



Université de Constantine

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES ET TECHNOLOGIE

Centre de Recherche sur la Matière Divisée - Orléans / Laboratoire de Génie Civil - Constantine

THÈSE EN COTUTELLE INTERNATIONALE présentée par :

Mohammed Rissel KHELIFA

soutenue le : 20 juin 2009

pour obtenir le grade de :

**Docteur de l'université d'Orléans
et de l'Université de Constantine**

Discipline : Génie Civil

**EFFET DE L'ATTAQUE SULFATIQUE EXTERNE SUR LA
DURABILITE DES BETONS AUTOPLACANTS**

THÈSE dirigée par :

**Muzahim AL-MUKHTAR
Hocine CHABIL**

Professeur, Université d'Orléans

Professeur, Université de Constantine

RAPPORTEURS :

**Albert NOUMOWE
Fattoum KHARCHI**

Professeur, Université de Cergy-Pontoise

Professeur, Université H. Boumediene d'Alger

JURY :

**Mostefa MIMOUNE
Albert NOUMOWE
Fattoum KHARCHI
Xavier BRUNETAUD
Muzahim AL-MUKHTAR
Hocine CHABIL**

Professeur, Université de Constantine - Président du jury
Professeur, Université de Cergy-Pontoise - Rapporteur
Professeur, Université H. Boumediene d'Alger – Rapporteur
Maître de Conférences, Université d'Orléans – Examinateur
Professeur, Université d'Orléans – Directeur de thèse
Professeur, Université de Constantine – Directeur de thèse

Sommaire

Sommaire	0
Table des tableaux	3
Table des figures	4
Remerciements.....	8
INTRODUCTION GENERALE.....	10
Contexte général de l'étude	10
Historique des bétons autoplaçants	10
Utilisation des bétons autoplaçants en Algérie	12
Les objectifs de l'étude	13
Chapitre I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	16
I.1 Généralités sur les bétons.....	16
I.2 Les bétons autoplaçants	17
I.2.1 Constituants d'un béton autoplaçant	18
I.2.2 Caractérisation d'un béton autoplaçant à l'état frais	22
I.2.3 Caractérisation d'un béton autoplaçant à l'état durci	30
I.3 La durabilité.....	33
I.3.1 Généralités.....	33
I.3.2 Introduction à la durabilité.....	34
I.3.3 Durabilité et économie	35
I.3.4 Béton durable et béton résistant	35
I.3.5 L'attaque sulfatique.....	37
I.3.6 L'ettringite dans le béton	41
Chapitre II LES BETONS AUTOPLACANTS	46
II.1 Introduction	46
II.2 Formulation des BAP	47
II.2.1 Méthode de formulation pratique des BAP.....	47
II.2.2 Formulations des BAP existants dans la bibliographie.....	48
II.2.3 Les matériaux utilisés.....	49
II.2.4 Confection des bétons préliminaires	58
II.2.5 Formulation des bétons autoplaçants.....	66
II.2.6 Conclusion.....	72
Chapitre III L'ATTAQUE SULFATIQUE EXTERNE	75
III.1 Introduction	75
III.2 Objectif de l'étude	77
III.2.1 Les échantillons étudiés	78
III.2.2 Les protocoles expérimentaux.....	82
III.2.3 Etude macroscopique.....	86
III.2.4 Résultats et discussion	87
III.3 Conclusion	113
Chapitre IV ETUDE MICROSCOPIQUE.....	117
IV.1 Analyse du milieu poreux.....	117
IV.1.1 Porosité au mercure	117

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

IV.1.2	Porosité totale à l'eau.....	123
IV.2	Analyse thermogravimétrique (ATG) et diffraction des rayons X (DRX)	126
IV.2.1	Préparation des échantillons pour l'ATG.....	126
IV.2.2	L'analyse ATG des échantillons.....	127
IV.2.3	Principe de la diffraction aux rayons X sur poudre.....	130
IV.2.4	Préparation des échantillons pour l'analyse à la DRX.....	132
IV.2.5	Résultats de l'analyse à la DRX des échantillons.....	133
IV.3	Analyse au microscope à balayage (MEB).....	136
IV.3.1	Principe de l'analyse.....	136
IV.3.2	Préparation des échantillons.....	137
IV.3.3	Analyse des échantillons.....	140
IV.4	Conclusion	161
Chapitre V	CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	164
V.1	Conclusions générales	164
V.1.1	Formulation des bétons	164
V.1.2	Durabilité des bétons étudiés face à l'attaque sulfatique externe.....	164
V.1.3	Représentativité des protocoles.....	165
V.2	Perspectives	167
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES		169

Table des tableaux

Tableau I-1 : Notations chimiques cimentières	41
Tableau II-1 : Composition des variantes de ciment étudiées	52
Tableau II-2 : Composition des différents constituants utilisés dans la fabrication de nos ciments	52
Tableau II-3 : Caractéristiques du ciment CPA-CEM I 42,5	54
Tableau II-4 : Caractéristiques du ciment CPJ-CEM II/A 42,5	54
Tableau II-5 : Valeurs de E/f et de E/C	55
Tableau II-6 : Volume moyen et densité réelle moyenne des matériaux utilisés.....	56
Tableau II-7 : Densité réelle des matériaux utilisés	56
Tableau II-8 : Différentes formulations préliminaires gâchées pour $1m^3$	59
Tableau II-9 : Essais caractérisant les bétons à l'état frais	60
Tableau II-10 : Caractérisation des bétons confectionnés à l'état durci	64
Tableau II-11 : Différentes formulations préliminaires gâchées	65
Tableau II-12 : Essais caractérisant les bétons à l'état frais	65
Tableau II-13 : Résistances mécaniques à la compression des éprouvettes 11x22 cm en B_{12}	65
Tableau II-14 : Les différents apports des matériaux pour la première et la deuxième formulation	68
Tableau II-15 : Les différentes formulations de mortiers étudiées	69
Tableau II-16 : Seuil de cisaillement du CEM II/59 à 0,05 %C d'AC et à différents dosages de S_p	69
Tableau II-17 : Seuil de cisaillement du CEM I/59 à 0,05%C d'AC et à différents dosages de S_p	69
Tableau II-18 : Seuil de cisaillement du CEM II/49 sans AC et à différents dosages de S_p	69
Tableau II-19 : Seuil de cisaillement du CEM I/49 sans AC et à différents dosages de S_p	70
Tableau II-20 : Récapitulatif des résultats obtenus par la méthode du seuil de cisaillement.....	71
Tableau II-21 : Les formulations des quatre BAP retenus	71
Tableau II-22 : Essais caractérisant les quatre BAP à l'état frais	71
Tableau III-1 : Caractéristiques et performances mécaniques des différents BAP.....	79
Tableau III-2 : Caractéristiques et performances mécaniques des différents mortiers.....	79
Tableau III-3 : Valeurs des porosités et des résistances à 28j des quatre types de béton	87
Tableau IV-1 : Résultats de L'analyse thermogravimétrique des quatre échantillons.....	129

Table des figures

Figure I-1 : Les utilisations des superplastifiants.....	21
Figure I-2 : Essai d'étalement au cône d'Abrams (slump flow)	23
Figure I-3: Anneau Japonais – Laboratoire GC de Polytech'Orléans.	24
Figure I-4 : Essai de la boîte en L (L-box test).....	25
Figure I-5 : Essai du tube en U	25
Figure I-6 : Essai du caisson.....	26
Figure I-7 : Essai de la passoire	26
Figure I-8 : Essai de stabilité au tamis	27
Figure I-9 : Essai de ressuage.....	28
Figure I-10 : Mesure de l'air occlus à l'aide d'un aéromètre	29
Figure I-11 : Parement d'un béton autoplaçant	29
Figure I-12 : Mesure de la masse volumique réelle.....	30
Figure I-13 : Mesure de la résistance à la compression des 11x22 cm.....	31
Figure I-14 : Mesure de la résistance à la traction par flexion des 4x4x16 cm.....	32
Figure I-15 : Mesure de la résistance à la compression sur demi-prismes.....	32
Figure I-16 : Schéma simplifié des processus de détérioration du béton intervenant lors des attaques sulfatiques (DEP : Dégradation en Eau Pure, ASSO : Attaque au Sulfate de Sodium Na ₂ SO ₄).	38
Figure II-1 : Composition d'un béton ordinaire et d'un BAB [25].....	46
Figure II-2 : Phénomène de blocage d'un granulat au droit d'un obstacle [6]	47
Figure II-3 : Courbe granulométrique du sable 0/5	50
Figure II-4 : Courbe granulométrique du gravier 5/8	50
Figure II-5 : Courbe granulométrique du gravier 8/15	51
Figure II-6 : Comparaison des ciments 42,5 algériens sur la base de leur résistance garantie à 28 jours et leur coût en euros par tonne.....	51
Figure II-7 : Ciments utilisés dans la confection des bétons autoplaçants.....	53
Figure II-8 : Distribution des tailles de grains par granulométrie laser du ciment CPJ CEM II/A 42,5	55
Figure II-9 : Distribution des tailles de grains par granulométrie laser du ciment CPA CEM I 42,5	56
Figure II-10 : Caractéristiques des différents bétons à confectionner.....	60
Figure II-11 : La masse volumique réelle en fonction de l'air occlus.....	61
Figure II-12 : La stabilité des différents bétons confectionnés.....	62
Figure II-13 : L'étalement au cône d'Abrams de tous les échantillons confectionnés.....	62
Figure II-14 : L'étalement à l'anneau japonais de tous les échantillons confectionnés	62
Figure II-15 : L'étalement à l'anneau japonais en fonction de l'étalement au cône d'Abrams	63
Figure II-16 : Mode de Conservation des échantillons avant leur écrasement	63
Figure II-17 : Eprouvettes 11x22cm après écrasement à la compression.....	64
Figure II-18 : Essai de mesure du seuil de cisaillement selon Roussel et Coussot.....	67
Figure II-19 : Etalement en fonction du volume de matériau testé pour une pâte de ciment dont le seuil mesuré au viscosimètre est de 60 Pa, La solution théorique et les résultats expérimentaux sont reportés [70]	67
Figure II-20 : Graphe récapitulatif de $T_c = f(S_p)$ pour les quatre bétons.....	70
Figure II-21 : Les résistances des différents confectionnés BAP à 7 et 28 jours.....	72
Figure III-1 : Quelques échantillons de roches gypseuses existantes dans les sols.....	76
Figure III-2 : Origine de la pollution de l'atmosphère, exemple d'une cimenterie	76
Figure III-3 : Presse des éprouvettes 11x22cm de l'Ecole Polytechnique d'Orléans	78
Figure III-4 : Presse des éprouvettes de mortier de l'Ecole Polytechnique d'Orléans.....	78
Figure III-5 : Appareil de mesure de la résistance à la flexion des mortiers	79
Figure III-6 : Confection des éprouvettes cylindriques en béton autoplaçant.....	80
Figure III-7 : Confection des éprouvettes prismatiques en mortier autoplaçant.....	80
Figure III-8 : Mode de conservation des éprouvettes	80
Figure III-9 : Sciage des éprouvettes 11 x 22 cm de béton en éprouvettes 4 x 8 cm	81
Figure III-10 : Carotteuse du laboratoire du CRMD d'Orléans	81
Figure III-11 : Confection des mini-cylindres en béton	81
Figure III-12 : Immersion des échantillons de l'eau dosée à 5 % de Na ₂ SO ₄ , 10H ₂ O.....	82
Figure III-13 : Etuves servant au séchage des éprouvettes à 60 et à 105°C.....	83

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Figure III-14 : Immersion dans l'eau des échantillons 4x8cm en béton	84
Figure III-15 : Séchage des échantillons 4 x 8 cm en béton.....	84
Figure III-16 : Armoire à condensation du SO ₂	85
Figure III-17 : Dispositif de purge de l'armoire à condensation du SO ₂	85
Figure III-18 : Prise hebdomadaire des masses des échantillons.....	86
Figure III-19 : Prise hebdomadaire du temps de propagation du son.....	86
Figure III-20 : Prise hebdomadaire de l'allongement pour les mortiers munis de plots	86
Figure III-21 : La résistance BAP en fonction de leurs porosités.....	87
Figure III-22 : Mini-cylindres de béton et des mortiers soumis au brouillard salin.....	88
Figure III-23 : L'évolution de la masse des mini-cylindres en fonction du temps	89
Figure III-24 : Evolution du module dynamique des mini-cylindres en fonction du temps	89
Figure III-25 : Evolution de la masse des mortiers en fonction du temps - Brouillard Salin.....	90
Figure III-26 : Evolution du module dynamique des mortiers en fonction du temps - Brouillard salin.....	90
Figure III-27 : Variation de l'allongement des mortiers au cours du temps- Brouillard salin.....	91
Figure III-28 : Endommagement localisé des mortiers issus des bétons CEMII/59 - Immersion/séchage à 105°C	91
Figure III-29 : Ruine totale des mortiers issus des bétons CEMII/59 - Immersion/séchage à 105°C.....	92
Figure III-30 : Ruine totale des mortiers issus des bétons CEMI/59- Immersion/séchage à 105°C.....	92
Figure III-31 : Echantillons de mortier issus des bétons CEMII/49 et CEMI/49 restés intacts face à l'immersion/séchage à 105°C.....	92
Figure III-32 : Echantillons mini-cylindriques en béton ayant subi l'immersion/séchage à 105°C	93
Figure III-33 : Variation du module dynamique des mortiers en fonction du temps - Immersion/séchage à 105°C	93
Figure III-34 : Variation du module dynamique des mini-cylindres en fonction du temps- Immersion/séchage à 105°C.....	94
Figure III-35 : L'évolution de la masse des mortiers en fonction du temps - Immersion/séchage à 105°C	94
Figure III-36 : L'évolution de la masse des mini-cylindres en fonction du temps	95
Figure III-37 : Variation de l'allongement des mortiers au cours du temps - Immersion/séchage à 105°C.....	95
Figure III-38 : Endommagement des mini-cylindres en CEM II/59 - Immersion/séchage à 60°C à 2 mois.....	96
Figure III-39 : L'évolution de la masse des mini-cylindres en fonction du temps - Immersion/séchage à 60°C..	97
Figure III-40 : Variation du module dynamique des mini-cylindres en fonction du temps	97
Figure III-41 : Endommagement des mortiers en CEM I/59 - Immersion/séchage à 60°C à 6 mois.....	98
Figure III-42 : Variation du module dynamique des mortiers en fonction du temps - Immersion/séchage à 60°C	98
Figure III-43 : L'évolution de la masse des mortiers en fonction du temps - Immersion/séchage à 60°C.....	99
Figure III-44 : Variation de l'allongement des mortiers au cours du temps - Immersion/séchage à 60°C.....	99
Figure III-45 : Fissuration des éprouvettes 11x22 cm en béton CEM II/59 après 5 mois d'immersion complète	100
Figure III-46 : Fissuration des éprouvettes 11x22 cm en béton CEM II/49 après 5 mois d'immersion complète	100
Figure III-47 : Etat intact des éprouvettes 11x22 cm en CEM I/59 et en CEM I/49 après 6 mois d'immersion complète	101
Figure III-48 : L'évolution de la masse des cylindres 11x22 cm en fonction du temps - Immersion complète..	101
Figure III-49 : Variation du module dynamique des cylindres 11x22 cm en fonction du temps - Immersion complète	102
Figure III-50 : Ruine des mini-cylindres en CEMII/59 - Immersion complète à 3 mois jours	102
Figure III-51 : Endommagement des mini-cylindres en CEMII/49 - Immersion complète à 3 mois jours.....	103
Figure III-52 : L'évolution de la masse des mini-cylindres en fonction du temps - Immersion complète	103
Figure III-53 : Variation du module dynamique des mini-cylindres en fonction du temps - Immersion complète	104
Figure III-54 : Endommagement des mortiers en CEMII/59 au quatrième mois - Immersion complète.....	105
Figure III-55 : Endommagement des mortiers en CEMII/49 au cinquième mois - Immersion complète.....	105
Figure III-56 : L'évolution de la masse des mortiers en fonction du temps - Immersion complète	106
Figure III-57 : Variation du module dynamique des mortiers en fonction du temps - Immersion complète	106
Figure III-58 : Variation de l'allongement des mortiers au cours du temps- Immersion complète	107
Figure III-59 : Mortiers en CEM I/59 à la fin du protocole Immersion complète	107
Figure III-60 : Mortiers en CEMI/49 à la fin du protocole Immersion complète	108

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Figure III-61 : Appareil de mesure de la compression des mini-cylindres – CRMD d'Orléans.....	109
Figure III-62 : Conséquence de l'attaque sulfatique externe sur le comportement d'un béton sain.....	109
Figure III-63 : Comparaison des protocoles ; immersion/séchage à 60°C et immersion complète.....	110
Figure III-64 : Variation du module d'Young en fonction du module dynamique.....	111
Figure III-65 : Variation du module d'Young en fonction de la Contrainte maximale.....	111
Figure III-66 : Evolution des résistances à la compression des mortiers selon le protocole utilisé.....	112
Figure III-67 : Evolution des résistances à la compression des cylindres 11x22 cm.....	113
Figure IV-1 : Schéma explicatif de l'effet "bouteille d'encre" lors de l'injection du mercure [95].....	118
Figure IV-2 : Appareil de mesure de la porosité au mercure.....	120
Figure IV-3 : Préparation de l'échantillon.....	120
Figure IV-4 : Mesure de la porosité au mercure à basse pression.....	120
Figure IV-5 : Mesure de la porosité au mercure à haute pression.....	121
Figure IV-6 : Distribution porale obtenue par porosimétrie au mercure pour les mini cylindres CEMII/59	121
Figure IV-7 : Distribution porale obtenue par porosimétrie au mercure des cylindres à cœur soumis à l'immersion totale pendant 6 mois.....	122
Figure IV-8 : Distribution porale obtenue par porosimétrie au mercure des mortiers sains.....	123
Figure IV-9 : Dispositif utilisé pour la détermination de la porosité totale à l'eau.....	124
Figure IV-10 : Porosité totale à l'eau des échantillons sains.....	124
Figure IV-11 : Evolution de la porosité à l'eau des mortiers selon leur exposition.....	125
Figure IV-12 : Préparation des échantillons pour l'ATG et la DRX.....	126
Figure IV-13 : Dispositif utilisé pour l'analyse thermogravimétrique – Université d'Orléans.....	127
Figure IV-14 : Echantillon analysé à la thermogravimétrie.....	127
Figure IV-15 : Analyse thermogravimétrique de l'échantillon CEM II/59 sain.....	128
Figure IV-16 : Analyse thermogravimétrique de l'échantillon CEM II/59 - en immersion complète.....	128
Figure IV-17 : Analyse thermogravimétrique de l'échantillon CEM II/59 - en immersion/séchage à 60°C.....	128
Figure IV-18 : Analyse thermogravimétrique de l'échantillon CEM II/59 - en immersion/séchage à 105°C.....	129
Figure IV-19 : Géométrie expliquant la loi de Bragg par analogie à la réflexion.....	131
Figure IV-20 : Schéma d'un diffractomètre.....	131
Figure IV-21 : Préparation des échantillons pour la caractérisation à la DRX.....	132
Figure IV-22 : Appareil de caractérisation par diffraction X sur poudre.....	132
Figure IV-23 : Diffractogramme sur poudre - CEM II/59 sain : Intensité = $f(2\theta)$ avec référence de la calcite et de la portlandite (1) ainsi que celle de l'ettringite (2).....	133
Figure IV-24 : Diffractogramme sur poudre - CEM II/59 en Immersion complète : Intensité = $f(2\theta)$ avec références de l'ettringite (1) et la calcite (2).....	134
Figure IV-25 : Diffractogramme sur poudre - CEM II/59 en Immersion /Séchage à 60°C : Intensité = $f(2\theta)$ avec références de l'ettringite.....	134
Figure IV-26 : Diffractogramme sur poudre - CEM II/59 en Immersion /Séchage à 105°C : Intensité = $f(2\theta)$ avec références de l'ettringite (1) et de la mirabilite (2).....	135
Figure IV-27 : Microscope électronique à balayage de l'université d'Orléans.....	136
Figure IV-28 : Mise sous vide des échantillons à surfaces polies.....	137
Figure IV-29 : Préparation des surfaces polies.....	137
Figure IV-30 : Polisseuse du CRMD d'Orléans.....	138
Figure IV-31 : Fractures préparées pour l'analyse au MEB.....	139
Figure IV-32 : Surface polie (x1000) – CEM II/59 Sain.....	140
Figure IV-33 : Fracture (x250/5kv) - CEMII/59 Sain.....	141
Figure IV-34 : Fracture (x1000/5kv) - CEMII/59 Sain.....	141
Figure IV-35 : Fracture (x3000/5kv) - CEMII/59 Sain.....	142
Figure IV-36 : Fracture (x10000/5kv) - CEMII/59 Sain.....	142
Figure IV-37 : Fracture (x1000/5kv) - CEMII/59 en IC.....	143
Figure IV-38 : Fracture (x1000/5kv) - CEMII/59 en IC.....	144
Figure IV-39 : Fracture (x5000/5kv) - CEMII/59 en I C.....	144
Figure IV-40 : Fracture (x20000/5kv) - CEMII/59 en I C.....	145
Figure IV-41 : Surface polie (x200/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C.....	146
Figure IV-42 : Surface polie (x500/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C.....	146
Figure IV-43 : Surface polie (x2000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C.....	147
Figure IV-44 : Surface fracture (x1000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C.....	147
Figure IV-45 : Fracture (x5000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C.....	148

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Figure IV-46 : Fracture (x20000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C.....	148
Figure IV-47 : Fracture (x1000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 105°C.....	149
Figure IV-48 : Fracture (x10000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 105°C.....	150
Figure IV-49 : Fracture (x5000/5kv) - CEMI/59 en I C.....	151
Figure IV-50 : Fracture (x1000/5kv) – CEM II/49 en I C.....	152
Figure IV-51 : Fracture (x5000/5kv) – CEM II/49 en I C.....	152
Figure IV-52 : Fracture (x5000/5kv) – CEM II/49 en I/S à 60°C.....	153
Figure IV-53 : Fracture (x20000/5kv) – CEM II/49 en I/S à 60°C.....	154
Figure IV-54 : Fracture (x500/5kv) – CEM II/59 en I C.....	155
Figure IV-55 : Fracture (x50/5kv) – CEM I/59 en I C.....	156
Figure IV-56 : Fracture (x500/5kv) – CEM I/59 en I C.....	156
Figure IV-57 : Spectre par microsonde des pelotes d'ettringite – CEM I/59 en I C.....	157
Figure IV-58 : Spectre par microsonde de la portlandite – CEM I/59 en I C.....	157
Figure IV-59 : Fracture (x1000/5kv) – CEM II/49 en I C.....	158
Figure IV-60 : Fracture (x1000/5kv) – CEM I/49 en I C.....	159
Figure IV-61 : Fracture (x5000/5kv) – CEM I/49 en I C.....	159
Figure IV-62 : Fracture (x1000/5kv) – CEM I/59 en I/S à 105°C.....	160
Figure IV-63 : Fracture (x5000/5kv) – CEM I/59 en I/S à 105°C.....	160

Remerciements

بسم الله الرحمن الرحيم
اللهم صل على محمد و على آل محمد كما صليت على إبراهيم و على آل إبراهيم و بارك على محمد و على آل محمد
كما باركت على إبراهيم و على آل إبراهيم في العالمين انك حميد مجيد

Ce travail a été réalisé au laboratoire du Centre de Recherche sur la Matière Divisée CNRS-CRMD d'Orléans dirigé par Madame Marie-Louise Saboungi, que je remercie de m'avoir accueilli pour la réalisation d'une grande partie des essais de mon travail et de m'avoir soutenu lors de mes deux dernières inscriptions et au laboratoire de génie civil de l'Ecole Polytechnique de l'Université d'Orléans sous la direction de Madame Chantal Proust, que je remercie également.

Je voudrais tout d'abord exprimer ma gratitude envers tous les membres de mon jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de juger ce travail : Monsieur Mostefa Mimoune, professeur à l'Université Mentouri de Constantine, que je remercie d'avoir accepté de présider mon jury de thèse ; Madame Fettoum Kharchi et Monsieur Albert Noumowé, respectivement professeur à l'Université des Sciences et Technologies Houari Boumediene d'Alger et professeur à l'Université de Cergy-Pontoise pour avoir accepté d'être les rapporteurs de cette thèse et pour leurs critiques judicieuses, Monsieur Xavier Brunetaud, maître de conférences à l'Université d'Orléans, spécialiste des attaques sulfatiques internes sur les bétons, pour son encadrement scientifique tout au long de la préparation et de la rédaction de ma thèse. Je remercie également Monsieur Kévin Beck, maître de conférences à l'université d'Orléans, pour son aide précieuse, ses encouragements et son amitié durant l'accomplissement de ce travail.

Je remercie mes directeurs de thèses, particulièrement Monsieur Muzahim Al-Mukhtar, professeur à l'Université d'Orléans, pour avoir été à l'origine et surtout encadrant principal de ces travaux. Je lui adresse mes remerciements les plus sincères pour m'avoir guidé, conseillé, encouragé, supporté durant toute la durée de la préparation de ma thèse, pour m'avoir appris à faire de la recherche et à travailler en groupe, pour m'avoir invité chez lui à plusieurs reprises où j'ai passé des moments mémorables avec sa famille, son épouse Dominique et ses enfants Nofel et Sami que je remercie beaucoup.

J'exprime ma reconnaissance à Monsieur Nouredine Bouguechal, Doyen de la Faculté des Sciences de l'Ingénieur de l'Université de Batna et à Monsieur Brahim Gharbi, Chef du Département TCT qui m'ont beaucoup aidé lors de mes déplacements répétés de l'Université de Batna à l'Université d'Orléans, ainsi que pour leurs encouragements et leur amitié.

Je remercie vivement Monsieur Youssoufi Touré, vice président du conseil d'administration de l'université d'Orléans, ainsi que toute son équipe, Madame Marie-Françoise Cambeau, Madame Sylvie Bargain et Madame Catherine Aléanord, pour leur bon accueil et leur aide lors de ma dernière inscription.

Un grand merci à tous mes amis de l'IRD d'Orléans et particulièrement ma très chère amie Madame Jocelyne Petit, qui m'a aidé moralement et grâce à qui j'ai pu poursuivre mes séjours à Orléans dans les meilleures conditions à l'hôtellerie des chercheurs de l'IRD.

J'ai eu la chance et le grand plaisir de travailler à la cimenterie d'Ain-Touta avec Monsieur El-Hachemi Benaïcha et toute l'équipe du laboratoire « Contrôle et Qualité », à l'ENG d'El-Khroub avec Monsieur Boubkeur Ammar et toute son équipe et au laboratoire de porosité au mercure avec mon très cher ami Jean-Christian Colombier. Je les remercie beaucoup.

Les innombrables souvenirs accumulés durant ces années de thèse sont autant de reflets des innombrables personnes que j'ai côtoyées. Que chaque personne dont j'ai croisé la route soit assurée qu'elle a gagné sa place dans mes souvenirs et mon estime.

J'ai été très touché par la présence de ma famille lors de ma soutenance, ma très chère mère, qui m'a supporté toute ma vie, que Dieu la garde pour nous, ma sœur Loubna et mon frère Ahmed Zaki.

Je dédie cet ouvrage à la mémoire de ma grand-mère Madame Zemmouchi née Zeleikha Benelmouffok que je n'ai jamais oublié et qui est toujours dans mon cœur et à la mémoire de mon cher cousin et frère Sami Dif, qui nous a quitté à la fleur de l'âge, il y a plus d'une année et qui est et qui sera toujours présent dans mes pensées et dans mon cœur. Que Dieu ait leurs âmes.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

INTRODUCTION

GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Le but de ce chapitre est de présenter le contexte général de l'étude, à savoir un bref historique sur les bétons autoplaçants depuis leur première confection au début des années 80, l'étendue de leur utilisation dans le monde ainsi que les avantages et les inconvénients de leur utilisation en Algérie. Une présentation des grandes parties de ce travail de recherche exposera les différentes étapes développées tout le long de ce mémoire.

Contexte général de l'étude

Actuellement, le béton est l'un des matériaux de construction les plus utilisés dans le monde. Plusieurs types de bétons sont apparus ces dernières années ; les bétons ordinaires (BO), les bétons à hautes performances (BHP), les bétons à très hautes performances (BTHP), les bétons de fibres métalliques (BFM), les bétons de poudre réactive (BPR) et les bétons autoplaçants et autonivelants (BAP et BAN).

Historique des bétons autoplaçants

Beaucoup de structures actuelles se caractérisent par la complexité de leur architecture (formes variables et courbures multiples), ainsi que par une forte concentration en armatures, ce qui rend souvent difficile l'utilisation des bétons de plasticité conventionnelle.

Afin d'adapter les bétons à ces ouvrages, des recherches ont été menées au cours des dernières années dans le but de développer des formulations de bétons se caractérisant par une haute ouvrabilité, tout en étant stables (ségrégation, ressuage et tassement faibles), avec de bonnes caractéristiques mécaniques et de durabilité.

Ces bétons désignent des bétons très fluides, homogènes et stables, mis en place sans vibrations. Leur compaction s'effectue par le seul effet gravitaire et ils confèrent à la structure une qualité au moins équivalente à celle correspondant aux bétons classiques mis en œuvre par vibration d'où le qualificatif d'« autoplaçant » ou d'« autonivelant ».

On parle de béton autonivelant (BAN) pour les dalles et toutes les parois horizontales et de béton autoplaçant (BAP) pour les murs et toutes les parois verticales.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les BAP (SCC, self-compacting concrete) ont été développés dans les années 80 par des chercheurs de l'université de Tokyo au Japon. Leur objectif était d'augmenter la cadence de travail en réduisant l'effectif du personnel sur chantier et le temps de mise en œuvre. Ce sont des bétons très spéciaux, ils sont très fluides, très déformables, homogènes et stables. Ils se mettent en place par l'unique effet de la gravité, sans l'utilisation de moyen de vibration et épousent parfaitement les formes des coffrages les plus complexes. Ils ne doivent pas subir de ségrégation et doivent présenter des qualités comparables à celles des bétons vibrés classiques.

De nombreuses études actuelles ont pour objectif de trouver la bonne formulation des BAP, obtenue par l'ajout d'un superplastifiant dont l'excès peut entraîner la ségrégation. Cette dernière peut être évitée par l'ajout d'un agent de viscosité et l'introduction d'un volume de fine nettement supérieur à celui d'un béton ordinaire.

Le faible ressuage des bétons autoplaçants présente, dans le cas des dallages, l'avantage de réduire le temps entre la fin de la mise en œuvre et la fin de l'opération de finition du béton

Ces bétons offrent un grand nombre de possibilités très intéressantes dans de nombreux domaines comme les dallages, la construction d'ouvrages d'art, le renforcement et la réparation d'ouvrages d'art (application de couches minces dans des endroits difficiles d'accès), les bétons coulés sous l'eau, les bétons confinés, les pieux et les systèmes pour la stabilisation des déchets.

Pour des raisons économiques, on substitue une partie du ciment par des matières plus ou moins hydrauliques. L'utilisation de ces additions minérales et la forte adjuvantation conduisent à une modification de la cinétique d'hydratation des BAP. Ces bétons connaissent un essor important au Japon, de part leurs deux principaux intérêts technico-économiques, à savoir :

La diminution du temps de travail et du nombre des ouvriers lors de la mise en place du béton sur chantier. Cela est d'autant plus important qu'elle devient de plus en plus coûteuse et génératrice de délais, étant donné la complexité croissante des coffrages (formes, ferraillages) ;

L'obtention d'une meilleure qualité du béton, in situ, pratiquement indépendante du savoir-faire des ouvriers durant la réalisation. Cela va dans le sens d'une durabilité accrue des ouvrages.

L'intérêt des autres pays pour ces bétons n'est apparu que récemment, mais il est en pleine augmentation, comme le montre la multiplication du nombre d'équipes de recherche dans ce domaine.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Cet intérêt tardif peut s'expliquer du fait que les chercheurs et les industriels japonais n'ont commencé à publier leurs recherches que depuis peu, étant maintenant dans une phase de valorisation de leur produit.

Les bétons autoplaçants se distinguent des bétons ordinaires principalement par leurs propriétés à l'état frais. Ces propriétés particulières sont évaluées par différents tests d'étalement, de stabilité et de ressuage.

La formulation des bétons autoplaçants se distingue de celle des bétons ordinaires par une présence plus importante de volume de pâte (pâte = ciment + fines + eau + adjuvants), de manière à améliorer la fluidité du béton en évitant l'effet de voûte entre les gros granulats. Les adjuvants peuvent être des superplastifiants hauts réducteurs d'eau et des agents colloïdaux. Les superplastifiants augmentent la maniabilité du béton, leur dosage est limité pour éviter les risques de ségrégation et de ressuage. Les agents colloïdaux peuvent être utilisés pour limiter l'effet négatif des superplastifiants, ou plus généralement pour améliorer la stabilité des bétons fluides.

Utilisation des bétons autoplaçants en Algérie

En Algérie, il existe très peu de rivières, ce qui diminue considérablement la disponibilité des agrégats alluvionnaires et donc roulés, qui sont à la base de la confection d'un bon béton autoplaçant, alors qu'il existe des centaines de carrières qui produisent des milliers de tonnes de granulats calcaires concassés.

Notre étude a pour but, l'utilisation de granulats concassés algériens dans la confection des bétons autoplaçants stables et durables. Ceci pourra encourager les entreprises de construction algériennes à utiliser ce type de formulation, d'où l'intérêt pour le développement de l'industrie de la construction en Algérie.

Les objectifs de l'étude

Le travail présenté dans ce mémoire a deux objectifs principaux :

- La confection de bétons autoplaçants à base de ciments et d'adjuvants produit localement en Algérie et surtout en utilisant des granulats concassés en abondance en Algérie.
- L'étude de leur durabilité en traitant l'altération de ces bétons vis-à-vis de l'attaque sulfatique externe (pollutions industrielles ou construction sur des sols gypseux).

Pour cela, notre travail de recherche réalisé au cours de la préparation de cette thèse est présenté en quatre grandes parties :

La première partie de ce travail est consacrée à une étude bibliographique. Elle comporte des généralités et des définitions sur les bétons ordinaires, sur les bétons autoplaçants et leurs constituants comme les ciments, les adjuvants (superplastifiants et agents colloïdaux) et un aperçu sur les différents essais auxquels doivent être testés ces bétons à l'état frais et finalement sur l'attaque sulfatique externe comme thème de durabilité.

La seconde partie du mémoire est consacrée à la confection et la caractérisation à l'état frais de bétons autoplaçants à base de matériaux algériens. Le nombre de rivières en nette décroissance à cause des sécheresses et l'abondance des carrières calcaires nous a poussé à utiliser des granulats concassés. A la fin de cette partie, nous avons pu obtenir quatre formulations de bétons autoplaçants en faisant varier le type du ciment et le rapport Eau/Ciment.

La troisième partie traite l'étude de la durabilité des bétons autoplaçants confectionnés face à l'attaque sulfatique externe. En effet, l'attaque sulfatique, ne se produit que lors d'un apport suffisant en sulfates sous forme liquide ou gazeuse. Les sulfates peuvent réagir avec certains composés du béton (notamment les aluminates), pour produire de l'ettringite secondaire qui est un trisulfoaluminate de calcium hydraté et conduisant éventuellement à un gonflement du béton et à sa fissuration après plusieurs années d'exposition à un environnement agressif en sulfates. Ce qui nous incite à prendre des précautions particulières quand un béton est exposé à un environnement riche en sulfates. Pour cela, quatre protocoles d'attaque sulfatique ont été étudiés durant une période de six mois à savoir l'immersion totale dans une solution dosée à 5% de $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ renouvelable tous les 30 jours, des

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

cycles séchage à 105°C puis immersion totale dans une solution à 5% de Na_2SO_4 , $10\text{H}_2\text{O}$, des cycles séchage à 60°C puis immersion totale dans une solution à 5% de Na_2SO_4 , $10\text{H}_2\text{O}$ et enfin une exposition à un brouillard salin dosé à 1% de SO_2 à une température ambiante de 30°C. Une étude macroscopique a été menée pour suivre les indicateurs macroscopiques de la dégradation au cours du temps pour chacun des quatre protocoles. Cette étude englobe : la mesure de la variation de la masse des échantillons, l'évolution de la porosité des différents bétons, la mesure de l'allongement des éprouvettes munies de plots et la mesure de la vitesse de propagation du son.

Une quatrième partie est consacrée aux analyses à l'échelle microscopique telle que la microscopie électronique à balayage (MEB) avec microsonde à dispersion d'énergie (EDS), l'analyse thermogravimétrique (ATG) et la diffraction aux rayons X (DRX). Cette dernière étude apporte des informations complémentaires à l'étude macroscopique dans l'objectif d'étayer les discussions concernant la nature des dégradations observées.

Enfin, une conclusion générale est dressée à partir des résultats obtenus dans les différents chapitres. Les perspectives du travail de recherche proposées pourront faire l'objet d'études complémentaires, notamment sur la combinaison de plusieurs protocoles, pour envisager des protocoles d'accélération du vieillissement plus optimisés.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

ETUDE

BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Nous allons, dans ce chapitre, et au travers de ses différents paragraphes, mettre en exergue la composition et la confection d'un béton autoplaçant «BAP», ses caractéristiques et les essais auxquels il doit être soumis à l'état frais. Nous nous pencherons aussi sur les recherches concernant l'attaque sulfatique externe des bétons comme thème de durabilité et les résultats déjà obtenus dans ce domaine.

1.1 Généralités sur les bétons

Le béton est un terme générique qui désigne un matériau de construction composite fabriqué à partir de granulats (sable, gravillons) agglomérés par un liant.

Le liant peut être «hydraulique», car il fait prise par hydratation, il est appelé ciment, on obtient dans ce cas un béton de ciment, ou béton tout court. Le liant peut être aussi un hydrocarboné appelé aussi bitume, ce qui conduit à la fabrication du béton bitumineux.

La réaction chimique qui permet au béton (de ciment) de faire prise est assez lente : à peine 75 % de la résistance mécanique finale au bout de 7 jours. La vitesse de durcissement du béton peut cependant être affectée par la nature du ciment utilisé et par la température du matériau lors de son durcissement. La valeur prise comme référence dans les calculs de résistance est celle obtenue à 28 jours (80 % de la résistance finale). Le délai de 28 jours a été choisi afin de pouvoir contrôler la résistance 4 semaines après avoir coulé le béton.

Il est possible de modifier la vitesse de prise d'un béton en lui incorporant à l'état frais des adjuvants (additifs). Il existe plusieurs types d'adjuvants qui permettent de modifier certaines propriétés physico-chimiques des bétons. On peut, par exemple, augmenter la fluidité du béton pour faciliter sa mise en œuvre en utilisant des superplastifiants hautement réducteurs d'eau, le rendre hydrofuge par l'adjonction d'un liquide hydrofuge ou d'une résine polymère, ou augmenter la quantité d'air occlus avec un entraîneur d'air

Le béton classique est constitué d'éléments de granulométrie différente mais continue [1]. Le spectre granulométrique se poursuit également avec la poudre de ciment et parfois avec un matériau de granulométrie encore plus fine comme la fumée de silice. Cette fine est récupérée au niveau des filtres

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

électrostatiques dans l'industrie de l'acier. La continuité du spectre granulométrique peut être étendue vers les faibles granulométries de manière à améliorer la compacité, donc les performances mécaniques du béton [2].

L'eau joue un double rôle : hydratation de la poudre de ciment et amélioration de l'ouvrabilité. En l'absence d'adjuvant superplastifiant, la quantité d'eau est déterminée par les conditions de mise en œuvre. Un béton contient donc une part importante d'eau libre, ce qui tend à favoriser une forte porosité et donc une faible résistance du béton durci. En ajoutant un superplastifiant, appelé aussi haut réducteur d'eau, la quantité d'eau utilisée décroît et les performances mécaniques du matériau sont améliorées, c'est le cas des bétons à hautes performances (BHP).

1.2 Les bétons autoplaçants

Le béton autoplaçant ou BAP est un béton capable de se mettre en place dans les coffrages les plus complexes et très encombrés uniquement sous l'effet de la pesanteur. Ainsi, ce type de béton ne requiert aucun moyen de vibration pour consolider le mélange avec comme résultat un produit très homogène [3].

Un BAP doit être apte à passer à travers les armatures les plus serrées avec, cependant, une vitesse dépendante de la viscosité du mélange. Pour remplir cette condition, le béton doit être très fluide, c'est-à-dire très déformable. Or ceci n'est possible que si le rapport eau/ciment est élevé ou si le béton contient un superplastifiant.

Seulement, la fluidité n'est pas la seule propriété recherchée, car il faut bien s'assurer de l'homogénéité de l'ensemble pâte-granulats. De façon corollaire, le mélange du BAP doit être très cohésif et très stable lors de la mise en place et cela jusqu'à son durcissement. Ceci implique que le BAP doit présenter le minimum de tassement et de sédimentation des particules solides et éviter de présenter un ressuage trop fort, car cela génère une hétérogénéité des propriétés mécaniques, telle qu'une chute d'adhérence des armatures en partie supérieure des levées par rapport à celles situées en zone inférieure lors du coulage [4].

Une bonne stabilité liée, entre autres, à la viscosité du mortier et de son seuil de cisaillement nécessite soit l'ajout d'un agent de viscosité afin d'améliorer la cohésion de l'ensemble, soit d'augmenter la

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

teneur en matière cimentaire et de réduire la teneur en eau libre. Aussi une bonne stabilité est liée à une optimisation de la compacité granulaire. Or l'augmentation de la teneur en liant n'est pas sans conséquence sur la durabilité, vu le dégagement de la chaleur et le risque de nuire à la capacité de remplissage [5].

Cette complexité amène à combiner différents paramètres pour obtenir la résistance à la compression recherchée. Mais avant d'atteindre cette étape, il est indispensable de s'assurer d'une part de la bonne capacité de remplissage de ces bétons, donc une déformabilité supérieure à celle des bétons ordinaires [6]. D'autre part, il faut s'assurer de la stabilité du mélange et éviter, par conséquent, la ségrégation [7, 8]. Très souvent, la satisfaction de ces deux exigences entraîne un compromis. Autrement dit, en plus de garantir un étalement compris entre 500 et 700 mm et d'assurer une très bonne capacité de remplissage, il faut que l'agent de viscosité introduit pour améliorer la viscosité ne réduise pas les performances mécaniques du béton [9, 10]. En effet, l'utilisation d'un agent colloïdal peut augmenter l'air occlus dans des proportions suffisantes pour réduire significativement la résistance du béton.

Les BAP se distinguent des bétons ordinaires notamment par leurs propriétés à l'état frais [11]. Ces propriétés se caractérisent principalement par :

- Une mobilité en milieu non confiné (décrite par l'essai d'étalement) ;
- Une stabilité (c'est-à-dire une résistance à la ségrégation et au ressuage).

Afin de pouvoir répondre à ces caractéristiques, la composition d'un BAP doit être soigneusement mise au point.

I.2.1 Constituants d'un béton autoplaçant

I.2.1.1 Le Ciment

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière minérale finement moulue qui, mélangée avec l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit à la suite du processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

Le durcissement de la pâte de ciment est principalement dû à l'hydratation des silicates de calcium. Dans les ciments, les aluminates peuvent également intervenir dans le processus de durcissement. La somme des proportions de l'oxyde de calcium (CaO) et du dioxyde de silicium (SiO₂) réactifs doit être d'au moins 50 % en masse.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Le ciment est constitué principalement de clinker Portland (K) qui est un matériau hydraulique. Il est obtenu à partir de la cuisson à haute température, supérieure à 1450°C, d'un mélange approprié de calcaire et d'argile en proportion moyenne de 80% et 20% [12].

Les silicates et aluminates hydrauliques formés lors de cette cuisson (clinkérisation) sont :

- Le silicate tricalcique, $3\text{CaO}.\text{SiO}_2$, que l'on écrit C_3S ;
- Le silicate bicalcique, $2\text{CaO}.\text{SiO}_2$, que l'on écrit C_2S ;
- L'aluminat tricalcique, $3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$, que l'on écrit C_3A ;
- L'aluminoferrite tétracalcique, $4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$, que l'on écrit C_4AF .

Suivant la carrière d'origine et les performances recherchées, le clinker est constitué de 62 % à 67 % de chaux combinée (CaO), de 19 % à 25 % de silice (SiO_2), de 2 % à 9 % d'alumine (Al_2O_3), et de 1% à 5 % d'oxyde de fer (Fe_2O_3).

Le ciment peut être constitué aussi de laitier de haut fourneau (S), de pouzzolane naturelle (Z), de cendres volantes siliceuses (V) ou calcaïques (W), de fumée de silice (D), de calcaire (L), de schistes calcinés (T), de constituants secondaires, de sulfate de calcium (gypse, hémihydrates, anhydrite) et d'additifs [13].

Le ciment généralement utilisé pour la confection d'un béton autoplaçant est soit le ciment Portland CPA-CEM I 42,5 qui contient au moins 95 % de clinker et éventuellement un constituant secondaire, soit le ciment Portland composé CPA-CEM II/A et B 42,5 dont l'apport en clinker est de 65 à 94 %, le reste étant composé d'un ou de plusieurs ajouts [14].

I.2.1.2 Les Granulats

Les granulats sont définis comme l'ensemble de grains inertes compris entre 0 mm et 40 mm (sable, graviers et cailloux) dont l'origine peut être naturelle ou artificielle [15].

Nous distinguons les granulats roulés extraits de ballastières naturelles ou de rivières, et les granulats concassés, obtenus à partir des roches concassées exploitées en carrières.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les granulats sont classés selon les dimensions des grains qui les constituent et la courbe granulométrique représente la distribution, en pourcentage, des poids des matériaux passants dans des tamis de dimensions normalisées.

Pour faciliter l'écoulement du mélange, la confection d'un bon béton autoplaçant utilise généralement des granulats roulés de rivières et un apport de fines (par exemple des fillers calcaires) plus importants. Du fait que les frottements entre les granulats limitent l'étalement et l'aptitude au remplissage des bétons, la quantité de granulats est donc limitée, en général le rapport granulats / sable exprimé en masse est de 1 dans un BAP. Le risque de blocage dans un milieu fortement ferrailé augmente lorsque le $D_{\max}$ augmente [16]. Ainsi, le $D_{\max}$ des granulats doit être compris entre 10 et 20 mm.

