plaquettes sur le causse du Larzac (Figure 13), notamment dans les formations du Lotharingien (jurassique inférieur) [19]. Ces plaquettes présentent des faciès varvés correspondant à des stromatolithes dont leur formation est favorable dans ce type de milieu [11,24,25].



*Figure 13 plaquettes du Lotharingien du causse du Larzac formées en environnement continental lacustre*

### **(b) Environnements transitoires**

La majorité des lauzes calcaires se forme dans des environnements de rivage ou environnements périditaux, car ils sont plus adéquats pour respecter les conditions d'alternance d'environnement de dépôt. En effet, généralement ces environnements sont situés à proximité des côtes, entre la zone de marée haute et basse. Ainsi, la variation en apport sédimentaire est soit due aux périodes d'apports de sédiments d'origine continentale ou aux alternances de période d'immersion et d'émersion dues aux périodes de marées basses et hautes [10]. Un exemple de gisement est la formation calcaire en plaquettes rauracien-séquanien (jurassique supérieur) sur le causse du Sauveterre [19] (Figure 14). La coloration rougeâtre atteste le ravinement, dans un contexte climatique chaud, des terres rouges d'origine continentale vers la plate-forme, pour s'y mélanger aux boues calcaires [19].

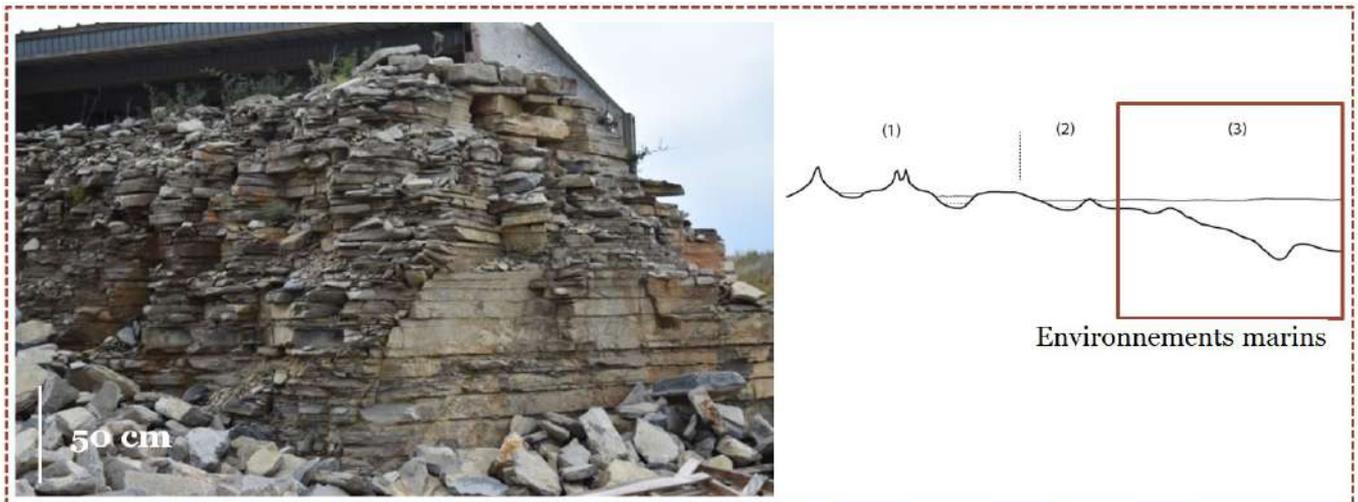


*Figure 14 plaquettes du Rauracien-Séquanien du causse de Sauveterre formée en environnement transitoire*

### **(c) Environnements marins**

Enfin, il est possible de former la lauze calcaire en environnement marin peu profond ou profond. Le cas des environnements peu profonds se rapproche du cas précédent, dans la mesure où, ils se situent également près de la cote. Par contre ils ne sont pas protégés, notamment par des barrières récifales [10]. Pour le cas des lauzes d'origine marine en eau profonde, les apports sont plus liés aux dépôts de particules pélagiques en suspension ou surtout aux sédiments qui sont formés sur des plateaux environnants et qui arrivent dans les fonds marins avec les courants de turbidités. Les calcaires

lithographiques [26] du causse de Blandas (Figure 15) appartiennent à cet ensemble. Ce sont des calcaires micritiques formés dans un environnement où les eaux devaient être stratifiées, dépourvues de vie benthique du fait de conditions proches de l'anoxie en profondeur [27,28].



*Figure 15 plaquettes du Kimméridgien inférieur du causse de Blandas formée en environnement marin*

La diversité des environnements de dépôt favorables à la formation des lauzes calcaires permet d'attester de la diversité de faciès pouvant être rencontrée. Il se peut que les caractéristiques de ces faciès aient une influence sur la durabilité de ces matériaux [29,30].

### ***1.1.2) Processus de formation et caractéristiques diagénétiques des lauzes calcaires***

Les étapes diagénétiques de formation des lauzes calcaires peuvent classiquement se résumer en 6 étapes : l'accumulation des sédiments dans les bassins sédimentaires, la compaction, la cimentation, la micritisation, le néomorphisme et la dolomitisation [10]. Durant ces étapes, se forment les différents éléments qui constitueront la structure interne de la lauze calcaire (Figure 16). Il a été démontré par Nicholson que les faciès et les caractéristiques diagénétiques peuvent être à l'origine de la dégradation des roches calcaires soumis à des cycles de gel/dégel [29].

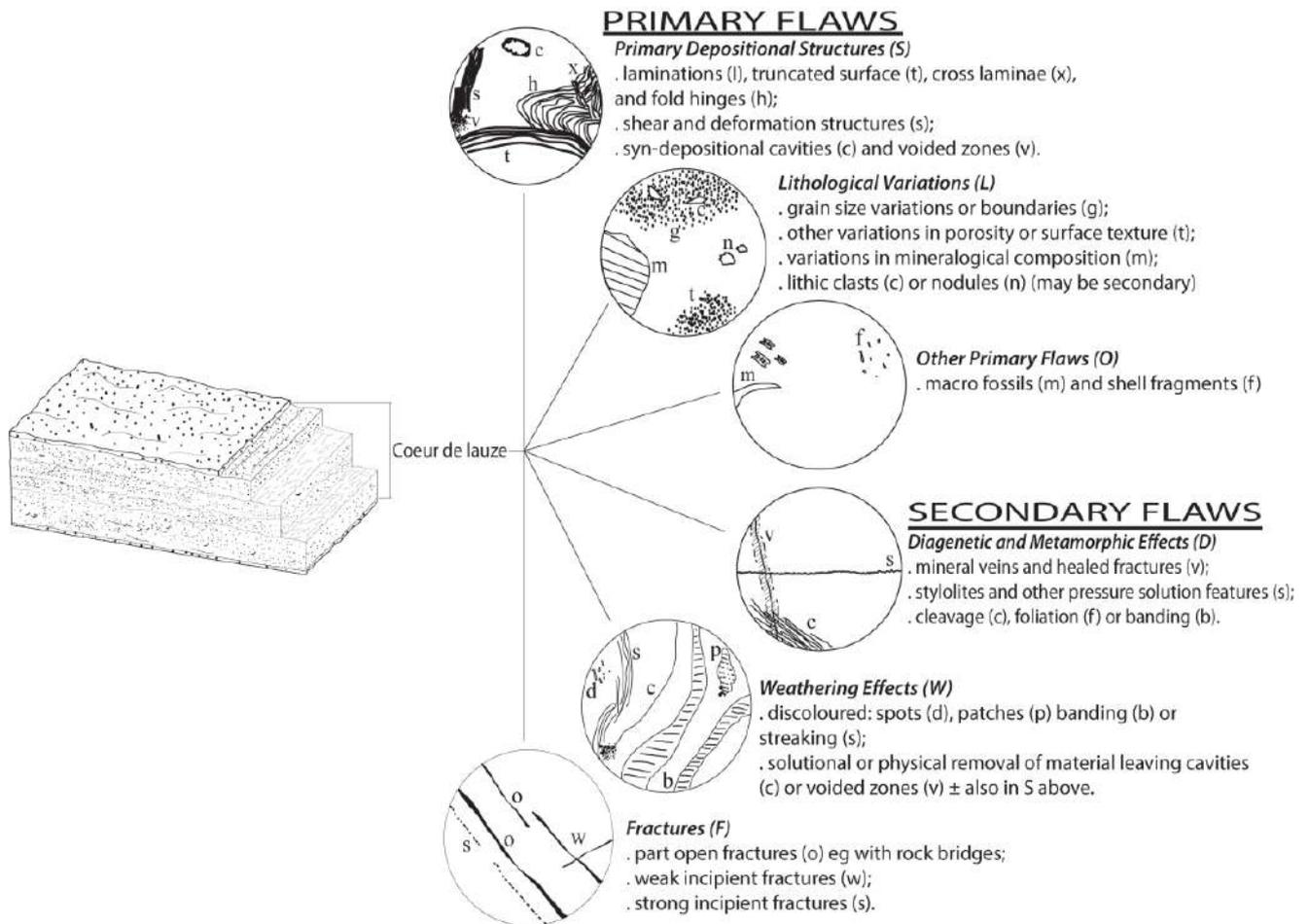


Figure 16 classification des caractéristiques diagénétiques proposée par Nicholson [29]

En se référant à cette classification de Nicholson [29], les caractéristiques diagénétiques qui peuvent se trouver dans les lauzes calcaires présentes dans le Massif central sont :

- *Of = les caractéristiques primaires (O) avec cristaux ou fragment de fossile (f) : Ces fragments sont souvent de petits fossiles, éléments ou débris de coquille ou de cristaux de minéraux qui se trouvent piégés dans une pâte micritique. Ces faciès se forment souvent pendant la première phase d'accumulation des sédiments.*
- *Ds = les effets diagénétiques et métamorphiques (D) avec stylolites (s) : les stylolites sont des caractéristiques diagénétiques classiques, et vraisemblablement les plus fréquents, rencontrés dans les matériaux sédimentaires en plaquette [10]. La formation de ces caractéristiques résultent des phénomènes de pression-dissolution [10]. Les phénomènes de pression-dissolution sont des procédés pétrologiques au cours desquels des minéraux se dissolvent à la suite de pression extérieure exercée qui leur sont appliqués [31]. Ces processus peuvent démarrer à une profondeur de 90 mètres durant la diagénèse dans les bassins sédimentaires [32] et toujours être actifs dans les*

conditions élevées de métamorphismes [33]. Les stylolites sont des surfaces rugueuses, recouvertes d'une fine couche de particules relativement insolubles, constituant les résidus de dissolution d'éléments de la roche plus soluble (par exemple le carbonate, le quartz) [31,34]. Les stylolites sont caractérisés par leur taille et leur composition interne (Figure 17).

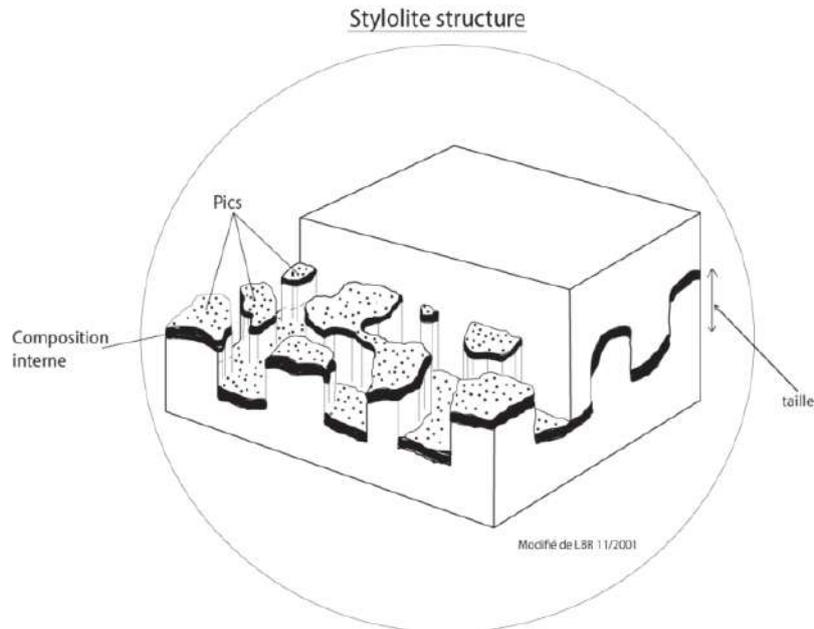


Figure 17 Schéma en trois dimensions d'une roche avec une stylolite horizontale. La moitié avant de la masse rocheuse supérieure a été retirée pour montrer l'intérieur de la stylolite [31]

La taille des stylolites peut aller de 1  $\mu\text{m}$  à 5 cm et les compositions internes sont principalement des particules insolubles telles que des minéraux argileux, des oxydes et des matières organiques [31]. Cette partie des stylolites peut contenir des pores à cause du transport des éléments solubles après leur dissolution. Il a été démontré que cette caractéristique diagénétique constitue une zone de faiblesse, car la porosité au voisinage d'elle est toujours supérieure à celle de la roche saine. De plus, la présence des stylolites au sein d'une roche entraîne une réduction significative de la résistance [29,30,35].

- $Dv$  = les effets diagénétiques et métamorphiques (D) avec veines minéralisées (v) : Ces défauts sont d'origine tectonique. Les contraintes qui se produisent pendant les événements tectoniques peuvent conduire à des fissures ouvertes au sein des matrices calcaires dans lesquelles viendraient précipiter des minéraux généralement calciques. Ces événements peuvent être syn-sédimentaires, donc les veines se forment pendant une des étapes de formation des calcaires évoquées ci-dessus. Elles peuvent être post-sédimentaires, donc se forment après la phase de néomorphisme.

- *Wb ou Wd = les effets de dissolution avec (W) décoloration (b) ou tâche décolorées (d) : Ces défauts sont d'origine érosive. C'est l'eau en milieu acide qui dissout les oxides de fer dans le calcaire et qui reprécipitent. Ces caractéristiques diagénétiques peuvent également être syn-sédimentaires ou post-sédimentaires.*
- *Sl = structure de dépôt primaire (S) laminées (l) : ces éléments diagénétiques sont généralement d'origine stromatolitique, et se forment lors de la première phase d'accumulation des sédiments. La stratification de stromatolithe s'apparente comme une alternance de lamines sombres et claires.*
- *Lm ou Lt = variation lithologique (L) avec variation de la composition minéralogique (m) ou avec surface tronquée (t) : ces défauts se forment pendant la première phase lors de l'accumulation des sédiments, lorsqu'il y a des variations ponctuelles en apport sédimentaire (débit, nature).*
- *Fw ou Fs = fractures (F) avec amorce de fissure fragile (w), ou solide (s) : ces défauts sont d'origine tectonique. Les contraintes dues aux évènements tectoniques peuvent conduire à des fissures au sein des matrices calcaires. Ces microfissures peuvent se former pendant ou après la formation des plaquettes.*

Cette nomenclature [29] des caractéristiques diagénétiques servira par la suite pour caractériser les lauzes qui seront étudiées.

## ***1.2) Endommagement des calcaires soumis à des cycles de gel/dégel***

### ***1.2.1) Définition de la gélivité***

La gélivité d'un matériau peut être définie comme étant le défaut de ce qui est susceptible de se détériorer sous l'action du gel ou de changements brusques de température [36]. Letavernier (1984) [37] a défini la gélivité comme l'aptitude d'une roche à fournir des géli fractas (fragment de roche géli fractée), de granulométrie et de morphologie définie, en fonction de l'intensité du gel [37]. Plus récemment, la gélivité a été définie comme étant la propriété qui favorise l'écoulement de l'eau interstitielle vers le front de gel et qui permet le développement de lentilles de glace dans certaines conditions thermiques [38]. D'après Lund (1979) [39] la résistance au gel d'un matériau peut être définie comme son aptitude à résister, sans qu'il y ait de détérioration

complète ou partielle, aux variations climatiques qui se produisent dans des conditions précises d'utilisation de ce matériau [39]. D'une façon générale, la sensibilité d'une roche à l'altération par le gel résulte de l'action conjuguée de processus liés d'une part aux caractéristiques intrinsèques de la roche, comme les paramètres d'état (caractéristiques du réseau poreux, texture de la roche, ...) et la façon dont l'eau circule dans celui-ci (propriétés de transfert) [37,40–43]. D'autre part ce processus est lié aux conditions d'utilisation de la roche, pouvant influencer son état de saturation ou l'intensité du gel qu'elle subit [37]. Par la suite, il sera décrit les processus qui peuvent conduire à la dégradation de ces matériaux.

### ***1.2.2) Mécanismes contrôlant le phénomène de gélivité***

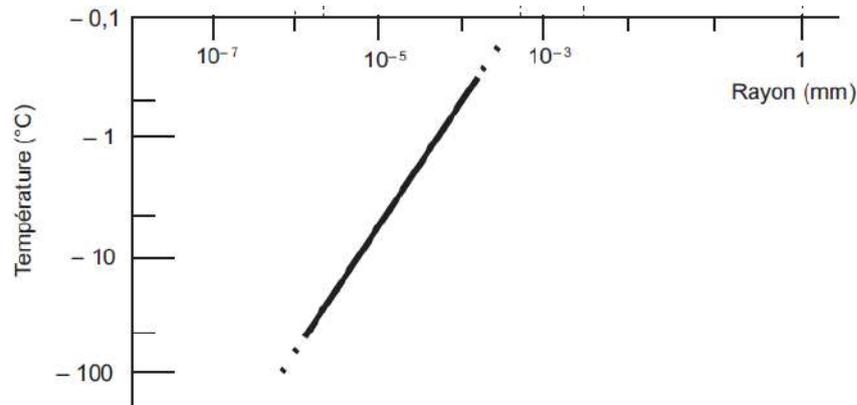
La détérioration des pierres par le gel est causée par la conjonction de plusieurs phénomènes physiques : les phénomènes hydriques, conduisant à des pressions dues à l'expansion volumique liée à la transformation de l'eau en glace et la migration de l'eau non gelée ; et les phénomènes thermiques conduisant à des contraintes liées aux anisotropies de dilatation dues aux gradients thermiques au sein du matériau.

#### ***(a) Processus hydriques intervenant dans le phénomène de gélivité***

Plusieurs mécanismes dus au comportement de l'eau dans le réseau poreux de la roche sont à l'origine de pressions induites et permettent d'expliquer le phénomène de gélivité [37,41,44]. Le phénomène de gélifraction intervient lorsque les contraintes, à l'échelle macroscopique et microscopique, sont supérieures aux résistances mécaniques de la roche [45]. Dans les matériaux calcaires, les pressions hydriques qui peuvent être induites lors du gel sont principalement de deux origines :

- *Les pressions hydrostatiques dues à l'expansion volumique de l'eau lors de sa transformation en glace [37,39,46]. L'augmentation volumique de 9,1% de l'eau lors de sa fusion, suppose que si la totalité des pores d'une roche est saturée d'eau, après le gel, il y a des contraintes qui sont créés au sein de la roche, pouvant engendrer des fractures si ces contraintes sont supérieures aux résistances mécaniques de la roche [37,47,48].*

- *Les pressions hydrauliques induites exercées par l'eau surfondue repoussée par la glace en formation [37,49]. En effet, toute l'eau contenue dans les pores d'une roche calcaire ne gèle pas à la même température et il reste toujours une fine pellicule d'eau en surfusion entre la glace et la paroi du pore [49]. La température de gel est d'autant plus réduite que les dimensions du capillaire (pore) sont faibles [50] (Figure 18).*



*Figure 18 température de fusion de la glace en fonction du rayon des pores [51–53]*

Il existe plusieurs explications à ces phénomènes d'eau en surfusion : la première étant que pour déclencher la transformation eau-glace (gel), dans un volume donné, il faut un nombre suffisant de germes de glace ; ce qui fait que plus le volume est faible, plus la probabilité de la transformation totale de l'eau en glace est faible [49,52,54]. La deuxième explication est qu'il faut un apport d'énergie supplémentaire pour permettre la cristallisation de la glace. En effet la cristallisation est une réaction exothermique, qui démarre à 0° lorsque l'eau est pure et à pression atmosphérique. Cependant, dans un capillaire, l'eau n'est pas libre. Il faut alors fournir de l'énergie supplémentaire pour pallier les liaisons entre l'eau et le capillaire, qui sont de deux types: liaisons par adsorptions et liaisons de capillarité [37,49,52,55]. Ainsi, en fonction de la structure du réseau poreux, il est possible d'avoir deux mécanismes de formation de glace : le premier correspondant à une nucléation hétérogène dans les pores capillaires, suivi d'une croissance rapide et de la propagation d'un front de glace. Le deuxième correspondant à une nucléation homogène dans les pores non connectés entre eux, ne permettant pas la propagation d'un front de glace. Il est possible d'observer ces 2 processus à partir des courbes obtenues par des essais de calorimétrie basse température. En effet le premier mécanisme est associé à une augmentation

brutale de la courbe des énergies avec un pic, tandis que le deuxième correspondant à une augmentation de la courbe d'énergie avec un pic plus arrondi (Figure 19).

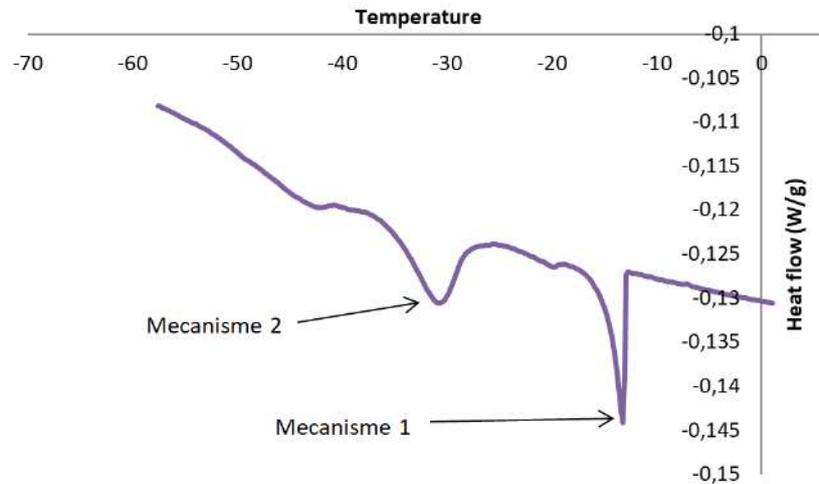


Figure 19 exemple de courbe d'essai de mesure calorimétrique basse température

Les pressions hydrauliques induites peuvent aussi être due aux phénomènes de cryosuccion. La cryosuccion correspond à la migration de l'eau non gelée vers le front de gel, vers les cristaux de glace en voie de croissance (Figure 20) [40,52,56].

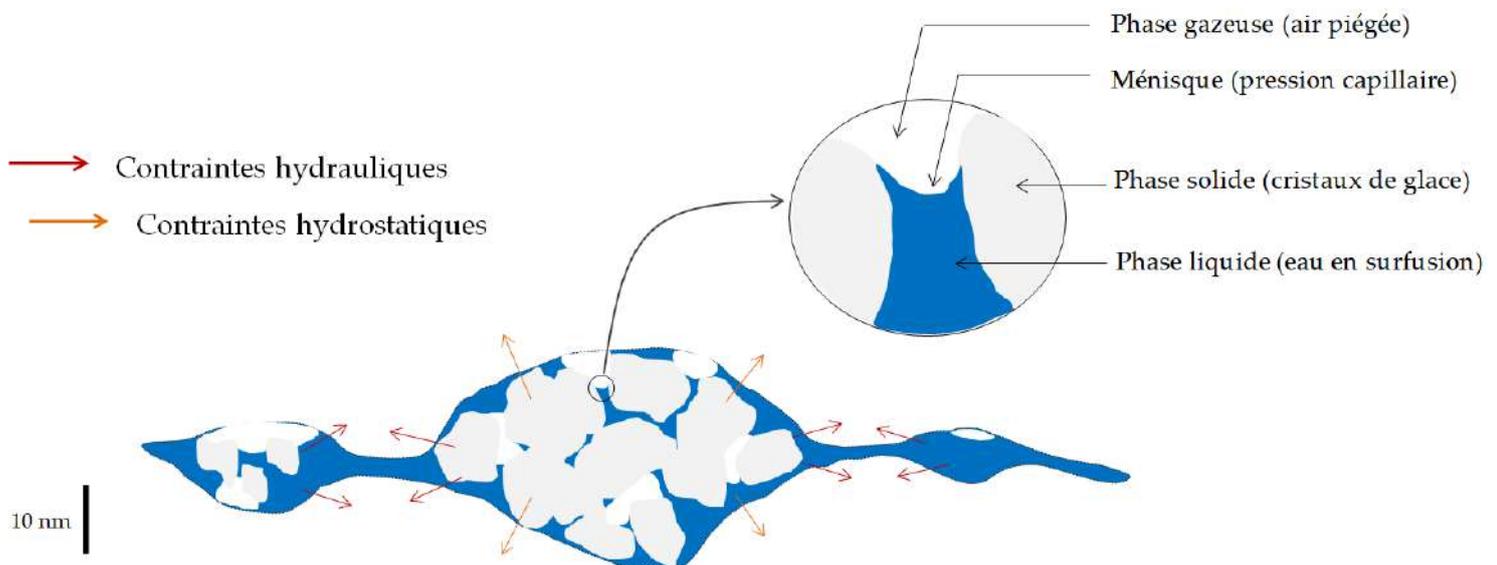


Figure 20 représentation simplifiée des contraintes au sein d'un capillaire induite par les processus hydriques intervenant lors du gel

Dans une moindre mesure, certains auteurs ont évoqué la formation de pression osmotique, due au fait que l'eau contenue dans les pores étant non-pure (possédant une certaine concentration en sels, ou autre substance chimique). Lors de la

transformation de l'eau en glace, les variations de concentration du soluté peuvent être à l'origine de l'apparition de pression osmotique due à la migration d'éléments chimiques des pores à concentration élevée vers des pores à concentration faible [57].

### **(b) Processus thermiques intervenant dans le phénomène de gélivité**

En plus des processus hydriques, les processus thermiques régis par les gradients thermiques, entraînent des dilatations du matériau, qui peuvent conduire à des dégradations rencontrées dans les calcaires. Ces sollicitations thermiques peuvent créer un effet de fatigue menant à la formation de microfissures dans le matériau. En effet, les cycles de variation de température conduisent à des dilatations/contractions micrométriques pouvant induire des décohésions au sein du matériau [47,58].

### **1.2.3) Paramètres physiques contrôlant les processus de gélivité**

Dans la littérature, sont présentés les paramètres physiques contrôlant la gélivité des calcaires, notamment :

- **la quantité de pores (porosité ouverte) :** pour les roches saturées en eau, il existe une tendance montrant que plus les roches sont poreuses plus le risque de gélivité est grand (Tableau 1) [59]. Notamment, si la porosité de la roche est inférieure à 2%, la déformation provoquée par la transformation de l'eau-glace est absorbée par l'élasticité du matériau, et si les calcaires sont à grains grossiers, de porosité supérieure à 2% et avec de gros pores (où l'eau gèle facilement), la roche sera plus sensible au gel [59].

*Tableau 1 résultats issus des travaux de C. Tourenq, C. Archimaud [59]*

Porosité (%)	Eprouvettes détruites (%)		Eprouvettes intactes (%)
	Totale	Partielle	
0 à 5	5	72	23
5 à 10	27	58	15
10 à 20	34	62	4
20	47	55	8

- **La morphologie du réseau poreux** : ce paramètre est crucial dans les processus de gélivité. En effet il influence les conditions de saturation en eau et donc le comportement au gel [41]. En effet tandis qu'un réseau poreux bimodal (hétérogène) peut induire une porosité piégée importante et un coefficient de saturation faible, un réseau poral unimodal peut entraîner à une faible porosité piégée et un coefficient de saturation élevé [41,47]. Un réseau bimodal constitué de micropores (rayon de pore inférieur à 10 nanomètres) et macropores (rayon de pore supérieurs 100 nanomètres) favorise les contraintes liées à la migration de l'eau non gelée au cours du gel [47] (Figure 18). La morphologie du réseau poreux peut aussi influencer les paramètres tels que le coefficient de saturation et les propriétés de transfert (perméabilité, capillarité...) du matériau qui sont également des paramètres qui contrôlent le phénomène de gélivité.
- **Le coefficient de saturation** : des expériences menées sur des roches en 1908 par Hirschwald, ont permis d'observer qu'un matériau saturé simplement par immersion dans l'eau n'est pas toujours endommagé par le gel, alors que celui saturé sous vide l'est plus [60]. En théorie, pour un milieu où tous les pores seraient saturés en eau, la valeur critique du coefficient de saturation serait de 91%, correspondant ainsi à l'augmentation volumique de glace dans le milieu. Mais d'autres investigations ont montré que cette valeur n'est pas la même pour chaque roche et qu'elle peut être inférieure à celle-ci [61]. Ces investigations ont également montré qu'à partir d'un certain seuil de saturation, la roche est systématiquement endommagée : c'est le coefficient critique de saturation [61]. Dans la littérature, des seuils de 80% [47] ou 70% [62] ont été proposés pour des matériaux naturels.
- **Les propriétés de transfert et les propriétés mécaniques** : les propriétés de transfert représentent la capacité de circulation d'un fluide dans le réseau poreux d'une roche. Cette propriété a une influence sur l'altération par le gel, notamment lors des processus hydriques entraînant la migration de l'eau et générant des pressions hydrauliques au sein du réseau poreux [41,63]. Tandis que la migration de l'eau par capillarité est liée à la circulation d'eau libre dans le réseau poreux, la perméabilité, quant à elle, est liée à la migration forcée de l'eau au sein du matériau [44]. Un coefficient d'absorption par capillarité élevé traduirait la facilité d'un matériau à se saturer dans les conditions naturelles d'immersion et donc permettant un apport d'eau de façon régulière pendant les cycles de gel-dégel [64]. Une faible perméabilité exprimerait une limitation dans la

*circulation d'eau pendant le gel et donc augmenterait les contraintes liées aux pressions hydrauliques. Il a été montré qu'une roche avec une faible perméabilité et un module d'élasticité élevé est moins résistante qu'une roche avec les propriétés opposées. En effet, puisque l'eau ne peut pas circuler facilement dans le milieu poreux et que la matrice de la roche ne peut pas absorber les déformations induites par les phénomènes hydriques s'y opérant, la roche devient sensible à la gélivité [44].*

#### **I.2.4) Mode d'endommagement des calcaires par le gel**

La gélivité n'étant pas une propriété mécanique intrinsèque de la roche comme l'angle de frottement interne ou la cohésion, il est nécessaire d'établir des critères de gélivité [38]. La définition d'un critère de gélivité se fait en fonction du type d'endommagement observé. De façon générale, les processus présentés précédemment sont à l'origine d'endommagement de la roche se manifestant sous plusieurs formes, pouvant être regroupées en deux ensembles :

- *les endommagements physiques macroscopiques: Ce sont des endommagements qui sont observables à l'œil nu. En effet, l'apparition de fissures, d'écailles, changement de couleur ou de gélifract manifesterait un certain endommagement de la roche [37,40,65].*
- *les endommagements internes à la structure : Ils ne sont pas observables à l'œil nu, et se traduisent par la modification de propriétés physiques intrinsèques de la roche (module d'élasticité, fréquences propres, vitesse du son, porosité ...).*

*Les endommagements physiques macroscopiques se traduisent également par une diminution des paramètres physiques de la roche, mais ils s'accompagnent de dégradations visibles à l'œil nu [43,46,66].*

##### **(a) Endommagements physiques macroscopiques**

Ce type d'endommagement se présente sous trois formes qui sont :

- **la gélidisjonction de la roche** (Figure 21): *le processus de gélifraction affectant les roches préalablement microfissurées, soit durant leur formation (origine sédimentaire, diagénétique ou tectonique), soit durant leur extraction [40]. Les gélifracts libérés par ce processus reprennent des formes du réseau de microfissuration. Comme il a été présenté précédemment, la gélidisjonction appelle forcément à des conditions particulières d'humidité de la roche, et en plus, elle nécessite, pour se déclencher, des*

*intensités de gel inversement proportionnelles à l'ouverture des fissures, généralement très fines, afin que l'eau contenue dans celle-ci puisse se solidifier [37].*



*Figure 21 lauze calcaire dégradée suivant le mode gélidisjonction*

- **Le délitage** (Figure 22): le délitage est une forme particulière de gélidisjonction [67]. C'est le mode de dégradation le plus fréquent dans ces matériaux. Il correspond à une rupture horizontale du matériau correspondant généralement à des zones interlits ou des zones de fragilité d'origine diagénétique (par exemple défauts  $D_s$  (stylolite) dans la classification de Nicholson). Bien que ces défauts ne compromettent pas la fonction d'étanchéité de la lauze, ils induisent néanmoins la diminution de leurs propriétés mécaniques, pouvant ainsi conduire aux autres modes de dégradation.



*Figure 22 lauze calcaire dégradée suivant le mode délitage*

- **L'écaillage de la roche** (Figure 23) : il fait généralement appel au phénomène de succion cryogénique. C'est-à-dire, lorsqu'un front de gel pénètre dans une roche, l'eau non gelée est aspirée vers le front. Il se forme alors à ce niveau des lentilles de glace qui provoquent le détachement d'écailles à la périphérie des blocs. Les écailles ont une

*forme incurvée caractéristique et une épaisseur dépendant de la vitesse de pénétration du front de gel, ou encore de la teneur en eau et de la perméabilité de la roche : plus l'avance est rapide, plus l'écaille est fine ; et plus la roche est perméable et alimentée en eau, plus l'eau circule facilement par aspiration et plus les écailles sont épaisses [37]. Cette forme d'endommagement est moins observée sur les lauzes calcaires dans le Massif central. En effet lors de la production des lauzes, une des précautions à prendre est de retirer cette couche.*



*Figure 23 lauze calcaire soumise au phénomène d'écaillage*

### **(b) Endommagements internes à la structure**

L'endommagement d'une roche soumise aux alternances de gel/dégel n'est pas toujours marquée par une détérioration de la roche perceptible, mais plutôt par une variation des paramètres mécaniques intrinsèques de la roche [46]. Il a été montré que l'endommagement d'un tel matériau s'accompagne d'une modification de ses propriétés intrinsèques tels que ses paramètres mécaniques comme son module d'élasticité ou ses résistances mécaniques (compression, flexion, ...) [43,46,66]. Une diminution du module d'Young jusqu'à un certain seuil critique permet de considérer une roche comme ruinée et ne pouvant plus assurer de fonction mécanique. En effet pendant la dégradation de ces matériaux, il apparaît au sein de la structure des microfissures qui ont pour effet d'assouplir la structure et ainsi diminuer le module d'Young. Dans la littérature, certains auteurs proposent un seuil statistique de diminution de 40% au-delà duquel un matériau serait ruiné [39].

### ***1.2.5) Démarches expérimentales de l'étude et de la caractérisation de l'endommagement des calcaires soumis à des cycles de gel/dégel***

Depuis plus de 60 ans, de nombreuses études ont été menées sur l'endommagement de pierre de construction ou de roche soumis à des cycles de gel/dégel. Le Tableau 2 présente une liste non exhaustive d'études, réalisées ces 20 dernières années, précisant le type de cyclage utilisé, la méthode de caractérisation de l'endommagement utilisée. Les objectifs de ces différentes études étaient soit de comprendre les mécanismes de dégradation liés au gel, soit de suivre l'endommagement d'une roche précise dans un contexte climatique particulier, soit de vérifier l'importance d'une propriété de la pierre dans l'altération par le gel, soit d'établir un modèle mathématique de dégradation des pierres, soit de comparer les mécanismes de dégradation par le gel avec d'autres mécanismes similaires comme la cristallisation des sels, ou encore de vérifier la validité d'une norme [29,47,55,68–76]. Comme le tableau 2 le montre, il y a une grande variété de cyclages qui peuvent être utilisés, pour étudier l'endommagement des calcaires soumis à des cycles de gel/dégel. Ces cyclages peuvent être soit issus de la norme en vigueur (norme européenne NF EN 12371 [77]), ou créés en fonction des phénomènes qui veulent être étudiés, comme par exemple des cyclages en fonction des conditions climatiques in situ. Dans tous les cas, les paramètres importants dans un cycle de gel/dégel sont la température minimale, l'amplitude (différence min-max) et la vitesse de dégel. Il a été démontré qu'un matériau est plus vulnérable pendant la phase de dégel, car c'est pendant cette phase que les déformations sont maximales [40]. D'autres points importants qui conditionnent l'essai sont la taille et la forme des échantillons. Elles influencent la répartition de température au sein de l'échantillon. En outre le degré de saturation initial et l'apport d'eau pendant les cycles (gel ou dégel sous eau) conditionnent l'état hydrique, et influence la sévérité du gel [47,61].

La durabilité de la structure tout au long des cycles peut être évaluée à travers les propriétés physiques ou de transfert comme l'augmentation des porosités ou la perte

de masse (augmentation de gélifrac) [37]. L'évolution des propriétés mécaniques peut aussi servir d'indicateur d'endommagement de la structure, notamment à travers la diminution du module d'Young ou des résistances mécaniques (compression, traction). Les méthodes non destructives sont plus appropriées pour suivre le suivi de l'endommagement de ces matériaux, car elles permettent d'évaluer pour un même échantillon l'évolution de ses paramètres physiques [78]. La mesure de la vitesse du son représente l'une des méthodes de mesure non destructives les plus utilisées pour caractériser les propriétés mécaniques et suivre l'endommagement des géomatériaux. La vitesse du son permet de traduire la déformabilité d'un échantillon donné et donc l'endommagement via la diminution de cette déformabilité. Cette méthode permet aussi d'avoir accès, via la porosité, à la porosité liée aux fissures. Saad [46] a utilisé une méthode basée sur le suivi de la fréquence de résonance de la structure. La résonance correspond à la tendance d'un système à osciller à son amplitude maximale à une fréquence particulière appelée fréquence de résonance du système. Pendant ses travaux, elle a comparé ces deux méthodes (fréquence de résonance et vitesse du son) et a vu l'intérêt de la méthode de suivi utilisant les fréquences de résonance par rapport à la méthode basée sur le suivi de la vitesse du son [79,80]. Il s'avère que la fréquence de résonance est plus sensible que la vitesse du son à des modifications du squelette rocheux [46].

Tableau 2 Quelques références non exhaustives de protocoles expérimentaux de gel/dégel appliqués aux calcaires

Références	Cyclage (Tmin/max, temps cycle, forme poutrette)	Objectif de l'étude	Méthode de caractérisation de l'endommagement
Prick, 1997 [47]	-30°C/+20°C, 6h, cylindre	Détermination du seuil critique de saturation	Suivi du Module d'Young dynamique et du comportement dilatométrique
Bost, 2007 [55]	-5°C/+20°C, 9h-10h, parallélépipède	Estimation des contraintes provoquées par le gel dans une fracture	Observation visuelle, profil des contraintes le long des échantillons par analyse inverse
Nicholson et al., 2000 [29]	-18°C/+18°C, 6h, cylindre	Influence des défauts diagenétiques initiaux sur la résistance au gel des calcaires	Pourcentage de la perte de masse, densité de fracture
Castano, 2010 [70]	-12°C/20°C, 6h, Cylindre	Etude de la résistance au gel de dix pierres carbonates pour vérifier l'efficacité des normes	Observation visuelle, porosité ouverte
Saad, 2010 [46]	-5°C/+20°C, 12h, cylindre	Influence des paramètres d'état et de transfert sur l'altération des roches par le gel	Suivi du module d'élasticité dynamique
Alamori et al., 2014 [81]	-8°C/40°C, 20h, cylindre	Effet de la saturation en eau et de la température sur les paramètres mécaniques et les déformations	Suivi du module d'Young, coefficient de poisson, et des déformations
Walbert et al., 2015 [43]	-10°C/+10°C, 12h, cylindre	Evolution du comportement mécanique des calcaires soumis aux cycles de gel/dégel	Suivi de la vitesse des ondes P, de la porosité totale, du module d'Young statique, et de la contrainte de compression

### ***1.3) Suivi dynamique de l'endommagement des structures par analyse modale***

#### ***1.3.1) Rappel sur la théorie des vibrations***

Comme il a été présenté précédemment, il existe plusieurs méthodes pour évaluer la dégradation de ces matériaux lorsqu'ils sont soumis à des cycles de gel/dégel. Notamment celles non-destructives, ayant l'intérêt de permettre le suivi des propriétés d'un même échantillon tout le long d'un essai de vieillissement. Depuis plus de 20 ans, l'utilisation de l'analyse vibratoire (ou Vibration-based Structure Health Monitoring

(VBSHM)), pour caractériser les propriétés des matériaux ou identifier leur endommagement, a fait l'objet de plusieurs études [82]. Il est indispensable dans un premier temps de rappeler quelques notions de base de la mécanique vibratoire.

**I.3.2) Généralités : notion de vibration et paramètres modaux**

Toute structure excitée par un signal (choc, vibration, etc.) se met à osciller autour de sa position d'équilibre suivant une infinité de positions élémentaires appelées modes de vibration (Figure 24). Dans le domaine fréquentiel, la mesure du mouvement de cette structure peut être représenté par une Fonction Réponse Fréquentielle (FRF) où à chaque pic de cette fonction correspond à un mode propre de vibration (Figure 24). En considérant, chaque mode de vibration comme un système mécanique en oscillation suivant la même position et caractérisé par sa fréquence propre, son taux d'amortissement et sa déformée, la Fonction de Réponse Fréquentielle considérée est ainsi constituée de la contribution des fonctions de transfert de chacun des systèmes mécaniques élémentaires en vibration, la constituant : c'est le principe de superposition modale.

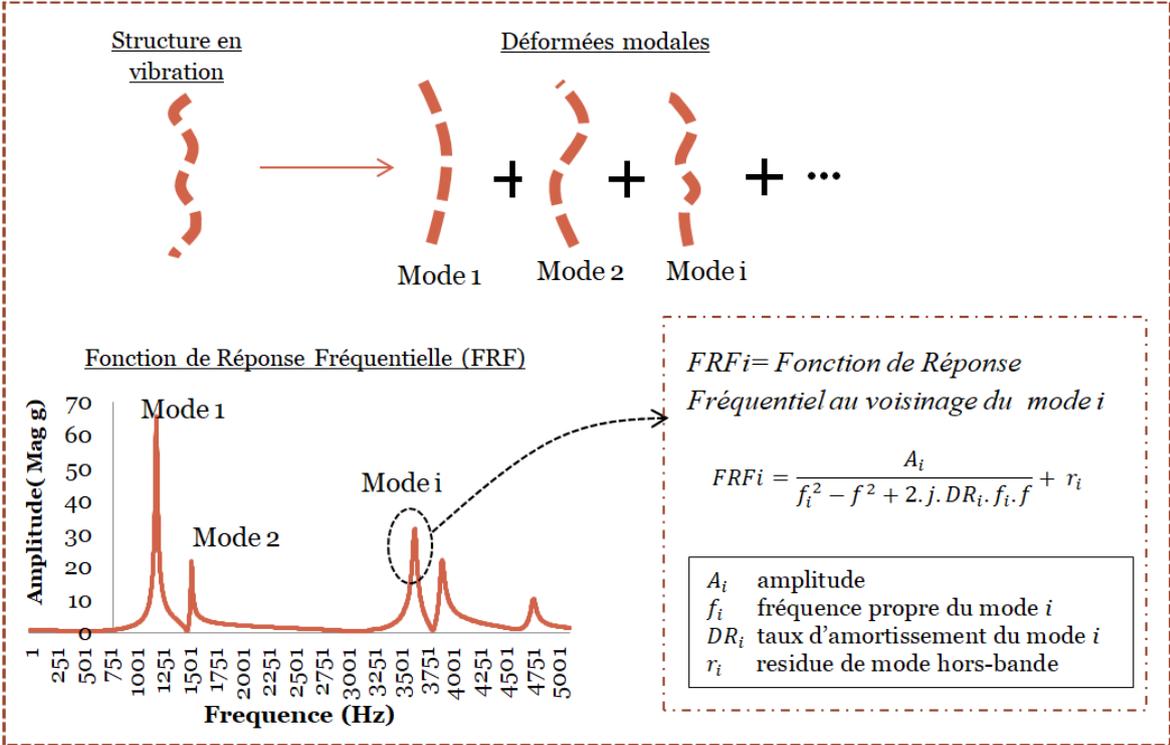


Figure 24 notions de mécanique vibratoire et paramètres modaux

### ***1.3.3) Description des paramètres modaux***

Les paramètres modaux que sont la fréquence propre, le taux d'amortissement et la déformée modale, permettent de caractériser de façon exhaustive un mode de vibration d'un système mécanique :

#### ***(a) La fréquence propre***

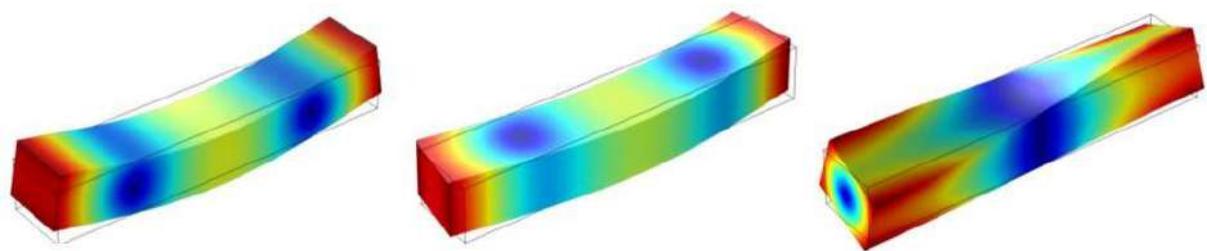
Lorsqu'un système mécanique est écarté de sa position d'équilibre, il retourne à cette position d'équilibre en oscillations libres suivant une fréquence spécifique appelée fréquence propre.

#### ***(b) Le taux d'amortissement***

Un système mécanique déséquilibré retourne à sa position d'équilibre à cause de l'énergie dissipée à chaque cycle pendant son mouvement. L'atténuation des vibrations peut être due à la viscoélasticité du matériau. En effet, la structure interne du matériau (composition minérale, liaison atomique, ...) peut faire qu'une fraction de l'énergie vibratoire soit convertie en chaleur. Ce phénomène est quantifié par un coefficient d'amortissement structural. C'est une grandeur sans dimension. Sa valeur est de l'ordre de  $10^{-4}$  pour de l'acier, environ  $10^{-2}$  pour du béton ou du plomb et peut dépasser 0,2 pour les élastomères au pic de leur transition entre l'état caoutchoutique et l'état vitreux [83]. En outre, il est possible d'avoir de l'amortissement structural par friction à des interfaces, par exemple au niveau des fissures dans un matériau [84,85].

#### ***(c) La déformée modale***

La déformée modale correspond à la déformée associée à chaque mode propre (Figure 25).



*Figure 25 exemple de déformée modale des trois premiers modes pour une structure poutre*

### ***I.3.4) Analyse modale expérimentale***

#### ***(a) Dispositif d'acquisition***

L'analyse modale expérimentale a pour but l'identification des paramètres modaux, que sont les fréquences propres, les amortissements et les déformées modales d'une structure à partir d'essais dynamiques. Les essais dynamiques consistent à réaliser des mesures sur la structure en un certain nombre de points judicieusement choisis. Les éléments nécessaires à un tel essai sont : un système d'excitation et un système d'enregistrement des réponses dynamiques [86]. Le Tableau 3 ci-dessous présente une liste non exhaustive des moyens qui existent pour réaliser des essais d'analyse modale expérimentale.

*Tableau 3 dispositif expérimental de mise en vibration et d'acquisition des paramètres modaux*

<b>Système d'excitation</b>	<b>Système d'acquisition des réponses dynamiques</b>
<b>Marteau de choc instrumenté</b>	Capteurs inductifs
<b>Pot vibrant</b>	Capteurs capacitifs
<b>Haut-parleurs</b>	Capteurs potentiométriques
<b>Eléments piézoélectriques</b>	Capteurs à transformateur différentiel
	Capteurs optiques
	Interféromètre laser à effet Doppler
	Accéléromètres piézoélectriques

#### ***(b) Extraction des paramètres modaux***

L'extraction modale consiste à déterminer les paramètres modaux (fréquences propres, amortissements) de la réponse en vibration de la structure. Les techniques utilisées pour l'identification des paramètres dépendent du domaine dans lequel la réponse est définie (temporel [87] ou fréquentiel [88]). De nombreuses méthodologies d'identification ont été proposées dans la littérature, notamment celle basée sur le lissage de fonction fréquentiel consistant essentiellement à interpoler les points de mesure de la FRF au voisinage de chaque pic de fréquence avec une fonction paramétrée de la réponse vibratoire atténuée d'un modèle à un degré de liberté [89].

### ***1.3.5) Caractérisation des dommages par analyse vibratoire***

Comme il a été présenté dans les paragraphes précédents, les paramètres permettant de représenter le comportement dynamique d'une structure en vibration sont réunis dans les 3 paramètres dit modaux : fréquences propres, amortissements et déformées modales associées. L'existence de dommage au sein d'une structure entraînerait des variations de ces paramètres. Rytter [55] a proposé 4 niveaux d'utilisation de l'analyse vibratoire: pour la détermination de la présence de dommages dans la structure, la localisation du lieu des dégâts dans la structure, la quantification de la gravité du dommage et le pronostic sur la durée de vie restante de la structure endommagée [90–106]. Quelqu'en soit l'application, la méthode est basée sur la comparaison entre les paramètres d'une structure endommagée et ses paramètres à l'état sain ou les paramètres d'un modèle numérique ou analytique de cette structure à l'état sain ou endommagé.

#### ***(a) Méthodes d'évaluation des endommagements basées sur l'utilisation des fréquences propres***

Salawu est sans doute le premier à faire une synthèse bibliographique sur les méthodes permettant de détecter un endommagement en utilisant le changement dans les fréquences propres [107]. L'utilisation de fréquences propres pour évaluer l'endommagement dans une structure repose sur le principe que l'apparition de défaut dans une structure s'accompagne d'une diminution de la rigidité de la structure [89,107]. Plusieurs auteurs ont comparé les fréquences propres des structures non endommagées et endommagées, et la diminution associée des fréquences propres. Cette méthode a le plus souvent été utilisée dans le domaine du contrôle des ponts et des structures en béton [108–110], des matériaux cimentaires [111,112] ou dans la caractérisation des polymères [113,114] ou dans le domaine de l'aéronautique, et dans une moindre mesure, dans la caractérisation des géomatériaux [115]. Pour détecter un endommagement avec confiance, il est nécessaire d'observer une diminution minimale de 5% des fréquences naturelles [116]. En effet, en dessous de ce seuil, les

variations peuvent être dues aux modifications des conditions expérimentales (conditions ambiantes, température, hygrométrie, ...). L'un des principaux avantages de cette technique est son côté pratique. En effet, les techniques expérimentales utilisées pour la détermination des fréquences de résonance sont des techniques classiques de mesure vibratoire, permettant aux mesures de vibration d'être étendues avec un grand nombre de points de mesure et une procédure expérimentale très économique. Un autre avantage est qu'avec des conditions expérimentales bien contrôlées, il est possible d'extraire facilement avec une précision relativement bonne les fréquences mesurées. De plus, la connaissance du comportement dynamique global des systèmes non endommagés est très facile à obtenir en utilisant des développements analytiques ou des modèles en éléments finis, permettant ainsi de choisir les points de mesure de manière adéquate non seulement pour une détection rapide et efficace des changements de fréquence, mais également pour l'identification du lieu et de la gravité des dommages [82,107].