I.2.1.3 L'eau

L'eau de gâchage doit être propre et ne doit pas contenir de matière en suspension au-delà des tolérances réglementaires suivantes [17] :

- 2 g/l pour les bétons à haute résistance ;
- 5 g/l pour les bétons à faibles résistances.

L'eau de gâchage ne doit pas contenir des sels dissous au delà de :

- 15 g/l pour les bétons à haute résistance ;
- 30 g/l pour les bétons à faibles résistances.

La pâte doit assurer une mobilité suffisante mais doit aussi inhiber tout risque de ségrégation et de ressuage. Un BAP sera dès lors composé d'une quantité de fines élevée et d'une quantité d'eau relativement faible (eau/ciment rarement supérieur à 0,55 voire 0,50). La fluidité souhaitée sera obtenue par l'utilisation de superplastifiants [18].

I.2.1.4 Les superplastifiants

Les superplastifiants sont des produits organiques qui, ajoutés à de faibles proportions (de 0,2 à 2 % environ) au béton frais permettent d'en modifier les propriétés rhéologiques durant une période plus ou moins longue. Le béton est un matériau composite poreux constitué de ciment, de granulats et d'eau et ses propriétés mécaniques finales dépendent très étroitement de la quantité d'eau introduite lors du gâchage. L'utilisation de superplastifiants nous permet d'obtenir un béton très liquide pouvant être mis en place sans vibration ni ressuage ou ségrégation [19].

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les superplastifiants permettent de répondre à deux types d'applications, selon que l'utilisateur travaille dans le domaine de la préfabrication ou du béton prêt à l'emploi. Dans le premier cas, il aura besoin d'un béton qui acquiert des propriétés mécaniques importantes de façon très rapide afin de procéder au démoulage dans les délais les plus brefs et en même temps d'un béton assez fluide pour avoir une mise en place convenable dans les moules. Dans le deuxième type d'utilisation, le béton devra pouvoir être transporté sur des parcours plus ou moins longs et présenter de bonnes propriétés de mise en œuvre sur le site de construction sans que les performances mécaniques ne soient affectées [20].

Il apparaît donc que les bétons modernes doivent satisfaire à la fois aux exigences de résistance et de maniabilité. Il s'agit de deux caractéristiques apparemment inconciliables puisque sans l'ajout de superplastifiant, l'augmentation des résistances ne s'obtient qu'avec une réduction d'eau. Or, une réduction d'eau diminue la fluidité. Un gain de maniabilité ne peut être obtenu qu'en augmentant la quantité d'eau de gâchage et donc au détriment des résistances finales du matériau.

L'utilisation de superplastifiant dont l'action est schématisée sur **Figure I-1** permet de concilier la diminution de la teneur en eau et la fluidité du béton tout en conservant de bonnes performances mécaniques du matériau [23].

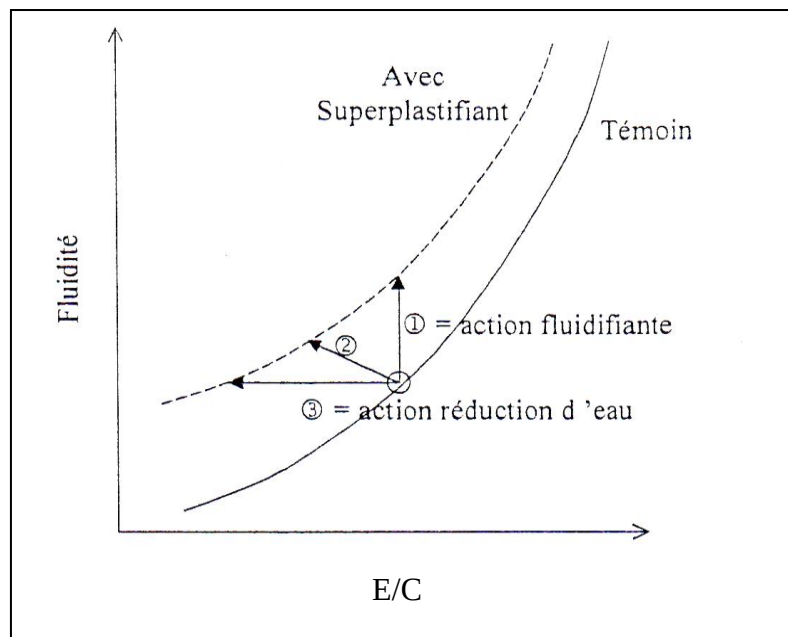


Figure I-1 : Les utilisations des superplastifiants
 1 – augmentation de la fluidité (teneur en eau égale)
 2 – diminution de la teneur en eau et augmentation de la fluidité
 3 – diminution de la teneur en eau (à fluidité égale).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

I.2.1.5 L'agent colloïdal ou de viscosité

L'ajout d'un superplastifiant dans un béton augmente son ouvrabilité mais réduit sa viscosité. De ce fait, le matériau devient moins stable du point de vue de la ségrégation et du ressuage.

L'utilisation d'agents de viscosité a pour but de stabiliser le béton en fixant l'eau dans le mélange, ce qui diminue le phénomène de ressuage et donne une plus grande cohésion au béton. Ces produits sont à la base de longues molécules polymères (polysaccharides) ou de dérivées cellulosiques. Ils se présentent généralement sous forme de poudre. L'intérêt de leur utilisation est parfois discuté du point de vue de leurs conséquences sur la rhéologie. Toutefois, il est démontré [21] qu'ils permettent, dans le contexte de la production industrielle, de diminuer la sensibilité des bétons autoplaçants aux variations de teneur en eau.

En général, pour une ouvrabilité donnée, la quantité de superplastifiant croît avec celle de l'agent de viscosité. Un dosage trop important en agent de viscosité empêche la pâte de se déformer et entraîne une perte de fluidité, il peut conduire aussi à un entraînement d'air excessif.

Les agents de viscosité permettent un maintien de la fluidité et de la capacité de remplissage au cours du temps estimé à environ une heure [5].

I.2.2 Caractérisation d'un béton autoplaçant à l'état frais

En France, trois essais de caractérisation des bétons autoplaçants à l'état frais ont été recommandés par l'Association Française de Génie Civil « AFGC » en juin 2000 [7]. Initialement provisoires, ces recommandations sont devenues par la suite des essais de référence pour valider une formule de BAP.

L'ouvrabilité des bétons autoplaçants se décompose en trois caractéristiques ;

- La mobilité en milieu non confiné (décrit par l'essai d'étalement) ;
- La mobilité en milieu confiné (décrit par la boîte en L) ;
- La stabilité (résistance à la ségrégation et au ressuage).

L'essai d'étalement modifié fut développé par J-Ring au Japon publié par le Groupe Holcim Bétons dans ces recommandations [22] et peut remplacer la boîte en L pour la mobilité en milieu confiné.

I.2.2.1 Mobilité en milieu non confiné

Essai d'étalement

L'essai d'étalement s'est imposé comme l'essai le plus facile à réaliser, il permet de mesurer la consistance d'un béton. Cet essai s'effectue comme un essai d'affaissement au cône d'Abrams (**Figure I-2**). Cependant l'affaissement étant toujours supérieur à 25 cm, on mesure le diamètre moyen (moyenne sur deux diamètres orthogonaux) de la galette de béton obtenue au bout d'une minute, ainsi que le temps nécessaire à l'obtention du diamètre d'une galette de 50 cm de diamètre. Cette dernière valeur donne une indication sur la viscosité du matériau. Une observation permet également de constater si une ségrégation horizontale a lieu ou non. Cet essai réalisable sur chantier ne nécessite qu'un petit échantillon de béton. Une valeur de 60 à 75 cm est en général visée pour obtenir un BAP.



Figure I-2 : Essai d'étalement au cône d'Abrams (slump flow)

Des observations complémentaires peuvent aider à appréhender certaines propriétés à l'état frais des bétons autoplaçants :

- Un ressuage peut être détecté si de l'eau est présente en grande quantité sur les bords de la galette,
- En traçant à la truelle des lignes dans la 'galette', on peut vérifier si le béton se referme bien, ce qui est synonyme de bon comportement,
- La fluidité du béton peut être évaluée en mesurant les temps de passage du béton aux diamètres 50 et 60 cm durant un écoulement au cône,
- Une forme bombée de la 'galette' traduit un effet de voute, ce qui peut nuire à l'homogénéité du béton.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Toutes ces indications sont plus ou moins subjectives mais aident le formulateur expérimenté à effectuer certaines corrections en vue d'obtenir un béton qui correspond plus à ses attentes.

I.2.2.2 Mobilité en milieu confiné

Essai des anneaux japonais

Il est aussi appelé : essai d'étalement modifié [23]. On utilise à nouveau le cône d'Abrams mais renversé, il permet de caractériser la mobilité du béton en milieu confiné et de vérifier que la mise en place du béton ne sera pas contrariée par des phénomènes de blocages inacceptables. Le cône est placé sur une plaque plane, entourée par un anneau de 300 mm de diamètre, équipé de 16 barres HA de diamètre 16 mm (**Figure I-3**). Une fois le cône rempli, on soulève, ce qui laisse écouler le béton à travers les barres HA, on mesure en fin d'essai le diamètre de la galette obtenue. Un second paramètre peut être tiré du même essai : le temps mis par le béton pour dépasser le diamètre de 500 mm T50 en secondes [24].



Figure I-3: Anneau Japonais – Laboratoire GC de Polytech'Orléans.

Essai de la boîte en L (L-box test)

Tout comme l'essai à l'anneau Japonais, cet essai permet de caractériser la mobilité en milieu confiné, c'est-à-dire la ségrégation dynamique.

La partie verticale du L (**Figure I-4**) est remplie de béton en une seule fois. Après ouverture de la trappe, le béton s'écoule à travers un ferrailage standard (39 mm entre 3 barres Ø 14) qui correspond à des ouvrages très ferrailés mais qui peut être éventuellement allégé (58 mm d'espace libre entre deux barres) [7].

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

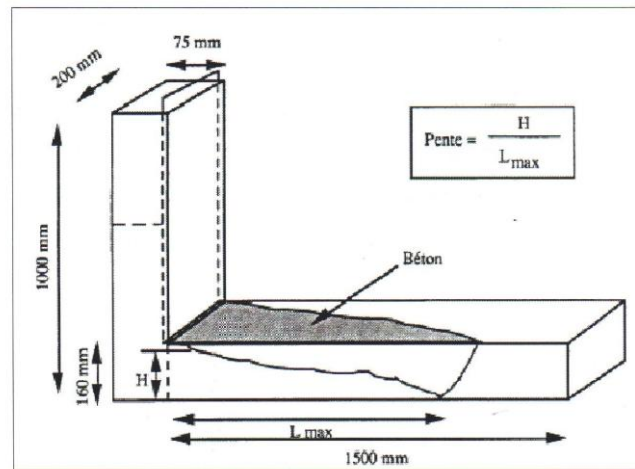


Figure I-4 : Essai de la boîte en L (L-box test)

Pour que le béton autoplaçant soit accepté, le taux de remplissage de la boîte en L (rapport des hauteurs $H/L_{\max}$ comme indiqué sur la figure 6) doit être supérieur à 0,8 [18]. Des temps d'écoulement peuvent aussi être mesurés pour apprécier la viscosité du béton.

Les essais du tube en U, du caisson et de la passoire permettent aussi de caractériser la ségrégation dynamique et donnent un autre aspect de la capacité de remplissage des bétons autoplaçants (**Figure I-5, Figure I-6 et Figure I-7**) [24].

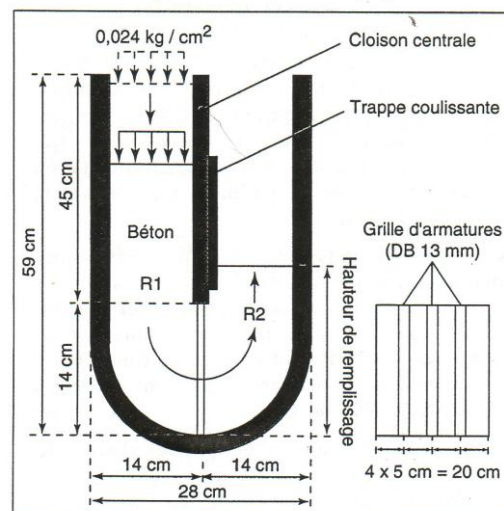


Figure I-5 : Essai du tube en U

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

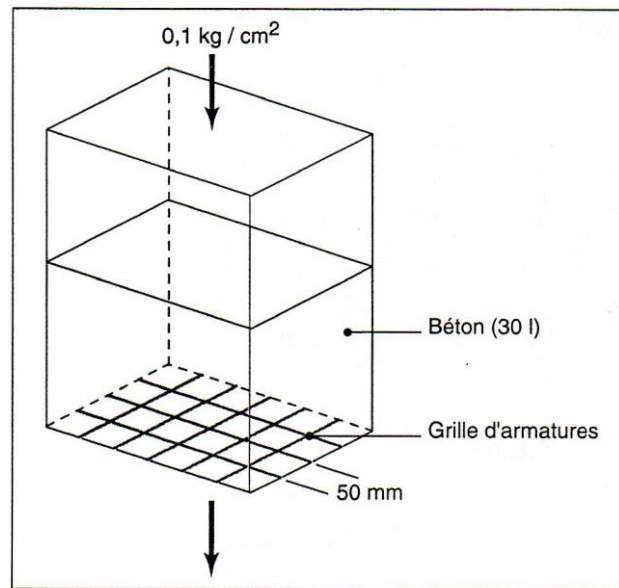


Figure I-6 : Essai du caisson

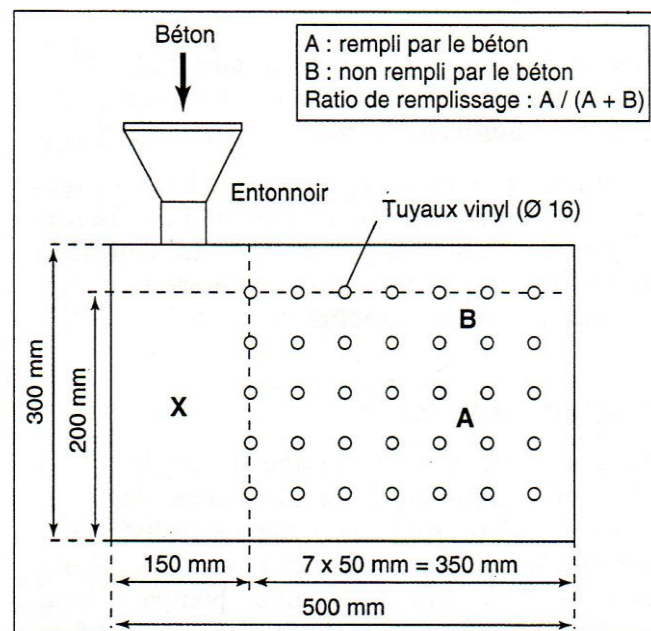


Figure I-7 : Essai de la passoire

I.2.2.3 Stabilité

Essai de stabilité au tamis

Appelé aussi essai de caractérisation de la ségrégation des bétons autoplaçants, il vise à qualifier les bétons autoplaçants vis-à-vis du risque de ségrégation (**Figure I-8**). Il peut être utilisé en phase d'étude de formulation d'un béton autoplaçant en laboratoire, ou pour le contrôle de réception de la stabilité du béton livré sur chantier [25].

Cet essai complète les essais permettant d'apprécier la mobilité, en milieu confiné ou non, en caractérisant la stabilité. Il consiste à évaluer le pourcentage en masse de laitance (Plaitance) d'un échantillon de béton ($4,8 \pm 0,2$ kg) passant à travers un tamis de 5 mm. Les critères d'acceptabilité d'une formulation d'un béton autoplaçant sont divisés en trois classes [7] :

- $0\% \leq \% \text{ Plaitance} \leq 15\%$: stabilité satisfaisante,
- $15\% < \% \text{ Plaitance} \leq 30\%$: stabilité critique : essai de ségrégation à réaliser in situ,
- $\% \text{ Plaitance} > 30\%$: stabilité très mauvaise : ségrégation systématique, béton inutilisable.



Figure I-8 : Essai de stabilité au tamis

Essai de ressuage

Le ressuage est un type spécial de ségrégation où les particules solides ont un mouvement général inverse à celui du liquide. En fait, pendant la période dormante du béton, les particules solides qui sont plus denses que l'eau sédimentent. L'eau est ainsi chassée vers le haut dans le cas de coffrages imperméables.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Au niveau visuel, le ressuage s'observe par une mince pellicule d'eau à la surface du béton. Selon les conditions météorologiques, on assiste à une compétition entre le débit d'eau ressuée et le débit d'eau évaporée [26]. Si ce dernier est plus faible, le phénomène de ressuage est visible, sinon, la surface du béton au lieu d'être brillante, devient mate. La quantité d'eau ressuée sera de toute façon égale à la quantité d'eau stagnante ajoutée à celle déjà évaporée.

La capacité de ressuage peut être mesurée par l'essai à l'aéromètre modifié développé au LCPC (**Figure I-9**). Le volume d'eau libéré par l'échantillon de béton remonte au-dessus du perchloréthylène (dont la densité est supérieure à celle de l'eau 1,59) dans une colonne graduée où il est facile de l'estimer [18]. Ce test semble cependant peu pratique à utiliser étant donné la nocivité du produit.

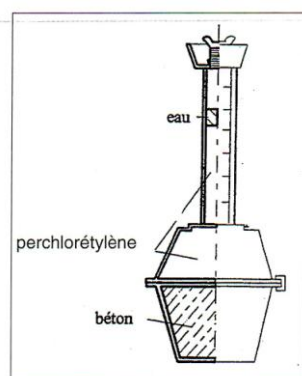


Figure I-9 : Essai de ressuage

I.2.2.4 Essai complémentaires sur béton frais

Mesure de la teneur en air occlus

Pour la mesure de l'air occlus dans le béton frais (**Figure I-10**), on utilise la méthode dite « par pression ». Comme le seul élément compressible dans le béton frais est l'air occlus, la compression de l'air fait chuter la pression appliquée au béton frais. Cette diminution est proportionnelle à la quantité d'air présente dans le béton. Cet essai est effectué à l'aide d'un aéromètre selon la norme française [27].

Le pourcentage de l'air occlus dans les bétons autoplaçants n'est pas limité à une valeur fixe, mais, plus il augmente plus il influe négativement sur les performances mécanique de notre béton.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure I-10 : Mesure de l'air occlus à l'aide d'un aéromètre

Le parement

Le BAP offre certains avantages en matière de qualité du parement grâce à :

- Premièrement, du fait de l'absence de vibration, les désordres qui peuvent être induits par cette opération n'apparaissent plus dans un BAP ;
- Deuxièmement, le BAP est formulé pour minimiser les risques de ségrégation, cela limite très fortement ou évite les risques d'apparition des nids de graviers ;
- Enfin, le BAP présente une pâte riche en fines qui doit donner à priori une texture extérieure parfaitement régulière [8].

Pour évaluer ce parement, on confectionne une éprouvette cylindrique de 16 x 32 cm ou de 11 x 22 cm qu'on démoule après 24 heures. On doit obtenir pour un béton autoplaçant, un parement de qualité, traduit par une homogénéité d'aspect, une teinte comparable à celle des bétons classiques et aucune porosité grossière apparente (**Figure I-11**).



Figure I-11 : Parement d'un béton autoplaçant

Les masses volumiques

La masse volumique réelle du béton frais doit être systématiquement mesurée. Cela permet de vérifier le rendement de la composition en comparant la masse volumique déterminée expérimentalement avec la masse volumique théorique. Elle est mesurée par la pesée d'un récipient de 8 litres (fond de l'aéromètre) remplis de béton autoplaçant sans vibrer (**Figure I-12**).

Si m est la masse du récipient plein de béton (arasé à l'aide d'une règle) et m_0 celle du récipient vide, la densité est déduite par l'application de la formule suivante : $M_{VR} = (m - m_0) / V$ [kg/m³], où M_{VR} est la masse volumique réelle du béton frais et V le volume du récipient utilisé (8 litres).

La masse volumique réelle M_{VR} est normalement égale à la masse volumique théorique M_V calculée à partir de la formulation théorique du béton avec comme source d'incertitude la quantité d'air occlus.



Figure I-12 : Mesure de la masse volumique réelle

I.2.3 Caractérisation d'un béton autoplaçant à l'état durci

Le béton doit être soumis à différents essais mécaniques de caractérisation :

- Les essais de compression ;
- Les essais de traction par flexion ;
- Les essais de compression sur demi - prismes « cube équivalent ».

I.2.3.1 Les essais de compression

Les essais de mesure de la résistance à la compression sont réalisés sur des éprouvettes cylindriques 11x22 cm conformément aux prescriptions de la norme [28].

Ce test fournit la force de compression [N] qui génère la rupture de l'échantillon (**Figure I-13**). La contrainte de compression à la rupture [Pa] est déduite de cette force en divisant par la surface de la section sollicitée.



Figure I-13 : Mesure de la résistance à la compression des 11x22 cm

I.2.3.2 Les essais de traction par flexion

Cet essai très utilisé permet de simuler le type de sollicitation le plus courant dans les éléments des ouvrages (**Figure I-14**). Les éprouvettes utilisées pour ce type d'essai sont propre uniquement aux mortiers, elles sont prismatiques de dimensions 4x4x16 cm.

La résistance à la traction par flexion est obtenue par l'application de la formule de résistance des matériaux suivante : $\sigma = M_f \cdot a / 2I$, avec le moment de flexion : $M_f = F \cdot L / 4$, où F est la charge de rupture, L la portée, I l'inertie de flexion, et a le côté du prisme.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure I-14 : Mesure de la résistance à la traction par flexion des 4x4x16 cm

I.2.3.3 Les essais de compression sur demi - prismes « cube équivalent »

Les demi-prismes issus de la rupture des prismes par flexion sont ensuite testés en compression par écrasement (**Figure I-15**). Ces essais sont principalement conduits à titre comparatif. En effet, les valeurs de résistances à la compression déduites de cet essai sont surestimées, du fait que l'élancement est faible et que les parois latérales sont cisailées.

La contrainte de rupture est obtenue en divisant la charge de rupture par la surface de contact presse / échantillon, soit 4x4 cm.



Figure I-15 : Mesure de la résistance à la compression sur demi-prismes

I.3 La durabilité

I.3.1 Généralités

Un ouvrage doit résister au cours du temps aux diverses agressions ou sollicitations (physiques, mécaniques, chimiques...), c'est-à-dire aux charges auxquelles il est soumis, ainsi qu'aux actions diverses telles que le vent, la pluie, le froid, la chaleur, le milieu ambiant... tout en conservant son esthétique. Il doit satisfaire, sans perdre ses performances, aux besoins des utilisateurs au cours du temps.

Il devient possible de définir des objectifs de durabilité et de choisir avec précision les caractéristiques du béton en fonction de l'agressivité du milieu dans lequel se trouve l'ouvrage et d'optimiser ses caractéristiques afin de les adapter à la durée d'utilisation souhaitée. Les spécifications concernent la nature et le dosage minimal en ciment, la compacité minimale, la valeur maximale du rapport Eau/Ciment, l'enrobage minimal des armatures et la teneur maximale en chlorures dans le béton.

Les connaissances actuelles sur les ciments et les bétons permettent d'optimiser et d'adapter la composition et la formulation des bétons aux contraintes environnementales auxquelles ils seront soumis, tout en respectant les critères de performances mécaniques.

Les ouvrages en béton disposent aujourd'hui d'un support normatif complet, constitué de normes européennes et de référentiels français. Cet ensemble de textes couvre :

- Le dimensionnement des ouvrages en béton,
- Les constituants du béton : la norme NF EN 197-1 pour les ciments, les normes NF EN 12620 et XP P18-545 pour les granulats et la norme NF EN 934-2 pour les adjuvants),
- La durabilité des bétons : norme NF EN 206-1, fascicule de documentation FD P18-011, recommandations sur l'alcali-réaction, le gel-dégel, la réaction sulfatique interne,
- Les produits en béton : norme NF EN 13369,
- L'utilisation du béton dans les ouvrages : Fascicule 65A, DTU....

Ces normes et référentiels se complètent de manière cohérente et permettent in fine de mieux appréhender et de mieux maîtriser la durabilité des structures en béton [29, 30].

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Malgré les aspects intéressants que proposent les bétons autoplaçants, en particulier à l'état frais, et leur utilisation en constante augmentation, ils ne disposent pas encore du recul nécessaire et suffisant pour être acceptés par tous les maîtres d'ouvrage et maîtres d'œuvre, ce qui limite encore leur diffusion [31].

Pour encourager l'utilisation des bétons autoplaçants, plusieurs études sur les différents aspects de la durabilité des bétons autoplaçants comme la perméabilité à l'oxygène [33 et 34], la diffusion des ions chlore [35, 36, 37], la carbonatation accélérée [38, 39], la lixiviation [40],..., ont été menées depuis quelques années.

L'objectif de notre étude est de contribuer à la connaissance du comportement des bétons autoplaçants face à l'attaque sulfatique externe. Les résultats pourront contribuer, à l'établissement des normes européennes dans ce domaine et au développement de ce nouveau matériau auprès des acteurs de la profession du BTP.

1.3.2 Introduction à la durabilité

Les altérations du béton observées en présence d'agents agressifs, qu'ils soient minéraux, organiques ou biologiques, sont d'ordre chimique ou physique.

Les altérations physiques peuvent être surfaciques (abrasion, érosion, cavitation ou écaillage) ou interne sous forme de fissures (changement structural, gradients d'humidité ou de température, pression de cristallisation, exposition aux températures externes)

Les altérations chimiques sont dues essentiellement aux acides, aux bases et aux solutions salines, elles entraînent presque toujours la dissolution de la chaux et le plus souvent, en association avec cette dissolution, la formation de composés nouveaux [41] dont les conséquences sont d'ordre macroscopique :

- Mécanique : chute de résistances et de rigidité, fissuration et déformation du matériau.
- Physico-chimique : baisse du pH, augmentation de la porosité et des propriétés de transfert des gaz et des liquides.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

L'action des ions sulfate issus du gypse, utilisé comme retardateur de prise, ne présente pas un danger pour les bétons car l'hydrate formé est certes expansif, mais cristallise dans une pâte de ciment fraîche et plastique qui supporte les déformations induites. Par contre en cas d'attaque externe après la prise, la cristallisation de l'hydrate se fait dans la porosité d'une matrice peu déformable. L'expansion de l'ettringite peut alors donner naissance sur les parois du réseau poreux à des pressions de traction causant expansion, fissuration voire éclatement du béton [42].

I.3.3 Durabilité et économie

La durabilité est un objectif de qualité pour l'ingénieur, et le métier de ce dernier consiste à atteindre les objectifs fixés au moindre coût. Il en résulte deux règles qui permettent de concilier au mieux économie et durabilité.

Règle 1 : l'expérience du temps : Toute innovation doit être évaluée par comparaison avec ce qui est connu pour avoir subi avec succès l'épreuve du temps.

Règle 2 : la communication des règles de comparaison : Les règles de comparaison entre l'innovant et le traditionnel doivent donner lieu à une délibération intra et interprofessionnelle en vue de déterminer celle qui, à chaque époque, paraissent les mieux adaptées.

De nos jours, l'application de la règle 1 se fait principalement dans les laboratoires et la règle 2 se traduit par l'élaboration de normes, de codes et de règlements. Le fondement d'une approche économique de la durabilité réside donc dans le lien nécessaire entre les résultats expérimentaux et le cadre normatif.

I.3.4 Béton durable et béton résistant

La porosité est le paramètre de premier ordre qui caractérise la texture du béton ; ce n'est évidemment pas le seul paramètre, mais c'est celui qu'il faut fixer avant d'étudier tous les autres. Il conditionne presque toutes les propriétés du béton et, en premier lieu, sa résistance mécanique.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

La résistance aux efforts de compression est la propriété principale du béton, celle qui permet son utilisation comme matériau de construction. Plus faible est la porosité, plus grande est la résistance. Mais presque toutes les autres propriétés du béton dépendent de ce même paramètre de premier ordre. Toutes choses égales par ailleurs, le béton le plus résistant sera aussi le plus rigide, le plus dur, etc. Serait-ce aussi le plus durable ?

Pour évaluer expérimentalement la durabilité du béton, il faut étudier son comportement vis-à-vis d'un certain nombre de mécanismes susceptibles de le dégrader. On peut traiter la question comme la durabilité du béton face au gel-dégel, à l'alcali-réaction, aux environnements agressifs.

Une façon pratique d'y parvenir est de toujours partir de la résistance aux efforts de compression pris comme critère global et de discuter de la durabilité en deux temps :

- toutes choses égales par ailleurs, en comparant des bétons qui ne diffèrent que par leur résistance ;
- puis à résistance constante, en examinant les paramètres spécifiques de la durabilité.

Il y a donc avantage, en vue de l'objectif de durabilité, à choisir la classe de résistance du béton en fonction de l'agressivité du milieu, d'autant plus élevée que le milieu est plus agressif. D'un point de vue pratique, cela signifie que c'est l'exigence de durabilité qui peut, parfois, déterminer la résistance à prendre en compte dans le calcul de l'ouvrage.

On peut considérer qu'un niveau de résistance adapté au milieu environnant est un premier critère de qualité qui doit être complété par d'autres conditions. En effet, tous les bétons de même résistance à la compression ne sont pas également durables. A résistance égale, il existe des différences parfois importantes, entre les bétons. Au simple critère de résistance, il faut ajouter d'autres considérations.

D'abord, la résistance (et ainsi la porosité) n'est qu'un critère de premier ordre qui doit être complété par d'autres mesures comme, par exemple, la perméabilité ou la diffusion, la distribution des tailles de pores. En effet, un autre facteur majeur est la dimension des pores. A porosité égale, les agents agressifs pénètrent d'autant plus difficilement que les pores sont fins. Or, la finesse des pores dépend du rapport E/C, du ciment (CHF-CEM III/A, CLC-CEM V/A et B, CLK-CEM III/C comparés au CPA-CEM I et CPJ-CEM II/A [43]), des additions minérales (cendres volantes, laitiers), de l'exposition du béton (dessiccation, carbonatation) et même de la dimension et de la nature des granulats [44].

I.3.5 L'attaque sulfatique

Les phénomènes à l'origine de l'attaque sulfatique ne sont pas parfaitement bien connus ni maîtrisés. L'attaque sulfatique est associée à la précipitation de produits sulfatés secondaires, d'une expansion importante et de la détérioration chimio-mécanique (modifications des propriétés de transport de la porosité, fissures, perte de résistance et de cohésion,...). Ceci peut conduire à la ruine du matériau cimentaire, à plus ou moins long terme en fonction de l'attaque (nature, teneur et concentration des sulfates au contact) et du ciment utilisé (type et rapport Eau/Ciment).

On distingue l'attaque sulfatique interne [45, 46], qui fait intervenir des sulfates déjà présents dans le béton (DEF), de l'attaque sulfatique externe qui se produit dès lors que les conditions externes sont réunies.

L'objet de ce paragraphe est de présenter l'attaque sulfatique externe dont l'apport en ions sulfates provient du sol.

I.3.5.1 Complexité du phénomène

Les mécanismes fondamentaux d'altération des bétons par réactions chimiques, ainsi que leurs effets ont été représentés par la **Figure I-16** à l'aide d'un schéma proposé par Mehta [47]. Ce schéma a été simplifié par Planel pour se focaliser sur l'attaque sulfatique [48]. Deux réactions y figurent, l'hydrolyse des hydrates de la pâte de ciment durci et les réactions entraînant la formation des produits expansifs (associés à l'Attaque au Sulfate de Sodium : ASSO). Néanmoins, les conséquences macroscopiques sont d'ordre mécanique : chute de résistance et de rigidité, fissuration et déformation du matériau et d'ordre physico-chimique : perte de résistance, modification de la porosité et des propriétés de transport et formation d'un hydrate expansif.

L'attaque sulfatique externe se produit lorsqu'un matériau cimentaire se trouve en contact direct avec une source de sulfate, comme dans les sols, les eaux souterraines, les eaux d'infiltration, les pluies acides (acide sulfurique) liées à la pollution industrielle atmosphérique. Elle peut être décrite selon trois processus permettant d'évaluer l'agression :

- Le transfert dans le milieu poreux des ions sulfates qui est contrôlé par la perméabilité et la diffusivité des matériaux,

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

- Les réactions chimiques entre les composants de la pâte de ciment, qui dépendent du ciment utilisé, et de l'apport en ions SO_4^{2-} ,
- Le phénomène d'expansion, résultant de la cristallisation de nouveaux hydrates.

La quantité de sulfates pouvant intervenir dans les réactions dépend de chaque source considérée : lieu, quantité, type.

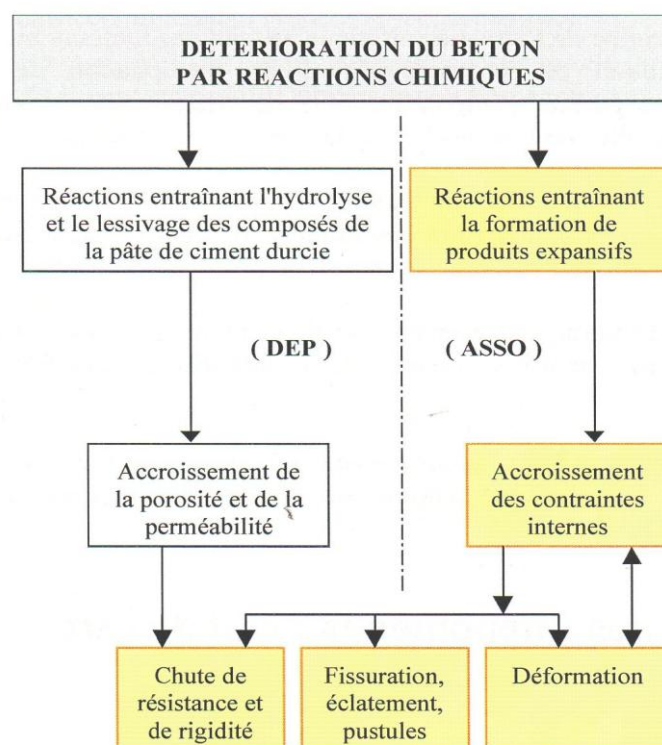


Figure I-16 : Schéma simplifié des processus de détérioration du béton intervenant lors des attaques sulfatiques (DEP : Détérioration en Eau Pure, ASSO : Attaque au Sulfate de Sodium Na_2SO_4).

L'intensité du mécanisme de l'expansion sulfatique va dépendre :

- De la qualité du béton à savoir la composition du ciment, le mode de fabrication, la cure, l'état d'endommagement du béton avant l'attaque ;
- De l'exposition sur le site à savoir la concentration en SO_4^{2-} et sa distribution dans le sol, l'humidité, les opportunités de transport ;
- Des conditions environnementales et atmosphériques à savoir les changements d'humidité, la fréquence des intempéries, la température, la surface exposée [49].

I.3.5.2 Aperçu historique

Cela fait plus de 70 ans que de nombreuses attaques par les sulfates, présents naturellement dans le sous-sol, ont été constatées sur les fondations d'ouvrages en béton en milieu marin. Les dégradations de ces massifs de fondation sont attribuées en partie à la réaction des sulfates avec les hydrates de la matrice cimentaire.

Dès les années 1950, les premières réglementations en matière de protection des ouvrages contre l'attaque sulfatique recommandaient l'utilisation de béton à faible rapport Eau/Ciment, à taux de C_3A limité et à ajouts pouzzolaniques. Ces mesures visaient à limiter la quantité d'aluminates et à ralentir la diffusion des espèces ioniques agressives depuis le milieu externe vers le milieu interne.

Les sulfates qui sont à l'origine de la destruction des ouvrages en béton peuvent être présents naturellement dans les sous-sols, intégrés dans la préparation du béton ou provenir de l'industrie (chimique et pétrochimique) suite à une pollution. Les sulfates se trouvent également associés aux alcalins dans les sels (sulfates de sodium, potassium, calcium et magnésium). On trouve aussi, dans le cadre du stockage des déchets radioactifs, des sulfates dans le déchet lui-même, ou dans les eaux de ruissellement ayant traversé des zones sulfatées (eau séléniteuses, eau d'infiltration, pluies d'acides,...).

Cinq critères majeurs de recherche dans le domaine de l'attaque sulfatique ont été définis comme prioritaires par Cohen [50] :

- Etablir des tests accélérés d'attaques sulfatiques, permettant de tester rapidement la résistance des pâtes de ciment vis-à-vis de certains facteurs reconnus et ce de manière normalisée,
- Etablir une liste d'indicateurs appropriés à mesurer ou à contrôler pendant les essais d'attaque sulfatique,
- Etablir des critères qui permettent d'affirmer de façon claire si le matériau a réussi le test,
- Etablir une méthodologie systématique pour l'analyse des données,
- Etablir une relation entre la durabilité de la pâte de ciment et celle du béton.

La détérioration des propriétés mécaniques du béton, qu'elle soit évaluée visuellement, mise en évidence par une décroissance de la résistance du matériau ou encore par des mesures d'expansion volumique, est la conséquence des réactions chimiques et des modifications micro-structurales causées par l'attaque sulfatique. Il apparaît alors primordial de réaliser un contrôle des propriétés physico-

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

chimiques du matériau soumis à une attaque aux sulfates mais aussi de le faire avant que la détérioration de celui-ci ne soit trop avancée (i.e. forte expansion).

I.3.5.3 Principales techniques expérimentales

Les techniques d'analyse utilisées dans le cadre d'une étude de la durabilité des bétons peuvent être divisées en deux catégories : macroscopiques et microscopiques.

Techniques macroscopiques :

- Variation de la masse : un gonflement se traduit par un gain de masse tandis qu'une perte de matière par ruine fait chuter brutalement la masse.
- La mesure de l'allongement (expansion) : c'est le paramètre qui démontre sans équivoque l'existence d'un gonflement. N'est mesurable que sur les échantillons équipés de plots, c'est-à-dire les mortiers.
- Mesure de la vitesse de propagation du son : permet d'évaluer de manière non destructive l'évolution des propriétés mécaniques du béton puisque la vitesse est corrélée au module dynamique. Une chute du module dynamique traduit un endommagement global du béton.
- Porosité à l'eau : c'est le premier paramètre qui gouverne la résistance et la perméabilité des bétons. Cette mesure permet donc d'identifier à priori les bétons les plus durables.
- La mesure de la résistance à la compression et à la traction : mesure les propriétés mécaniques des bétons et des mortiers, notamment leur évolution au cours de l'exposition à l'environnement agressif.
- Contrôle visuel de la fissuration : évalue le degré d'endommagement de l'échantillon testé, aide au diagnostic de l'altération [48].

Techniques microscopiques :

- La microscopie électronique à balayage (MEB) avec microsonde EDS : identifie les modifications de la microstructure et de la microtexture des bétons et des mortiers.. Cet outil permet de réaliser le diagnostic de l'altération.
- Analyse thermogravimétrique (ATG) : mesure quantitative des composants majeurs des matériaux.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

- La diffraction aux rayons X (DRX) : analyse des différents minéraux qui composent les bétons
La DRX reste assez limitée en quantitatif, elle permet d'identifier les phases bien cristallisées comme la portlandite, le monosulfoaluminate (l'AFm), le gypse, l'ettringite (l'Aft) non colloïdale et d'autres phases minérales hydratées de la pâte de ciment.

I.3.6 L'ettringite dans le béton

Même si le mécanisme de dégradation par précipitation d'ettringite reste source de divergences, l'ettringite est tenue responsable des désordres observés lors d'une attaque sulfatique. Il est important de noter que l'ettringite, qui se forme habituellement pendant les premières heures de l'hydratation, peut demeurer naturellement présente dans la pâte de ciment sans causer de désordre.

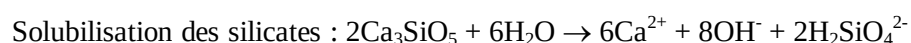
III. 6.1. Hydratation des ciments Portland [45, 51]

Les principaux constituants du ciment Portland qui vont intervenir dans les réactions d'hydratation avec l'eau sont le clinker (composé de silicates de calcium tricalcique : C_3S , bicalcique : C_2S , d'aluminate tricalcique : C_3A et d'aluminoferrite de calcium : C_4AF , (**Tableau I-1**), et le sulfate de calcium (sous la forme de gypse : $CaSO_4 \cdot 2H_2O$, d'hémihydrate $CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$: et d'anhydrite : $CaSO_4$).

Tableau I-1 : Notations chimiques cimentières

Notation cimentière	C	S	H	$\bar{S}$	F	A
Formule chimique	CaO	SiO ₂	H ₂ O	SO ₄	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃

Pendant la période initiale de l'hydratation (ou période de gâchage), le silicate tricalcique C_3S se dissout superficiellement pour mettre en solution des ions silicates $H_2SiO_4^{2-}$, des ions OH⁻ et des ions calcium Ca^{2+} :



En parallèle, on peut observer la solubilisation du gypse et de l'aluminate tricalcique qui vont alors former de l'ettringite. Le gypse (sulfate de calcium) a été intentionnellement mélangé au clinker afin de provoquer cette réaction qui évitera le phénomène de prise rapide du C3A.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Solubilisation du gypse : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}_2\text{O}$

Solubilisation du C_3A : $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow 3\text{Ca}^{2+} + 2\text{Al}(\text{OH})_4^- + 4\text{OH}^-$

Formation d'ettringite: $3\text{SO}_4^{2-} + 6\text{Ca}^{2+} + 2\text{Al}(\text{OH})_4^- + 4\text{OH}^- + 26\text{H}_2\text{O} \rightarrow 3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$

Le produit de solubilité de l'ettringite s'écrit ainsi : $\text{Ps} = [\text{Ca}^{2+}]^6 \cdot [\text{SO}_4^{2-}]^3 \cdot [\text{Al}(\text{OH})_4^-]^2 \cdot [\text{OH}^-]^4 = 10^{-44,91}$ à 25°C

La formation d'ettringite ne s'accompagne pas ici de dégradation. En effet, la croissance de cristaux, pendant cette période où le matériau est encore à l'état frais, ne rencontre aucun obstacle : les déformations sont libres et aucune contrainte ne peut alors se développer.

Quelques secondes plus tard, la solution se trouve sursaturée vis-à-vis du silicate de calcium hydraté, appelé C-S-H car sa stœchiométrie n'est pas fixe.

Formation des C-S-H (exemple) : $3\text{Ca}^{2+} + 2\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-} + 2\text{OH}^- + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}_3\text{H}_2\text{Si}_2\text{O}_7(\text{OH})_2, 3\text{H}_2\text{O}$

Pendant la période d'induction, qui peut durer jusqu'à quelques heures, les cinétiques sont très lentes et le béton reste maniable. En raison de la présence d'ions calcium et OH^- excédentaires issus de la solubilisation des silicates, la solution va se trouver progressivement sursaturée vis-à-vis de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Le pH atteint ainsi des valeurs supérieures à 12,5, pH d'équilibre de la portlandite dans un système sans alcalin. C'est la précipitation de cet hydrate qui marque la fin de cette période, en provoquant le phénomène de prise.

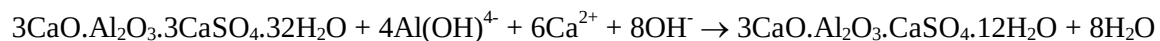
Lors de la prise, les réactions s'accroissent pour former de nombreux hydrates de portlandite et de C-S-H. Ces hydrates remplissent rapidement les pores et donnent ainsi une raideur à la matrice formée. Ce sont les C-S-H qui, en se soudant entre eux et aux parois environnantes, constituent la colle du béton.

Au bout de 10 à 24 heures, la formation d'ettringite aura consommé la totalité du gypse dont la quantité est limitée réglementairement (la teneur totale en sulfate du ciment doit rester inférieure à 4%). La concentration en sulfates chute et l'ettringite devient alors la nouvelle source de sulfates. Le C_3A excédentaire pourra ainsi former, après dissolution d'une partie de l'ettringite, du

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

monosulfoaluminate de calcium hydraté. Selon le rapport molaire initial gypse/aluminate, l'état d'équilibre final comportera soit un mélange d'ettringite et de monosulfoaluminate (rapport > 1), soit l'ettringite est totalement consommée (rapport < 1) et il ne se forme plus que du monosulfoaluminate et de l'aluminate tétracalcique hydraté (C_4AH_{13}).

Formation de monosulfoaluminate de calcium hydraté par dissolution de l'ettringite :



Enfin, pendant la phase de durcissement, les hydrates vont former une couche de plus en plus dense autour des grains de silicates anhydres, gênant ainsi la diffusion des ions et de l'eau. Dans la majorité des cas, une partie du ciment restera ainsi anhydre, bien que l'hydratation se poursuive lentement pendant plusieurs années.

I.3.6.1 Les catégories d'ettringite

Dans le domaine de la chimie des bétons, trois types d'ettringite de composition chimique et de minéralogie identiques se distinguent mais sont à l'origine d'effets différents sur la matrice liante.

L'ettringite primaire est celle qui précipite pendant les premiers instants de la réaction du ciment avec l'eau. Comme vu précédemment, cette ettringite ne cause aucun dommage lors de sa précipitation.

L'ettringite secondaire (SEF : Secondary Ettringite Formation) se forme une fois la prise du ciment réalisée, pouvant entraîner des désordres macroscopiques irréversibles. Cette ettringite néoformée peut conduire à des gonflements dus à une réorganisation du matériau. En règle générale, dans les ciments, la teneur en gypse ou anhydrite est insuffisante pour transformer tous les aluminates en ettringite primaire. Le facteur limitant est donc la teneur en gypse. Dans ce cas l'ettringite réagit pour former le monosulfoaluminate. Mais si le matériau est mis en contact avec une source de sulfates, ces derniers réagiront avec les aluminates pour former de l'ettringite. Le facteur limitant devient dans ce cas les aluminates [48, 52, 53].

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

On distingue deux grandes catégories d'ettringite dont la formation dans un matériau durci est à l'origine de plusieurs pathologies du béton :

- La formation d'ettringite secondaire d'origine externe nommée ESA (External Sulfate attack).
- La formation d'ettringite différée d'origine interne nommée « DEF » ou « ISA » (Delayed Ettringite Formation, Internal Sulfate attack) [45, 46].

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

LES BETONS AUTOPLACANTS

Chapitre II LES BETONS AUTOPLACANTS

Lors de la présentation des principales caractéristiques des BAP, nous avons mis en évidence l'influence des différents constituants et établi certains critères permettant d'obtenir les propriétés visées. Les gammes de valeurs généralement employées sont issues des recommandations provisoires de l'AFGC [7].

Ce chapitre traite la formulation et la confection de bétons autoplaçants avec comme particularité des granulats concassés au lieu de granulats roulés comme c'est le cas en général.

II.1 Introduction

Les bétons autoplaçants (BAP) se distinguent des bétons ordinaires (BO) ou vibrés, par leurs propriétés à l'état frais. Ils sont capables de s'écouler sous leur propre poids, quelque soit le confinement du milieu, et restent homogènes au cours de l'écoulement.

Pour parvenir à ce cahier de charge, les BAP sont formulés différemment des BO. En général, ils possèdent un même dosage en ciment et en eau que les BO ainsi qu'un volume de sable assez proche. L'apport de la pâte (ciment + eau + addition) est privilégié au détriment des gravillons (**Figure II-1**).

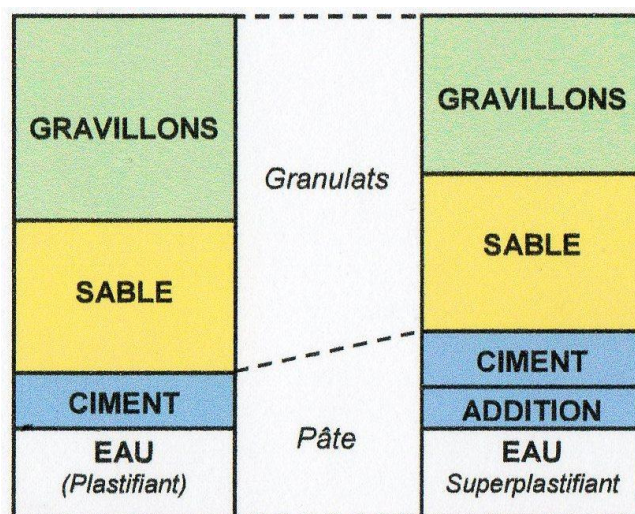


Figure II-1 : Composition d'un béton ordinaire et d'un BAB [25]

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

La pâte a pour rôle de limiter les contacts entre les différents gravillons et d'empêcher la formation de voûtes susceptible de bloquer l'écoulement (**Figure II-2**).

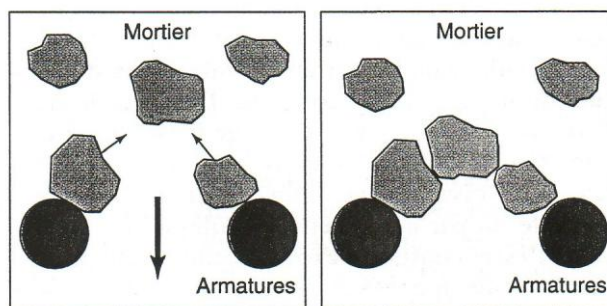


Figure II-2 : Phénomène de blocage d'un granulat au droit d'un obstacle [6]

Le volume important d'éléments fins permet aussi d'établir un compromis entre la stabilité et la maniabilité du BAP. Ce compromis n'est pas suffisant pour garantir la fluidité, il est donc nécessaire de recourir à un superplastifiant haut réducteur d'eau à fort pouvoir défloculant pour minimiser la demande en eau et pour disperser au mieux les particules.

Parfois l'ajout du superplastifiant entraîne la ségrégation du béton, ce qui nécessite l'utilisation d'un agent colloïdal ou de viscosité, qui a pour rôle d'assurer une meilleure stabilité. Son utilisation doit être restreinte pour des raisons de coût.

II.2 Formulation des BAP

II.2.1 Méthode de formulation pratique des BAP

La plupart des formules de BAP sont conçues actuellement de manière empirique. La méthode de Dreux-Gorisse n'est pas adaptée [54, 55, 56], car elle ne prend en compte ni les adjuvants ni les additions, alors que ce sont des composants essentiels d'un BAP. La formulation est donc basée sur l'expérience acquise ces dernières années.

Dans l'industrie du bâtiment, on utilise principalement des bétons de 25 à 35 MPa, et par expérience on sait que ces résistances dites « ordinaires » sont facilement atteintes par les bétons autoplaçants.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

Avec l'expérience acquise ces dernières années, certains ordres de grandeurs pour les proportions des constituants sont maintenant connus et utilisés :

- Le volume de gravillons est limité en prenant un rapport G/S (masse de gravillons sur masse de sable) proche de 1.
- Le volume de pâte varie entre 330 et 400 l/m³.
- La masse du ciment est supérieure ou égale au minimum requis par la norme BPE (P18 305), soit en général de 300 à 350 kg/m³. En complément la masse d'addition se situe entre 120 et 200 kg/m³.
- Le dosage en superplastifiant est proche de son dosage à saturation.

La formulation se fait donc par tâtonnement sur la base de ces plages. Après la conception sur le papier, la formule ne peut être optimisée et vérifiée que par des essais effectués la plupart du temps directement sur béton.

II.2.2 Formulations des BAP existants dans la bibliographie

Plusieurs méthodes de formulations des bétons autoplacants existent aujourd'hui dont un grand nombre a été publié dans les différents congrès dédiés aux BAP [57, 58, 59].

La méthode Japonaise développée par Okamura et Ozawa est l'une des premières méthodes mises au point pour la formulation des bétons autoplacants à étalement d'au moins 65 cm [60, 61]. La méthode préconise l'augmentation du volume de pâte au détriment du volume de granulats. Ce principe vise à éviter tout problème de blocage des gravillons en imposant un volume de gravillons inférieur à 50 % au volume solide du béton et un volume de sable de diamètre supérieur à 90 µm est égal à 40 % du volume total du mortier du béton. Au final, la méthode conduit à des volumes de pâte très élevés, une surestimation du liant et donc à des bétons très onéreux [62].

La méthode proposée par Bui et Montgomery, préconise en premier lieu d'étudier le volume de pâte [59]. Ils considèrent un volume de pâte égal à la porosité du squelette granulaire du béton augmenté d'une valeur qui conduira à une bonne lubrification du squelette en évitant les risques de blocage. Ils supposent que la pâte pénètre tous les vides inter-granulaires du squelette empilés d'une façon lâche sans aucune surpression extérieure. Ce volume est a priori de l'ordre de 42 à 48 % du volume total de l'échantillon [63].

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

D'autres méthodes ont été proposées comme celle développée au CTG (Centre Technique Groupe, Italcementi) qui repose sur le développement d'un fuseau granulaire propre aux BAP à étalement compris entre 55 et 75 cm [62]. Cependant, en dépit de leur multitude et de leurs avantages respectifs, les méthodes de formulations des BAP nécessitent un programme expérimental assez conséquent pour fixer la nature et les proportions des composants de la pâte qui assurera la consistance nécessaire pour limiter la ségrégation et assurer une bonne fluidité.

L'AFGC (Association Française de Génie Civil) a mis en place des techniques pour la caractérisation des BAP à l'état frais qui sont appliquées dans la profession du BTP. Il reste que, pour l'instant, il n'existe pas pour les BAP de méthode de formulation généralisée, comme peut l'être la méthode de Dreux-Gorisse pour les bétons ordinaires [25]. Nous nous sommes tenus à respecter les recommandations de l'AFGC pour la formulation et la caractérisation des bétons autoplaçants formulés.

II.2.3 Les matériaux utilisés

II.2.3.1 Les granulats (S, G_1 et G_2)

Tous les granulats utilisés proviennent de l'Entreprise Nationale des Granulats (ENG) d'El-Khroub. Il s'agit de granulats calcaires concassés, de couleur blanche. Nous avons utilisé le sable 0/5 et les granulats 5/8 (G_1) et 8/15 (G_2).

Le sable contient une grande quantité de fines, de l'ordre de 18 % apportant une quantité suffisante de fines pour réaliser un béton autoplaçant. Il n'a donc pas été nécessaire d'ajouter un filler calcaire. La teneur en sable, notée « S », correspond aux granulats compris entre 20 μ m et 5 mm. Ici, cela correspond à 82 % du sable plus 8 % de G_1 (Cf. **Figure II-3** et **Figure II-4**).

La teneur en granulat, notée « G », correspond à tous les granulats dépassant 5 mm, c'est-à-dire 92 % de G_1 plus G_2 (Cf. **Figure II-4** et **Figure II-5**).

Pour nos formulations préliminaires nous avons pris :

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

- 0 % de filler calcaire car les fines déjà présentes dans le sable sont comprises entre 145 et 175 kg/m³, ce qui entre dans la plage de 120 à 200 kg/m³.
- Un rapport G/S fixé à 1,1 pour favoriser l'effet de roulement de billes et un rapport G_1/G_2 égal à 0,43. Le pourcentage des gravillons 0/5 (15,4 %) est plus faible que celui des gravillons 5/8 (35,5 %) car la courbe granulométrique de ce dernier est plus étalée que celle de G_1 (voir la **Figure II-3**, la **Figure II-4** et la **Figure II-5**).

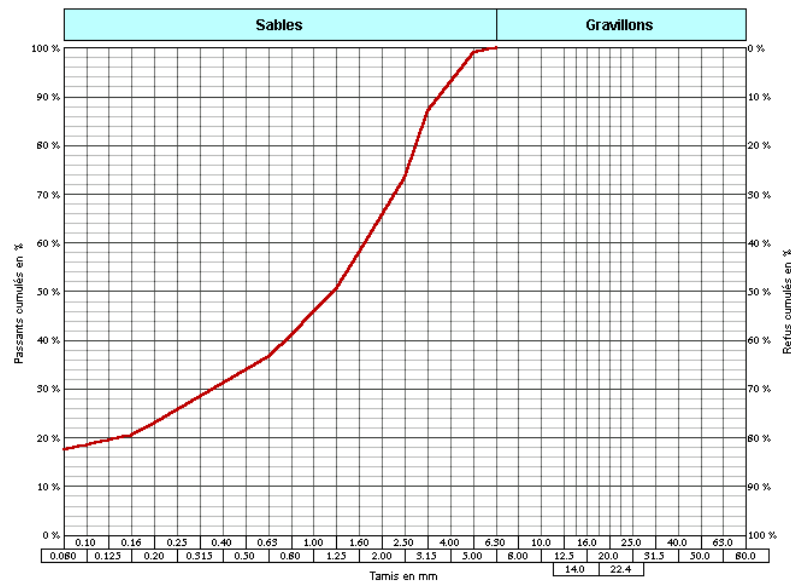


Figure II-3 : Courbe granulométrique du sable 0/5

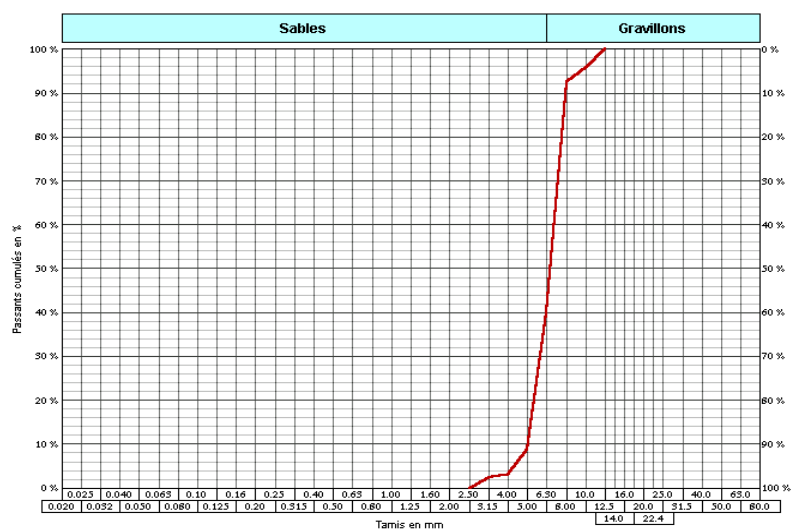


Figure II-4 : Courbe granulométrique du gravier 5/8

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

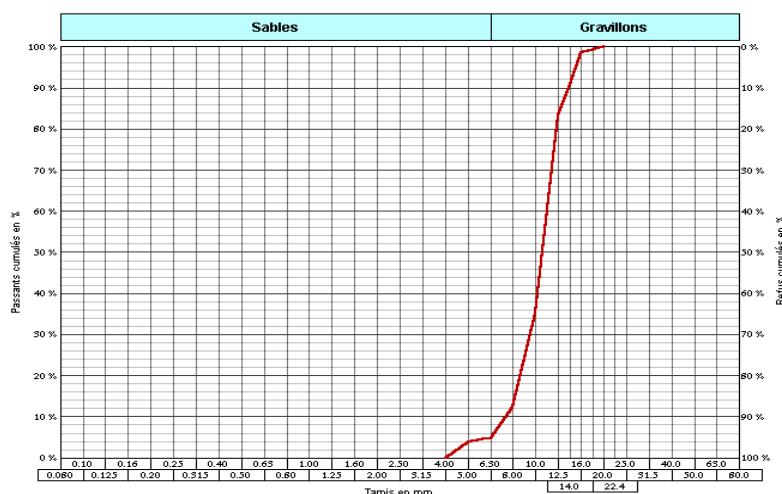


Figure II-5 : Courbe granulométrique du gravier 8/15

II.2.3.2 Les ciments (C)

Dix sept ciments (**Tableau II-1**) ont été testés en tenant en compte comme critère de comparaison, la résistance développée principalement à 28 jours et le coût de fabrication des différents ciments. La classe de ciment recherchée pour la confection de nos bétons autoplaçants est la classe 42,5 avec un apport maximal d'ajout pour avoir le ciment dont le coût est le moins cher.

En traçant la courbe représentant la résistance garantie en fonction du coût du ciment, il est possible de sélectionner le ciment qui se rapproche le plus de notre objectif : un ciment à la résistance garantie la plus proche de 42,5 et de plus faible prix. Le ciment retenu dans **Figure II-6** est entouré en rouge. Le ciment CEM I 42,5 PM-ES est le seul ciment sans ajout, il est donc utilisé comme référence.

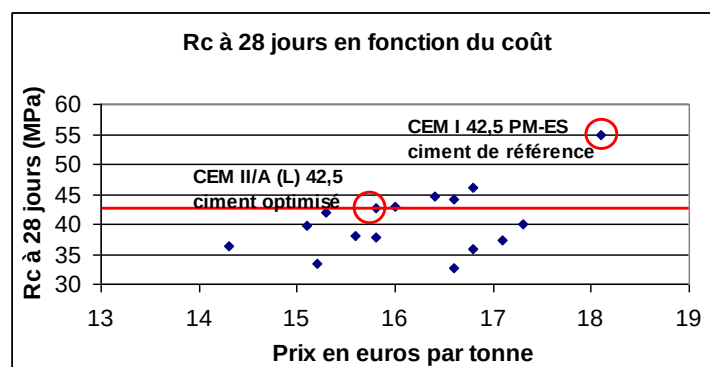


Figure II-6 : Comparaison des ciments 42,5 algériens sur la base de leur résistance garantie à 28 jours et leur coût en euros par tonne

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Tableau II-1 : Composition des variantes de ciment étudiées

Code variante	Pourcentage des matériaux (%)				
	Clinker (K)	Gypse	Pouzzolane (Z)	Laitier (S)	Calcaire (L)
V1	95	5	-	-	-
V2	80	5	-	15	-
V3	75	5	-	20	-
V4	70	5	-	25	-
V5	65	5	-	30	-
V6	80	5	15	-	-
V7	75	5	20	-	-
V8	70	5	25	-	-
V9	65	5	30	-	-
V10	85	5	-	-	10
V11	80	5	-	-	15
V12	75	5	-	-	20
V13	70	5	-	-	25
V14	70	5	15	-	10
V16	70	5	-	15	10
V17	65	5	10	10	10

L'analyse chimique des différents constituants du ciment par rayons X a donné les résultats suivants en % (**Tableau II-2**) :

Tableau II-2 : Composition des différents constituants utilisés dans la fabrication de nos ciments

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	CaO _I	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	Cl ⁻	Ins	P.F	%H ₂ O
K	21,48	5,70	3,30	65,81	1,00	1,70	0,70	0,16	0,52	0,017	0,05	0,22	-
Gypse	10,39	3,28	1,16	27,50	-	2,30	0,63	0,01	33,70	0,010	-	21,02	15,23
L	1,92	0,66	0,98	52,81	-	0,62	0,11	0,02	0,92	0,010	-	41,91	-
S	43,14	8,32	0,92	44,02	-	2,91	0,66	0,15	0,58	0,002	-	-1,07	-
Z	46,13	17,17	9,45	10,06	-	4,58	1,59	3,13	0,10	0,044	-	4,84	-

Nous avons sélectionné deux ciments parmi les dix-sept variantes étudiées :

- Le premier est un ciment Portland résistant aux sulfates de classe 42,5 «CPA-CEM I CRS 42,5», c'est un ciment de référence, il contient au moins 95 % de clinker (**Figure II-6** et **Figure II-7**), Le reste est composé de constituants secondaires tel que le gypse comme régulateur de prise, C'est le ciment de référence, ses caractéristiques physiques, chimiques et minéralogiques sont données par le **Tableau II-3**.
- Le second ciment est un ciment Portland composé optimal de classe 42,5 «CPJ-CEM/A 42,5», il contient de 80 % à 94 % de clinker (**Figure II-6** et **Figure II-7**), Le reste est composé d'un ou de plusieurs constituants secondaires tels que le gypse et l'apport d'au moins un ajout (calcaire, pouzzolane, laitier de haut fourneau,...), Dans notre cas la variante retenue est celle

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

du ciment composé de 80 % de clinker, 5 % de gypse et 15 % de calcaire, Le choix a été fait en fonction de la résistance et du coût, A 15 % de calcaire, la limite d'un CPJ CEM II 42,5 est atteinte, et comme le calcaire utilisé provient de la carrière de la cimenterie elle-même gratuitement et ne nécessite pas de moyens de transport, il constitue l'ajout le moins cher comparé à la pouzzolane dont l'apport est de 20 % mais qui est très coûteuse du point de vue transport car elle se trouve à 1000 km de la cimenterie, Quand au laitier de haut fourneau dont l'apport est très important pour un CPJ CEM II/A 42,5, il est très intéressant du point de vue performances mécaniques mais son coût d'achat et de son transport augmentent énormément le prix de revient du ciment, Les caractéristiques physiques, chimiques et minéralogiques du ciment avec ajout utilisé sont données par le **Tableau II-4**.



Figure II-7 : Ciments utilisés dans la confection des bétons autoplaçants

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Tableau II-3 : Caractéristiques du ciment CPA-CEM I 42,5

Essais	Physiques		Composition	chimique (%)
Consistance normale	%H ₂ O	25,0	SiO ₂	22,30
Temps de prise (mn)	Début	145	Al ₂ O ₃	5,10
	Fin	276	Fe ₂ O ₃	3,99
Expansion (mm)	Chaud	0,75	CaO	63,60
	Froid	-	MgO	1,44
Retrait (µm/m)	03 jours	210,28	K ₂ O	0,70
	07 jours	336,51	Na ₂ O	0,34
	28 jours	830,28	SO ₃	1,24
Gonflement (µm/m)	03 jours	0,0	CaO libre	0,57
	07 jours	0,0	Cl ⁻	-
	28 jours	0,0	Ins	-
Poids spécifique (g/cm ³)	3,10		P,F	1,18
Surface spécifique (cm ² /g)	3325		%Constituants	minéraux du clinker
Résistance à la flexion (MPa)	02 jours	2,14	C ₃ S	52,13
	07 jours	7,22	C ₂ S	23,55
	28 jours	7,26	C ₃ A	6,76
Résistance à la compression (MPa)	02 jours	16,73	C ₄ AF	12,13
	07 jours	36,18	CaO _I	-
	28 jours	47,93	Gypse	05
			Ajouts	sans

Tableau II-4 : Caractéristiques du ciment CPJ-CEM II/A 42,5

Essais	Physiques		Composition	chimique (%)
Consistance normale	%H ₂ O	26,60	SiO ₂	17,38
Temps de prise (mn)	Début	162	Al ₂ O ₃	4,69
	Fin	223	Fe ₂ O ₃	2,72
Expansion (mm)	Chaud	0,45	CaO	61,53
	Froid	-	MgO	1,55
Retrait (µm/m)	03 jours	135,75	K ₂ O	0,95
	07 jours	450,25	Na ₂ O	0,20
	28 jours	670,30	SO ₃	2,44
Gonflement (µm/m)	03 jours	0,0	CaO libre	-
	07 jours	0,0	Cl ⁻	-
	28 jours	0,0	Ins,	-
Poids spécifique (g/cm ³)	3,03		P,F	8,20
Surface spécifique (cm ² /g)	3509		%Constituants	minéraux du clinker
Résistance à la flexion (MPa)	02 jours	3,31	C ₃ S	59
	07 jours	7,85	C ₂ S	16
	28 jours	9,00	C ₃ A	09
Résistance à la compression (MPa)	02 jours	13,37	C ₄ AF	10
	07 jours	29,32	CaO _I	-
	28 jours	41,01	Gypse	05
			Ajouts	15 % calcaire

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les courbes granulométriques des deux ciments CPJ CEM II/A 42,5 et CPA CEM I 42,5 sont données par la **Figure II-8** et la **Figure II-9**. Les distributions en taille de grains sont sensiblement identiques, comme le confirment leur surface spécifique Blaine (**Tableau II-3** et **Tableau II-4**).

Le volume de pâte V_p qui est égal au volume du ciment + le volume des fines + le volume du superplastifiant + le volume de l'agent colloïdal = $C/\rho_c + (18\%,S)/\rho_s + S_p + A_c$ avec $\rho_c=3,13\text{kg/m}^3$ et $\rho_s=2,7\text{kg/m}^3$, a été étudié entre 330 et 400 kg/m^3 . Trois valeurs ont été testées :

- 350 kg/m^3 ,
- 375 kg/m^3 ,
- 400 kg/m^3 .

Quant au rapport Eau sur fine, $E/f = \text{Eau} / \text{fines} = E/(C + 18\%,S)$, il a pris trois différentes valeurs (**Tableau II-5**) :

Tableau II-5 : Valeurs de E/f et de E/C

Rapport (E/f)	0,435	0,485	0,501
Rapport (E/c)	0,663	0,719	0,798

Le paramètre « E/C » a été étudié parallèlement aux paramètres « volume de pâte » et « fraction d'agent colloïdal ».

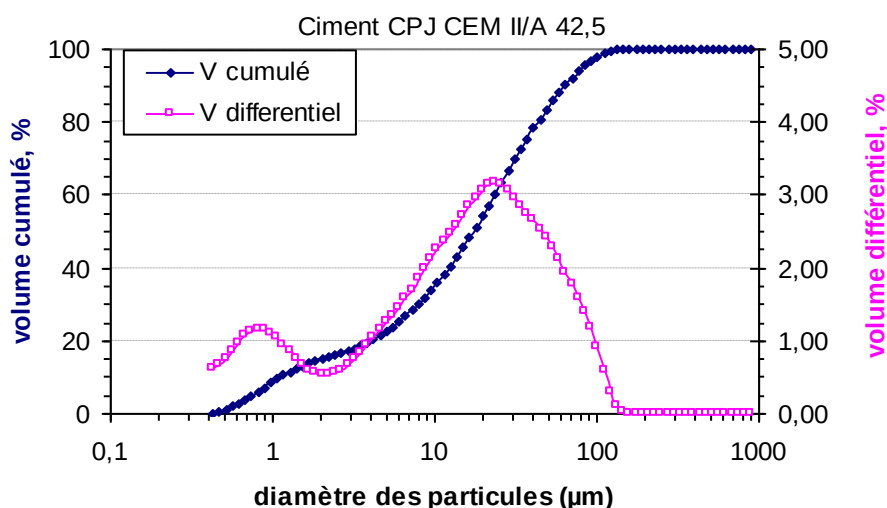


Figure II-8 : Distribution des tailles de grains par granulométrie laser du ciment CPJ CEM II/A 42,5

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

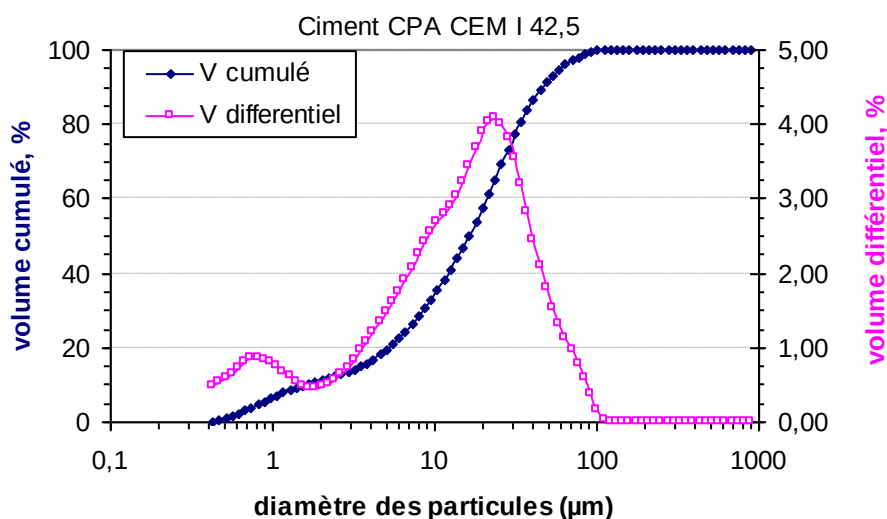


Figure II-9 : Distribution des tailles de grains par granulométrie laser du ciment CPA CEM I 42,5

Les masses volumiques réelles des matériaux utilisés ont été déterminées au laboratoire de CNRS-CRMD d'Orléans par pycnométrie à l'hélium. Nous avons calculé les densités réelles du sable 0/5 et des deux ciments utilisés (le CPJ CEM II/A 42,5 et le CPA CEM I 42,5).

Les résultats sont donnés par le **Tableau II-6** :

Tableau II-6 : Volume moyen et densité réelle moyenne des matériaux utilisés

Echantillons	CPJ CEM II/A 42,5	CPA CEM I 42,5	Sable 0/5
Masse (g)	7,21	6,50	9,32
Volume moyen (cm ³)	2,36	2,01	3,41
Densité moyenne (g/cm ³ ± 0,10)	3,05	3,23	2,73

Pour simplifier les calculs, les densités réelles prises en compte sont données par le **Tableau II-7** :

Tableau II-7 : Densité réelle des matériaux utilisés

Echantillons	Ciments	Granulats
Densité réelle	3,13	2,7

II.2.3.3 Le superplastifiant (S_p)

L'adjuvant utilisé est un superplastifiant haut réducteur d'eau fabriqué par la société Granitex-NP et commercialisé sous le nom de «MEDAFLOW 30», il est à base de polycarboxylates, sa plage normale d'utilisation est fixée par la fiche technique de 0,5 à 2 % (en extrait sec) du poids de ciment [64].

Les caractéristiques du MEDAFLOW 30 sont :

- Formeliquide.
- Couleur.....jaunâtre.
- Densité1,07 $\pm$ 0,01.
- pH6 - 6,5.
- Teneur en chlore.....< 1 g/l.
- Prix de vente par kg.....1,4 €.

Pour notre étude préliminaire on s'est fixé un pourcentage de 0,60 % du poids de ciment pour toutes les formulations. Nous avons pris un pourcentage minimal de superplastifiant comme première valeur qui sera ajustée en fonction des résultats préliminaires.

II.2.3.4 L'agent colloïdal (A_C)

Le MEDACOL BSE est un adjuvant destiné principalement à la confection des bétons et mortiers coulés sous l'eau. Il est composé essentiellement d'agents colloïdaux et de micro silice ultra fine. Il est fabriqué par Granitex-NP.

Les caractéristiques du MEDACOL BSE sont les suivantes [64] :

- Formepoudre.
- Couleur.....grisâtre.
- Densité~ 0,01.
- Prix de vente par kg.....4 €.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Le dosage prescrit dans sa fiche technique est de 0,8 à 2,4 % pour une utilisation sous l'eau. Pour notre étude préliminaire nous nous sommes fixés une plage de 0 à 0,4 % du poids du ciment. Nous avons utilisé trois pourcentages différents : 0 %, 0,2 % et 0,4 % pour tester l'efficacité de cet adjuvant sur une plage prise volontairement large. Cette première étude délimitera plus précisément le domaine qui sera retenu pour la suite de la campagne expérimentale.

II.2.3.5 L'eau de gâchage (E)

Pour le gâchage, nous avons utilisé l'eau du réseau d'eau potable. Les différents rapports E/c et E/f ont été donnés dans le tableau II-5.

II.2.4 Confection des bétons préliminaires

Notre travail expérimental se compose de deux phases :

- La phase préliminaire, consiste à formuler neuf bétons à partir du ciment CPJ CEM II/A 42,5 en utilisant une formulation moyenne d'un béton autoplaçant, tout en faisant varier le volume de pâte, le pourcentage d'agent colloïdal et le rapport eau/fines. Le volume total, le rapport Granulat/sable et le rapport Granulat (8/15)/Granulat (5/8) ont été fixés. Le but de ce travail est de faire ressortir de ces neuf formulations au moins un béton autoplaçant répondant au cahier de charge.
- La deuxième phase consiste à déterminer trois autres bétons autoplaçants aux mêmes propriétés rhéologiques que le premier, mais en faisant cette fois varier le type de ciment utilisé (CPJ CEM II/A 42,5 et CPA CEM I 42,5) et le rapport eau/ciment (0,49 et 0,59) en utilisant le concept du seuil d'écoulement.

II.2.4.1 Choix des différents bétons à confectionner :

Les proportions relatives au volume de pâte (V_p), au rapport de la masse de l'eau sur la masse des fines (E/f) et à l'agent colloïdal (A_c) sont représentées par la **Figure II-10**, sachant que :

- $V_p = C/\rho_c + (18\%,S)/\rho_s + S_p + A_c$ avec $\rho_c = 3,13 \text{ kg/m}^3$ et $\rho_s = 2,7 \text{ kg/m}^3$,
- Le béton contient 1/3 de volume de pâte, 1/3 de volume de gravillons et 1/3 de volume de sable,

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

- $E/f = \text{la masse de l'eau} / [\text{la masse ciment} + 18 \% \text{ de la masse du sable} = E/[C+18 \%, S],$
- $G/S = [92 \%, G_1 + G_2] / [82 \%, S + 8 \%, G_1] = 1,1,$
- La masse totale $M_T = M_C + M_S + M_{G1} + M_{G2} + M_E + M_{SP} + M_{AC},$
- La masse volumique mesurée = $[M_{\text{Aéromètre plein}} - M_{\text{Aéromètre vide}}] / \text{Volume}_{\text{Aéromètre}},$ on la note $M_{VR\text{mesurée}}$ tels que $M_{\text{Aéromètre vide}} = 4195,2 \text{ g}$ et $V_{\text{Aéromètre}} = 8 \text{ litres},$ $M_{\text{Aéromètre plein}}$ est prise lors de chaque gâchée,
- Pour la stabilité au tamis, on calcule : $M_{\text{laitances}} (\%) = 100[F_p - F_v] / [(F+T)_p - (F+T)_v]$ tels que F_v et F_p sont respectivement les masses du fond du tamis vide et plein et $(F+T)$ correspond à la masse du fond du tamis et du tamis lui-même.

Pour mieux cerner les effets des différents paramètres étudiés nous avons pris des valeurs de $V_p,$ de S_p et d' A_c extrêmes (**Tableau II-8**).

Tableau II-8 : Différentes formulations préliminaires gâchées pour $1m^3$

	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9
C (kg)	306,0	260,0	295,0	375,0	333,0	260,0	297,0	377,0	335,0
S (kg)	822,0	855,0	858,5	781,5	787,0	861,5	856,0	781,5	785,0
G1 (kg)	234,7	243,4	243,4	221,7	223,9	245,6	244,3	221,7	223,9
G2 (kg)	540,0	560,0	560,0	510,0	515,0	565,0	562,0	510,0	515,0
SP (kg)	1,84	1,56	1,77	2,25	2,00	1,56	1,78	2,26	2,01
E (kg)	220,0	207,4	195,5	224,3	237,8	208,0	196,2	225,2	238,6
AC (kg)	0,61	1,04	1,18	1,50	1,33	0,00	0,00	0,00	0,00
VP (kg)	375,0	350,0	350,0	400,0	400,0	350,0	350,0	400,0	400,0
Vf (kg)	152,6	140,1	151,5	171,9	158,9	140,5	152,0	172,5	159,4
E/C	0,719	0,798	0,663	0,598	0,714	0,800	0,661	0,597	0,712
E/f	0,485	0,501	0,435	0,435	0,501	0,501	0,435	0,435	0,501
MT (kg)	2125,2	2128,4	2155,4	2116,3	2100,0	2141,6	2157,3	2117,6	2099,5

Les neuf formulations préliminaires sont données par la **Figure II-10** :

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

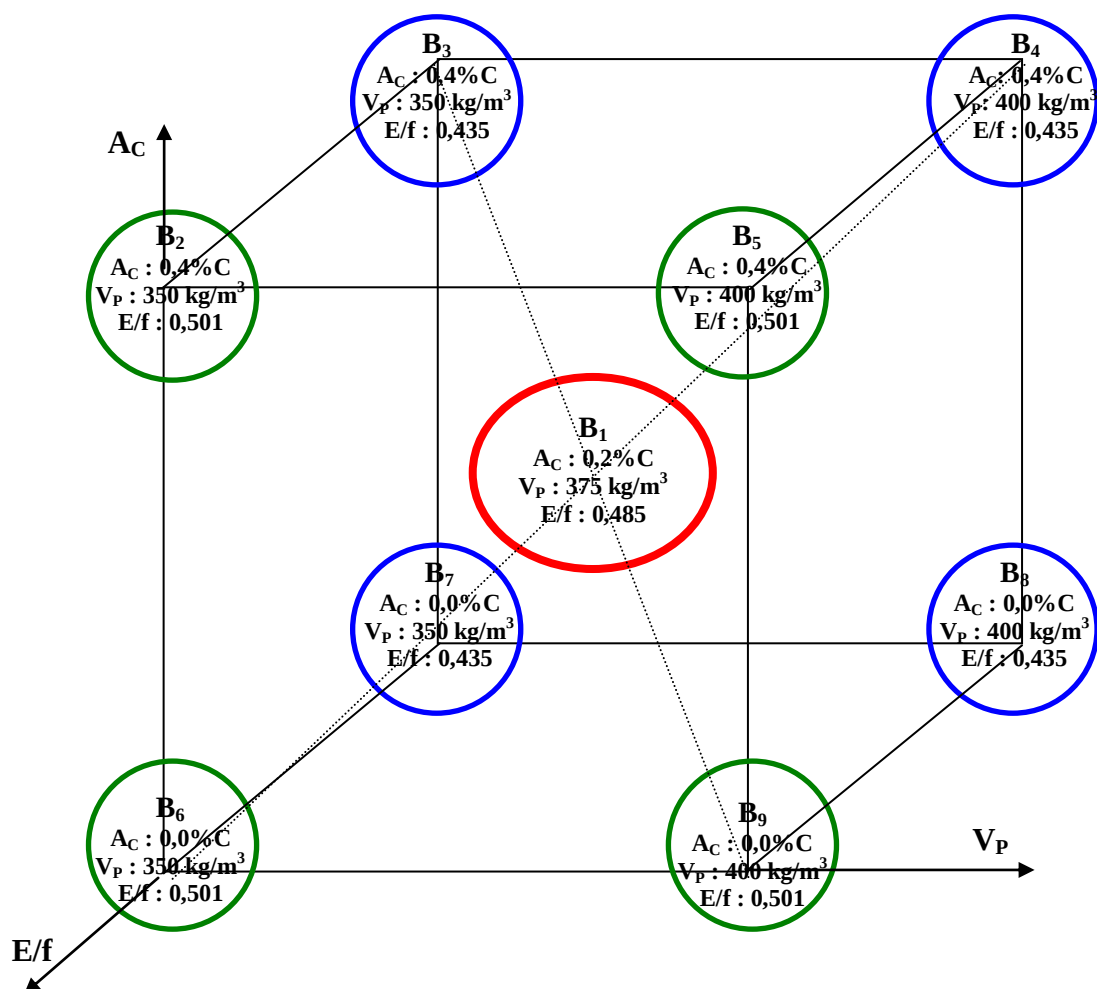


Figure II-10 : Caractéristiques des différents bétons à confectionner

II.2.4.2 Caractérisation des bétons à l'état frais

Les essais caractérisant les différents bétons confectionnés à l'état frais sont donnés par le **Tableau II-9** :

Tableau II-9 : Essais caractérisant les bétons à l'état frais

Echantillons	B ₁	B ₂	B ₃	B ₄	B ₅	B ₆	B ₇	B ₈	B ₉
A _{occlus} (%)	7,5	13	10	10	3,2	1,9	1,2	2,8	1,9
Et, Abr, (cm)	67	44	38	56	74	72	69	85	87
Et, AJ(cm)	59	31	33	48	65	65	60	78	86
Stabilité (%)	4,30	0,20	0,10	1,6	29	9,6	5,1	18,2	32,4
M _{Aér plein} (kg)	21,43	20,52	22,12	21,02	21,69	22,28	21,93	22,11	22,08
M _{VRmes} (g/l)	2154,4	2040,6	2240,6	2103,1	2186,9	2260,6	2216,9	2239,4	2235,6

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Mis à part le bon parement du béton B₁, les autres bétons ont été caractérisés par de mauvais parements à cause soit d'une forte ségrégation dans le cas des bétons très fluides soit d'une forte quantité de vides grossiers dus à une trop forte fermeté du béton.

Il existe une très bonne corrélation linéaire entre le pourcentage en air occlus des différents bétons et leur masse volumique réelle mesurée (**Figure II-11**). Plus l'air occlus augmente, plus la masse volumique mesurée diminue. Ceci s'explique simplement par le fait que si l'air occlus augmente, le volume augmente alors que la masse reste constante, cela implique que la masse volumique diminue. Il est possible de simuler cet effet en définissant une masse volumique théorique qui serait obtenue pour une teneur nulle en air occlus, et en prenant en compte cet air occlus comme suit :

$M_v(\% \text{ air}) = M_v(0) \cdot (1 - \% \text{ air})$, avec $M_v(0)$ pris à 2300 kg/m^3 . On vérifie bien que les tendances sont identiques.

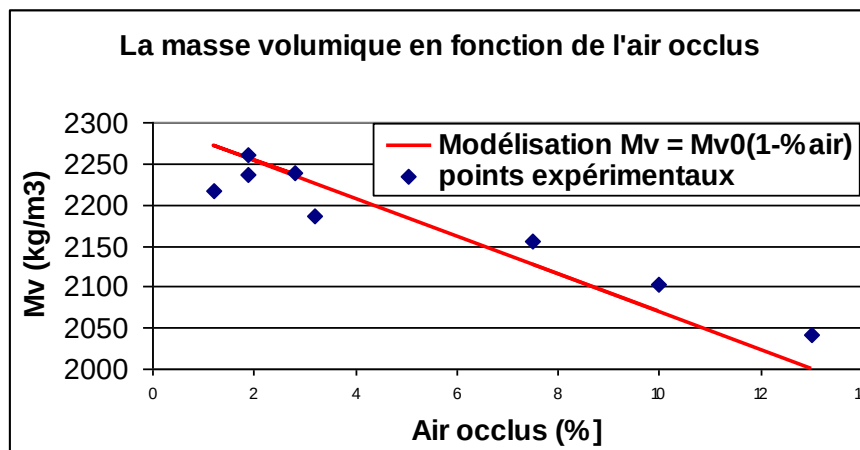


Figure II-11 : La masse volumique réelle en fonction de l'air occlus

La **Figure II-12**, la **Figure II-13** et la **Figure II-14** donnent successivement la stabilité en pourcentage et les étalements au cône d'Abrams et à l'anneau japonais en cm des différents bétons confectionnés avec les limites tolérées pour des bétons autoplaçants (moins de 15 % pour la stabilité et entre 60 et 75 cm pour l'étalement au cône d'Abrams et de 50 à 65 pour l'étalement à l'anneau japonais).

Il existe une forte corrélation linéaire entre l'étalement au cône d'Abrams et l'étalement aux anneaux japonais, les plages des deux essais donnent comme intersection quatre bétons qui vérifient les deux essais pour un béton autoplaçant (**Figure II-15**).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

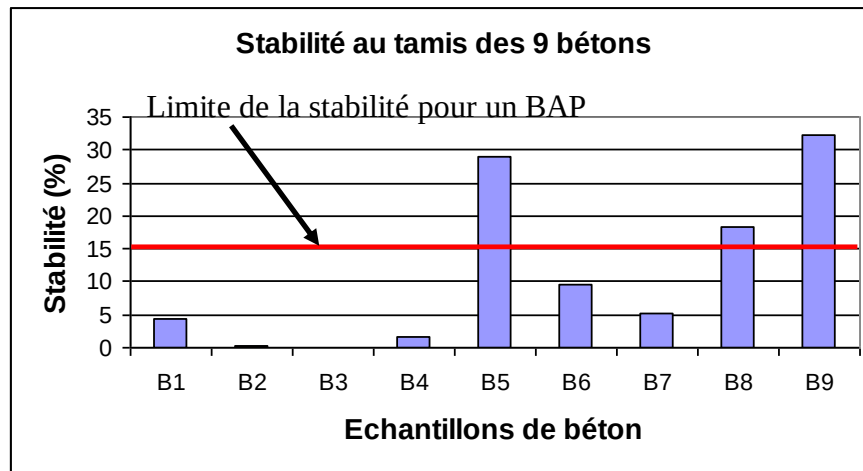


Figure II-12 : La stabilité des différents bétons confectionnés

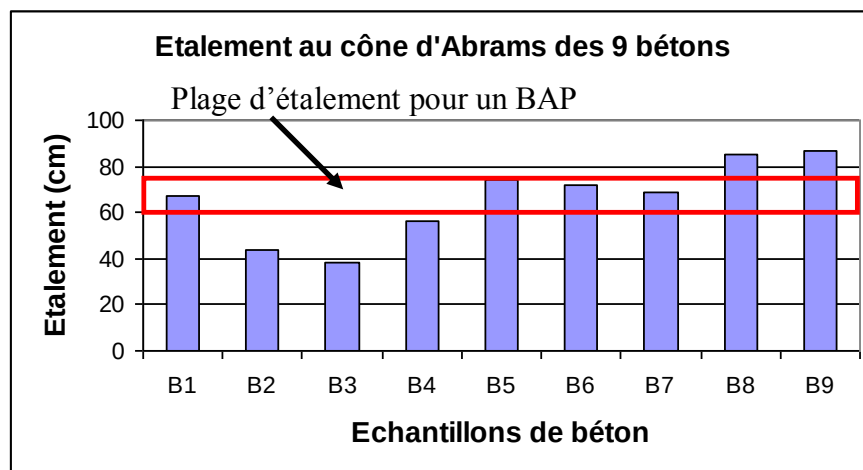


Figure II-13 : L'étalement au cône d'Abrams de tous les échantillons confectionnés

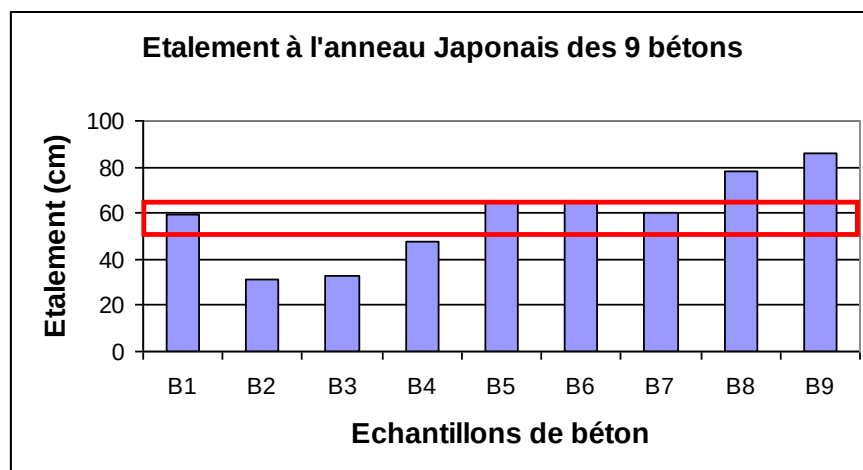


Figure II-14 : L'étalement à l'anneau japonais de tous les échantillons confectionnés

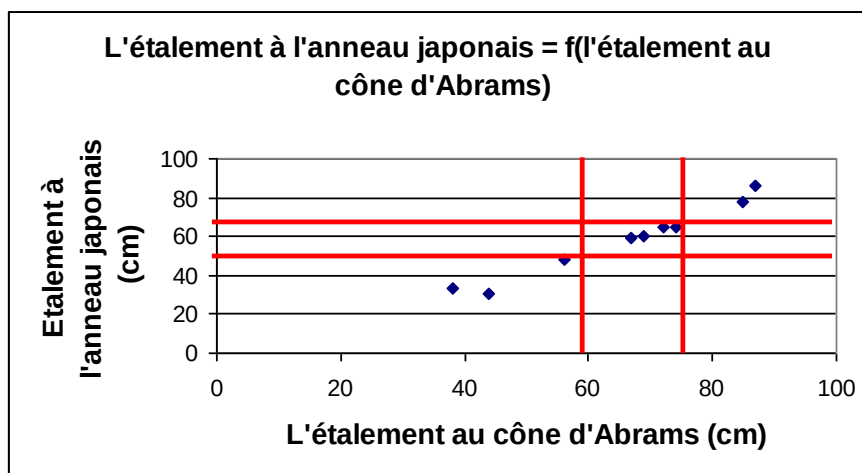


Figure II-15 : L'étalement à l'anneau japonais en fonction de l'étalement au cône d'Abrams

Concernant la qualité de parement, la meilleure est celle du béton B₁. Les parements des autres bétons sont moyens voire mauvais car soit les bétons sont trop fermes et donc non aptes au remplissage soit trop liquides et donc hétérogènes et à forte ségrégation.