### ***(b) Méthodes d'évaluation des endommagements basées sur l'utilisation des amortissements***

Les amortissements sont des paramètres intéressants pour l'évaluation de dégradations dans les structures car ils traduisent les effets de dissipations internes à la structure [117–119], notamment dues au frottement entre des surfaces des fissures [120]. Modena [121] a montré que l'un des avantages des modifications de l'amortissement réside dans le fait que des fissures indétectables au niveau des fréquences propres (à cause des incertitudes expérimentales ou du fait d'une faible diminution des fréquences) peuvent entraîner des modifications importantes du facteur d'amortissement, permettant ainsi de détecter les dommages. En général, il est admis que l'augmentation de la sévérité de la fissure augmente le facteur d'amortissement [122,123]. Cette méthode a l'avantage d'être relativement insensible aux conditions aux limites. Cependant, il est difficile d'obtenir une bonne précision relative des modifications du facteur d'amortissement pour les petites fissures en raison des incertitudes et des conditions expérimentales.

### ***(c) Autres méthodes d'évaluation de l'endommagement***

D'autres méthodes ont été utilisées pour évaluer les endommagements. Elles reposent principalement sur l'analyse de la déformée modale en évaluant la corrélation spatiale (MAC= Modal Assurance Criterion) entre les différents modes propres d'une structure saine et endommagée [82,124]. La forme des modes est une description caractéristique et spatiale unique de l'amplitude d'une structure pour chaque fréquence de résonance. Ainsi, un dommage local peut provoquer des changements dans les formes modales et l'évolution de la description spatiale de l'amplitude de chaque résonance peut être utilisée comme indicateur de dommage. Le changement de forme dépend à la fois de la gravité et de la localisation du dommage et la description spatiale de la magnitude par rapport à chaque mode peut varier d'une position à l'autre en raison de la localisation de la fissure. Il a été démontré que les nœuds des formes de modes se déplacent vers les dommages [125]. Le principal inconvénient de l'utilisation de formes de mode comme technique d'évaluation des dommages est la complexité de la mise en œuvre. En effet il faut un grand nombre de mesures effectuées à chacun des points de la structure afin d'estimer avec précision les nœuds et les formes des modes [82].

#### ***1.3.6) Méthode mixte numérique/expérimentale pour déterminer les paramètres mécaniques d'une structure***

L'un des intérêts de travailler sur les fréquences propres est qu'il est possible de remonter aux propriétés mécaniques (module d'élasticité dynamique, Coefficient de poisson, module de cisaillement) par analyse inverse, en faisant un ajustement paramétrique entre ceux d'une structure réelle et ceux d'un modèle numérique. Cette procédure se déroule en deux étapes :

##### ***Acquisition des données expérimentales et modélisation numérique du problème***

**Acquisition des données expérimentales :** cette étape correspond à la phase d'acquisition expérimentale des données dont dépendent les paramètres à déterminer. Par exemple dans le cas de la détermination des paramètres mécaniques, cette étape

consistera à déterminer les fréquences propres de la structure, notamment en utilisant les méthodes d'analyse modale expérimentale comme il a été présenté dans les paragraphes précédents.

**Modélisation numérique :** cette étape consiste à représenter la structure, dont les paramètres sont à obtenir numériquement. Par exemple l'utilisation de modèles éléments finis, permet de déterminer, à partir d'hypothèse sur le comportement de la structure, les données numériques qui seront comparées aux données expérimentales.

### ***Procédure d'ajustement exécutée pour déterminer les propriétés souhaitées***

La procédure de recalage consiste à déterminer les propriétés d'un modèle numérique, qui minimise l'écart entre les valeurs caractéristiques obtenues expérimentalement et celles obtenues numériquement. Généralement, cette méthode est basée sur la minimisation d'une fonction coût, qui compare les données numériques et les données expérimentales. Dans la littérature, Cugnoni [124] a utilisé la méthode de minimisation des moindres carrés de Levenberg-Marquardt, pour déterminer les propriétés mécaniques de structure composite. Cette méthode a l'avantage d'être très stable, et de pouvoir résoudre des problèmes multivariés et non linéaires. L'annexe 1 présente la description de cette procédure.

#### ***1.3.7) Propriétés acoustiques des matériaux***

Lorsqu'une structure est sollicitée en vibration, notamment par un choc, elle émet un son caractéristique des vibrations produites par la structure [126,127]. Dans le Massif central en France, il y a une pratique communément utilisée par les artisans lauziers, consistant à utiliser le son des lauzes pour diagnostiquer leur état. Ils se servent de leur marteline pour faire « sonner » les lauzes en y appliquant des coups. En fonction du son qui est produit ils sont capables de savoir si la lauze est de bonne ou de mauvaise qualité. En effet, une lauze de bonne qualité a un son clair qui tinte, et une lauze de mauvaise qualité a un son plutôt mat. Ainsi, un matériau mis en vibration produit un

son qui peut s'avérer être une source qui renseignerait sur l'état du matériau. Cette approche repose sur les principes de la psychoacoustique, principes selon lesquels il est possible d'identifier l'identité ou la qualité d'une source, à partir du ressenti qu'un individu pourrait avoir sur un son émis par cette source.

### ***(a) Relations entre émission sonore et vibration mécanique***

Une structure en vibration plongée dans un fluide (l'air), transmet au fluide environnant des vibrations via des ondes acoustiques [127]. C'est ce processus de conversion de vibrations mécaniques en onde acoustique qui permettra d'expliquer l'identification, le fonctionnement et la caractérisation de sources sonores. La résolution couplée des équations du mouvement du solide et de la propagation des ondes acoustiques dans le fluide permet de caractériser cette conversion des vibrations mécaniques en onde acoustique. Ainsi il existe des paramètres sonores qui permettraient de caractériser l'état mécanique d'une source.

### ***(b) Les relations psychoacoustiques : les caractéristiques du son***

Pour pouvoir exprimer un ressenti, un auditeur se base sur différents éléments du son qui peuvent être d'ordre primaire ou secondaire. Les paramètres d'ordre primaire concernent les paramètres de base du son comme la sonie (ou bruyance) et l'intensité acoustique, la hauteur et la fréquence et la durée perçue et physique. Ces paramètres ont une influence sur la qualité perceptive du son. Outre ces paramètres, il existe d'autres relations dites secondaire qui peuvent influencer le ressenti d'un auditeur, comme par exemple le timbre. C'est sur ce point que nous allons nous focaliser. En effet, les précédentes études réalisées sur ce paramètre montre qu'il représente bien le ressenti exprimé par les artisans [128,129].

#### ***Le timbre***

L'American Standards Institute [130] propose la définition suivante "Le timbre est la qualité perceptive utilisée par l'auditeur pour estimer la différence entre deux stimuli

présentés dans les mêmes conditions avec la même sonie et la même hauteur” [131]. Les méthodes basées sur des expériences de jugement de dissemblance entre timbres de différents stimuli ont permis de déterminer les différentes dimensions qui permettraient de caractériser un timbre [132]. En se référant aux espaces de Pols; de Grey, de McAdams, les dimensions qui peuvent caractériser le timbre sont : la qualité d’attaque, le centre de gravité spectral et la distribution des harmoniques dans le spectre. De ces dimensions, celles qui sont surtout associées à la brillance du son sont le centre de gravité spectral et l’étalement spectral [133]. La littérature propose plusieurs descripteurs permettant d’évaluer objectivement ces paramètres. Il peut soit être déterminé à partir de tous les fréquences du spectre, c’est le centre de gravité spectral de base ou seulement à partir des harmoniques, c’est le centre de gravité spectral de rang [131,134].

### ***1.3.8) Conclusion et questionnement abordé dans la thèse***

En conclusion, la lauze calcaire est un matériau sédimentaire qui se forme dans une diversité d’environnement de dépôt, lui conférant ainsi une grande variété de faciès, allant des faciès micritiques aux faciès grenus ou au faciès varvés. Cependant, les processus de formation de ces plaquettes calcaires étant les mêmes (alternance dans les conditions de dépôt des sédiments) quelqu’en soit l’environnement de dépôt, il existe une gamme bien définie de caractéristiques diagénétiques, répertoriés dans la classification de Nicholson, qui pourraient conduire à leur dégradation lorsqu’elles sont soumises à des cycles de gel/dégel. C’est le cas des stylolites qui sont des caractéristiques diagénétiques fréquemment rencontrées dans les matériaux sédimentaires. Au vue de la diversité des caractéristiques des stylolites (taille, forme, composition interne, porosité induite), un premier questionnement concernera leur influence sur les propriétés mécaniques et physiques du matériau, sur les mécanismes de formation de glace s’y opérant et sur le comportement au gel du matériau, comme il peut être évalué avec des mesures de calorimétrie basse température. Jusqu’à présent, l’utilisation du taux d’amortissement a été très peu mise en œuvre dans le

cadre des matériaux naturels sédimentaires pour caractériser leur endommagement lorsqu'ils sont soumis à des cycles de gel-dégel. Dans ses travaux, Saad [46] a souligné l'inefficacité de ce paramètre pour caractériser l'endommagement tel qu'il était évalué dans son étude [46]. Un second questionnement concernera l'amélioration des techniques d'évaluation de ce paramètre pour mieux caractériser l'endommagement de ces matériaux. En effet, comme il a été présenté précédemment, l'utilisation de l'analyse modale expérimentale pourrait y apporter une solution car permet de prendre en compte plusieurs modes de vibration. Vu que les lauzes calcaires font partie de la classe des géomatériaux, leur endommagement est associé à une perte de rigidité [135]. Il pourrait alors être possible de caractériser leur endommagement, d'une part en évaluant la formation d'endommagement (diminution des coefficients élastiques obtenus par analyse inverse sur un modèle élément fini), et d'autre part en évaluant la sévérité de cet endommagement à partir du caractère dissipatif de la structure, renseigné par le coefficient d'amortissement. Enfin, le fait qu'il y ait une relation entre la distribution des harmoniques du spectre du son, et celle de la vibration mécanique de la structure, fait qu'il y a de toute évidence une relation entre les paramètres modaux obtenus via la Fonction de Réponse Fréquentielle de la structure en vibration, les paramètres mécaniques initiaux, et le timbre perçu par les artisans.



*« Quand cette couverture est bien faite, elle ne craint aucun accident. La grêle, les ouragans, la pluie, la gelée n'y font rien ; elle ne donne aucune prise sur elle. De toutes les couvertures c'est celle qui dure le plus longtemps ; et il est ordinaire de voir les bâtiments ainsi couverts depuis quatre-vingt ou cent ans, et sur lesquels il n'y a aucune réparation à faire. » Jaubert P., 1801, Dictionnaire raisonné universel des arts et métiers*

## **Chapitre II: Matériaux étudiés**

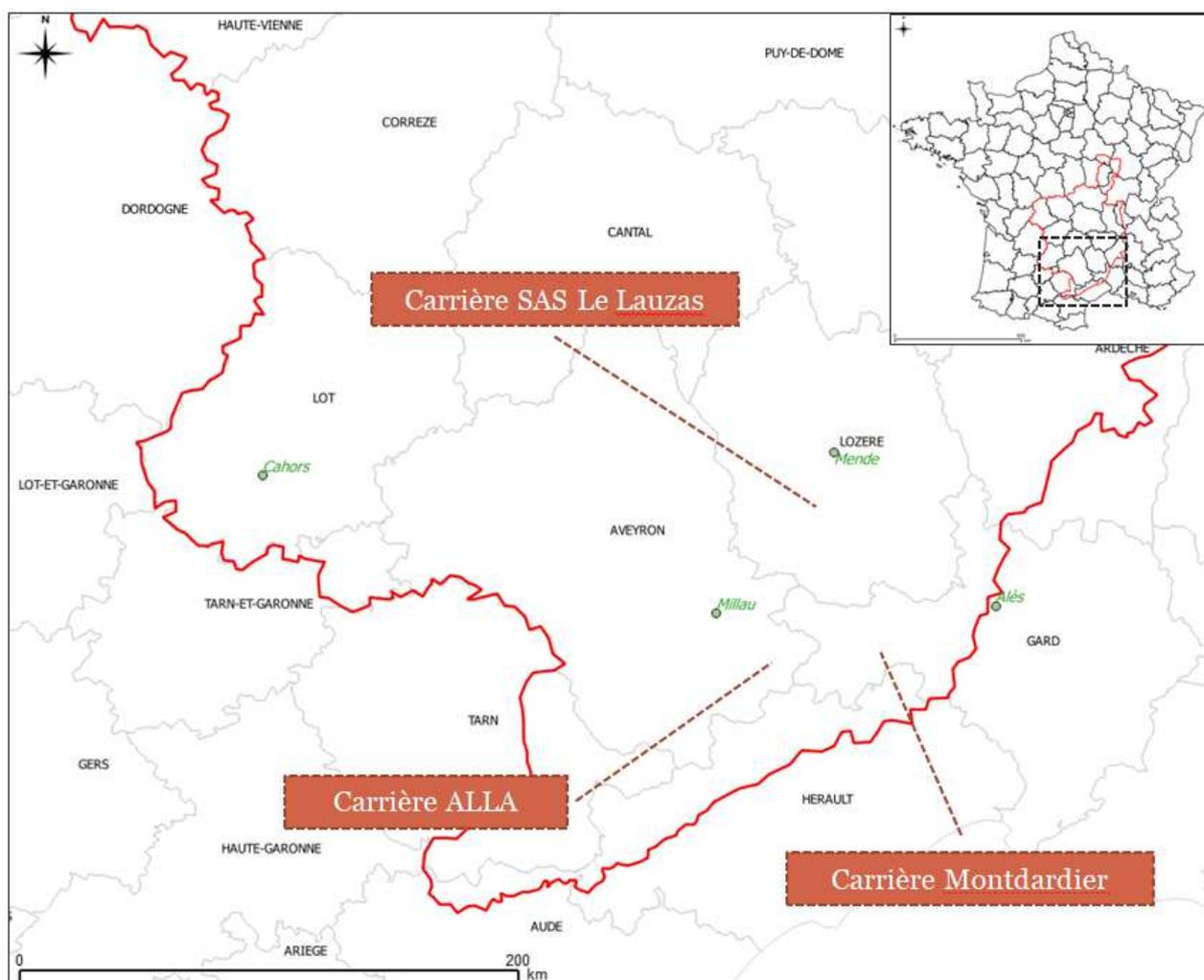
Les lauzes calcaires du Massif Central présentent une diversité en faciès et en caractéristiques diagénétiques, allant des faciès micrites au faciès varvés (rubanés) avec beaucoup d'éléments figurés. Ces faciès, répertoriés dans la classification de Nicholson, confèrent à ce matériau une variété dans leurs paramètres physiques et mécaniques, qui influencerait leur endommagement. Trois carrières, les dernières actives de la région pouvant produire ce matériau, possèdent des matériaux qui sont représentatifs des lauzes de la région du point de vue des faciès et surtout des caractéristiques diagénétiques qui peuvent avoir une influence sur leur durabilité. L'utilisation des protocoles normés pour caractériser physiquement et mécaniquement ces matériaux, présente des matériaux avec de très bonnes performances mécaniques (résistance à la flexion) et deux familles de réseau poreux. La première étant un réseau poreux unimodal avec une faible porosité et un faible pouvoir absorbant. Et la deuxième, correspondant à un réseau poreux bimodal avec une porosité et un pouvoir absorbant moyen. Ces caractéristiques physiques ont une influence sur les processus hydriques qui peuvent conduire à la dégradation de ces matériaux.



## ***II.1) Description des matériaux de l'étude***

### ***II.1.1) Motivation du choix***

Les échantillons de lauze qui ont servi à l'étude de la durabilité de ce matériau proviennent des dernières carrières de lauze présentes dans l'ensemble des bassins où sont encore utilisés ces matériaux dans le Massif Central (Figure 26), notamment dans les départements de l'Aveyron, la carrière ALLA bien connue en paléontologie pour la présence d'empreintes de dinosaure dans le jurassique inférieur (Lotharingien) [24,25]; du Gard, la carrière de Montdardier célèbre pour son calcaire jadis utilisé en Lithographie [27]; de la Lozère, la carrière SAS Le LAUZAS dernière « lauzière calcaire » en activité, emblématique de la Lozère et bien appréciée des artisans pour la qualité de sa lauze.



*Figure 26 Localisation des carrières d'où proviennent les matériaux étudiés*

Ces carrières produisent encore de la lauze qui a notamment servi dans la plupart des rénovations des patrimoines typiques du périmètre d'étude, notamment (Tableau 4):

*Tableau 4 matériaux utilisés dans l'étude et quelques exemples de construction utilisant ces matériaux*

Lieu du patrimoine	Origine de la lauze	Exemple de construction
<p><b>Four à pain (Saint-andre-de-vezines - Aveyron-France)</b></p>	<p><b>Carrière Montdardier</b></p>	
<p><b>Roquesaltes ou roques altès (cause noire – Aveyron - France)</b></p>	<p><b>Carrière SAS Le LAUZAS</b></p>	
<p><b>Tour du vialas du pas de jaux (aveyron - France)</b></p>	<p><b>Carrière ALLA</b></p>	

## **II.1.2) Origine des matériaux**

### **(a) Carrière SAS le Lauzas**

#### **Généralités**

La Carrière SAS le Lauzas est située en Lozère, sur le Causse de Sauveterre, dans la Commune de Laval-du-Tarn. Emblématique de la Lozère, cette carrière est le seul site de production de lauze calcaire en activité dans le département pouvant encore fournir ce matériau. La lauze calcaire de cette carrière est extraite dans les formations jurassiques supérieures (Rauracien-Séquanien) [136] en plaquettes d'une épaisseur moyenne allant de 3 cm à environ 7 cm (Figure 27). L'extraction de la pierre se fait délicatement à la pelle mécanique et le tri à la main. Les lauzes de cette carrière s'apparentent à un calcaire micritique avec une couleur rougeâtre et auréole de dissolution. Cette coloration serait due d'une part aux conditions de dépôt, proche du continent où le ravinement des terres rouges continentales vers la plate-forme s'y mélangeraient aux boues calcaires [136] lors de la formation des lauzes calcaires; et d'autres part les conditions climatiques chaudes seraient favorables à l'oxydation de fer ou de bauxite ce qui donnerait cette coloration rougeâtre.

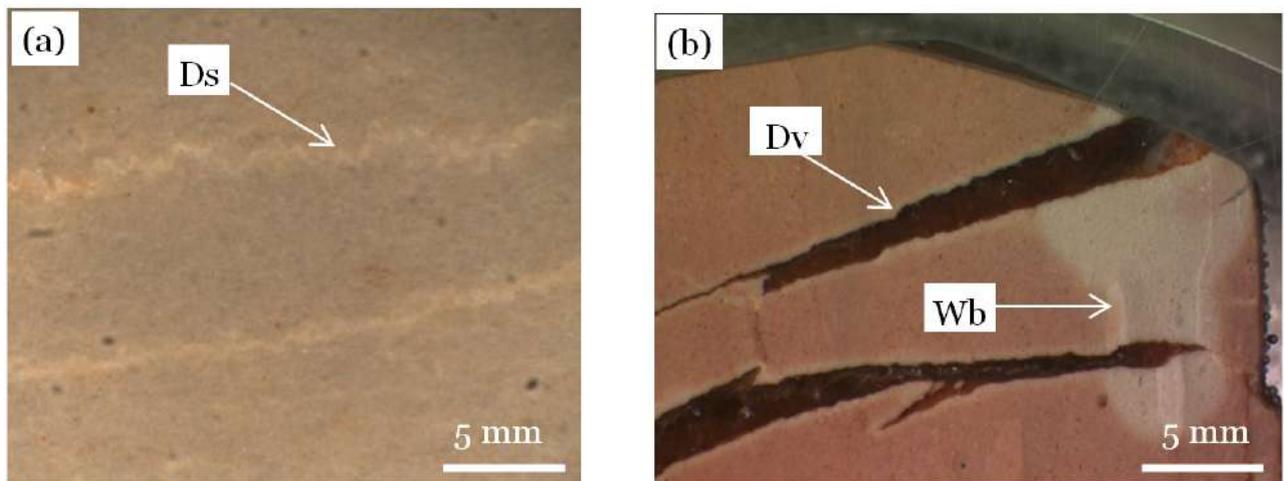


*Figure 27 (a) Front de taille et (b) lauze calcaire de la carrière SAS Le Lauzas*

#### **Les caractéristiques diagénétiques**

Dans cette carrière, les caractéristiques diagénétiques peuvent être de 3 sortes. En se référant à la classification de Nicholson, on distingue :

- *Ds* = Les effets diagénétiques et métamorphiques (D) avec stylolites (s) dues aux phénomènes de pressions-dissolution lors de la diagénèse de ces plaquettes calcaires. ((a) Figure 28)
- *Dv* = Les effets diagénétiques et métamorphiques (D) avec veines minéralisées (v) ((b) Figure 28)
- *Wb* = Effets de dissolution avec (W) décoloration (b) d'origine érosive, c'est l'eau en milieu acide qui dissout les oxydes de fer dans le calcaire et qui reprécipite ((b) Figure 28)



*Figure 28 Observations au microscope optique des défauts diagénétiques de la carrière SAS le Lauzas*

## **(b) Carrière de Montdardier**

### **Généralités**

A la fin du 19<sup>ème</sup> siècle jusqu'au début du 20<sup>ème</sup> siècle, les calcaires issus des carrières de Montdardier furent activement exploités pour des besoins de lithographie (Figure 29). Cette formation appartient au sommet de l'Oxfordien supérieur [137]. Elle se présente comme des calcaires très pauvres en fossiles, à grain très fin (mudstone) de couleur beige foncé. Les faciès généralement rencontrés dans ce matériau peuvent être soit des calcaires micritiques lithographiques à sublithographiques de couleur grise foncée, beige, rougeâtre constitués de plus de 97% de calcite pure [138] et quelques pourcents d'impureté minérale (très petits quartz anguleux et grains de pyrite) ou bioclastique [27]. Cette micrite, d'origine détritique, a subi un faible transport depuis sa genèse sur des haut-fonds. Les sédiments qui ont formé ces matériaux se sont

accumulés dans une cuvette calme, de profondeur assez faible, d'origine tectonique [138].

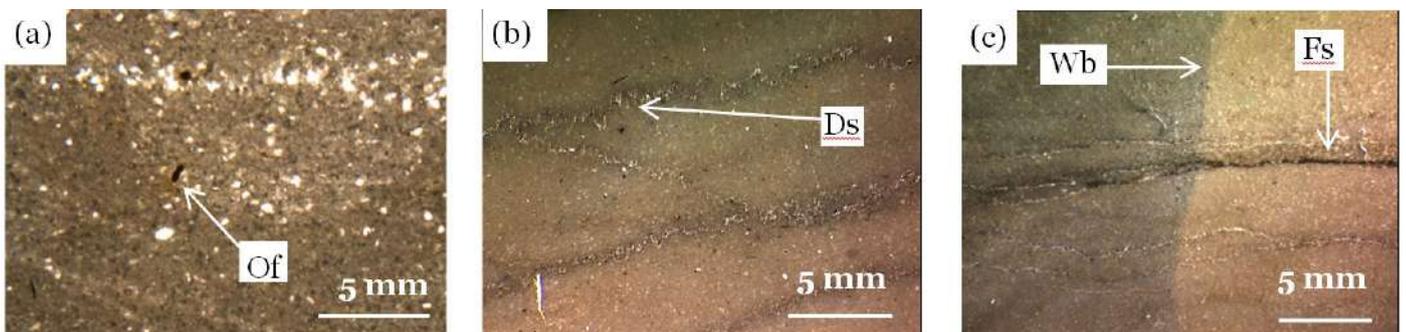


*Figure 29 Front de taille de la carrière de Montdardier*

### **Les défauts caractéristiques**

Les lauzes de la carrière de Montdardier présentent 4 types de caractéristiques diagenétiques (Figure 30) :

- *Of* = Défauts primaires (*O*) avec fragment de fossile (*f*) ((a) Figure 30)
- *Ds* = Les effets diagenétiques et métamorphiques (*D*) avec stylolites (*s*) ((b) Figure 30)
- *Wb* = Effets de dissolution avec (*W*) décoloration (*b*) ((c) Figure 30)
- *Fs* = Fractures (*F*) amorce de fissure (*s*) ((c) Figure 30)



*Figure 30 Observations au microscope optique des défauts diagenétiques de la carrière de Montdardier*

### **(c) Carrière ALLA**

#### **Généralité**

La carrière ALLA se trouve au lieu-dit la Baurette dans la commune de Sauclière en Aveyron (Figure 31). Elle est bien connue dans la communauté scientifique (paléontologique) car elle constitue le plus important site à empreintes de dinosaures des Grands-Caussés [25]. Les formations qui servent à la production des lauzes de cette carrière sont datées au Lotharingien [25]. Elles s'apparentent à des calcaires dolomitiques de couleurs grises en plaquette à faciès varvé, ou intrusion laminaire d'oxyde de fer.



*Figure 31 front de taille de la carrière ALLA*

#### **Les caractéristiques diagénétiques**

Les caractéristiques diagénétiques identifiés dans ces carrières sont :

- *Sl= Structure de dépôt primaire (S) avec laminations (l)*  
*Dans cette carrière, ces défauts sont généralement d'origine stromatolithique. La stratification de stromatolithe est typiquement définie comme une alternance de lamines sombres et claires. ((a) Figure 32)*
- *Of= Défauts primaires (O) avec fragment de fossiles (f)*  
*Ces fragments sont souvent de petits fossiles, éléments ou débris de coquille ou de cristaux de minéraux qui se trouvent piéger dans une pate micritique. ((b) Figure 32)*
- *Wd= Effets de dissolution avec (W) tâches décolorées (b)*  
*Auréoles de décoloration qui peuvent se former autour d'un cristal métallique dissout ou oxydée. ((c) Figure 32)*

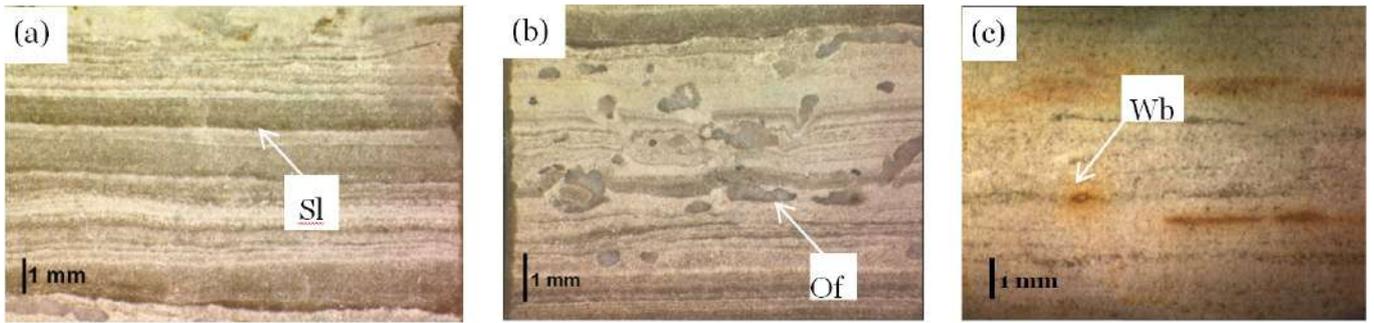


Figure 32 observations au microscope optique des défauts diagénétiques de la carrière ALLA

### II.1.3) Critères d'échantillonnage des matériaux

La problématique du choix des matériaux pour réaliser cette étude a été accompagnée par la difficulté classique de la représentativité de l'échantillonnage par rapport à l'ensemble des carrières considérées et des phénomènes de dégradation étudiés. Pour répondre à cela, nous avons procédé à un échantillonnage qui tient compte de la diversité des caractéristiques diagénétiques visible à l'œil nu et de la disponibilité de la matière dans chaque carrière (Tableau 5). Avec cet échantillonnage il est possible de caractériser de façon représentative les processus de dégradation de toutes les lauzes calcaires vis-à-vis de ces défauts, car les caractéristiques diagénétiques identifiés dans les 3 carrières représentent la majorité des caractéristiques qui peuvent se former dans les calcaires en plaquette [10]. Par la suite les matériaux provenant de ces carrières seront désignés par les lettres L pour la carrière Sas le Lauzas, M pour la carrière de Montdardier et S pour la carrière Alla.

Tableau 5 échantillons utilisés dans la thèse

	Carrière ALLA	Carrière SAS Le Lauzas	Carrière de Montdardier
<b>Nombre d'échantillons étudiés dans la thèse</b>	10 échantillons	13 échantillons	16 échantillons
<b>Caractéristiques diagénétiques identifiés (nombre d'échantillon avec cette caractéristique)</b>	Of(10), Ds(7), Sl(10), Lm(5), Lt(5)	Of(13), Ds(8), Dv(8), Wb(3)	Of(16), Ds(6), Wb(2), Fw(3)

### ***II.1.4) Conclusion description des matériaux***

Les matériaux qui serviront à notre étude proviennent de trois carrières qui se situent dans les départements du Gard, d'Aveyron et de Lozère. Ce choix a été motivé, d'une part, par le fait que ce sont les dernières carrières qui produisent de la lauze calcaire dans le Massif central, employée dans la plupart des restaurations actuelles et, d'autre part, à cause de la large panoplie de caractéristiques diagénétiques au sens de Nicholson retrouvée dans les matériaux de ces carrières. Cette variété de caractéristiques diagénétiques induit des différences dans leurs caractéristiques physiques et mécaniques, suffisamment représentatives de l'ensemble des matériaux du Massif central, pouvant avoir une influence sur leur durabilité. Par la suite ces caractéristiques seront déterminées.

## ***II.2) Caractéristiques des matériaux étudiés***

### ***II.2.1) Propriétés porales***

#### ***(a) Rappels des protocoles de caractérisation***

##### ***Porosité ouverte et densité apparente***

La porosité ouverte correspond au volume total accessible par un fluide (par exemple l'eau) sous vide. Ce sont ces pores qui sont les plus concernés par les processus hydriques intervenant dans les cycles de gel/dégel, car ils sont les seuls pouvant recevoir de l'eau. La détermination de cette grandeur dans les différentes roches s'est inspirée de la norme NF EN 1936 [139]. Six échantillons cubiques de chaque roche sont au préalable séchés à 70°C jusqu'à masse constante ( $m_a$ ). Ils sont ensuite placés dans une cloche à vide où la pression  $y$  est abaissée progressivement jusqu'à atteindre  $(2,0 \pm 0,7)$  kPa. Cette pression sera maintenue constante pendant  $(2 \pm 0,2)$  h afin d'éliminer l'air contenu dans les pores ouverts des éprouvettes. Par la suite l'eau est introduite dans la cloche lentement, afin que la montée d'eau dans la cloche permette l'immersion complète des éprouvettes en 15 min. A l'issue de l'immersion de toutes les éprouvettes, la pression atmosphérique est rétablie dans la cloche, et les échantillons sont maintenus sous l'eau pendant  $(24 \pm 2)$  h. Pour chaque éprouvette, la masse sous eau

$m_h$  sera obtenue par pesée hydrostatique et la masse saturée  $m_s$  par pesée de l'échantillon saturé. La porosité ouverte est exprimée par le rapport (en pourcentage) entre le volume des pores ouverts et le volume apparent de l'éprouvette, par la formule (eq. 1) :

$$P_o = \frac{m_s - m_a}{m_s - m_h} \times 100 \text{ (eq. 1)}$$

La masse volumique apparente (en kilogrammes par mètre cube) est exprimée par le rapport de la masse de l'éprouvette sèche à son volume apparent, par la formule (eq. 2) :

$$\rho_{\text{apparente}} = \frac{m_a}{m_s - m_h} \times \rho_{\text{eau}} \text{ (eq. 2)}$$

### ***Porosité à 48h (absorption naturelle)***

La porosité à 48h représente la porosité librement accessible à l'eau dans les conditions naturelles d'imbibition à pression atmosphérique. Ce paramètre traduit la saturation naturelle de l'eau et est important dans la caractérisation du réseau poreux et de son comportement au gel car il correspond à un régime diphasique eau/air qui dépend de la structure du réseau poreux. Les essais ont été réalisés selon la norme NF EN 13755 [140] sur les mêmes échantillons cubiques qui ont servi à la détermination de la porosité ouverte. Après avoir séché les échantillons jusqu'à masse sèche ( $m_a$ ) constante, elles sont placées dans un bac avec une distance minimale de 15 mm entre éprouvette. Ensuite l'eau du robinet à  $(20 \pm 10)$  °C y est versée jusqu'à mi-hauteur des éprouvettes (temps  $t_0$ ). Au temps  $t_0 + (60 \pm 5)$  min, l'eau y est rajoutée jusqu'à ce que le niveau atteigne les trois quarts de la hauteur des éprouvettes. Enfin, au temps  $t_0 + (120 \pm 5)$  min, le niveau d'eau est complété jusqu'à immersion complète des éprouvettes à une profondeur de  $(25 \pm 5)$  mm. Au temps  $t_0 + (48 \pm 2)$  h, les éprouvettes sont sorties de l'eau, rapidement essuyées avec un linge humide puis pesées dans la minute à 0,01 g près pour obtenir la masse ( $m_b$ ).

L'absorption d'eau à pression atmosphérique  $A_b$  à 48h de chaque éprouvette est calculée par l'équation (eq. 3) :

$$A_b = \frac{m_b - m_a}{m_a} \times 100 \text{ (eq. 3)}$$

Le taux de saturation naturel correspond à la proportion de volume occupée par l'eau après immersion naturelle sur le volume total des pores, déterminé avec l'équation ci-dessous (eq. 4) :

$$S_b = \frac{A_b}{P_o} \times 100 \text{ (eq. 4)}$$

### ***Porosimétrie au mercure***

La porosité au mercure est une méthode communément utilisée pour mesurer quantitativement la distribution de la porosité en termes de taille de pore dans un milieu poreux. Le principe de l'essai est fondé sur le comportement non mouillant du mercure vis-à-vis d'une surface solide. L'équilibre à l'interface entre le mercure et la vapeur de mercure (fluide mouillant) est contrôlé par une pression capillaire. Et pour faire pénétrer le mercure dans un pore, il faut appliquer une pression équivalente à cette pression capillaire, qui n'est rien d'autre que la différence de pression entre la pression du fluide non-mouillant et celle du fluide mouillant.

L'essai consistera à faire pénétrer du mercure dans un échantillon poreux, préalablement désaéré, en appliquant des pressions croissantes. Le volume de mercure intrusif est mesuré à des paliers de pression donnés. L'essai complet comprend un double cycle injection-retrait du mercure et conduit à l'établissement de courbes pressions d'injection ou rayon d'accès/volume de mercure intrusif. Ce volume correspond à la part de la porosité totale envahie par le mercure. Les essais ont été réalisés avec le porosimètre à mercure de la série AutoPore IV 9500 de Micromeritics. Des fragments de chaque pierre sont mis dans une cellule pour subir l'intrusion de mercure à basse puis à haute pression, pour déterminer la répartition des pores en fonction du volume de mercure injecté.

Une limite de la porosimétrie au mercure est la pression maximale d'intrusion autorisée, ce qui définit une taille d'accès de pore minimale pouvant être identifiée (par exemple pour une intrusion maximale 200 MPa, un rayon de 4 nm maximal peut-

être identifié). Cela conduit à une sous-estimation de la porosité totale et la distribution en taille est faussée. Une autre limite de cette méthode est l'effet « bouteille d'encre ». Cet effet se produit lorsque pour introduire du mercure dans un pore de grande taille, on passe par un conduit de taille inférieur à la taille du pore. En effet les pressions attribuées aux pores sont celles plus élevées qu'il a fallu appliquer pour traverser le conduit, pour remplir le pore.

C'est pour ça que pour avoir des informations de saturation sur les pores de plus petites tailles, la méthode des isothermes de sorption est plus pertinente.

### **(b) Caractéristiques porales des lauzes étudiées**

Les résultats de mesure de porosité sont reportés dans le Tableau 6. Il en ressort deux catégories en fonction des faciès étudiés : les faciès micritiques (lauzes L et M) avec une très faible quantité de pore (~2%), et le faciès varvés des calcaires dolomitiques (lauze S) avec une porosité ouverte moyenne (~10%). Par ailleurs le taux de saturation à 48h de ces matériaux est élevé et supérieur au seuil critique de 80% retrouvé dans la littérature. Cela signifie que les cycles de gel-dégel se font dans des conditions où ces matériaux sont susceptibles de s'endommager. Cependant, il reste à caractériser la morphologie du réseau poreux de ces matériaux, car c'est elle qui influence d'une part conditions de saturation et d'autre part les mouvements des fluides dans le milieu poreux.

*Tableau 6 propriétés porales des roches étudiées*

	Stone L	Stone M	Stone S
Porosité ouverte à l'eau (%)	1,8 (+/-0,10)	1,8 (+/-0,12)	10,8 (+/-1,88)
Densité apparente (kg/m <sup>3</sup> )	2647 (+/-6,589)	2630 (+/-6,245)	2513 (+/-34,70)
Coefficient de saturation à 48h (%)	80	95	85

En outre, des mesures de porosité mercure ont été réalisées pour avoir une idée sur la distribution poreuse des matériaux étudiés (Figure 33). Deux catégories de réseau poreux sont observées : la roche S présente un réseau poreux bimodal, composé de micropores (10nm-100nm) et de mésopores (100nm-1000nm), tandis que la roche L

présente un réseau unimodal constitué uniquement de micropores. Les échantillons de Montdardier n'ont pas pu être pénétrés par le mercure, ce qui signifie que les pores présents dans la matrice ont des rayons inférieurs à 4 nm.

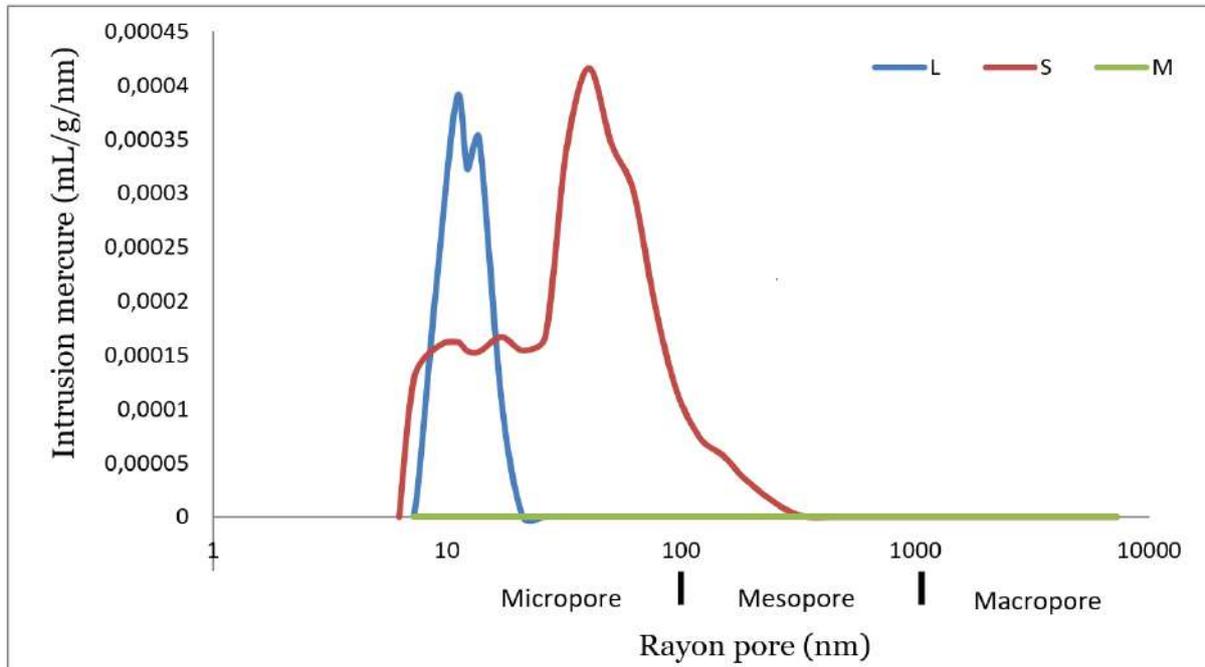


Figure 33 courbe d'intrusion de mercure dans les échantillons de lauze

## II.2.2) Propriétés de transfert

### (a) Rappel des protocoles de caractérisation

#### *Isotherme de sorption*

L'isotherme de sorption indique à l'équilibre, pour une température donnée, la quantité d'eau contenue dans l'échantillon en fonction de l'humidité relative de l'air en équilibre avec l'échantillon. Ce paramètre permet de prévoir et de comprendre le comportement d'un échantillon en fonction des variations d'humidité.

La détermination des isothermes de sorption des roches calcaires a été effectuée en utilisant la méthode gravimétrique statique. Il s'agit en particulier de la méthode des sels saturés [141]. Le protocole expérimental consiste, en premier, à préparer des solutions des sels sursaturés. Le tableau 1 donne les Humidités Relatives en fonction de sels utilisés. Ces solutions sont préparées dans des bocaux cubiques à fermetures étanches chacun placés dans une salle thermo-régulée à 20°C.

Le Tableau 7, donne les activités de l'eau pour les différentes solutions salines considérées à 20°C.

*Tableau 7 sels utilisés pour les Humidités Relatives*

Sels	LiCl	MgCl <sub>2</sub>	MgNO <sub>3</sub>	KNO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>HR à 20°C</b>	11,3%	33,6%	54,9%	93,2%	97,2%

Ensuite de fines plaquettes (environ 3 mm d'épaisseur) de chaque échantillon sont taillées dans les roches. Ces échantillons sont séchés jusqu'à obtention d'une masse constante. Ces échantillons sont installés sur un porte échantillon suspendu dans chaque bocal contenant les solutions salines. L'équilibre avec l'ambiance s'obtient en pesant l'éprouvette jusqu'à obtention d'une masse constante. Le suivi de l'équilibre se fait à travers le suivi de la variation de la masse de l'échantillon. L'équilibre est atteint lorsque la différence entre deux mesures consécutives de la masse est inférieure ou égale à 0,001g. La connaissance de la teneur en eau pour chaque humidité relative permet de tracer la courbe de sorption. Ce paramètre qui donne la proportion de pores saturés en fonction de l'humidité est dépendant du pouvoir absorbant du milieu poreux, caractérisé par un paramètre qui est la capillarité.

### **Capillarité**

La capillarité d'une pierre est une propriété intrinsèque qui représente sa capacité à absorber l'eau sous l'effet de forces capillaires. Ce phénomène d'imbibition capillaire dépend de la tension interfaciale qui existe entre le solide et l'eau à l'échelle microscopique. Cette tension dépend elle-même de la viscosité du fluide, de son affinité avec le solide, de la taille et de la connectivité des pores dans la pierre. L'imbibition peut être divisée en deux phases. Durant la première phase, l'eau envahit progressivement la porosité librement accessible, la montée de l'eau est gouvernée par les forces capillaires. La deuxième phase commence à la rupture de la pente. L'eau commence à remplir la porosité piégée grâce à des mécanismes de diffusion et de dissolution de l'air dans l'eau. Le coefficient de capillarité correspond à la masse d'eau absorbée par unité de surface et de temps. Le coefficient de capillarité est défini par la

penne de la section droite sur la courbe. L'allure des courbes d'imbibition capillaire permet aussi d'approcher la géométrie du réseau poreux : un milieu poreux unimodal aura une courbe linéaire présentant une seule rupture de pente ; un milieu poreux bimodal présentera deux ruptures de pente ; un milieu poreux hétérogène aura une courbe de capillarité écrasée.

Cet essai a été réalisé selon la norme NF EN 1925 [142] sur les échantillons parallélépipédiques, qui ont servi à la détermination des porosités ouvertes, coupés de façon perpendiculaire aux litages. Les échantillons sont préalablement séchés à l'étuve à 70°C jusqu'à masse constante. Ils sont ensuite placés dans un récipient étanche à pression atmosphérique, à 20°C et immergée dans 3 mm d'eau. Lorsque les échantillons sont positionnés dans le récipient, le chronométrage est lancé. Les échantillons sont alors pesés à 1 min, 3 min, 5 min, 10 min, 15 min, 30 min, 60 min, puis à 3h, 8h, 24h et 48h. Pendant toute la durée de l'essai, le niveau d'eau est maintenu constant dans le récipient. Le coefficient de capillarité C est déterminé graphiquement, c'est le coefficient directeur de la pente du graphique de la masse d'eau absorbée par unité de surface A en fonction de la racine carrée du temps t (eq. 5).

$$C = \frac{m_s - m_a}{A \times \sqrt{t}} \times 100 \text{ (eq. 5)}$$

### **(b) Propriétés de transfert des lauzes étudiées**

Grâce aux mesures de la capillarité et des isothermes de sorption, réalisées sur trois échantillons de chaque roche, il a été possible d'avoir une meilleure appréhension de ce réseau poreux, notamment de leur pouvoir absorbant. L'étude de la capillarité nous montre des matériaux avec globalement des pouvoirs absorbants très faibles pour les matériaux microporeux de Montdardier et de Laval-du-Tarn (inférieur à 5 g/cm<sup>2</sup>/√s), et de pouvoir absorbant moyen pour les matériaux de Sauclière (environ 30 g/cm<sup>2</sup>/√s) (Figure 34, Tableau 8).

*Tableau 8 coefficient d'absorption par capillarité*

<b>Echantillons</b>	<b>L</b>	<b>S</b>	<b>M</b>
<b>Coefficient d'absorption (g/cm<sup>2</sup>/√s)</b>	2,32 (+/-0,44)	30,24 (+/-1,32)	0,36 (+/-0,28)

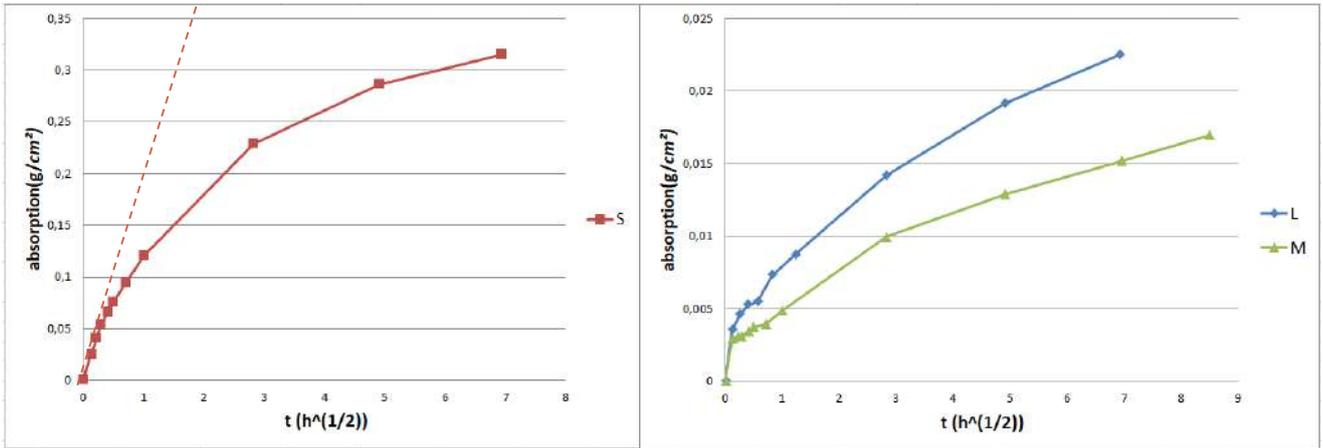


Figure 34 courbe d'absorption par capillarité des échantillons de lauze

En outre l'observation des isothermes d'absorption de ces matériaux révèle que dans les conditions d'hygrométrie ambiante, au maximum 20% de la porosité accessible de ces matériaux est saturée (Figure 35). En complémentarité avec la distribution poreuse obtenue par les essais de porosité au mercure, nous observons que les échantillons L et M ont une grande proportion de micropores, ce qui n'est pas le cas pour l'échantillon S.

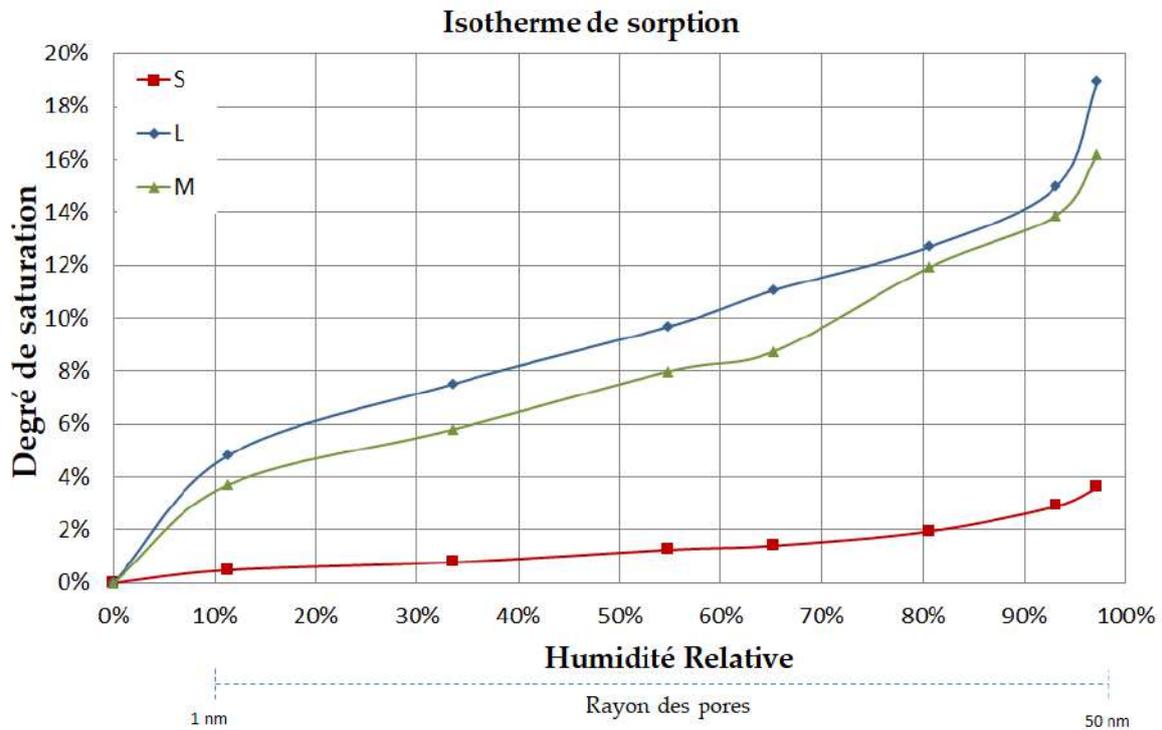


Figure 35 isotherme de sorption des matériaux étudiés ramenées à la porosité accessible

## **II.2.3) Propriétés mécaniques**

### **(a) Rappel des protocoles de caractérisation**

#### **Résistance à la flexion**

Les essais ont été réalisés suivant les recommandations de la norme NF EN 12372 relatives aux essais de flexion 3 points [143]. Trois éprouvettes de chaque matériau en forme de poutre de longueur  $L$ , largeur  $l$ , et épaisseur  $e$  sont posés et centrés sur deux supports distants de  $d$  ( $d < L$ ). Ensuite, l'éprouvette est soumise à un chargement central, agissant sur la face supérieure de l'éprouvette et perpendiculairement au litage. Les charges ( $F$ ) augmentent régulièrement jusqu'à la rupture. La contrainte à la rupture est déterminée suivant la formule (eq. 6) :

$$\sigma_{\text{flexion}} = \frac{3 \times F \times d}{2 \times l \times e^2} \text{ (eq. 6)}$$

### **(b) Résistances mécaniques des lauzes étudiées**

La caractérisation mécanique des lauzes calcaires montre en général un niveau élevé des contraintes en flexion pour l'ensemble des matériaux (Tableau 9)

*Tableau 9 propriétés mécaniques des roches L, M et S*

Paramètres mécaniques	Roche L	Roche M	Roche S
Résistance à la flexion (MPa)	25 (+/-4)	22 (+/-5)	27 (+/-9)

## **II.3) Conclusion sur la caractérisation des matériaux utilisés**

Les résultats issus de la caractérisation de ces matériaux montrent sur le plan physique, deux catégories de roche. Une première avec un faciès micritique, une faible porosité, un faible pouvoir absorbant et une deuxième catégorie avec une porosité et un pouvoir absorbant moyen. Les processus hydriques qui s'y opèrent lorsqu'il y a des changements de température sont contrôlés par ces paramètres. En effet, en fonction de la morphologie du réseau poreux, et de la présence ou non de défauts diagénétiques, les processus de formation de la glace liés à ce milieu poreux pourraient

avoir une incidence sur les processus de dégradation de ces matériaux. En outre, ces matériaux présentent des résistances mécaniques élevées à la flexion. La différence des résistances entre ces matériaux peut être due à la nature minéralogique de leur faciès. En effet, le matériau S a un faciès dolomitique ce qui n'est pas le cas des faciès des deux autres roches.