En tenant compte de la stabilité au tamis ainsi que des étalements au cône d'Abrams et à l'anneau japonais, trois types des bétons confectionnés répondent aux caractéristiques d'un béton autoplaçant, Ce sont les bétons B₁, B₆ et B₇.

II.2.4.3 Caractérisation des bétons à l'état durci

Nous avons testé les résistances à la compression à une année après avoir conservé les éprouvettes dans l'eau à 20°C pendant 28 jours puis à l'air libre dans une pièce à 20°C (**Figure II-16**).



Figure II-16 : Mode de Conservation des échantillons avant leur écrasement

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les résistances à la compression à une année sont données en MPa par le **Tableau II-10** :

Tableau II-10 : Caractérisation des bétons confectionnés à l'état durci

Echantillons	B ₁	B ₂	B ₃	B ₄	B ₅	B ₆	B ₇	B ₈	B ₉
Msèche (g)	4430,0	4193,2	4236,6	4408,8	4345,2	4375,2	4361,6	4515,8	4116,4
Msaturée (g)	4776,4	4531,8	4536,4	4740,0	4756,6	4690,8	4647,0	4824,8	4395,4
Φ (cm)	11,17	11,13	11,13	11,18	11,16	11,17	11,17	11,16	11,17
H (cm)	22,00	21,93	21,80	22,00	21,93	21,98	21,95	22,00	22,00
R _{C180j} [MPa]	12,80	9,65	12,30	15,35	9,40	7,30	17,40	9,75	9,05

Nous remarquons que les résistances obtenues sont très faibles comparées aux résistances habituelles des bétons ordinaires. L'état des éprouvettes après écrasement à la compression (**Figure II-17**) montre une ségrégation importante, une forte porosité et une pâte de ciment très friable. Cela est probablement dû au faible dosage en ciment et au fort rapport E/C.



Figure II-17 : Eprouvettes 11x22cm après écrasement à la compression

Pour remédier à ce problème et obtenir un béton autoplaçant à résistance équivalente à celle des bétons ordinaires, nous avons dû :

- Augmenter le dosage en ciment et le fixer à un minimum de 350 kg/m³ ;
- Diminuer considérablement le rapport Eau/Ciment à 0,59 et donc le rapport Eau/fines à 0,40 ;
- Jouer sur l'apport du superplastifiant et celui de l'agent colloïdal.

Trois autres bétons B₁₀ et B₁₁ et B₁₂ ont été confectionnés et ont donné naissance au béton autoplaçant BAP₀₁ (**Tableau II-11**).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Tableau II-11 : Différentes formulations préliminaires gâchées

	B ₁₀	B ₁₁	B ₁₂
C (kg)	350	350	350
S (kg)	922,0	922,0	922,0
G1 (kg)	261,6	261,6	261,6
G2 (kg)	601,7	601,7	601,7
SP (kg)	1,0%C = 3,50	1,4%C = 4,90	1,4%C = 4,90
E (kg)	206,4	206,4	206,4
AC (kg)	0,1%C = 0,35	0,1%C = 0,35	0,05%C = 0,18
VP (kg)	383,5	384,9	384,8
Vf (kg)	173,3	173,3	173,3
E/C	0,590	0,590	0,590
E/f	0,400	0,400	0,400
VT (l)	1035,0	1036,5	1036,3
MT (kg)	2345,6	2347,0	2346,8
G/S	1,10	1,10	1,10
G ₁ /G ₂	0,43	0,43	0,43

Les formulations des trois bétons B₁₀, B₁₁ et B₁₂ sont très proches. Ce sont les pourcentages en surperplastifiant et en agent colloïdal qui les différencient. La formulation du B₁₂ vérifie toutes les caractéristiques d'un béton autoplaçant à l'état frais (**Tableau II-12**).

Tableau II-12 : Essais caractérisant les bétons à l'état frais

Echantillons	B10	B11	B12
Aocclus (%)	4,9	4,3	3,6
Et, Abr, (cm)	40	52,5	58
Et, AJ(cm)	35	50	53
Stabilité (%)	0,74	1,15	2,00
M _{Aér plein} (kg)	21,48	22,25	22,51
M _{VRmes} (g/l)	2160,6	2256,9	2289,4

De ces trois formulations et en se basant sur les caractéristiques obtenues à l'état frais, nous déduisons que B₁₂ est un béton autoplaçant. Il nous reste à vérifier ses performances mécaniques à l'état durci.

Les moyennes des performances mécaniques du béton B₁₂ à 7 et 28 jours sont données par le **Tableau II-13**. Nous rappelons que les éprouvettes ont été conservées dans l'eau dans une salle à 20°C de température jusqu'au jour de l'écrasement.

Tableau II-13 : Résistances mécaniques à la compression des éprouvettes 11x22 cm en B₁₂.

Résistance à la compression à 7 jours	15,63 MPa
Résistance à la compression à 28 jours	18,75 MPa

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Nous remarquons que les performances du béton B₁₂ à 7 et à 28 jours sont analogues à celle d'un béton ordinaire donc nous le sélectionnons comme étant le béton autoplaçant «BAP₀₁» de notre étude sur lequel nous allons nous baser pour confectionner trois autres bétons autoplaçants. Nous étudierons ces quatre bétons retenus vis-à-vis de l'attaque sulfatique externe dans le troisième chapitre.

II.2.5 Formulation des bétons autoplaçants

II.2.5.1 Seuil de cisaillement

La thixotropie est l'étude de l'évolution du seuil de cisaillement de la pâte cimentaire d'un béton en fonction du temps de repos. Elle correspond à l'un des comportements rhéologiques les plus difficiles à appréhender et qui est resté relativement à l'écart des courants de recherche les plus populaires au sein des différents laboratoires universitaires depuis pratiquement 1994 par Jacques Bouton [65], [66]. Ces trois dernières années, ce phénomène a fait l'objet de plusieurs études assez approfondies [67] surtout au Laboratoire Central des Ponts et Chaussées de Paris par Nicolas Roussel et Philippe Coussot [68], [69] au sein de différents laboratoires de recherche de génie civil. Dans notre étude nous ne sommes pas intéressés à la thixotropie de notre béton mais plutôt au seuil de cisaillement juste après malaxage du béton, sans étudier sa variation en fonction du temps de repos.

II.2.5.2 Principe de l'essai,

Nicolas Roussel et Philippe Coussot du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées et de l'Université Paris Est ont présenté une synthèse de leurs travaux de recherche réalisés depuis plusieurs années lors de la journée d'étude qu'ils ont organisée le 5 Octobre 2008 à l'université de Marne La Vallée. Ils ont montré qu'ils disposaient d'une corrélation quantitative très correcte entre la forme finale du matériau et le seuil de cisaillement.

Le principe général de l'essai est le suivant [70] :

Si un volume Ω de pâte de ciment, mortier ou béton est versé lentement sur une surface lisse horizontale (**Figure II-18**), alors la mesure du diamètre de la galette ($D = 2R$) obtenue après arrêt de l'écoulement est corrélée au seuil du matériau par la relation (1) : $\tau_c = [225 \rho g \Omega^2] / 128\pi^2 R^5$ (1)

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure II-18 : Essai de mesure du seuil de cisaillement selon Roussel et Coussot

Des valeurs d'étalement obtenues pour une pâte de ciment de seuil 60 ± 3 Pa (mesurée au viscosimètre) et pour différents volumes versés à l'aide d'un seau sur une plaque métallique horizontale sont reportées sur la **Figure II-19**. La corrélation est excellente et confirme l'efficacité de ce protocole en tant que technique de mesure du seuil d'un matériau cimentaire. Le volume minimum testé est de 300 mL pour une pâte de ciment et 500 mL pour un mortier.

Cependant, la corrélation en régime d'étalement qu'il propose dans l'ouvrage «Ecoulement et mise en œuvre des bétons» sous la direction de Nicolas Roussel [70], n'existe que si :

- le rapport épaisseur de galette sur son rayon est faible, généralement $e \leq R/5$ (2).
- Les effets de tension superficielle sont négligeables (légèrement humidifier la plaque métallique sans laisser de gouttelette).
- L'épaisseur de la galette formée est au moins égale à 5 fois la taille du plus gros grain (sable tamisé à 2 mm).

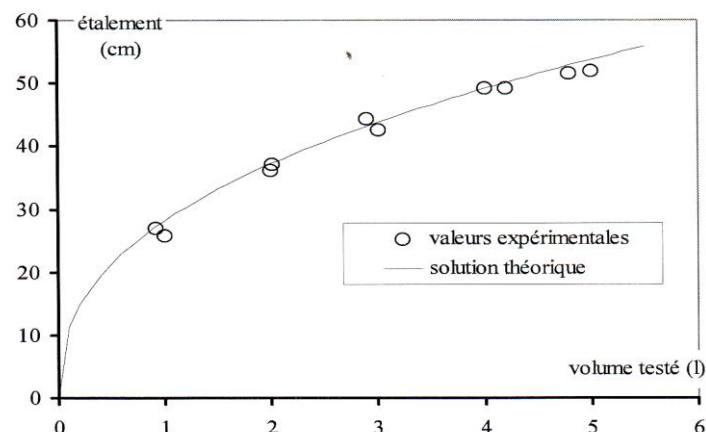


Figure II-19 : Etalement en fonction du volume de matériau testé pour une pâte de ciment dont le seuil mesuré au viscosimètre est de 60 Pa, La solution théorique et les résultats expérimentaux sont reportés [70]

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Dans notre cas :

- Nous avons utilisé un volume minimal de 500 ml de mortier pour caractériser notre seuil de cisaillement.
- Nous avons humidifié notre plaque métallique et nous avons calculé τ_c en utilisant la formule (1) tout en vérifiant la condition (2).
- Les mortiers autoplaçants qui ont le même τ_c devraient présenter les mêmes propriétés d'étalement et donner des bétons autoplaçants équivalents.

Nous avons testé 4 formulations de mortier d'un volume de 1,2 litre pour différents pourcentages de superplastifiant et d'agent colloïdal, Les quatre principales formulations sont données en fonction de deux rapports E/C, 0,590 et 0,490 (pour des E/f de 0,400 et 0,327) et deux types de ciments, le CPJ CEM II/A 42,5 et le CPA CEM I 42,5,

Pour la première et la deuxième formulation et la troisième et quatrième formulation, l'apport de ciment, de sable ($\leq 2\text{mm}$) et de l'eau sont donnés par le **Tableau II-14**.

Tableau II-14 : Les différents apports des matériaux pour la première et la deuxième formulation

	ρ (kg/m ³)	M _{1-2sèche} (kg)	M _{3-4sèche} (kg)	V _{1-2tot} (l)	V ₁₋₂ (cm ³)	V _{3-4tot} (l)	V ₃₋₄ (cm ³)
C	3,13	350	350	111,82	219,67	111,82	226,87
S _{$\leq 2\text{mm}$}	2,7	804,72	847,14	301,23	591,77	317,11	643,37
E	1	206,4	171,6	197,79	388,56	162,54	329,77
Total				610,84	1200	591,47	1200

Les différentes compositions des quatre formulations principales auxquelles nous rajouterons le superplastifiant et l'agent colloïdal sont données par le **Tableau II-15**.

Au départ nous avons voulu calculer le temps d'écoulement des différentes variantes de la première formulation en utilisant le CEM II/59 et différents pourcentages de S_p et d'A_C, mais très rapidement nous nous sommes aperçus qu'il n'était pas un bon paramètre pour déterminer un béton analogue au BAP₀₁ ce qui nous a incités à utiliser la méthode du seuil de cisaillement (**Tableau II-17**, **Tableau II-18** et **Tableau II-19**).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Tableau II-15 : Les différentes formulations de mortiers étudiées

Mortiers	MCEMII/59	MCEMI/59	MCEM II/49	MCEM I/49
Ciment (C) en g	682,58	682,58	710,10	710,10
Sable 0/5 (S) en g	1597,79	1597,79	1737,10	1737,10
Eau (E) en g	388,56	388,56	329,77	329,77
Type de ciment	CEM II/A 42,5	CEM I 42,5	CEM II/A 42,5	CEM I 42,5
E/C	0,59	0,59	0,49	0,49
E/f	0,40	0,40	0,33	0,33

Tableau II-16 : Seuil de cisaillement du CEM II/59 à 0,05 %C d'AC et à différents dosages de S_p

S_p (%C)	1,2	1,3	1,4	1,5
Volume initial V (ml)	785	850	750	745
Masse avant l'essai M_1 (g)	1665,6	1672,6	1626,1	1628,7
Masse après l'essai M_2 (g)	284,4	269,4	232,1	239,0
Rayon de la galette R (mm)	157	162	173	186
Epaisseur de la galette e (mm)	12	11	10	10
Vérification de $e \leq R/5$	vrai	vrai	vrai	vrai
$\rho = M_1 / V$ (kg/m ³)	2122	1968	2168	2186
Volume testé $\Omega = [M_1 - M_2] / \rho$ (10 ⁻⁴ m ³)	6,51	7,13	6,43	6,36
Seuil τ_c [Pa]	17	16	10	7

Tableau II-17 : Seuil de cisaillement du CEM I/59 à 0,05%C d'AC et à différents dosages de S_p

S_p (%C)	0,9	1,0	1,1	1,2
Volume initial V (ml)	804	810	796	807
Masse avant l'essai M_1 (g)	1729,8	1727,1	1657,7	1764,8
Masse après l'essai M_2 (g)	277,4	309,7	238,3	279,9
Rayon de la galette R (mm)	110,0	158	173	188
Epaisseur de la galette e (mm)	40	17	19	9
Vérification de $e \leq R/5$	pas vrai	vrai	vrai	vrai
$\rho = M_1 / V$ (kg/m ³)	/	2132	2083	2187
Volume testé $\Omega = [M_1 - M_2] / \rho$ (10 ⁻⁴ m ³)	/	6,65	6,82	6,79
Seuil τ_c [Pa]	/	17	11	8

Tableau II-18 : Seuil de cisaillement du CEM II/49 sans AC et à différents dosages de S_p

S_p (%C)	1,7	1,8	1,9	2,0
Volume initial V (ml)	803	842	885	846
Masse avant l'essai M_1 (g)	1839,9	1849,3	1838,9	1863,9
Masse après l'essai M_2 (g)	256,8	205,0	213,0	234,5
Rayon de la galette R (mm)	120	162	171	181
Epaisseur de la galette e (mm)	8	4	6	5,5
Vérification de $e \leq R/5$	vrai	vrai	vrai	vrai
$\rho = M_1 / V$ (kg/m ³)	2291	2197	2078	2203
Volume testé $\Omega = [M_1 - M_2] / \rho$ (10 ⁻⁴ m ³)	6,91	7,79	7,82	7,40
Seuil τ_c [Pa]	77	19	15	11

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Tableau II-19 : Seuil de cisaillement du CEM I/49 sans AC et à différents dosages de S_p

S_p (%C)	1,5%C	1,6%C	1,7%C	1,8%C
Volume initial V (ml)	785	850	750	745
Masse avant l'essai M_1 (g)	1887,5	1871,0	1883,3	1887,2
Masse après l'essai M_2 (g)	219,1	205,1	202,9	190,9
Rayon de la galette R (mm)	158	181	189	195
Epaisseur de la galette e (mm)	8	7	6	4
Vérification de $e \leq R/5$	vrai	vrai	vrai	vrai
$\rho = M_1 / V$ (kg/m ³)	2234	2224	2110	2144
Volume testé $\Omega = [M_1 - M_2] / \rho$ (10 ⁻⁴ m ³)	7,47	7,48	7,67	7,91
Seuil τ_c [Pa]	22	11	9	8

Nous pouvons résumer les quatre précédents tableaux en un seul graphe (**Figure II-20**), et nous remarquons d'après les différentes valeurs représentées que quatre seuils de cisaillement sont très proches les uns aux autres et ce, en appliquant la formule établie par Nicolas Roussel et Philippe Coussot. D'où les quatre pourcentages définitifs de superplastifiant et d'agent colloïdal qui seront pris en compte dans la formulation de nos quatre bétons autoplaçants sont donnés par le **Tableau II-20**.

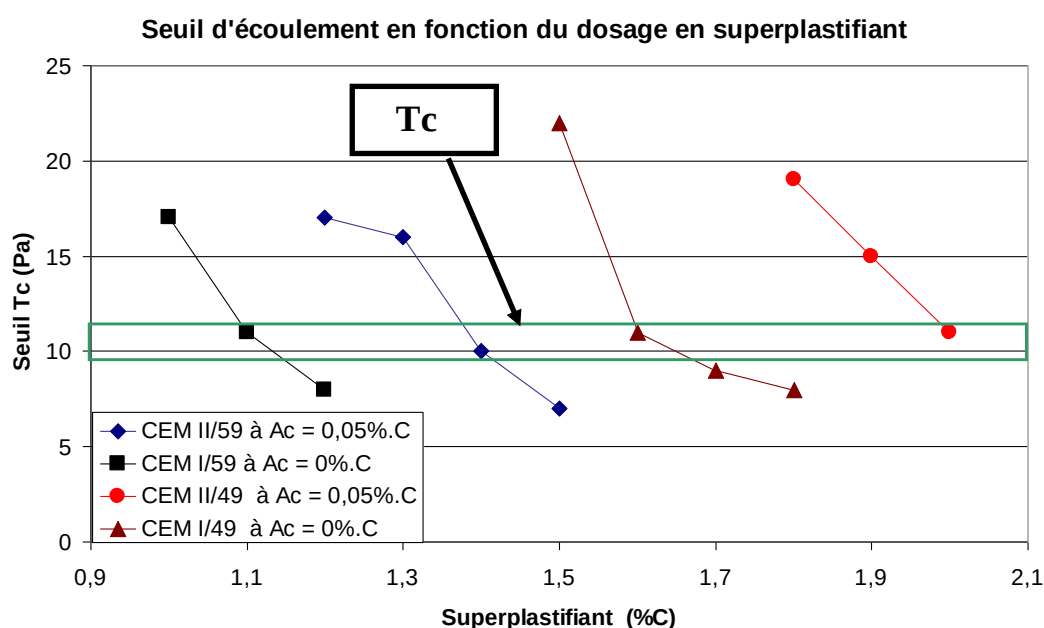


Figure II-20 : Graphe récapitulatif de $T_c = f(S_p)$ pour les quatre bétons

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Tableau II-20 : Récapitulatif des résultats obtenus par la méthode du seuil de cisaillement

	Mortier 01	Mortier 02	Mortier 03	Mortier 04
Type de ciment (42,5)	CPJ CEM II/A	CPA CEM I	CPJ CEM II/A	CPA CEM I
Pourcentage d'A _C	0,05%	0,05%	0%	0%
Pourcentage de S _P	1,4%	1,1%	2,0%	1,6%
Seuil τ_c (Pa)	10,11	11,57	10,84	11,21

Les formulations des quatre bétons autoplaçants ainsi que les résultats des tests à l'état frais et les résistances à la compression à 7 et à 28 jours sont donnés par le **Tableau II-21** et le **Tableau II-22**, Les essais à l'état frais vérifient les caractéristiques d'un BAP pour les quatre formulations, Les résistances atteintes sont comparables à celles d'un béton ordinaire,

Tableau II-21 : Les formulations des quatre BAP retenus

	BAP01:CEMII/59	BAP02:CEMI/59	BAP03:CEMII/49	BAP03:CEMI/49
C utilisé	CPJ CEM II/A 42,5	CPA CEM I 42,5	CPJ CEM II/A 42,5	CPA CEM I 42,5
C (kg)	350	350	350	350
S (kg)	922,0	922,0	970,6	970,6
G1 (kg)	261,6	261,6	275,3	275,3
G2 (kg)	601,7	601,7	633,4	633,4
SP (kg)	1,4%C = 4,90	1,1%C = 3,85	2,0%C = 7,00	1,6%C = 6,50
E (kg)	206,4	206,4	171,6	171,6
AC (kg)	0,05%C = 0,18	0,05%C = 0,18	0%C = 0	0%C = 0
VP (kg)	384,8	383,7	355,1	356,7
Vf (kg)	173,3	173,3	176,5	176,5
E/C	0,590	0,590	0,490	0,490
E/f	0,400	0,400	0,327	0,327
VT (l)	1036,3	1035,2	1038,4	1036,3
MT (kg)	2346,8	2345,7	2407,9	2406,5

Tableau II-22 : Essais caractérisant les quatre BAP à l'état frais

Echantillons	CEMII/59	CEMI/59	CEMII/49	CEMI/49
A _{occlus} (%)	3,6	3,9	2,9	4,7
Et, Abr, (cm)	58	59,5	74	68
Et, AJ(cm)	53	54,5	57	59
Stabilité (%)	2,00	2,20	2,81	2,64
M _{Aér plein} (kg)	22,51	22,57	23,05	22,92
M _{VRmes} (g/l)	2289,4	2296,9	2356,9	2340,6

Les résistances à court terme (7 jours) les résistances augmentent en fonction de E/C et à 28 jours, elles augmentent en fonction de la nature du ciment (**Figure II-21**)

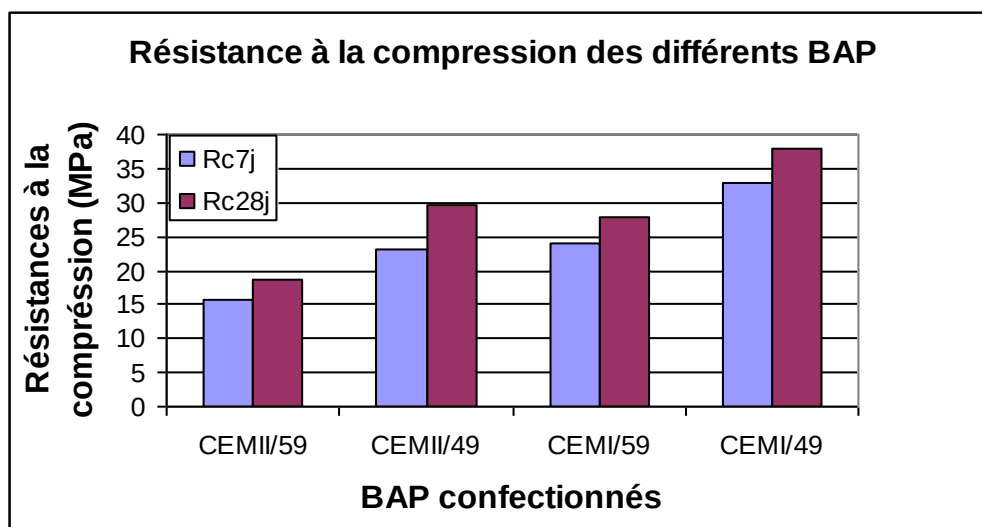


Figure II-21 : Les résistances des différents confectionnés BAP à 7 et 28 jours

II.2.6 Conclusion

A l'issue de ce chapitre nous pouvons tirer quelques conclusions :

- Neuf formulations préliminaires de bétons ont été gâchées et caractérisées à l'état frais, seules trois d'entre elles pouvaient être considérées comme des BAP.
- Les essais à la compression de tous les bétons préliminaires ont donné des valeurs très inférieures à celles d'un béton ordinaire, ce qui nous a poussés à augmenter le dosage en ciment et diminuer le rapport Eau/Ciment dans la deuxième campagne de formulation.
- La deuxième campagne de formulation de BAP à base de ciment CPJ CEM II/A 42,5 a donné la formulation optimale d'un béton autoplaçant en tenant compte du coût de notre BAP et de ses performances mécaniques.
- La méthode de la mesure du seuil de cisaillement selon Roussel et Coussot basée sur l'étalement des différentes pâtes de ciment nous a permis de déterminer trois autres formulations de BAP à partir de celle obtenue pendant la deuxième campagne d'essais. Les quatre formulations se différencient principalement entre elles par l'utilisation de deux ciments différents (CPJ CEM II/a 42,5 et CPA CEM I 42,5) et par deux rapports Eau/Ciment

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

(0,49 et 0,59) différents. Les pourcentages du superplastifiant et de l'agent colloïdal ont été adaptés en visant la quantité minimale.

- Les quatre formulations ont vérifié toutes les caractéristiques d'un béton autoplaçant à l'état frais et les performances mécaniques à 7 et à 28 jours sont comparables à celles d'un béton ordinaire.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

L'ATTAQUE SULFATIQUE EXTERNE

Chapitre III L'ATTAQUE SULFATIQUE EXTERNE

La durabilité d'un ouvrage se caractérise par sa capacité à conserver dans les conditions prévues les fonctions d'usage pour lesquelles il a été conçu (fonctionnement structurel, sécurité, confort des usagers) et à maintenir son niveau de fiabilité et son aspect, dans son environnement, avec des frais de maintenance et d'entretien aussi réduits que possible.

Une mauvaise durabilité se manifeste par une détérioration qui peut résulter de facteurs externes ou de phénomènes internes du béton, Les différentes actions peuvent être physiques, chimiques ou mécaniques [71, 72].

Au cours de ce travail de recherche, nous nous sommes intéressés à l'attaque chimique des bétons autoplaçants due à la présence d'ions sulfates provenant de l'extérieur.

III.1 Introduction

Depuis quelques années certains laboratoires de recherche comme le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées de Paris (LCPC de Paris) se sont intéressés de près au phénomène de la formation différée de l'ettringite dans les bétons causé principalement par des attaques sulfatiques internes au béton et des thèses de doctorat ont été soutenues dans ce domaine [45] et [46]. Par contre, aucun travail concernant l'étude de l'attaque sulfatique externe n'a été publié en France ces dernières années.

Deux formes d'endommagement des bétons par des attaques sulfatiques externes sont répandues et qui peuvent endommager les bétons en Algérie :

- La présence de sols gypseux (**Figure III-1**) en zones urbaines et qui peuvent contenir jusqu'à 85% de gypse à partir de 12 m de profondeur [73, 74, 75, 76] est à l'origine de multiples formes d'endommagement des bétons. En temps de fortes pluies, certaines parties des constructions se retrouvent immergées dans des solutions souterraines contenant des doses importantes de sulfates [77] et causent souvent leur dégradation et leur corrosion.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

- La pollution atmosphérique, comme celle qui peut être générée dans certaines zones industrielles, comme par exemple les cimenteries (**Figure III-2**) et les usines de fabrication des batteries pour voitures. En effet, les gaz rejetés par les cimenteries dans l'atmosphère lors de la cuisson du clinker [13] et la propagation dans l'air du SO_2 due à la dissolution de l'acide sulfurique lors de la fabrication des batteries des voitures [78] causent la corrosion des matériaux ferreux et la détérioration des bétons à long terme dans toutes les zones avoisinantes.



Figure III-1 : Quelques échantillons de roches gypseuses existantes dans les sols

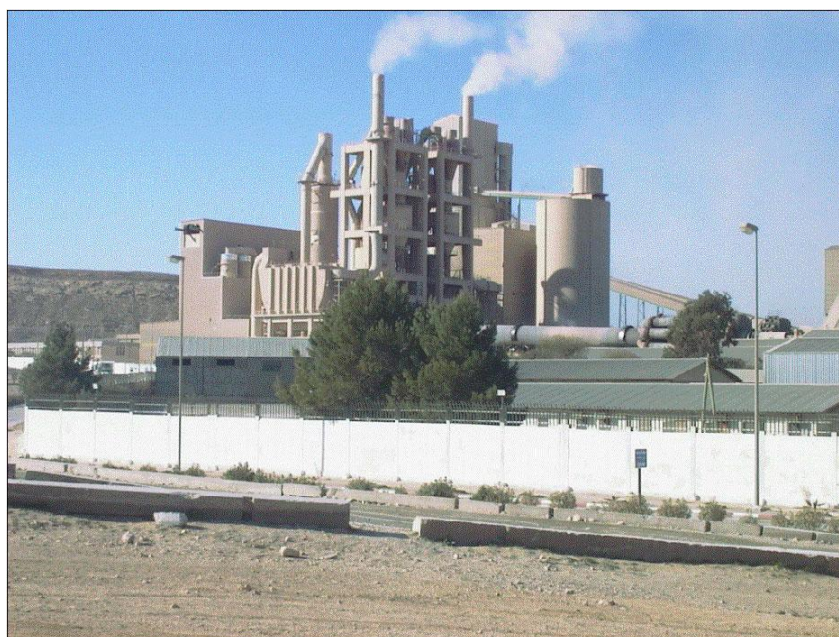


Figure III-2 : Origine de la pollution de l'atmosphère, exemple d'une cimenterie

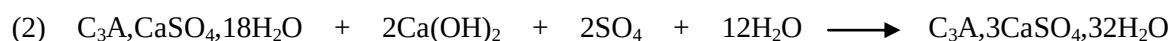
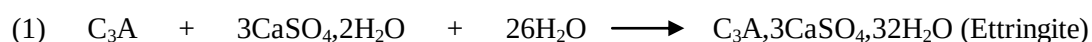
III.2 Objectif de l'étude

L'objectif de cette étude est double, elle vise à proposer des formulations de BAP durables vis-à-vis de l'attaque sulfatique externe et de proposer des protocoles d'accélération fiables vis-à-vis de cette pathologie. Pour cela nous avons simulé une pollution provenant des sols et de l'air. En effet, avec un apport suffisant sous forme liquide ou gazeuse, les sulfates peuvent réagir avec certaines phases hydratées du béton (notamment la portlandite et le mono-sulfo-aluminate de calcium), pour produire du gypse ou de l'ettringite secondaire.

Pour les bétons comme nous l'avons rappelé au chapitre I, on peut différencier trois types d'ettringite de composition minérale pourtant égale mais dont les effets sont différents :

- L'ettringite primaire qui se forme dans les premiers moments de l'hydratation du ciment lorsque la pâte est fluide, par réaction du gypse avec le C_3A , Cette ettringite n'est pas nuisible pour le béton.
- L'ettringite dite différée ou DEF qui correspond à une attaque sulfatique interne pour laquelle la source des ions sulfates provient de la déstabilisation préalable d'une grande quantité d'ettringite.
- L'ettringite dite secondaire se forme une fois que la prise du ciment est réalisée, entraînant des désordres macroscopiques irréversibles (gonflement, fissurations, ruine du matériau,...). Cette ettringite qui correspond à une attaque sulfatique externe se forme si l'environnement autour du béton présente des sulfates et de l'eau.

L'ettringite secondaire peut se former soit à partir de l'aluminate tricalcique C_3A (1) présent dans la composition du clinker, soit du mono-sulfo-aluminate de calcium hydraté (2). Le mono-sulfo-aluminate est un constituant de la pâte de ciment durci obtenu après l'hydratation du ciment.



III.2.1 Les échantillons étudiés

Nous avons effectué notre étude sur des bétons autoplaçants (BAP) et sur leurs mortiers équivalents. Les BAP ont été confectionnés avec des matériaux granulaires concassés et non pas roulés, généralement utilisés pour ce type de béton pour des raisons de mise en place et de compacité. Ce choix est dû à l'abondance des granulats concassés en Algérie et l'assèchement des rivières dû à la sécheresse que subit le pays depuis plusieurs années.

Nous avons utilisé deux types de ciments (CPJ CEM II/A 42,5 et le CPA CEM I 42,5) et deux rapports E/C différents (0,49 et 0,59), et nous avons pu obtenir 4 types de bétons autoplaçants avec succès dans le chapitre II et dont les compositions et les résistances mécaniques à 7 et à 28 jours (**Figure III-3**) sont données par le **Tableau III-1**.



Figure III-3 : Presse des éprouvettes 11x22cm de l'Ecole Polytechnique d'Orléans

De même, les mortiers équivalents ont été confectionnés, leurs compositions et leurs performances mécaniques à la flexion et à la compression à 7 et à 28 jours (la Figure III-4 et la **Figure III-5**) sont données par le **Tableau III-2**.



Figure III-4 : Presse des éprouvettes de mortier de l'Ecole Polytechnique d'Orléans

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure III-5 : Appareil de mesure de la résistance à la flexion des mortiers

Tableau III-1 : Caractéristiques et performances mécaniques des différents BAP

BAP	BAP ₀₁ :CEMII/59	BAP ₀₂ :CEMI/59	BAP ₀₃ :CEMII/49	BAP ₀₄ :CEMI/49
Type de C	CPJ CEMII/A 42,5	CPA CEM I 42,5	CPJ CEMII/A 42,5	CPA CEM I 42,5
S _p	1,4%,C	1,1%,C	2,0%,C	1,6%,C
A _c	0,05%,C	0,05%,C	0%,C	0%,C
E/C	0,59	0,59	0,49	0,49
E/f	0,40	0,40	0,33	0,33
R _{c7j} (MPa)	15,63	24	23,25	32,75
R _{c28j} (MPa)	18,75	27,9	29,6	38

Tableau III-2 : Caractéristiques et performances mécaniques des différents mortiers

Mortiers	M ₀₁ : CEMII/59	M ₀₂ : CEMI/59	M ₀₃ : CEM II/49	M ₀₄ : CEM I/49
Type de C	CPJ CEM II/A 42,5	CPA CEM I 42,5	CPJ CEM II/A 42,5	CPA CEM I 42,5
S _p	1,4%,C	1,1%,C	2,0%,C	1,6%,C
A _c	0,05%,C	0,05%,C	0%,C	0%,C
E/C	0,59	0,59	0,49	0,49
E/f	0,40	0,40	0,33	0,33
R _{f7j} (MPa)	1,40	1,92	1,55	2,43
R _{f28j} (MPa)	1,72	2,45	2,01	2,68
R _{c7j} (MPa)	16,84	26	20,59	42,01
R _{c28j} (MPa)	21,44	28,32	26,51	49,06

Des éprouvettes cylindriques 11x22cm en béton (**Figure III-6**) et d'autres prismatiques 4x4x16cm en mortier (**Figure III-7**) ont été confectionnés et conservés dans l'eau dans un bac, à 20°C au laboratoire de l'Ecole (**Figure III-8**).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure III-6 : Confection des éprouvettes cylindriques en béton autoplaçant



Figure III-7 : Confection des éprouvettes prismatiques en mortier autoplaçant



Figure III-8 : Mode de conservation des éprouvettes

Après une période de maturation de 28 jours en immersion dans l'eau, une partie des cylindres de béton 11 x 22 cm a été sciée (**Figure III-9**) et carottée (**Figure III-10**) afin d'obtenir des mini-cylindres 4 x 8 cm (**Figure III-11**).

Vu que les matériaux proviennent d'Algérie et que leur transport de l'Algérie vers la France prend beaucoup de temps, par économie de matériaux nous avons opté pour l'utilisation des mini-cylindres 4

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

x 8 cm en béton au lieu des cylindres 11x22cm. Ainsi, les mini-cylindres nous permettent d'étudier la durabilité de nos bétons vis-à-vis de l'attaque sulfatique externe d'une manière complète.



Figure III-9 : Sciage des éprouvettes 11 x 22 cm de béton en éprouvettes 4 x 8 cm



Figure III-10 : Carotteuse du laboratoire du CRMD d'Orléans



Figure III-11 : Confection des mini-cylindres en béton

III.2.2 Les protocoles expérimentaux

Pour pouvoir observer et analyser le comportement de nos échantillons, quatre protocoles d'attaque sulfatique externe ont été appliqués. Cette étude, s'intègre dans une recherche dont l'objectif est de développer, en utilisant exclusivement des matériaux concassés, des formulations de BAP et BAN aux caractéristiques à l'état frais satisfaisantes, et durables. Le premier point de recherche qui consiste à formuler de tels bétons à l'aide de granulats concassés, majoritairement disponibles en Algérie a été atteint. L'environnement algérien est potentiellement propice au développement de l'attaque sulfatique externe, par exemple dans le cas de construction sur terrains gypseux très humides durant l'hiver. Ainsi, la notion de durabilité de ces bétons, qui fait l'objet de ce chapitre, est testée vis-à-vis de l'attaque sulfatique externe, selon quatre protocoles appliqués aux différents types de bétons et de mortiers.

III.2.2.1 L'immersion totale

Les éprouvettes en béton et en mortier sont immergées dans de l'eau distillée dosée à 5 % de $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (**Figure III-12**) renouvelée tous les 30 jours. Le choix d'une concentration de 5 % de $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ est basé sur la bibliographie [79, 80, 81].

Ce protocole est le plus fréquent dans la bibliographie, il simule le cas typique de l'attaque des bétons par les sulfates à travers la pollution des sols comme par exemple les sols gypseux [81].



Figure III-12 : Immersion des échantillons de l'eau dosée à 5 % de $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

III.2.2.2 L'immersion – séchage à 105°C

Ce protocole a été choisi pour accélérer le vieillissement des bétons causé par l'immersion complète, il est basé sur des cycles de séchage/immersion de 24 heures. Les éprouvettes sont immergées dans de l'eau dosée à 5 % de Na_2SO_4 , $10\text{H}_2\text{O}$ pendant 4 heures (saturation), puis séchées dans une étuve à 105°C pendant 20 heures. Ce protocole s'appuie sur des tests normalisés de vieillissement des pierres sous l'effet de la précipitation des sels [82].

III.2.2.3 L'immersion - séchage à 60°C

Il est identique au protocole précédent sauf qu'on sèche les éprouvettes à 60°C au lieu de 105°C. L'objectif reste d'accélérer l'effet d'une immersion complète (**Figure III-13**), sans rendre le test aussi sévère qu'un séchage à 105°C.

Le choix des deux températures est dû à :

- La première, qui est de 105°C a été choisie pour avoir le maximum d'effet d'accélération et ainsi avoir le vieillissement le plus rapide. Le seul inconvénient, c'est qu'il y ait un risque d'attaque sulfatique interne, d'où le choix d'une deuxième température plus faible [84, 85, 45, 46].
- Dans le cas d'une température de 60°C, la superposition de deux pathologies différentes (attaque sulfatique interne et externe) est impossible car aucun cas de formation différée de l'ettringite n'a été détecté pour des températures inférieures à 65°C [85, 45].



Figure III-13 : Etuves servant au séchage des éprouvettes à 60 et à 105°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Le cycle immersion/séchage à 60°C et à 105°C a été fixé après avoir immergé 5 éprouvettes 4 x 8 cm en béton jusqu'à saturation complète (**Figure III-14**) puis leur séchage à 60°C pour les trois premiers échantillons et à 105°C pour les deux derniers (**Figure III-15**).

Immersion dans l'eau des éprouvettes 4x8cm

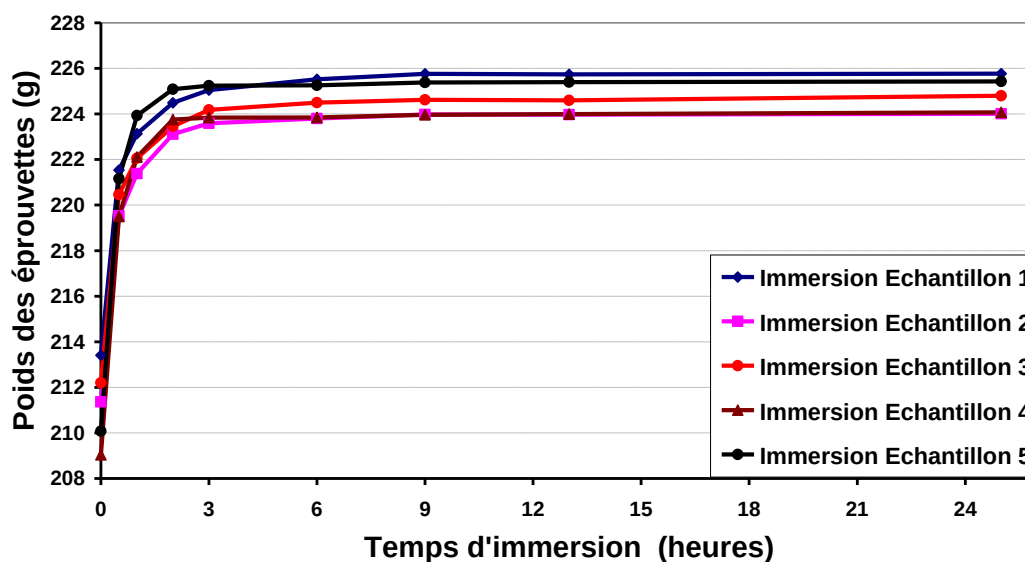


Figure III-14 : Immersion dans l'eau des échantillons 4x8cm en béton

Le temps de l'immersion a été fixé à 4 heures, temps suffisant pour la saturation complète des échantillons.

Séchage des éprouvettes 4x8cm

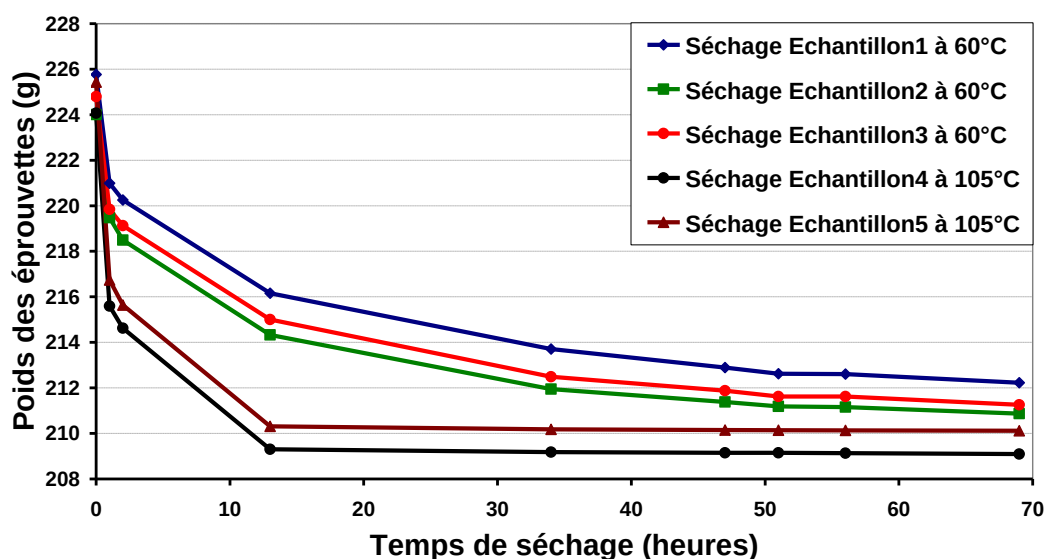


Figure III-15 : Séchage des échantillons 4 x 8 cm en béton

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

Le temps de séchage à été fixé à 20 heures, un compromis entre les cycles immersion/séchage à 60°C et à 105°C pour qu'un cycle soit d'une durée de 24 heures pour tous les échantillons, 4 heures d'immersion et 20 heures de séchage soit à 60°C soit à 105°C.

III.2.2.4 Le brouillard salin

Les échantillons sont exposés à un brouillard salin pour une température de 30°C. Nous avons utilisé pour cela une armoire à condensation de SO₂ (**Figure III-16**), dans laquelle nous injectons 1 % de gaz SO₂ sous atmosphère saturée en eau. L'armoire à condensation est purgée toutes les semaines en même temps que le renouvellement du gaz. La manipulation des échantillons est précédée d'une ventilation de l'enceinte pendant 16 heures et de la purge (**Figure III-17**) de l'eau pour éliminer toute trace de SO₂ pendant la manipulation des échantillons.



Figure III-16 : Armoire à condensation du SO₂

Le brouillard salin simule une accélération de la pollution atmosphérique par le SO₂, comme celle qui peut être générée dans certaines zones industrielles.



Figure III-17 : Dispositif de purge de l'armoire à condensation du SO₂

III.2.3 Etude macroscopique

Hebdomadairement, la masse (**Figure II-18**) ainsi que le temps de propagation du son à travers les éprouvettes (**Figure III-19**) sont relevés pour tous les types d'échantillons exposés aux quatre protocoles. S'y ajoutent des mesures d'allongement (**Figure III-20**) pour les éprouvettes de mortiers, ces dernières étant équipées de plots de retrait pour la mesure d'une éventuelle expansion.



Figure III-18 : Prise hebdomadaire des masses des échantillons



Figure III-19 : Prise hebdomadaire du temps de propagation du son



Figure III-20 : Prise hebdomadaire de l'allongement pour les mortiers munis de plots

III.2.4 Résultats et discussion

III.2.4.1 Résistances initiales et porosités

La Porosité [%] = $100, \text{Meau} / \text{Volume} = 100, (\text{Msaturée} - \text{Msèche}) / \text{Volume}$ et la résistance à la compression à 28 jours des éprouvettes cylindriques 11 x 22 cm des quatre types de béton sont données par le **Tableau III-3**.

Tableau III-3 : Valeurs des porosités et des résistances à 28j des quatre types de béton

Différents types de BAP	CEMII/59	CEMI/59	CEMII/49	CEMI/49
Porosité [%] $\pm 0,5$ %	13,8	12,0	10,5	8,7
R_{C28j} [MPa] ± 1 MPa	18,8	29,6	27,9	38

On remarque que les bétons les plus poreux sont les moins résistants, comme le montre **Figure III-21**. Alors que les deux ciments utilisés sont de la même classe (42,5), les résistances des bétons issus de ces deux ciments diffèrent pour un même rapport E/C. La différence de porosité permet d'expliquer en partie cette différence de résistance.