*« Tâcher toujours plutôt à me vaincre que la fortune, et à changer mes désirs que l'ordre du monde » R. Descartes, 1637, Discours de la méthode*

## **Chapitre III: Méthodes développées pour caractériser l'endommagement des lauzes calcaires**

Plusieurs protocoles de cyclage ont été utilisés développés pour endommager artificiellement les échantillons de lauzes calcaires. Il s'agissait de cycles de gel/dégel qui étaient soit inspirés des conditions in-situ, soit des normes en vigueur soit sévères, voire très sévères, par rapport aux normes en vigueur. Pour caractériser l'endommagement encouru par les lauzes pendant les cyclages, des investigations ont été effectuées à plusieurs échelles et suivant différents paramètres physiques du matériau tels que son comportement sonore et en vibration, ses performances mécaniques, son comportement au gel et des observations dans la microstructure.



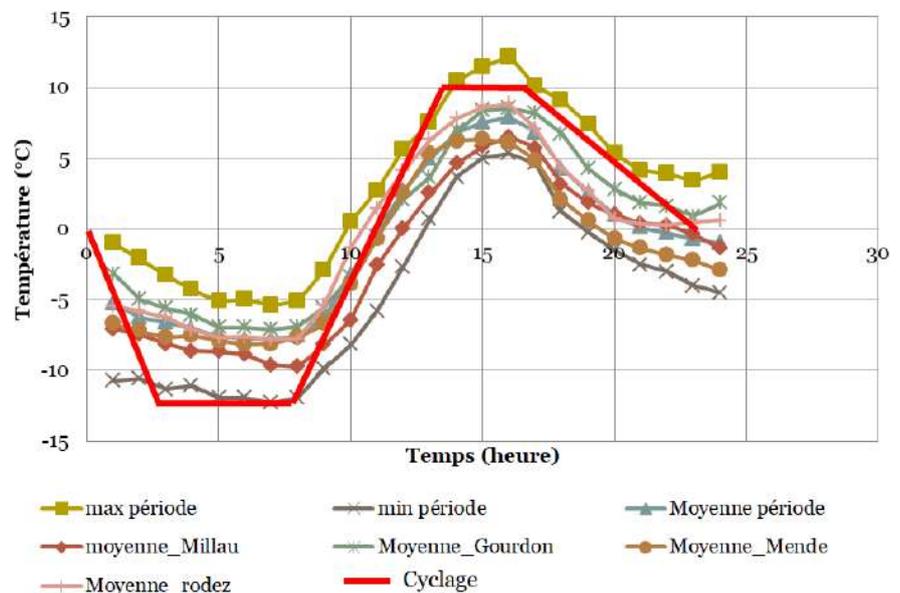
### III.1) Protocoles utilisés pour dégrader artificiellement les échantillons de lauze calcaire

Plusieurs protocoles d'endommagement artificiels ont été réalisés sur ces matériaux. Il s'agissait des cycles de gel/dégel avec plusieurs degrés de sévérité :

#### **Cyclage 1 (FT1) : conforme aux conditions in situ**

Cet essai a été défini en fonction de données météorologiques, de la zone d'étude, provenant du site infoclimat.fr. Les données qui ont permis de déterminer un cyclage sont les données journalières de la période 1981-2010, issues de 5 stations météorologiques de la zone d'étude : Gourdon (Lot), Mende-Brenoux (Lozère), Mende-Chabrits (Lozère), Millau-Souloubres (Aveyron), Rodez(Aveyron). Le traitement a consisté à considérer les jours où la plus grande amplitude journalière en température était relevée, et de sélectionner parmi ces jours ceux qui avaient les températures les plus basses (inférieures à  $-5^{\circ}\text{C}$ ). Cette analyse a permis de déterminer un cyclage comprenant 4 parties, détaillés ci-dessous (Figure 36) : (1) diminution de la température dans la chambre de  $10^{\circ}\text{C}$  à  $-12^{\circ}\text{C}$  pendant 30 minutes sans eau ; (2) température de congélation constante dans la chambre à  $-12^{\circ}\text{C}$  pendant 1h30 ; (3) augmentation de température dans la chambre de  $-12^{\circ}\text{C}$  à  $10^{\circ}\text{C}$  pendant 30 min ; (4) température de décongélation constante dans la chambre à  $10^{\circ}\text{C}$  pendant 1h30 sous l'eau.

Figure 36 bilan étude climatologique journalière dans 5 stations (Gourdon, Millau, Mende et Rodez) de la zone d'étude



### ***Cyclage 2 (FT2) : conforme à la norme en vigueur***

Ce cyclage a été défini à partir des recommandations de la norme actuellement en vigueur pour tester la résistance aux cycles de gel/dégel de ces matériaux lorsqu'ils sont soumis à des cycles de gel dégel : norme 12731 [77]. Les matériaux ont subi 330 répétitions de ce cyclage.

### ***Cyclage 3 (FT3) : cyclage sévère***

Cet essai a été réalisé de manière à être plus sévère que les deux tests précédents en prenant des températures minimales plus basses et des vitesses de congélation plus rapide. Il se compose de quatre parties : (1) diminution de la température dans la chambre de 10 ° C à -30 ° C pendant 30 minutes sans eau, (2) température de congélation constante dans la chambre à -30 ° C pendant 1h30, (3) augmentation de la température dans la chambre de -30 ° C à 10 ° C pendant 30 min, (4) température de décongélation constante dans la chambre à 10 ° C pendant 1h30 sans eau. Les matériaux ont subi 94 répétitions de cyclage.

### ***Cyclage 4 (FT4) : cyclage très sévère***

Ce cyclage a été défini comme le cyclage précédent, mais en le rendant encore plus sévère en augmentant l'amplitude entre les températures minimales et maximales. Les matériaux ont subi 50 répétitions de ce cyclage.

### ***Cyclage 5 (CT) : cyclage choc thermique***

Les échantillons de lauze en service peuvent être soumis à des variations brutales de température. C'est pour cela que des essais de choc thermique ont été réalisés sur ces matériaux. Des échantillons cubiques sont mis au préalable pendant 2h dans un frigo à -20°C. Ensuite ils sont mis pendant 2h dans une étuve à 70°C. Ensuite ils sont refroidis dans de l'eau à 20°C pendant 2h. Et le cycle est répété 10 fois.

La Figure 37 fait une comparaison des différents cyclages qui ont été réalisés.

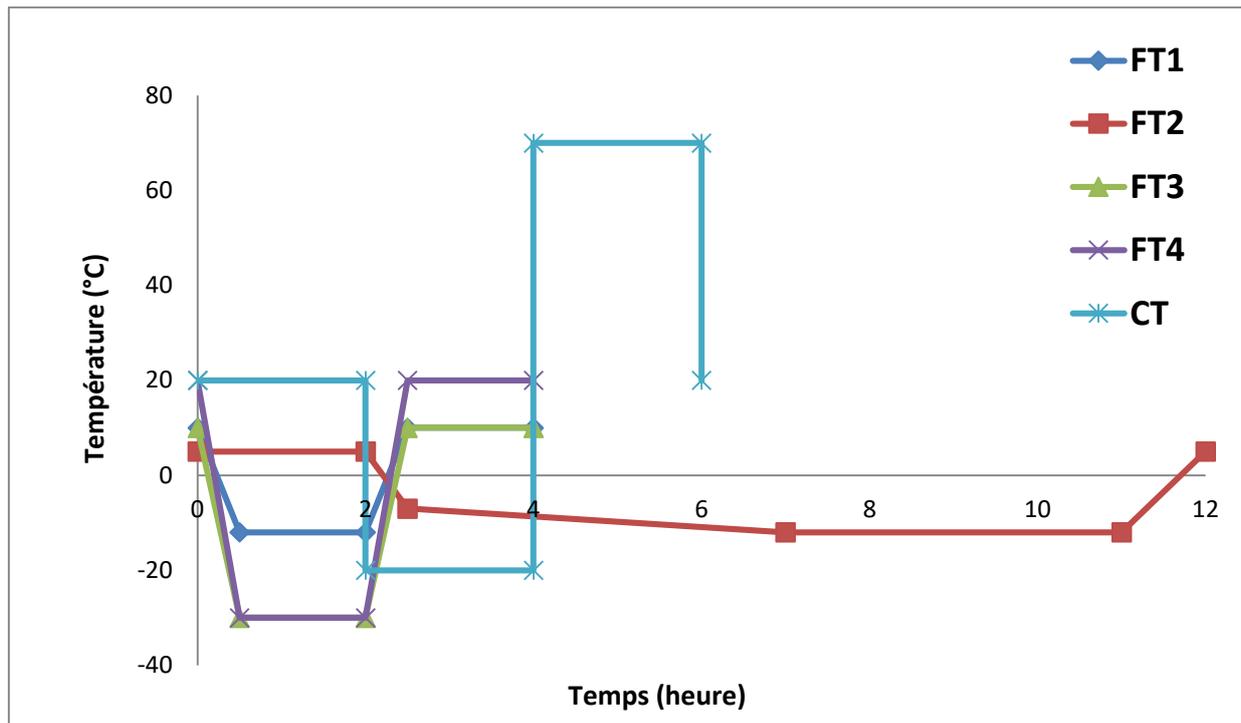


Figure 37 comparaison des différents cyclages de gel / dégel

## III.2) Méthodes de caractérisation et de suivi de l'endommagement

### III.2.1) Généralités

Enfin de caractériser l'endommagement encouru pendant les cycles imposés, des investigations ont été réalisées sur les échantillons à plusieurs échelles et suivant plusieurs physiques. Les propriétés du matériaux qui ont été caractérisées sont (Figure 38):

- À l'échelle macroscopique: la brillance du son.
- À l'échelle mesoscopique: la rigidité, le caractère dissipatif et la résistance à la traction.
- À l'échelle microscopique: la morphologie des caractéristiques diagénétiques et des dégradations, la température de gel et la quantité de glace formée dans les pores.

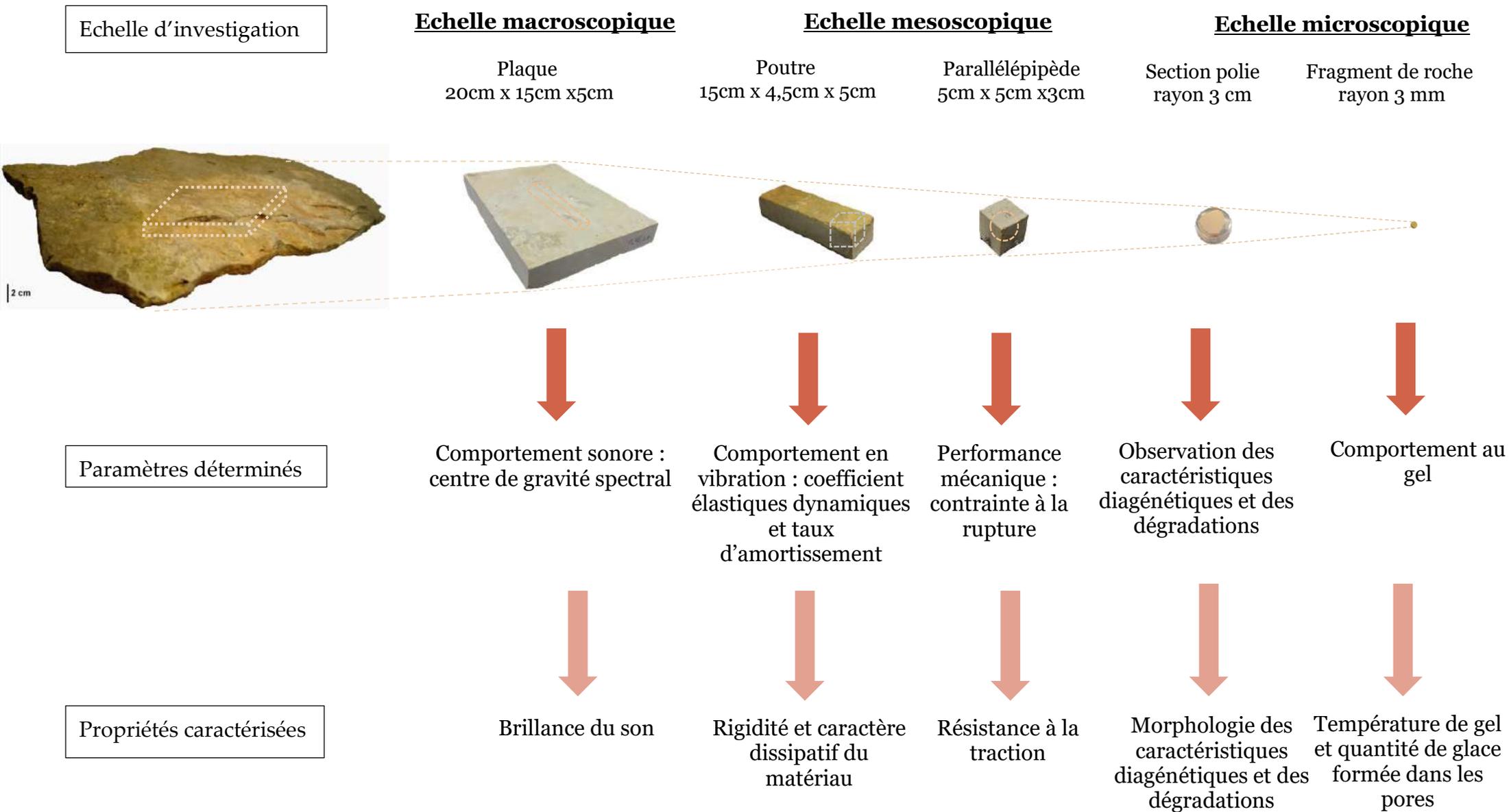


Figure 38 méthodes développées pour caractériser l'endommagement des lauzes calcaires au gel

### **III.2.2) Comportement sonore: brillance du son**

Les artisans du Massif Central se basent sur le ressenti que procure le son des lauzes pour savoir si elles sont de bonne ou de mauvaise qualité : d'après eux « Une lauze qui produit un son « clair » (brillant) est une bonne lauze et une lauze avec un son « mat » (étouffé) est une mauvaise lauze. » Le son des matériaux étudiés a été recueilli à partir d'un micro installé sur un trépied au-dessus des échantillons placés sur des supports en mousses (Figure 39).



*Figure 39 dispositif d'acquisition sonore sur éprouvette plaque*

Les données sont recueillies et traitées via le logiciel Audacity. La propriété du son qui caractérise le plus le ressenti exprimé par les artisans est le timbre. Comme il a été présenté dans la partie bibliographique, le descripteur le plus fréquemment cité dans la littérature permettant de représenter cette caractéristique est le centroïde spectral. Le centroïde spectral peut être défini à partir de l'équation (eq. 7) [144]:

$$CS = \frac{\sum_1^n f(i)A(i)}{\sum_1^n A(i)} \text{ (eq. 7)}$$

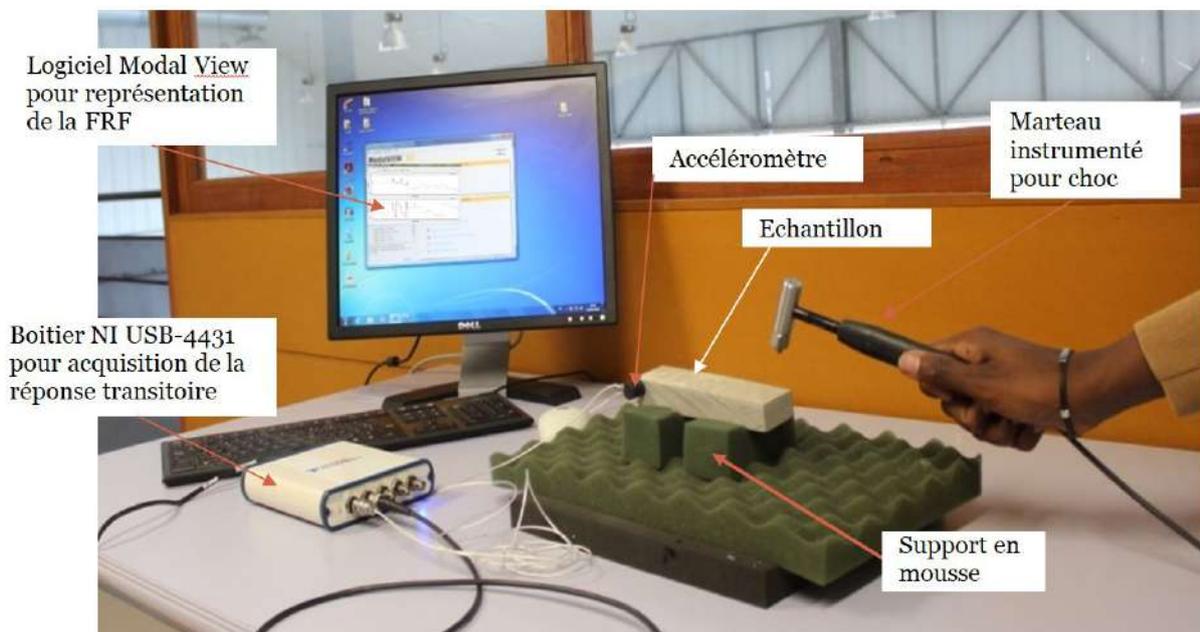
Où  $f(i)$  est la fréquence du mode  $i$ ,  $A(i)$  l'amplitude du mode  $i$ ,  $n$  le nombre de mode.

### **III.2.3) Comportement en vibration : module d'élasticité dynamique et taux d'amortissement**

#### **(a) Analyse modale expérimentale**

- **Dispositif d'acquisition des paramètres vibratoires**

Une structure mise en vibration produit une fonction de réponse fréquentielle qui varie en fonction de son état mécanique. Pour notre étude, un marteau instrumenté Kistler a été utilisé pour mettre en vibration les échantillons. À partir d'un capteur accélérométrique Kistler repositionnable judicieusement placé sur l'échantillon, la réponse transitoire est acquise avec un boîtier d'acquisition National Instruments (NI) (USB-4431) et la fonction de réponse en fréquence (FRF) correspondante est calculée à l'aide d'un algorithme intégré au logiciel ModalView en prenant en entrée l'excitation (voie accélérométrique du marteau) et la réponse de la structure (accéléromètre). Les échantillons sont "suspendus" en utilisant des supports en mousse souple. Ce qui permet de prendre en compte les conditions aux limites libres de l'échantillon dans les modélisations associés (Figure 40).



*Figure 40 dispositif d'acquisition de la Fonction de Réponse Fréquentielle sur un échantillon poutre*

- **Extraction des paramètres modaux**

L'extraction des paramètres modaux est effectuée à l'aide de la technique de lissage de fonction de réponse en fréquence disponible dans le logiciel ModalView. Cette technique d'ajustement des courbes consiste essentiellement à interpoler les points de mesure de la FRF au voisinage de chaque pic de fréquence (Figure 37) avec une fonction mathématique paramétrée de la réponse vibratoire [145,146]. À partir de l'ajustement FRF, la fréquence propre ( $f_i$ ) et le taux d'amortissement (DR $_i$ ) du mode  $i$  peuvent être extraits (Figure 41).

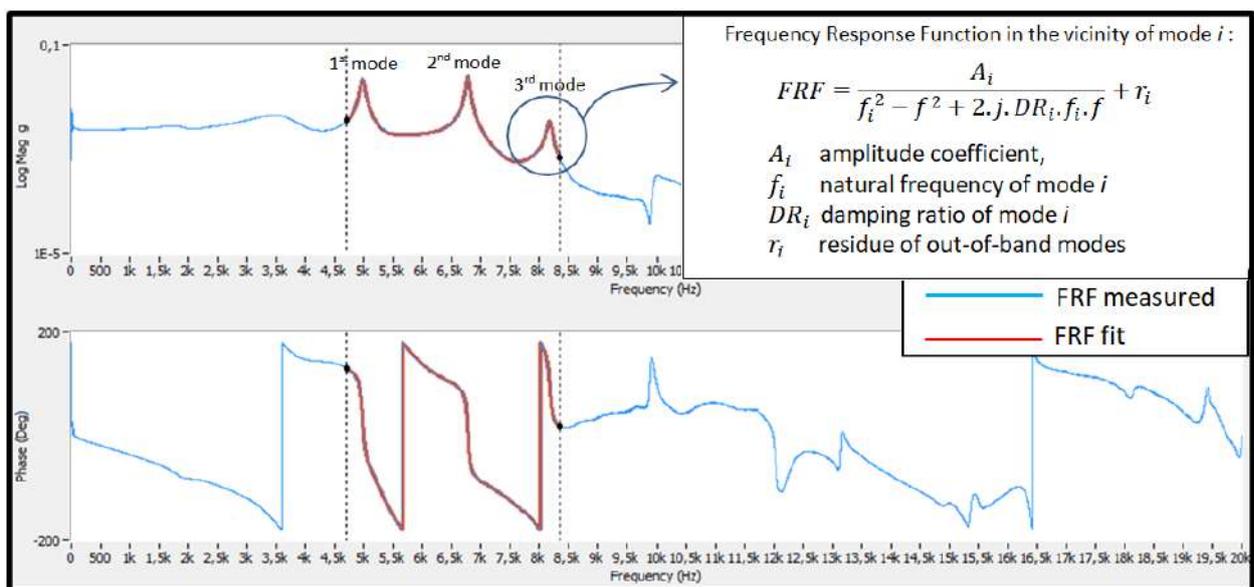


Figure 41 obtention des paramètres modaux avec les techniques de lissage

- **Détermination du module d'élasticité dynamique et du coefficient de poisson par analyse inverse**

Les paramètres mécaniques des matériaux étudiés ont été déterminés par analyse inverse en recalant les données fréquentielles obtenues expérimentalement avec celles d'un modèle numérique en Eléments Finis (EF).

***Le modèle numérique :***

Les modèles ont été élaborés avec le logiciel COMSOL.

- Les structures modélisées sont des géométries parallélépipédiques avec des dimensions en longueur, largeur et épaisseur caractéristiques à chaque échantillon (poutres et plaques).

- *Le maillage emploie des éléments cubiques. La convergence du maillage a été validée sur la base des fréquences propres calculées.*
- *La structure modélisée est supposée isotrope*
- *Pour déterminer les fréquences et les vecteurs propres de la structure étudiée, le solveur utilise la méthode Block-Lanczos pour résoudre le problème aux valeurs propres discrétisé.*

***Procédure de recalage :***

Une application personnalisée, avec une interface conviviale, utilisant l'API Java COMSOL a été développée pour obtenir par recalage les coefficients élastiques, en utilisant une méthode d'identification numérique-expérimentale basée sur les premières fréquences propres des échantillons de lauze [147]. Le script et la présentation de l'application est en annexe. Cette technique est fondée sur la minimisation des écarts entre les fréquences propres calculées avec un modèle EF à coefficients élastiques ajustables et les quantités expérimentales correspondantes [124].

- *Matrice d'influence (ou de sensibilité) : la première étape de la procédure est l'évaluation de l'influence des paramètres à identifier sur le modèle. Cette étape consiste à quantifier l'influence qu'a la modification des paramètres à déterminer, sur gamme de fréquence considérée.*
- *Fonction coût : cette fonction quantifie à chaque itération l'écart entre les fréquences propres calculées et mesurées.*
- *Minimisation de la fonction coût : pour notre étude, la procédure de minimisation des moindres carrés de Levenberg-Marquart a été utilisée. En effet, elle est plus stable que les autres procédures et est bien adaptée à notre étude non-linéaire (Figure 42). L'algorithme et l'application qui ont été développés sous COMSOL en JAVA est d'écrite en annexe.*

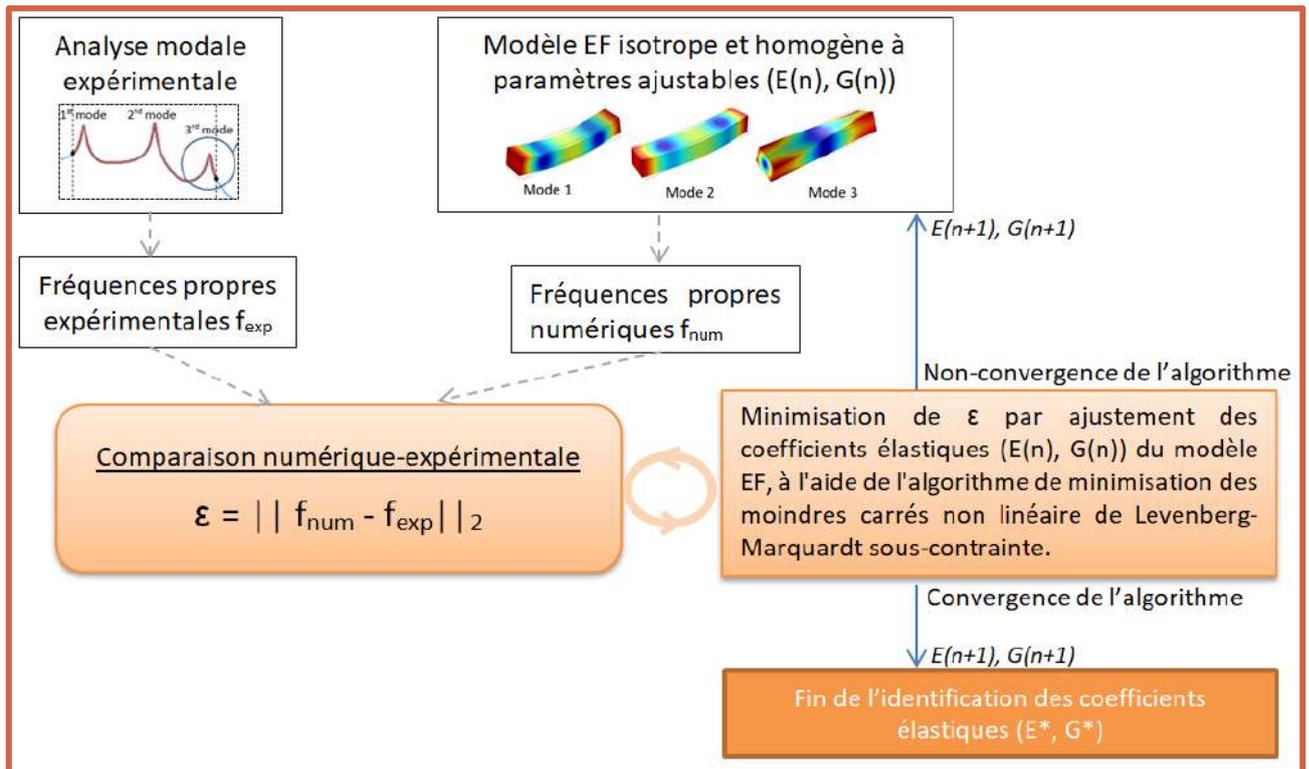


Figure 42 procédure itérative d'identification des paramètres élastiques

## (b) Caractérisation et suivi de l'endommagement mécanique

Après un nombre de cycles  $n$  donné, le module d'élasticité dynamique relatif (RDEM ( $n$ )) et de cisaillement relatif (RDSCM ( $n$ )) et le taux d'amortissement (DR ( $n$ )) sont évalués pour quantifier d'une part la perte de rigidité et le caractère dissipatif de la structure. L'assouplissement du matériau sera associé à l'apparition d'endommagements et le caractère dissipatif de la structure correspondra à la sévérité de ces endommagements.

Le RDEM et le DR sont déterminés à l'aide des formules ci-dessous (eq. 8) :

$$\text{RDEM}(n) = \left( \frac{E(n)}{E(0)} \right) \times 100 (\%) \quad \text{RDSCM}(n) = \left( \frac{G(n)}{G(0)} \right) \times 100 (\%)$$

$$\text{DR}(n) = \max_i DR_i(n) (\%) \quad (\text{eq. 8})$$

Où

$E(n)$  = module d'élasticité dynamique après  $n$  cycles,  $G(n)$  = module de cisaillement après  $n$  cycles,  $DR_i$  = taux d'amortissement du mode  $i$  après  $n$  cycles.

### III.2.4) Performance mécanique : résistance à la traction

Les essais ont été réalisés au laboratoire LFC de la faculté d'ingénierie (FEUP) de l'université de Porto. Pour évaluer les résistances mécaniques en traction des échantillons de lauze, des essais de pull off ont été réalisés avec l'instrument de mesure d'adhérence Proceq DY-216, qui assure une force de traction jusqu'à 15kN. L'essai consiste à coller des échantillons parallélépipédiques (environ 5cmx environ 5cmx environ 3cm) avec une colle époxy (de marque weber.color époxy) sur une surface stable et sur une pièce métallique (5cmx 5cmx 3cm) où sera fixée l'instrument de pull off. Après plusieurs jours (au moins 3 jours), après que la colle ait durci, l'appareil de pull off est fixé au dispositif pour déterminer la force F kN nécessaire pour casser l'échantillon. La force de traction est exercée perpendiculairement à la stratification (Figure 43). La contrainte à la traction est déterminée suivant la formule ci-dessous (eq. 9):

$$\sigma_{traction} = \frac{\text{Force d'arrachement(en kN)}}{\text{surface de la zone de rupture (en cm}^2\text{)}} \text{ (en MPa) (eq. 9)}$$

Cette méthode est très intéressante et très pertinente pour ces matériaux. En effet ces matériaux sédimentaires résultant de l'accumulation en strate de sédiments, sont susceptibles de présenter des faiblesses en traction dans les plans perpendiculaires aux strates.

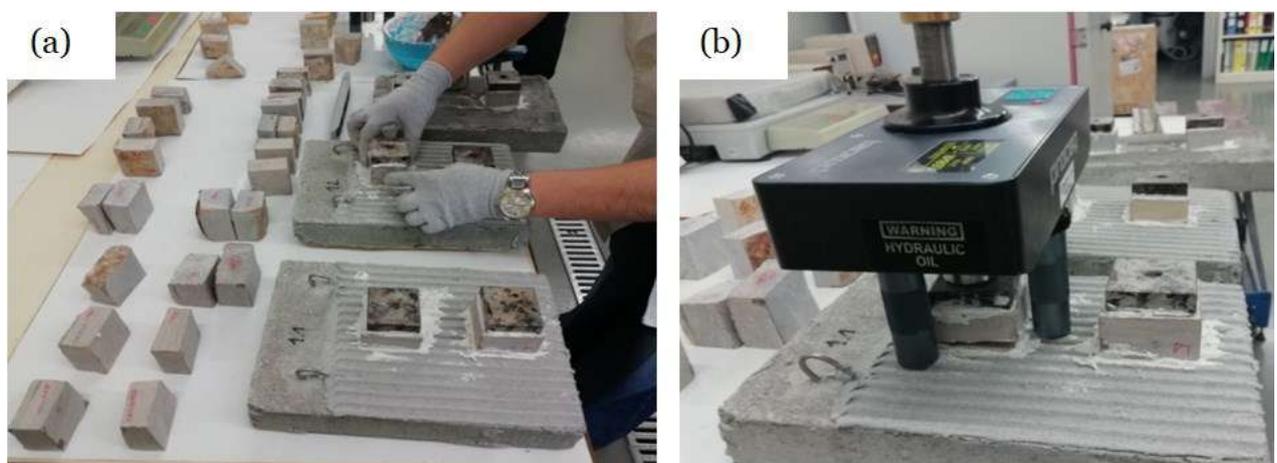


Figure 43 essai de pull off sur les lauzes (a) préparation de l'essai / collage des échantillons (b) dispositif de mesure de la contrainte de traction

### ***III.2.5) Observation dans la microstructure***

Pour évaluer les dégradations survenant au sein de la structure des matériaux, des observations ont été faites sur des morceaux d'échantillons polis à l'aide, dans un premier temps, d'un microscope et, dans un deuxième temps, à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) Quanta 200 FEG de FEI couplé à un analyseur de spectroscopie de rayons X à dispersion d'ondes Oxford INCA-vision (EDX).

### ***III.2.6) Comportement au gel : température de gel et quantité de glace formée dans les pores***

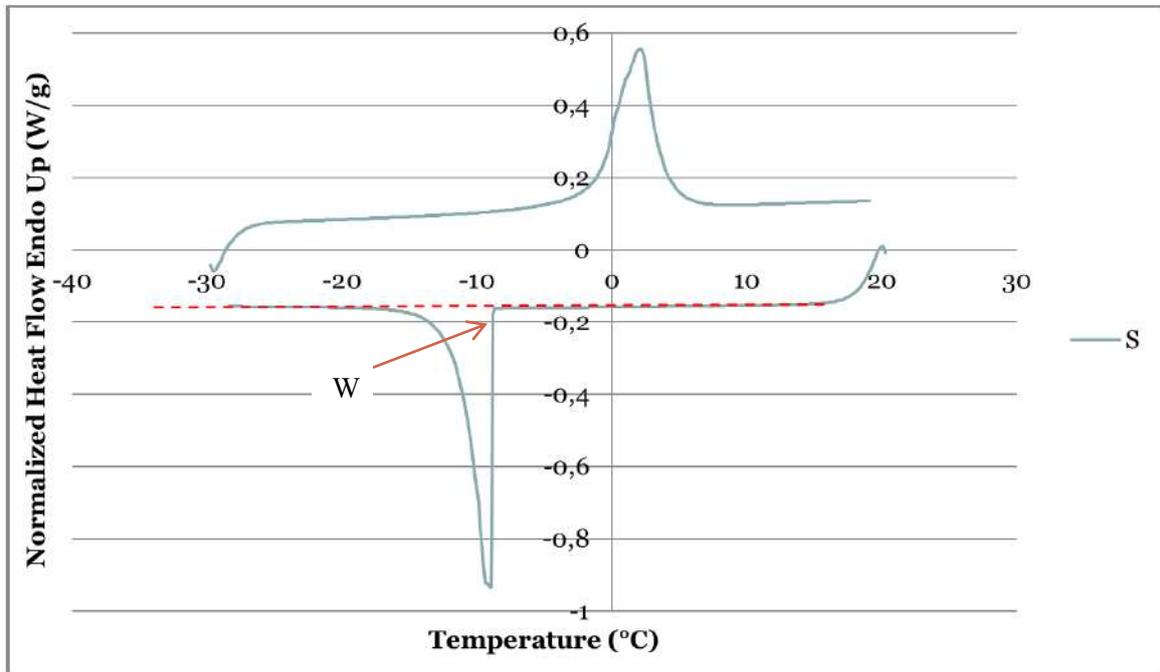
Le passage de l'eau de l'état liquide à l'état solide est une réaction exothermique. Grâce à l'énergie qui est produite il est possible de déterminer la quantité de glace formé lors de la congélation dans un milieu poreux. La formation de la glace a été étudiée par analyse thermique différentielle. Cette méthode consiste à mesurer le flux de chaleur différentiel entre un échantillon et une référence inerte soumis à une même consigne en température. Le flux total émis résulte de la somme de deux contributions : la différence de flux entre l'échantillon et le témoin au cours de la descente en température et le flux associé au changement de phase eau/glace dans le réseau poreux qui se traduit par des pics aux températures concernées. Grâce à cette technique, il est possible de déterminer les températures et enthalpies de changements de phases, par la formule de Matala (eq. 10) [148] :

$$H_{\text{eau}} = 334 + 4,83T + 0,0125T^2 \quad (\text{W/g}) \text{ (eq. 10)}$$

Les essais ont été réalisés sur un dispositif DSC Pyris Diamond de Perkin Elmer sur des échantillons sains (sans caractéristiques diagénétiques) dont la masse est de l'ordre de 120 mg. Ces échantillons ont subi une phase de gel de 20°C à -30°C, et de dégel de -30°C à 20°C, avec une vitesse de balayage de 10°C/min. Les données ont été traitées via le logiciel d'analyse de Pyris instrument. Il a été ainsi possible de déterminer les températures de changement de phase et l'énergie dégagée W (W/g) pendant le changement de phase correspondant à l'aire sous les pics (Figure 44). La quantité de

glace  $\chi$  (en g/g d'échantillon) formée est alors déterminée par la formule ci-dessous (eq. 11) :

$$\chi = \frac{W}{H_{eau}} \text{ (eq. 11)}$$



*Figure 44 courbe de mesure d'énergie dégagée pendant les essais de calorimétrie basse température pendant les phases de gel et de dégel*

## **Chapitre IV: Utilisation de l'analyse vibratoire pour caractériser l'endommagement des lauzes calcaires soumis à des cycles de gel/dégel**

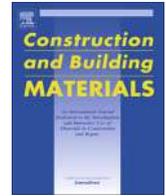
Pour suivre et caractériser l'endommagement de géomatériaux lorsqu'ils sont soumis à des cycles de gel/dégel, les méthodes non-destructives sont les plus appropriées. Comme il a été présenté dans les paragraphes précédents, l'utilisation des méthodes de caractérisation de l'endommagement basée sur la réponse en vibration d'un matériau s'avère être plus intéressante, car étant plus sensibles aux variations du squelette rocheux. Ce chapitre est un article qui présente les résultats d'une étude qui a consisté à utiliser les paramètres modaux (fréquences propres et taux d'amortissement) pour caractériser et suivre l'endommagement d'échantillon de lauzes calcaires, lorsqu'ils sont soumis à des cycles de gel/dégel. Cette méthode s'avère être pertinente pour cette application. Les résultats observés à travers les paramètres modaux ont été corrélés aux dégradations observées dans la microstructure.



**Article n°1:** *Freeze-thaw resistance of limestone roofing tiles assessed through impulse vibration monitoring and finite element modeling in relation to their microstructure*

*(Published in February 2019 in Construction and Building Materials)*





# Freeze-thaw resistance of limestone roofing tiles assessed through impulse vibration monitoring and finite element modeling in relation to their microstructure

Yannick Igor Fogue-Djombou <sup>a,b</sup>, Stéphane Corn <sup>a,\*</sup>, Laurent Clerc <sup>a</sup>, David Salze <sup>b</sup>, Eric Garcia-Diaz <sup>a</sup>

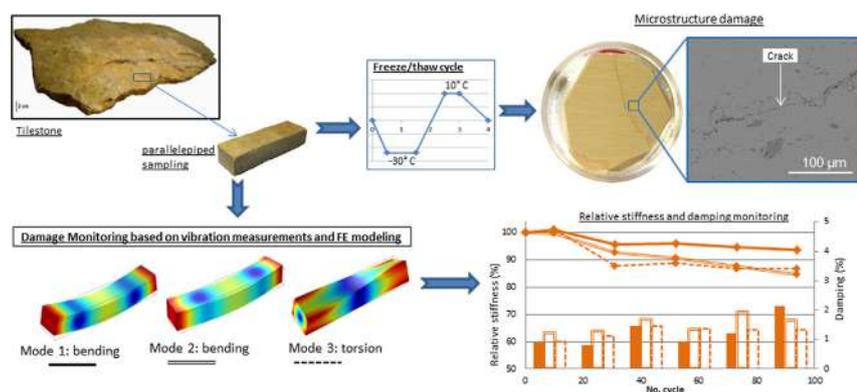
<sup>a</sup> C2MA, IMT Mines Alès, Université de Montpellier, 6 Avenue de Clavières, 30319 Alès Cedex, France

<sup>b</sup> LGEI, IMT Mines Alès, Université de Montpellier, 6 Avenue de Clavières, 30319 Alès Cedex, France

## HIGHLIGHTS

- Tilestones freeze-thaw cycle damage is assessed by frequency and damping monitoring.
- Loss of stiffness due to damage is quantified through Finite Element Model updating.
- Unimodal microporous structures were more frost resistant than bimodal porous ones.
- Diagenetic features such as stylolites are weakness zones where damage can initiate.

## GRAPHICAL ABSTRACT



## ARTICLE INFO

### Article history:

Received 26 July 2018

Received in revised form 7 January 2019

Accepted 27 January 2019

### Keywords:

Freeze-thaw

Damage

Vibration

Limestone roofing tiles

Vernacular building material

Architectural heritage

Finite element modeling

## ABSTRACT

Stone slate used for roofing is often considered as a key element of architectural heritage, especially in the French “Massif Central” region, where it contributes to the Mediterranean agropastoral cultural landscape of the “Causses and Cévennes” perimeter registered on the UNESCO World Heritage List. This material is subjected in service to severe and cycled climatic conditions (freeze-thaw) that may lead from mechanical damage to failure and thus compromise its use. In this paper, a damage assessment strategy of limestone roofing tiles samples during freeze-thaw cycles, based on the monitoring of their impulse vibration response, is proposed. Variations of the modal parameters such as resonant frequencies, damping ratios and mode shapes are analyzed through a 3D finite element model of each sample. This allows quantifying the loss of dynamic stiffness due to the ongoing damage and drawing comparisons between the studied materials in relation to their microstructural and mesostructural damages. Thus presence of pre-existing diagenetic features, such as stylolites (Ds in Nicholson classification), inside limestone tilestone with unimodal micropore, or with presence of high porosity volume, constitute weaknesses of the stone that can lead to damage.

© 2019 Elsevier Ltd. All rights reserved.

\* Corresponding author.

E-mail address: [stephane.corn@mines-ales.fr](mailto:stephane.corn@mines-ales.fr) (S. Corn).

**1. Introduction**

Flagstone or tilestone [1] (Fig. 1) is a natural stone material, splits along horizontal lines of weakness of stone, that can be used for roofing. This material is either metamorphic rock (slates [2]), sedimentary rock (sandstone, limestone or volcanic tuffs [1,3,4]), or magmatic rock (Clinkstone). Tilestones are used for roofing in many regions in Europe (France, Italy, Spain, Great Britain [2,5]) and contribute to the authenticity of a region, such as in the Massif Central area in France, where they constitute a key element of the Mediterranean agropastoral cultural landscape of the “Causses and Cévennes” perimeter registered on the UNESCO World Heritage List. Limestone tilestone subjected to aggressive climatic conditions could undergo mechanical damage, compromising its roof sealing function. The freeze–thaw cycle protocol, which is conducive to simulate such aggressive environmental conditions, has often been used to study the behavior of limestone used in building heritage [6,7].

In sedimentology, limestone of stratum formation results from cyclicity changes in sedimentary deposition conditions, inducing either a change in sediment input rate, sediment composition, or alternation in the sedimentation and non-sedimentation phases [4]. «Plattenkalk» is the name used in the literature to describe a type of tilestone as being sequences of fine-grained, laminated limestones, bedded in centimeter-decimeter thickness [4,8]. The study of limestone tilestone structure must consider (1) boundary bedding surfaces, (2) bed thickness, (3) composition and internal structure of beds or core tilestone (Fig. 2): boundary bedding surfaces (upper and lower surfaces of beds) are caused by abrupt changes in depositional conditions, non-deposition or erosion. However, these bedding planes also result from diagenetic processes or weathering [8]. Bed thickness of limestone tilestone can range from about three to eight centimeters. Composition and internal structure of beds (core tilestone) depend on sedimentary diagenetic process [4,8]. Differences between diagenetic processes could lead to different pre-existing diagenetic features



Fig. 1. Limestone tilestone from Causse Larzac (Aveyron – France).

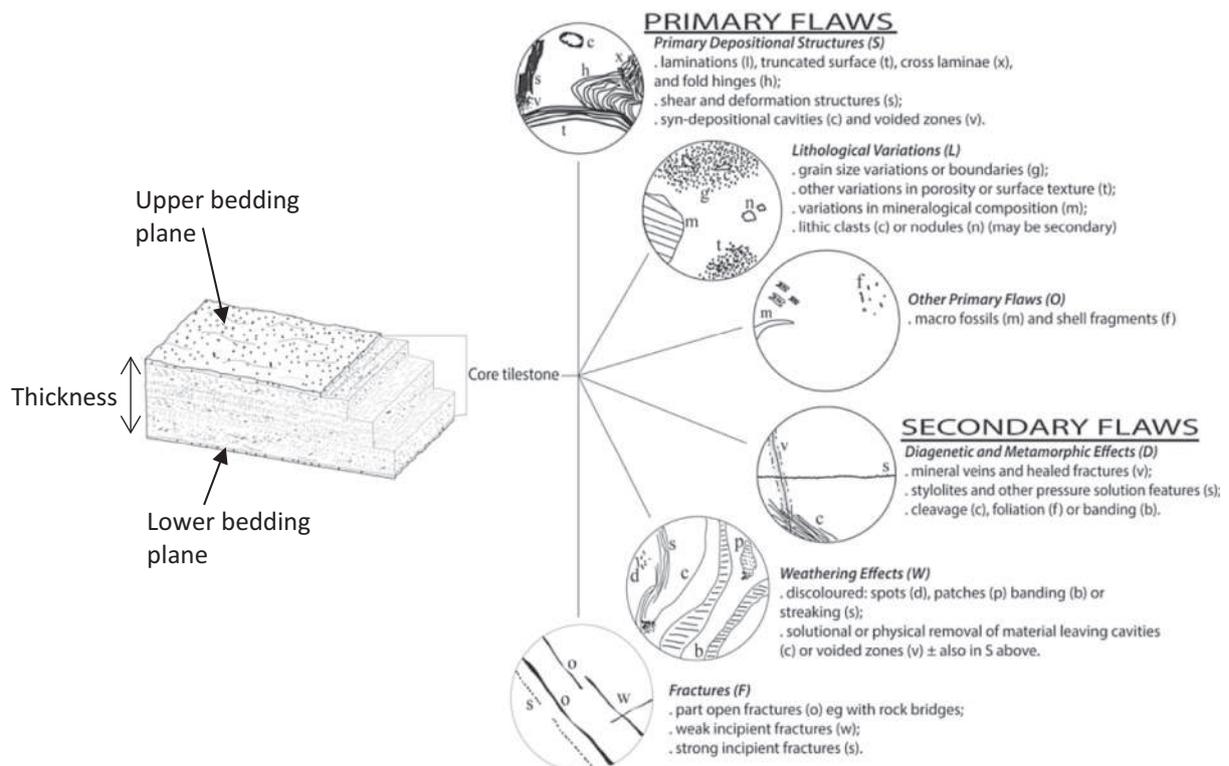


Fig. 2. Structure of limestone tilestone and classification of pre-existing rock diagenetic features observed at the material scale [9].

characteristic of core tilestone. These pre-existing diagenetic features, coupled with rock strength and textural properties, have been shown to have an influence on the deterioration mode of limestone subject to freeze-thaw cycles [9]. In fact, while some pre-existing diagenetic features such as syndepositional deformation structures do not appear to influence breakdown, others such as incipient fractures, cavities and minor lithological boundaries frequently coincide with concentrations of deterioration [9]. We will adopt the classification of pre-existing diagenetic features presented as “flaws” by Nicholson [9] to characterize the pre-existing diagenetic features of the limestone tilestones that will be used in this study (Fig. 2).

In addition to the influence of pre-existing diagenetic features on the deterioration process of limestone subject to freeze-thaw cycles, previous work of others focused on further stone physical parameters, such as the importance of the degree of saturation. In literature, a ratio of 80% [10] or 70% [11] of the degree of saturation is proposed as a critical degree of saturation and beyond that threshold the material is damaged by frost. The porous network characteristics such as the distribution of pore size, is also a physical parameter that influences deterioration of limestone subject to freeze-thaw cycles. In fact, Bellanger [12] proposes that grainstone, with a bimodal porosity, a low degree of saturation and a high volume of trapped air, is more resistant to frost than mudstone facies which has an unimodal, well-connected pore network, a high degree of saturation and a low volume of trapped air [12]. The influence of the mechanical parameters like Young's modulus and transfer parameters like permeability is also investigated. Saad [13] found that rocks with high permeability and low young modulus Young's modulus are more frost resistant than rocks with low permeability and high Young's modulus. And more recently, Eslami [7] studied the influence of physical and mechanical properties on the durability of limestone subjected to freeze-thaw cycles. Indeed, in this study the authors have proposed the possibility to predict frost damage of limestone from the ratio of the volume fraction of water to that of air rather than from only the total porosity or degree of saturation [7]. In most cases, non-destructive methods based on monitoring of wave velocity are used to monitor damage to the limestone subject to freeze-thaw [6,7,14,15]. But Saad [16] has shown that although the vibration method and the ultrasonic method are two equivalent methods to characterize the damage [17,18], the vibration method is more suitable for monitoring limestone subject to freeze-thaw cycles, because it is more sensitive to

structural changes than the ultrasonic method [13,19]. In reference [13] some limits of the use of resonant frequency measurement were presented, such as the impossibility to discriminate two similar rocks with different frost damage sensitivities, or the inefficiency of the use of damping parameters for monitoring damage. Vibration damage monitoring is frequently used in the field of damage monitoring of concrete subject to freeze-thaw cycles [20–22]. In particular Lund [22] used Operational Modal Analysis (OMA) [23] to assess the damage of pervious concrete subject to freeze-thaw cycles. In this case, all frequencies shown the same decay during the weathering process. In the case of natural stones, because of the heterogeneity and the anisotropy of the material (pre-existing or induced by the weathering process), eigenmodes and frequencies could exhibit a different sensitivity to damage severity. Damping ratio is not often used to monitor weathering of limestone or concrete subjected to freeze-thaw cycles. As it is related on [24], the use of damping ratio on the assessment of damage in a structure has many advantages, such as being more sensitive than frequency to damage [25] or in some cases, while the crack is undetectable on frequency, it is although possible to measure an increase in the damping ratio [26].

The purpose of the present work was to monitor the impulse vibration response of several tilestone limestone samples during freeze-thaw cycles and to compare this response to the structure damage observed at mesoscale and microscale. The first part will concern the sensitivity on frequency and damping ratio during freeze-thaw cycles. Then, a correlation between the vibration response and the damage process at microscale and mesoscale will be made. We will conclude by investigating the implications in terms of mechanical properties of our structures, by assessing the Young's modulus through a FE model updating technique on the basis of the experimental natural frequency measurements.

## 2. Materials and methods

### 2.1. Characteristics of studied stones

Limestone tilestone samples were taken from the three active quarries of Montdardier, Laval-du-Tarn and Sauclière, located in the departments of Gard, Lozère and Aveyron (in the southern area of the Massif Central region of France). Three parallelepiped samples (Table 1) were cut from each selected tilestone (Laval-du-Tarn (L) = L1, L2, L3; Montdardier (M) = M1, M2, M3; Sauclière (S) = S1, S2, S3) for the freeze-thaw cycle (Fig. 3).

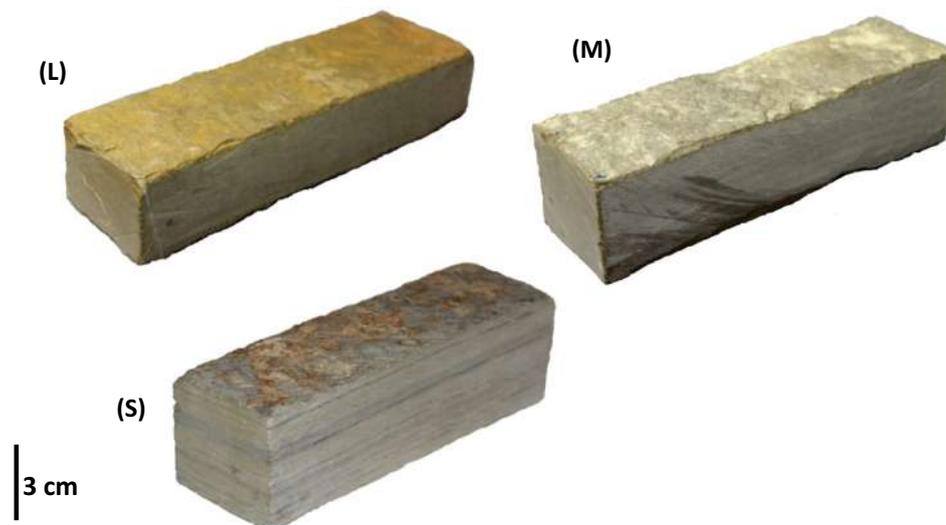


Fig. 3. Sample used on this study.

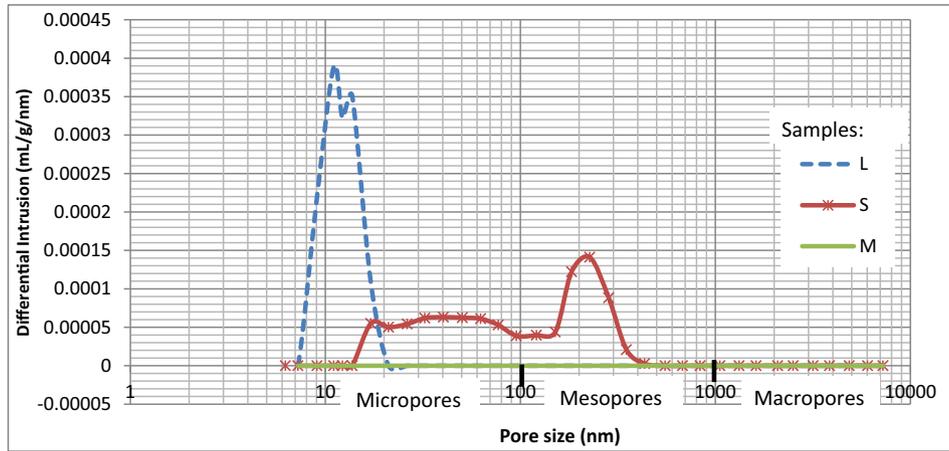


Fig. 4. Pore size distribution curves of the studied limestones.

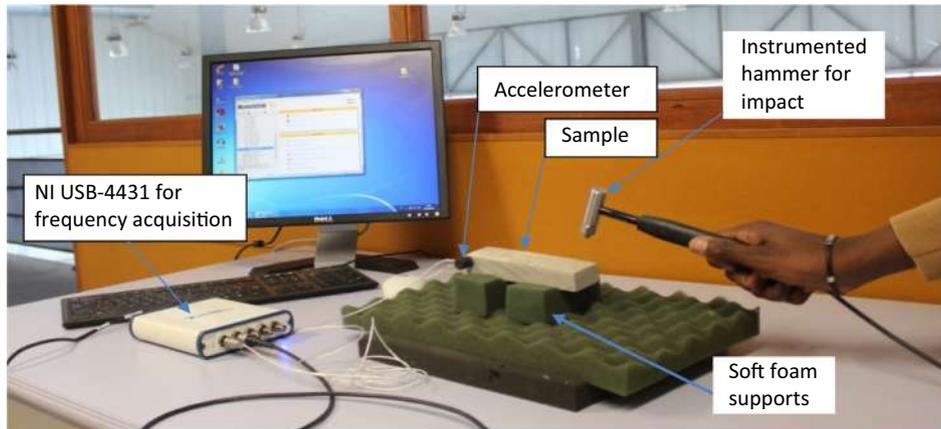


Fig. 5. Test setup used for modal analysis.

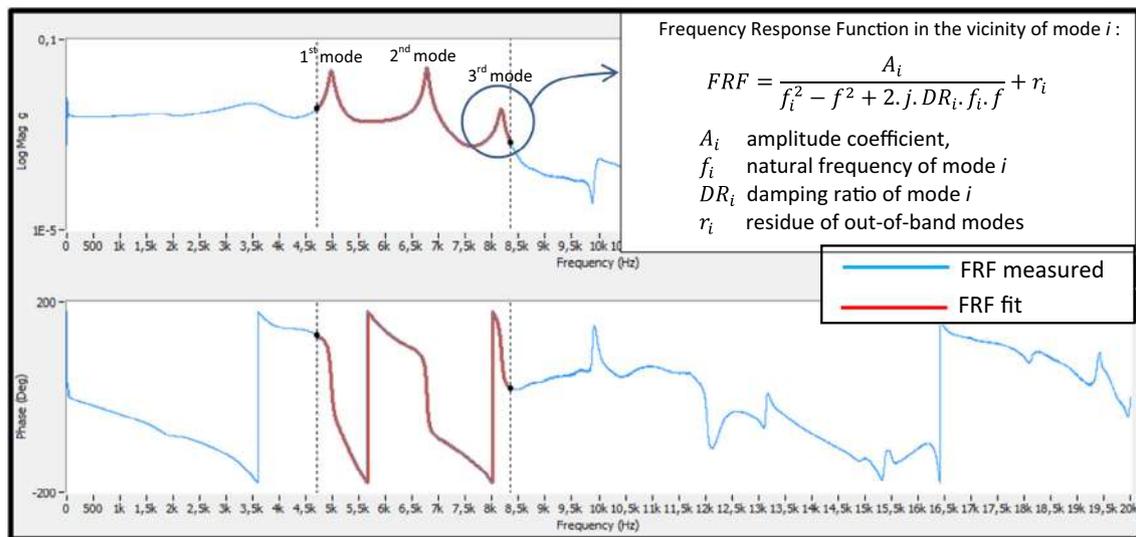


Fig. 6. Measured FRF and curve fitting in ModalView software.

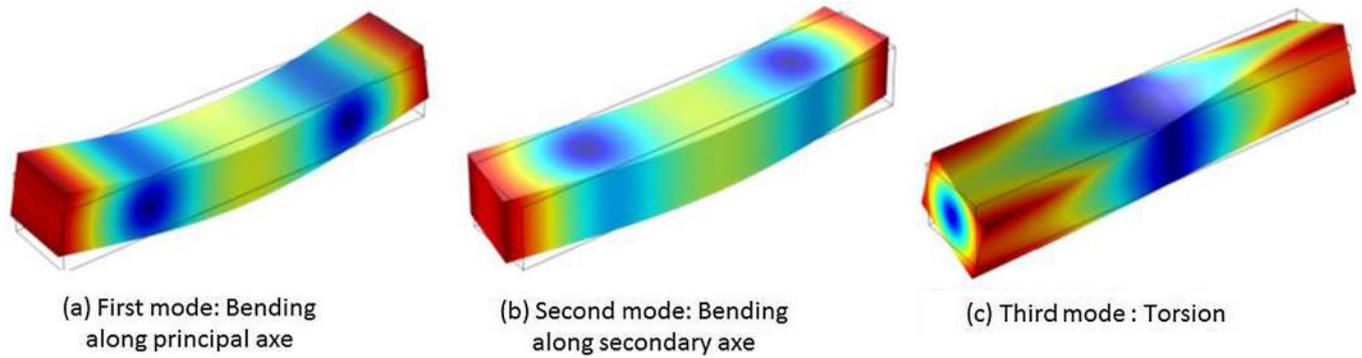


Fig. 7. Modes 1, 2, and 3 of COMSOL beam model used for frequency analysis.

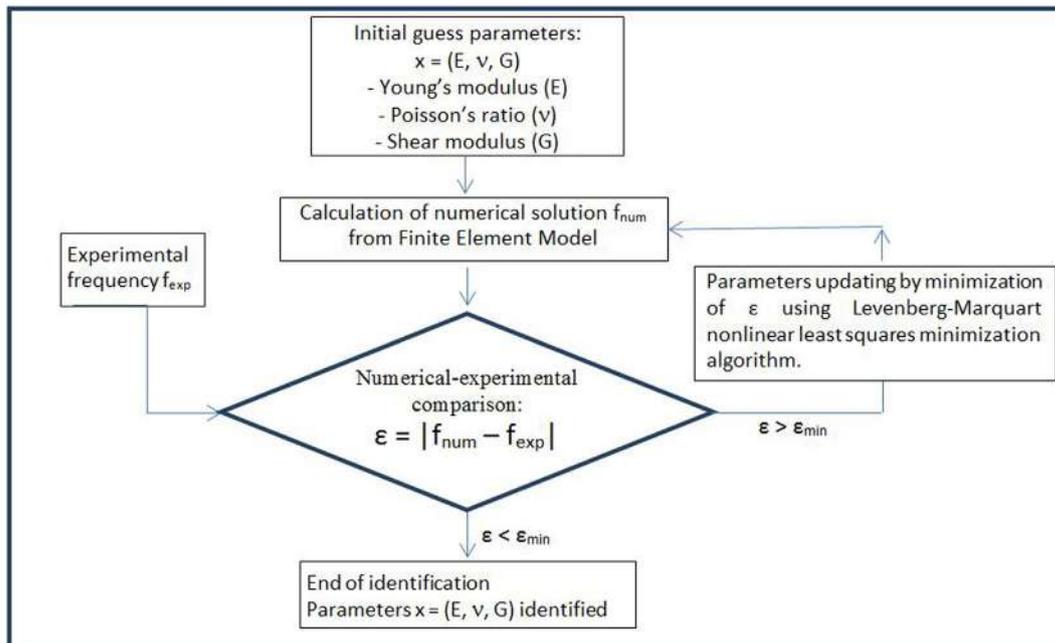


Fig. 8. Principle of the iterative resolution of the inverse numerical problem of identification.

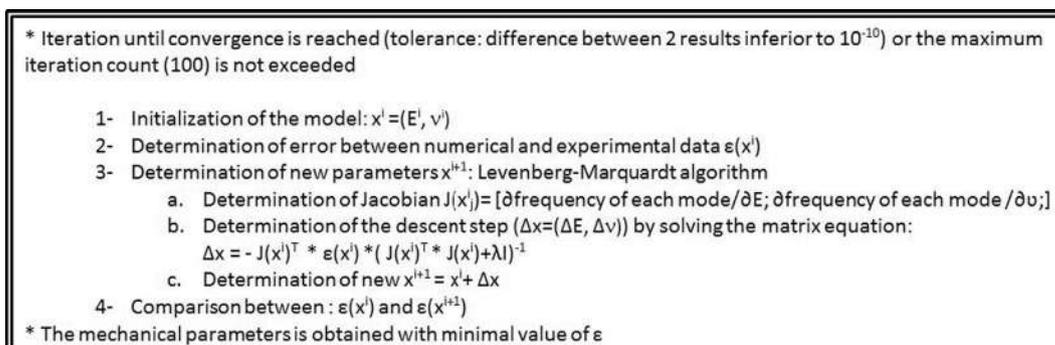


Fig. 9. Simplified Levenberg-Marquardt minimisation algorithm developed in JAVA in COMSOL API.

Table 1  
Dimensions of samples.

Rocks origin	Laval-du-Tarn (L)			Montdardier (M)			Sauclière (S)		
	L1	L2	L3	M1	M2	M3	S1	S2	S3
Length (mm)	156,6	156,6	156,6	160,3	160,3	160,3	135,23	135,13	135,15
Width (mm)	45,25	50,5	46,6	44,4	43,3	45,2	41	38	41,53
Thickness (mm)	32,13	29,5	32,28	41,3	36,9	38,33	43,48	42,4	42,75

**Table 2**

Characteristics of selected limestone tilestone, with their sedimentary features according to the classification of Nicholson [9]: Of = primary diagenetic features(O) with shell fragments(f), Ds = Diagenetic and metamorphic effect(D) with stylolites and pressure solution features(s); Dv = Diagenetic and metamorphic effect with mineral veins and healed fractures; Wb = Weathering Effects(W) with banding (b); Sl = Primary Depositional Structure (S) with laminations (l); Lm = Lithological Variations (L) with variations in mineralogical composition (m); Lt = Lithological Variations (L) with truncated surface.

Tilestone (origin)	Age	Polished section	Nicholson pre-existing diagenetic features classification	Total porosity Nt (%)	Open porosity No (%)	Saturation rate S48h (%)	Porous networks (mean pore diameter)	Density (g/cm <sup>3</sup> )	Bending strength (MPa)	Example of construction
Laval-du-Tarn (Lozère-France)	Oxfordian		Of, Ds, Dv, Wb	2,90	1,81	56	Unimodal (13 nm)	2,65	25	Farm (Saint-andre-de-vezines - Aveyron-France) 
Montdardier (Gard-France)	Oxfordian		Of, Wb	3,44	1,75	48	Unimodal (<7 nm)	2,63	22	Bread oven (Saint-andre-de-vezines - Aveyron-France) 
Sauclière (Aveyron-France)	Lotharingian		Sl, Lm, Lt, Of, Ds	11,99	10,8	60	Bimodal (105 nm)	2,51	26	Tour du vialas du pas de Jaux (Vilas-du-pas-de-jaux-Aveyron-France) 

Samples L and M are micritic limestone [27] made of 97% of calcite and Sample S is Gray dolomite with varying facies and sedimentary figures [28]. These stones have been chosen firstly because they are quarried from the last remaining active quarries that produce limestone tilestone in France that has been widely used in the construction of vernacular and heritage architecture in the Massif Central (Table 2), and secondly because they present classic diagenetic features often observed in this sedimentary stone at the material scale according to the Nicholson classification [9]. In fact, from an optical microscope observation of a polished section of these samples, it is possible to distinguish diagenetic features such as Of = primary diagenetic features (O) with shell fragments (f), Ds = diagenetic and metamorphic effect (D) with stylolites and pressure solution features (s); Dv = diagenetic and metamorphic effect with mineral veins and healed fractures; Wb = weathering effects (W) with banding (b); Sl = primary depositional structure (S) with laminations (l); Lm = lithological variations (L) with variations in mineralogical composition (m); Lt = lithological variations (L) with truncated surface (Table 2).

## 2.2. Porous characteristics

The mercury porosimetry was carried out in Micromeritics' AutoPore IV 9500 Series Mercury Porosimeters and was performed on two fragments for each stone to investigate the pore size distribution. The water porosities were measured, to determine the open porosity  $N_o$  and total porosity  $N_t$ , according to the NF EN 1936 standard [29]. The water absorption at atmospheric pressure was measured to assess the saturation rate after 48 h, according to the NF EN 13755 standard. Table 2 summarizes these physical properties. Stone L and M are very low porous material with unimodal porous networks consisting essentially of micropores (about 13 nm for sample L and less than 7 nm for sample M since there was no intrusion of mercury during the test (Fig. 4). Whereas stone S is a more porous media with a bimodal porous network, and consists of a majority of mesoporous (between 100 nm and 1000 nm) and a few parts of micropore (Fig. 4).

## 2.3. Freeze-thaw test

Freeze–thaw testing for this study was carried out in a Dycometal freezing chamber (model CHD – 525). Before beginning the cycle, all the samples were saturated by immersing them for 48 h at 20 °C. The test was performed so as to be harsher than EN 12371 standard used for natural stone [30] and consists of four parts: (1) decrease of temperature in chamber from 20 °C to –30 °C for 30 min without water, (2) constant temperature in chamber gel at –30 °C for 1.5 h, (3) increase of temperature in chamber from –30 °C to 10 °C for 30 min, (4) constant temperature thaw in chamber at 10 °C for 1.5 h under water. Thawing is done under water in order to keep the ratio of water constant in the sample. After the first ten cycles, and every 20 cycles, samples are removed from the freezing chamber so as to monitor the damage with vibration response measurement and to analyze of the microstructure.

## 2.4. Damage monitoring

### 2.4.1. Test setup for vibration response acquisition

A Kistler instrumented hammer was used to impact the sample so as to produce vibration of the structure. From a Kistler accelerometer sensor installed on the sample, the transient response is acquired with a National Instruments (NI) acquisition system (USB-4431) and the corresponding Frequency Response Function (FRF) is computed through an FFT algorithm embedded in ModalView software. Specimens are “suspended” by using soft foam supports, which allows considering free-free boundary conditions of the beam in the ongoing eigenparameters calculations [31] (Fig. 5).

### 2.4.2. Extraction of modals parameters

Modal analysis is performed by using the curve fitting of FRF technique available in the ModalView Software. Curve fitting technique basically consists in interpolating the measurement points of the FRF in the vicinity of each frequency peak (Fig. 6) with a parameterized function of the damped vibration response of a single-dof model [32]. From the FRF fit, the natural frequencies ( $f_i(n)$ ) and the damping ratio ( $DR_i(n)$ ) of mode  $i$  are extracted and monitored for the first three modes after each sequence of  $n$  cycles [32,33].

### 2.4.3. Vibration damage monitoring parameters

After every  $n$  cycle, the Relative dynamic elastic modulus for each mode  $i$  ( $RDEM_i(n)$ ) [22] and Damping Ratio ( $DR_i(n)$ ) are calculated to assess the loss of stiffness and thus the deterioration rate of the specimens under freezing and thawing at  $n$  cycles. The  $RDEM_i(n)$  of the specimen is determined with the following formula (1) and ( $DR_i(n)$ ) is obtained from the extracted modals parameters.

$$RDEM_i(n) = \left( \frac{f_i^2(n)}{f_i^2(0)} \right) \times 100(\%) \quad (1)$$

where,

$f_i(n)$  = natural frequency of mode  $i$  after  $n$  cycles of freezing and thawing;  
 $f_i(0)$  = initial natural frequency of mode  $i$ .

### 2.4.4. Microstructure damage assessment

For the microstructural investigations, pieces of cylindrical polished samples of 3 cm of diameter were examined using a Quanta 200 FEG SEM from FEI coupled to an Oxford INCA X-sight energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) analyzer. An optical microscopy observation has also been investigated on polished section of these materials before and after freeze–thaw cycles, especially on the zone where the damage occurred, so as to characterize weathering on a mesoscale and microscale.

### 2.4.5. Elastic coefficients evaluation technique

A frequency analysis of each beam specimen was performed in the FE software COMSOL. Fig. 7 shows the first three mode shapes that were analyzed. The COMSOL model was assumed to be a homogeneous and isotropic beam.

A custom application using COMSOL Java API has been developed so as to determine mechanical parameters, by using a mixed numerical–experimental identification method based on the modal response of samples of tilestone. This technique is founded on the minimization of the discrepancies between the eigenvalues computed with a 3D finite element model with adjustable elastic properties and the corresponding experimental quantities (Fig. 8) [34,35].

In order to maximize the quality of the identification, free-free boundary condition is chosen for the experimental determination of the eigenfrequencies. A classical Levenberg–Marquardt nonlinear least squares minimization algorithm is used to solve the inverse problem of finding the elastic constitutive parameters which best match the experimental modal data (Fig. 9).

## 3. Results and discussion

### 3.1. Vibration damage monitoring of tilestone subject to freeze-thaw cycle

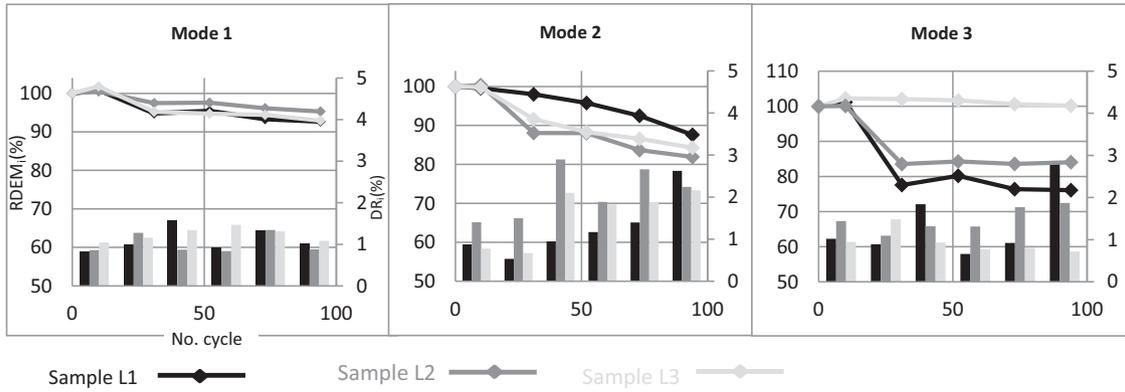
The first result of this study concerns frequency monitoring of tilestone subject to freeze–thaw cycle and is shown on Fig. 10. A variation of at least 5% is usually required to consider that the structure has damaged [36]. We observe that (Fig. 10), for each sample cut from the same stone, the sensitivity to weathering during freeze–thaw is not identical between each mode. This means that, frequency response is sensitive to different processes of weathering occurring in different samples and different types of stone. Fig. 11 is a comparison of the mean of  $RDEM_i(n)$  of the three samples. As we can observe, there are 3 scenarios of frequency responses. The first is associated to a negligible sensitivity on frequencies (stone M). In the second scenario, not all the frequencies have the same sensitivity to weathering (stone L). In the last scenario, all the frequencies are sensitive to weathering (stone S). These scenarios are obviously a manifestation of damage occurring inside the structure at the meso and thus the micro scale of each sample.

Besides, Fig. 10 presents the evolution of the damping ratio (DR). Damping ratio mainly increased during the freeze–thaw cycles, and this increase is higher for the modes that exhibit the higher decrease in frequency. The increase of the damping ratio, which is a measure of the energy dissipation of a vibrating structure, is probably the consequence of the micro-frictions of the cracks induced in the samples during freeze–thaw cycles. Indeed, while the sensitive of frequency indicates an eventual occurrence of damage, damping is useful to reveal the modes which are the most sensible to that damage. The samples which show the highest sensitivity on frequencies also exhibit the highest damping ratio.

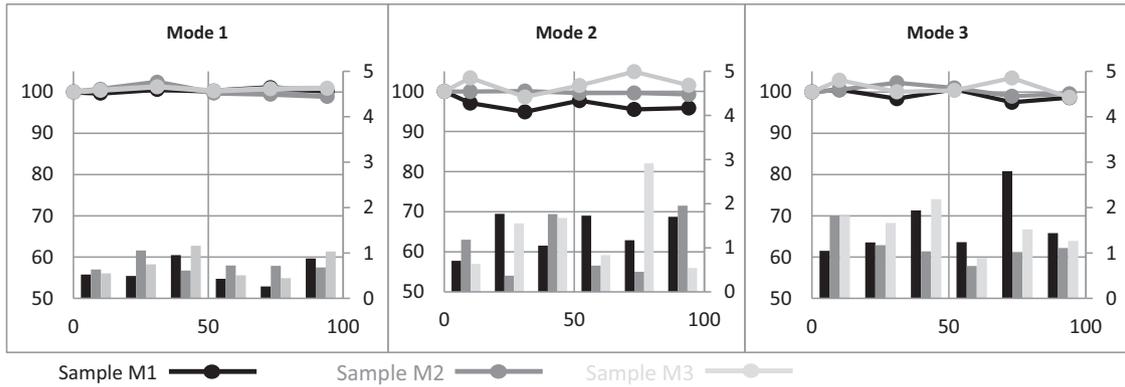
### 3.2. Relationship between macroscopic damage and micro/mesoscale structure

Vibration response allows assessing and monitoring damage that occurs in a stone submitted to a freeze thaw cycle. This damage is a manifestation of defects appearing in the structure because of the strain generated by the hygrothermal process occurring during the freeze/thaw cycles. According to the network characteristic of stones L and M, these stones are frost resistant. In fact, stone L

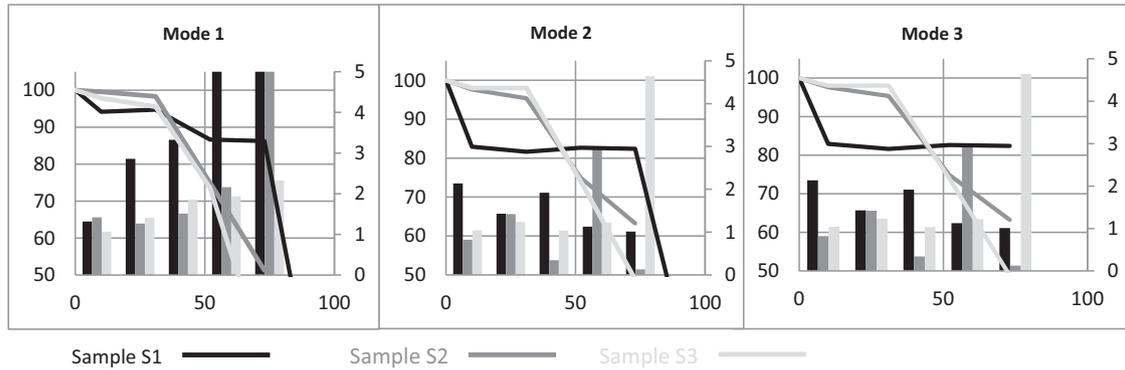
**Stone L**



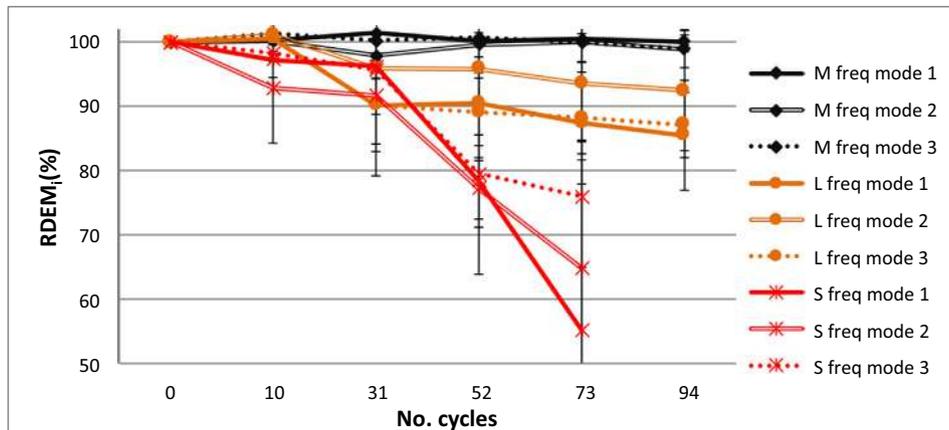
**Stone M**



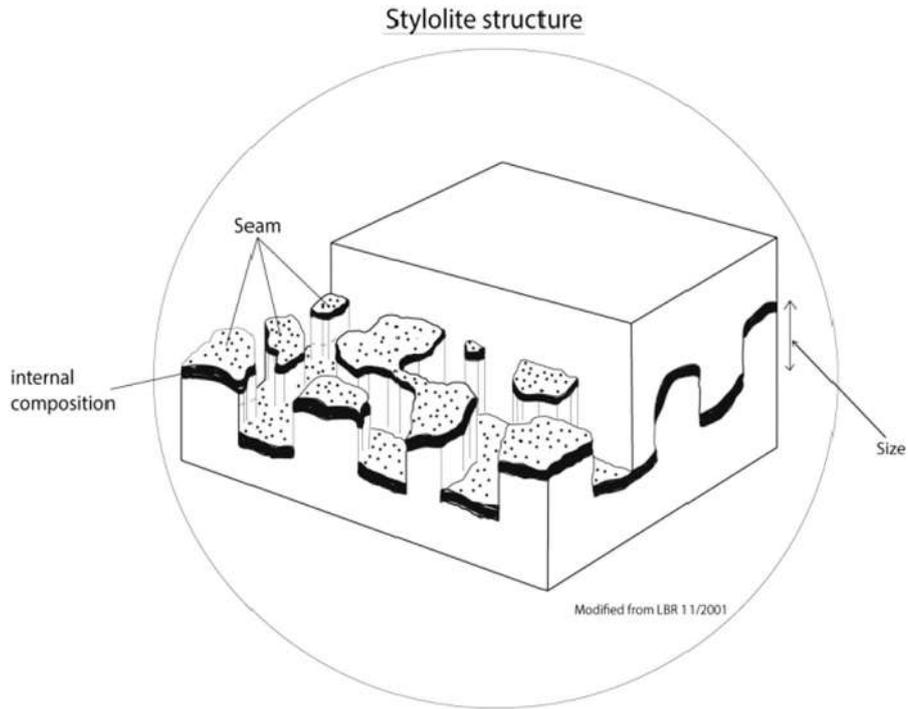
**Stone S**



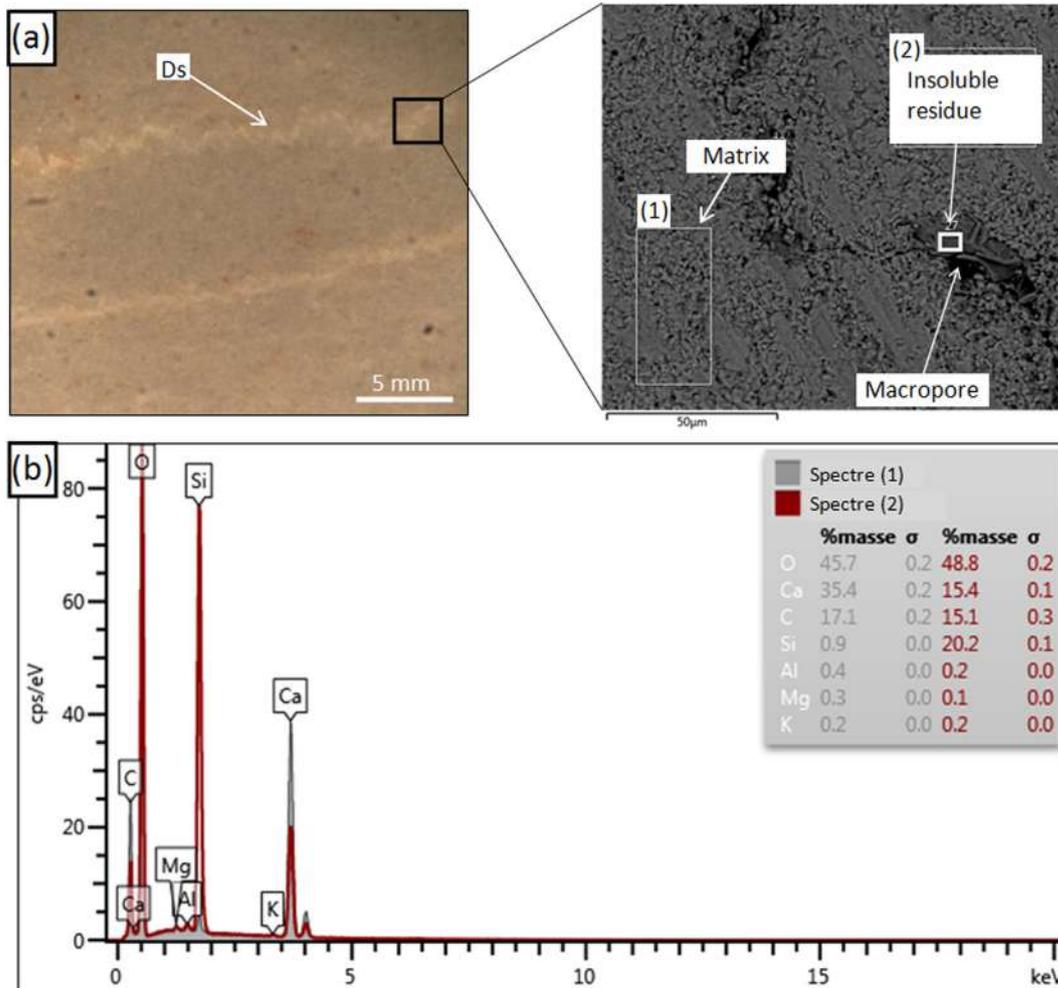
**Fig. 10.** Evolution of RDEMi (%) and DRi (%) during freeze–thaw cycles of different samples for the 3 first eigenmodes. RDEMi (%) is in solid line (left vertical axis) and DRi (%) is in bars (right vertical axis).



**Fig. 11.** Evolution of RDEMi (%) of stone samples during freeze–thaw cycles.



**Fig. 12.** Three-dimensional block diagram of a layered rock with a horizontal stylolite. The front half of the upper rock mass has been removed to show the columns of the lower block [40].



**Fig. 13.** (a) Stylolite (Ds) SEM BSE observation of stone L, (b) Chemical analysis comparison of matrix and the siliceous insoluble residue inside the stylolite (Ds). Ds and its vicinity are porous zones-, and it contains siliceous insoluble residue.

and M have a unimodal porous network and consist essentially of micropores (about 13 nm for sample L and less than 7 nm for sample M). These poral characteristics make them have, either a difficult saturation, due to a poor capillarity, or a lower temperature of freezing due to the fineness of pore sizes. In fact, for a porous media of a few nanometers, the freezing temperature can be lowered to  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  [37]. However for samples of the stone S, the porous media is bimodal, and consists of a majority of mesoporous (between 100 nm and 1000 nm) and a few parts of micropores (Fig. 4). For pores of this size, water contained in the media can be frozen (freezing temperature for pore of  $0,1\text{ }\mu\text{m}$  diameter is  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  [34]), generating strain inside the sample which can lead to damage, as has been observed (Fig. 15). This strain can be caused either by the increasing of the water size, or the migration of water from the small sized pore to the large sized pore by cryosuccion [12].

Although stone L is frost resistant, due to its porous characteristics, partial damage has been observed through vibration response and at the mesoscale by the appearance of horizontal cracks. A zoom on these damaged zones shows that damage occurred on pre-existent diagenetic feature zones (Ds in Nicholson classification) called stylolite. This diagenetic feature is due to a phenomenon of pressure dissolution occurring inside the rock during its formation [38]. Stylolite is characterized by its size and its internal composition, which is insoluble (Fig. 12). This diagenetic feature is often encountered in limestone bedrock. Stylolite has been shown as being a zone of weakness since the porosity in the vicinity of this diagenetic feature is always higher than that of the host rock, and further there is a significant strength reduction expected with the presence of a stylolite in a stone, even when thin and closed [39].

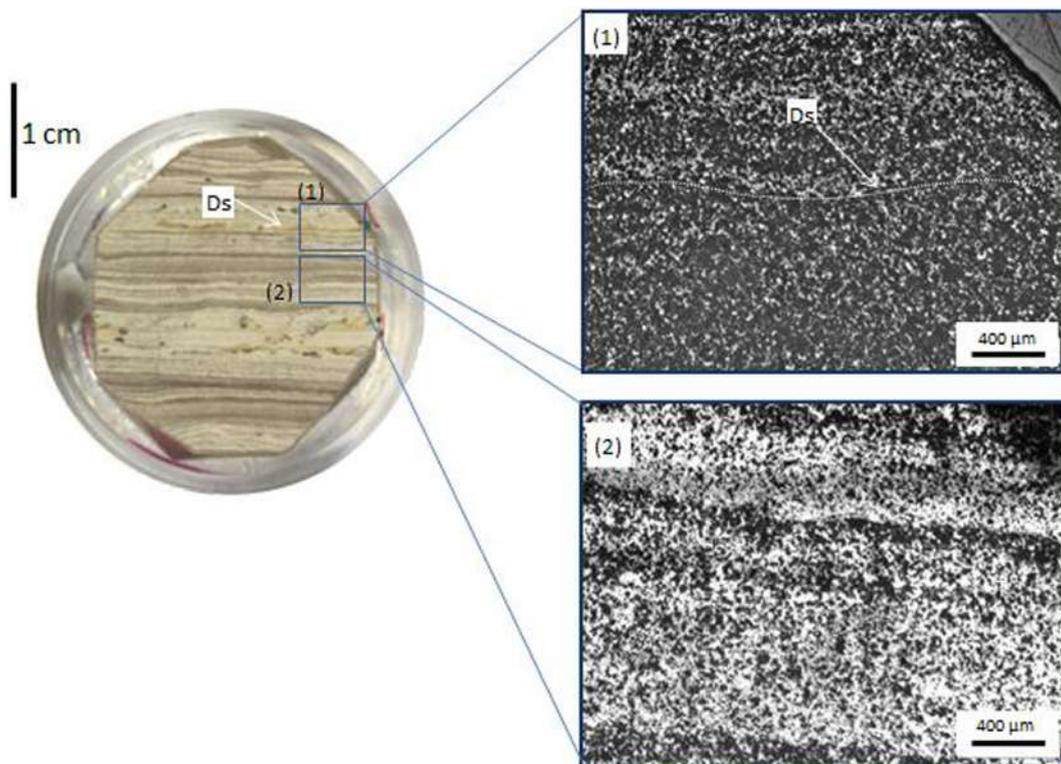
MEB and microscopic observation and investigation on this pre-existing diagenetic feature zone where the damage has occurred reveal that, on sample L and sample S, Ds is either a zigzag or a wavy sutured zone with macropores (around  $5\text{ }\mu\text{m}$  of diameter), and inside it is possible to find insoluble siliceous residue (Fig. 13). These macropores were not identified with mercury porosity measurements.

The difference between stylolite in samples S and L is the ratio and the size of the porous zone in its vicinity. As observed on Fig. 14, the contrast of gray level proves that the diagenetic feature zone in sample S is more porous (around  $5\text{ }\mu\text{m}$  for sample L and around  $100\text{ }\mu\text{m}$  for sample S) and thus makes it less resistant and more vulnerable to hydrothermal process occurring during the freeze-thaw cycle (Fig. 15).

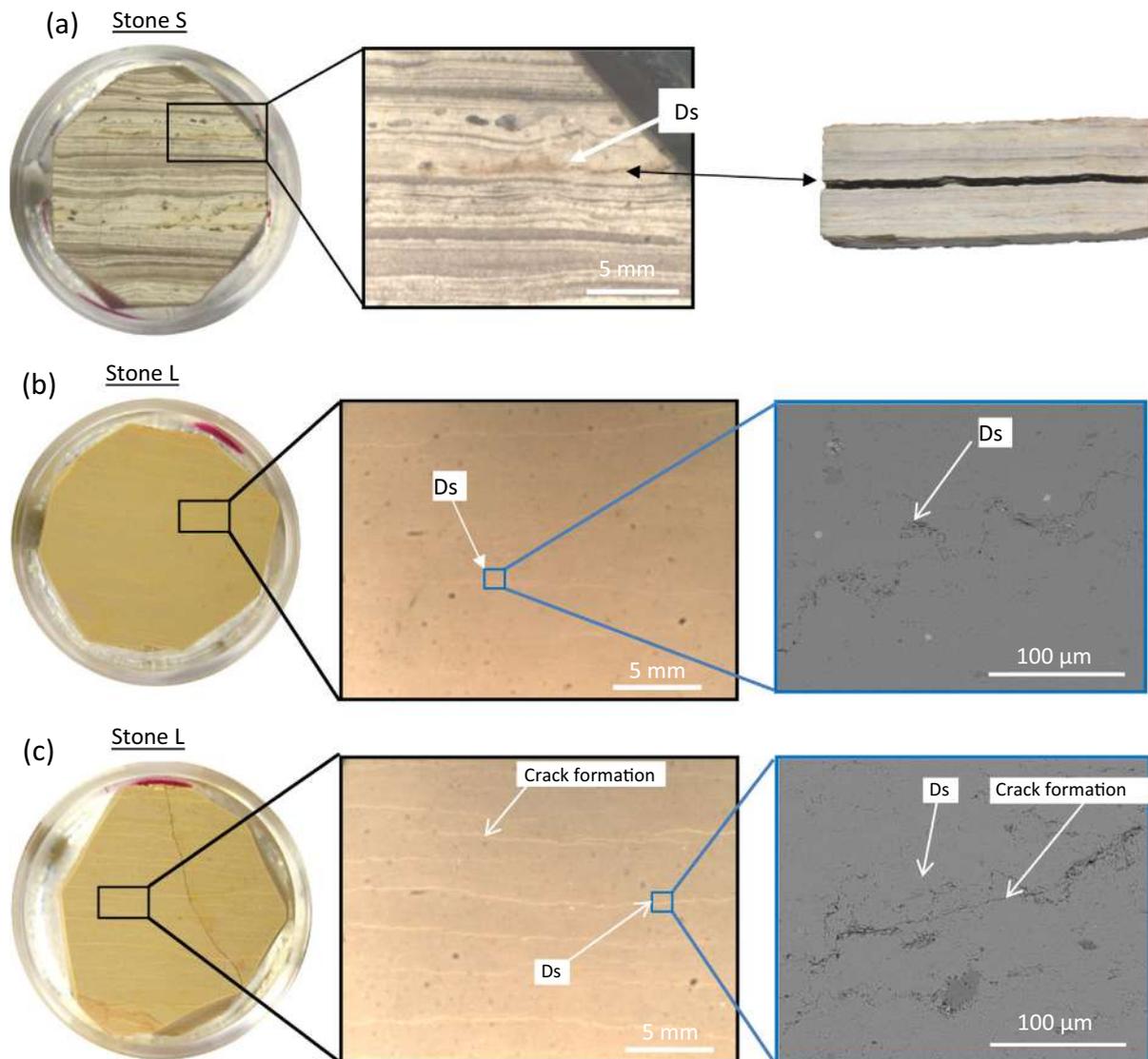
### 3.3. Discussion on the mechanical properties

Table 3 below presents the mechanicals parameters of each tile-stone at their initial state and after 94 cycles, determined by using a mixed numerical-experimental identification method based on the modal response of samples of tilestone.

As expected, there is a reduction of Young and shear modulus after the 94 cycles for damaged samples. Sample S presents a reduction of Young and shear modulus of about  $-42\%$  at the end of the cycles. These values are consistent to those used in the case of concrete which is  $40\%$  [22] for damaged specimens. In addition, we observed that for samples with partial damage (Sample L), the shear modulus decreased more than the Young modulus. This phenomenon is consistent with the process of damage occurring in this sample. In fact the existence of a horizontal crack indicates that the rock has undergone shear damage.



**Fig. 14.** Microscopic observation of flaw zone of stone S. The contrast of porosity is expressed by the gray level contrast. Ds is located among a highly porous zone (1), then it is weaker than zone (2).



**Fig. 15.** SEM BSE and optical microscope images comparison obtained from pre-existing diagenetic feature of sample S and sample L before and after freeze-thaw cycle at meso and micro scale. (a) Sample S break at pre-existing diagenetic features. (b) Pre-existing diagenetic features (Ds) exist and it is not very visible. (c) After freeze-thaw cycle cracks appear in the zone where there are pre-existing diagenetic features.

**Table 3**  
Comparison of mechanicals parameters before and after freeze-thaw cycles.

Mechanicals parameters		Stone L	Stone M	Stone S
E (GPa)	Before	61,88 ( $\pm 0,65$ )	63,98 ( $\pm 1,98$ )	64,38 ( $\pm 2,1$ )
	After	60,56 ( $\pm 1,12$ )	63,29 ( $\pm 1,66$ )	37,16
Evolution of Young's modulus		-2%	-1%	-42%
G (GPa)	Before	24,24 ( $\pm 0,31$ )	25,17 ( $\pm 0,48$ )	25,85 ( $\pm 0,39$ )
	After	20,84 ( $\pm 0,81$ )	24,85 ( $\pm 0,74$ )	14,77
Evolution of Shear Modulus		-14%	-1,3%	-43%

#### 4. Conclusions

This study investigates the freeze-thaw resistance of limestone roofing stone, selected from the last remaining active quarries in the southern region of the Massif Central, through a method based on the vibration response of the structure. The ongoing damage induced by freeze-thaw cycles was quantified from the loss of stiffness, obtained by FE model updating techniques, and the increase of damping monitored from the vibration response of beam samples. The main conclusions from the study can be summarized as follows:

- 1) Monitoring of frequency and damping ratio is actually efficient to measure damage occurring during the freeze-thaw cycle: while frequency monitoring allows assessing the occurrence of damage, damping ratio informs on its severity in the structure. The use of mixed numerical-experimental identification method applied on isotropic FE model, to assess dynamic mechanical parameters and damage, is effective.
- 2) Limestone tilestone with unimodal porous media consisting of essentially micropore are more frost resistant than limestone tilestone with bimodal porous media consisting

of partially mesopore. However, presence of pre-existing diagenetic features, such as stylolites (Ds in Nicholson classification), inside limestone tilestone with unimodal micropore, or with presence of high porosity volume, constitute weaknesses of the stone that can lead to damage.

Further investigations will concern on the one hand, the characterization of the damaging process occurring in this material by comparing the influence of thermal and hydric process, and on the other hand the improvement of the FEM (Finite Element Model)-based identification strategy, in order to account for the possible anisotropy of the stone structure induced by its sedimentary formation and possibly increased by the occurrence of local damage.

## Funding

This research is a part of the project LAUBAMAC financed by CGET of the Massif Central in France.

## Conflict of interest

None.

## Acknowledgements

The authors would like to acknowledge the tilestone quarries (Montdardier, Le Lauzas, Alla) for making available the samples that enabled us to conduct this study. The authors also wish to express their sincere appreciation to Christian Buisson, engineer, and Cathie O'Neill, director of the ABPS association and coordinator of the LAUBAMAC project, for their assistance in this work.

## References

- [1] E.A. Laycock, D. Jefferson, S. Hetherington, F. Clegg, C. Wood, Revitalising Collyweston limestone slate production by artificial freeze/thaw splitting, *Constr. Build. Mater.* 159 (2018) 486–498, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.10.039>.
- [2] V. Cárdenes, Á. Rubio-Ordóñez, J. Wichert, J.P. Cnudde, V. Cnudde, Petrography of roofing slates, *Earth-Sci. Rev.* 138 (2014) 435–453, <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2014.07.003>.
- [3] J.P. Ingham, Roofing slate, *Geomaterials Under Microsc.* (2013) 51–60.
- [4] N.H.M. Swinburne, C. Hemleben, The Plattenkalk facies: a deposit of several environments, *Geobios* (1994) 313–320.
- [5] V. Cárdenes, Á. Rubio-Ordóñez, C. Monterroso, F.J. Mateos, Guidelines for selecting roofing slate for the restoration of historical buildings and monuments: two case studies, *J. Cult. Herit.* 15 (2014) 203–208, <https://doi.org/10.1016/j.culher.2013.02.004>.
- [6] C. Walbert, J. Eslami, A.-L. Beaucour, A. Bourges, A. Noumouwe, Evolution of the mechanical behaviour of limestone subjected to freeze thaw cycles, *Environ. Earth Sci.* (2015) 6339–6351.
- [7] J. Eslami, C. Walbert, A.L. Beaucour, A. Bourges, A. Noumouwe, Influence of physical and mechanical properties on the durability of limestone subjected to freeze-thaw cycles, *Constr. Build. Mater.* 162 (2018) 420–429, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.031>.
- [8] E. Flugel, *Microfacies of Carbonate Rocks, Analysis, Interpretation and Application*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 2004. 10.1007/978-3-662-08726-8.
- [9] D.T. Nicholson, F.H. Nicholson, Physical deterioration of sedimentary rocks subjected to experimental freeze-thaw weathering, *Earth Surf. Process. Landforms.* 25 (2000) 1295–1307, [https://doi.org/10.1002/1096-9837\(200011\)25:12<1295::AID-ESP138>3.0.CO;2-E](https://doi.org/10.1002/1096-9837(200011)25:12<1295::AID-ESP138>3.0.CO;2-E).
- [10] P.R.I.C.K. Angélique, Critical degree of saturation as a threshold moisture level in frost weathering of limestones, *Permafrost. Periglac. Process.* 8 (1997) 91–99.
- [11] T.C. Chen, M.R. Yeung, N. Mori, Effect of water saturation on deterioration of welded tuff due to freeze-thaw action, *Cold Reg. Sci. Technol.* 38 (2004) 127–136, <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2003.10.001>.
- [12] M. Bellanger, F. Homand, J.M. Remy, Water behavior in limestones as a function of pore structure: application to frost resistance of some lorraine limestones, *Eng. Geol.* 36 (1993) 99–108.
- [13] A. Saad, S. Guedon, F. Martineau, Microstructural weathering of sedimentary rocks by freeze-thaw cycles: experimental study of state and transfer parameters, *Comptes Rendus Geosci.* (2010) 197–203.
- [14] Walbert Charlotte, Eslami Javad, Beaucour Anne-Lise, A. Bourges, A. Noumouwe, Evolution of the mechanical behaviour of limestone subjected to freeze thaw cycles, *Environ. Earth Sci.* (2015) 6339–6351.
- [15] J. Martínez-Martínez, D. Benavente, M. Gomez-Heras, L. Marco-Castaño, M.Á. García-Del-Cura, Non-linear decay of building stones during freeze-thaw weathering processes, *Constr. Build. Mater.* 38 (2013) 443–454, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.07.059>.
- [16] A. Saad, Influence du changement climatique et des conditions extrêmes sur les massifs fracturés: rôle des fluides dans leur processus d'altération (2011).
- [17] B. Christaras, F. Auger, E. Mosse, Determination of the moduli of elasticity of rocks. Comparison of the ultrasonic velocity and mechanical resonance frequency methods with direct static methods, *Mater. Struct.* 27 (1994) 222–228, <https://doi.org/10.1007/BF02473036>.
- [18] R.J. Allison, A non-destructive method of determining rock strength, *Earth Surf. Process. Landforms.* 13 (1988) 729–736, <https://doi.org/10.1002/esp.3290130807>.
- [19] A. Saad, M. Bost, The resonant frequency measurement and cracking evolution in rocks, *Rock Eng Difficult Gr. Cond. – Soft Rocks Karst – Proc. Reg. Symp. Int. Soc. Rock Mech, EUROCK 2009* (2010) 345–350.
- [20] H. Wu, Z. Liu, B. Sun, J. Yin, Experimental investigation on freeze-thaw durability of Portland cement pervious concrete (PCPC), *Constr. Build. Mater.* 117 (2016) 63–71, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.04.130>.
- [21] F. Matalkah, P. Soroushian, Freeze thaw and deicer salt scaling resistance of concrete prepared with alkali aluminosilicate cement, *Constr. Build. Mater.* 163 (2018) 200–213, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.119>.
- [22] M.S.M. Lund, K.K. Hansen, R. Brincker, A.H. Jensen, S.D.R. Amador, Evaluation of freeze-thaw durability of pervious concrete by use of operational modal analysis, *Cem. Concr. Res.* 106 (2018) 57–64, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.01.021>.
- [23] R. Brincker, C. Ventura, *Introduction to Operational Modal Analysis, 1 edition*, Wiley-Blackwell, 2015.
- [24] M.S. Cao, G.G. Sha, Y.F. Gao, W. Ostachowicz, Structural damage identification using damping: a compendium of uses and features, *Smart Mater. Struct.* 26 (2017), <https://doi.org/10.1088/1361-665X/aa550a>.
- [25] S. Shahzad, Detection of corrosion-induced damage in reinforced concrete beams based on structural damping identification, *Proc. 13th East Asia-Pacific Conf. Struct. Eng. Constr. G-2-4* (2013).
- [26] C. Modena, D. Sonda, D. Zonta, Damage localization in reinforced concrete structures by using damping measurements, *Key Eng. Mater.* 167–168 (1999) 132–141, <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.167-168.132>.
- [27] Y. Bodeur, The Upper Jurassic lithographic limestones of the Causse de Blandas-Montdardier (Languedoc, France) in their palaeostructural framework, *Geobios* 16 (1994) 219–225.
- [28] S.C.I.A.U. Jacques, Dans les pas des Dinaosaures des Causses: Inventaires des sites à empreintes, *Association Paléontologie des Causses* (2003).
- [29] AFNOR, NF EN Méthodes d'essai des pierres naturelles - Détermination des masses volumiques réelle et apparente et des porosités ouvertes et totale 1936 n.d.
- [30] European Committee for Standardization, EN 12371 Natural Stone tests methods: determination of frost resistance Bruxelles 1966.
- [31] S. Corn, P. Ienny, J.S. Dupuy, L. Daridon, Identification des propriétés viscoélastique d'un PMMA par analyse vibratoire: comparaison entre différentes méthodes expérimentales Abstract, *Cfm* (2009) 24–28.
- [32] J.D. Ewins *Modal Testing: Theory 1984 Practice and Applications Research Studies Pr.*
- [33] T.J. Chalko, N. Haritos, V. Gershkovich, Non-linear curve fitting for modal analysis, *Environ. Softw.* 11 (1996) 9–18, [https://doi.org/10.1016/S0266-9838\(96\)00016-0](https://doi.org/10.1016/S0266-9838(96)00016-0).
- [34] J. Cugnoni, Identification par recalage modal et fréquentiel des propriétés constitutives de coques en matériaux composites (2005) 251.
- [35] T. Lauwagie, H. Sol, G. Roebben, W. Heylen, Y. Shi, O. Van der Biest, Mixed numerical-experimental identification of elastic properties of orthotropic metal plates, *NDT E Int.* 36 (2003) 487–495, [https://doi.org/10.1016/S0963-8695\(03\)00048-3](https://doi.org/10.1016/S0963-8695(03)00048-3).
- [36] O.S. Salawu, Detection of structural damage through changes in frequency: a review, *Eng. Struct.* 19 (1997) 718–723, [https://doi.org/10.1016/S0141-0296\(96\)00149-6](https://doi.org/10.1016/S0141-0296(96)00149-6).
- [37] A.B. Harnik, U. Meier, A. Rosw, Combined influence of freezing and delcing salt on concrete – physical aspects, *Durab. Build. Mater. Components. ASTMSTP* 69 (1980) 474–484.
- [38] F. Renard, Three-dimensional roughness of stylolites in limestones, *J. Geophys. Res.* 109 (2004) B03209, <https://doi.org/10.1029/2003JB002555>.
- [39] P. Baud, A. Rolland, M. Heap, T. Xu, M. Nicolé, T. Ferrand, T. Reuschlé, R. Toussaint, N. Comil, Impact of stylolites on the mechanical strength of limestone, *Tectonophysics* 690 (2016) 4–20, <https://doi.org/10.1016/j.tecto.2016.03.004>.
- [40] L. Bruce Railsback, *An Atlas of Pressure Dissolution Features* (2001).