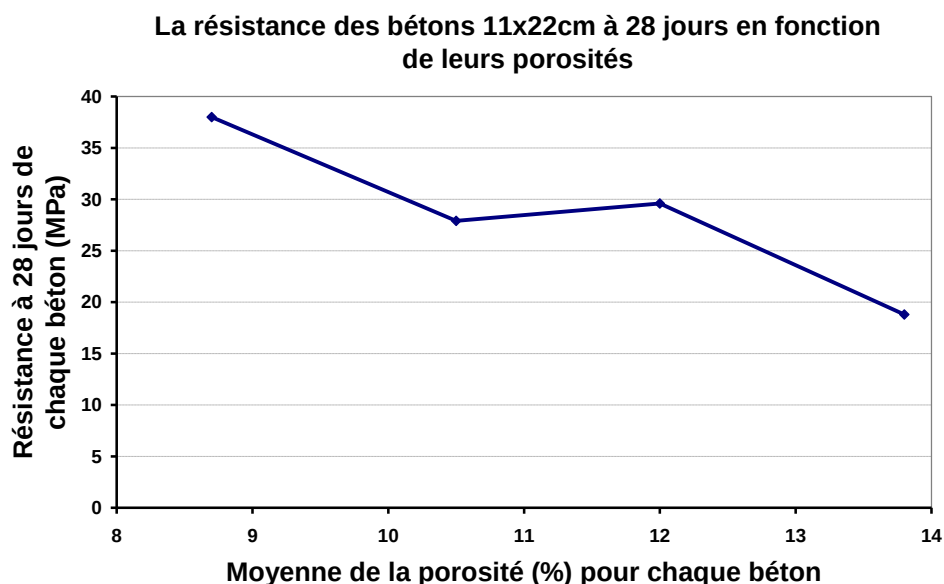


Figure III-21 : La résistance BAP en fonction de leurs porosités

III.2.4.2 Evolution de la masse, du module dynamique et de l'allongement dans le temps

III.2.4.2.1 Cas du protocole Brouillard Salin

Mises à part des taches jaunâtres dues au dépôt du SO_2 en surface des éprouvettes (**Figure III-22**), aucun indicateur macroscopique ne permet de détecter une activité sulfatique au sein des échantillons étudiés soumis au brouillard salin.



Figure III-22 : Mini-cylindres de béton et des mortiers soumis au brouillard salin

Pratiquement, tout le long de leur exposition au brouillard salin à 1 % de SO_2 pendant plus de six mois, les échantillons mini-cylindriques en béton et prismatiques en mortier n'ont pas été endommagés.

Pour les quatre types de mortier et de béton, la variation de la masse et celle du module dynamique sont insignifiantes au cours du temps comme le montrent les figures de III-23 à III-26. Aucun signe de gonflement, donc pas d'attaque sulfatique externe.

La formule reliant la vitesse au module dynamique est la suivante : $G = V^2 \cdot \rho$ où G = Module dynamique en N/m^2 , V = Vitesse en m/s et ρ = Masse volumique en kg/m^3 . Ce module dynamique va caractériser la raideur du matériau cimentaire et ainsi évaluer un éventuel endommagement si cette raideur diminue.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Variation de la masse des mc = f (temps) Brouillard Salin

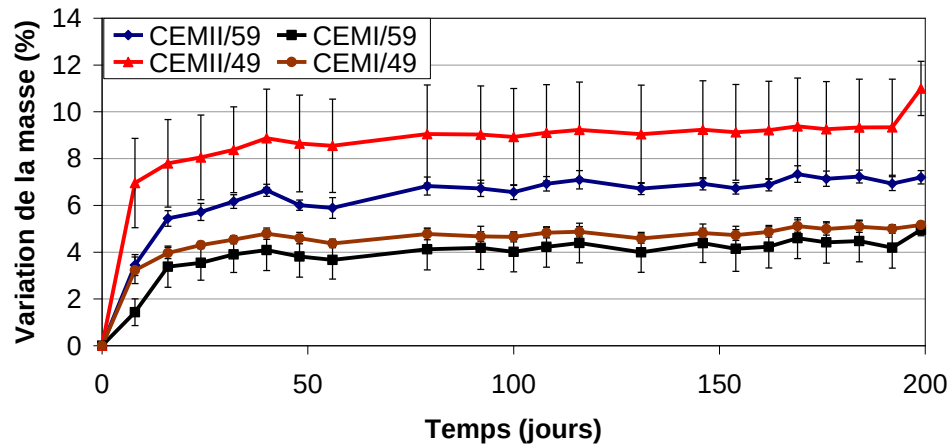


Figure III-23 : L'évolution de la masse des mini-cylindres en fonction du temps
Brouillard Salin

Module dynamique des mc = f(temps) Brouillard Salin

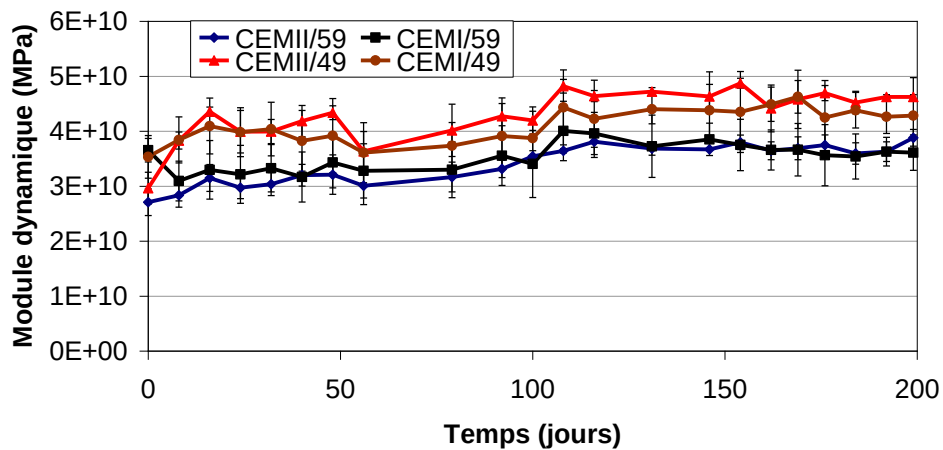


Figure III-24 : Evolution du module dynamique des mini-cylindres en fonction du temps
Brouillard salin

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

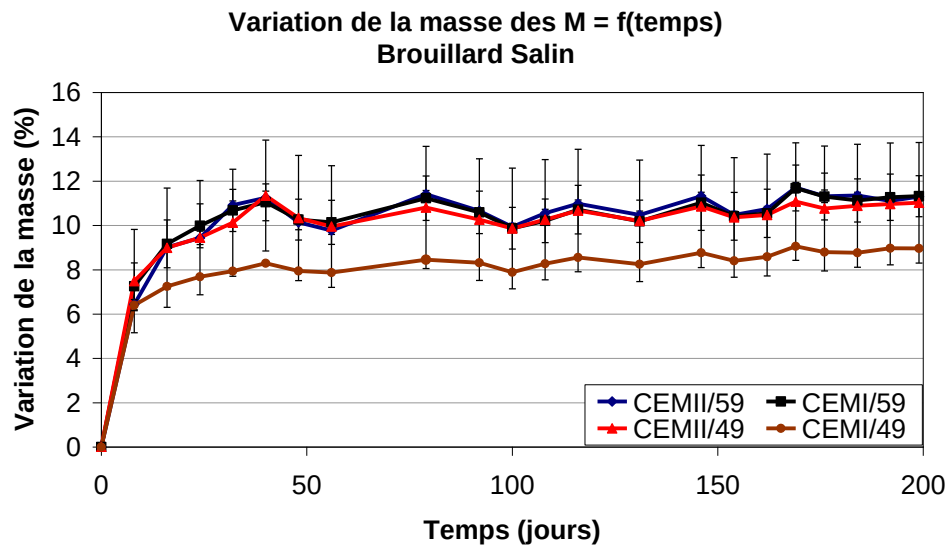


Figure III-25 : Evolution de la masse des mortiers en fonction du temps - Brouillard Salin

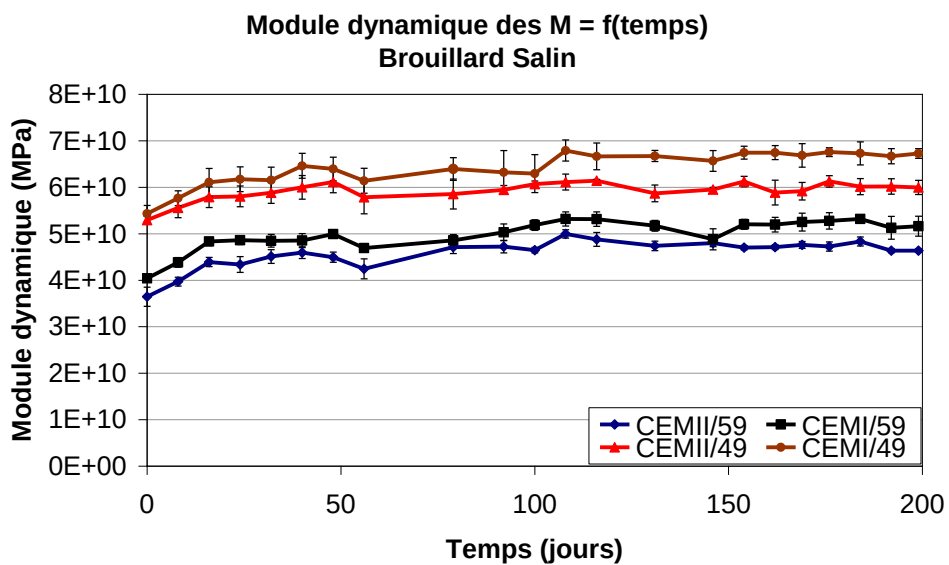


Figure III-26 : Evolution du module dynamique des mortiers en fonction du temps - Brouillard salin

Quant à l'allongement des éprouvettes prismatiques en mortier munies de plots, aucune variation significative n'a été remarquée (**Figure III-27**).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

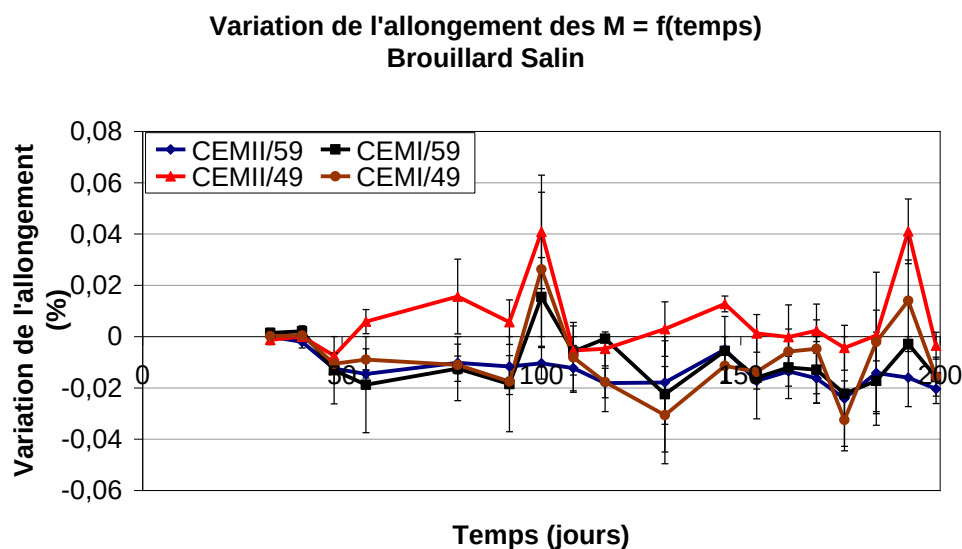


Figure III-27 : Variation de l'allongement des mortiers au cours du temps- Brouillard salin

On peut conclure que le protocole Brouillard Salin n'a pas généré d'attaque sulfatique externe. Les bétons ainsi que les mortiers sont restés sains malgré l'exposition à 1 % de gaz SO_2 qui est déjà une dose extrêmement élevée par rapport à la teneur en SO_2 qui peut être mesurée dans l'air, sachant que le SO_2 est en moyenne de l'ordre de 10 ppb dans l'air [86, 87, 88, 89].

III.2.4.2.2 Cas du protocole Immersion/Séchage à 105°C

Les échantillons en mortier issus du béton CEMII/59 ont commencé à s'endommager dès le deuxième mois, c'est un endommagement localisé à la surface, entraînant une perte de matière au niveau des arrêtes (**Figure III-28**) et ont atteint la ruine au bout du quatrième mois (**Figure III-29**).



Figure III-28 : Endommagement localisé des mortiers issus des bétons CEMII/59 - Immersion/séchage à 105°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure III-29 : Ruine totale des mortiers issus des bétons CEMII/59 - Immersion/séchage à 105°C

Dès six mois, le béton autoplaçant CEM I/59 a atteint à son tour la ruine (**Figure III-30**). Les deux bétons autoplaçants restants (le CEM II/49 et le CEMI/49) sont restés intacts (**Figure III-31**).



Figure III-30 : Ruine totale des mortiers issus des bétons CEMI/59- Immersion/séchage à 105°C



Figure III-31 : Echantillons de mortier issus des bétons CEMII/49 et CEMI/49 restés intacts face à l'immersion/séchage à 105°C

L'ensemble des échantillons mini-cylindriques du CEMII/59, a subi un endommagement très localisé à la surface, provoquant une perte de matière au niveau des arrêtes vives. Pour les échantillons des trois autres bétons, aucun endommagement n'a été remarqué (**Figure III-32**).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure III-32 : Echantillons mini-cylindriques en béton ayant subi l'immersion/séchage à 105°C

Le module dynamique, dont la diminution permet de diagnostiquer une éventuelle altération du cœur de l'échantillon, ne montre aucun endommagement des mortiers (**Figure III-33**) et des mini-cylindres (**Figure III-34**). La baisse du module dynamique mesurée sur les échantillons de CEM I/59 à partir de 130 jours provient de l'endommagement superficiel des échantillons visible sur les surfaces de contact avec les capteurs de mesure de la vitesse de propagation du son.

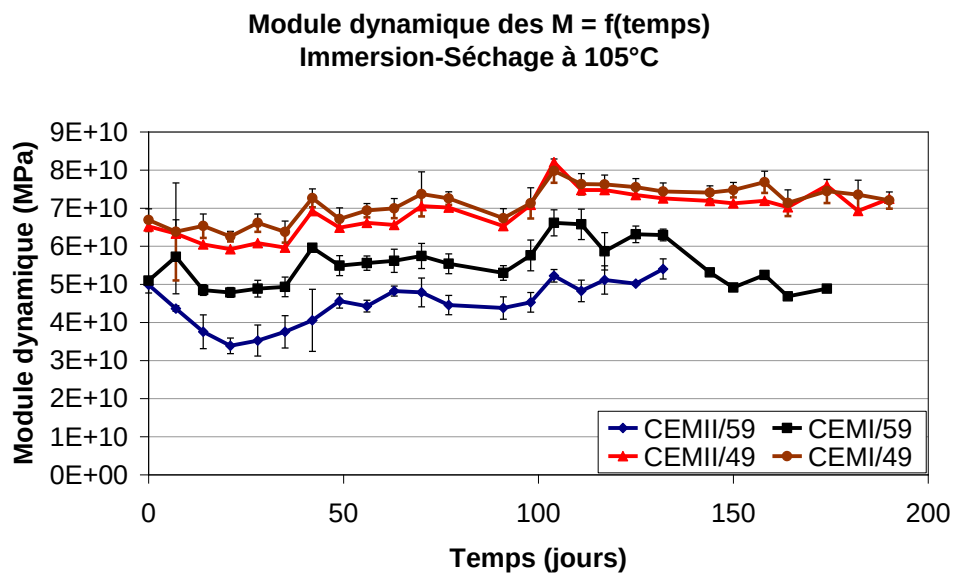


Figure III-33 : Variation du module dynamique des mortiers en fonction du temps - Immersion/séchage à 105°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

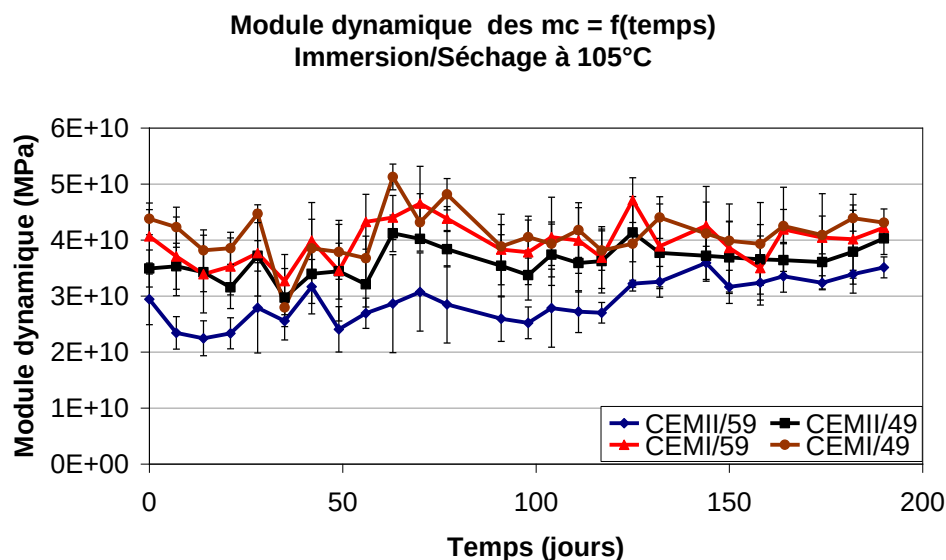


Figure III-34 : Variation du module dynamique des mini-cylindres en fonction du temps-Immersion/séchage à 105°C

Il n'y a pas non plus de gain de masse significatif associé à l'ouverture de fissures profondes pour l'ensemble des échantillons (la **Figure III-35** et la **Figure III-36**). Les pertes de masses ponctuelles mesurées pour le CEM II/59 à 1 mois et le I/59 à 5 mois correspondent à une chute de matière superficielle, localisée préférentiellement sur les arrêtes des prismes.

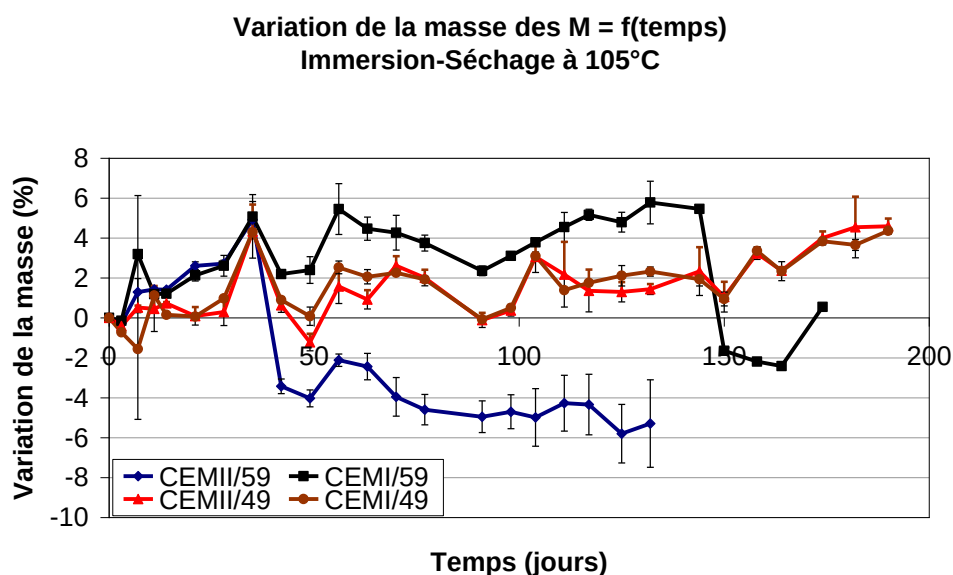


Figure III-35 : L'évolution de la masse des mortiers en fonction du temps - Immersion/séchage à 105°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Une modification dans le protocole de prise de mesure a induit ponctuellement une baisse artificielle de la masse dans la période comprise entre 110 et 140 jours (**Figure III-36**). Cette baisse de masse est attribuée à un léger séchage des échantillons avant la mesure.

Aucun allongement sensible des éprouvettes en mortier n'est remarqué sur la figure III-37.

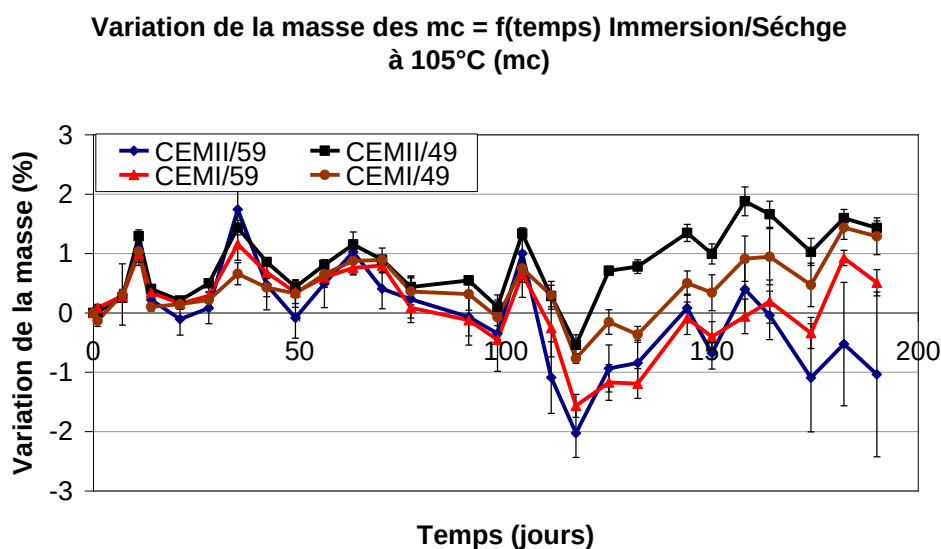


Figure III-36 : L'évolution de la masse des mini-cylindres en fonction du temps Immersion/séchage à 105°C

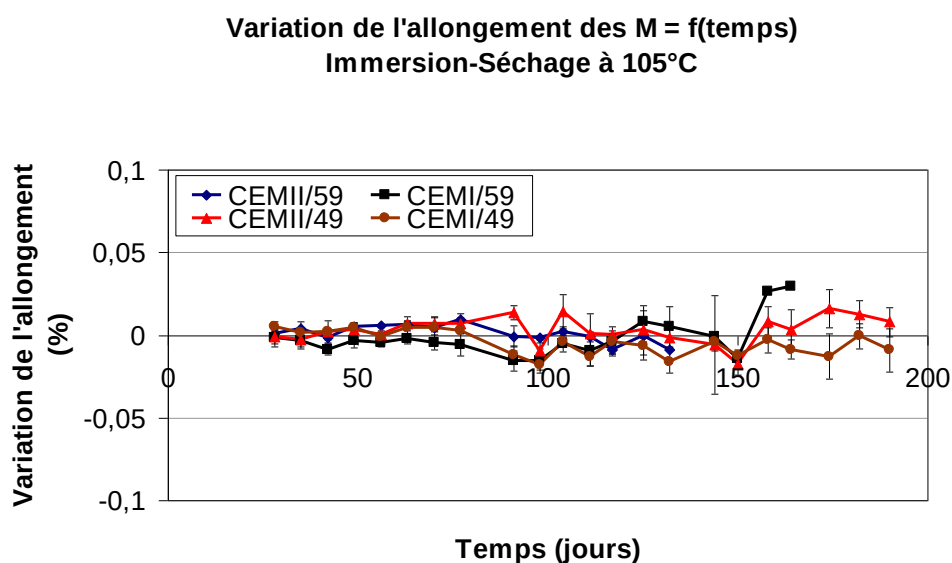


Figure III-37 : Variation de l'allongement des mortiers au cours du temps - Immersion/séchage à 105°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les pertes ponctuelles de matières localisées préférentiellement au niveau des arrêtes des échantillons traduisent un endommagement superficiel. De plus, le module dynamique, qui évalue les propriétés mécaniques à cœur de l'échantillon, n'évolue pas. Ainsi, les échantillons restent intacts à cœur. Aucun gonflement n'est mesuré, ni gain de masse significatif. Il ne peut donc s'agir d'une attaque sulfatique externe. Ces symptômes correspondent donc davantage à ceux d'une attaque par les sels, comme ce qui peut être diagnostiqué avec ce type de protocole, mais appliqué aux pierres [90]. Il reste à confirmer la nature du sel qui est à l'origine de la dégradation en réalisant des analyses à l'échelle microscopique.

III.2.4.2.3 Cas du protocole Immersion/Séchage à 60°C

En ce qui concerne les échantillons de béton CEM II/59, il est possible de mesurer simultanément un gain de masse et une perte de module dynamique sur la période de 2 semaines à 2 mois (**Figure III-39** et **Figure III-40**). De plus, la **Figure III-38** montre une fissuration importante visible à la surface, avec des fissures principalement situées aux interfaces pâte / granulats. A défaut de mesure d'expansion, tous les symptômes d'une attaque sulfatique sont présents.

Un phénomène approchant peut aussi être diagnostiqué pour le béton CEM I/59, dans la période débutant à 3 mois. Le gain de masse est cependant plus lent et le module dynamique diminue légèrement. Les symptômes sont donc nettement moins prononcés que pour le béton CEM II/59. Les mesures tendent tout de même à conclure que le béton CEM I/59 subit aussi une attaque sulfatique, mais de moindre importance.

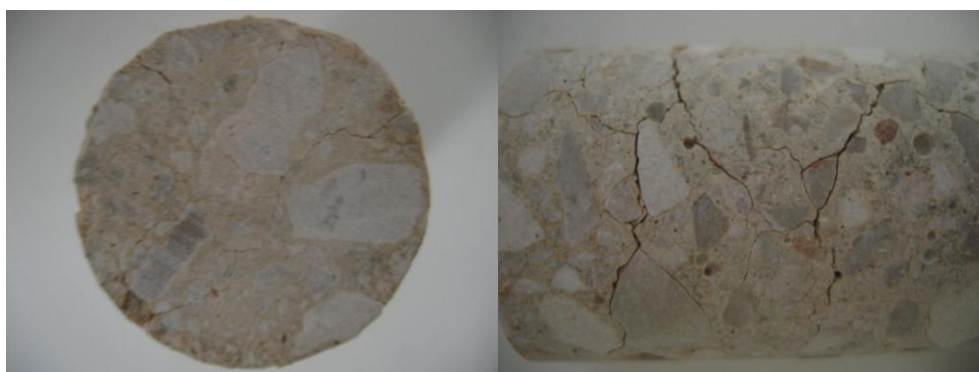


Figure III-38 : Endommagement des mini-cylindres en CEM II/59 - Immersion/séchage à 60°C à 2 mois

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

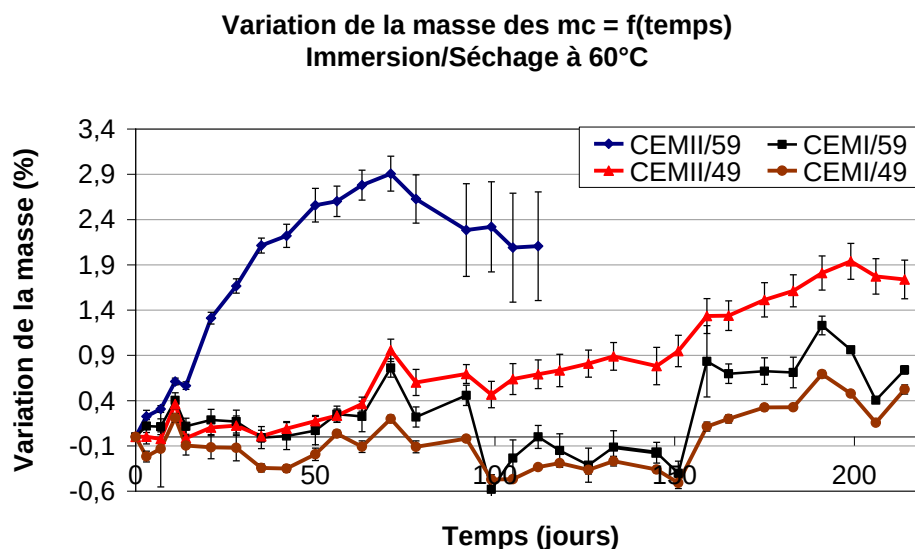


Figure III-39 : L'évolution de la masse des mini-cylindres en fonction du temps - Immersion/séchage à 60°C

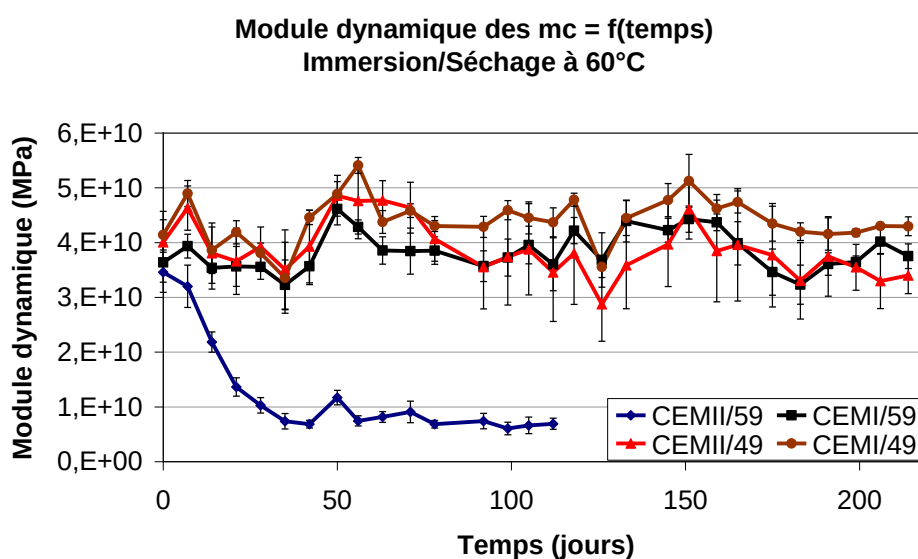


Figure III-40 : Variation du module dynamique des mini-cylindres en fonction du temps
Immersion/séchage à 60°C

Concernant les mortiers, aucun signe macroscopique d'endommagement n'a été détecté sauf pour les bétons CEM I/59 et CEM I/49, dont l'endommagement s'est manifesté par l'apparition de fissurations sur surfaces supérieures et inférieures (dans le sens du bas vers le haut) après 6 mois d'exposition aux cycles immersion/séchage à 60°C (**Figure III-41**). Cette fissure est localisée dans la zone qui subit le séchage le plus violent, ce qui tend à démontrer qu'il s'agit d'un effet du séchage.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure III-41 : Endommagement des mortiers en CEM I/59 - Immersion/séchage à 60°C à 6 mois

La variation de masse et du module dynamique ainsi que l'évolution de l'allongement en fonction du temps des mortiers (**Figure III-42**, **Figure III-43** et **Figure III-44**) nous permettent d'affirmer que les échantillons exposés à l'immersion/séchage à 60°C n'ont pas subi d'attaque sulfatique, du moins jusqu'au terme des relevés, c'est-à-dire 7.

Il est possible de remarquer que les bétons ayant le module dynamique le plus élevé sont ceux dont le rapport E/C est le plus faible, à savoir, les bétons CEM I/49 et CEM II/49. Les deux restant, ont le module dynamique le plus faible, particulièrement le béton CEM II/59.

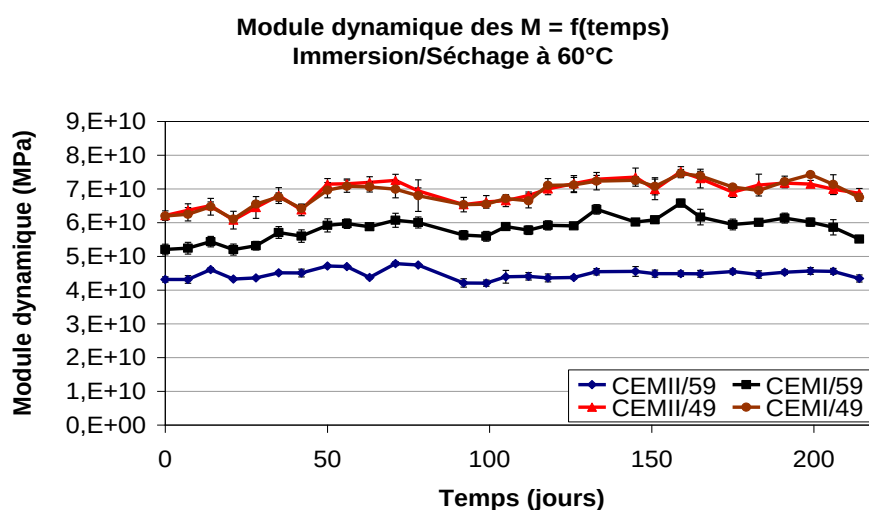


Figure III-42 : Variation du module dynamique des mortiers en fonction du temps - Immersion/séchage à 60°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

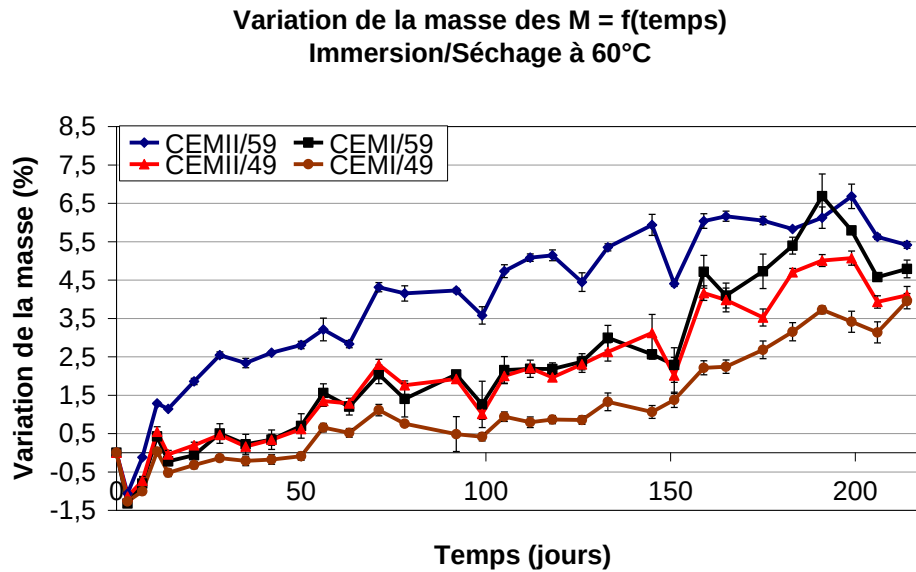


Figure III-43 : L'évolution de la masse des mortiers en fonction du temps - Immersion/séchage à 60°C

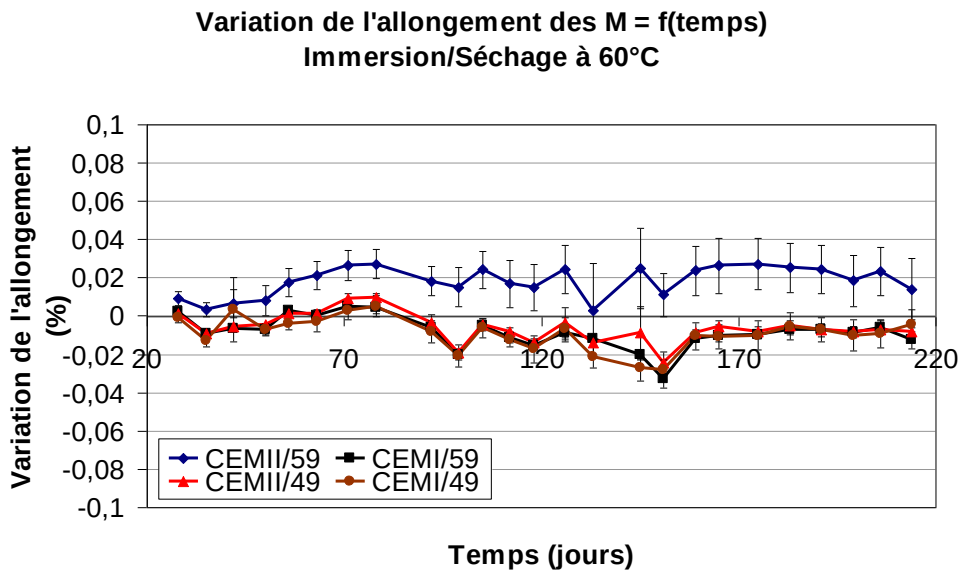


Figure III-44 : Variation de l'allongement des mortiers au cours du temps - Immersion/séchage à 60°C

III.2.4.2.4 Cas du protocole immersion complète

Les cylindres 11x22 cm soumis à l'immersion complète ne présentent aucun signe d'altération jusqu'au 5^{ème} mois. Dés le 6^{ème} mois les éprouvettes issues des bétons CEM II/59 et CEM II/49 ont subi d'importantes fissurations sur les arrêtes circulaires, Pour ce même ciment CEM II/A 42,5, la

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Figure III-45 et la **Figure III-46** montrent que les fissurations du béton CEM II/59 (E/C = 0,59) sont plus prononcées par rapport à celles du béton CEM II/49 (E/C = 0,49).

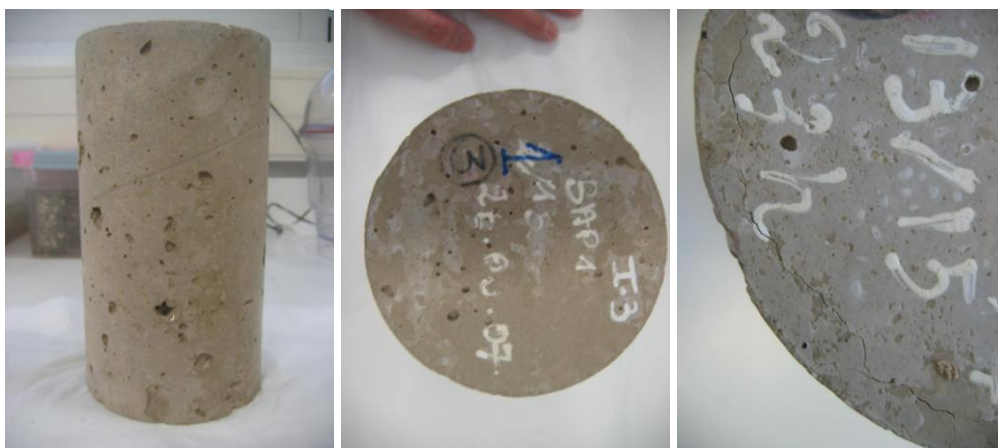


Figure III-45 : Fissuration des éprouvettes 11x22 cm en béton CEM II/59 après 5 mois d'immersion complète

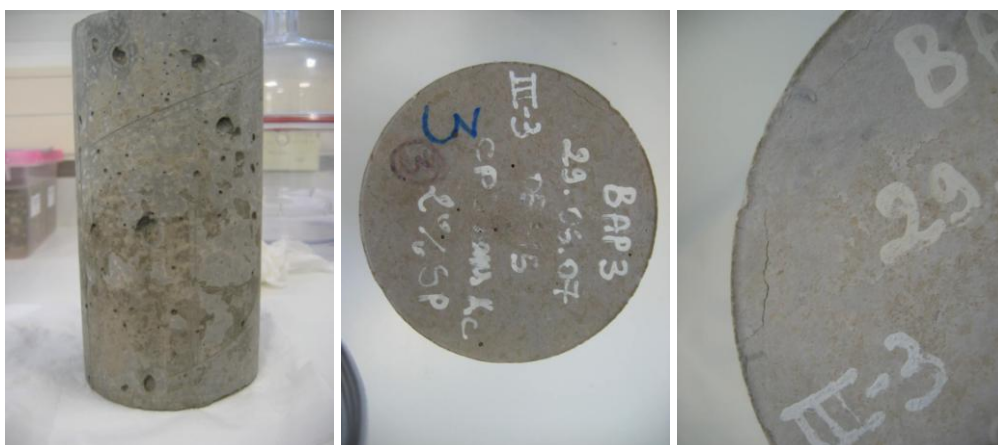


Figure III-46 : Fissuration des éprouvettes 11x22 cm en béton CEM II/49 après 5 mois d'immersion complète

Les éprouvettes 11x22 cm des deux autres bétons fabriqués à partir du ciment CEM I 42,5 PM-ES sont restées intactes peu importe le rapport E/C, aucune fissuration n'a été remarquée (**Figure III-47**).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure III-47 : Etat intact des éprouvettes 11x22 cm en CEM I/59 et en CEM I/49 après 6 mois d'immersion complète

D'après la **Figure III-48**, il existe une prise de masse importante pour les éprouvettes 11x22 cm du béton CEM II/59 et une prise de masse très légère mais tout de même significative pour les éprouvettes du béton CEM II/49. Ce gain de masse est simultané avec une diminution du module dynamique détectable à partir du 5ème mois, comme l'indique la **Figure III-49**.

Aucun signe macroscopique d'endommagement n'a été détecté sur les éprouvettes des bétons CEM I/59 et CEM I/49.

Variation de la masse des C = f (temps) Immersion Complète

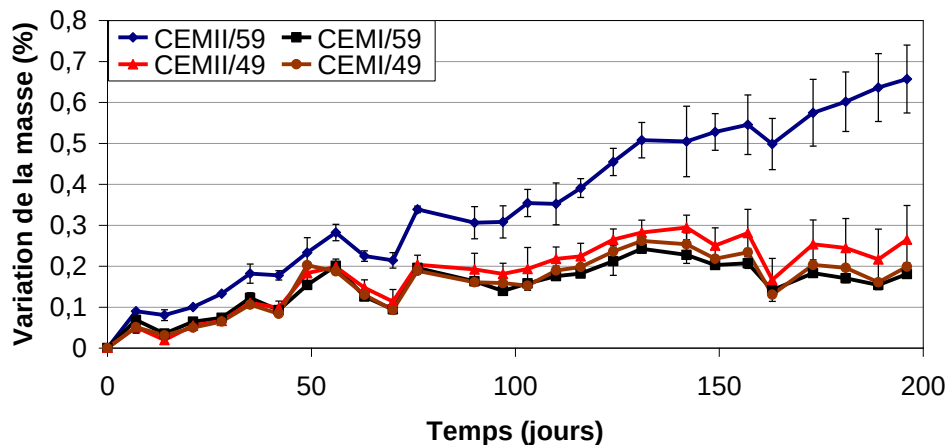


Figure III-48 : L'évolution de la masse des cylindres 11x22 cm en fonction du temps - Immersion complète

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

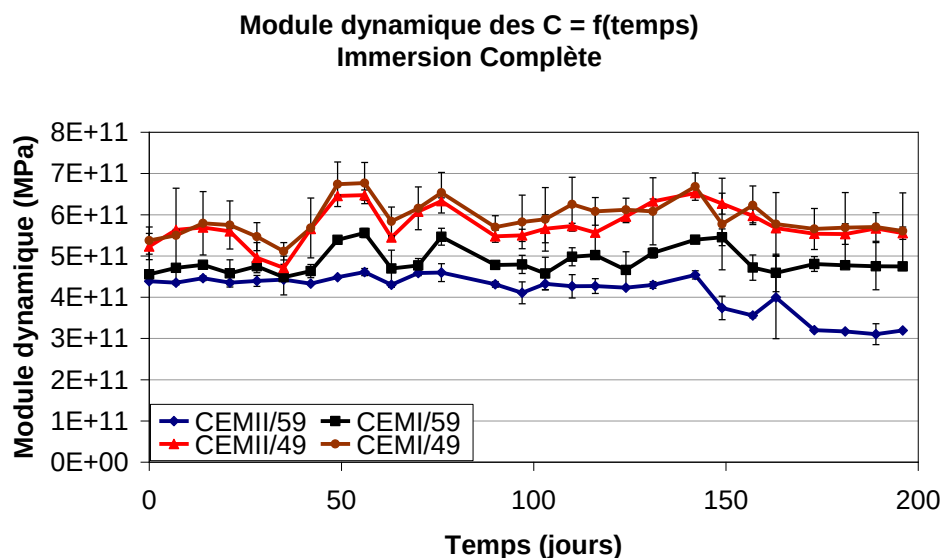


Figure III-49 : Variation du module dynamique des cylindres 11x22 cm en fonction du temps - Immersion complète

La **Figure III-50** et la **Figure III-51** montrent les conséquences macroscopiques de l'immersion complète sur les mini-cylindres des bétons CEM II/59 et CEM I/49. Les photographies des échantillons du béton CEM II/59 révèlent dès le troisième mois, un faïençage de surface correspondant à une fissuration importante des interfaces pâte/granulat, ainsi qu'un gonflement plus prononcé localisé au niveau des extrémités des échantillons, zone la plus exposée à la solution de Na_2SO_4 , $10\text{H}_2\text{O}$. Tandis que les photographies des mini-cylindres issus du béton CEM II/49 montrent qu'ils se sont fissurés au même moment mais d'une manière moins prononcée, leurs fissurations se sont localisées principalement sur leurs arrêtes. Leur état a atteint le même stade que celui des précédents à partir du cinquième mois.



Figure III-50 : Ruine des mini-cylindres en CEMII/59 - Immersion complète à 3 mois jours

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure III-51 : Endommagement des mini-cylindres en CEMII/49 - Immersion complète à 3 mois jours

La variation de masse et l'évolution du module dynamique des mini-cylindres exposés à l'immersion complète sont présentées par la **Figure III-52** et la **Figure III-53**.