## ***Conclusion sur l'utilisation de l'analyse modale expérimentale pour caractériser l'endommagement des lauzes calcaires soumis à des cycles de gel-dégel***

Il était question dans ce chapitre de présenter les résultats de l'utilisation de l'analyse modale expérimentale pour caractériser et suivre l'endommagement des lauzes calcaires soumises à des cycles de gel-dégel. Les principales conclusions de l'étude concernent dans un premier temps l'efficacité de la méthode utilisée. En effet, il a été montré que le suivi de la fréquence propre et du taux d'amortissement est efficace pour mesurer les dégradations survenant pendant les cycles de gel-dégel : tandis que le suivi des fréquences propres permet d'évaluer l'occurrence et localiser les dégradations, le taux d'amortissement indique la gravité de ces dégradations dans la structure. L'utilisation d'une méthode d'identification mixte numérique-expérimentale appliquée sur un modèle élément fini isotrope ont en outre permis d'évaluer les paramètres mécaniques dynamiques et les dommages mécaniques encourus. Dans un deuxième temps, la source de l'endommagement engendré a été identifiée à partir d'observations faites dans la microstructure. Il s'avère que la présence de caractéristiques diagénétiques préexistantes, telles que les stylolites, à l'intérieur des lauzes calcaires constituent des zones de faiblesses de la pierre où les dégradations peuvent être initiées. Les investigations ultérieures à ces premiers résultats pourront porter, d'une part, sur la caractérisation des processus physiques se produisant dans ce matériau et qui conduisent à leur endommagement. Et, d'autre part, l'amélioration de la procédure d'analyse inverse pourrait être améliorée afin de mieux évaluer et tenir compte de l'anisotropie possible de la structure induite par sa formation sédimentaire et éventuellement accrue par les dommages survenant pendant les cyclages.



*« La pensée dérobe la matière, dans la connaissance du réel, et le réel est vaincu dans ce combat ponctuel, et tout recommence car le réel, préexistant, est inépuisable. Pourtant, sans cette pensée, le réel serait pour nous sans forme », M. Paty, 1993, La matière dérobée*

## **Chapitre V: Processus d'endommagement des lauzes calcaires du Massif central**

Lorsque les lauzes calcaires sont soumises à divers cycles de vieillissement (cycle de gel/dégel, cycle absorption/séchage, cycle choc thermique), elles font apparaître des dégradations qui sont liées à leurs caractéristiques diagénétiques préexistantes. L'intensité des processus thermiques et hydriques qui s'opèrent pendant les cyclages, sont à l'origine de ces dégradations qui peuvent s'observer à l'échelle microscopique, mésoscopique ou macroscopique. Ce chapitre s'articulera en deux parties, un premier sous forme d'article qui relatera les processus hydriques s'opérant pendant les cycles de gel/dégel pouvant conduire à l'endommagement de ces matériaux, évalué à partir des pertes de rigidité et des observations faites à l'échelle macroscopique. La deuxième partie de ce chapitre concernera l'évaluation de l'endommagement, évalué à partir des pertes de résistance et des observations faites à l'échelle macroscopique, lorsque ces matériaux subissent des cyclages d'absorption/séchage et de chocs thermiques.



***V.1) Caractérisation des processus hydriques se produisant pendant les cycles de gel/dégel***

***Article 2: The role of ice formation mechanisms occurring inside diagenetic features on limestone tilestone frost susceptibility assessment***

*(Submitted in August 2019 in Construction and Building Materials)*



**Title:** *The role of Ice formation mechanisms occurring inside diagenetic features on limestone tilestone frost susceptibility assessment*

**Authors:** Yannick Igor Fogue Djombou<sup>1</sup>, Philippe Devillers\*<sup>2</sup>, Stéphane Corn<sup>1</sup>, Eric Garcia-Diaz<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Centre des Matériaux des Mines d'Alès, IMT Mines Alès, Université de Montpellier, 6 avenue de Clavières, 30319, Alès Cedex, France

<sup>2</sup>Laboratoire Innovation Formes Architecture Milieux, Ecole Nationale Supérieure d'Architecture de Montpellier, 179 rue de l'Espérou, 34093, Montpellier CEDEX 5, France

\*corresponding author

**Highlights:**

- *Stylolites and incipient cracks are tilestones flaws where damages can initiate*
- *Stylolite morphology controls ice formation mechanisms occurring during freezing*
- *Degradation processes are related to ice formation mechanisms*
- *Frost susceptibility can be predicted by ice quantity assessment formed inside stylolite*

**Abstract:**

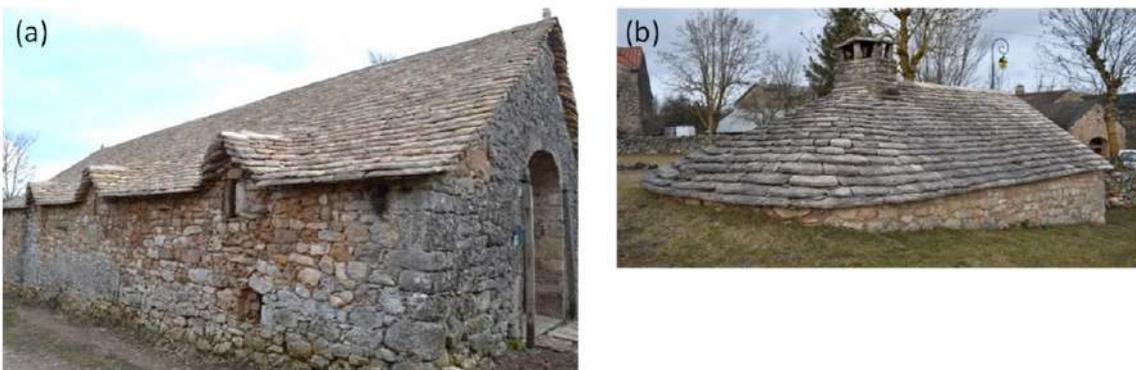
Limestone tilestone is a natural stone material, splits along horizontal lines of weakness of stone, used for roofing in many European regions, such as in the French "Massif Central" region, where it participates to the authenticity of the "Causses and Cévennes" perimeter registered on the UNESCO World Heritage List. When subjected to aggressive environmental conditions, a tilestone could undergo mechanical damage, compromising its roof sealing function. Previous studies show that damage arising in this material subject to freeze-thaw cycle is due to the presence of preexisting diagenetic features, such as stylolites, inside its structure. In this article, an investigation using Differential Scanning Calorimetry (DSC) on these pre-existing diagenetic features allows characterizing hydric processes involved in the freeze-thaw damage of these materials. The size and the shape of diagenetic features appear to be a determining factor on hydric processes and ice formation mechanisms occurring inside the pre-existing diagenetic features and thus on the frost susceptibility of the rock. Furthermore, the evaluation of the ice quantity formed inside the diagenetic features may constitute a criterion for predicting the frost vulnerability of this material.

**Keywords:**

**Freeze-thaw / sustainable building material / architectural heritage / low temperature calorimetry / ice formation mechanisms / diagenetic features / limestone roof tiles**

## 1. Introduction

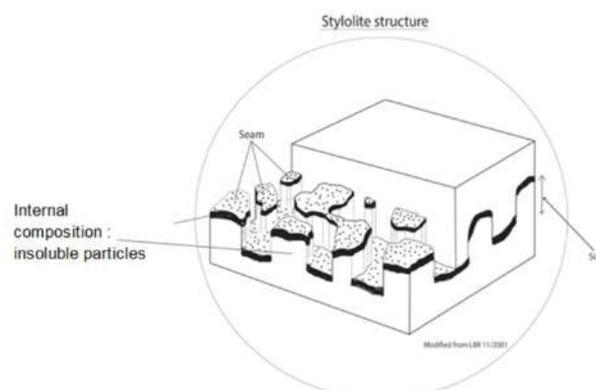
Limestone tilestone [1] is a sedimentary natural stone material, that splits along a horizontal zone of weakness in rock, used for roofing in many European regions, such as on traditional architecture (Fig. 1) in south of “Massif central” region in France. This material constitutes a key element of the Mediterranean agropastoral cultural landscape of the perimeter of “Causses and Cévennes” registered on the UNESCO World Heritage List.



*Fig. 1 Example of traditional architecture in “Massif central” region in France: (a) Farm, (b) Bread oven (Saint-andré-de-vézines - Aveyron-France)]*

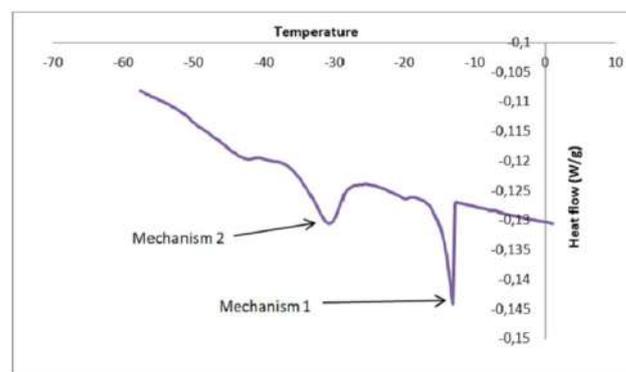
Previous study shows that this material subjected to freeze/thaw cycles could be damaged due to the presence of some pre-existing diagenetic features, such as stylolites, inside its structure [2]. In fact, presence of such flaws inside a nonporous unimodal material or material with high quantity of pores can constitute weaknesses of the rock that can lead to its damage [2]. Pre-existing diagenetic features formation depends on the various sedimentary processes leading to the formation of this stone [3]. The classification of pre-existing flaws proposed by Nicholson [4] will be adopted to describe the pre-existing diagenetic characteristics of the limestone tilestones that will be used on this study. These pre-existing diagenetic features, coupled with rock strength and textural properties, have an influence on the deterioration mode of limestone subject to freeze-thaw cycles [4]. In fact, while some pre-existing diagenetic features such as syndepositional deformation structures do not appear to influence

breakdown, others such as incipient fractures, cavities and minor lithological boundaries frequently coincide with concentrations of deterioration [4]. Stylolite (Ds in Nicholson classification) is a classical, and likely the most frequent diagenetic feature encountered in this sedimentary material [3]. This diagenetic feature results from the phenomenon of pressure-dissolution [3]. Pressure dissolution is the petrologic process wherein minerals dissolve as the result of pressure applied externally to them [5]. This process can start as shallow as 90 m during diagenesis in sedimentary basins [6] and still be active during high metamorphic conditions [7]. Thus, stylolites are rough surfaces of dissolution, lined by a thin layer of relatively insoluble particles, that are thought to accumulate while the major constituent of the rock, which is more soluble (e.g. carbonate, quartz) dissolves away [5]. Stylolite is characterized by its morphology, its size and its internal composition (Fig. 2). The size of this diagenetic feature can go from 1  $\mu\text{m}$  to 5 cm, and the internal compositions are mainly insoluble particles such as clay minerals, oxides, and organic matter [5]. This internal part of the stylolite can carry porous media due to the transport of the soluble element after their dissolution. This diagenetic feature is a zone of weakness since the porosity in the vicinity of this diagenetic feature is always higher than that of the host rock. Thus there is a significant strength reduction expected with the presence of a stylolite in a stone, even when thin and closed [2,4,8].



*Fig. 2 Three-dimensional block diagram of a layered rock with a horizontal stylolite. The front half of the upper rock mass has been removed to show the columns of the lower block [5]*

The crystallization of ice is an exothermic reaction, which is done in two stages, nucleation and crystal growth. In porous media, the adequate conditions of temperature and pressure for ice formation depend on the pore size [9]. The temperature of crystallization ranges from 0°C up to -80°C depending on the pore size [10]. Morphology of porous network controls the phenomenon of nucleation and crystal growth of ice inside the pore. Depending on pore network, two mechanisms of ice formation can occur. The first one is a heterogeneous nucleation in capillary pores, followed by a rapid growth and propagation of an ice front. The second one is a homogeneous nucleation in unconnected pores, not allowing the propagation of an ice front. These mechanisms are well observed in the curve obtained from Differential Scanning Calorimetry (DSC) tests. While the first mechanism is represented by a sharp pick on the heat flow curve, corresponding to an abrupt decrease of the heat flow, the second mechanism is represented by a more rounded curve (Fig. 3).



*Fig. 3 illustration of ice formation mechanism in DSC curve*

Previous studies show that, deterioration processes of limestone subject to freeze-thaw cycles are controlled by their physical parameters. One of the most relevant parameter is the water saturation degree. In fact, in literature, a saturation degree of 80% [9] or 70% [11] is proposed as a critical saturation degree. Beyond that threshold, limestone is damaged by frost. Moreover, the porous network characteristics such as the distribution of pore size, is also a physical parameter that influences deterioration of limestone subject to freeze-thaw cycles. Thus, Bellanger [12] proposes that grainstone,

with a bimodal porosity, a low saturation degree and a high volume of trapped air, is more resistant to frost than mudstone facies which has an unimodal, well-connected pore network, a high saturation degree and a low volume of trapped air. The influence of mechanical parameters like Young's modulus and transfer parameters like permeability is also investigated. Saad [13] found that rocks with high permeability and low Young's modulus are more frost resistant than rocks with low permeability and high Young's modulus. More recently, Eslami [14] studied the influence of physical and mechanical properties on the durability of limestone subjected to freeze-thaw cycles. Indeed, in this study the authors have proposed the possibility to predict frost damage of limestone from the ratio of the volume fraction of water to that of air rather than from only total porosity or saturation degree [14]. In most cases, non-destructive methods based on monitoring of wave velocity are used to monitor ongoing damage of limestone samples subject to freeze-thaw [14–16]. Moreover, Saad [17] has shown that although the vibration method and the ultrasonic method are two equivalent methods to characterize the damage, the vibration method is more suitable, because it is more sensitive to structural changes than the ultrasonic method [13,18]. However some limits to the use of the resonant frequency method were presented [13], such as the impossibility to discriminate two similar rocks with different frost damage sensitivities, or the inefficiency of the use of damping parameters, as it was calculated in this study, for monitoring damage. However, a recent study proposed a solution to solve these limits, by using a method based on the modal analysis, using natural frequency and damping ratio, of the vibration response for monitoring damage occurring during freeze-thaw test [2,19]. In fact, while frequency monitoring allows assessing the occurrence of damage, damping ratio informs on its severity in the structure [2]. The purpose of the present work is to study and characterize hydric processes occurring inside diagenetic features that lead to the damage of limestone tilestones. The first part of this paper concerns the assessment of damages occurring during freeze-thaw cycles, with the vibration monitoring methods, according to the

presence of pre-existing diagenetic features. Then the influence of the pre-existing diagenetic features morphology on the hydric processes and ice formation mechanisms occurring inside its porous zone is investigated. Finally, a criterion for predicting the frost susceptibility, which relies on the assessment of the ice quantity formed inside diagenetic features, is proposed.

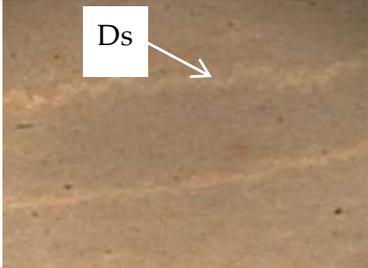
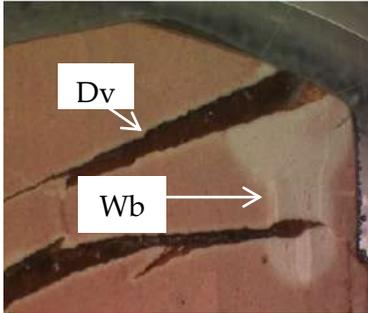
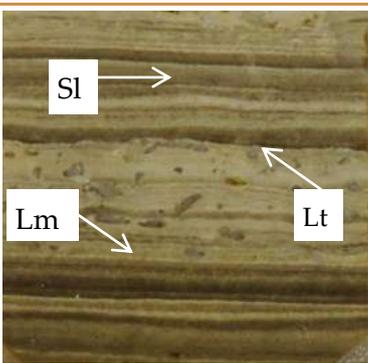
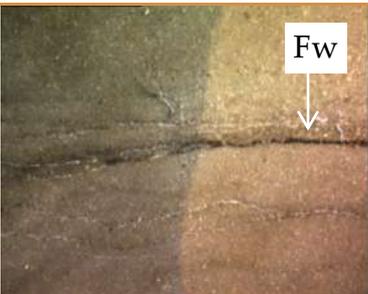
## ***2. Materials and Methods***

### ***2.1. Description of studied stones***

Limestone tilestone samples were taken from three active quarries of Montdardier, Laval-du-Tarn and Sauclière, located in departments of Gard, Lozère and Aveyron (in the southern area of the “Massif central” region in France). Beam-shaped samples were cut from each selected tilestone (samples M (Montardier quarry), samples L (Laval-du-Tarn quarry), and samples S (Sauclière quarry)). Stone L and M are micritic limestones [20] made of 97% of calcite and Stone S is gray dolomite with varying facies and sedimentary figures [21]. These stones have been chosen firstly because they are coming from one of the last remaining active quarries that produce limestone tilestone in France. Limestone tilestone has been widely used in the construction of vernacular and heritage architecture in the French “Massif Central”. Secondly they have been chosen because they exhibit classic diagenetic features often observed in this sedimentary stone at the material scale, according to the Nicholson classification [4]. In fact, from an optical microscope observation of a polished section of these samples, it is possible to distinguish diagenetic features such as: Of= primary diagenetic features (O) with shell fragments (f), Ds= diagenetic and metamorphic effect (D) with stylolites and pressure solution features (s); Dv= diagenetic and metamorphic effect (D) with mineral veins and healed fractures (v); Wb= weathering effects(W) with banding (b); Sl=primary depositional structure (S) with laminations (l); Lm= lithological variations (L) with variations in mineralogical composition (m); Lt= lithological variations (L) with truncated surface (t) F= fracture (F), weak incipient fractures (w), Strong incipient

fracture (s) (Table 1). The sampling has been done such as to have the entire pre-existing diagenetic feature mentioned above.

*Table 1 Pre-existing diagenetic feature and samples associated (Eg L1 = sample n°1 of Laval-du-Tarn quarry)*

Nicholson initial diagenetic feature	Samples	Diagenetic feature description	Example of illustration
<b>Ds</b>	L1, L2, L3, L4, L5, L6, L10, L14, M1, M9, M11, M13, M14, M15, S1, S2, S3, S4, S6, S8, S10	diagenetic and metamorphic effect with stylolites and pressure solution features	
<b>Dv</b>	L1, L2, L3, L4, L5, L6, L7, L8, L14	diagenetic and metamorphic effect with mineral veins and healed fractures	
<b>Wb</b>	L1, L2, L3, M1, M2	weathering effects with banding	
<b>Sl</b>	S1, S2, S3, S4, S5, S6, S7, S8, S9, S10	primary depositional structure with laminations	
<b>Lm</b>	S1, S2, S3, S4, S10	lithological variations with variations in mineralogical composition	
<b>Lt</b>	S1, S2, S3, S4, S10	lithological variations with truncated surface	
<b>Fw</b>	M1, M2, M17	Weak incipient fractures	

## 2.2. Physical characterization of the materials

### 2.2.1. Porosity characteristics

Water opened porosity were determined according to standard NF EN 1936. The water absorption at atmospheric pressure was measured so as to assess the saturation rate after 48 hours, according to the standard NF EN 13755. Table 2 summarizes these physical properties.

Table 2 porous characteristics of studied samples

	Stone L	Stone M	Stone S
Water opened porosity (%)	1,8	1,8	10,8
Apparent density (kg/m <sup>3</sup> )	2647	2630	2513
Saturated porosity at 48h (%)	1,5	1,7	9,1
S48 water-saturation coefficient (%)	80	95	85

### 2.2.2. Porous network

The mercury intrusion porosity was carried in Micromeritics' AutoPore IV 9500 Series mercury porosimeters and was performed on two fragments (less than 2 cm<sup>3</sup>) of each stone to investigate the pore size distribution. Stone L and M are very low porous material with unimodal porous networks consisting essentially of micropores (about 13 nanometers for sample L and less than 7 nanometers for sample M since there was no intrusion of mercury during the test). Whereas the stone S is a more porous medium with a bimodal porous network consisting in majority of mesopores (between 100 nm and 1000 nm) and a small amount of micropores.

### 2.2.3. Water capillary absorption

Water capillary absorption has been evaluated according to the standard NF EN 1925 and sorption isotherms have been obtained by using the static gravimetric method. Results are consigned in Table 3.

Table 3 capillary water absorption of samples studied

Sample	L	S	M
Absorption coefficient (g/cm <sup>2</sup> /√s)	2,32	30,24	0,36

The study of capillarity presents materials with weak absorbency for the microporous materials of Montdardier and Laval-du-Tarn (less than 5 g/cm<sup>2</sup>/√s), and of average absorbency for materials of Sauclière (about 30 g/cm<sup>2</sup>/√s).

### ***2.3. Determination of crystallization temperature inside pore***

On the purpose to assess the crystallization temperatures of the water within the pores of the matrix of materials, specimens were tested by Differential Scanning Calorimetry (DSC) over a temperature range from approximately -30° C to 20° C, with a scanning rate of 10° C per minute. The energy released during the fusion or crystallization of water corresponds to the area between the curve and the asymptote at the base of the curve.

### ***2.4. Quantity of ice grown inside the pore during freeze***

The data obtained from Differential Scanning Calorimetry (DSC) measurements were analysed with the software of the Pyris device so as to obtain the phase change temperatures T and the energy released  $\Delta H_{\text{cris}}$  during the phase change corresponding to the area under the peaks. The enthalpy of phase change  $\Delta H_{\text{ice}}$  at temperature T is given by the formula from Matala [22], equation (1):

$$\Delta H_{\text{ice}} = 334 + 4.83 \cdot T + 0.0125 T^2 \quad (1)$$

So the ice quantity  $\chi$  (in g / g) formed during freeze inside the pores, is determined by the equation (2) below:

$$\chi = \frac{\Delta H_{\text{cris}}}{\Delta H_{\text{ice}}} \quad (2)$$

### ***2.5. Stylolite morphology characterization***

SEM observation allows determining the stylolite characteristics such as size and internal composition with the measurement and chemical analysis on BSE image. On the purpose to characterize stylolite morphology, an indicator of shrinkage  $\Phi$  is used. This parameter corresponds to the average of the ratio between the amplitude of the

peaks and their width at their base (Fig. 4). Moreover, the porosity inside the stylolite has been assessed by image analysis with the software ImageJ.

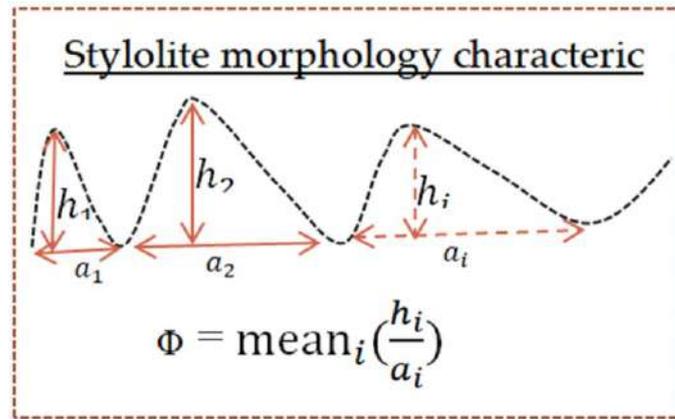


Fig. 4 stylolite morphology characterization

#### 2.6. Vibration monitoring method

A Kistler instrumented hammer was used to impact the sample so as to produce vibration of the structure. From a Kistler accelerometer sensor installed on the sample, the transient response is acquired with a National Instruments (NI) acquisition system (USB-4431) and the corresponding Frequency Response Function (FRF) is computed through an FFT algorithm embedded in Modal View software. Specimens are "suspended" by using soft foam supports, which allows considering free-free boundary conditions of the beam in the ongoing eigen-parameters calculations[23]. And Modal analysis is performed by using the curve fitting of FRF technique available in the Modal View Software. This method basically consists in interpolating the measurement points of the FRF in the vicinity of each frequency peak with a parameterized function of the damped vibration response of a single-dof model [24]. From the FRF fit, the natural frequencies ( $f_i(n)$ ) and the damping ratio ( $DR_i(n)$ ) of mode  $i$  after  $n$  cycles are extracted and monitored for the first three modes after each sequence of  $n$  cycles [24,25]. The damage monitoring was carried by calculating the loss of stiffness with the Relative Dynamic Elastic Modulus rate for each mode  $i$  ( $RDEM_i(n)$ ) obtained after every  $n$  cycle. The severity of the damage was quantified

with the damping ratio (DR(n)) corresponding to the maximum of (DRi(n)). The RDEMi(n) of the specimen is determined with the following equation (3):

$$RDEM_i(n) = \left(1 - \frac{f_i^2(n)}{f_i^2(0)}\right) \times 100 \quad (3)$$

Where,  $f_i(n)$  = natural frequency of mode  $i$  after  $n$  cycles of freezing and thawing,  $f_i(0)$  = initial natural frequency of mode  $i$ .

### 2.7. Freeze/thaw test setups

Several tests were performed on samples so as to study the effect of hydric process on the damage of this material. Freeze/thaw tests for this study was carried in a Dycometal freezing chamber (model CHD - 525). Four types of freeze/thaw cycles were performed:

- **Cycle FT1:** *This test was defined according to meteorological data of the studied geographical area, from the website infoclimat.fr. The data used for establishing the cycle are the hourly data for the period 1981-2010, from 5 weather stations: Gourdon (Lot), Mende-Brenoux (Lozère), Mende-Chabrits (Lozère), Millau-Soulobres (Aveyron), Rodez (Aveyron). Data analysis consisted of taking the days with the highest daily temperature amplitude, and selecting among those days those with the lowest temperatures (below -5 °C). The cycling test developed from this analysis consists in 4 parts: (1) decreases of temperature in chamber from 10°C to -12°C for 30min without water, (2) constant freezing temperature in chamber at -12°C for 1h30, (3) augmentation of temperature in chamber from -12°C to 10°C for 30min, (4) constant thawing temperature in chamber at 10°C for 1h30 under water.*
- **Cycle FT2:** *This cycling has been defined on the basis of the recommendations of the standard currently used for testing the resistance of these materials when subjected to freeze-thaw cycles: standard 12 731.*
- **Cycle FT3:** *this test was performed so as to be harsher than standard for natural stone (EN 12371) and consists in four parts: (1) decreases of temperature in chamber from 10°C to -30°C for 30min without water, (2) constant freezing temperature in chamber*

at -30°C for 1h30, (3) augmentation of temperature in chamber from -30°C to 10°C for 30min, (4) constant thawing temperature in chamber at 10°C for 1h30 under water.

- **Cycle FT4:** This cycling was defined as the previous cycling, but making it even more severe by increasing the amplitude between the minimum and maximum temperatures, and it consists in four parts: (1) decreases of temperature in chamber from 20°C to -30°C for 30min without water, (2) constant freezing temperature in chamber at -30°C for 1h30, (3) augmentation of temperature in chamber from -30°C to 20°C for 30min, (4) constant thawing temperature in chamber at 20°C for 1h30 under water.

Before beginning the cycles, all the samples (Table 4) were saturated by immersing them for 48 hours at 20°C. Thawing is done under water in order to keep the ratio of water constant in the sample.

Table 4 samples subjected to freeze/thaw cycles

Freeze/thaw cycle	Sampled tested
FT1	L9, L10, L11, L12, L13, M9, M10, M11, M12, M13, S5, S6, S7, S8, S9
FT2	L14, M14, M15, M16, S10
FT3	L1, L2, L3, L4, L5, L6, L7, L8, M1, M2, M3, M4, M5, M6, M7, M8, M17, S1, S2, S3, S4
FT4	L9, L10, L11, L12, L13, M9, M10, M11, M12, M13, S5, S6, S7, S8, S9

### 3. Experimental data

#### 3.1. Damages occurred during freeze/thaw cycles related to the diagenetic feature and the severity of the cycling test

The first result of this study concerns the damage occurred inside the samples during different freeze-thaw cycles. Table 5 expresses the damage occurred after 50 cycles of each sample. A sample is considered as high damaged if its RDEM is superior to 40% or it exhibits a crack (DR superior to 2%). Samples with RDEM between 10% to 40% carry a beginning of damage inside their structure and considered as exhibiting average damage. Samples with RDEM lower than 10% present low damage. The majority of sample who carried diagenetic feature Ds or Fw present high RDEM. As previously stated, high RDEM is a manifestation of damages occurring on this material

[2]. Furthermore, cycles FT3 and FT4 carrying harsher cycle condition (minimum temperature (-30°C for FT3/FT4 against -12°C for FT1/FT2), and higher temperature amplitude (-50°C for FT4 against -22°C for FT1)) are the most concerned by the damage. In fact, during these cycling tests, samples carrying diagenetic flaws (Ds and Fw) exhibit either early damages, or at the end of the cycling test average and high RDEM. However, cycle FT2 who has soft cycling condition present also samples with early damage. This is probably due to the initial state severity of the flaws inside the samples. This observation is consistent with the result obtain in other samples carrying inside their structure same flaws, but exhibiting different RDEM.

*Table 5 comparison of damaging rate of samples after 50 FT cycles. Samples with Ds or Fw are underlined*

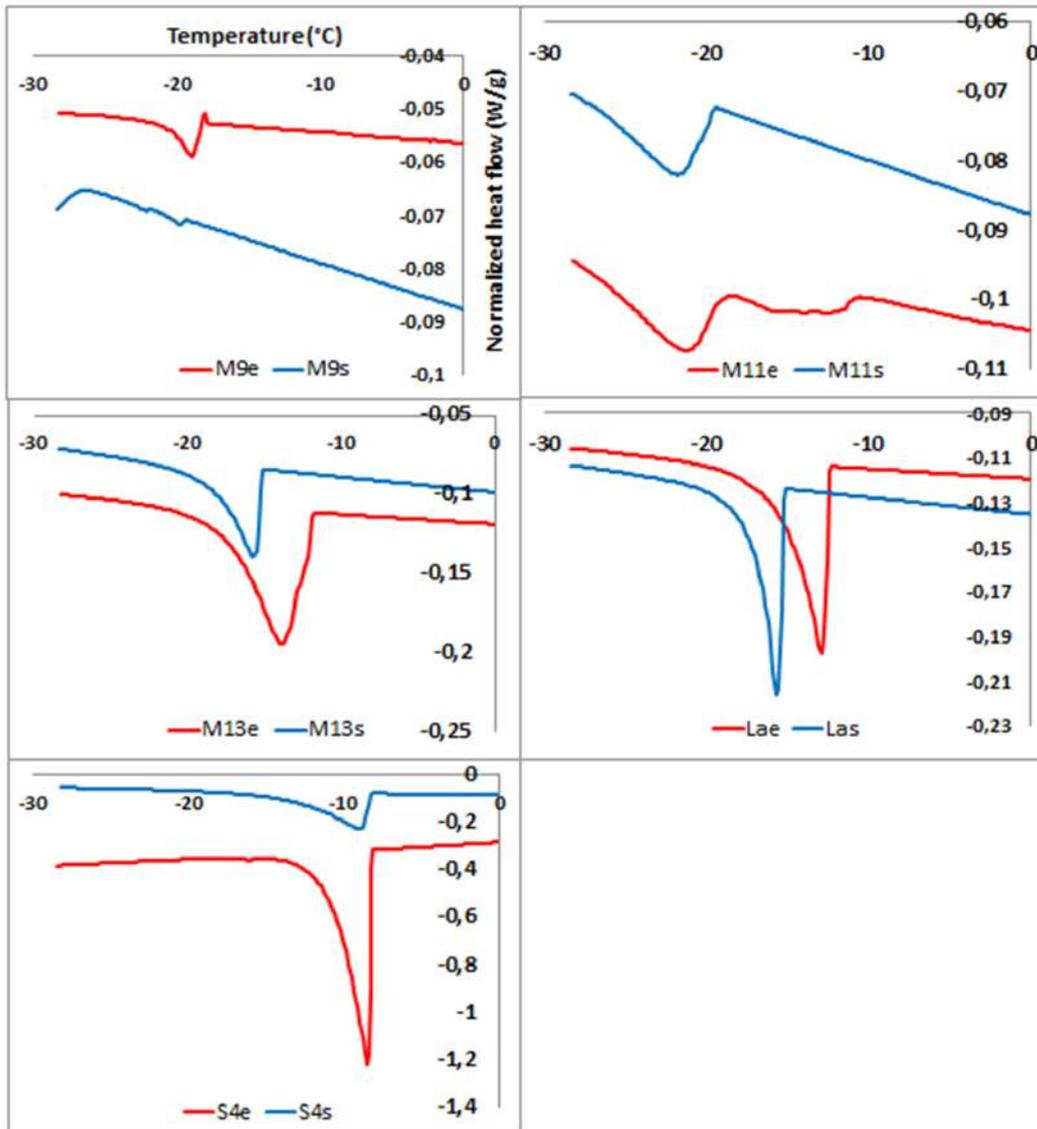
<b>Damage level after 50 cycles</b>	<b>FT1</b>	<b>FT2</b>	<b>FT3</b>	<b>FT4</b>
<b>Low</b>	L9, L11, L12, L13, S5, <u>M9</u> , M10, <u>M11</u> , M12,	M16, <u>L14</u>	M3, M4, M5, M6, M7, M8, L7, <u>L6</u> , L7, L8	<u>M11</u> , M12, L11, L12, L13
<b>Average</b>	<u>L10</u> , S3, <u>S8</u> , S9, <u>M13</u>		<u>M2</u> , <u>L1</u> , <u>L2</u> , L3, <u>L4</u> , <u>L5</u>	M10, L9, <u>L10</u> , S5, S7, S9,
<b>High</b>	<u>S6</u>	<u>M14</u> , <u>M15</u> , <u>S10</u> ,	<u>M1</u> , <u>M17</u> , <u>S1</u> , <u>S2</u> , <u>S3</u> , <u>S4</u>	<u>M9</u> , <u>M13</u> , <u>S6</u> , <u>S8</u> ,
<b>Minimum No. cycle when damage occurred</b>	25	15	31	10

Thus, damages occurring on samples are related to the presence of pre-existing diagenetic flaws (stylolite) inside them, and depend on their initial severity. Following results will concern further investigation on these diagenetic flaws.

### *3.2. Influence of diagenetic characteristics on ice growing mechanisms occurring inside its porous network during freezing*

On the purpose to characterize hydric processes occurring during damaging process inside porosity, specimens were examined by Differential Scanning Calorimetry (DSC)

methods over a temperature range from approximately  $-30^{\circ}\text{C}$  to  $20^{\circ}\text{C}$ , with a scanning rate of  $10^{\circ}\text{C}$  per minute. The specimens are taken from sample (M9, M13, M11, L1 and S4) so as to have all the degradation cases with samples carrying stylolite inside their structure. Figure 4 represents normalized heat flow endo up (W/g) for each specimen with stylolite (M9e, M11e, L1e, and S4e) and without stylolite (M9s, M11s, L1s, and S4s) (Fig. 5). The first observations made on this curve concerns their form. Some of them present a sharp peak (L1e, L1s, M9e, M13e, M13s, S4e and S4s) and other a rounded peak (M11s and M11e). These curve forms correspond to the ice formation mechanisms occurring inside the pores. In fact, the first mechanism of ice formation, represented by a sharp peak, corresponds to heterogeneous nucleation in capillary pores, associated to a rapid growth and ice-front propagation. The second mechanism, represented by a rounded peak, corresponds to a heterogeneous nucleation in separated pores that do not allow the propagation of an ice front.



*Fig. 5 example of comparison of normalized heat flow endo up between specimens with DS and specimen without DS*

Furthermore, the assessment of the quantity of ice produced inside pores during freezing and the ice formation temperature, indicate that the presence of stylolite induces the increase of ice produced quantity inside the pores (Fig. 6). For some samples, this ice quantity increasing is followed by the increase of the ice formation temperature. These ice growing processes have obviously influence on damaging process occurring inside the stone.

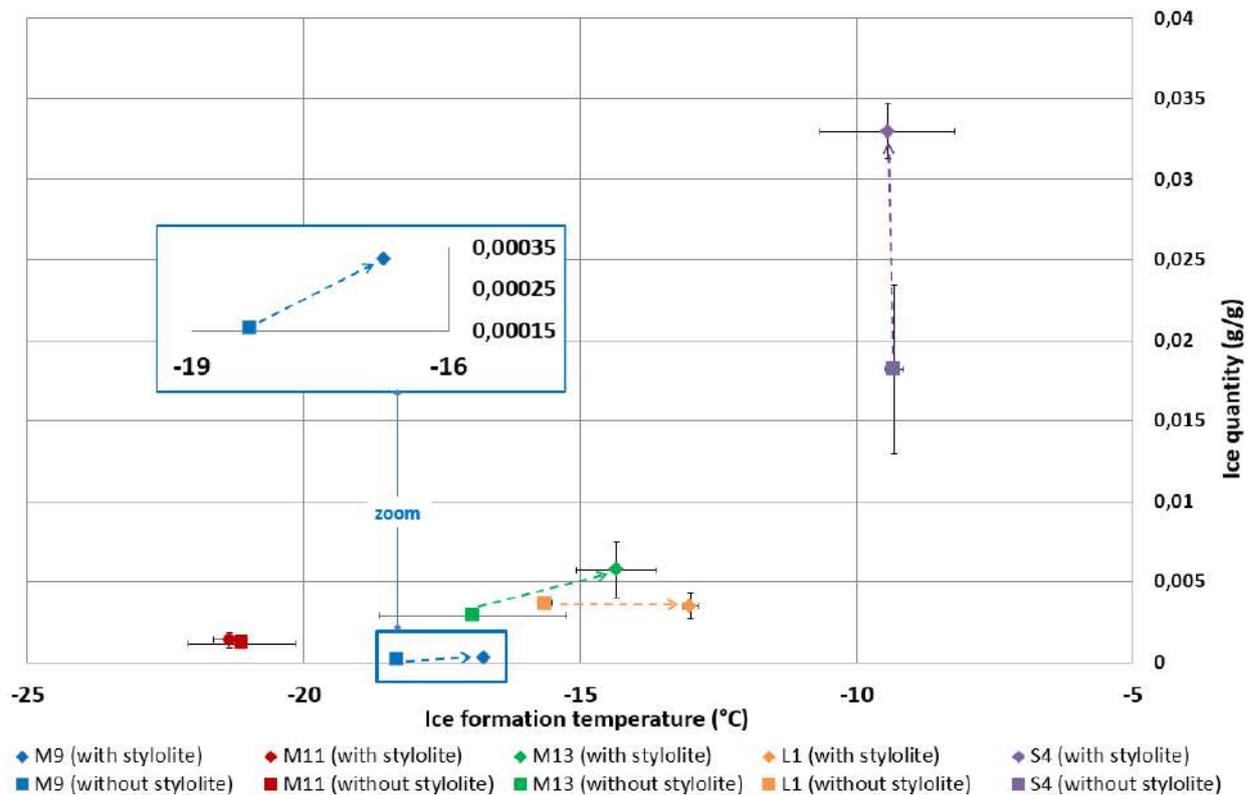
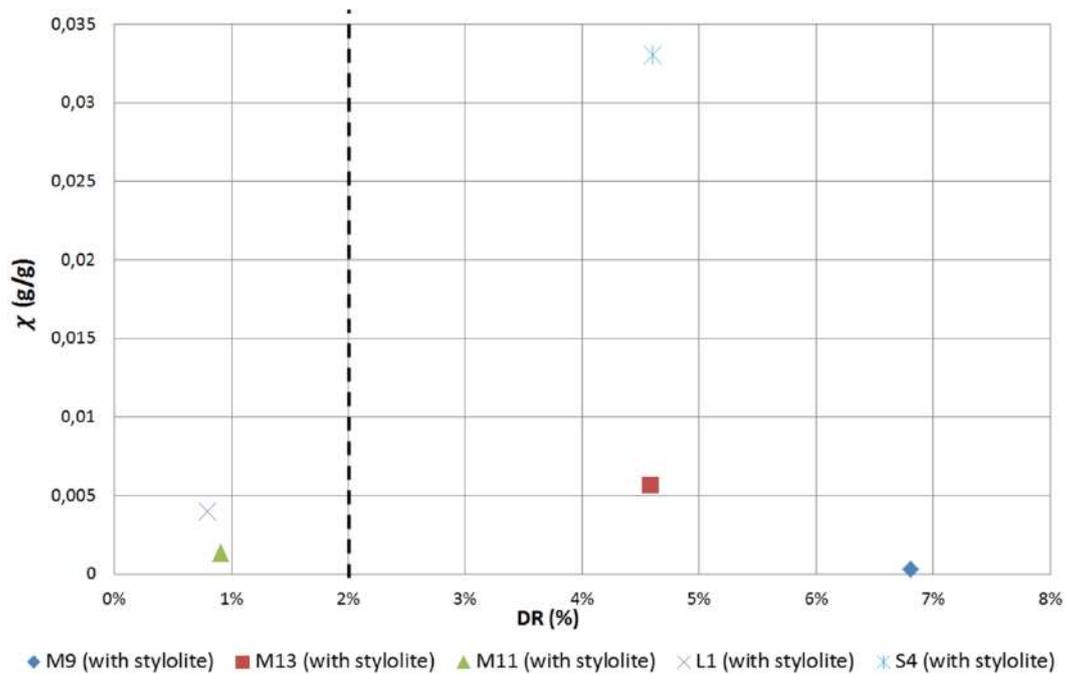


Fig. 6 comparison of ice formed quantity and the ice formation temperature between samples with stylolite and samples without stylolite

#### 4. Results

##### 4.1. Influence of growing ice mechanisms on the damaging process

As stated in the previous paragraph, the presence of stylolite inside the specimens induces the increase of the ice formation temperature and the amount of ice produced inside the stylolite. The comparison of DR with the Ice quantity formed (Fig. 7) shows that whereas samples with low ice quantity ( $\chi < 5 \text{ mg/g}$ ) have not been damaged (L1, M11), samples carrying high ice quantity have been damaged (M13, S4). However, sample M9, which has been damaged, presents also low ice quantity. This means that only the quantity of ice formed cannot explain the damage.



*Fig. 7 comparison between ice growing and damage severity*

Moreover, among samples where damages occurred, such as sample M9, the low temperature calorimetry curves present a sharp peak, corresponding to heterogeneous nucleation in capillary pores, associated to a rapid growth and ice-front propagation. Whereas, despite the fact that sample M11 carry stylolite, the low temperature calorimetry curve presents a rounded peak, corresponding to a heterogeneous nucleation in separated pores. To sum up, both the ice quantity formed and the ice formation mechanisms participate to the damage processes but are not enough to explain all phenomena that occur occurring. These ices formations processes are influenced the by the morphology of the diagenetic flaw.

#### *4.2. Influence of morphology of the diagenetic feature on the damaging process*

Although the presence of stylolite in the material led to the degradation of some samples, some of them resisted to cycling test. Fig. 8 shows images taken with SEM, at the surround of diagenetic feature of sample exhibiting 3 levels of frost resistance (M9 damaged after 35 FT4 cycles, M13 damaged after 15 FT4 cycles, M11 any damage occurred).

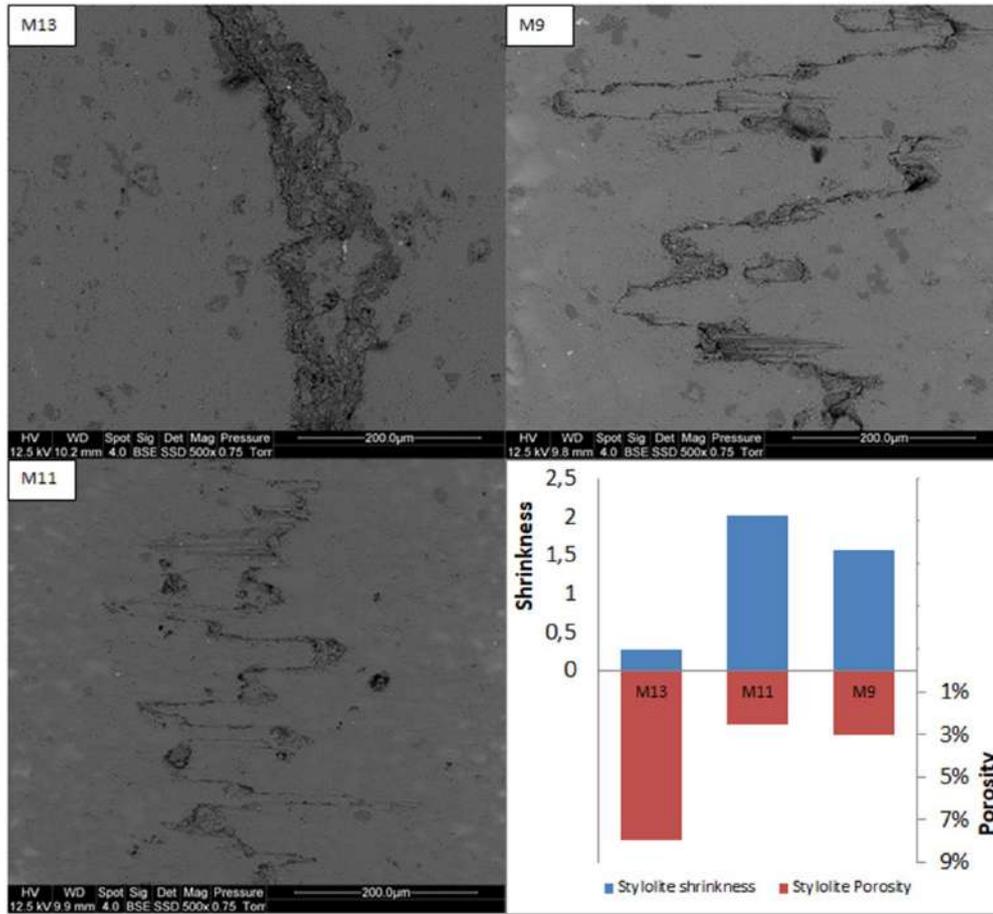


Fig. 8 SEM observation of different size of stylolite on rock M

The SEM observation of these stylolites shows 3 morphologies of stylolite with different level of shrinkage rate  $\Phi$ . Moreover, the assessment of the porosity, by image analysis, at the surround of the stylolite shows that when shrinkage rate  $\Phi$  is high, the zone is less porous, which is not the case for sample with low shrinkage rate  $\Phi$ . Thus, morphology of well-spaced stylolite pics and with low shrinkage rate  $\Phi$  (M9 and M13) induces an increasing of the size and the amount of pore at the surround of the stylolite. This setting has effect to increase the ice formation temperature and the quantity of ice formed. Moreover, the increase of the porosity in this zone makes it less resistant. Fig. 9 shows the types of damage that can occur at the surround of stylolite, observed on previous study on this material subjected to freeze/thaw cycle [2]. There are cracks formed because of the strains associated to the hydric and thermal processes that accumulate at this zone of weakness.