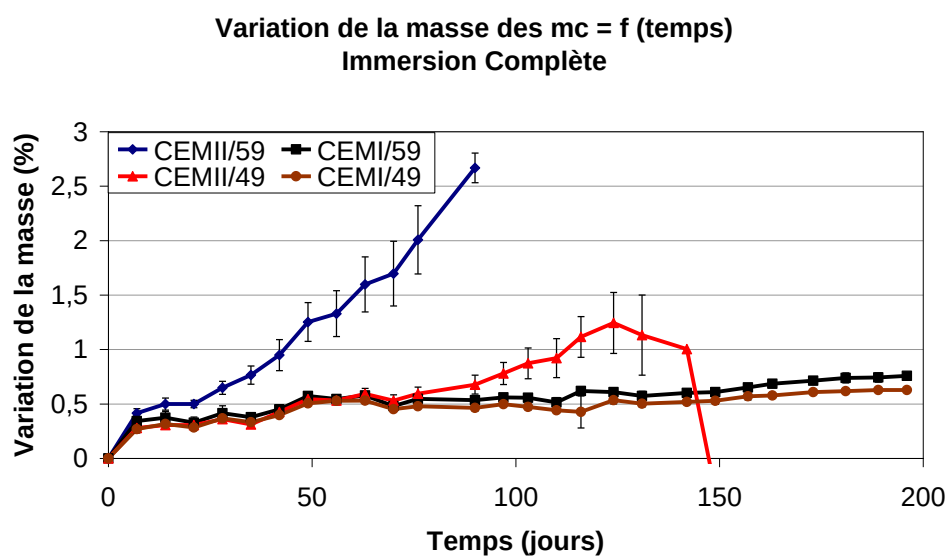


Figure III-52 : L'évolution de la masse des mini-cylindres en fonction du temps - Immersion complète

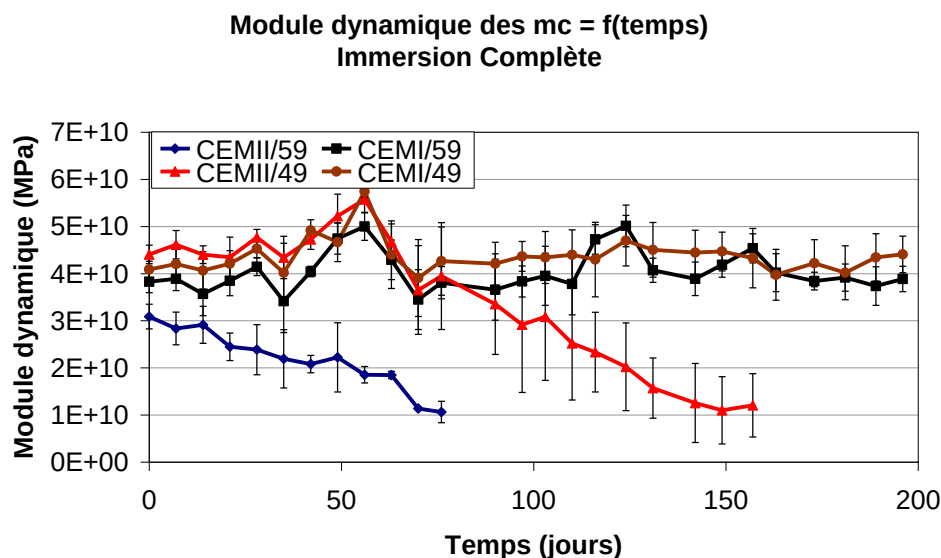


Figure III-53 : Variation du module dynamique des mini-cylindres en fonction du temps - Immersion complète

Dans le cas de l'immersion complète, les échantillons CEM II/59 et CEM II/49 se sont endommagés jusqu'à la ruine, tandis que les échantillons CEM I/59 et CEM I/49 sont restés intacts. Pour les deux premiers types de béton, on remarque une diminution importante du module dynamique accompagnée par une augmentation significative de la masse ainsi qu'un gonflement visible des parties les plus exposées des échantillons. La diminution du module dynamique ainsi que le gonflement localisé sont cohérents avec un phénomène d'endommagement par fissuration importante. Le gain de masse peut provenir de l'eau qui remplit les fissures, mais aussi d'une masse d'eau utilisée pour précipiter une phase hydratée telle que l'ettringite. Ces symptômes concordent parfaitement avec un cas de réaction de gonflement interne [45]. Du fait que les granulats utilisés sont exclusivement calcaires, il ne peut s'agir d'une réaction alcali-silice. Il s'agit donc inévitablement d'une réaction sulfatique externe.

Concernant les mortiers, les échantillons qui ont été endommagés par l'immersion complète sont aussi ceux issus des deux bétons CEM II/59 et CEM II/49 comme le montrent la **Figure III-54** et la **Figure III-55**. Leur endommagement n'a pas été aussi rapide que pour les cylindres, il a été constaté à partir du quatrième mois pour les échantillons du béton CEM II/59 et à partir du cinquième mois pour les échantillons du béton CEM I/49.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure III-54 : Endommagement des mortiers en CEMII/59 au quatrième mois - Immersion complète



Figure III-55 : Endommagement des mortiers en CEMII/49 au cinquième mois - Immersion complète

Les variations de la masse, du module dynamique et de l'allongement en fonctions du temps (**Figure III-56**, **Figure III-57** et **Figure III-58**) confirment qu'il existe un gain de masse, une diminution du module dynamique et un accroissement de l'allongement pour les deux bétons fabriqués à partir du CEM II/A 42,5 et plus particulièrement pour celui de rapport E/C le plus élevé (i.e. CEM II/59).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

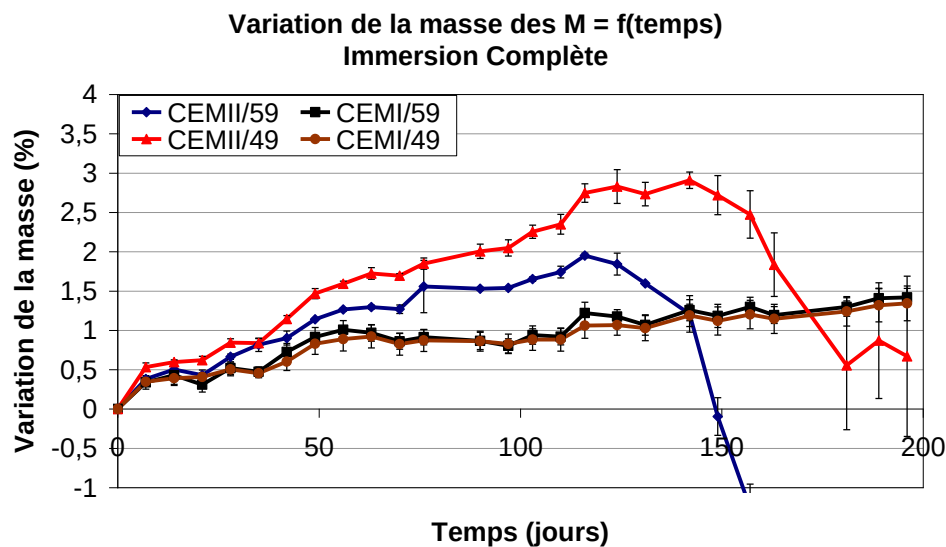


Figure III-56 : L'évolution de la masse des mortiers en fonction du temps - Immersion complète

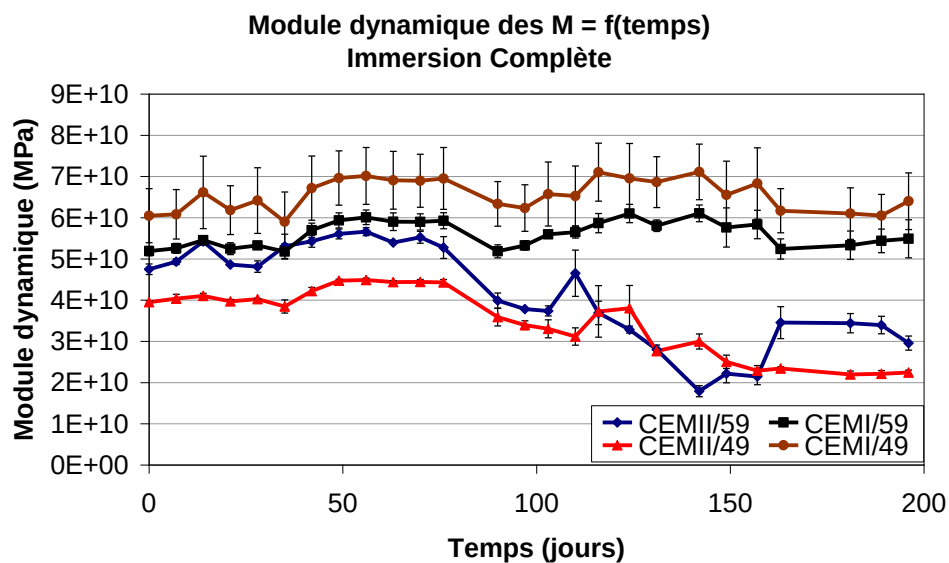


Figure III-57 : Variation du module dynamique des mortiers en fonction du temps - Immersion complète

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

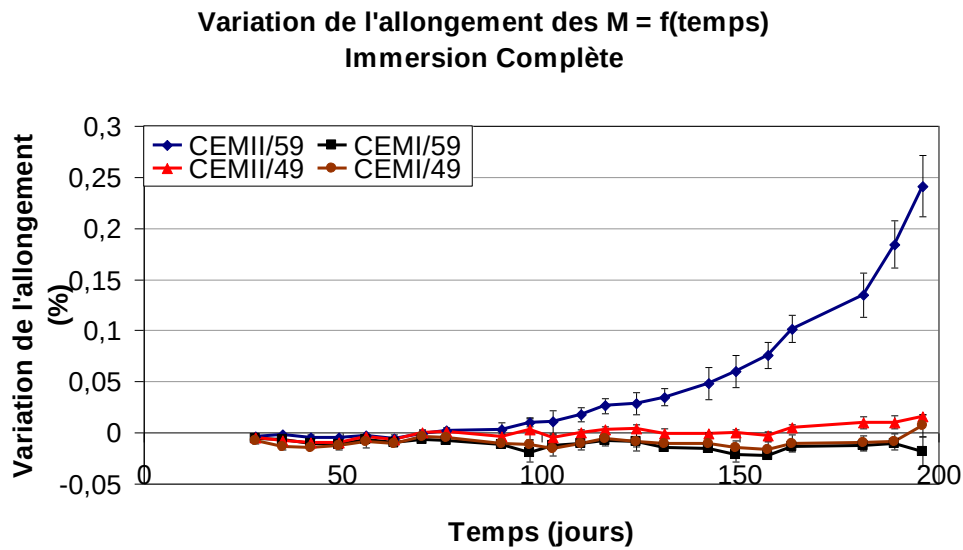


Figure III-58 : Variation de l'allongement des mortiers au cours du temps- Immersion complète

Pour les mortiers en CEM I/59 et en CEM I/49, aucune dégradation n'a été remarquée, ils sont restés sains jusqu'à la fin du protocole immersion complète comme le montrent la **Figure III-59** et la **Figure III-60**.



Figure III-59 : Mortiers en CEM I/59 à la fin du protocole Immersion complète

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants



Figure III-60 : Mortiers en CEM I/49 à la fin du protocole Immersion complète

Les principaux symptômes macroscopiques de l'attaque sulfatique externe sont les suivants : gonflement de l'échantillon, prise de masse et fissuration affectant les caractéristiques mécaniques du matériau. A ce jour, les seuls bétons qui révèlent sans équivoque ces symptômes sont les bétons et des mortiers confectionnés à partir du CEM II/59 et du CEM II/49 pour l'immersion complète et des bétons confectionnés à partir du CEM II/59 pour l'immersion / séchage à 60°C.

Tous ces échantillons présentent un gonflement localisé aux extrémités de l'ordre de 10 % mesuré sur le diamètre et une fissuration importante pour les mini-cylindres et l'allongement pour les mortiers en immersion complète.

Concernant le CEM I/59 et le CEM I/49, les échantillons ne présentent aucun signe d'altération.

III.2.4.3 Comparaison des comportements : béton sain / endommagé

Des tests de compression simple ont été réalisés sur les mini-cylindres (Figure III-61). Deux exemples de courbes de comportement contrainte / déformation sont représentés par la **Figure III-62**, pour le béton CEM II/59 : avant et après exposition à l'immersion / séchage à 60°C pendant 30 jours. Cette figure montre à quel point l'endommagement généré par l'attaque sulfatique externe affecte à la fois la résistance et le module d'Young. Il devient aussi possible de constater que l'allongement à la rupture augmente lorsque le béton est endommagé, tandis que sa résistance et son module d'Young diminuent. Ces modifications peuvent être attribuées à l'ouverture de fissures, qui tendent à se refermer durant un essai de compression.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

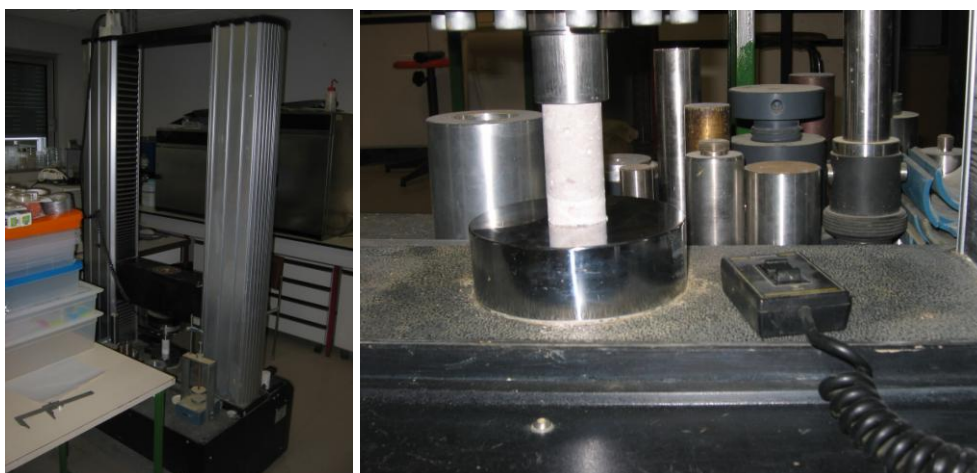


Figure III-61 : Appareil de mesure de la compression des mini-cylindres – CRMD d'Orléans

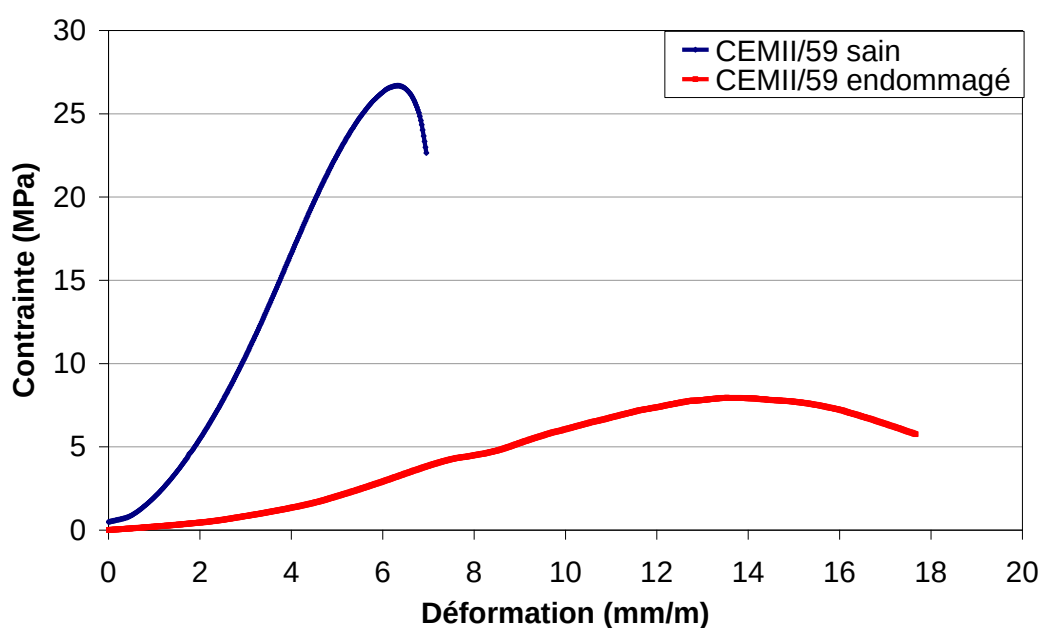


Figure III-62 : Conséquence de l'attaque sulfatique externe sur le comportement d'un béton sain

III.2.4.4 Corrélation entre l'immersion complète et l'immersion/séchage à 60°C

Il ne semble pas a priori exister une corrélation entre les essais en immersion / séchage à 60°C et ceux en immersion complète, pour les bétons CEM II/49. En effet, ces bétons semblent ne pas s'endommager suite à leur exposition à l'immersion / séchage à 60°C, tandis qu'ils s'endommagent suite à leur exposition à l'immersion complète. La Figure III-63 permet d'affiner la comparaison des deux protocoles et de montrer qu'il existe bien un léger endommagement des bétons CEM II/49

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

exposé à l'immersion / séchage à 60°C uniquement sur la période 80-120 jours. La dispersion générale des mesures du module dynamique tend à rendre cet effet uniquement faiblement significatif. Par conséquent, il existe bien une corrélation entre ces deux protocoles mais à court terme mais, l'immersion séchage se montre beaucoup moins agressive à long terme. Comme le montrent les travaux de Pavoine [46], l'exposition à plusieurs cycles d'immersion / séchage peut accélérer l'effet d'une réaction sulfatique à court terme, tandis qu'une exposition prolongée peut avoir l'effet inverse. Une meilleure solution pourrait donc consister à réaliser un nombre de cycles d'immersion/séchage à 60°C restreint puis d'exposer les échantillons à une immersion complète. D'après la **Figure III-63**, la durée d'exposition aux cycles d'immersion / séchage doit être inférieure à 100 jours, puisqu'à cette date, il n'existe plus de différence significative entre les deux protocoles.

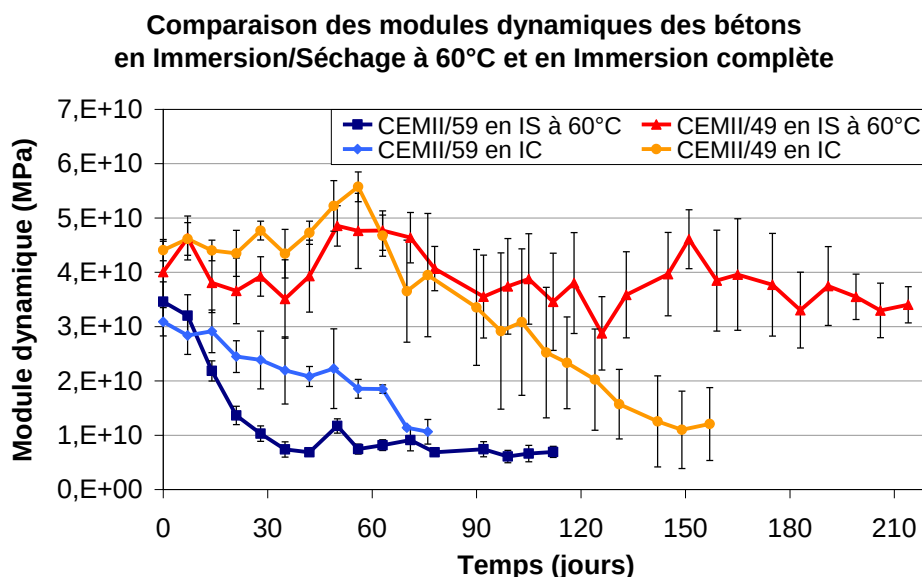


Figure III-63 : Comparaison des protocoles ; immersion/séchage à 60°C et immersion complète

III.2.4.5 Relation entre le module dynamique et la contrainte maximale à la compression

La **Figure III-64** montre qu'il est possible de relier les mesures du module dynamique aux mesures du module d'Young par une relation de type parabolique. Cette relation peut donc être utilisée pour évaluer le module d'Young de tous les bétons, à partir de la mesure du module dynamique, qui est beaucoup plus simple et rapide à réaliser.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Pour compléter cette relation, une très bonne corrélation existe entre le module d'Young et la résistance à la compression, comme le représente la **Figure III-65**. Il devient ainsi possible d'estimer avec une bonne précision l'évolution des principales caractéristiques mécaniques des bétons (résistance et module d'Young) au cours de leur exposition, à partir d'une mesure du module dynamique, qui est une méthode rapide et non destructive. La forme des corrélations entre module statique, module dynamique et résistance à la compression est parfaitement cohérente avec une étude réalisée sur des bétons atteints de réaction sulfatique interne [45].

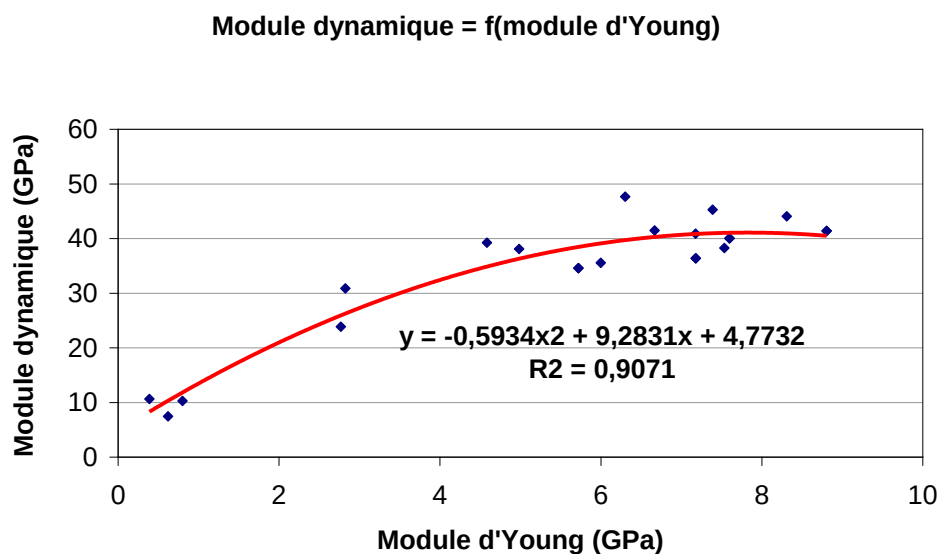


Figure III-64 : Variation du module d'Young en fonction du module dynamique

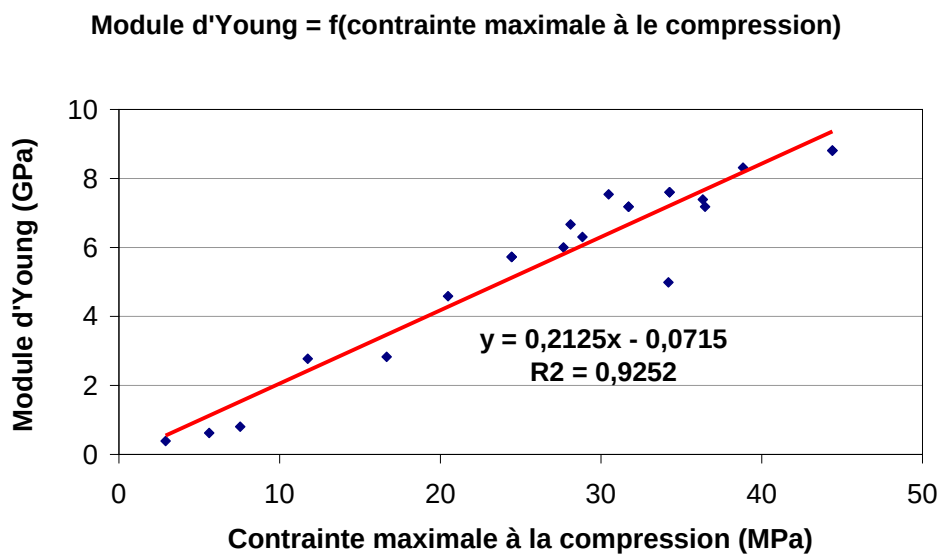


Figure III-65 : Variation du module d'Young en fonction de la Contrainte maximale

III.2.4.6 Evolutions des résistances selon le protocole utilisé

Cas des mortiers (**Figure III-66**) :

- Les résistances des mortiers issus des bétons fabriqués à partir de ciment CEM II/A42,5 (i.e. CEM II/59 et CEM II/49) exposés à l'immersion complète sont les seuls à avoir baissé au bout des six mois d'exposition. Cette baisse significative représente un endommagement important et donc une dégradation du béton. Les deux autres mortiers, qui utilisent un CEM I 42,5 PM-ES n'ont subi aucune dégradation visible après exposition à ce protocole.
- Les mortiers issus des bétons fabriqués avec un rapport E/C = 0,59 (i.e, CEM II/59 et CEM I/59) ayant subi l'immersion / séchage à 105°C se sont dégradé jusqu'à la ruine avant 6 mois. Les deux autres, de E/C = 0,49, ne montrent aucun signe de dégradation à 6 mois.
- Pour le protocole immersion / séchage à 60°C, toutes les résistances des quatre bétons ont augmenté malgré les fissurations superficielles remarquées sur les mortiers issus des bétons CEM I/59 et CEM I/49, Le cœur des éprouvettes est resté intact.
- Le brouillard salin à 1 % de SO₂, n'a eu aucun effet destructeur sur les différents mortiers. Les éprouvettes sont restées saines.

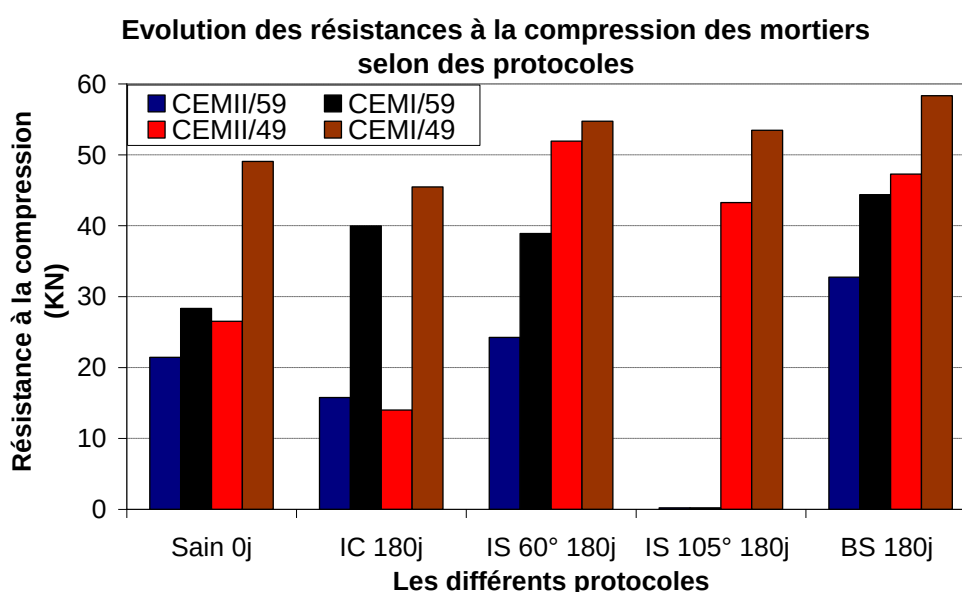


Figure III-66 : Evolution des résistances à la compression des mortiers selon le protocole utilisé

Cas des cylindres de béton 11x22 cm (**Figure III-67**) :

Parmi les éprouvettes cylindriques 11x22 cm qui ont été exposées à l'immersion complète, seuls les bétons CEM II/59 et CEM II/49 ont subi des fissurations et une perte de résistance particulièrement prononcées dans le cas du CEM II/59. L'immersion complète a provoqué une attaque sulfatique externe pour les bétons utilisant le CEM II/A 42,5 (CEM II/59 et CEM II/49). Les bétons utilisant le CEM I 42,5 PM-ES (CEM I/59 et CEM I/49) n'ont pas été affectés.

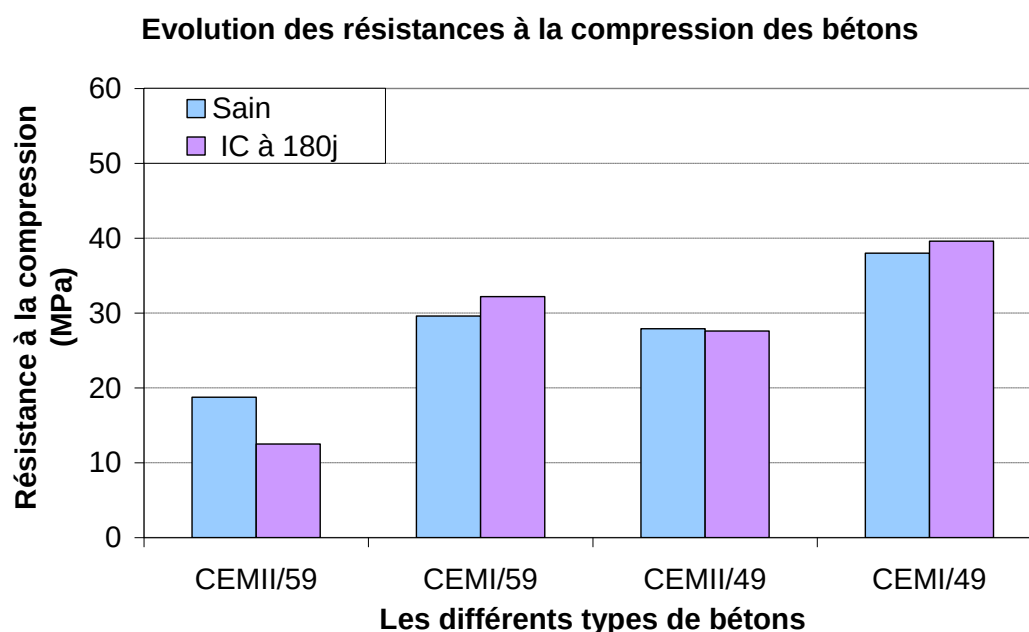


Figure III-67 : Evolution des résistances à la compression des cylindres 11x22 cm

III.3 Conclusion

Nous remarquons que les bétons les moins résistants aux différentes expositions sulfatées sont ceux à base de ciment CEM II/A 42,5, c'est-à-dire le CEM II/59 et le CEM II/49. Les bétons CEM I/59 et CEM I/49, qui sont à base de ciment CEM I 42,5 PM-ES résistent aux sulfates et se comportent sans signe d'altération face aux différentes ambiances étudiées.

La plus faible résistance aux sulfates est celle du béton CEM II/59 comparée à celle du béton CEM II/49, Ils sont à base du même ciment mais c'est la différence du rapport E/C qui modifie leur comportement. Celui de rapport E/C = 0,59 se dégrade plus vite et de manière plus importante que celui de rapport E/C = 0,49, c'est probablement, l'effet de la porosité.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Nous pouvons aussi affirmer que le brouillard salin n'est pas un protocole discriminant pour l'étude de la durabilité de nos bétons vis-à-vis à l'attaque sulfatique externe. Ainsi 1 % de gaz SO_2 , qui est déjà une quantité très élevée par rapport à une valeur réellement mesurée dans l'atmosphère, est peut être un trop faible pourcentage pour un protocole d'accélération d'une attaque sulfatique externe d'origine atmosphérique.

L'immersion séchage à 105°C teste plutôt la résistance à la précipitation des sels et non pas la réaction sulfatique externe de nos bétons. Ce protocole ne vise donc pas les objectifs de notre étude.

L'immersion complète et l'immersion / séchage à 60°C sont les deux protocoles qui ont endommagé au moins un béton par une attaque sulfatique externe. L'endommagement du béton CEM II/59 exposé à l'immersion / séchage à 60°C a été plus rapide que dans le cas de l'exposition à l'immersion complète. Par contre, l'endommagement a été plus prononcé dans le deuxième cas.

Donc l'immersion séchage à 60°C est le protocole qui nous a permis d'avoir la réponse la plus rapide, tout en étant globalement cohérent avec le test d'immersion complète. Ce protocole peut donc constituer à priori une alternative d'accélération du vieillissement par rapport à une simple immersion. Un protocole alternatif composé d'une phase d'immersion / séchage à 60°C ne dépassant pas 100 jours suivie d'une immersion complète pourrait représenter un bon compromis entre bonne accélération et importante dégradation.

Les mini-cylindres correspondent à la géométrie la plus sensible aux environnements étudiés. Par rapport aux échantillons cylindriques 11x22 cm et prismatiques, les mini-cylindres se sont toujours dégradés plus vite et de manière plus prononcée, ce ci est probablement dû à l'effet de l'échelle ainsi que de leur mise à nu lors du carottage.

Les mortiers ayant subi des dégradations causées par l'attaque sulfatique externe sont ceux utilisant le CEM II/A 42,5 (i.e, CEM II/59 et CEM II/49) et exposés à l'immersion complète. Dans tous les autres cas, aucune dégradation liée à une attaque sulfatique n'a été observée.

Une fissuration longitudinale longeant les bords des mortiers utilisant le CEM I 42,5 (i.e, CEM I/59 et CEM I/49) a été observée dans le cas de l'immersion / séchage à 60°C. L'absence de variation de masses, d'allongements, d'évolution du module dynamique au cours des six mois, tend à conclure que ce n'est pas une attaque sulfatique externe qui est responsable de cette fissuration.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Il est possible de constater que le module dynamique initial des mini-cylindres est plus faible que celui des mortiers ou des éprouvettes cylindriques de béton. Ceci pourrait être dû au carottage. Le fait que ces échantillons soient mécaniquement plus faibles peut être à l'origine de leur plus grande sensibilité aux sulfates. Cette hypothèse a déjà été invoquée dans le cas d'une attaque sulfatique d'origine interne [45].

Une autre différence provient du fait que les échantillons carottés n'ont pas d'épaisseur de peau de béton, contrairement aux cylindres de béton ou au mortier. Par conséquent, les interfaces pâte / granulats, qui sont la zone préférentielle de précipitation de l'ettringite, sont initialement à nue pour les mini-cylindres. Ceci pourrait contribuer à augmenter leur sensibilité aux sulfates.

Finalement, des corrélations établies entre la résistance et le module dynamique permettent d'évaluer les conséquences mécaniques d'une altération au cours du temps, d'une manière continue, rapide et non destructive.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

ETUDE MICROSCOPIQUE

Chapitre IV ETUDE MICROSCOPIQUE

L'étude macroscopique de nos échantillons nous a donné des informations très importantes sur l'évolution de la durabilité des différents bétons au cours du temps et suivant les différents protocoles à l'échelle macroscopique, mais une étude microscopique comme l'analyse au microscope électronique à balayage, la diffraction par rayons X, l'analyse thermo-gravimétrique, l'étude de la porosité totale à l'eau et l'étude de la porosité au mercure de nos échantillons s'avère nécessaire pour nous donner des informations complètes et plus pointues sur le comportement de nos bétons face à l'attaque sulfatique externe.

IV.1 Analyse du milieu poreux

IV.1.1 Porosité au mercure

L'analyse du milieu poreux a été approchée en premier par la porosimétrie au mercure. Cette technique est très couramment employée car elle permet de déterminer de manière assez simple la porosité et la distribution en taille des pores des matériaux poreux tels que les roches et les bétons. Le principe est d'injecter sous pression (jusqu'à 205 MPa) du mercure (fluide non mouillant) dans un matériau poreux dégazé (vide de 0,0035 MPa). Le volume de mercure injecté correspond au volume cumulé des pores accessibles au mercure à une pression donnée. La pression appliquée P est reliée au rayon d'accès aux pores r_c grâce à la loi de Laplace :

$$P = \frac{2\sigma \cos\theta}{r_c} \quad [\text{Eq.1}]$$

Où σ est la tension superficielle du mercure ($\sigma = 485,10^{-3} \text{ N/m}$ à 25°C) et θ l'angle de contact du ménisque solide/mercure ($\theta = 130^\circ > 90^\circ$ car le mercure est un fluide non mouillant). Par incrément de pression, on peut donc explorer les différentes classes de pores présents dans le matériau. En effet, en faisant une hypothèse sur la forme des pores, le volume de mercure injecté correspond à celui généré par des pores ayant un diamètre donné, et ainsi une distribution porale caractérisant le matériau est obtenue. L'exploitation des mesures d'intrusion du mercure repose sur un modèle de pores cylindriques. Ce modèle pour le calcul des rayons équivalents de pores n'est bien sûr pas totalement représentatif des matériaux naturels tels que les roches et les bétons mais il forme une représentation

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

conventionnelle de la structure poreuse. Le réseau poreux d'une roche ou d'un béton présente une géométrie complexe, et la porosimétrie au mercure, avec l'hypothèse simplifiée de pores cylindriques, donne donc une mesure du rayon d'accès au pore, qui n'est pas nécessairement égale au rayon du pore lui-même. C'est pourquoi cette technique n'est pas rigoureusement quantitative, mais elle est très utile pour la comparaison de différents matériaux [91,92].

De plus, la principale difficulté d'interprétation de la porosimétrie au mercure est l'effet "bouteille d'encre" qui a principalement pour résultat de surestimer les petits pores au détriment des plus grands [93, 94], La **Figure IV-1** explique ce phénomène : si pour arriver dans un pore de rayon R_2 , le mercure doit passer par un pore de rayon r inférieur à R_2 , la pression appliquée au mercure pour le remplissage du pore de rayon R_2 sera P_r et non P_{R_2} ($P_r > P_{R_2}$) et donc le volume du pore de rayon R_2 sera attribué au pore de rayon $r < R_2$. Le volume poreux envahi par le mercure à une pression donnée représente donc la fraction de l'espace poral, composée de pores de diamètres variables, uniquement accessibles par des étranglements de rayons donnés par la loi de Laplace.

Une autre limitation de cette technique est liée à la pression maximale d'injection. En effet, cette pression maximale définit, selon la loi de Laplace, le rayon minimal de pore que l'on peut observer. Cette pression peut s'avérer insuffisante dans le cas d'une roche renfermant une infraporosité. Et dans ce cas, la porosité totale du matériau, correspondant au volume maximal d'intrusion du mercure, sera sous-évaluée car une partie du volume poreux n'est alors pas accessible.

Théoriquement, les pores de diamètre d'accès compris entre 350 μm et 6 nm peuvent être mis en évidence avec l'appareillage utilisé : un Porosizer 9320 de Micromeritics.

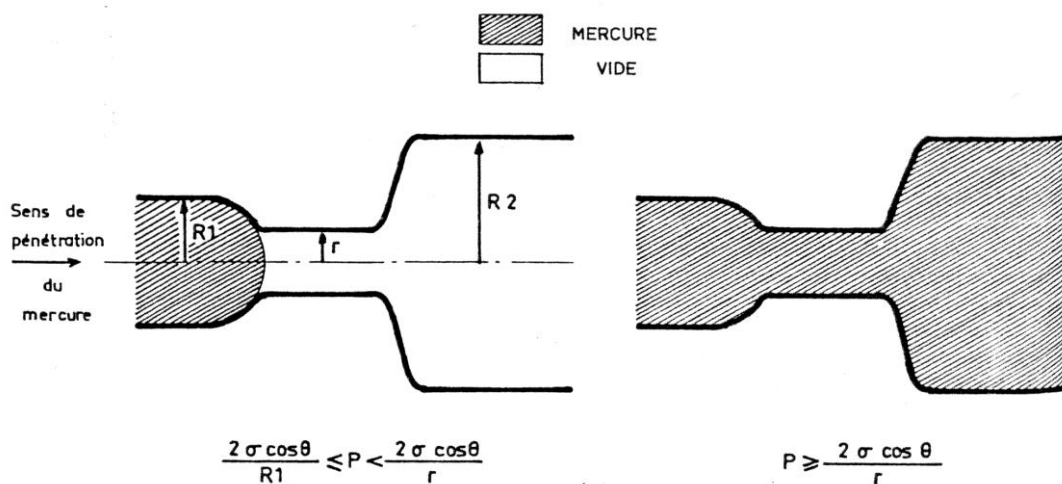


Figure IV-1 : Schéma explicatif de l'effet "bouteille d'encre" lors de l'injection du mercure [95]

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les courbes d'injection du mercure peuvent avoir diverses formes selon la structure porale de l'échantillon. Elles peuvent comporter, par exemple, plusieurs points d'inflexion témoignant d'un réseau poreux multimodal où plusieurs familles d'accès aux pores coexistent. L'étalement du spectre porosimétrique est mesuré par un coefficient de dispersion C_d , calculé à partir d'un rapport de pression d'injection [96, 97] :

$$C_d = \frac{P_{80} - P_{20}}{P_{50}} \quad [\text{Eq.2}]$$

Où P_{80} , P_{50} et P_{20} sont les pressions d'injection correspondant respectivement à l'envahissement de 80, 50 et 20% du réseau poreux.

Pour les valeurs de $C_d < 1$, les accès aux pores sont peu dispersés et la distribution est resserrée autour d'une valeur de rayon d'accès aux pores. Ainsi, soit le réseau est unimodal strict ne présentant qu'une seule taille de pore, soit la distribution porale du réseau est large mais répartie aléatoirement.

Pour les valeurs de $C_d > 1$, les accès aux pores sont moyennement ou très dispersés et la distribution est étalée. On a donc affaire soit à un réseau unimodal à distribution étalée, soit à un réseau multimodal strict ou à distribution étalée. Cette répartition est considérée comme non aléatoire, et l'arrangement spatial des pores conduit à un milieu compartimenté en domaines de pores d'une taille donnée.

L'analyse par porosimétrie a été effectuée au laboratoire de porosimétrie de l'université de Cergy-Pontoise (**Figure IV-2**, **Figure IV-3**, **Figure IV-4** et **Figure IV-5**) sur des échantillons d'un volume proche de 1 cm^3 représentant la zone se trouvant entre la peau et le cœur de l'échantillon afin de constater l'évolution de l'attaque sulfatique externe de l'extérieur vers l'intérieur de l'échantillon.

Les courbes d'intrusion au mercure des échantillons des mini-cylindres en CEM II/59 sont données par les figures VI- 6. Les pics correspondants aux pores de diamètres supérieurs à $20 \mu\text{m}$ doivent être analysés avec précaution car ils peuvent être dus à la préparation de l'échantillon.

Les deux échantillons soumis à l'attaque sulfatique externe soit par immersion complète soit par immersion/séchage à 60°C présentent une distribution des pores similaire très étalée, tandis que la courbe de l'échantillon sain est unimodale stricte. Les porosités au mercure des trois échantillons sont très proches les unes des autres (entre 17% et 19%).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

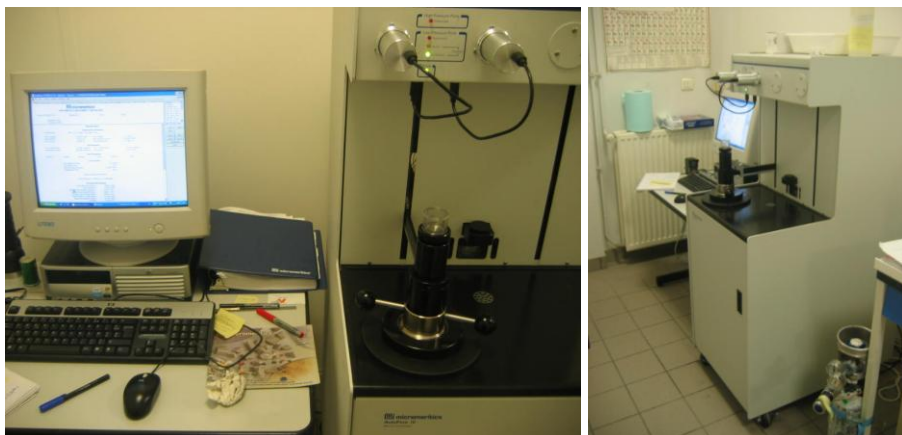


Figure IV-2 : Appareil de mesure de la porosité au mercure

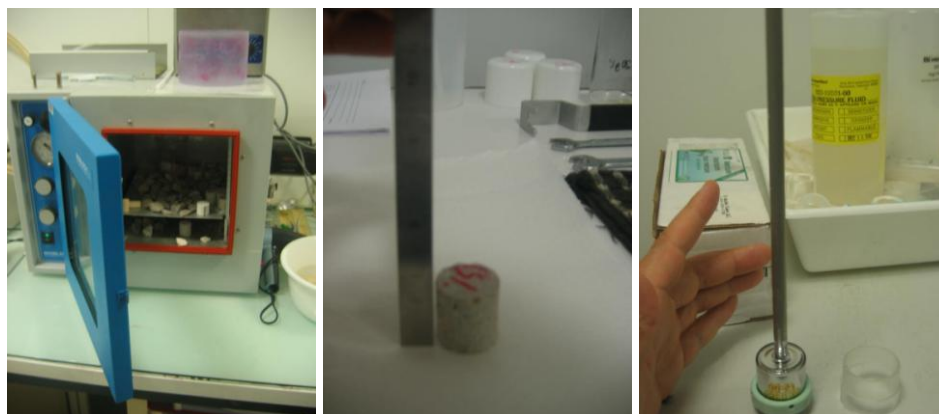


Figure IV-3 : Préparation de l'échantillon

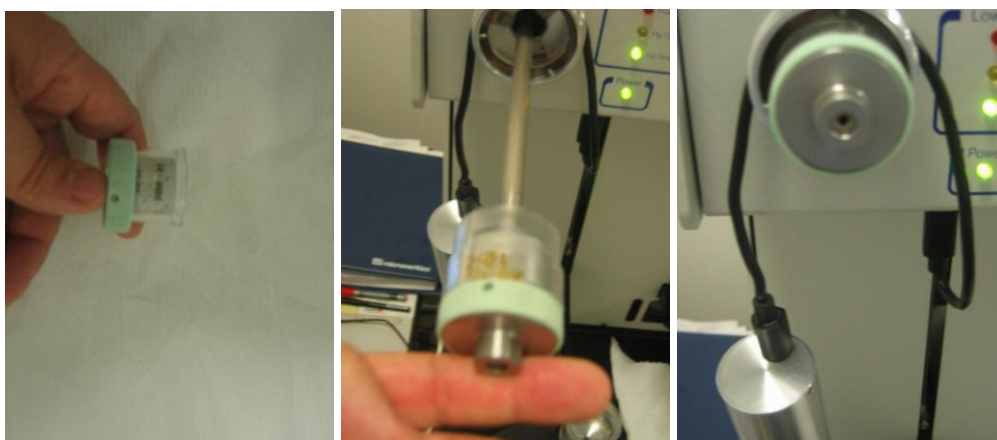


Figure IV-4 : Mesure de la porosité au mercure à basse pression

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

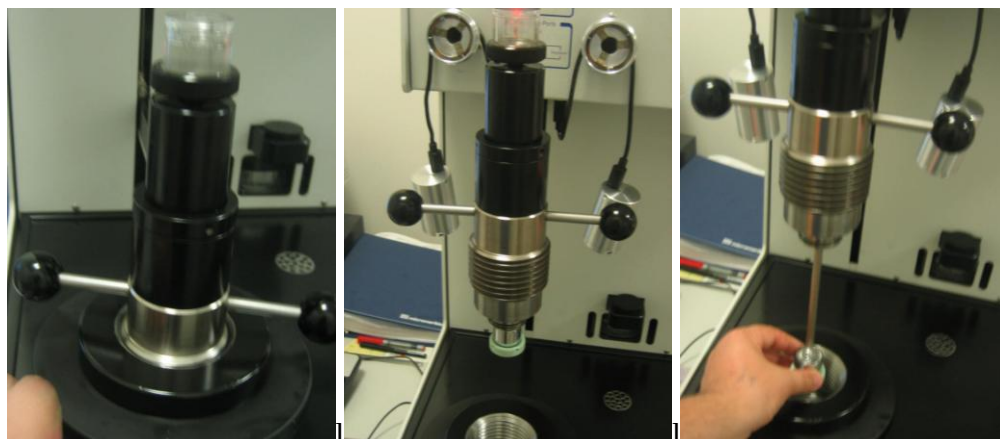


Figure IV-5 : Mesure de la porosité au mercure à haute pression

Lors de l'analyse, l'endommagement était plus prononcé pour les mini-cylindres soumis à l'immersion séchage à 60°C que pour ceux soumis à l'immersion complète. La **Figure IV-6** montre bien la progression du phénomène de fissuration et de gonflement entre l'état sain et l'immersion / séchage à 60°C avec comme point intermédiaire l'immersion complète : le mode relatif aux diamètres proches de 0,1 μm diminue et le volume de pore relatif aux diamètres supérieurs augmente (jusqu'à 10 μm). L'augmentation du volume des pores entre 1 et 10 μm peut être attribuée à une microfissuration générale de la matrice cimentaire, notamment aux interfaces pâte / granulat. La baisse du volume des pores autour de 0,1 μm , qui correspond au mode principal et donc à la porosité des C-S-H, pourrait signifier que l'ettringite occupe une partie significative de cette porosité durant l'attaque sulfatique.

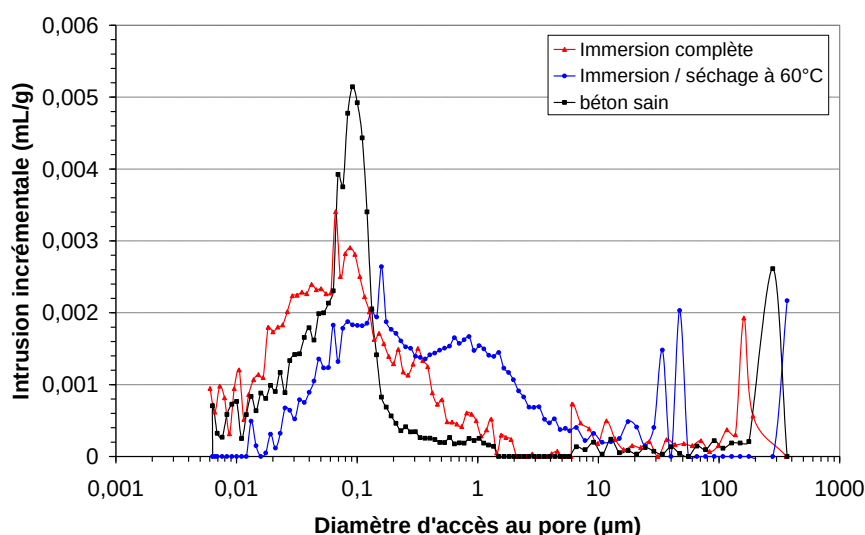


Figure IV-6 : Distribution porale obtenue par porosimétrie au mercure pour les mini cylindres CEMII/59

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les courbes des quatre échantillons des éprouvettes 11x22 cm soumis à l'immersion complète sont données par la **Figure IV-7**, elles correspondent respectivement aux bétons CEM II/59, CEM I/59, CEM II/49 et CEM I/49. Les échantillons ayant été prélevés au cœur des éprouvettes 11x22 cm, ils ne correspondent pas à la partie la plus endommagée qui est la peau. Ainsi, les distributions de taille de pores présentées ici peuvent être associées à un matériau sain ou du moins faiblement affecté par l'attaque sulfatique. La **Figure IV-7** permet de mettre en évidence l'effet du rapport E/C et du type de ciment. L'abaissement du rapport E/C se traduit pour chacun des ciments par une réduction de moitié du diamètre de pores correspondant aux modes principaux, ainsi que la quasi disparition de la gamme de pore comprise entre 0,2 μm et 2 μm . Il s'agit principalement d'un effet dû à l'augmentation de la compacité du mélange suite à l'abaissement de la quantité d'eau. En ce qui concerne le type de ciment, utiliser le CEM I à la place du CEM II se traduit aussi par une réduction de moitié du diamètre de pores correspondant aux modes principaux, Le CEM II contient 15 % de filler calcaire qui ne réagit pas contrairement au clinker. La quantité d'hydrates formée est donc plus faible et ainsi remplit moins bien la porosité laissée par l'eau. De ce point de vue, l'utilisation de filler calcaire peut donc être comparée à une augmentation du rapport E/C.

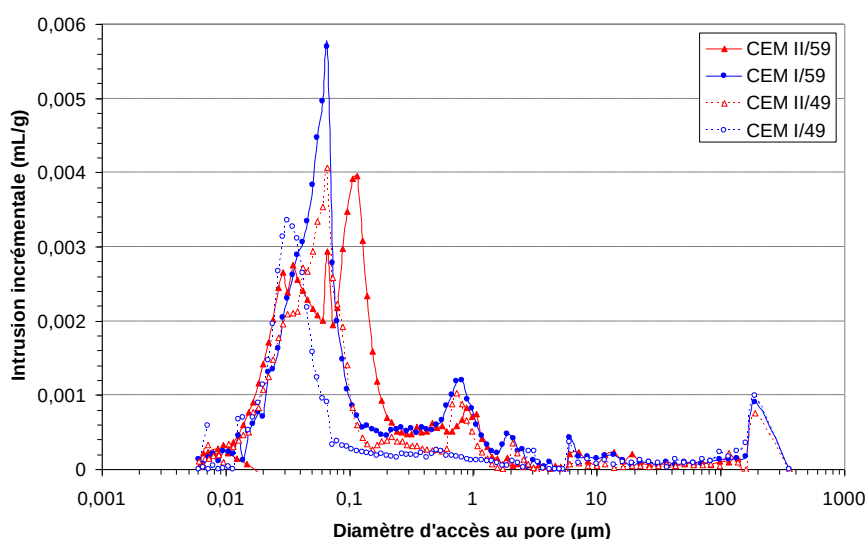


Figure IV-7 : Distribution porale obtenue par porosimétrie au mercure des cylindres à cœur soumis à l'immersion totale pendant 6 mois

Les résultats de porosimétries aux mercures réalisés sur les mortiers (**Figure IV-8**) présentent les mêmes distinctions que les bétons : abaisser le rapport E/C ou utiliser le CEM I à la place du CEM II se traduit bien par un décalage vers les plus petits pores. Cependant, les échantillons mortiers de rapport E/C = 0,59 présentent un pic nettement plus marqué que les bétons pour un diamètre de 1 μm . Les mortiers de rapport E/C = 0,49 sont davantage semblables aux bétons.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

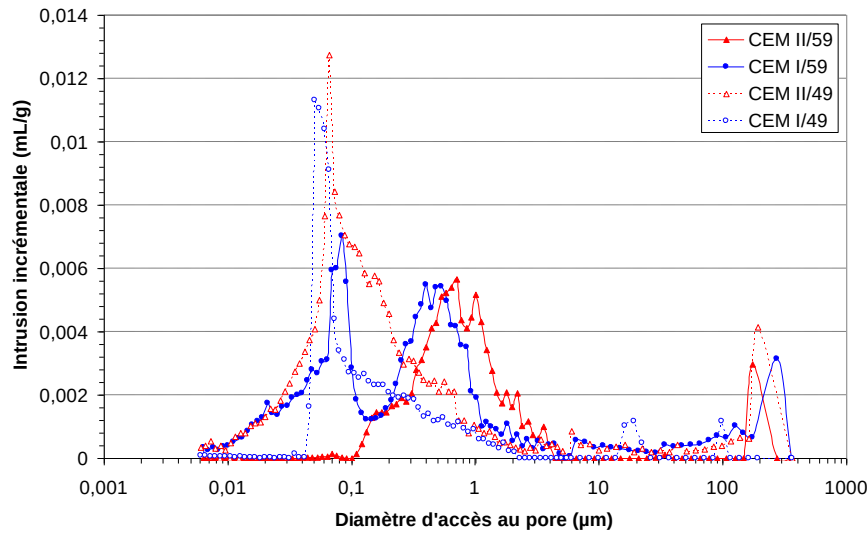


Figure IV-8 : Distribution porale obtenue par porosimétrie au mercure des mortiers sains

IV.1.2 Porosité totale à l'eau

La porosité totale d'un échantillon en béton est définie comme le rapport du volume des vides sur le volume total de l'échantillon. Cette grandeur est exprimée en pourcentage :

$$N_{\text{tot}} = 100 \times \frac{V_{\text{vides}}}{V_{\text{total}}} = 100 \times \frac{(V_{\text{total}} - V_{\text{solide}})}{V_{\text{total}}} \quad [\text{Eq.3}]$$

Elle peut aussi s'exprimer en fonction de la densité apparente sèche ρ_a qui représente la masse des minéraux rapportée au volume total de l'échantillon et de la densité du squelette solide ρ_s qui représente la masse des minéraux rapportée au volume total des grains :

$$N_{\text{tot}} = 100 \times \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_s} \right) \quad [\text{Eq.4}]$$

Or:

$$\rho_a = \frac{M_s}{\rho_{\text{eau}}(M_s - M_{\text{hyd}})} \quad [\text{Eq.5}]$$

Et :

$$\rho_s = \frac{M_s}{\rho_{\text{eau}}(M_{\text{sat}} - M_{\text{hyd}})} \quad [\text{Eq.6}]$$

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

D'où:

$$N_{\text{tot}} = \frac{M_{\text{sat}} - M_s}{M_{\text{sat}} - M_{\text{hyd}}} \quad [\text{Eq.7}]$$

En utilisant le dispositif adéquat pour la détermination de la porosité totale à l'eau (**Figure IV-9**), nous avons la porosité totale à l'eau des échantillons sains sur la **Figure IV-10**.



Figure IV-9 : Dispositif utilisé pour la détermination de la porosité totale à l'eau

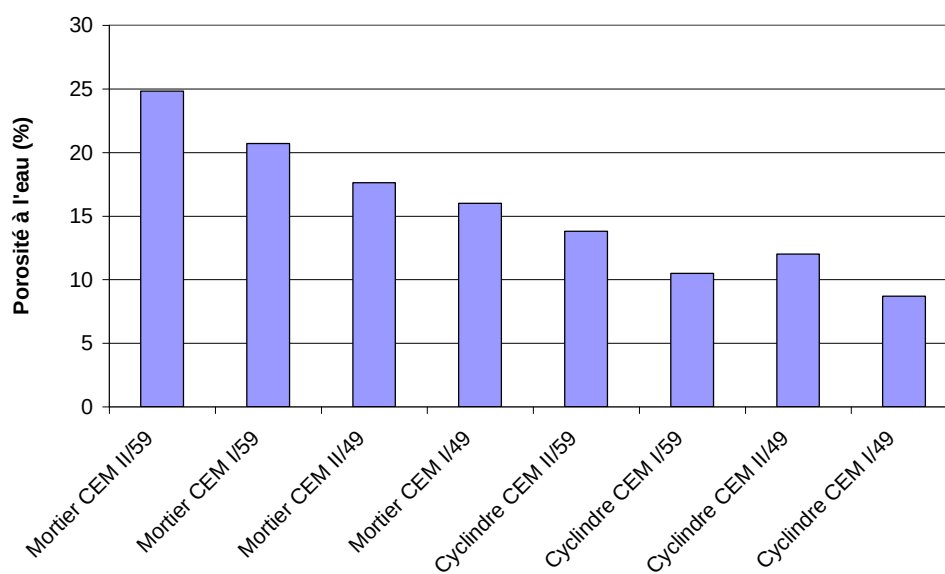


Figure IV-10 : Porosité totale à l'eau des échantillons sains

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

La porosité augmente avec le rapport Eau/Ciment, de même qu'avec l'utilisation du CEM II par rapport au CEM I. Le béton le plus sensible à l'attaque sulfatique externe est donc aussi le béton le plus poreux (CEM II/59). Les mortiers se révèlent bien plus poreux que les bétons, ce qui s'est remarqué d'ailleurs pendant la mise en place par une forte quantité d'air entraîné.

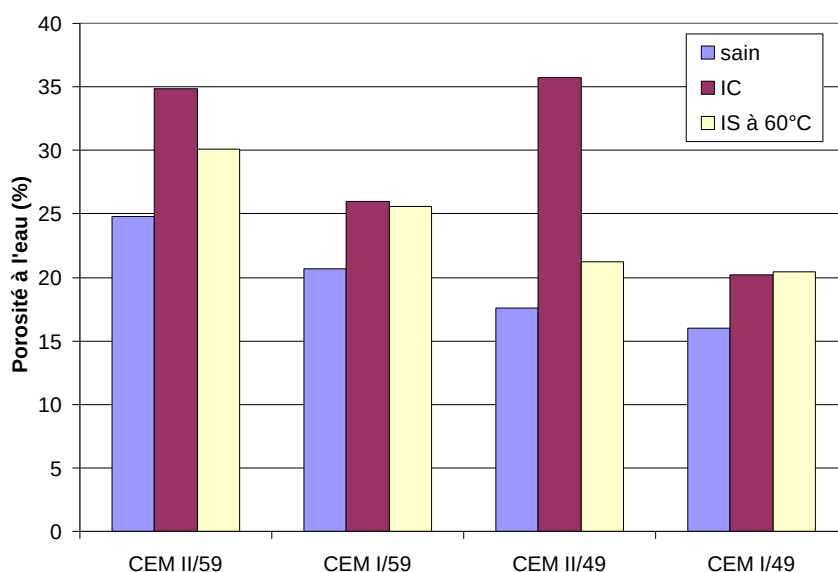


Figure IV-11 : Evolution de la porosité à l'eau des mortiers selon leur exposition

La **Figure IV-11** montre bien l'effet de l'attaque sulfatique sur les mortiers CEM II/59 et CEM II/49, qui se traduit par une très forte augmentation de la porosité totale. Ceci est cohérent avec les mesures d'expansions (**Figure III-52**), qui montrent un gonflement significatif avant la rupture complète pour ces mortiers. En ce qui concerne les mortiers à base de CEM I, la porosité augmente un peu suite à l'exposition aux sulfates mais sans commune mesure avec l'autre type de ciment, ceci confirme bien que les mortiers à base de CEM I ne réagissent pas significativement.

Les mesures de porosité totale à l'eau réalisées sur les échantillons mini cylindres reposent sur une trop faible quantité et ne permettent pas une analyse fiable.

IV.2 Analyse thermogravimétrique (ATG) et diffraction des rayons X (DRX)

IV.2.1 Préparation des échantillons pour l'ATG

Des échantillons représentatifs de 100 g sont cassés en petits morceaux à l'aide d'un marteau. Les morceaux sont ensuite broyés dans un broyeur à billes et passés dans un tamis de 80 microns (**Figure IV-12**). Du fait que l'ettringite perd ses molécules d'eau et devient progressivement amorphe lorsque la température augmente, le broyage se fait en plusieurs étapes pour limiter l'échauffement de l'échantillon. Cette étape de préparation des échantillons concerne aussi celle de l'analyse des échantillons à la DRX.



Figure IV-12 : Préparation des échantillons pour l'ATG et la DRX

Afin de déterminer les teneurs des différents composants de nos échantillons, des analyses thermogravimétriques ont été effectuées sur quatre types d'échantillons en béton à base de CEM II/59 ; sain, en immersion complète, en immersion/séchage à 60°C et en immersion/séchage à 105°C. Dans cette technique, l'échantillon est chauffé depuis la température ambiante jusqu'à 1000°C à une vitesse constante de 10°C par minute, cette rampe importante n'a pour conséquence qu'un effet d'inertie de la perte de masse par rapport à la température réellement appliquée. Grâce au dispositif utilisé, une électrobalance Setaram TG-DTA 92-18 (**Figure IV-13**), la perte de masse liée au départ de l'eau ou à d'éventuelles réactions chimiques suivant la montée en température est mesurée.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants



Figure IV-13 : Dispositif utilisé pour l'analyse thermogravimétrique – Université d'Orléans

Dans le four, l'échantillon est placé sous un léger flux d'argon (25 mL/min) afin d'entraîner les gaz émis pour éviter une recondensation sur l'échantillon ou sur la balance (**Figure IV-14**). Les allures de courbes de perte de masse sont représentées par les figures ci-dessous. Pour chaque éprouvette de béton la totalité du volume est broyée avant échantillonnage.



Figure IV-14 : Echantillon analysé à la thermogravimétrie

IV.2.2 L'analyse ATG des échantillons

Les échantillons CEM II/59 sain (**Figure IV-15**), CEM II/59 en immersion complète (**Figure IV-16**), CEM II/59 en immersion/séchage à 60°C (**Figure IV-17**) et CEM II/59 en immersion/séchage à 105°C (**Figure IV-18**), sont les échantillons sélectionnés pour cette analyse.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

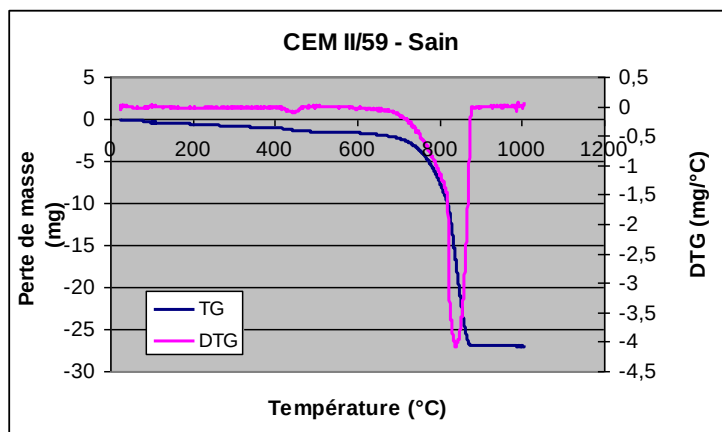


Figure IV-15 : Analyse thermogravimétrique de l'échantillon CEM II/59 sain

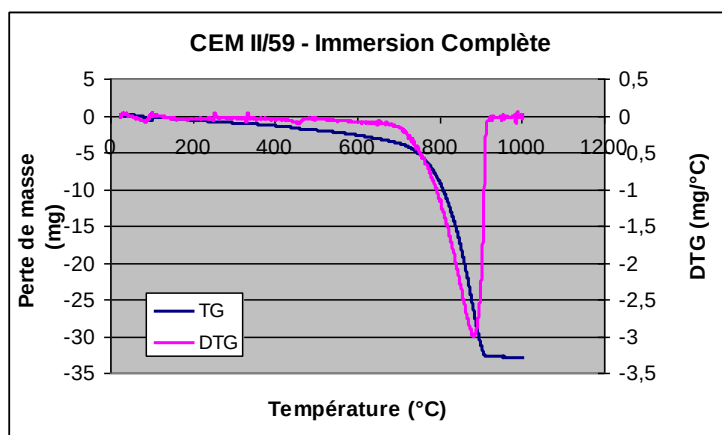


Figure IV-16 : Analyse thermogravimétrique de l'échantillon CEM II/59 - en immersion complète

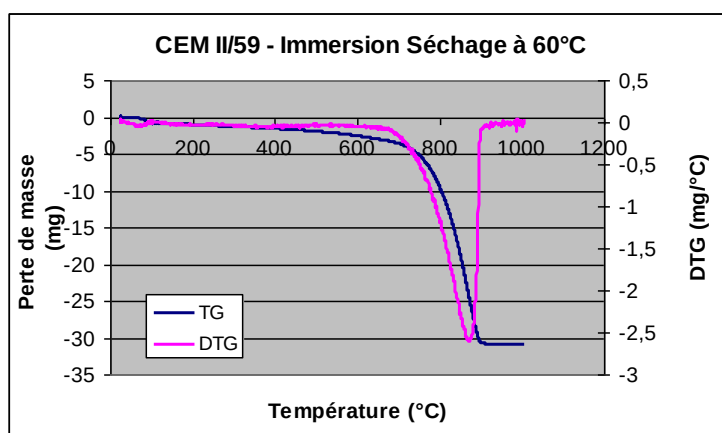


Figure IV-17 : Analyse thermogravimétrique de l'échantillon CEM II/59 - en immersion/séchage à 60°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

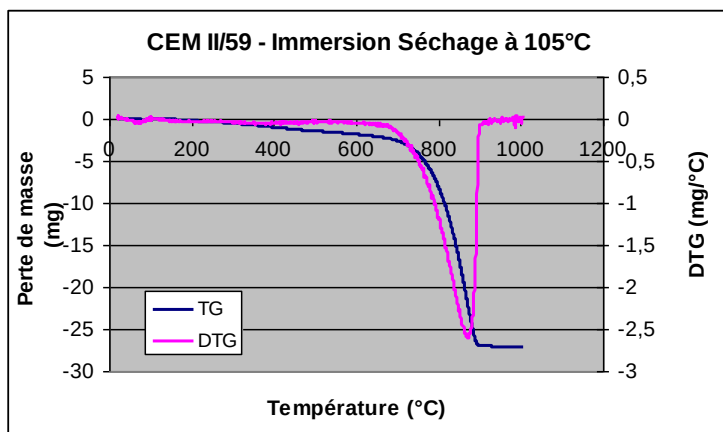


Figure IV-18 : Analyse thermogravimétrique de l'échantillon CEM II/59 - en immersion/séchage à 105°C

Le **Tableau IV-1** représente le dépouillement des données relatives aux principales pertes de masse :

- Une première perte de masse aux alentours de 120°C est due à l'évaporation de l'eau et à la déshydratation des C-S-H et de l'ettringite.
- Une deuxième perte de masse aux alentours de 450°C correspond à la décomposition de la Portlandite.
- Une troisième perte de masse très importante, aux alentours de 800°C, traduit la décomposition de la calcite contenue dans les granulats, dans la portlandite carbonatée et aussi dans le ciment s'il contient du filler calcaire.

Tableau IV-1 : Résultats de L'analyse thermogravimétrique des quatre échantillons

Echantillon	Δm_1 (%)	Δm_2 (%)	Δm_3 (%)	Δm_{tot} (%)	Portlandite (% massique)	Calcite (% massique)
CEM II/59 sain	0,53	0,95	37,33	38,82	3,9	85,4
CEM II/59 en I C	0,46	0,92	36,11	37,49	3,8	82,5
CEM II/59 - I/S _{60°C}	0,99	0,62	36,33	37,94	2,6	83,5
CEM II/59 - I/S _{105°C}	0,10	0,91	35,61	36,63	3,8	81,1

Δm_1 (%) : pourcentage correspondant à la perte de l' H_2O , des C-S-H et éventuellement de l'ettringite (aux alentours de 120°C), Δm_2 (%) : pourcentage correspondant à la perte de la Portlandite $Ca(OH)_2$ (aux alentours de 450°C), Δm_3 (%) : pourcentage correspondant à la perte de la calcite $CaCO_3$ (aux alentours de 800°C) et Δm_{tot} (%) : perte de masse totale.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

L'analyse thermogravimétrique ne permet pas vraiment de discerner la décomposition de l'ettringite de celle des C-S-H car ils se décomposent tous aux alentours de la même température.

IV.2.3 Principe de la diffraction aux rayons X sur poudre

La diffraction aux rayons X est la méthode la plus couramment utilisée pour se renseigner sur la structure cristalline. Dans le cas d'échantillons en poudres formées de très petits cristaux orientés aléatoirement, toutes les orientations possibles sont représentées, ce qui permet de faire une moyenne statistique.

Le dispositif expérimental utilisé est un diffractomètre de poudre à compteur courbe. Il fonctionne avec la raie $\text{K}\alpha_1$ du Cuivre : $\lambda = 1,54056$ angström.

L'identification est réalisée en comparant le diffractogramme obtenu avec une base de données internationale (JCPDS) contenant les diffractogrammes de référence de plus de 80000 phases. Cette méthode permet l'identification des différentes phases cristallines constitutives de l'échantillon et aussi d'estimer les proportions relatives de ces différentes phases.

Le réseau du cristal est une distribution régulière en trois dimensions des atomes dans l'espace. Ils sont arrangés pour former une série de plans parallèles, séparés par une distance d , qui varie selon la nature du matériau. L'interaction d'un faisceau de rayons X (longueur d'onde très courte) avec la matière donne naissance à une émission dans toutes les directions d'un rayonnement de même longueur d'onde et de phase cohérente. Ce phénomène de diffusion conduit à des ondes d'amplitude très faibles dans le cas d'un atome. En revanche, la diffusion par la matière sur un ensemble d'atomes, entraîne une interférence des ondes cohérentes diffusées par chaque atome. Cette onde, dite diffractée, dépend de la structure atomique de la matière.

Lorsqu'un rayon X monochromatique de longueur d'onde λ est incident aux plans du réseau d'un cristal avec un angle θ , la diffraction a lieu seulement lorsque la distance parcourue par les rayons réfléchis de plans successifs, diffèrent d'un nombre entier de longueur d'onde. C'est la loi de Bragg (**Figure IV-19**) :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad [\text{Eq.8}]$$

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Où d est la distance interréticulaire séparant deux plans de même famille (h, k, l), n est l'ordre de diffraction.

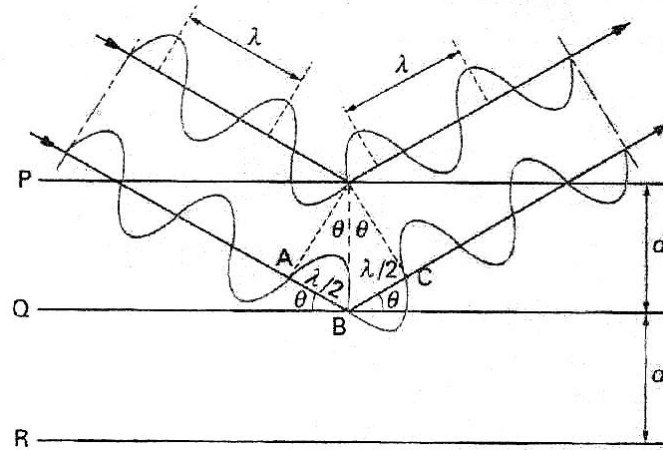


Figure IV-19 : Géométrie expliquant la loi de Bragg par analogie à la réflexion

En changeant l'angle θ , les conditions de la loi de Bragg sont satisfaites pour différentes distances d . En traçant les positions angulaires et les intensités des pics résultants de la diffraction, on obtient un diagramme qui est caractéristique de l'échantillon. Le diffractogramme est formé de l'addition des diagrammes individuels car il peut présenter un mélange de différentes phases.

L'enregistrement est fait en 2θ variant de 2° à 80° . La source de rayons X est fixe et lorsque le porte échantillon varie d'un angle θ , le détecteur varie d'un angle 2θ (Figure IV-20).

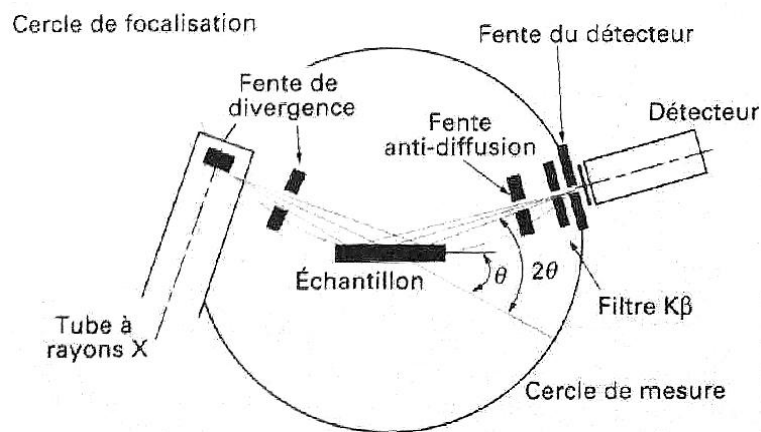


Figure IV-20 : Schéma d'un diffractomètre

IV.2.4 Préparation des échantillons pour l'analyse à la DRX

L'observation des éventuelles modifications minéralogiques a été effectuée sur les mêmes échantillons préparés (**Figure IV-21**) pour l'analyse thermogravimétrique au laboratoire du centre de recherche sur la matière divisée (CRMD) d'Orléans (**Figure IV-22**).



Figure IV-21 : Préparation des échantillons pour la caractérisation à la DRX



Figure IV-22 : Appareil de caractérisation par diffraction X sur poudre

IV.2.5 Résultats de l'analyse à la DRX des échantillons

Le béton sain en CEM II/59 contient de la portlandite et de la calcite (**Figure IV-23**) et pas de traces significatives d'ettringite.

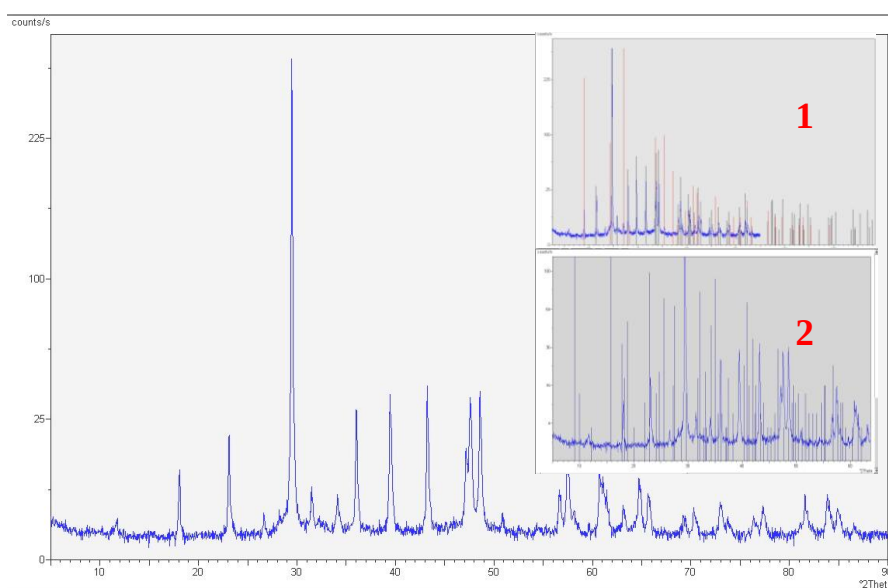


Figure IV-23 : Diffractogramme sur poudre - CEM II/59 sain : Intensité = $f(2\theta)$ avec référence de la calcite et de la portlandite (1) ainsi que celle de l'ettringite (2)

Après immersion complète du CEM II/59 dans la solution à 5% de $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ jusqu'à l'endommagement et l'apparition des signes macroscopiques d'une attaque sulfatique externe, on remarque d'après le diffractogramme sur poudre de l'échantillon en question deux pics correspondants aux raies de l'ettringite référenciée (**Figure IV-24**), Même remarque pour le CEM II/59 en immersion/séchage à 60°C (**Figure IV-25**).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

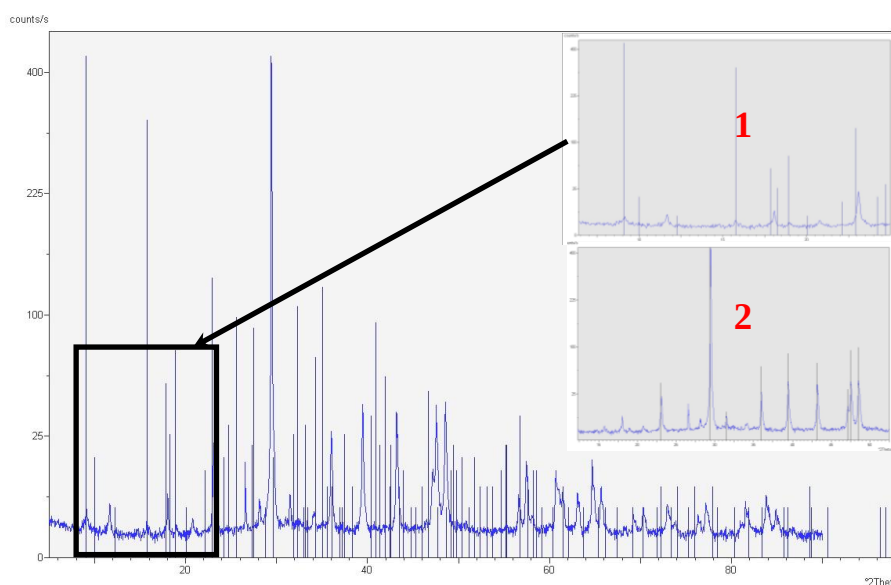


Figure IV-24 : Diffractogramme sur poudre - CEM II/59 en Immersion complète : Intensité = $f(2\theta)$ avec références de l'ettringite (1) et la calcite (2)

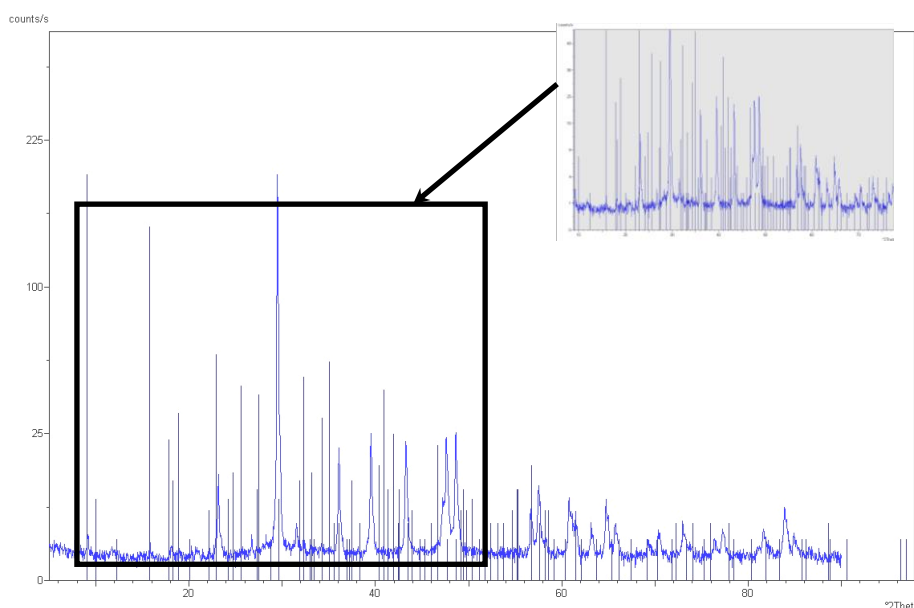


Figure IV-25 : Diffractogramme sur poudre - CEM II/59 en Immersion /Séchage à 60°C : Intensité = $f(2\theta)$ avec références de l'ettringite

La **Figure IV-26** ne permet pas de distinguer de l'ettringite dans le CEM II/59 en immersion/séchage à 105°C. Par contre la mirabilite (2) et la thenardite, qui sont deux sels issus de la dissolution du $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ puis de la précipitation sans interaction chimique avec le milieu cimentaire, sont clairement mis en évidence.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

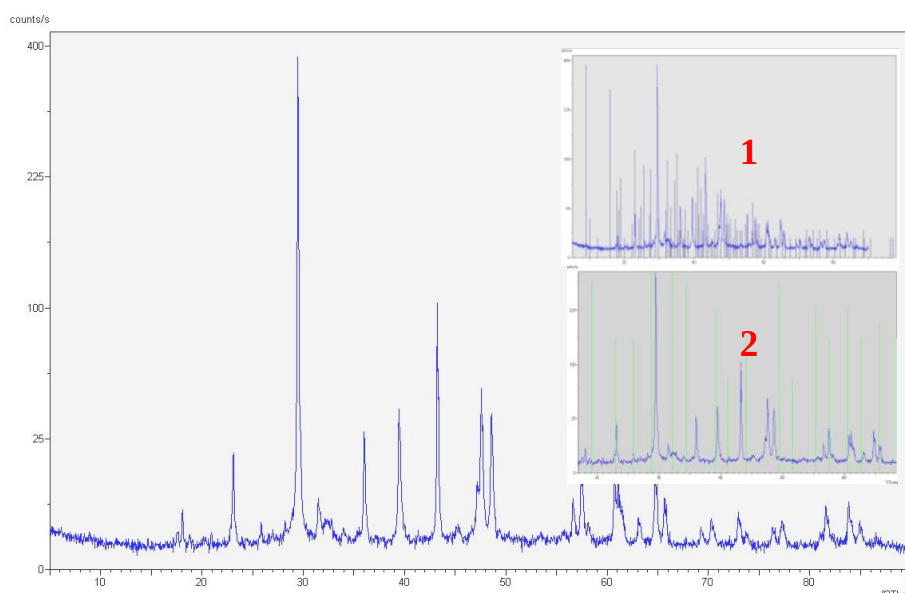


Figure IV-26 : Diffractogramme sur poudre - CEM II/59 en Immersion /Séchage à 105°C : Intensité = $f(2\theta)$ avec références de l'ettringite (1) et de la mirabilite (2)

L'analyse aux diffractions des rayons X sur poudre a confirmé l'approche macroscopique, En effet :

- L'ettringite n'apparaît pas dans l'échantillon sain. Il contient de la calcite et de la portlandite comme tout échantillon en béton sain contenant des granulats calcaires.
- Les échantillons en immersion complète et en immersion séchage contiennent de la calcite. La portlandite n'apparaît plus, l'ettringite devient par contre visible.
- Concernant l'échantillon exposé à l'immersion/séchage à 105°C, l'ettringite n'est pas détectée. Par contre, la présence de mirabilite et de thenardite issues de la précipitation du sel est clairement identifiée.

IV.3 Analyse au microscope à balayage (MEB)

IV.3.1 Principe de l'analyse

Le microscope électronique à balayage (MEB) utilisé pour ce travail est un Hitachi S.4500 à effet de champ. Le détecteur des électrons rétrodiffusés est de type Multi channel Plate permettant de travailler à basse tension (1 kV) et à haute tension (36 kV), sa résolution est de quelques nanomètres. Le détecteur des rayons X est un détecteur SiGe de Oxford Instruments doté d'un système d'acquisition Link Isis, sa résolution est de 0,136 keV. Il est équipé d'une microsonde EDS pour l'analyse en sélection d'énergie (**Figure IV-27**).

L'identification de la microstructure du béton peut être réalisée au MEB à partir de fractures ou de surfaces polies.



Figure IV-27 : Microscope électronique à balayage de l'université d'Orléans

IV.3.2 Préparation des échantillons

IV.3.2.1 Préparation des surfaces polies

Les carottes sont d'abord prélevées puis sciées sous éthanol. Cette opération dure quelques dizaines de secondes. Les rondelles d'environ 2 à 3 cm d'épaisseur obtenues sont séchées superficiellement à l'air comprimé. Les échantillons sont ensuite imprégnés de résine sous vide (**Figure IV-28**). L'imprégnation débute par une phase de pompage qui assèche la porosité. Les échantillons sont démoulés 24 h après imprégnation (**Figure IV-29**) et polis jusqu'au micromètre encore 24 h plus tard. Le polissage (**Figure IV-30**) enlève une couche d'environ 2 mm d'épaisseur et n'utilise comme lubrifiant que de l'éthanol.

Les surfaces polies sont ensuite nettoyées à l'éthanol puis placées sous vide pour la phase de métallisation au carbone. Une fois la métallisation terminée, les échantillons sont observés au MEB en utilisant principalement la technique des électrons rétrodiffusés (BSE).



Figure IV-28 : Mise sous vide des échantillons à surfaces polies



Figure IV-29 : Préparation des surfaces polies



Figure IV-30 : Polisseuse du CRMD d'Orléans

La surface (ou section) polie, comme son nom l'indique, est le résultat d'une coupe imposée au matériau. D'un point de vue statistique, l'image bidimensionnelle obtenue est représentative de la microstructure tridimensionnelle et permet d'ailleurs de réaliser du traitement d'image à des fins de quantification.

Les électrons rétrodiffusés (BSE), utilisés pour observer les surfaces polies, sont sensibles au poids atomique des phases observées. L'image obtenue montre donc un contraste entre des phases de poids atomiques différents ou entre des différences de densité d'une même phase. Cela permet par exemple de dissocier un grain anhydre de la pâte, puisqu'il ne contient pas d'eau, ou d'observer des différences de densité de C-S-H.

La parfaite planéité de la surface (ce qui est toujours le cas puisque la porosité est remplie par de la résine, sauf petite porosité fermée) permet d'utiliser la sonde EDAX dans les meilleures conditions : les rayons X émis par la sonde EDAX frappent une surface plane et se réfléchissent sans perturbation pour fournir un spectre représentatif de la composition élémentaire de la matière touchée.

IV.3.2.2 Préparation des fractures

Les fractures sont obtenues en brisant une partie de la carotte (**Figure IV-31**) qui a servi à fournir les surfaces polies. La surface fracturée obtenue est fixée sur un plot à l'aide d'une colle conductrice puis badigeonnée de laque d'argent sur les faces latérales avant de procéder à sa métallisation au carbone. Les échantillons sont ensuite observés au MEB en utilisant principalement la technique des électrons secondaires (SE).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

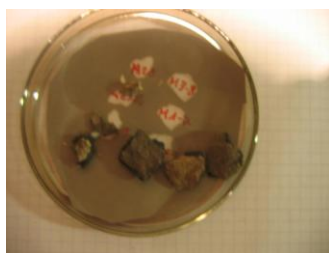


Figure IV-31 : Fractures préparées pour l'analyse au MEB

Les fractures, observées en électrons secondaires, ne révèlent qu'une faiblesse de la pâte [98]. Par exemple, un grain anhydre, phase de petite taille et plutôt résistante, a très peu de chance d'être traversé par une fissure. Cette dernière peut toutefois ouvrir un grain Hadley parfaitement vide dont l'enveloppe est suffisamment fine pour générer une faiblesse mécanique dans la pâte et proposer un chemin préférentiel de fissuration. Cette méthode d'analyse n'est donc pas totalement représentative de la microstructure de la matière observée.

Les électrons secondaires (SE), utilisés pour observer les fractures, autorisent généralement un grossissement 4 fois plus important que les électrons rétrodiffusés (BSE) et permettent, grâce à la troisième dimension, d'apprécier la géométrie des cristaux. Ces atouts font de l'observation sur fractures la méthode la plus précise pour identifier la texture de la matière.

Utiliser la sonde EDAX pendant l'observation d'une fracture reste possible mais comporte plusieurs limitations. D'abord, le faisceau réfléchi des rayons X doit atteindre la sonde, ce qui n'est pas possible lorsque la zone ciblée se trouve au fond d'une cavité profonde. De plus, la distance séparant la sonde de la surface de l'échantillon peut varier de manière importante au cours de l'observation, ce qui empêche de respecter en permanence la distance optimale préconisée. Enfin, la surface observée n'est plus parallèle à la sonde, ce qui peut engendrer l'extinction de certains pics du spectre et fausser l'identification de la matière. Sur fracture, il faut donc prendre davantage de précautions lors de l'analyse d'un spectre X [45].

IV.3.3 Analyse des échantillons

IV.3.3.1 Analyse des bétons en CEM II/59 sain

On remarque sur la Figure IV-32 trois cas de figure :

1. représente une coquille creuse résultante de l'hydratation externe d'un grain de ciment (grain de Hadley), aucune trace d'ettringite n'y est visible.
2. un grain de ciment principalement anhydre,
3. un granulat calcaire dont l'interface avec la pâte est non fissurée,

La **Figure IV-33** et ses agrandissements (**Figure IV-34** et **Figure IV-35**), montre respectivement la présence de portlandite dans une vacuole de 200 μm de diamètre et une pâte de ciment hydraté sans trace visible d'ettringite.

D'après la **Figure IV-36**, on remarque :

- Localement on remarque des aiguilles d'ettringite dont la quantité et la morphologie restent normales pour un béton sain.
- L'aspect moutonneux de la pâte de ciment correspond à la texture des C-S-H.