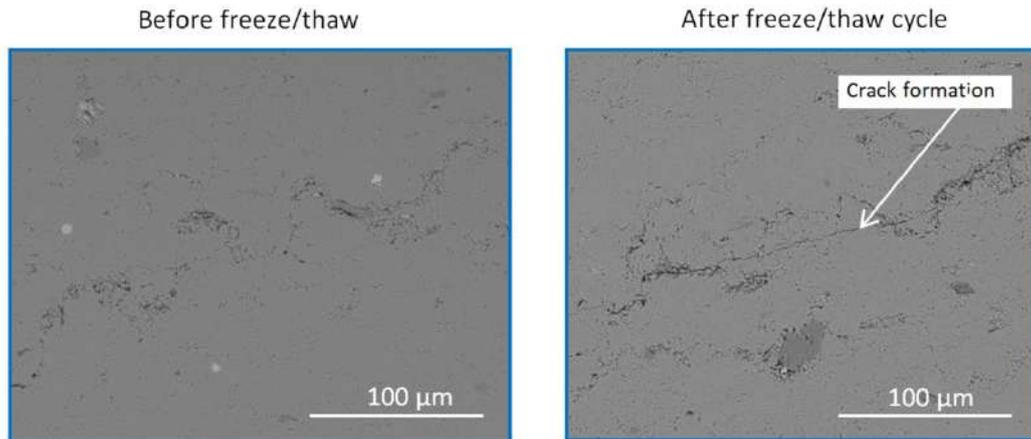


Fig. 9 comparison of stylolite before and after 94 freeze/thaw cycles [2]

#### 4.3. Discussion: low temperature calorimetry as tools for predicting the frost susceptibility of limestone

Previous paragraphs allowed assessing the importance of the diagenetic features on the hydric damaging process of this material subjected to freeze/thaw cycles. Presence of stylolite or weak incipient fracture inside the matrix can constitute flaw or weakness that can lead to damage of the material. In fact, presence of these flaws implies an increase of pore quantity at their surround. This porous zone induces a decrease of the resistance and provides a space where more ice can be formed. All these observations have been confirmed by the low temperature calorimetry curves obtained by DSC tests and MEB observations. The porous network characterization obtained by mercury intrusion porosity appears to be an inefficient method for the damage processes characterization of these materials. In fact, some of these materials, have not been penetrated by mercury, and the flaws study were not being identified. Meanwhile, the representation of the ratio between the ice quantity formed on sample with stylolites and sample without stylolites, and the severity of damage occurred (DR) at the of cycling test, there is a trend showing that the higher the ratio of ice quantity formed, the higher the damage severity. Thus, according to these results (Fig. 10) an increase of more than a threshold from 1.3 to 1.8 time of ice quantity formed between a sample with stylolite and without stylolite shows that sample is frost susceptible.

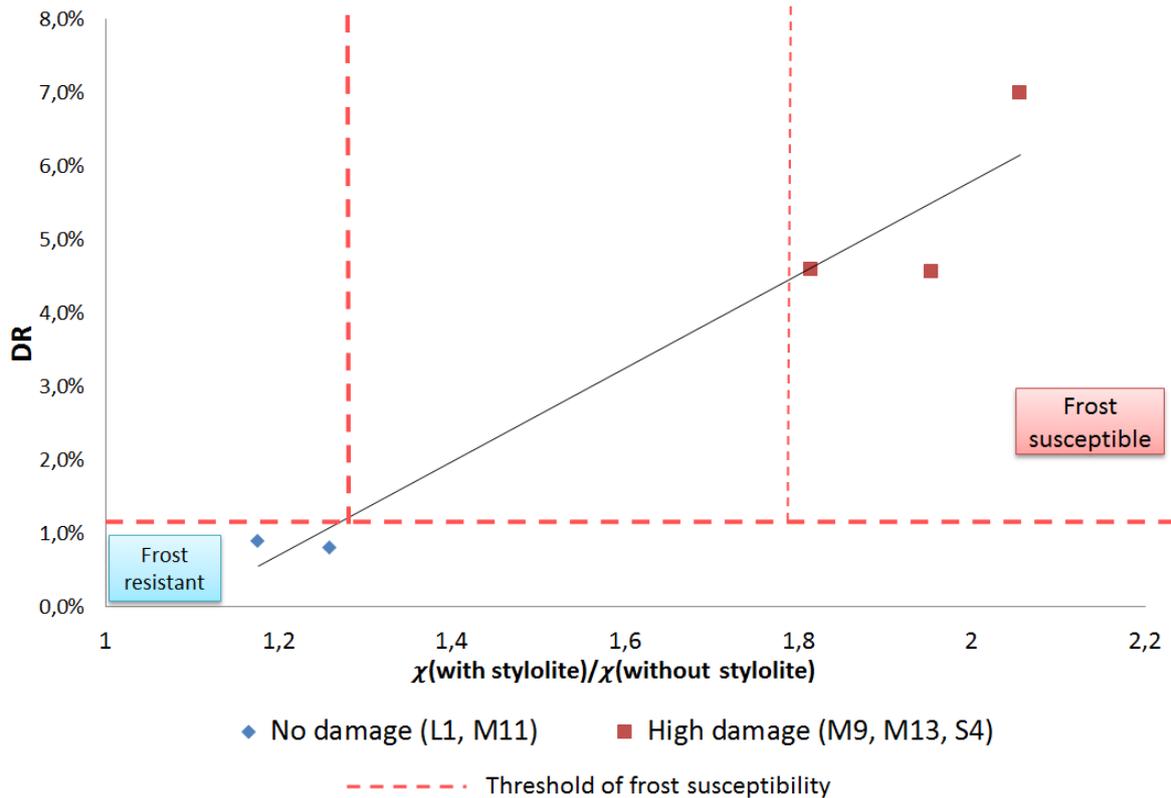


Fig. 10 comparison of ice quantity formed between samples with stylolite and without stylolite and the damage occurring

These parameters can constitute a criterion to predict easily and quickly the frost susceptibility of these materials.

### 5. Conclusions

The purpose of this study was to characterize hydric processes occurring inside diagenetic features of limestone tilestones that lead to their damage when they are subjected to freeze-thaw cycles. The first part of the study assesses the frost susceptibility of this material, using a vibration based damage monitoring method. Results prove that damages are related to the presence of pre-existing diagenetic feature inside their structure and the severity of the test. Then a characterization of ice growing mechanisms and the hydric processes occurring inside diagenetic features during freezing is investigated. This leads to establish a correlation between frost susceptibility and the morphology of the pre-existing diagenetic feature. Finally, a

criterion of the frost sensitivity prediction is proposed according to the result of low temperature calorimetry measurements. The main conclusions from the study are summarized as follows:

- 1) *Pre-existing diagenetic features such as stylolite or incipient crack constitute weaknesses of this material. Morphology of stylolite influences the ice formation process and then the frost sensitivity of specimens.*
- 2) *Hydric processes that lead to degradation of these materials are associated to the first mechanism of ice formation corresponding to a heterogeneous nucleation in the capillary pores, followed by a rapid growth and the propagation of an ice front.*
- 3) *The low temperature calorimetry constitutes a practical tool for predicting quickly and easily the frost susceptibility of limestone. Specimens that exhibit an increase of more than a threshold going from 1.3 to 1.8 time of ice quantity inside their diagenetic flaws compared to their healthy matrix are frost susceptible.*

The following studies will concern the geological processes analysis that lead to the formation of stylolites, so as to determine the most suitable deposits for good quality limestone tilestones production. In addition, a more precise criterion based on the ratio between the quantity of ice formed in the diagenetic features and the healthy matrix, will be investigated by using the low temperature calorimetry technics on more samples.

### **Funding**

This research is a part of the project LAUBAMAC financed by CGET of the Massif Central in France.

### **Acknowledgements**

The authors would like to acknowledge the tilestone quarries (Montdardier, SAS Lauzas, ALLA) for making available the samples that enabled us to conduct this study.

### **Bibliography**

[1] E.A. Laycock, D. Jefferson, S. Hetherington, F. Clegg, C. Wood, Revitalising

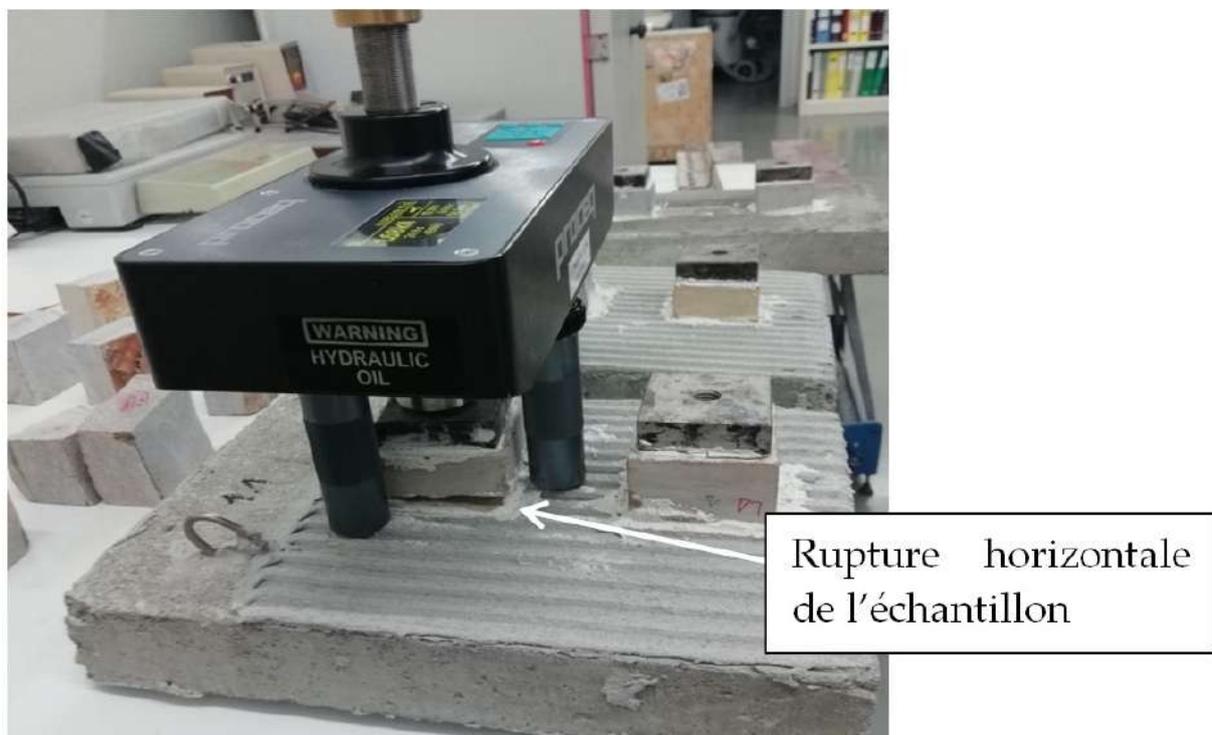
- Collyweston limestone slate production by artificial freeze/thaw splitting, *Constr. Build. Mater.* 159 (2018) 486–498. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.10.039.
- [2] Y.I. Fogue Djombou, S. Corn, L. Clerc, D. Salze, E. Garcia-Diaz, Freeze-thaw resistance of limestone roofing tiles assessed through impulse vibration monitoring and finite element modeling in relation to their microstructure, *Constr. Build. Mater.* 205 (2019) 656–667. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.211>.
- [3] E. Flugel, *Microfacies of Carbonate Rocks. Analysis, Interpretation and Application*, Berlin, Heidelberg, New York: Springer-Verlag, 2004. doi:10.1007/978-3-662-08726-8.
- [4] D.T. Nicholson, F.H. Nicholson, Physical deterioration of sedimentary rocks subjected to experimental freeze-thaw weathering, *Earth Surf. Process. Landforms.* 25 (2000) 1295–1307. doi:10.1002/1096-9837(200011)25:12<1295::AID-ESP138>3.0.CO;2-E.
- [5] L. Bruce Railsback, *An Atlas of Pressure Dissolution Features*, (2001). <http://www.gly.uga.edu/railsback/PDFintro1.html>.
- [6] R. Tada, R. Siever, Pressure Solution during Diagenesis, *Annu. Rev. Earth Planet. Sci.* 17 (1989) 89–118.
- [7] A. Beach, Pressure solution as a metamorphic process in deformed terrigenous sedimentary rocks, *Lithos.* 12 (1979) 51–58.
- [8] P. Baud, A. Rolland, M. Heap, T. Xu, M. Nicolé, T. Ferrand, T. Reuschlé, R. Toussaint, N. Conil, Impact of stylolites on the mechanical strength of limestone, *Tectonophysics.* 690 (2016) 4–20. doi:10.1016/j.tecto.2016.03.004.
- [9] A. Prick, Critical Degree of saturation as a Threshold Moisture Level in Frost Weathering of Limestones, *Permafr. Periglac. Process.* 8 (1997) 91–99.
- [10] A.B. Harnik, U. Meier, A. Rosw, Combined Influence of Freezing and Delcing Salt on Concrete—Physical Aspects, *Durab. Build. Mater. Components. ASTMSTP* 69 (1980) 474–484.
- [11] T.C. Chen, M.R. Yeung, N. Mori, Effect of water saturation on deterioration of welded tuff due to freeze-thaw action, *Cold Reg. Sci. Technol.* 38 (2004) 127–136. doi:10.1016/j.coldregions.2003.10.001.
- [12] M. Bellanger, F. Homand, J.M. Remy, Water behavior in limestones as a function of pore structure: application to frost resistance of some lorraine limestones., *Eng. Geol.* 36 (1993) 99–108.
- [13] A. Saad, S. Guedon, F. Martineau, Microstructural weathering of sedimentary rocks by freeze-thaw cycles: Experimental study of state and transfer parameters., *Comptes Rendus Geosci.* (2010) 197–203.
- [14] J. Eslami, C. Walbert, A.L. Beaucour, A. Bourges, A. Noumowe, Influence of physical and mechanical properties on the durability of limestone subjected to freeze-thaw cycles, *Constr. Build. Mater.* 162 (2018) 420–429. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.12.031.

- [15] C. Walbert, J. Eslami, A.-L. Beaucour, A. Bourges, A. Noumouwe, Evolution of the mechanical behaviour of limestone subjected to freeze thaw cycles, *Environ. Earth Sci.* (2015) 6339–6351.
- [16] J. Martínez-Martínez, D. Benavente, M. Gomez-Heras, L. Marco-Castaño, M.Á. García-Del-Cura, Non-linear decay of building stones during freeze-thaw weathering processes, *Constr. Build. Mater.* 38 (2013) 443–454. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.07.059.
- [17] A. Saad, Influence du changement climatique et des conditions extrêmes sur les massifs fracturés : rôle des fluides dans leur processus d’altération, 2011.
- [18] A. Saad, M. Bost, The resonant frequency measurement and cracking evolution in rocks, *Rock Eng. Difficult Gr. Cond. - Soft Rocks Karst - Proc. Reg. Symp. Int. Soc. Rock Mech. EUROCK 2009.* (2010) 345–350.
- [19] Y.I. Fogue Djombou, S. Corn, E. Garcia-Diaz, Caractérisation par analyse vibratoire de l’endommagement d’un éco-matériau orthotrope (lauze calcaire) soumis à des cycles de gel/dégel., in: *Conférence Int. Francoph. NoMaD 2018, Liège, 2018.*
- [20] Y. Bodeur, The Upper Jurassic lithographic limestones of the Causse de Blandas-Montdardier (Languedoc, France) in their palaeostructural framework, *GEOBIOS.* 16 (1994) 219–225.
- [21] SCIAU Jacques, Dans les pas des Dinausures des Causses : Inventaires des sites à empreintes, Association Paléontologique des Causses, 2003.
- [22] S. Matala, Effects of carbonation on the pore structure of granulated blast furnace slag concrete, Helsinki University of Technology, Finlande, 1995.
- [23] S. Corn, P. Ienny, J.S. Dupuy, L. Daridon, Identification des propriétés viscoélastique d’un PMMA par analyse vibratoire: comparaison entre différentes méthodes expérimentales, in: *19 Ème Congrès Français Mécanique, Marseille, 2009.*
- [24] J.D. Ewins, *Modal Testing: Theory, Practice and Applications*, Research Studies Pr, 1984.
- [25] T.J. Chalko, N. Haritos, V. Gershkovich, Non-linear curve fitting for modal analysis, *Environ. Softw.* 11 (1996) 9–18. doi:http://dx.doi.org/10.1016/S0266-9838(96)00016-0.



## ***V.2) Influence des stylolites sur les performances mécaniques avant et après endommagement***

Le paragraphe précédent concernait la caractérisation des processus hydriques et l'influence de la morphologie des caractéristiques diagénétiques pouvant conduire à la dégradation de ces matériaux lorsqu'ils sont soumis à des cycles de gel/dégel. L'endommagement a été quantifié jusque-là à partir de l'évaluation de la perte de rigidité ou l'observation des fissures après les cyclages. Dans ce paragraphe, l'endommagement sera caractérisé par la perte des performances mécaniques que les dégradations encourant pendant les cyclages peuvent causer. Pour cela, des essais de choc thermique ont été réalisés sur des échantillons choisis de telle sorte que parmi eux il y ait des échantillons avec les défauts diagénétiques (stylolites). Les performances mécaniques ont été déterminées à partir des essais de pull off avant et après les cyclages de chocs thermiques (Figure 45). Les résultats sont répertoriés dans le Tableau 10.



*Figure 45 Dispositif expérimental d'essai de pull off réalisé au laboratoire LFC de la faculté d'ingénierie de l'université de Porto*

La première observation faite est que la présence de stylolite a tendance à réduire la résistance mécanique initiale des échantillons. En effet, les échantillons qui ont été dégradés par les cycles, sont en majorité ceux qui avaient des stylolites à l'état initial. Ces observations se rapprochent de celles dont il a déjà été question dans une précédente étude [35] qui caractérisait l'impact des stylolites sur les performances mécaniques (résistance à la compression) des calcaires.

*Tableau 10 variation des résistances à la traction avant et après des cycles de choc thermique*

		Echantillon L		Echantillon M		Echantillon S	
		Avec stylolite	Sans stylolite	Avec stylolite	Sans stylolite	Avec stylolite	Sans stylolite
Résistance en traction (MPa)	<b>Etat initial</b>	>5	>5	2,95	> 5	2,33	>5
	<b>Après 10 cycles de chocs thermiques</b>	2,32	>5	0,82	> 5	1,49	>5

La présence de stylolites au sein des lauzes calcaires a ainsi une influence sur leurs performances mécaniques et leur durabilité. En outre, les processus thermiques qui peuvent conduire à la dégradation de ces matériaux sont liés à la vitesse de changement thermique. Ces processus sont liés à la capacité de restituer la chaleur de ces matériaux. En effet lors du changement brusque de température, il se crée un fort gradient thermique, induisant de fortes contraintes au sein du matériau. Ainsi plus la diffusivité thermique du matériau est faible, plus long est le temps pendant lequel ces matériaux subissent de fortes contraintes liés aux gradients thermiques. La répétition de ces forts gradients crée par effet de fatigue de la microfissuration, au sein du matériau, qui se concentre au niveau des zones de faiblesses (au niveau des stylolites ou des fissures), ce qui entraîne la diminution des résistances mécaniques.

Ces observations sont aussi faites lorsque des échantillons ayant des défauts diagénétiques initiaux (stylolites ou fissures) subissent des cycles d'absorption/séchage. Seuls les échantillons qui possèdent au sein de leur structure des fissures ou des stylolites présentent des dégradations (Figure 46).



*Figure 46 exemple de dégradation se produisant après des cycles de séchage*

L'apparition de telles fissures au sein du matériau peut être causée par les processus de dilatation dus aux gradients de température et aux phénomènes de retrait s'opérant au sein de la structure. L'anisotropie de dans les dilatations de ces matériaux naturels favoriseraient l'apparition de contrainte au sein de leur structure, se concentrant aux niveaux des zones de faiblesse, et entraînant des dégradations dans la structure.

### ***V.3) Conclusion sur les processus d'endommagement des lauzes calcaires***

Dans ce chapitre, les processus hydriques et thermiques participant à la dégradation des lauzes calcaires ont été caractérisés à partir de divers essais de cyclages de gel/dégel, d'absorption/séchage et de choc thermique. La présence de caractéristiques diagénétiques, telles que les stylolites ou les fissures, dans ces matériaux jouent un rôle crucial dans les processus hydriques s'opérant pendant les cyclages. La morphologie des stylolites conditionne les températures de congélation de l'eau dans ses pores et les mécanismes de transformation de l'eau en glace dont les processus de dégradation dépendent. Par ailleurs, il a été démontré que l'utilisation de la calorimétrie basse température est un outil permettant de prédire rapidement la résistance au gel des

matériaux calcaires lorsqu'ils sont soumis à des cycles de gel/dégel. En effet, grâce à cette technique, il est possible de déterminer la quantité de glace qui se forme au sein du milieu poreux, et à partir d'un seuil d'augmentation de glace formé dans les défauts diagénétiques par rapport à la glace formée dans la matrice saine, les matériaux sont susceptibles d'être gélifs. Il reste maintenant à multiplier les essais sur un plus grand nombre d'échantillons pour déterminer un seuil plus précis. En outre il a été possible d'évaluer l'influence de la présence de ces défauts diagénétiques sur les performances mécaniques et la durabilité des lauzes calcaire. Il s'avère que les lauzes possédant ces défauts diagénétiques ont des performances mécaniques amoindries, et sont plus susceptibles à s'endommager. Outre les processus hydriques, caractérisés dans la première partie de ce chapitre, les processus thermiques ont également une influence dans les processus d'endommagement des lauzes calcaires. En effet lors de variations de température, des gradients thermiques apparaissent au sein de la structure. Ces gradients peuvent être à l'origine de contraintes, dus aux anisotropies dans les dilatations et les retraites, générant des micro-frictions qui sont repressent au niveau des zones de faiblesse localisées dans les défauts diagénétiques.

*« Certaines roches émettent une sonorité remarquable quand on les frappe d'un coup sec, puis elles continuent à résonner pendant un certain temps ; les phonolites, laves à feldspathoïdes, doivent leur nom à cette propriété, qui est partagée par certains calcaires compacts à grain fin et quelques marbres (Talea Ori en Crète). La résonance a été mise à profit pour construire des instruments de musique, à vrai dire assez rares, les lithopones. », Raymond Perrier, 1996, la sonorité des roches*

## **Chapitre VI: Prédiction de la gélivité d'une lauze calcaire à partir de sa réponse vibratoire**

Les dégradations survenant dans les lauzes calcaires lorsqu'elles sont soumises à des intempéries sont liées à leurs caractéristiques diagénétiques pré-existantes. En plus des stylolites qui sont omniprésentes dans ce type de matériau, d'autres caractéristiques diagénétiques comme les fissures sont également des défauts qui peuvent conduire à la dégradation des lauzes calcaires. En effet, la présence de fissure implique une porosité résiduelle dans laquelle les processus hydriques caractérisés dans les parties précédentes peuvent s'y opérer. Bien qu'ils aient en commun, la même cause de formation (contrainte tectonique appliquée à la roche), la différence entre une stylolite et une fissure se situe au niveau de leur morphologie (la stylolite à un aspect dentelé ce qui n'est pas le cas de la fissure), et de leur composition interne (tandis que la composition interne des stylolites est formée de matière insoluble, qui peut servir de ciment au paroi, dans la fissure il n'y a rien dans l'espace entre les épontes). Lors des vibrations d'un matériau fissuré, il y a des frictions entre les surfaces de part et d'autre de la fissure qui peuvent se produire. Ces frictions participent au taux d'amortissement mesurés par les méthodes d'analyse vibratoire. Il sera question dans ce chapitre de proposer l'utilisation des taux d'amortissement initiaux d'un matériau pour évaluer leur susceptibilité à être gélif. Pour cela, cinq échantillons (M1, ..., M5) issus d'une même carrière ont été utilisés. Ces échantillons ont la même dénomination, mais sont différents de ceux qui ont été utilisés dans le chapitre 4. Enfin un rapprochement est fait entre la vibration mécanique et sonore, afin d'évaluer la vulnérabilité des lauzes comme le font traditionnellement les artisans.



**Article 3:** *Prediction of limestone roofing tiles frost vulnerability based on their sound and structural vibration response*

*(Submitted in Juillet 2019 in Construction and Building Materials journal)*



## **Title: Prediction of limestone roofing tiles frost vulnerability based on their sound and structural vibration response**

*Yannick Igor Fogue Djombou <sup>a</sup>, Stéphane Corn <sup>a,\*</sup>, Eric Garcia-Diaz <sup>a</sup>*

*<sup>a</sup> Centre des Matériaux des Mines d'Alès, IMT Mines Alès, Université de Montpellier, 6 avenue de Clavières, 30319, Alès Cedex, France*

*\* Corresponding author*

### **Keywords:**

**Freeze-thaw; limestone roofing tiles; damage prediction; impulse response; damping ratio; sound spectral centroid**

### **Highlights :**

- 1) Tilestones structural vibration and sound spectrums reveal same resonant frequencies
- 2) Cracks inside tilestones lead to high damping ratio and low spectral centroid
- 3) Sound spectral centroid can help forecasting frost vulnerability of tilestones

### **Abstract:**

The “Causses and Cévennes” perimeter in the French “Massif Central” region has been registered in the UNESCO World Heritage List because of its exceptional architectural heritage related to Mediterranean agropastoral cultural landscape whose stone tiles used for roofing are a key element. In the French “Massif Central” region, in order to probe the quality of a tilestone, roofers usually test it by applying moderate shocks with a hammer and, depending on the sound produced, they are able to forecast its validity for roofing. In this study, the freeze-thaw susceptibility of tilestones based on their sound and vibration response is investigated on tilestone samples, some of them carrying inside their structure initial flaws (weak incipient fractures). The spectral centroid calculated from the timbre of the sound produced by the impulse response of a tilestone proves to be correlated to its propensity to resist or not to freeze/thaw. For the materials considered in that study, presence of weak incipient fractures inside a sample leads to low spectral centroid, high level of damping ratio and low dynamic elastic modulus. The proposed approach is a first step in the definition of criteria based on the sound and the structural vibration response of limestone roofing tiles. It enables an efficient prediction of their freeze-thaw vulnerability and thus, in the long term, it participates to the preservation of the traditional skill of the roofers.

## 1. Introduction

Flagstone or tilestone [1] (eg. Figure 1), which is a natural stone material splitting along horizontal lines of weakness of stone, constitutes a key element of several European countries landscapes. This material led to various heritage architectures such as ovens or caselles in the “Causse and Cévennes” perimeter registered on the UNESCO World Heritage List (France), the Trulli also registered on the UNESCO World Heritage List in Alberobello (Italy), the Apethorpe Palace in Northamptonshire (United Kingdom) or the Brandas das Gêmeas in Sistelo (Portugal) [1, 2], as illustrated Table 1.



*Figure 47 example of limestone tilestone from Causse Larzac (Aveyron - France)*

A previous study on this materials showed that, when they are subjected to aggressive conditions, damages can occurred because of hydric processes, supervening inside them and according to its pre-existing diagenetic flaws morphology such as stylolites or weak incipient fractures [1].

Table 6 examples of European architectural heritage roofed with tilestone

Country	Illustration	Heritage
England		<p>Apethorpe Palace in Northamptonshire (© Gallagher)</p>
Italy		<p>Trulli in Alberobello (registred in UNESCO World Heritage List) (© UNESCO)</p>
Portugal		<p>Brandas das Gêmea - Peneda-Gerês national parc - Sistelo (© Barroso)</p>
France		<p>Oven in "Causse et Cévennes" perimeter registred in UNESCO World Heritage List) (© Lecomte)</p>
France		<p>Cazelle in Lot department (© Fogue Djombou)</p>

Despite they share the same cause of formation (tectonic stress applied to the rock [2,3]), a stylolite and a weak incipient fractures exhibit different morphologies. The stylolite has a serrated appearance which is not the case of weak incipient fractures. They have also different internal compositions. The internal composition of stylolites is formed of insoluble matter [2], which can serve as cement, while in the weak incipient fractures there is nothing in the space between the fracture walls. In the French "Massif Central" region, on the purpose to identify these flaws and thus prevent these damages, there is a traditional practice used by stone roofers that consists in sorting tiles in function of the sound produced in response to a shock. They base their judgement about frost resistance of tile on the timbre produced. In fact, they assume that, the stone can be used for roofing if the sound is bright, but if the sound is mud, the stone should be rejected. In literature, timbre is often defined as an attribute of auditory sensation in terms of which a listener can judge that two sounds similarly presented and having the same loudness and pitch are dissimilar [4]. Timbre can vary according to several perceptual dimensions at the same time and therefore cannot be described by a single physical quantity. It depends on the frequency spectrum of the sound stimulus, but also on the waveform, the sound pressure, the frequency arrangement within the spectrum, and the temporal characteristics of the stimulus [5]. However, several studies [6–10] showed that quality of a timbre expressed as the brightness of a sound can be easily estimated by the spectral centroid which quantifies the "center of mass" of the spectrum. It has been shown that the spectral centroid is influenced by the fundamental frequency [10]. In fact a sound with higher pitched note will likely have high spectral centroid [9]. However, for identical sources, i.e. tiles with similar dimensions, density and stiffness, this effect can be neglected in first approximation [10]. A vibrated structure immersed in a fluid (air) transmits vibrations to the surrounding fluid via acoustic pressure waves. In ideal conditions (vibratory source close to the point of acquisition in the air), the resonant frequencies exhibited by the acoustic spectrum of a structure match those of the structural vibration spectrum directly measured on the structure with an accelerometer sensor [11,12].

Presences of diagenetic flaws [13], such as weak incipient fractures, inside the structure represent a cause of damage of this structure subjected to freeze/thaw cycle [1,13]. A previous study evidenced that the presence of weak incipient fractures inside the sample leads to increase of the damping ratio due to frictions occurring between surfaces on each edges of the weak incipient fractures [1]. In the past decades, special attention was given to avoid the sudden failure of structural components by detection damage in structures in the early state. That is why structural health monitoring based on the vibration of structures has been developed to detect the presence of damage but also to identify the location and the severity of damage [14]. Vibration-based damage monitoring methods allows assessing the damage occurring during the freeze-thaw cycle inside tilestones [1]. In fact while frequency monitoring allows assessing the occurrence of damage, damping ratio informs on its severity in the structure [1]. Furthermore, as it is related in [15], damping ratio is more sensitive to damage than frequency shift, so it is an interesting parameter for the assessment of damage in a structure [16]. In some cases, while occurrence of fracture is undetectable on frequency shift, it is although possible to measure an increase in the damping ratio [17].

The purpose of the present work is to monitor the sound and the impulse vibration response of limestone tilestone samples submitted to freeze-thaw cycles, and to relate the damage occurring to the timbre and the dynamic mechanical parameters of these samples before and after cycling tests.

## ***2. Material and method***

### ***a. Description of studied limestone tilestone***

Limestone tilestone samples were taken from the quarry Montdardier located in department of Gard (in the southern area of the Massif Central region of France). Five parallelepiped samples (M1, M2, M3, M4, M5) (Figure 48), with main characteristics summarized Table 2, were cut from selected tilestone for the freeze-thaw cycles. Montdardier rocks are micritic limestones made of 97% of calcite [18]. These stones

have been chosen firstly because they are quarried from the last remaining active quarries that produce limestone tilestone in France and because they have been widely used in the construction of vernacular and heritage architecture in the Massif Central. In addition, specimens have been sampled so as some of them carry visible initial flaws (Figure 49).

Table 7 Samples characteristics used in this study

Sample	Dimension (mm) (Length x Width x thickness)	Initial flaw
M1	224 x 158 x 24	weak incipient fractures
M2	227 x 160 x 24	weak incipient fractures
M3	224 x 158 x 25	None
M4	226 x 157 x 39	None
M5	226 x 157 x 34	None



Figure 48 samples used for this study

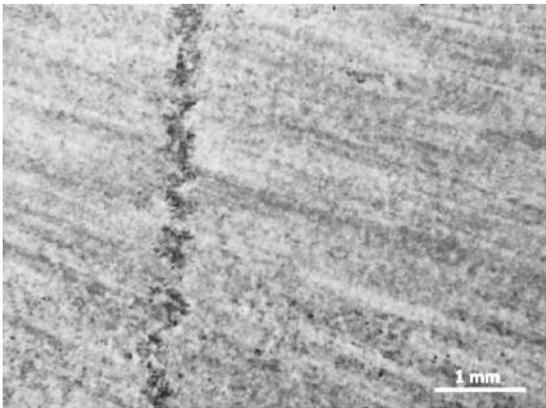


Figure 49 weak incipient fractures observed on optical microscope

### ***b. Physical characteristics of the material***

The pore size distribution of matrix without flaws was performed in Micromeritics' AutoPore IV 9500 Series Mercury Porosimeters, on fragments (less than 2 cm<sup>3</sup>) of this stone. The open porosity No and total porosity Nt was determined according to standard NF EN 1936 [19]. The water saturation rate after 48h was measured according to the standard NF EN 13755 [20]. And the bending strength was carried out according with standard NF EN 12372. This stone has very low porous material (~2%) with unimodal porous networks consisting essentially of micropores (less than 7 nanometers since there was no intrusion of mercury during the test) and high mechanical strength. these physical. The physical properties summarized Table 3 attest that the damages susceptible to occur in these materials are essentially due to the porosity located in the flaws (weak incipient fractures), as stated in a previous study on this material [1].

*Table 8 materials physical properties*

<b>Tilestone (origin)</b>	<b>Age</b>	<b>Total porosity Nt (%)</b>	<b>Open porosity No (%)</b>	<b>Porous networks (mean pore diameter)</b>	<b>Density (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Bending strength (MPa)</b>	<b>Example of construction</b>
<b>Montdardier (Gard-France)</b>	<b>Oxfordian</b>	3,44	1,75	Unimodal (<7 nm)	2,63	22	Bread oven (Saint-andre-de-vezines - Aveyron-France) 

### ***c. Sound and structural vibration measurement method***

#### ***i. Test setup for structural vibration and sound response acquisition***

The setup used for structural vibration is the same currently developed on previous study on this material [1,21,22]. Samples were suspended with soft foam supports (Figure 50), which allows considering free boundary conditions in the subsequent modeling [23]. A Kistler instrumented hammer was used to impact the sample so as to produce vibration of the structure. From a Kistler accelerometer sensor installed on the

sample, the transient response is acquired with a National Instruments (NI) acquisition system (USB-4431) and the corresponding Frequency Response Function (FRF) is computed thanks to a FFT algorithm embedded in ModalView software.

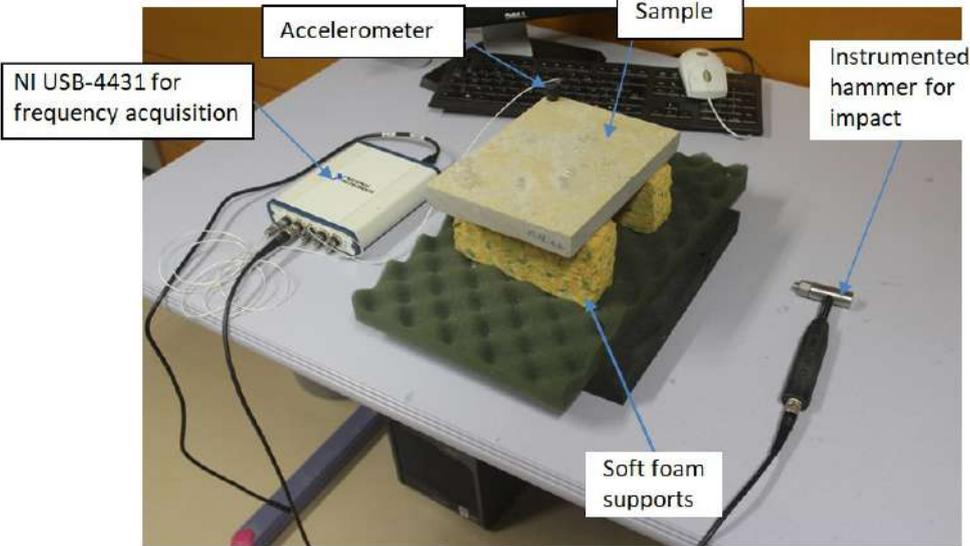


Figure 50 Setup for vibration response acquisition

Nine shocks have been executed with the hammer, at specific locations, to collect the full description of the structural vibration and the sound spectrum before and after 94 freeze/thaw cycles. Sound was acquired through a Shure SM58 microphone installed on a tripod and put above (Figure 51). The sound waveform was recorded with Audacity software.

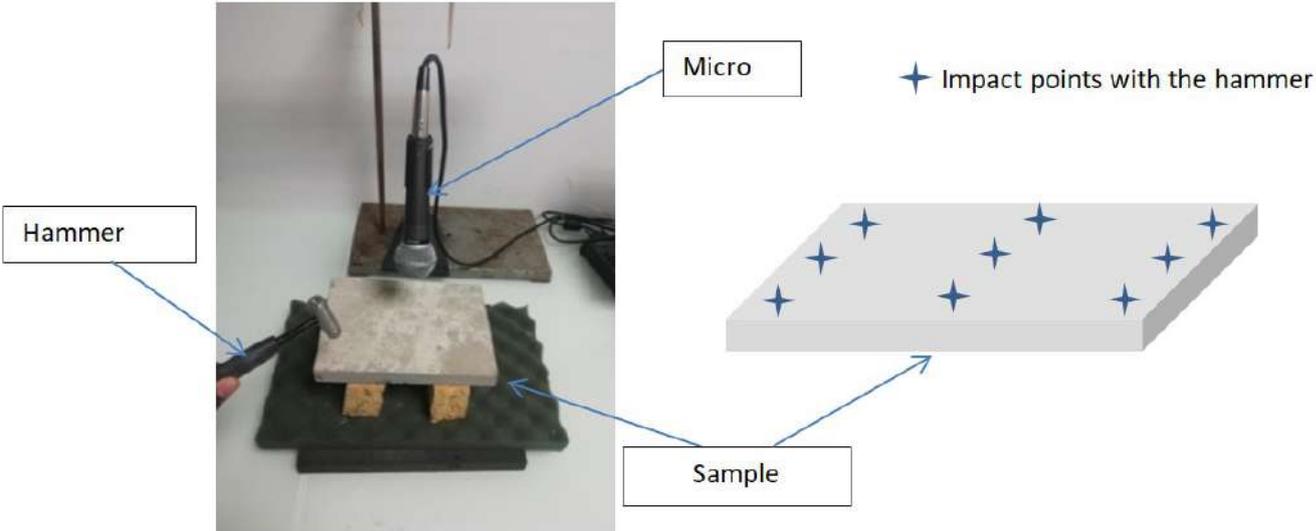


Figure 51 setup for sound response

## ii. Damage monitoring parameters

After obtained natural frequencies ( $f_i(n)$ ) and the damping ratio ( $DR_i(n)$ ) of mode  $i$  by curve fitting technique [1,24], the Relative Dynamic Elastic Modulus for each mode  $i$  ( $RDEM_i(n)$ ) and Damping Ratio ( $DR_i(n)$ ) are determined to assess the damaged occurred on the specimens during freezing and thawing at  $n$  cycles. The  $RDEM_i(n)$  is evaluated with the following formula (eq. 1) and ( $DR_i(n)$ ) is assessed from the extracted modals parameters. DR corresponds to the maximum value of the  $DR_i$  for the modes considered (eq. 2).

$$RDEM_i(n) = \left( \frac{f_i^2(n)}{f_i^2(0)} \right) \times 100 \text{ (\%)} \text{ (eq. 1)} \quad DR(n) = \max_i DR_i(n) \text{ (\%)} \text{ (eq. 2)}$$

## iii. Dynamic elastic modulus assessment

A frequency analysis of each plate specimen was performed in the FE software COMSOL Multiphysics. Figure 52 shows the computed mode shapes of the first five modes. For the analysis proposed in this study, the model assumes that the plate is homogeneous and isotropic.

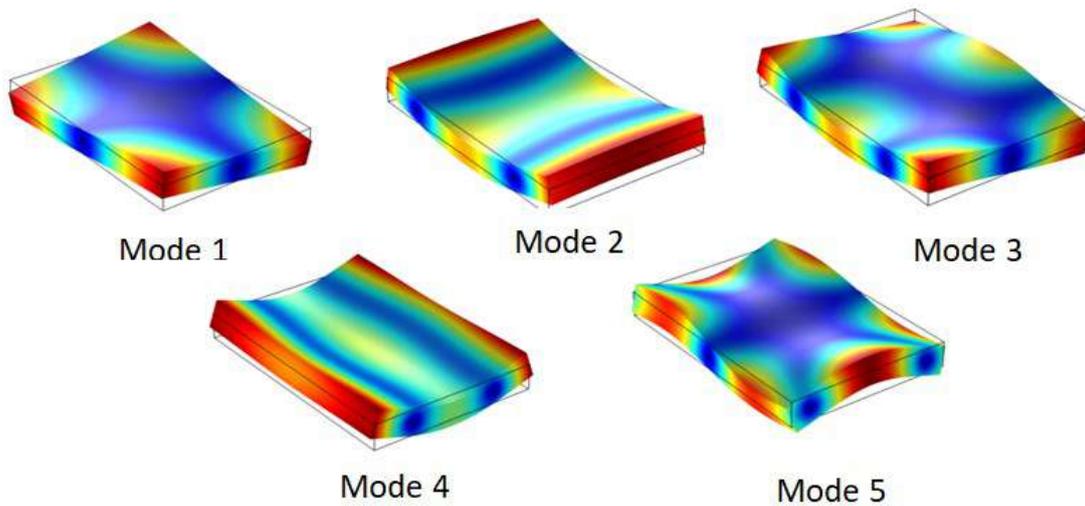


Figure 52 Mode shapes 1, 2, 3, 4 and 5 of COMSOL plate model used for frequency analysis  
Thanks to an application developed using COMSOL Java API [1], the elastic coefficients have been back-calculated by minimizing the gap between FE computed eigenfrequencies and the corresponding experimental ones, by using a Levenberg-Marquardt nonlinear least squares minimization algorithm [1].

#### ***iv. Sound data descriptor***

The spectral centroid of a sound waveform and subsequent FFT spectrum [9] is expressed by (eq. 3) [6–10]:

$$SC(j) = \frac{\sum_1^n f(i)A(i)}{\sum_1^n A(i)} \quad (\text{eq. 3})$$

where,  $f(i)$  is natural frequency of mode  $i$ ,  $A(i)$  amplitude of mode  $i$ ,  $n$  the number of modes,  $j$  the shock number. We define SC as the maximum of  $SC(j)$  over the nine shocks.

#### ***d. Freeze/thaw test***

The freezing chamber Dycometal (model CHD - 525) was used to realize the freeze-thaw test. The test consists in previously immerse the samples for 48 hours at 20°C. thawing (temperature reduction from 10°C to -30°C for 30min and temperature maintained constant at -30°C for 1h30) and thawing under water (temperature reduction from -30°C to 10°C for 30min and temperature maintained constant at 10°C for 1h30). Samples are removed from the freezing chamber to monitor the damage every 20 cycles.

### ***3. Results and discussion***

#### ***a. Damage assessment of limestone tilestone***

##### ***i. Structural vibration monitoring of tilestone during to freeze-thaw cycles***

The first result of this study concerns frequency and damping ratio monitoring of tilestone subjected to freeze-thaw cycle. Graphs on figure 9 present the evolution of  $RDEM_i$  (%) and DR (%) during freeze-thaw cycles of the 5 samples for the 5 first eigenmodes. Three scenarios of vibration responses during freeze-thaw test can be observed. The first case corresponds to a negligible sensitivity on frequencies and damping ratio (sample M3, M4 and M5), the second corresponds to a moderate sensitivity of frequencies and damping ratio (sample M1) and the third case corresponds to a high sensitivity of frequencies and damping ratio (sample M2). The

sensitivity of frequencies and damping ratio is associated to a decrease of the RDEM<sub>i</sub> and an increase of DR. As stated on previous study on this material, these different frequency response scenarios are expression of damage occurring inside the structure at meso and micro scale of each sample [1]. Thus, the increase of the damping ratio, which can be related to the energy dissipated by a vibrating structure, is probably the consequence of the micro-frictions occurring in the fractures induced in the samples during freeze-thaw cycles.

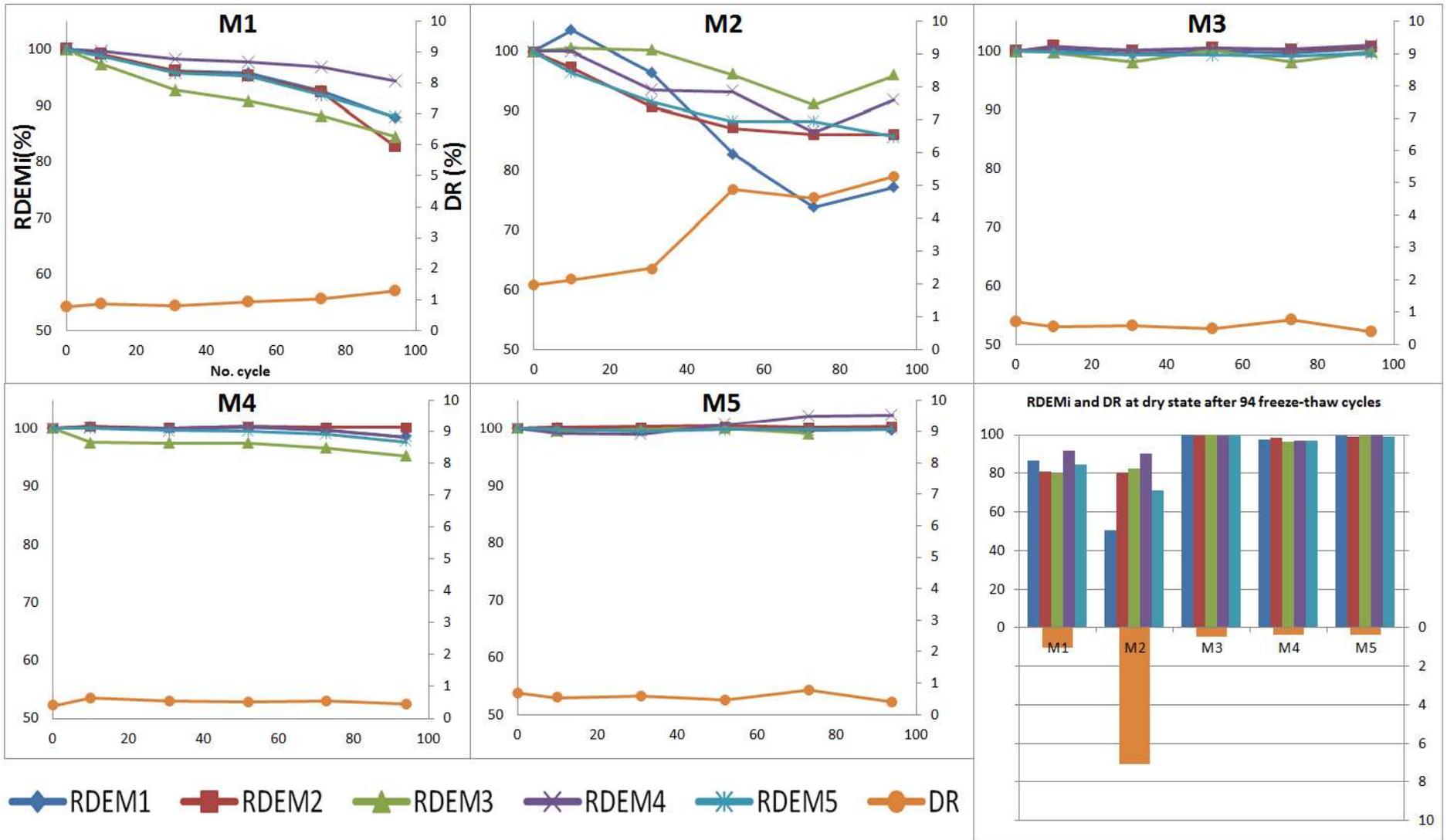


Figure 53 Evolution of RDEMi (%) and DRi (%) during freeze-thaw cycles of samples M1, M2, M3, M4 and M5, for the 5 first eigenmodes. RDEMi (%) is in solid bar (left vertical axis) and DRi (%) is in solid bar (right vertical axis).

## ii. Freeze-thaw damage assessment

The chart below (Figure 54) presents the dynamic elastic modulus of each sample at initial state and after cycles, determined by using a mixed numerical-experimental identification method based on their modal response.

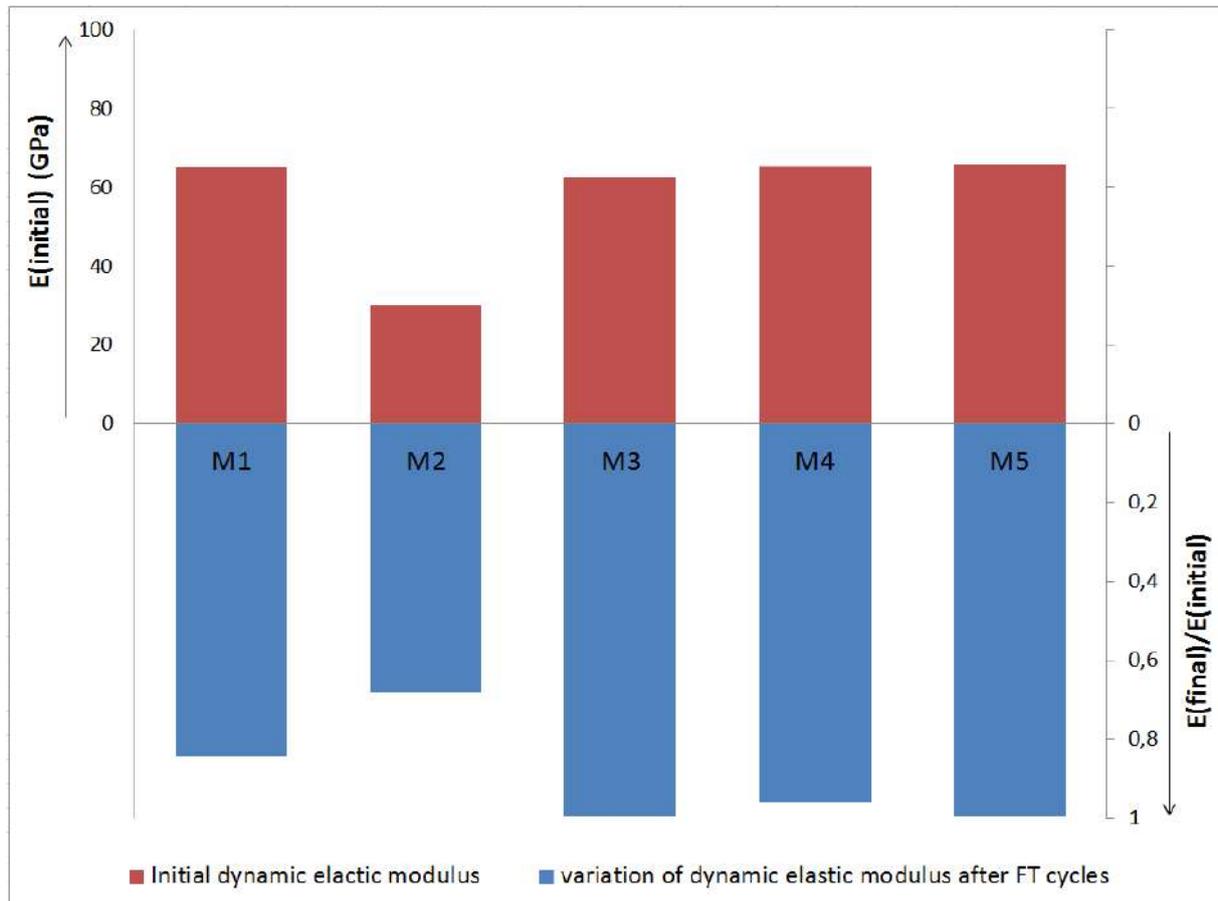


Figure 54 comparison between initial elastic dynamic modulus ( $E(\text{initial})$ ) and variation of dynamic elastic modulus after 94 FT cycles.  $E(\text{initial})$  (GPa) is in red solid bar (left vertical axis) and variation of dynamic elastic modulus after FT cycles is in blue solid bar (right vertical axis).

Sample M2 carries the lowest initial dynamic elastic modulus and the highest variation of dynamic elastic modulus after cycling test. Otherwise the others samples carry high initial and low variation of dynamic elastic modulus. As presented on previous paragraph the decrease of dynamic elastic modulus is due to damage occurring inside the structure during cycling tests. Thus sample M2 holds inside their structure initial flaws that cause its low initial dynamic elastic modulus. Freeze-thaw cycles worsen these flaws and then cause the decrease of the dynamic elastic modulus. However, sample M1 has high dynamic elastic modulus but presents a moderate decrease of

dynamic elastic modulus after cycling tests. This means that although M1 carry high dynamic elastic modulus, a beginning of damage occurred inside this sample. Thus, a sample carrying a high elastic modulus is a necessary but not sufficient condition for assessing the frost resistance of this material.

**iii. Relation between sound response and the damage occurred**

Before studying the relationship between sound and damage occurred, there is an observation about the relationship between structural vibrations and the acoustic response of our samples. In fact, when we compare the structural vibration spectrum with the acoustic spectrum, we observe the curves exhibit the same resonances, as illustrated Figure 55. These observations are consistent with considerations evocated in the preamble of this paper.

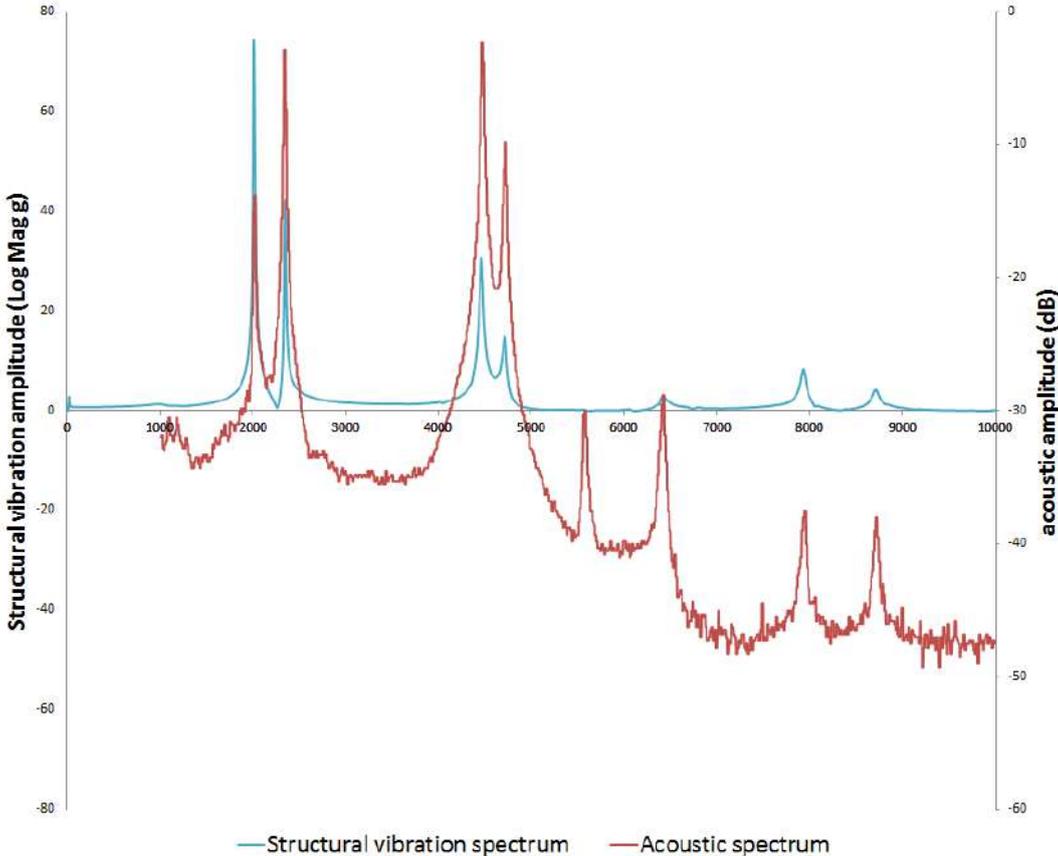


Figure 55 Example of comparison between representation in the frequency domain of structural vibration spectrum and acoustic spectrum emitted by a parallelepiped limestone slab

The determination of different spectral centroid presents various value of SC (Figure 56). Three classes of SC are noted: the first is low SC (M2), moderate SC (M1) and high SC (M3, M4, and M5). The higher the SC value is, the brighter the sound is [10]. The representation in the same graph between these sound characteristics, and the variation of dynamic elastic modulus diminution after 94 cycles (Figure 56) highlights that sample who exhibit the lowest initial SC (M2), has the highest diminution of the dynamic elastic modulus. Moreover, sample M1 who carries moderate damage present also a low initial SC. Thus, the low level of initial SC is likely to be an expression of the frost susceptibility of these materials.

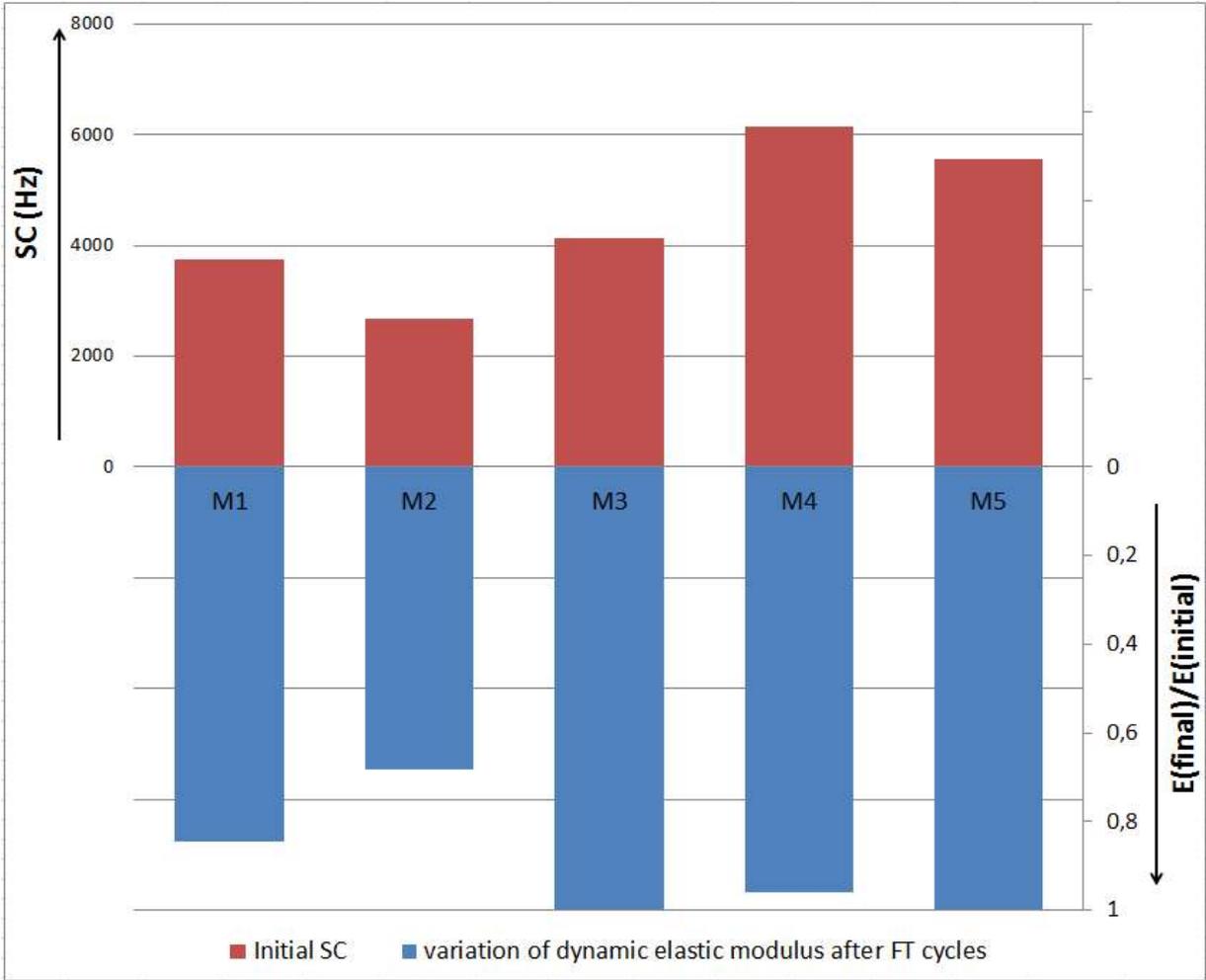


Figure 56 comparison between initial SC (red solid bar, left vertical axis) and E evolution (blue solid bar right vertical axis) after 94 cycles

b. Discussion: sound response as an indicator of freeze/thaw vulnerability

Previous results show a relation between the damage occurring inside the structure, the initial dynamic elastic modulus and the initial SC. In fact, sample with the lowest initial SC and the initial dynamic elastic modulus has been damaged. Damping ratio (DR) is influenced by the energy dissipation inside the structure due to friction, shocks, viscosity or plasticity. The illustration (Figure 57) in the same graph of the initial SC and the initial DR, present that the sample (M2) with the highest DR exhibit the lowest SC.

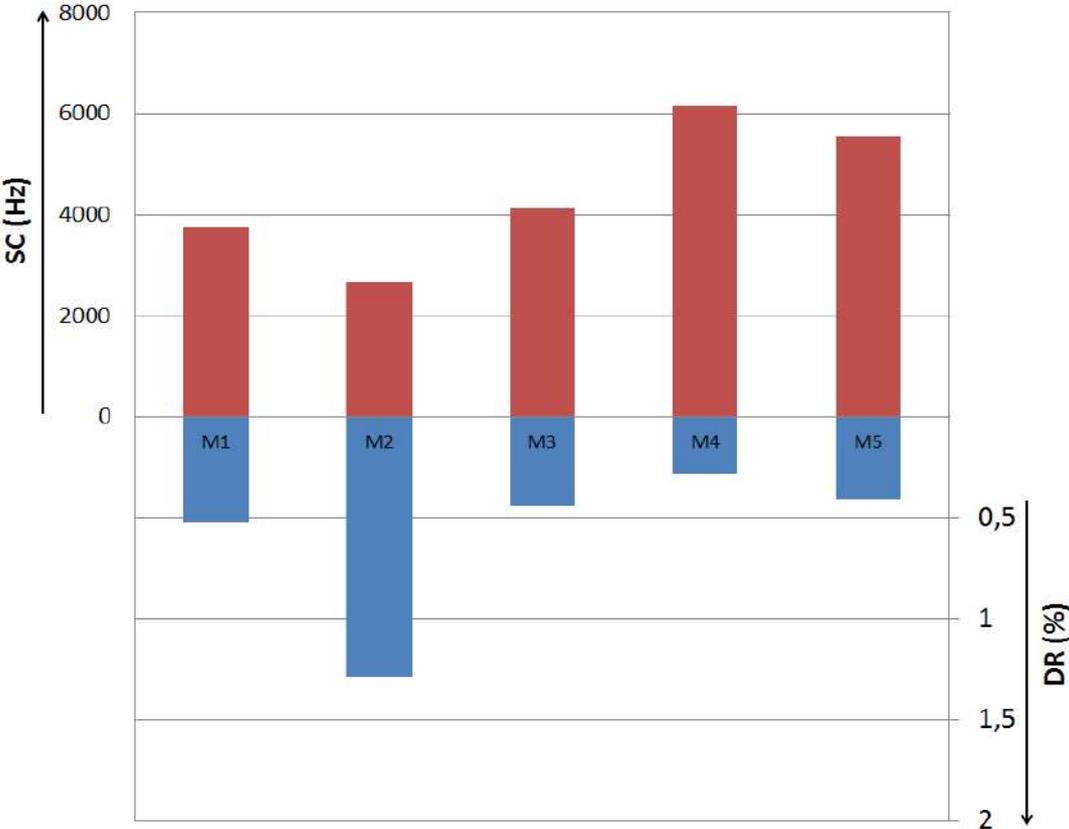


Figure 57 Comparison between initial SC (in solid red bar, left vertical axis) and initial DR (in blue solid bar, right)

As state on previous paragraphs, the presence of flaw inside the sample induces low initial dynamic elastic modulus and low level of SC. These flaws result in increasing of the initial damping ratio due to frictions occurring inside pre-existing weak incipient fractures in the sample. The illustration (Figure 58) of SC and DR evolution,

before and after cycling tests allows classifying these materials according to their frost susceptibility.

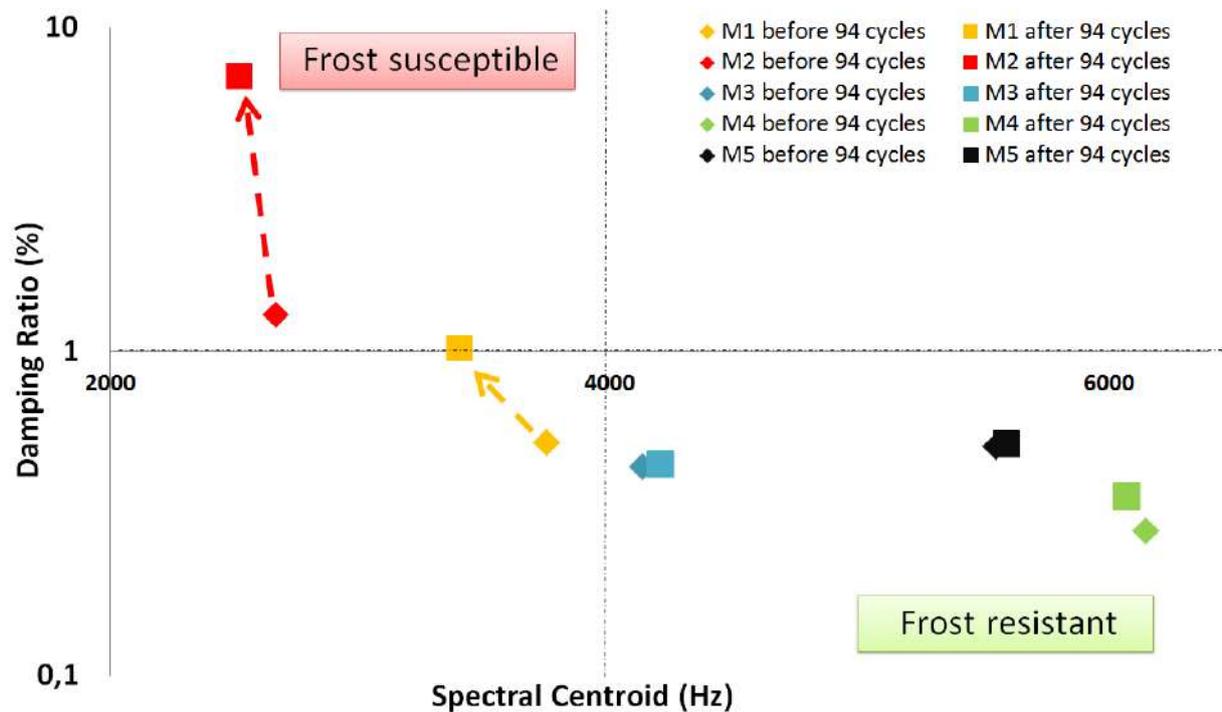


Figure 58 Comparison of damping ratio and spectral centroid at initial state and after 94 freeze-thaw cycles

In fact, according to the Figure 58, it is possible to observe that at a threshold of 1% of damping ratio and 4000 Hz of SC, the sample is frost susceptible. This susceptibility is explained by the presence of flaw inside the structure that have of effect to decrease the initial SC and increase the initial DR. Meanwhile, these conditions are necessary but not sufficient. In fact, it is possible to have sample with moderate level of damping ratio that exhibit damage after freeze-thaw test (M2). Thus further investigation has to be done so as to determine sufficient conditions and the thresholds corresponding to the existing of flaws in these materials that can lead them to damage.

#### 4. Conclusion

This study investigates a method for predicting the frost susceptibility of limestone roofing tiles from their sound response, which is based on the traditional practice of roofers, for evaluating tilestones quality by shocking them. This ancestral practice tends to disappear; thus this study aims to participate in the preservation of this

traditional skill. Limestone tilestone samples from a same quarry, with same shape, were submitted to freeze-thaw cycles, their structural vibration and sound response being monitored. The ongoing damage was quantified from the loss of stiffness, assessed through a FE model updating technique, and from the increase of the damping ratio. The brightness of the sound was estimated from its spectral centroid. The following conclusions can be drawn from that study:

- 1) *Structural vibration response directly measured on the structure with an accelerometer sensor and acoustic spectrum measured with a microphone exhibit identical resonant frequencies*
- 2) *The presence of weak incipient fractures inside the structure results in high damping ratio and low spectral centroid*
- 3) *Low initial elastic dynamic modulus, high damping ratio and low spectral centroid constitute a set of initial conditions exhibited by frost vulnerable limestone tilestones*

Further investigations will concern the definition of an objective criterion based on the sound response of tiles in order to study the possibility to identify other diagenetic flaws such as stylolites and quantify their influence on the frost vulnerability of limestone tilestones.

### **Funding**

This research is a part of the project LAUBAMAC financed by CGET of the Massif Central in France.

### **Acknowledgements**

The authors would like to acknowledge the tilestone quarry Montdardier for having provided the samples that enabled us to conduct this study.

## Bibliography:

- [1] Y.I. Fogue Djombou, S. Corn, L. Clerc, D. Salze, E. Garcia-Diaz, Freeze-thaw resistance of limestone roofing tiles assessed through impulse vibration monitoring and finite element modeling in relation to their microstructure, *Constr. Build. Mater.* 205 (2019) 656–667. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.211>.
- [2] L. Bruce Railsback, *An Atlas of Pressure Dissolution Features*, (2001). <http://www.gly.uga.edu/railsback/PDFintro1.html>.
- [3] R. Tada, R. Siever, Pressure Solution during Diagenesis, *Annu. Rev. Earth Planet. Sci.* 17 (1989) 89–118.
- [4] R.N. Ginsburg, Landward movement of carbonate mud; a new model for regressive cycles in carbonates., *Am. Assoc. Pet. Geol.* 55 (1971) 340.
- [5] J. Hajda, R. Kendall, E. Carterette, M. Harshberger, Methodological issues in timbre research, in: I. Deliège, J. Sloboda (Eds.), *Percept. Cogn. Music, Psychology*, Londres, 1997: pp. 253–306.
- [6] J.M. Grey, J.W. Gordon, Perceptual effects of spectral modifications on musical timbres, *J. Acoust. Soc. Am.* (1978) 1493–1500.
- [7] G. Lemaitre, *Comment concevoir de nouveaux sons pour les avertisseurs automobiles? Une approche psychologique et acoustique*, Université du Maine, 2004.
- [8] P. Susini, I. Perry, S. Vieillard, S. Winsberg, S. McAdams, X. Rodet, Sensory evaluation of air-conditioning noise: Sound design and psychoacoustic evaluation, in: *Int. Congr. Acoust., Rome, Italie, 2001*.
- [9] S. Emery, J. Wolfe, Does Timbral Brightness Scale with Frequency and Spectral Centroid?, *Acta Acust. United with Acust.* 92 (n.d.) 820–825.

- [10] J. Marozeau, *L'effet de la fréquence fondamentale sur le timbre*, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2004.
- [11] A.P. Dowling, J.E. Ffows Williams, *Sound and Sources of Sound*, Ellis Horw, 1983.
- [12] L. C., *Rayonnement acoustique des structures*, Editions E, 1988.
- [13] D.T. Nicholson, F.H. Nicholson, Physical deterioration of sedimentary rocks subjected to experimental freeze-thaw weathering, *Earth Surf. Process. Landforms*. 25 (2000) 1295–1307. doi:10.1002/1096-9837(200011)25:12<1295::AID-ESP138>3.0.CO;2-E.
- [14] J. Sinou, A review of damage detection and health monitoring of mechanical systems from changes in the measurement of linear and non-linear vibrations, 2013. [http://hal.archives-ouvertes.fr/docs/00/77/93/22/PDF/Sinou\\_Chapter\\_13\\_review\\_SHM.pdf](http://hal.archives-ouvertes.fr/docs/00/77/93/22/PDF/Sinou_Chapter_13_review_SHM.pdf).
- [15] M.S. Cao, G.G. Sha, Y.F. Gao, W. Ostachowicz, Structural damage identification using damping: A compendium of uses and features, *Smart Mater. Struct.* 26 (2017). doi:10.1088/1361-665X/aa550a.
- [16] Shahzad S, Detection of corrosion-induced damage in reinforced concrete beams based on structural damping identification, in: *Proc. 13th East Asia-Pacific Conf. Struct. Eng. Constr. G-2-4*, n.d.: p. 2013.
- [17] C. Modena, D. Sonda, D. Zonta, Damage Localization in Reinforced Concrete Structures by Using Damping Measurements, *Key Eng. Mater.* 167–168 (1999) 132–141. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.167-168.132.
- [18] Y. Bodeur, The Upper Jurassic lithographic limestones of the Causse de Blandas-Montdardier (Languedoc, France) in their palaeostructural framework, *GEOBIOS*. 16 (1994) 219–225.

- [19] AFNOR, NF EN 1936 Méthodes d'essai des pierres naturelles - Détermination des masses volumiques réelle et apparente et des porosités ouvertes et totale, n.d.
- [20] AFNOR, NF EN 13755 Méthode d'essai pour pierres naturelles - Détermination de l'absorption d'eau à la pression atmosphérique, n.d.
- [21] Y.I. Fogue Djombou, S. Corn, C. Buisson, D. Salze, E. Garcia-Diaz, Utilisation de l'analyse vibratoire pour le suivi de l'endommagement de lauzes calcaires soumises à des cycles de gel/dégel, in: EcoMat 2017, 2017.
- [22] Y.I. Fogue Djombou, S. Corn, E. Garcia-Diaz, Caractérisation par analyse vibratoire de l'endommagement d'un éco-matériau orthotrope (lauze calcaire) soumis à des cycles de gel/dégel., in: Conférence Int. Francoph. NoMaD 2018, Liège, 2018.
- [23] S. Corn, P. Ienny, J.S. Dupuy, L. Daridon, Identification des propriétés viscoélastique d'un PMMA par analyse vibratoire: comparaison entre différentes méthodes expérimentales, in: 19 Ème Congrès Français Mécanique, Marseille, 2009.
- [24] J.D. Ewins, Modal Testing: Theory, Practice and Applications, Research Studies Pr, 1984.
- [25] European Committee for Standardization, EN 12371 Natural Stone tests methods: determination of frost resistance, Bruxelles, 1966.



## ***Conclusion sur l'utilisation des réponses en vibration et sonore des lauzes calcaires pour prédire leur gélivité***

L'objet de ce chapitre concernait la présentation d'une méthode permettant de prédire la sensibilité au gel des lauzes calcaires en se basant sur leur réponse en vibration et acoustique. Cette méthode est semblable à celle traditionnellement mise en œuvre par les artisans lauziers pour savoir si la lauze est de bonne ou de mauvaise qualité en se servant du son qu'elles émettent quand ils leur appliquent des coups de marteau. Si le son est étouffé (mat), la lauze est supposée être de mauvaise qualité et si le son est brillant, la lauze est censée être de bonne qualité. Cette description du son est attribuée à sa brillance et a été quantifiée par le centroïde spectral de la réponse sonore des différents échantillons de mêmes dimensions approximatives. En outre, l'état mécanique des échantillons à l'état initial et après les cyclages a été caractérisé avec la méthode qui a été développée dans le chapitre 3. Les principales conclusions de cette étude concernent la relation entre les réponses vibratoires et sonores sur l'identification des défauts et dégradations au sein des lauzes. En effet, il est apparu qu'un taux d'amortissement élevé et un centroïde spectral bas indiquent la présence de fractures à l'intérieur de la structure. Enfin, à partir des observations faites sur les résultats à l'état initial et les résultats après cyclage, il a été possible de proposer un critère permettant de prédire la gélivité des lauzes calcaires. Ainsi, une condition nécessaire et suffisante pour prédire la sensibilité au gel d'une lauze calcaire, est qu'il faudrait qu'elle ait un module dynamique élastique initial bas, un taux d'amortissement initial élevé et un centroïde spectral bas. Les prochaines investigations pourraient porter sur la définition d'un critère général basé sur la réponse sonore pour prévoir la vulnérabilité au gel de ces matériaux. Celles-ci pourraient être réalisées par la définition d'un nouveau descripteur sonore basé sur les méthodes d'apprentissage (réseau de neurones) appliquée à un grand nombre de roches.



*“If any regard is to be had to the general beauty of the landscape, the natural material of the special countryside should be used instead of imported material.” William Morris, 1890, On the External Covering of Roofs*

*Conclusion générale*

*&*

*Perspectives*



A une époque où la préservation de la planète constitue un enjeu majeur et prioritaire, la valorisation et la promotion de la construction durable utilisant les matériaux naturels et locaux représente un véritable défi scientifique et culturel. Ce travail participe à un projet (LAUBAMAC) qui vise à sauvegarder l'utilisation d'un matériau naturel (la lauze), et le savoir-faire artisanal s'y afférant, étant emblématique de l'architecture vernaculaire dans nombreuses régions d'Europe. La lauze s'érige comme un élément clé de ces paysages, à l'instar du périmètre Causses et Cévennes inscrit à la liste du patrimoine mondial de l'humanité au titre de « paysage culturel lié à l'agropastoralisme ». Bien que ce matériau ait fait ses preuves au fil du temps, avec des toitures ayant duré plus de 100 ans, il s'avère que dans certaines régions bien localisées, où le climat peut être rude, ces matériaux se trouvent endommagés au point de compromettre leur fonction de couverture. Le but de ce travail a été de caractériser et quantifier les processus d'endommagement de ces matériaux lorsqu'ils sont soumis à divers cyclages de gel-dégel. Pour cela des matériaux issus des trois dernières carrières de la région, produisant ces matériaux, ont été considérés. Les recherches présentées dans ce document font l'objet de conclusions qui peuvent être regroupées en trois principaux points :

- ***Une méthodologie de caractérisation de l'endommagement mécanique des géomatériaux :*** les méthodes de diagnostic des structures basées sur leur réponse en vibration et les méthodes d'identification mixtes expérimentale/numérique basées sur des réponses modales expérimentales et sur un modèle numérique Element Finis constituent des méthodes pratiques, robustes, pertinentes et non-invasives pour l'étude des processus d'endommagement de ces géomatériaux. Tandis que la variation des fréquences propres renseigne sur l'apparition d'endommagement au sein de la structure, le taux d'amortissement indique leur sévérité. Il a été possible de localiser, par observations à plusieurs échelles, les dégradations survenant pendant les cyclages au niveau des styloolithes ou des fissures pré-existantes. Le recalage des fréquences expérimentales à celles d'un modèle Elément Finis à paramètres ajustables, a permis de suivre l'évolution des coefficients d'élasticité dynamiques et ainsi de caractériser mécaniquement l'endommagement induite par les cyclages de gel/dégel. En effet les dégradations,

localisées au niveau des stylolites et des fissures, observées à l'échelle microscopique et mésoscopique, ont pu être corrélées à la diminution des coefficients d'élasticité dynamiques après les cyclages.

- **L'importance de la morphologie des caractéristiques diagénétiques dans le comportement au gel et les processus de dégradation des lauzes calcaires.** Après avoir établi dans une première partie de ces travaux que les caractéristiques pré-existants comme les stylolites constituent des zones de faiblesse où des dégradations peuvent se produire, dans une deuxième partie de ces travaux, des investigations plus poussées ont été menées au niveau de ces caractéristiques diagénétiques pour caractériser leur rôle dans les processus d'endommagement. Grâce à des mesures de calorimétrie basse température et des observations au Microscope Electronique à Balayage, réalisées sur des échantillons contenant des stylolites, il a été possible de montrer que les dégradations survenant dans les lauzes calcaires sont liées aux processus de formation de glace dans ces défauts diagénétiques. En effet, la présence de stylolite induit une augmentation de porosité au niveau de ces défauts, ce qui peut avoir pour effet d'une part de rendre cette zone moins résistante, notamment à la traction, et d'autre part d'entraîner une diminution de la température de cristallisation et l'augmentation de la quantité de glace pouvant s'y former. En outre, il a été observé que les processus hydriques conduisant à la dégradation de ces matériaux sont associés au premier mécanisme de formation de glace correspondant à une nucléation hétérogène dans les pores capillaires, suivi d'une croissance rapide et de la propagation d'un front de glace.
- **La prédiction de la gélivité des lauzes :** grâce à la caractérisation de l'endommagement de ces matériaux à partir leur réponse vibratoire et la description de leur processus d'endommagement à partir de la caractérisation des mécanismes de formation de la glace dans leur caractéristiques diagénétiques, il a été possible de définir des critères permettant de prévoir la gélivité des lauzes calcaires. Pour les matériaux considérés dans cette étude, nous avons vu qu'il existe un seuil de taux d'amortissement qui traduit la fragilité initiale du matériau et donc sa susceptibilité à se détériorer aux intempéries. Ce seuil a été corrélé à l'état mécanique et la brillance du son émis par ces matériaux avant cyclage. Ainsi les matériaux qui ont un module dynamique élastique initial bas, un taux d'amortissement initial élevé et un centroïde spectral bas, sont considérés comme gélifs. Les seuils restent à être définis pour l'ensemble des lauzes calcaires. Ce critère permettrait d'éliminer les

*cas évidents de lauzes gélives, car renseigne, à l'échelle macroscopique, sur la présence des défauts susceptibles d'entraîner l'endommagement de ces matériaux. Par ailleurs, pour les cas où la susceptibilité à être gélive ne peut pas être identifiable à l'échelle macroscopique, par la méthode des vibrations, l'utilisation de la calorimétrie basse température pour déterminer la quantité de glace formée dans les défauts diagénétiques, permet de définir un critère, à l'échelle microscopique, pour prédire la gélivité de ces matériaux. En effet, les échantillons qui ont présenté une augmentation d'un seuil allant de plus de 1,3 à 1,8 fois de la quantité de glace dans leurs défauts diagénétiques par rapport à leur matrice saine ont été sensibles au gel. Ce seuil d'augmentation de glace formée doit être précisé en multipliant les essais sur d'autres échantillons. Cette méthode permettra alors de prédire rapidement et facilement la sensibilité des calcaires au gel, et pourrait remplacer les cyclages de gel-dégel qui sont très fastidieux et très coûteux.*

Les perspectives à ces travaux sont nombreuses. La première concernerait la définition d'un critère général basé sur la réponse sonore pour prédire la gélivité d'une lauze. En effet, au cours de cette étude il a été établi que la sensation procurée par le son, notamment via sa brillance, pouvait permettre de savoir si une lauze est de bonne ou de mauvaise qualité, du fait de la présence de fissures au sein de sa structure. Il serait maintenant intéressant de trouver un critère, qui ne dépend pas des caractéristiques du matériau (dimension, densité, minéralogie,) et qui prendrait en compte d'autres caractéristiques du son, pour identifier, non plus seulement des fissures comme il a été le cas ici, mais aussi les autres défauts diagénétiques comme les stylolites, et ainsi prévoir leur susceptibilité à être gélif.

En outre, la formation de dégradation au sein de la structure au cours des essais peut induire de l'anisotropie dans la structure. Pour évaluer cette anisotropie, il pourrait être possible d'utiliser le résidu de la procédure de recalage entre les données obtenues expérimentalement et celles obtenus par analyse inverse sur un modèle isotrope. L'occurrence d'anisotropie dans la structure réelle engendre des erreurs vis-à-vis de l'hypothèse de modèle isotrope. La quantification de cette erreur constituerait un paramètre pour évaluer l'endommagement de ces matériaux.

Une autre perspective qui pourrait être abordée concerne les aspects diagénétiques du matériau. Bien que l'échantillonnage ait permis d'avoir un lot de faciès significatif, il faudrait continuer les expériences sur les autres faciès existant dans les autres bassins géologiques (Quercy, Bourgogne,). Un autre questionnement, toujours d'ordre géologique, est de savoir s'il y a une corrélation à l'échelle du bassin sédimentaire entre les processus, notamment tectoniques, les environnements de dépôts sédimentaires et leur résistance au gel. En effet nous avons montré au cours de ce travail que les dégradations dans ces matériaux sont liées à la présence de défauts diagénétiques, comme les stylolites ou les fissures, au sein de leur structure. Ces défauts résultent des contraintes (d'origine tectonique) auxquelles sont soumis ces matériaux lors de leur formation. Une étude des caractéristiques des stylolites (morphologie, orientation, taille, composition interne, ...) de chaque gisement permettrait de déterminer le champ de contrainte local in situ lors de la formation de ces lauzes, et une corrélation pourrait être faite à l'échelle du bassin géologique, pour évaluer la qualité d'autres gisements.

Sur le plan du matériau, la multiplication d'essais de calorimétrie basse température sur d'autres échantillons de lauzes, permettrait de définir un critère plus précis, basé sur la définition d'un seuil d'augmentation de la glace formée dans les défauts diagénétiques par rapport à leur matrice saine, au-delà duquel il serait possible de prédire la susceptibilité à être gélif de ces matériaux. Un tel critère permettrait de remplacer l'utilisation des cycles de gel-dégel, plus fastidieux et coûteux, pour caractériser la gélivité de ces matériaux.

Enfin, l'étude de la lauze en service est un aspect important qui doit être abordé. En effet, en plus des intempéries d'ordre hydro-thermiques (météorologiques), une lauze en service est également soumise à des contraintes mécaniques liées à sa mise en place. En couplant l'étude des contraintes, liées à la maçonnerie, auxquelles sont soumises les lauzes et les contraintes liées aux intempéries météorologiques, il serait possible de dimensionner les lauzes qui doivent être utilisées en fonction du lieu d'utilisation.

## **Annexe : Présentation de l'application SpectralAdjustIMT**

Dans cette annexe, est présentée l'application de recalage SpectralAdjustIMT, qui se base sur un algorithme de minimisation Levenberg-Marquardt sous contrainte pour identifier des coefficients élastiques dynamiques.



## Présentation générale

L'application SpectralAdjustIMT a été développée sous l'API de développement du logiciel COMSOL Multiphysics sous le langage JAVA. Cette application a pour vocation de permettre l'identification de paramètre mécanique de structure de forme parallélépipédique, supposé isotrope et homogène, en faisant une analyse inverse sur les fréquences propres obtenue expérimentalement. Pour rappel, la Figure 59 présente la procédure de recalage numérique-expérimentale mise en œuvre :

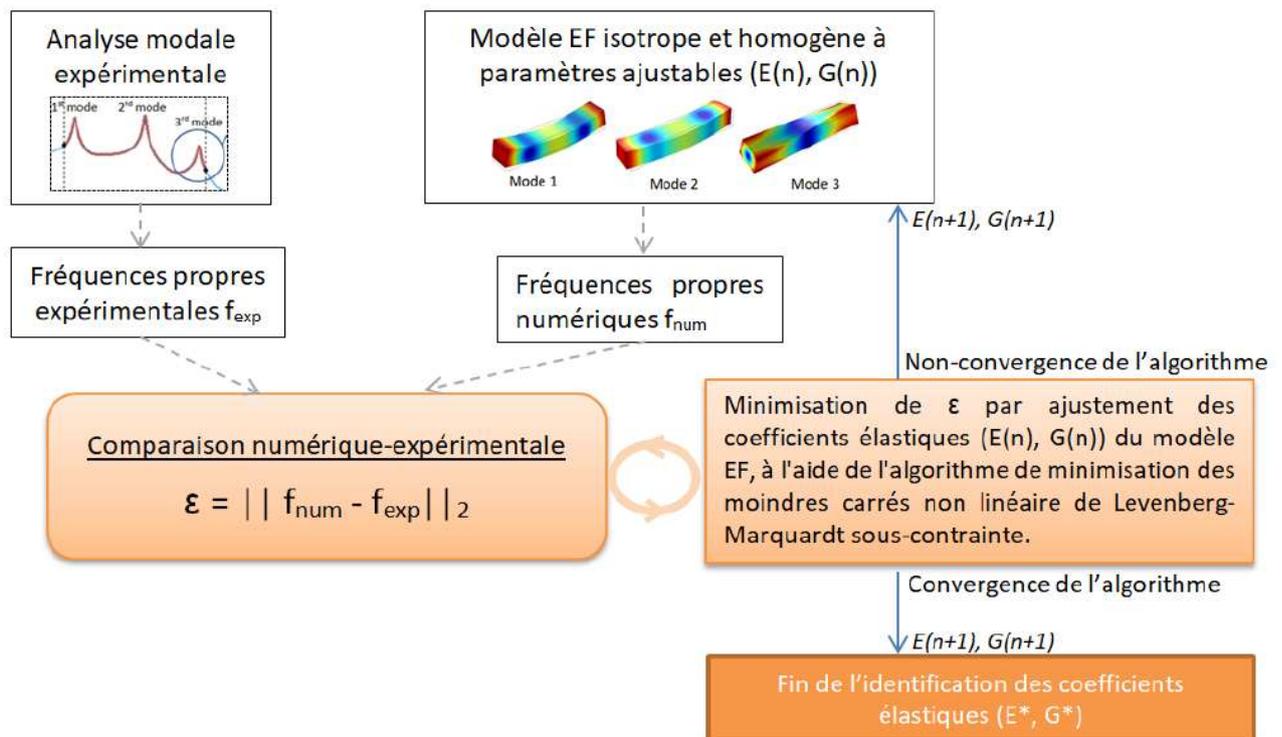


Figure 59 Procédure de recalage numérique-expérimental

## Principe d'identification

### 1- Rappel problématique de recalage :

Dans un premier temps nous allons rappeler quelques éléments relatifs à l'identification de paramètres. Nous souhaitons identifier le module d'élasticité dynamique à partir d'un essai en vibration. Pour cela, on définit le vecteur  $E$  correspondant au module d'élasticité dynamique à déterminer.  $F$  le vecteur des grandeurs calculées expérimentalement par analyse modale ( $F^{exp} = (f^{exp}_1, f^{exp}_2, \dots)$ ) et des

grandeurs calculées numériquement ( $F^{num}(E) = (f^{num_1}(E), f^{num_2}(E), \dots)$ ) obtenus par éléments finis, pour les  $n$  premiers modes de vibration.

Le but de l'identification est de déterminer le module d'élasticité  $E$ , réduisant la différence entre les grandeurs mesurées et expérimentales. La fonction coût noté  $\delta$  dépendant du paramètre  $E$  et mesurant la distance quadratique entre  $F^{num}$  et  $F^{exp}$ , est adoptée. La fonction coût s'exprime sous la forme :

$$\varepsilon(E, G) = \sum_i^n \left( \frac{f_i^{num}(E, G) - f_i^{exp}}{f_i^{exp}} \right)^2 \quad (\text{eq.12})$$

Le problème d'identification s'exprime alors sous la forme du problème de minimisation suivant :

$$\text{Déterminer } E^*, G^* \text{ tel que } \varepsilon(E^*, G^*) = \min_{E, G} \varepsilon(E, G), \text{ avec } 0, 1 < \nu < 0, 5$$

Pour résoudre un tel problème, l'algorithme de minimisation de Levenberg-Marquardt est le plus efficace.

## 2- Algorithme de Levenberg-Marquardt:

L'algorithme de Levenberg-Marquardt, qui a été implémenté, est décrit ci-dessous :

- Définition d'un vecteur de paramètre initial  $E(0), G(0)$
- Itération tant que la convergence n'est pas atteinte (tolérance) ou que le nombre d'itération maximal n'est pas dépassé
- Calcul de  $\delta(E, G)$  et la jacobien de  $\delta(E, G)$
- Recherche une direction de descente  $\Delta E, \Delta G$  en résolvant l'équation de Levenberg-Marquardt
- Vérifier si  $E + \Delta E, G + \Delta G$  donne un  $\delta(E, G)$  minimal

### 3- Implementation de l'Algorithme sous Java

Le script des méthodes développées sous JAVA est décrit ci-dessous :

#### Détermination des fréquences propres numériques :

```
model.param().set("Eiso", toString(arg1)+"[GPa]");
model.param().set("Giso", toString(arg2)+"[GPa]");

model.study("std1").run();

f = model.result().numerical("gev1").getReal();
```

#### Minimisation de l'erreur au modèle ( $\varepsilon$ ) par ajustement des coefficients

##### élastiques :

```
//précisions du nombre de fréquences expérimentales pour le recalage
int nfreq;
```

```
nfreq = Integer.parseInt(nbrfreq);
```

```
double[] fexp = new double[nfreq];
```

```
if (nfreq == 5) {
    fexp = new double[5];
```

```
    fexp[0] = fexp1iso;
    fexp[1] = fexp2iso;
    fexp[2] = fexp3iso;
    fexp[3] = fexp4iso;
    fexp[4] = fexp5iso;
}
```

```
else if (nfreq == 4) {
    fexp = new double[4];
```

```
    fexp[0] = fexp1iso;
    fexp[1] = fexp2iso;
    fexp[2] = fexp3iso;
    fexp[3] = fexp4iso;
}
```

```
else if (nfreq == 3) {
    fexp = new double[3];
```

```
    fexp[0] = fexp1iso;
    fexp[1] = fexp2iso;
```

```

    fexp[2] = fexp3iso;
}

else if (nfreq == 2) {
    fexp = new double[2];

    fexp[0] = fexpliso;
    fexp[1] = fexp2iso;
    fexp[2] = fexp3iso;
}

else {
    fexp = new double[1];

    fexp[0] = fexpliso;
}

//détermination de l'incrémentation
double k = 1e-2; //pas de la dérivé

erreurglobaliso = 10; //erreur globale initiale

int inctarget = inctargetiso; //nombre d'incrémentations maximum souhaité

double rmsea = 15;
double rmse = 10;

epsilon = Math.abs(rmsea-rmse); //erreur initiale entre valeur expérimentale et valeur
numérique

double targeterror = targeterroriso; //erreur minimale souhaitée pour arrêter la procédure

//debut de la boucle

//while (incisok < inctarget && erreurglobaliso > 1e-10 && epsilon > targeterror) {

//for (int j = 0; j < inctarget; j++)
//{
while (epsilon > targeterror && incisok < inctarget) {
    //while (epsilon > targeterror) {

        //for (int j = 0; j < inctarget; j++)
        //{
        //Détermination du point de départ en se calant sur la 1ère fréquence
        if (incisok == 0) {

```

```

//initialiation coeffecient de Lagrange

Eisok = model.param().evaluate("Eiso", "GPa");
Gisok = model.param().evaluate("Giso", "GPa");

double Eisoini = Eisok;
double Gisoini = Gisok;

double[] x0 = {Eisok,
                Gisok};

Matrix X0 = new Matrix(x0, 1);

X0.set(0, 0, Eisok);
X0.set(0, 1, Gisok);

//paramètres à optimiser

double[][] f = modal_analysis(
                X0.get(0, 0),
                X0.get(0, 1));

double[] fnum = new double[nfreq];

for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    fnum[i] = f[0][6+i];
}

Eisok = ((fexp[0]/fnum[0])*(fexp[0]/fnum[0]))*(X0.get(0, 0));

X0.set(0, 0, Eisok);
X0.set(0, 1, Eisok/(2*(1+(nuinf+nusup)/2)));

f = modal_analysis(
                X0.get(0, 0),
                X0.get(0, 1));
fnum = new double[nfreq];

for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    fnum[i] = f[0][6+i];
}

if (nfreq == 5) {
    fnum1iso = fnum[0];
    fnum2iso = fnum[1];
    fnum3iso = fnum[2];
    fnum4iso = fnum[3];
    fnum5iso = fnum[4];
}

```

```

else if (nfreq == 4) {
    fnum1iso = fnum[0];
    fnum2iso = fnum[1];
    fnum3iso = fnum[2];
    fnum4iso = fnum[3];
}

else if (nfreq == 3) {
    fnum1iso = fnum[0];
    fnum2iso = fnum[1];
    fnum3iso = fnum[2];
}

else if (nfreq == 2) {
    fnum1iso = fnum[0];
    fnum2iso = fnum[1];
}

else {
    fnum1iso = fnum[0];
}

//matrice erreur
double[] erreur = new double[nfreq];
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    //erreur[i] = (fnum[i]-fexp[i]);
    erreur[i] = (fnum[i]-fexp[i])/fexp[i];
}

if (nfreq == 5) {
    erreur1iso = erreur[0];
    erreur2iso = erreur[1];
    erreur3iso = erreur[2];
    erreur4iso = erreur[3];
    erreur5iso = erreur[4];
}

else if (nfreq == 4) {
    erreur1iso = erreur[0];
    erreur2iso = erreur[1];
    erreur3iso = erreur[2];
    erreur4iso = erreur[3];
}

else if (nfreq == 3) {
    erreur1iso = erreur[0];
    erreur2iso = erreur[1];
    erreur3iso = erreur[2];
}

```

```

else if (nfreq == 2) {
    erreur1iso = erreur[0];
    erreur2iso = erreur[1];
}

else {
    erreur1iso = erreur[0];
}

//fonction lagrangien à minimiser
double somme = 0;
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    somme = somme+erreur[i]*erreur[i];
}

erreurglobaliso = somme;

int rho = 1;

lambda = lambda+rho*(Eisoini-Esup);
beta = beta+rho*(Eisoini-2*Gisoini*(1+nusup));
gamma = gamma+rho*(2*Gisoini*(1+nuinf)-Eisoini);

lam = lambda;
bet = beta;
gamm = gamma;

if (lambda < 0) {
    lambda = 0;
}
else {
    lambda = lambda;
}

if (beta < 0) {
    beta = 0;
}
else {
    beta = beta;
}

if (gamma < 0) {
    gamma = 0;
}
else {
    gamma = gamma;
}

```

```
lagrangien = erreurglobaliso+lambda*(X0.get(0, 0)-Esup)+beta*(X0.get(0, 0)-2*X0.get(0, 1)*(1+nusup))+gamma*(2*X0.get(0, 1)*(1+nuinf)-X0.get(0, 0));
```

```
model.param().set("Eiso", X0.get(0, 0)+"[GPa]");
model.param().set("Giso", X0.get(0, 1)+"[GPa]");
```

```
solE = X0.get(0, 0);
solG = X0.get(0, 1);
solnu = (double) Math.round(((solE/(2*solG))-1)*100)/100;
residu = erreurglobaliso;
```

```
incisok = incisok+1;
}
```

```
//démarrage le procédure de recalage en tant que tel
```

```
else {
```

```
Eisok = model.param().evaluate("Eiso", "GPa");
Gisok = model.param().evaluate("Giso", "GPa");
```

```
double Eisoini = Eisok;
double Gisoini = Gisok;
```

```
//paramètres à optimiser
```

```
double[] x = {Eisok,
               Gisok};
```

```
Matrix X = new Matrix(x, 1);
```

```
//redéfinition de la fonction coup à minimiser
```

```
//fréquences numériques
```

```
double[][] f = modal_analysis(
                X.get(0, 0),
                X.get(0, 1));
```

```
double[] fnum = new double[nfreq];
```

```
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    fnum[i] = f[0][6+i];
}
```

```
//matrice erreur
```

```
double[] erreur = new double[nfreq];
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    erreur[i] = (fnum[i]-fexp[i])/fexp[i];
}
```

```
//fonction coups à minimiser
```

```
double somme = 0;
```

```

for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    somme = somme+erreur[i]*erreur[i];
}

erreurglobaliso = somme;

//réévaluation des coefficients de lagrange
int rho = 1;

lambda = lambda+rho*(Eisoini-Esup);
beta = beta+rho*(Eisoini-2*Gisoini*(1+nusup));
gamma = gamma+rho*(2*Gisoini*(1+nuinf)-Eisoini);

lam = lambda;
bet = beta;
gamm = gamma;

if (lambda < 0) {
    lambda = 0;
}
else {
    lambda = lambda;
}

if (beta < 0) {
    beta = 0;
}
else {
    beta = beta;
}

if (gamma < 0) {
    gamma = 0;
}
else {
    gamma = gamma;
}

lagrangien = erreurglobaliso+lambda*(X.get(0, 0)-Esup)+beta*(X.get(0, 0)-2*X.get(0,
1)*(1+nusup))+gamma*(2*X.get(0, 1)*(1+nuinf)-X.get(0, 0));

//Démarrage de la procédure d'optimisation de Levenberg-marquart

//calcul des différents jacobiens

//Jacobien du lagrangien par rapport à E

double[] x1 = {X.get(0, 0)+k*X.get(0, 0),
                X.get(0, 1)
                };

```

```

Matrix X1 = new Matrix(x1, 1);

double[][] df = modal_analysis(
    X1.get(0, 0),
    X1.get(0, 1));

double[] dfE = new double[5];
for (int i = 0; i < 5; i++) {
    dfE[i] = df[0][6+i];
}

//matrice erreur
double[] erreurdEiso = new double[nfreq];
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    erreurdEiso[i] = (dfE[i]-fnum[i])*(fexp[i]-fnum[i])*(-2/((k*X.get(0, 0))*fexp[i]*fexp[i]));
}

somme = 0;
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    somme = somme+erreurdEiso[i];
}

//lagrangien par rapport à E
double erreurglobalisodEisok = somme+lambda+beta-gamma;

//Jacobien du lagrangien par rapport à nu
double[] x2 = {X.get(0, 0),
    k*X.get(0, 1)+X.get(0, 1)
    };

Matrix X2 = new Matrix(x2, 1);

double[][] df2 = modal_analysis(
    X2.get(0, 0),
    X2.get(0, 1));

double[] dfG = new double[nfreq];
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    dfG[i] = df2[0][6+i];
}

//matrice erreur
double[] erreurdGiso = new double[nfreq];
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    erreurdGiso[i] = (dfG[i]-fnum[i])*(fexp[i]-fnum[i])*(-2/((k*X.get(0, 1))*fexp[i]*fexp[i]));
}

somme = 0;
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {

```

```

    somme = somme+erreurdGiso[i];
}

//lagrangien par rapport à nu
double erreurglobalisodGisok = somme+beta*(-2*(1+nusup))+gamma*(2*(1+nuinf));

//Matrice jacobien (en fonction des paramètres choisis pour le recalage)
double[] jacobien = new double[nparam];

nparam = 2;
jacobien = new double[nparam];

jacobien[0] = erreurglobalisodEisok;
jacobien[1] = erreurglobalisodGisok;

j1 = jacobien[0];
j2 = jacobien[1];

Matrix J = new Matrix(jacobien, 1);

jaco = jacobien[0];
jaco1 = jacobien[1];

//le pas de descente

//inversion de la relation de Levenberg-Marquart

Matrix E = new Matrix(1, 1, erreurglobaliso);

Matrix B = (((J.transpose()).times(E)).times(-1));

Matrix D = Matrix.identity(nparam, nparam);

Matrix A = new Matrix(nparam, nparam);

Matrix invA = new Matrix(nparam, nparam);

A = ((J.transpose()).times(J)).plus(D.times(lamdak));

//Conditionnement A
double normA = A.normF();
double norminvA = invA.normF();
condA = (normA*norminvA)/nparam;

invA = A.inverse();

//matrix B

B11 = B.get(0, 0);
B12 = B.get(1, 0);

```

```

//matrix A

A11 = A.get(0, 0);
A12 = A.get(0, 1);

A21 = A.get(1, 0);
A22 = A.get(1, 1);

Matrix d1 = A.solve(B);

Matrix d = d1;

//Matrix d = d1.times(1e2); //optimisation de la descente à améliorer

Matrix desce = J.times(d);

descente = desce.get(0, 0);

//affichage du pas de descente

pasE = d1.get(0, 0);
pasnu = d1.get(1, 0);

//validation de la descente
double[] xk = x;

Matrix Xk = new Matrix(xk, 1);
double[] fnumk = new double[nfreq];
double[] erreurk = new double[nfreq];

double xkE = Xk.get(0, 0)+d.get(0, 0);
double xkG = Xk.get(0, 1)+d.get(1, 0);

Xk.set(0, 0, xkE);
Xk.set(0, 1, xkG);

newE = Xk.get(0, 0);
newG = Xk.get(0, 1);
newnu = (Xk.get(0, 0)/(2*Xk.get(0, 1)))-1;

//calcul du nouveau rmse pour lamda=lamdak
f = modal_analysis(
    xkE,
    xkG);

for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    fnumk[i] = f[0][6+i];
}

```

```

for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    erreurk[i] = (fnumk[i]-fexp[i])/fexp[i];
}

somme = 0;
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    somme = somme+erreurk[i]*erreurk[i];
}

erreurglobk = somme;

rho = 1;

lambda = lambda+rho*(xkE-Esup);
beta = beta+rho*(xkE-2*xkG*(1+nusup));
gamma = gamma+rho*(2*xkG*(1+nuinf)-xkE);

lam = lambda;
bet = beta;
gamm = gamma;

if (lambda < 0) {
    lambda = 0;
}
else {
    lambda = lambda;
}

if (beta < 0) {
    beta = 0;
}
else {
    beta = beta;
}

if (gamma < 0) {
    gamma = 0;
}
else {
    gamma = gamma;
}

lagrangienk = erreurglobk+lambda*(Xk.get(0, 0)-Esup)+beta*(Xk.get(0, 0)-2*Xk.get(0,
1)*(1+nusup))+gamma*(2*Xk.get(0, 1)*(1+nuinf)-Xk.get(0, 0));

double des = lagrangienk-lagrangien;

if (des > 0 || newnu > nusup) {
    u = false;
}

```

```

}

else if (des > 0 || newnu < nuinf) {
    u = false;
}

else if (des > 0 || newE > E sup) {
    u = false;
}

else {
    u = true;
    Eisoini = newE;
    Gisoini = newG;
    residu = erreurglobk;
    epsilon = Math.abs(erreurglobk-erreurglobaliso);
}

while (u == false && epsilon > targeterror) {

    solE = Eisoini;
    solG = Gisoini;
    solnu = (double) Math.round(((Eisoini/(2*Gisoini))-1)*100)/100;
    residu = erreurglobaliso;

    double a = erreurglobk;

    lamdak = lamdak*10;

    A = ((J.transpose()).times(J)).plus(D.times(lamdak));

    //matrix B
    B11 = B.get(0, 0);
    B12 = B.get(1, 0);

    //matrix A
    A11 = A.get(0, 0);
    A12 = A.get(0, 1);

    A21 = A.get(1, 0);
    A22 = A.get(1, 1);

    d1 = A.solve(B);

    d = d1;

    desce = J.times(d);

    descente = desce.get(0, 0);

```

```

//affichage pas de descente

pasE = d1.get(0, 0);
pasnu = d1.get(1, 0);

xkE = X.get(0, 0)+d.get(0, 0);
xkG = X.get(0, 1)+d.get(1, 0);

Xk.set(0, 0, xkE);
Xk.set(0, 1, xkG);

newE = Xk.get(0, 0);
newG = Xk.get(0, 1);
newnu = (Xk.get(0, 0))/(2*Xk.get(0, 1))-1;

//calcul du nouveau rmse pour lamda=lamdak
f = modal_analysis(
    Xk.get(0, 0),
    Xk.get(0, 1));

for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    fnumk[i] = f[0][6+i];
}

for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    erreurk[i] = (fnumk[i]-fexp[i])/fexp[i];
}

somme = 0;
for (int i = 0; i < nfreq; i++) {
    somme = somme+erreurk[i]*erreurk[i];
}

erreurglobk = somme;

rho = 1;

lambda = lambda+rho*(X.get(0, 0)-Esup);
beta = beta+rho*(X.get(0, 0)-2*X.get(0, 1)*(1+nusup));
gamma = gamma+rho*(2*X.get(0, 1)*(1+nuinf)-X.get(0, 0));

lam = lambda;
bet = beta;
gamm = gamma;

if (lambda < 0) {
    lambda = 0;
}

```

```

}
else {
    lambda = lambda;
}

if (beta < 0) {
    beta = 0;
}
else {
    beta = beta;
}

if (gamma < 0) {
    gamma = 0;
}
else {
    gamma = gamma;
}

lagrangienk = erreurglobk+lambda*(Xk.get(0, 0)-Esup)+beta*(Xk.get(0, 0)-2*Xk.get(0,
1)*(1+nusup))+gamma*(2*Xk.get(0, 1)*(1+nuinf)-Xk.get(0, 0));

des = lagrangienk-lagrangien;

epsilon = Math.abs(a-erreurglobk);

if (des > 0 || newnu > nusup) {
    u = false;
}

else {
    u = true;
    Eisoini = newE;
    Gisoini = newG;
    residu = erreurglobk;
    epsilon = Math.abs(erreurglobk-erreurglobaliso);
}

incisok = incisok+1;

}

lamdak = lamdak/10;

solE = Eisoini;
solG = Gisoini;
solnu = (double) Math.round(((Eisoini/(2*Gisoini))-1)*100)/100;
epsilon = Math.abs(erreurglobk-residu);

```

```

lam = lambda;
bet = beta;
gamm = gamma;

model.param().set("Eiso", solE+"[GPa]");
model.param().set("Giso", solG+"[GPa]");

```

```

if (nfreq == 5) {
  fnum1iso = fnum[0];
  fnum2iso = fnum[1];
  fnum3iso = fnum[2];
  fnum4iso = fnum[3];
  fnum5iso = fnum[4];

  erreur1iso = erreurk[0];
  erreur2iso = erreurk[1];
  erreur3iso = erreurk[2];
  erreur4iso = erreurk[3];
  erreur5iso = erreurk[4];
}

```

```

else if (nfreq == 4) {
  fnum1iso = fnum[0];
  fnum2iso = fnum[1];
  fnum3iso = fnum[2];
  fnum4iso = fnum[3];

  erreur1iso = erreurk[0];
  erreur2iso = erreurk[1];
  erreur3iso = erreurk[2];
  erreur4iso = erreurk[3];
}

```

```

else if (nfreq == 3) {
  fnum1iso = fnum[0];
  fnum2iso = fnum[1];
  fnum3iso = fnum[2];

  erreur1iso = erreurk[0];
  erreur2iso = erreurk[1];
  erreur3iso = erreurk[2];
}

```

```

else if (nfreq == 2) {
  fnum1iso = fnum[0];
  fnum2iso = fnum[1];

  erreur1iso = erreurk[0];
  erreur2iso = erreurk[1];
}

```

```

else {
    fnum1iso = fnum[0];

    erreur1iso = erreurk[0];
}

rmse = lagrangien;
rmsea = lagrangienk;

epsilon = Math.abs(erreurglobk-erreurglobaliso);

//matrice de rigidité
double Eiso = Eisok;
double nuiso = Gisok;

C11iso = Eiso*((1-nuiso)/((1+nuiso)*(1-2*nuiso)));
C12iso = Eiso*(nuiso)/((1+nuiso)*(1-2*nuiso));
C13iso = Eiso*(nuiso)/((1+nuiso)*(1-2*nuiso));
C22iso = Eiso*((1-nuiso)/((1+nuiso)*(1-2*nuiso)));
C23iso = Eiso*(nuiso)/((1+nuiso)*(1-2*nuiso));
C33iso = Eiso*((1-nuiso)/((1+nuiso)*(1-2*nuiso)));
C44iso = 1/(1+nuiso);
C55iso = 1/(1+nuiso);
C66iso = 1/(1+nuiso);

incisok = incisok+1;
}
}

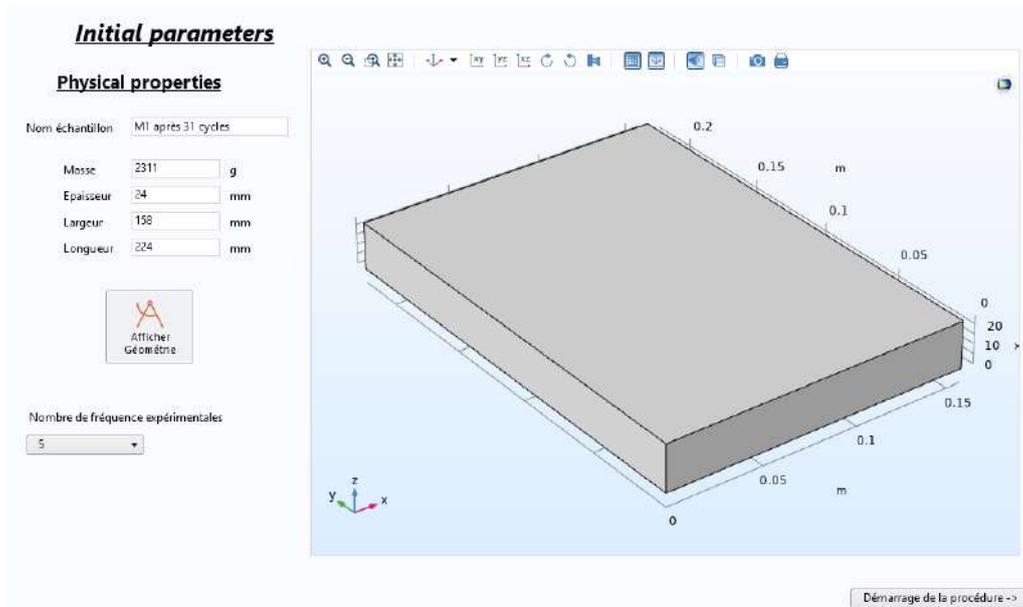
```

4- Exemple d'application : suivi de l'endommagement d'un échantillon de lauze soumis à des cycles de gel/dégel

**Données initiales :**

Fréquences obtenues expérimentalement								
masse	2298	2310	2309	2311	2312	2312	2312	2300
No. Cycle	0 séché	0	10	31	52	73	94	94 séché
Frequency (Hz)								
f1	2015	1956	1946	1918	1914	1882	1832	1862
f2	2347	2287	2278	2243	2233	2199	2080	2099
f3	4461	4348	4291	4190	4146	4084	3996	4000
f4	4717	4626	4621	4588	4576	4555	4495	4515
f5	5584	5424	5390	5311	5296	5199	5087	5166

1ere étape : définition des paramètres



2ème étape : renseignement des données expérimentales

## Experimental natural frequency

fexp1

fexp2

fexp3

fexp4

fexp5

< - Parameters influences

Launch the procedure ->

3ème étape : résultats

## Calcul parameters

Precision

Number of incrementation

Nom échantillon

M1 après 31 cyc

nhu initial

**Launch the procedure**

## Results

### Mechanical properties

Young Modulus

E 59.53 GPa

Poisson ratio

nu 0.25

Shear modulus

G 0 GPa

### Frequencies results

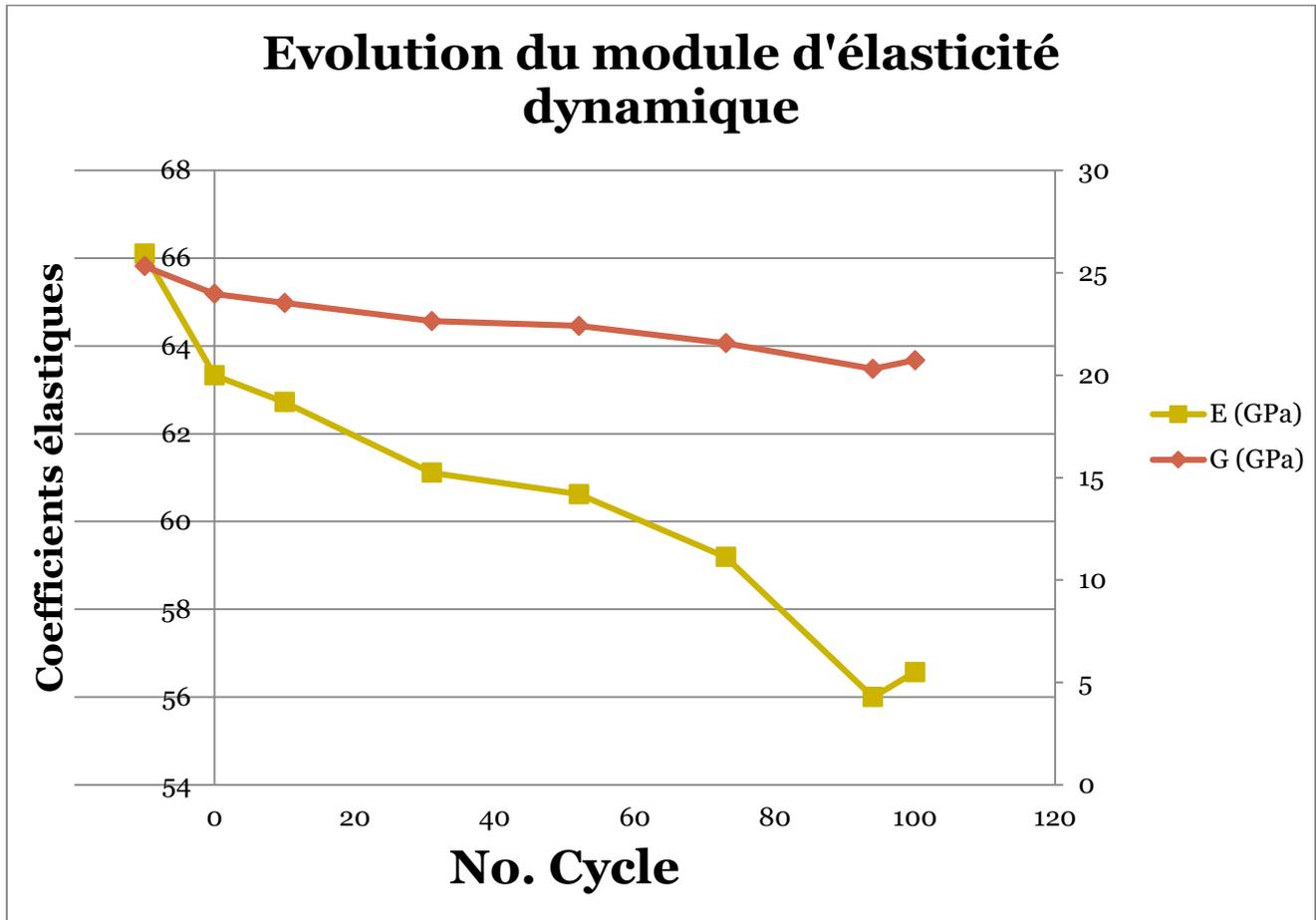
	<u>Numerical</u>		<u>Experimental</u>		<u>Relative error</u>
f1	1930	Hz	1918	Hz	0.006355
f2	2215	Hz	2243	Hz	-0.01268
f3	4315	Hz	4190	Hz	0.02995
f4	4411	Hz	4588	Hz	-0.03863
f5	5376	Hz	5311	Hz	0.0123

**Global error**

**$2.741633654 \cdot 10^{-3}$**

Tableau : suivi des modules d'élasticité dynamique pendant les cyclages

N° Cyclage	0 sec	0	10	31	52	73	94	94 sec
E (GPa)	66	63	62	61	60	59	56	56
G (GPa)	25	23	23	23	22	21	20	20





## **Bibliographie**

- [1] V. Cárdenes, Á. Rubio-Ordóñez, J. Wichert, J.P. Cnudde, V. Cnudde, Petrography of roofing slates, *Earth-Science Rev.* 138 (2014) 435–453. doi:10.1016/j.earscirev.2014.07.003.
- [2] V. Cárdenes, Á. Rubio-Ordóñez, C. Monterroso, F.J. Mateos, Guidelines for selecting roofing slate for the restoration of historical buildings and monuments: two case studies, *J. Cult. Herit.* 15 (2014) 203–208. doi:10.1016/j.culher.2013.02.004.
- [3] J.P. Ingham, Roofing slate, *Geomaterials Under Microsc.* (2013) p.51-60.
- [4] E.A. Laycock, D. Jefferson, S. Hetherington, F. Clegg, C. Wood, Revitalising Collyweston limestone slate production by artificial freeze/thaw splitting, *Constr. Build. Mater.* 159 (2018) 486–498. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.10.039.
- [5] P. Gallagher, It's a palace, not a hall: French baron's stately home is renamed, (n.d.). <https://www.independent.co.uk/news/uk/home-news/its-a-palace-not-a-hall-french-barons-stately-home-is-renamed-10156360.html>.
- [6] de O. Ernesto Veiga, *Arquitectura Tradicional Portuguesa*, 2003.
- [7] C.E. Barroso, B. Riveiro, D. V. Oliveira, L.F. Ramos, F. Barros, C., P.B. Lourenço, Survey and characterization of corbelled dome architecture in Northwestern Portugal, in: *REHABEND 2016*, Burgos, Spain, n.d.
- [8] C. Lecomte, *Lauze calcaire et Causses: l'enjeu d'un matériau dans la pérennisation d'un patrimoine d'exception*, Liège, 2013.
- [9] W. Schwarzacher, Repetitions and cyclic stratigraphy, *Earth-Science Rev.* 50 (2000) 1–75.
- [10] E. Flugel, *Microfacies of Carbonate Rocks. Analysis, Interpretation and Application*, Berlin, Heidelberg, New York: Springer-Verlag, 2004. doi:10.1007/978-3-662-08726-8.

- [11] N.H.M. Swinburne, C. Hemleben, The Plattenkalk facies : a deposit of several environments., *GEOBIOS.* (1994) 313–320.
- [12] W. Schwarzacher, Cyclostratigraphy and the Milankovitch theory, *Dev. Sedimentol.* 52 (1994) 238 pp.
- [13] R.N. Ginsburg, Landward movement of carbonate mud; a new model for regressive cycles in carbonates., *Am. Assoc. Pet. Geol.* 55 (1971) 340.
- [14] L.A. Hardie, E.A. Shinn, Carbonate depositional environments, modern and ancient. Part 3. Tidal flats, *Color. Sch. Mines Quaterly.* 81 (1986) 1–74.
- [15] W. Schlager, *Sedimentology and sequence stratigraphy of carbonate rocks*, Amsterdam (Vrije Univ. Life Sci. (2002).
- [16] BARD J.P., BURG J.P., MATTE Ph., RIBEIRO A., La chaîne hercynienne d'Europe occidentale en termes de tectonique des plaques, *Géologie l'Europe, Du Précambrien Aux Bassins Sédimentaires Post Post-Hercyniens.* (1980) 233–246.
- [17] DEBELMAS Jacques, *Géologie de la France: les chaînes plissées du cycle alpin et leur avant-pays*, doin Edite, 1974.
- [18] DEBELMAS Jacques, *Géologie de la France: Vieux massifs et Grands bassins sédimentaire*, doin Edite, 1974.
- [19] ROUIRE J., ROUSSET C., *Guides Géologique Régionaux: Causses, Cévennes, Aubrac*, 2ème édit, 1980.
- [20] BONIJOLY D., DELPONT G., *Etude du bassin des causses et de la bordure cévenole par la télédétection et la géologie structurale*, (1982).
- [21] Arnaud Florence, *Analyse structurale et thermo-barométrique d'un système de chevauchements varisque : les cévennes centrales (massif central français). Microstructures et mécanismes de déformation dans les zones de cisaillement*

- schisteuses, Editions B, 1999.
- [22] TURC R., Quelques remarques sur la déformation des calcaires jurassiques de la bordure sous cévenole dans la région d'Alès, (1981).
- [23] O. de CHARPAL, P. Trémolières, F. Jean, P. Masse, Un exemple de tectonique de plate-forme : les causes majeurs (Sud du Massif Central, France), Rev. l'institut Française Pétrole. (1974).
- [24] SCIAU Jacques, Coup d'œil sur les fossiles des causes I : du primaire au Lias moyen, Association des amis du musée de Millau, 1991.
- [25] SCIAU Jacques, Dans les pas des Dinausaures des Causses : Inventaires des sites à empreintes, Association Paléontologique des Causses, 2003.
- [26] BERNIER Paul, For a reinstatement of « lithographic » a precise word to define a precise limestone, GEOBIOS. (1994) 307–311.
- [27] Y. Bodeur, The Upper Jurassic lithographic limestones of the Causse de Blandas-Montdardier (Languedoc, France) in their palaeostructural framework, GEOBIOS. 16 (1994) 219–225.
- [28] OOST Albert P., L. De BOER Poppe, Tectonic and climatic setting of lithographic limestone basins, GEOBIOS. (1994) 321–330.
- [29] D.T. Nicholson, F.H. Nicholson, Physical deterioration of sedimentary rocks subjected to experimental freeze-thaw weathering, Earth Surf. Process. Landforms. 25 (2000) 1295–1307. doi:10.1002/1096-9837(200011)25:12<1295::AID-ESP138>3.0.CO;2-E.
- [30] Y.I. Fogue Djombou, S. Corn, L. Clerc, D. Salze, E. Garcia-Diaz, Freeze-thaw resistance of limestone roofing tiles assessed through impulse vibration monitoring and finite element modeling in relation to their microstructure, Constr. Build. Mater. 205 (2019) 656–667.

doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.211>.

- [31] L. Bruce Railsback, *An Atlas of Pressure Dissolution Features*, (2001).  
<http://www.gly.uga.edu/railsback/PDFintro1.html>.
- [32] R. Tada, R. Siever, Pressure Solution during Diagenesis, *Annu. Rev. Earth Planet. Sci.* 17 (1989) 89–118.
- [33] A. Beach, Pressure solution as a metamorphic process in deformed terrigenous sedimentary rocks, *Lithos.* 12 (1979) 51–58.
- [34] F. Renard, Three-dimensional roughness of stylolites in limestones, *J. Geophys. Res.* 109 (2004) B03209. doi:10.1029/2003JB002555.
- [35] P. Baud, A. Rolland, M. Heap, T. Xu, M. Nicolé, T. Ferrand, T. Reuschlé, R. Toussaint, N. Conil, Impact of stylolites on the mechanical strength of limestone, *Tectonophysics.* 690 (2016) 4–20. doi:10.1016/j.tecto.2016.03.004.
- [36] J. Cahen, E. Bruet, *Carrières. Plâtrières. Ardoisières*, libr. J.B. Baillièrè et fils, Chartres, 1926.
- [37] LETAVERNIER Gilles, *La gélivité des roches calcaires: relation avec la morphologie du milieux poreux*, 1984.
- [38] DYSLI Michel, *Le gel et son action sur les sols et les fondations*, presse Pol, 1991.
- [39] M.S.M. Lund, K.K. Hansen, R. Brincker, A.H. Jensen, S.D.R. Amador, Evaluation of freeze-thaw durability of pervious concrete by use of operational modal analysis, *Cem. Concr. Res.* 106 (2018) 57–64. doi:10.1016/j.cemconres.2018.01.021.
- [40] LETAVERNIER Gilles, OZOUF Jean-Claude, La gélifraction des roches et des parois calcaires, *Bull. l'Association Française Pour l'étude Du Quat.* 24 (1987) 139–145.
- [41] M. Bellanger, F. Homand, J.M. Remy, Water behavior in limestones as a function

- of pore structure: application to frost resistance of some lorraine limestones., Eng. Geol. 36 (1993) 99–108.
- [42] P. Bousquie, Texture et porosité de roches calcaires: relation avec perméabilité, ascension capillaire, gélivité, conductivité thermique, Université de Pierre et Marie Cuire et Ecole National Supérieure des Mines de Paris, 1979.
- [43] C. Walbert, J. Eslami, A.L. Beaucour, A. Bourges, A. Noumowe, Evolution of the mechanical behaviour of limestone subjected to freeze–thaw cycles, Environ. Earth Sci. 74 (2015) 6339–6351. doi:10.1007/s12665-015-4658-2.
- [44] A. Saad, S. Guédon, F. Martineau, Microstructural weathering of sedimentary rocks by freeze-thaw cycles: Experimental study of state and transfer parameters, Comptes Rendus - Geosci. 342 (2010) 197–203. doi:10.1016/j.crte.2009.12.009.
- [45] TOURENQ C., FOURMAINTRAUX D., Contribution de la pétrographie à l'étude des propriétés physiques et mécaniques des roches, in: 1971.
- [46] A. Saad, M. Bost, The resonant frequency measurement and cracking evolution in rocks, Rock Eng. Difficult Gr. Cond. - Soft Rocks Karst - Proc. Reg. Symp. Int. Soc. Rock Mech. EUROCK 2009. (2010) 345–350.
- [47] A. Prick, Critical Degree of saturation as a Threshold Moisture Level in Frost Weathering of Limestones, Permafr. Periglac. Process. 8 (1997) 91–99.
- [48] C. Walbert, J. Eslami, A.-L. Beaucour, A. Bourges, A. Noumouwe, Evolution of the mechanical behaviour of limestone subjected to freeze thaw cycles, Environ. Earth Sci. (2015) 6339–6351.
- [49] I. Vlahou, G. Worster, Ice growth in a spherical cavity of a porous medium, J. Glaciol. 56 (2010).
- [50] A.B. Harnik, U. Meier, A. Rosw, Combined Influence of Freezing and Delcing

- Salt on Concrete—Physical Aspects, *Durab. Build. Mater. Components*. ASTMSTP 69 (1980) 474–484.
- [51] P. KUBELKA, *No Zeitung für Elektrochemie*, 1932.
- [52] S.S.L. Peppin, R.W. Style, *The physics of frost heave and ice-lens growth*, Oxford, 2012.
- [53] R. DEFAY, I. PRIGOGINE, A. BELLEMANS, D.H. EVERETT, *Surface tension and absorption*, Longmans e, London, 1966.
- [54] J. Clifford, *Properties of water in capillaries and thin films*, in: *Water Disperse Syst.*, F. Franks, Springer Science+Business Media New York, 1975: pp. 75–131.
- [55] BOST Marion, POUYA Ahmad, *Contraintes exercées par le gel dans les fractures des massifs rocheux: aspects expérimentaux et modélisation*, in: *Grénoble*, 2007.
- [56] R.R. Gilpin, *A model for prediction of ice lensing and frost heave in soils*, *Water Resour. Res.* 16 (n.d.) 918–930.
- [57] F.A. Grondin, *Modélisation multi-échelles du comportement thermo-hydro-mécanique des matériaux hétérogènes. Applications aux matériaux cimentaires sous sollicitations sévères.*, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2005.
- [58] C. Javey, *Bull. BRGM*, 2 (1972) 40–66.
- [59] TOURENQ C., ARCHIMBAUD C., *Propriétés des calcaires*, in: 1974.
- [60] J. Hirschwald, *Die Prüfung der Natürlichen Bausteine auf Ihre Wetterbeständigkeit*, Verlag von Wilhelm Ernst & Sohn, Berlin, 1908.
- [61] FAGERLUND Göran, *Degré critique de saturation. Un outil pour l'estimation de la résistance au gel des matériaux de construction*, *Matériaux Constr.* 23 (1971) 271–285.
- [62] T.C. Chen, M.R. Yeung, N. Mori, *Effect of water saturation on deterioration of*

- welded tuff due to freeze-thaw action, *Cold Reg. Sci. Technol.* 38 (2004) 127–136. doi:10.1016/j.coldregions.2003.10.001.
- [63] A. Saad, *Influence du changement climatique et des conditions extrêmes sur les massifs fracturés : rôle des fluides dans leur processus d'altération*, 2011.
- [64] C. Thomachot, *Modification des propriétés pétrophysiques de grès soumis au gel ou recouverts « d'encroutements noirs vernissés »*, Université Louis Pasteur de Strasbourg, 2002.
- [65] Abderrahim Boulanouar, Adbelaali Rahmouni, Mohamed Boukalouch, Abderrahim Samaouali, Yves Géraud, Mimoun Harnafi, Jamal Sebbani, *Determination of Thermal Conductivity and Porosity of Building Stone from Ultrasonic Velocity Measurements*, *Geomaterials*. (2013) 138–144.
- [66] J. Eslami, C. Walbert, A.L. Beaucour, A. Bourges, A. Noumowe, *Influence of physical and mechanical properties on the durability of limestone subjected to freeze-thaw cycles*, *Constr. Build. Mater.* 162 (2018) 420–429. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.12.031.
- [67] MASSEPORT Jean, *Premiers résultats d'expériences de laboratoire sur les roches*, *Rev. Géographie Alp.* tome 47 (1959) 531–537.
- [68] W. Li, W. Sun, J. Jiang, *Damage of concrete experiencing flexural fatigue load and closed freeze/thaw cycles simultaneously*, *Constr. Build. Mater.* 25 (2011) 2604–2610. doi:10.1016/j.conbuildmat.2010.12.007.
- [69] V. Cárdenes, C. Monterroso, A. Rubio, F.J. Mateos, L. Calleja, *Effect of freeze-thaw cycles on the bending strength of roofing slate tiles*, *Eng. Geol.* 129–130 (2012) 91–97. doi:10.1016/j.enggeo.2012.01.007.
- [70] L.D. Marco Castaño, J. Martínez-Martínez, D. Benavente, M. García-del-Cura, *Failures in the standard characterization of carbonate dimension stone*

- durability during freeze-thaw testing, *Glob. Stone Congr.* (2010).
- [71] A. Saad, S. Guedon, F. Martineau, Microstructural weathering of sedimentary rocks by freeze-thaw cycles: Experimental study of state and transfer parameters., *Comptes Rendus Geosci.* (2010) 197–203.
- [72] Walbert Charlotte, Eslami Javad, Beaucour Anne-Lise, Bourges Ann, A. Noumouwe, Evolution of the mechanical behaviour of limestone subjected to freeze thaw cycles, *Env. Earth Sci.* (2015) 6339–6351.
- [73] J. Park, C.U. Hyun, H.D. Park, Changes in microstructure and physical properties of rocks caused by artificial freeze–thaw action, *Bull. Eng. Geol. Environ.* 74 (2015) 555–565. doi:10.1007/s10064-014-0630-8.
- [74] N.J. Mabry, R. Seracino, K.J. Peters, The effects of accelerated Freeze-Thaw conditioning on CFRP strengthened concrete with pre-existing bond defects, *Constr. Build. Mater.* 163 (2018) 286–295. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.12.017.
- [75] Y. Qiao, W. Sun, J. Jiang, Damage process of concrete subjected to coupling fatigue load and freeze/thaw cycles, *Constr. Build. Mater.* 93 (2015) 806–811. doi:10.1016/j.conbuildmat.2015.05.087.
- [76] M. Uranjek, V. Bokan-Bosiljkov, Influence of freeze-thaw cycles on mechanical properties of historical brick masonry, *Constr. Build. Mater.* 84 (2015) 416–428. doi:10.1016/j.conbuildmat.2015.03.077.
- [77] European Committee for Standardization, EN 12371 Natural Stone tests methods: determination of frost resistance, Bruxelles, 1966.
- [78] J. Martínez-Martínez, D. Benavente, M. Gomez-Heras, L. Marco-Castaño, M.Á. García-Del-Cura, Non-linear decay of building stones during freeze-thaw weathering processes, *Constr. Build. Mater.* 38 (2013) 443–454. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.07.059.

- [79] B. Christaras, F. Auger, E. Mosse, Determination of the moduli of elasticity of rocks. Comparison of the ultrasonic velocity and mechanical resonance frequency methods with direct static methods, *Mater. Struct.* 27 (1994) 222–228. doi:10.1007/BF02473036.
- [80] R.J. Allison, A non-destructive method of determining rock strength, *Earth Surf. Process. Landforms.* 13 (1988) 729–736. doi:10.1002/esp.3290130807.
- [81] A. Asaad, Evaluation des risques d'altération d'origine thermo-hydro-mécanique des pierres du patrimoine bâti, Université d'Orléans, 2014.
- [82] J. Sinou, A review of damage detection and health monitoring of mechanical systems from changes in the measurement of linear and non-linear vibrations, 2013. [http://hal.archives-ouvertes.fr/docs/00/77/93/22/PDF/Sinou\\_Chapter\\_13\\_review\\_SHM.pdf](http://hal.archives-ouvertes.fr/docs/00/77/93/22/PDF/Sinou_Chapter_13_review_SHM.pdf).
- [83] B. Garnier, Vibrations des structures industrielles - Notions de physique des vibrations, Réf : R619, 2009.
- [84] S.D. Panteliou, A.D. Dimarogonas, Thermodynamic damping in porous materials with spherical cavities, *Shock Vib.* 4 (1997) 261–268. doi:10.1155/1997/138503.
- [85] D.A. Saravanos, D.A. Hopkins, Effects of delaminations on the damped dynamic characteristics of composite laminates: Analysis and experiments, *J. Sound Vib.* 192 (1996) 977–993. doi:10.1006/jsvi.1996.0229.
- [86] R. Brincker, C. Ventura, *Introduction to Operational Modal Analysis*, Wiley-Blackwell; 1 edition, 2015.
- [87] S.R. Ibrahim, E.C. Mikulcik, A time domain modal vibration test technique, *Shock Vib. Bull.* (1973) 21–37.
- [88] P. Van Overschee, B. De Moor, *Subspace Identification for Linear Systems:*

- Theory, Implementation, Applications, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1996.
- [89] J.D. Ewins, *Modal Testing: Theory, Practice and Applications*, Research Studies Pr, 1984.
- [90] S. Khatir, R. Serra, I. Belaidi, Détection et localisation de défauts dans des structures poutres par analyse vibratoire, in: 4ième Congrès Algérien de Mécanique (CAM2013), 2013.
- [91] D.N. Thatoi, J. Nanda, H.C. Das, D.R. Parhi, Analysis of the Dynamic Response of a Cracked Beam Structure, *Appl. Mech. Mater.* 187 (2012) 58–62. doi:10.4028/www.scientific.net/amm.187.58.
- [92] I. Ben Ammar, A. El Mahi, C. Karra, R. El Guerjouma, M. Haddar, Characterization of sandwich beams with shear damages by linear and nonlinear vibration methods, *J. Compos. Mater.* 0 (2017) 1–14. doi:10.1177/0021998317702436.
- [93] M. Idriss, A. El Mahi, R. El Guerjouma, Characterization of sandwich beams with debonding by linear and nonlinear vibration method, *Compos. Struct.* 120 (2015) 200–207. doi:10.1016/j.compstruct.2014.09.036.
- [94] A. Alvandi, C. Cremona, Assessment of vibration-based damage identification techniques, *J. Sound Vib.* 292 (2006) 179–202. doi:10.1016/j.jsv.2005.07.036.
- [95] P. Yamuna, K. Sambasivarao, Vibration Analysis of Beam With Varying Crack Location, *Int. J. Eng. Res. Gen. Sci.* 2 (2014) 1008–1017. www.ijergs.org.
- [96] L.H. Yam, Z. Wei, L. Cheng, Nondestructive detection of internal delamination by vibration-based method for composite plates, *J. Compos. Mater.* 38 (2004) 2183–2198. doi:10.1177/0021998304045590.
- [97] P.H. Kirkegaard, A. Rytter, *Vibration Based Damage Assessment of a Civil*

- Engineering Structures using a Neural Networks, *Fract. Dyn.* R9408 (1994).
- [98] H.A. Razak, F.C. Choi, The effect of corrosion on the natural frequency and modal damping of reinforced concrete beams, *Eng. Struct.* 23 (2001) 1126–1133. doi:10.1016/S0141-0296(01)00005-0.
- [99] Z. Ismail, H.A. Razak, Z. Ibrahim, A.G.A. Rahman, P.A. Hin, Detection of defects in reinforced concrete beams using modal data, *Proc. Int. Modal Anal. Conf.* 2 (2001) 1358–1362.
- [100] F. Van den Abeele, J.R. De Oliveira Jr, F.J. Huertos, Identification of the Complex Moduli of Orthotropic Materials using Modal Analysis, in: *Proc. COMSOL Conf.*, 2010.
- [101] A. Hamze, *Détection et localisation de changements dans une structure : application numérique et expérimentale*, Université de grenoble, 2006.
- [102] H.M. Gomes, A comparative study of Neural Networks and sensitivity modal analysis for damage assesment, in: *18th Int. Congr. Mech. Eng.*, 2005.
- [103] Y. Gao, J. B.F. Spencer, D. Bernal, Experimental verification of the damage locating vector method, *J. Eng. Mech.* 133 (2007). doi:[https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9399\(2007\)133:10\(1043\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9399(2007)133:10(1043)).
- [104] F. Léonard, J. Lanteigne, S. Lalonde, Y. Turcotte, Free-vibration behaviour of a cracked cantilever beam and crack detection, *Mech. Syst. Signal Process.* 15 (2001) 529–548. doi:10.1006/mssp.2000.1337.
- [105] F. Daneshjoo, A. Gharighoran, Experimental and theoretical dynamic system identification of damaged RC beams, *Electron. J. Struct. Eng.* 8 (2008) 29–39.
- [106] M. Idriss, *Analyse expérimentale et par éléments finis du comportement statique et vibratoire des matériaux composites sandwichs sains et endommagés*, université du Maine, 2013.

- [107] O.S. Salawu, Detection of structural damage through changes in frequency: a review, *Eng. Struct.* 19 (1997) 718–723. doi:10.1016/S0141-0296(96)00149-6.
- [108] A.E. Aktan, K.L. Lee, C. Chuntavan, T. Aksel, Modal testing for structural identification and condition assessment of constructed facilities, in: 12th Int. Modal Anal. Conf., Honolulu, 1994: p. pp 462-468.
- [109] M.S. Mirza, O. Ferdjani, A. Hadj-Arab, K. Joucdar, A. Khaled, A.G. Razaqpur, An experimental study of static and dynamic responses of prestressed concrete box girder bridges, *Can. J. Civ. Eng.* 17 (1990) 481–493.
- [110] F. Matalkah, P. Soroushian, Freeze thaw and deicer salt scaling resistance of concrete prepared with alkali aluminosilicate cement, *Constr. Build. Mater.* 163 (2018) 200–213. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.12.119.
- [111] A. MESSAN, S. CORN, P. IENNY, Composites cimentaires : endommagement et maturation suivis par analyse vibratoire, *Rev. Des Compos. Des Matériaux Avancés.* 17 (2007) 239–250. doi:doi:10.3166/rcma.17.239-250.
- [112] H. Wu, Z. Liu, B. Sun, J. Yin, Experimental investigation on freeze-thaw durability of Portland cement pervious concrete (PCPC), *Constr. Build. Mater.* 117 (2016) 63–71. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.04.130.
- [113] S. Corn, P. Ienny, J.S. Dupuy, L. Daridon, Identification des propriétés viscoélastique d'un PMMA par analyse vibratoire: comparaison entre différentes méthodes expérimentales, in: 19 Ème Congrès Français Mécanique, Marseille, 2009.
- [114] S. Corn, J.S. Dupuy, P. Ienny, L. Daridon, Vibration analysis techniques for detecting filler-matrix decohesion in composites, *Rev. Des Compos. Des Matériaux Avancés.* 22 (2012) 77–90.
- [115] Y.I. Fogue Djombou, S. Corn, E. Garcia-Diaz, Caractérisation par analyse

- vibratoire de l'endommagement d'un éco-matériau orthotrope (lauze calcaire) soumis à des cycles de gel/dégel., in: Conférence Int. Francoph. NoMaD 2018, Liège, 2018.
- [116] S.G. Creed, Assessment of large engineering structures using data collected during in-service loading, in: F.K. Garas, J.L. Clarke, G.S.T. Armer (Eds.), *Struct. Assess.*, Butterworths, London, n.d.
- [117] R. Chandra, S.P. Singh, K. Gupta, A study of damping in fiber-reinforced composites, *J. Sound Vib.* 262 (2003) 475–496. doi:10.1016/S0022-460X(03)00107-X.
- [118] M.S. Cao, G.G. Sha, Y.F. Gao, W. Ostachowicz, Structural damage identification using damping: A compendium of uses and features, *Smart Mater. Struct.* 26 (2017). doi:10.1088/1361-665X/aa550a.
- [119] Shahzad S, Detection of corrosion-induced damage in reinforced concrete beams based on structural damping identification, in: *Proc. 13th East Asia-Pacific Conf. Struct. Eng. Constr. G-2-4*, n.d.: p. 2013.
- [120] R. Dieterle, H. Bachman, Experiments and models for the damping behavior of vibrating reinforced concrete beams in the uncracked and cracked condition, *IABSE Reports Work. Comm.* 34 (1981) 69–82.
- [121] C. Modena, D. Sonda, D. Zonta, Damage Localization in Reinforced Concrete Structures by Using Damping Measurements, *Key Eng. Mater.* 167–168 (1999) 132–141. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.167-168.132.
- [122] S.D. Panteliou, T.G. Chondros, V.C. Argyrakis, A.D. Dimarogonas, Damping factor as an indicator of crack severity, *J. Sound Vib.* 241 (2001) 235–245. doi:10.1006/jsvi.2000.3299.
- [123] A.P. Bovsunovsky, C. Surace, Considerations regarding superharmonic

- vibrations of a cracked beam and the variation in damping caused by the presence of the crack, *J. Sound Vib.* 288 (2005) 865–886.
- [124] J. Cugnoni, Identification par recalage modal et fréquentiel des propriétés constitutives de coques en matériaux composites, (2005) 251.
- [125] G.M.L. Gladwell, A. Morassi, Estimating damage in a rod from changes in node positions, *Inverse Probl. Eng.* 7 (1999) 215–233.
- [126] A.P. Dowling, J.E. Ffows Williams, *Sound and Sources of Sound*, Ellis Horw, 1983.
- [127] L. C., *Rayonnement acoustique des structures*, Editions E, 1988.
- [128] P. Susini, I. Perry, S. Vieillard, S. Winsberg, S. McAdams, X. Rodet, Sensory evaluation of air-conditioning noise: Sound design and psychoacoustic evaluation, in: *Int. Congr. Acoust., Rome, Italie, 2001*.
- [129] G. Lemaitre, Comment concevoir de nouveaux sons pour les avertisseurs automobiles? Une approche psychologique et acoustique, Université du Maine, 2004.
- [130] A. (American N.S. Institute), *USA Standard Acoustical Terminology*, New York, 1960.
- [131] J. Marozeau, *L'effet de la fréquence fondamentale sur le timbre*, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2004.
- [132] J. Hajda, R. Kendall, E. Carterette, M. Harshberger, Methodological issues in timbre research, in: I. Deliège, J. Sloboda (Eds.), *Percept. Cogn. Music, Psychology*, Londres, 1997: pp. 253–306.
- [133] J.M. Grey, J.W. Gordon, Perceptual effects of spectral modifications on musical timbres, *J. Acoust. Soc. Am.* (1978) 1493–1500.

- [134] R. Kendall, E. Carterette, J. Hajda, Perceptual and acoustical features of natural and synthetic orchestral instrument tones, *Music Percept.* 16 (1999) 265–294.
- [135] J. Mazars, Application de la mécanique de l'endommagement au comportement non linéaire et à la rupture du béton de structure, Université de Paris 6, 1984.
- [136] B. Gèze, J. Pellet, H. Paloc, A. Bambier, J. Roux, G. Senaud, Notice carte géologique de la France 1/50 000- FLORAC - 0886N, n.d.
- [137] H. Philip, Y. BODEUR, J. Mattei, M. Mattauer, R. Therond, H. Paloc, J. Feraud, Notice carte géologique de la France 1/50 000- ST-Martin-De-Londres- 0963N, n.d.
- [138] W.M. BAUSCH, Y. BODEUR, Geochemistry of the lithographic limestone of Montdardier (Oxfordian, Languedoc, France), *Erlanger Beitr. Petr. Min.* 13 (2003) 45–70.
- [139] AFNOR, NF EN 1936 Méthodes d'essai des pierres naturelles - Détermination des masses volumiques réelle et apparente et des porosités ouvertes et totale, n.d.
- [140] AFNOR, NF EN 13755 Méthode d'essai pour pierres naturelles - Détermination de l'absorption d'eau à la pression atmosphérique, n.d.
- [141] L.N. Bell, T.P. Labuza, Practical Aspects of Moisture Sorption Isotherm Measurement and Use, 2nd Edition, MN, 2000.
- [142] AFNOR, NF EN 1925 Méthodes d'essai pour pierres naturelles - Détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité, (n.d.).
- [143] AFNOR, NF EN 12372 Méthode d'essai pour pierres naturelles - Détermination de la résistance à la flexion sous charge centrée, (n.d.).
- [144] S. Emery, J. Wolfe, Does Timbral Brightness Scale with Frequency and Spectral Centroid?, *Acta Acust. United with Acust.* 92 (n.d.) 820–825.

- [145] M.H. Richardson, D.L. Formenti, Global Curve Fitting of Frequency Response Measurements using the Rational Fraction Polynomial Method, in: 3RD IMAC Conf., Orlando, n.d.  
[https://search.proquest.com/docview/1328160312?accountid=26634%0Ahttp://link.periodicos.capes.gov.br/sfxlcl41?url\\_ver=Z39.88-2004&rft\\_val\\_fmt=info:ofi/fmt:kev:mtx:journal&genre=unknown&sid=ProQ:ProQ%3Atechnology1&atitle=3D+Systems%2C+Inc.%3B+Patent+Issued](https://search.proquest.com/docview/1328160312?accountid=26634%0Ahttp://link.periodicos.capes.gov.br/sfxlcl41?url_ver=Z39.88-2004&rft_val_fmt=info:ofi/fmt:kev:mtx:journal&genre=unknown&sid=ProQ:ProQ%3Atechnology1&atitle=3D+Systems%2C+Inc.%3B+Patent+Issued).
- [146] T.J. Chalko, N. Haritos, V. Gershkovich, Non-linear curve fitting for modal analysis, *Environ. Softw.* 11 (1996) 9–18. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S0266-9838\(96\)00016-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0266-9838(96)00016-0).
- [147] T. Lauwagie, H. Sol, G. Roebben, W. Heylen, Y. Shi, O. Van der Biest, Mixed numerical-experimental identification of elastic properties of orthotropic metal plates, *NDT E Int.* 36 (2003) 487–495. doi:[10.1016/S0963-8695\(03\)00048-3](https://doi.org/10.1016/S0963-8695(03)00048-3).
- [148] S. Matala, Effects of carbonation on the pore structure of granulated blast furnace slag concrete, Helsinki University of Technology, Finlande, 1995.



## **Résumé :**

La lauze désigne un matériau naturel en plaquette (sédimentaire (lauze calcaire, lauze de grès), métamorphique (lauze schiste) ou magmatique (lauze de phonolite)), obtenu par clivage le long des zones de fragilité horizontale de la roche. Cet éco-matériau est utilisé dans l'architecture vernaculaire et patrimoniale dans de nombreuses régions d'Europe, notamment dans le Massif central en France il constitue un élément clé des paysages culturels agropastoraux méditerranéens du périmètre «Causses et Cévennes» inscrit au patrimoine mondial de l'UNESCO. Ce matériau soumis à des conditions environnementales rudes peut se retrouver endommagé, compromettant ainsi sa fonction d'étanchéité. La variété d'environnements propices à la formation des lauzes calcaires du Massif central fait qu'elles ont une diversité de caractéristiques diagénétiques. Cette thèse a pour objectif de caractériser et de comprendre les processus d'endommagement des lauzes calcaires, notamment lorsqu'elles sont soumises à des cycles de gel-dégel, en se basant sur leur comportement en vibration, et en relation avec leur caractéristiques diagénétiques. Pour cela, différents aspects ont été abordés, notamment, d'une part l'utilisation de l'analyse modale expérimentale pour caractériser l'endommagement de lauze calcaire soumise à des cycles de gel-dégel. Et d'autre part la caractérisation du rôle et de l'importance des processus hydriques et thermiques dans les mécanismes de dégradation de ces matériaux, vis-à-vis de leurs propriétés physiques et de leurs caractéristiques diagénétiques, a été examinée. Les méthodes de diagnostic des structures basées sur leur réponse en vibration et les méthodes d'identification mixtes numériques/expérimentales constituent des méthodes pratiques, robustes, pertinentes et non-invasives pour la caractérisation de l'endommagement de ces géomatériaux. Par ailleurs, la présence de caractéristiques diagénétiques telles que les fissures et les stylolites au sein des lauzes influence leur performance mécanique et leur durabilité, notamment à cause des mécanismes de formation de glace qui s'y forment et qui dépendent de la morphologie de ces défauts diagénétiques. Enfin il est possible de prédire la susceptibilité d'une lauze à être gélive, soit à partir de l'évaluation de la quantité de glace formée dans les défauts diagénétiques quantifiée à partir des mesures de calorimétrie basse température, soit en ayant recours au savoir-faire traditionnel des artisans qui consistent à se servir du son produit par les lauzes.

## **Abstract:**

Tilestone is a natural stone material (sedimentary (limestone, sandstone), metamorphic (schist slate) or magmatic (phonolite lauze)), splits along horizontal lines of weakness of stone, that can be used for roofing. This eco-material is used for roofing in many regions in Europe (France, Italy, Spain, and Great Britain) and contributes to the authenticity of a region, such as in the Massif Central area in France, where they constitute a key element of the Mediterranean agropastoral cultural landscape of the "Causses and Cévennes" perimeter registered on the UNESCO World Heritage List. Limestone tilestone subjected to aggressive climatic conditions could undergo mechanical damage, compromising its roof sealing function. The variety of environments conducive to the formation of the limestone tilestone of the Central Massif makes them have a diversity of diagenetic characteristics. This thesis aims to characterize and understand the damage processes of limestone tilestone, especially when they are subjected to freeze-thaw cycles, based on their vibration response and related to their diagenetic features. Thus, different aspects will be investigated, such as, on the one hand the use of experimental modal analysis to characterize the damage occurring to the limestone subjected to freeze-thaw cycles. And on the other hand, the characterization of the role and importance of hydric and thermal processes in the degradation mechanisms of these materials, related to their physical properties and their diagenetic characteristics, was investigated. Vibration-based monitoring methods and mixed numerical/experimental identification methods are practical, robust, relevant and non-invasive methods for studying the damage processes of these geomaterials. Moreover, the presence of diagenetic features such as cracks and stylolites within limestone tilestone influences their mechanical performance and durability, because of the ice formation mechanisms occurring inside diagenetic features and which depend on the morphology of these diagenetic defects. Finally, it is possible to predict the limestone tilestone frost vulnerability, either from the evaluation of the amount of ice formed in the diagenetic flaws evaluated from low temperature calorimetry measurements, or by implementing the traditional technic of slate roofer consisting in using sound produced by tilestone.