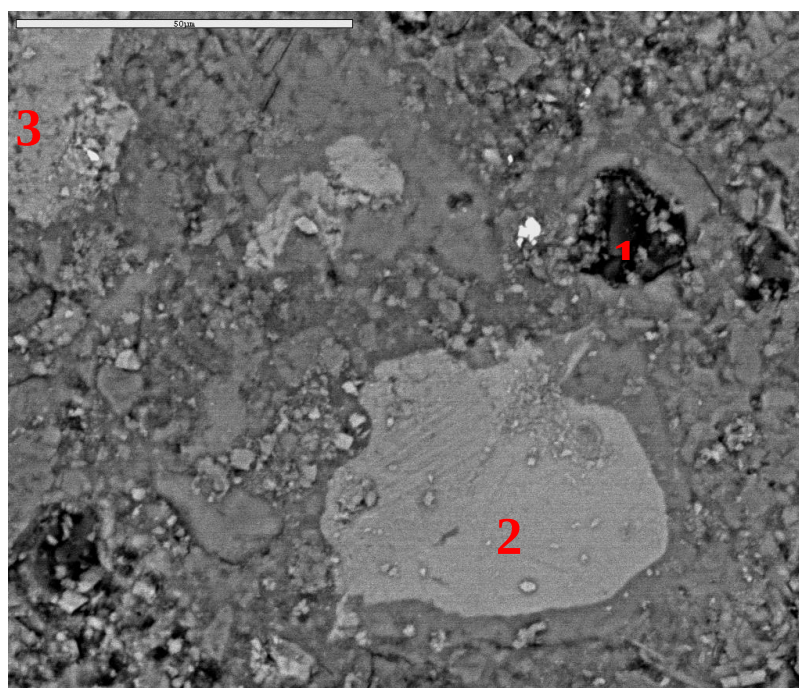


Figure IV-32 : Surface polie (x1000) – CEM II/59 Sain

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

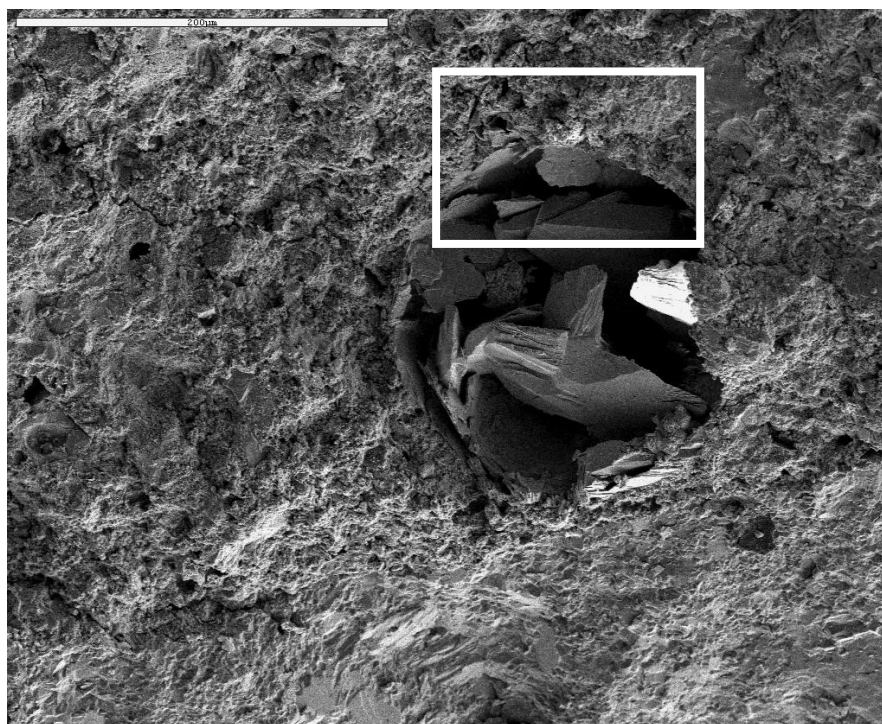


Figure IV-33 : Fracture (x250/5kv) - CEMII/59 Sain

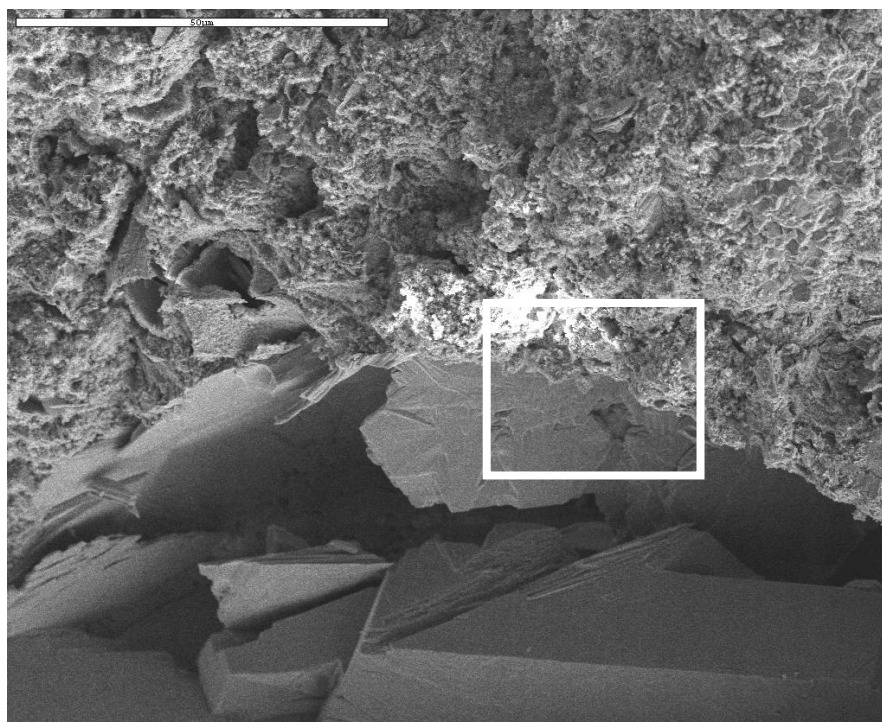


Figure IV-34 : Fracture (x1000/5kv) - CEMII/59 Sain

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

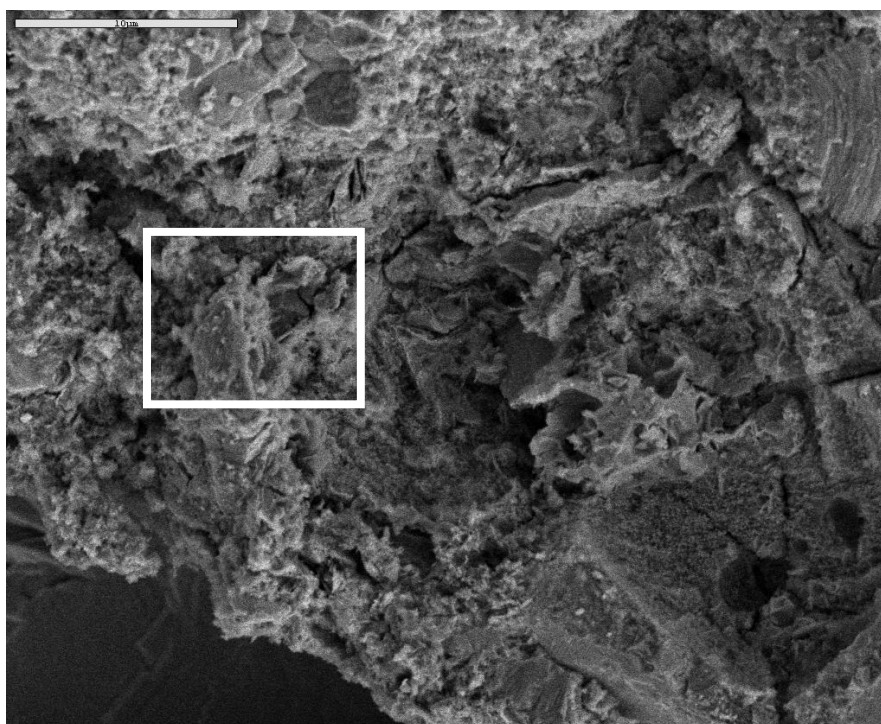


Figure IV-35 : Fracture (x3000/5kv) - CEMII/59 Sain

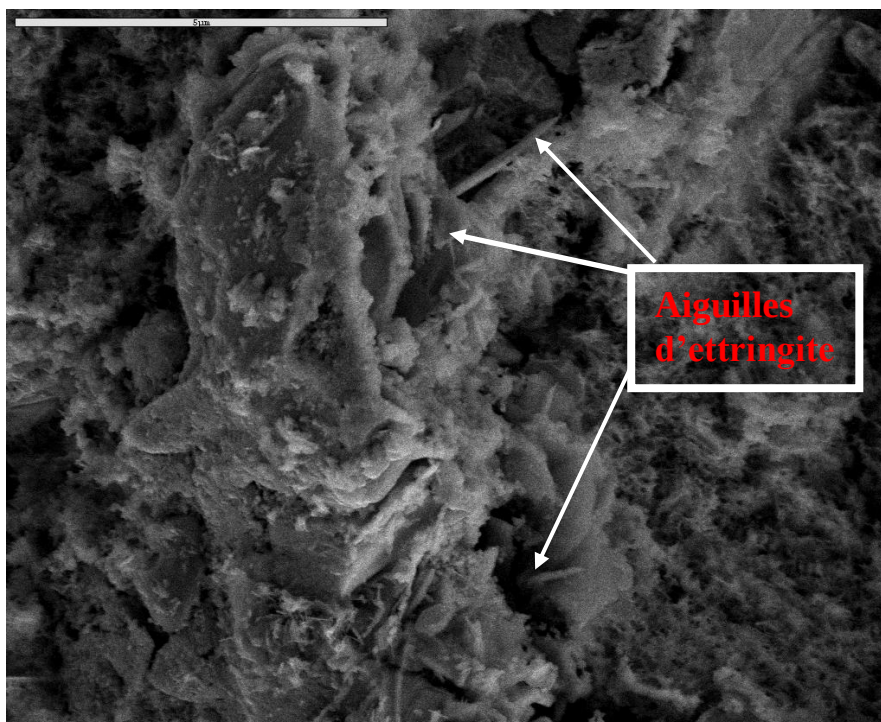


Figure IV-36 : Fracture (x10000/5kv) - CEMII/59 Sain

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les bétons sains CEM II/59, ne contiennent pas d'ettringite aux interfaces pâte/granulat, dans les vacuoles et dans les grains d'Hadley. Une quantité normale d'ettringite a été détectée dans la pâte, ce qui implique que le béton n'est pas soumis à une attaque sulfatique.

IV.3.3.2 Analyse des bétons en CEM II/59 exposé à l'immersion complète

On remarque de l'ettringite en quantité anormalement élevée, sur la totalité de la surface observée de l'échantillon (

Figure IV-37). Elle apparaît sous forme de Pelote d'ettringite comprimée (Figure IV-38).

L'ettringite sous forme de pelotes comprimée à l'interface pâte/granulat, est le symptôme d'une attaque sulfatique de notre béton (Figure IV-39 et Figure IV-40).

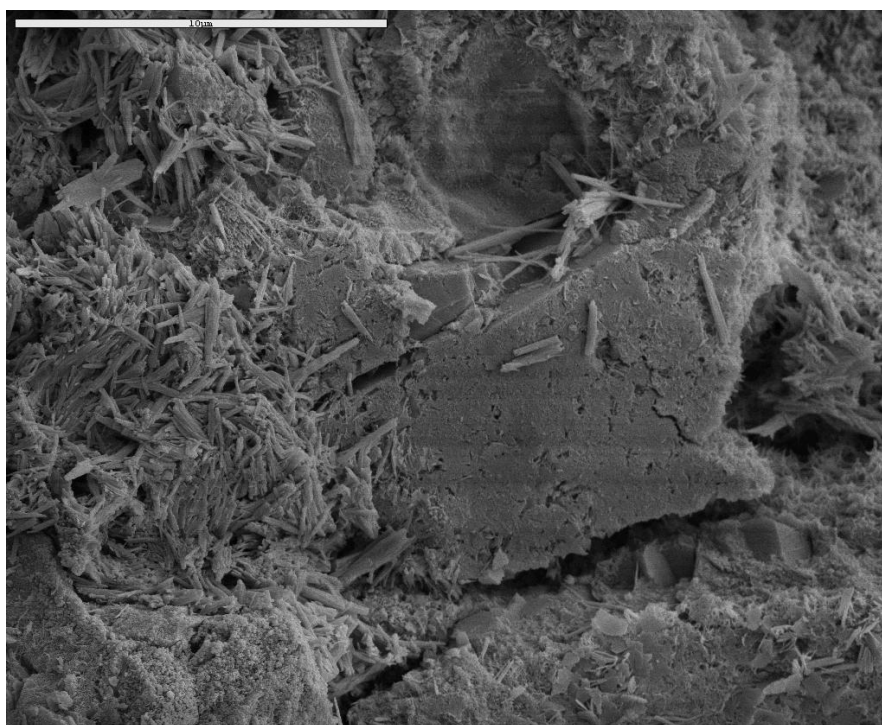


Figure IV-37 : Fracture (x1000/5kv) - CEMII/59 en IC

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

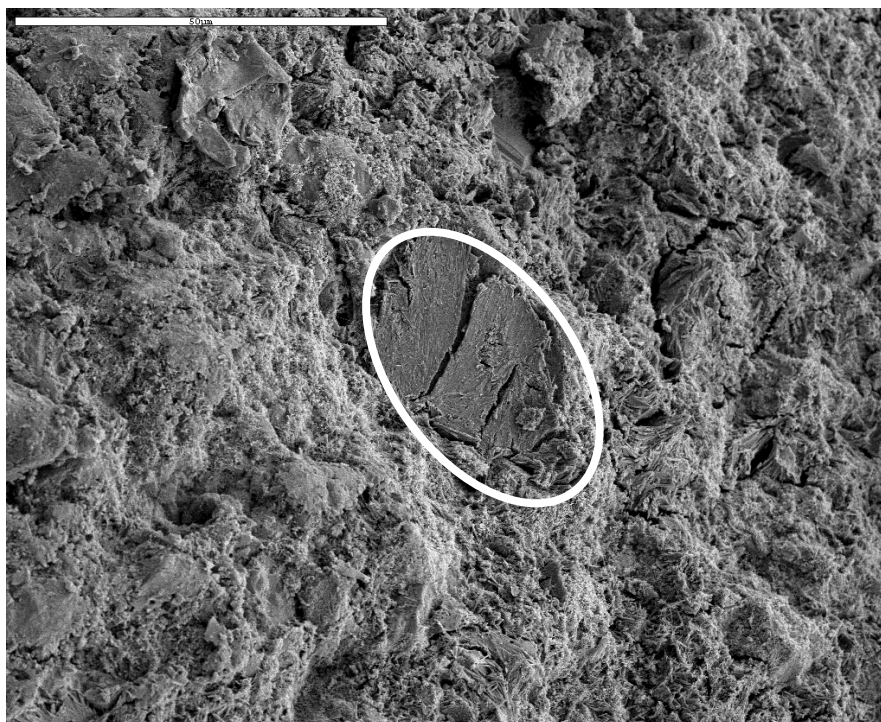


Figure IV-38 : Fracture (x1000/5kv) - CEMII/59 en IC

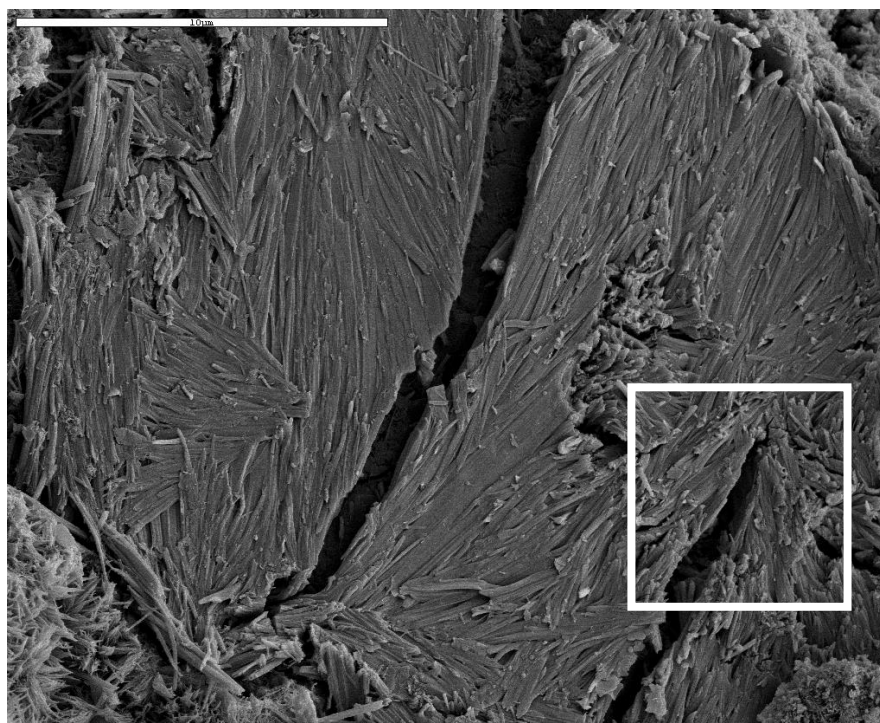


Figure IV-39 : Fracture (x5000/5kv) - CEMII/59 en I C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

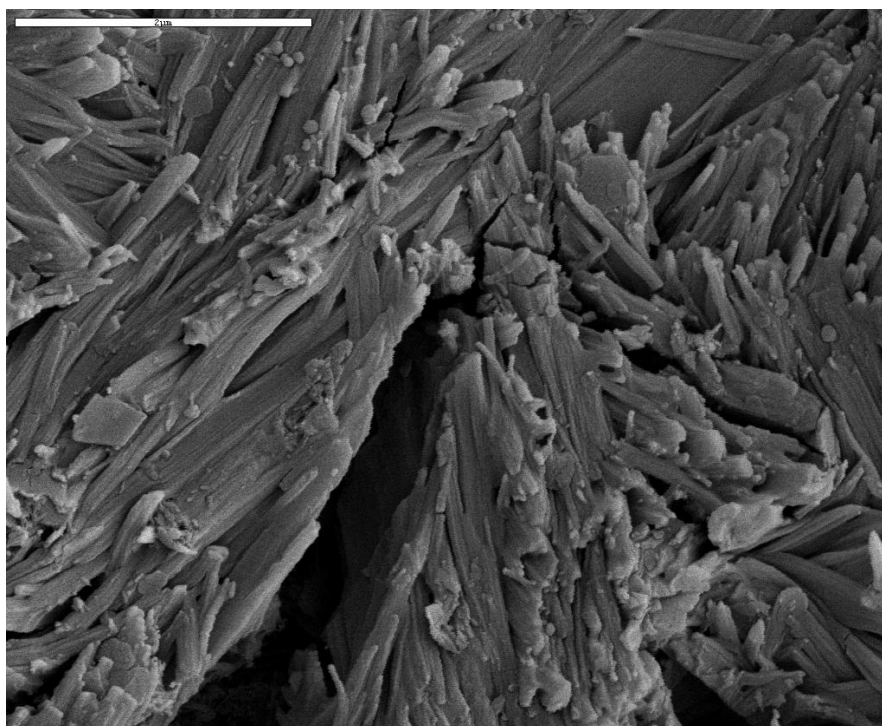


Figure IV-40 : Fracture (x20000/5kv) - CEMII/59 en I C

On peut conclure que concernant les bétons en CEM II/59 exposés à l'immersion complète, la présence de l'ettringite comprimée en très grande quantité dans l'échantillon et l'absence quasi-totale de portlandite montre bien que notre béton a été soumis à une attaque sulfatique.

IV.3.3.3 Analyse des bétons en CEM II/59 exposé à l'immersion/séchage à 60°C

La **Figure IV-41** indique le parcours d'une fissure le long de l'interface pâte/granulat (1). Une quantité très importante d'ettringite est détectée à l'interface pâte/granulat, ainsi que localement dans la pâte. Dans la pâte, l'ettringite est principalement visible dans les grains de Hadley (1) de la **Figure IV-42** et la **Figure IV-43**.

On remarque des pelotes d'ettringite écrasées en abondance dans l'échantillon (**Figure IV-44** et **Figure IV-45**).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

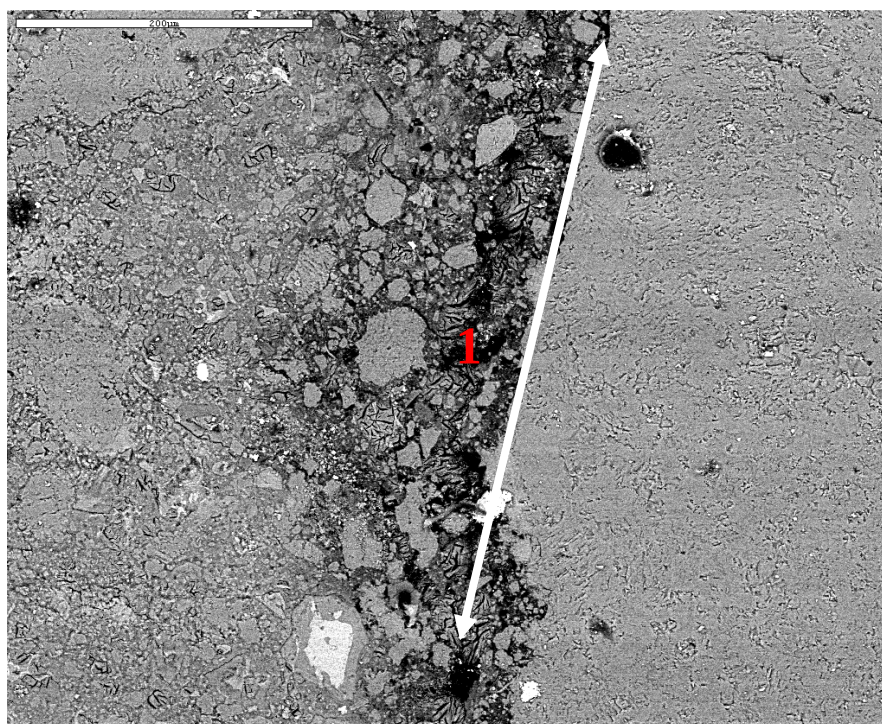


Figure IV-41 : Surface polie (x200/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C

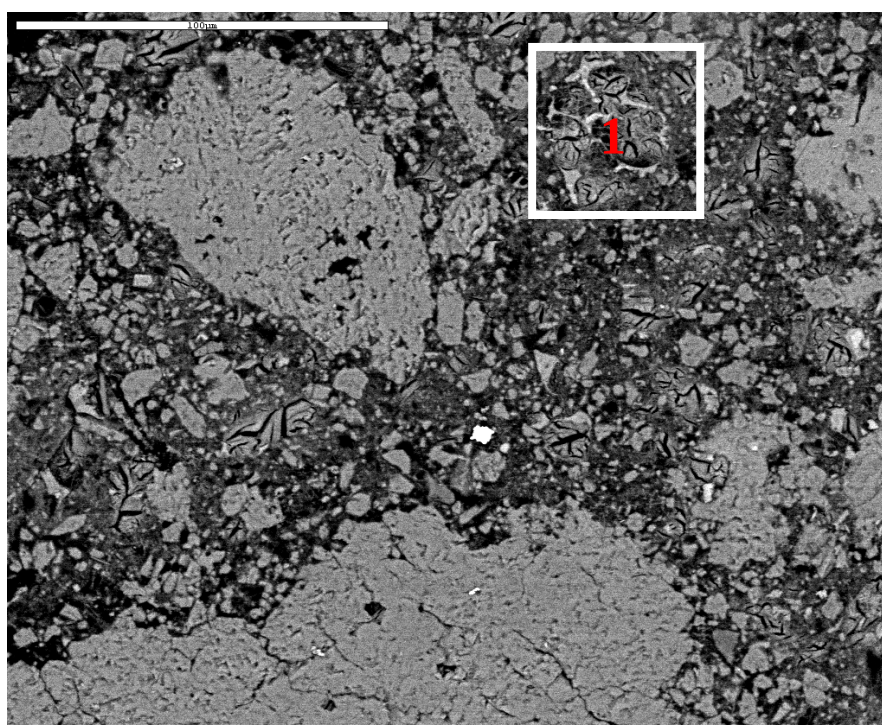


Figure IV-42 : Surface polie (x500/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

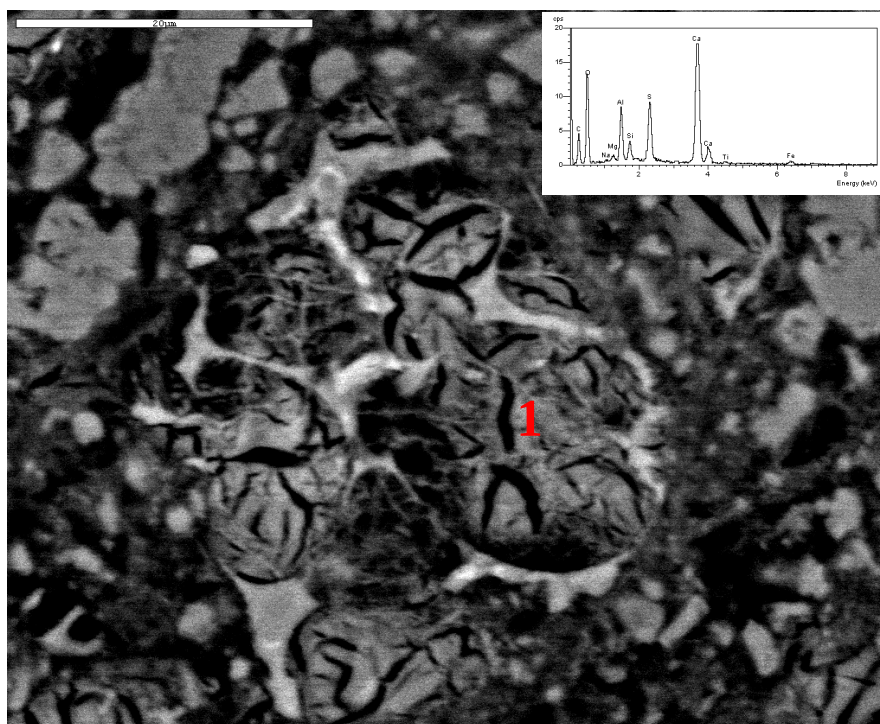


Figure IV-43 : Surface polie (x2000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C

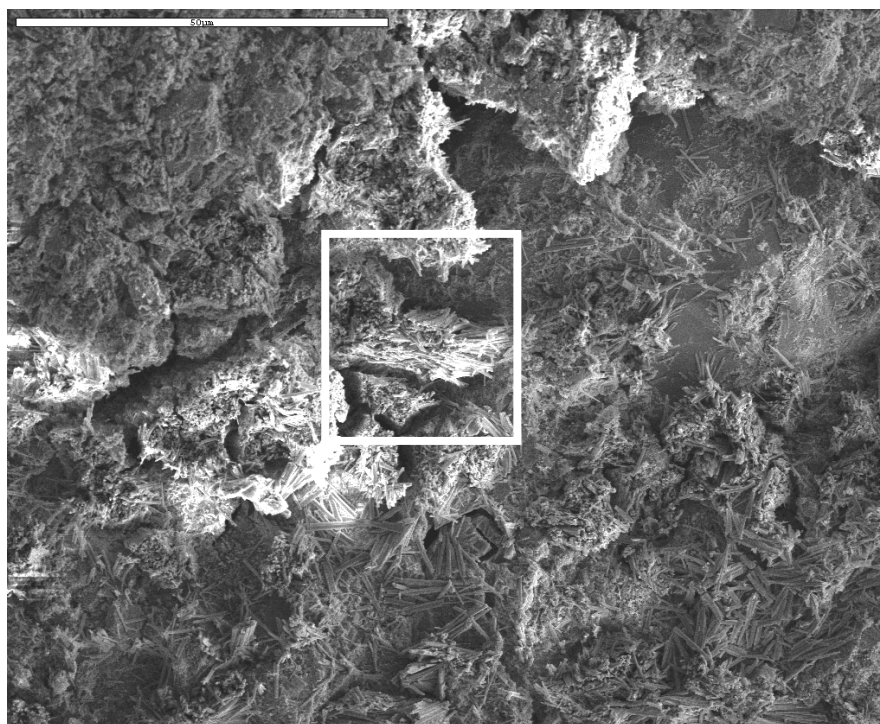


Figure IV-44 : Surface fracture (x1000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

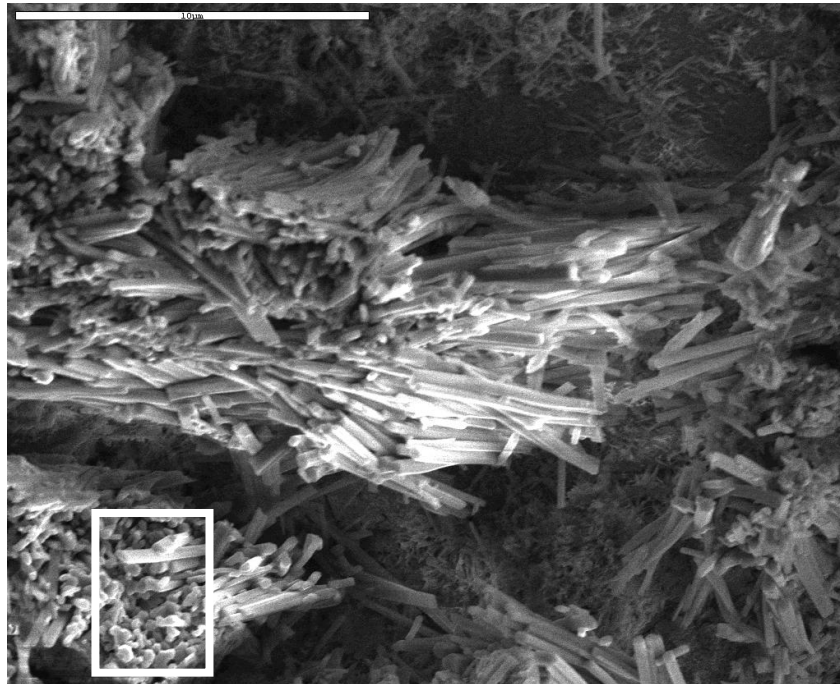


Figure IV-45 : Fracture (x5000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C

Une micrographie à fort grossissement sur une pelote d'ettringite, permet de distinguer la forme spécifique des bâtonnets d'ettringite, et la forte densité de l'empilement des cristaux (**Figure IV-46**). Vu que la quantité d'ettringite est importante, on peut affirmer qu'il y a une attaque sulfatique de l'échantillon.

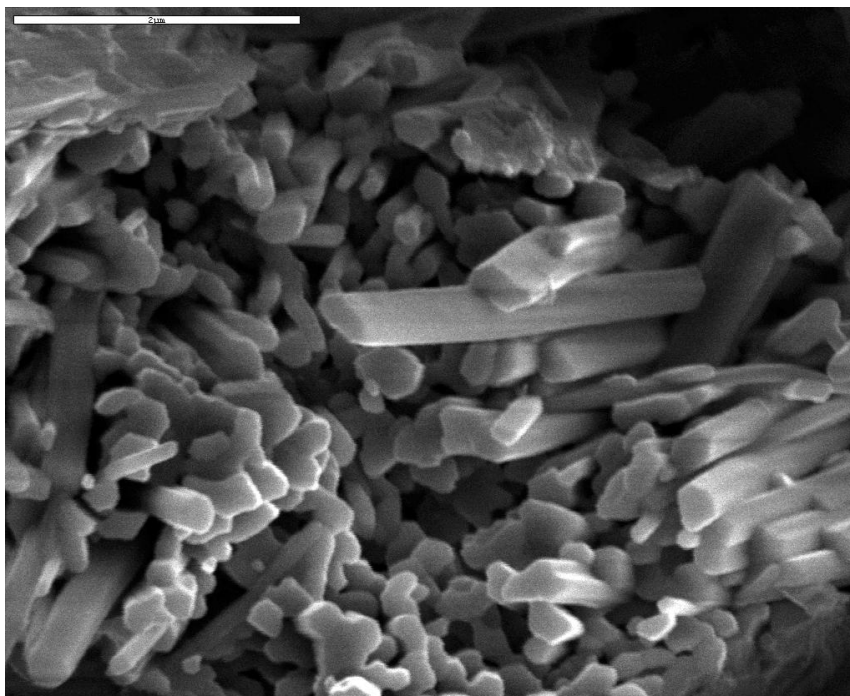


Figure IV-46 : Fracture (x20000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 60°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

On peut conclure que concernant les bétons en CEM II/59 exposés à l'immersion/séchage à 60°C, qu'il y a la présence d'ettringite comprimée en très grande quantité, particulièrement aux interfaces pâte / granulat. Le béton a donc subi une attaque sulfatique externe.

IV.3.3.4 Analyse des bétons en CEM II/59 exposés à l'immersion/séchage à 105°C

On remarque la présence d'une quantité importante de cristaux de sel (**Figure IV-47**). L'agrandissement des cristaux de sel (5 μm de hauteur et 1 μm de largeur) est donné par la **Figure IV-48**. L'analyse chimique précise la nature des cristaux de sel qui se trouve dans notre béton et montre que le sel contient une grande quantité d'éléments Na et S, Il s'agit très probablement de Na_2SO_4 . Le pic relatif à l'élément Ca provient certainement de l'environnement proche du sel qui est analysé en même temps que le sel à la microsonde. La présence de cristaux de sel est répartie de manière homogène dans l'échantillon. L'ettringite n'est par contre pas détectée.

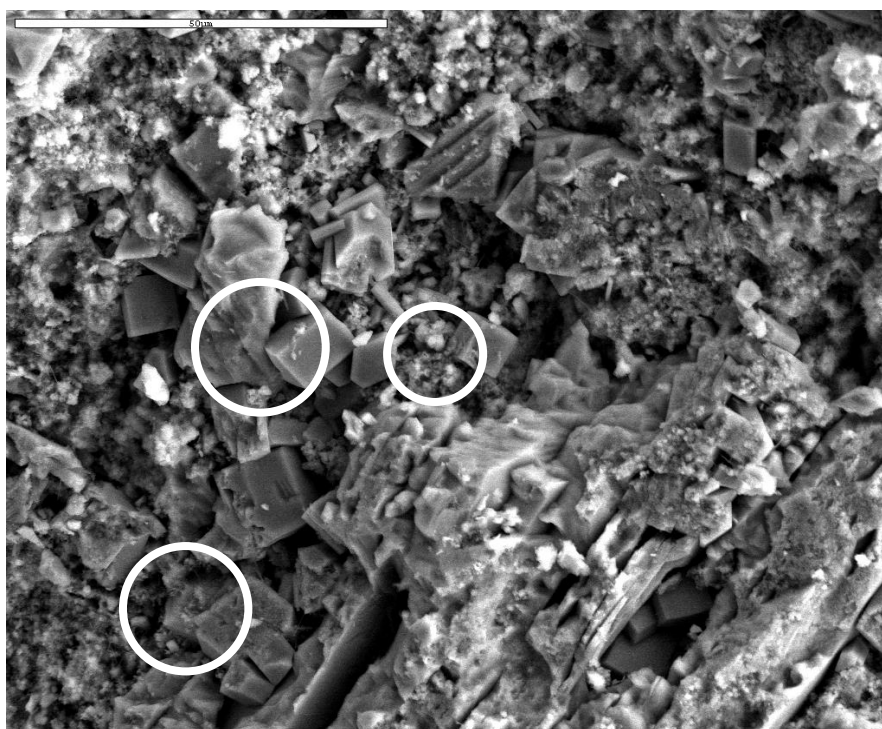


Figure IV-47 : Fracture (x1000/5kv) - CEMII/59 en I/S à 105°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

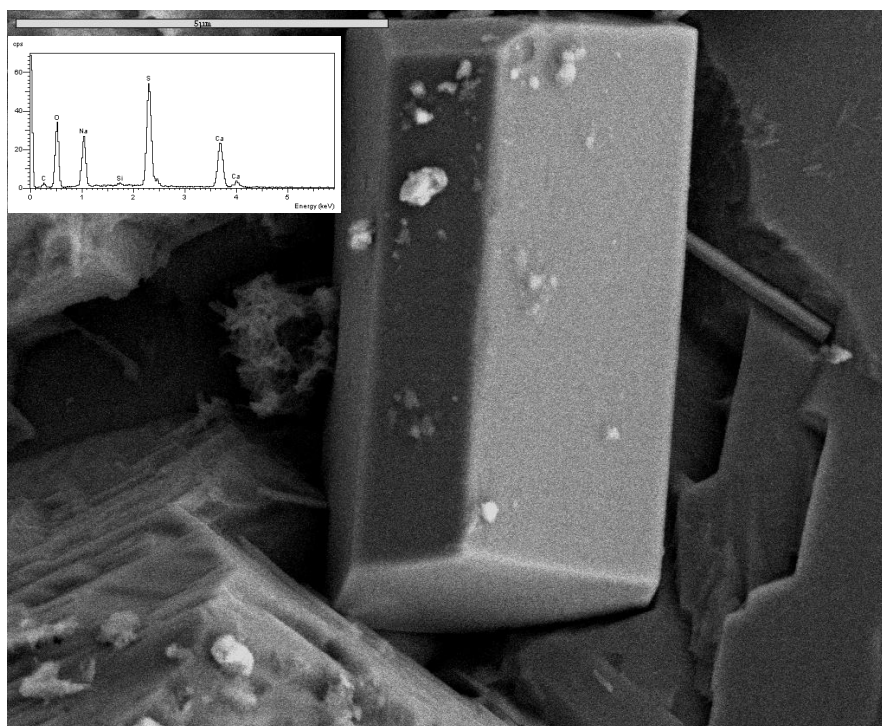


Figure IV-48 : Fracture ($\times 10000/5kv$) - CEMII/59 en I/S à 105°C

On peut conclure que concernant les bétons en CEM II/59 exposés à l'immersion/séchage à 105°C pendant 180 jours, qu'il y a une présence de cristaux de sel en quantité significative et absence complète d'ettringite. Ce protocole « immersion/séchage à 105°C » a généré une précipitation de sel. Les mesures macroscopiques montrent que l'endommagement de ces échantillons concerne la zone extérieure, qui n'est pas analysée au MEB puisqu'elle se désagrège sous forme de poudre. La zone analysée au MEB correspond à la fraction intérieure, qui est saine d'un point de vue mécanique, ce qui explique pourquoi les quantités de sel observées sont relativement faibles.

IV.3.3.5 Analyse des bétons CEM I/59 exposés à l'immersion complète

L'analyse au microscope électronique à balayage de cet échantillon a révélé une présence non symptomatique de pelotes d'ettringite et de portlandite (**Figure IV-49**), ce béton ne réagit pas de manière pathologique aux sulfates (CEMI).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

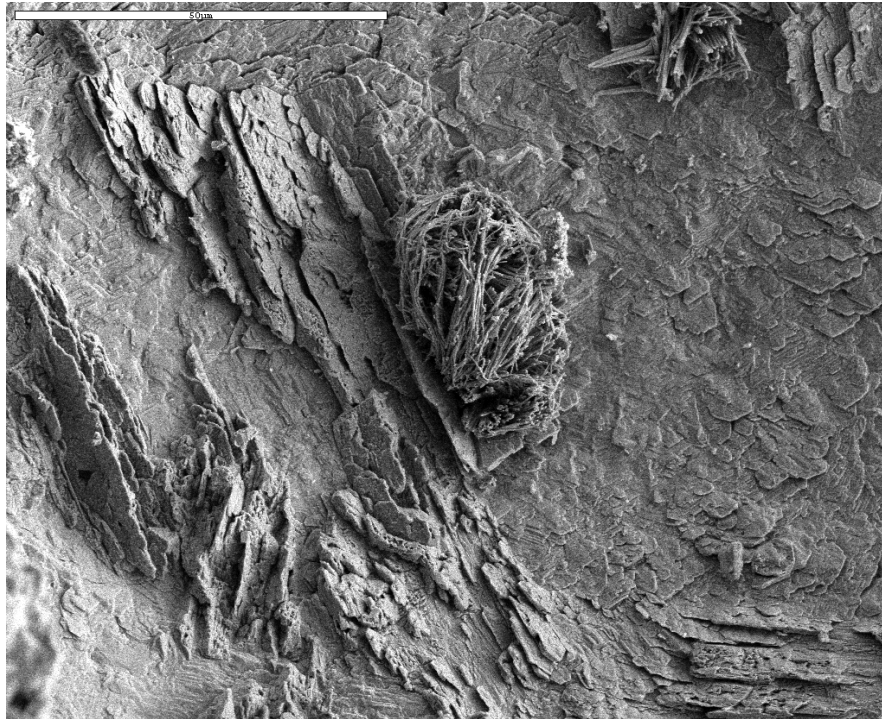


Figure IV-49 : Fracture (x5000/5kv) - CEMI/59 en I C

IV.3.3.6 Analyse des bétons CEMI II/49 exposés à l'immersion complète

Une importante quantité d'aiguilles d'ettringite regroupées sous forme de pelotes comprimées est détectée dans l'échantillon (**Figure IV-50** et **Figure IV-51**). Ce sont les signes d'une attaque sulfatique externe significative.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

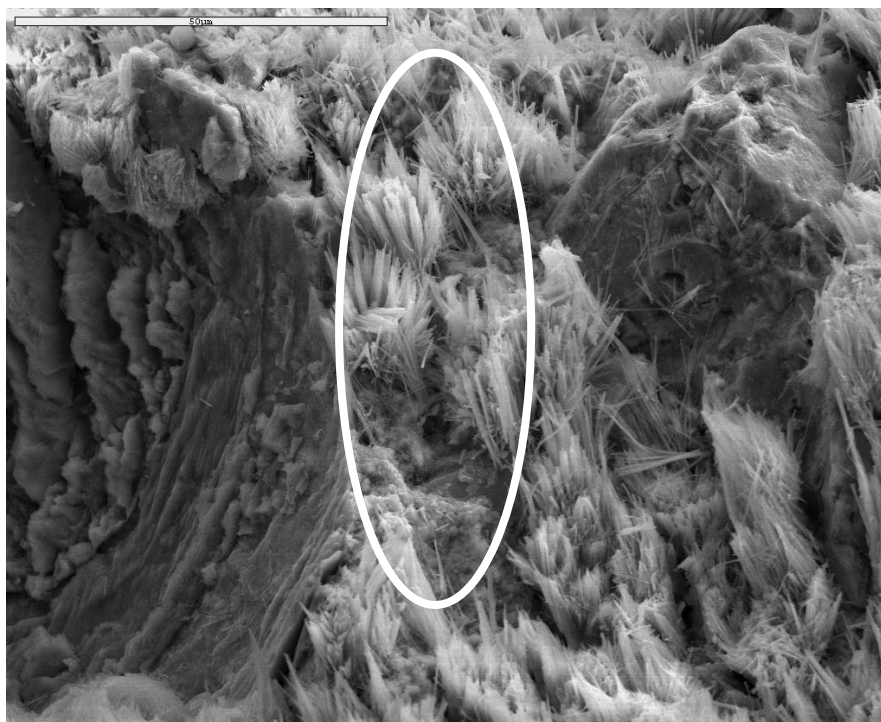


Figure IV-50 : Fracture (x1000/5kv) – CEM II/49 en I C

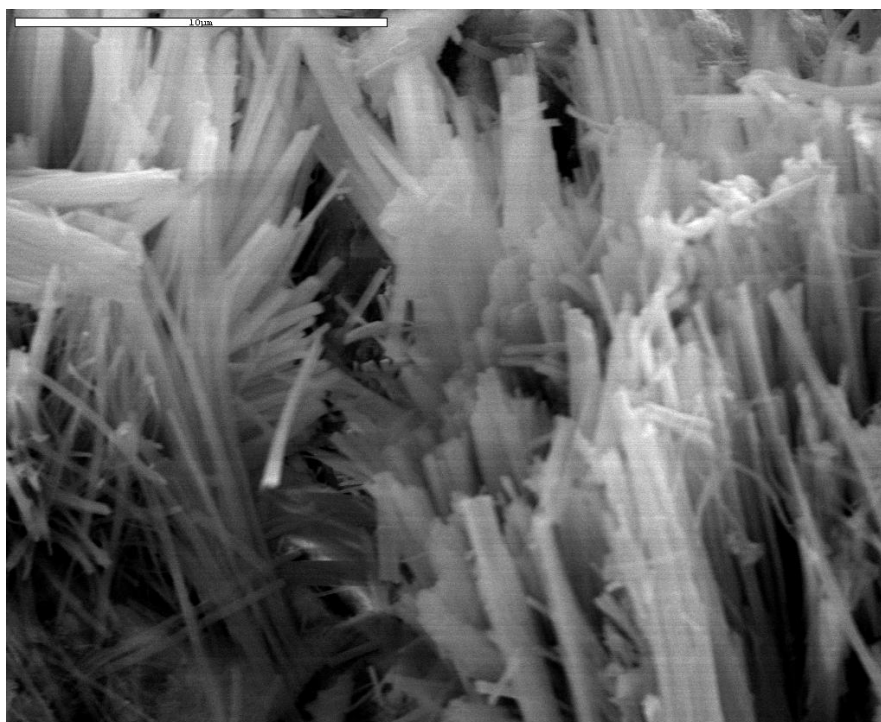


Figure IV-51 : Fracture (x5000/5kv) – CEM II/49 en I C

IV.3.3.7 Analyse des bétons en CEMI II/49 exposé à l'immersion/séchage à 60°C

Ce béton présente les symptômes d'une activité sulfatique importante, sans toutefois présenter la morphologie typique des pelotes d'ettringite comprimées (**Figure IV-52** et **Figure IV-53**). Ici, les très nombreux gros cristaux d'ettringite sont bien dissociés. Par contre, ces gros cristaux semblent prendre appuis sur de plus petites pelotes à l'aspect comprimé. Ainsi, l'échantillon peut avoir subi une attaque sulfatique externe de faible amplitude, mais son évolution semble ne pas se faire vers une aggravation, plutôt une stabilisation non pathologique.

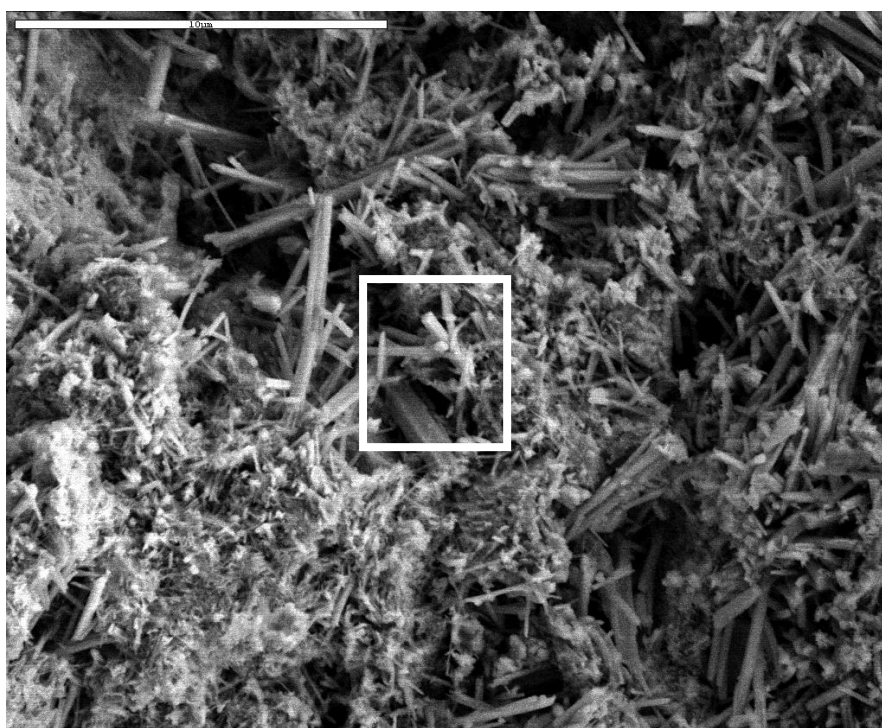


Figure IV-52 : Fracture (x5000/5kv) – CEM II/49 en I/S à 60°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

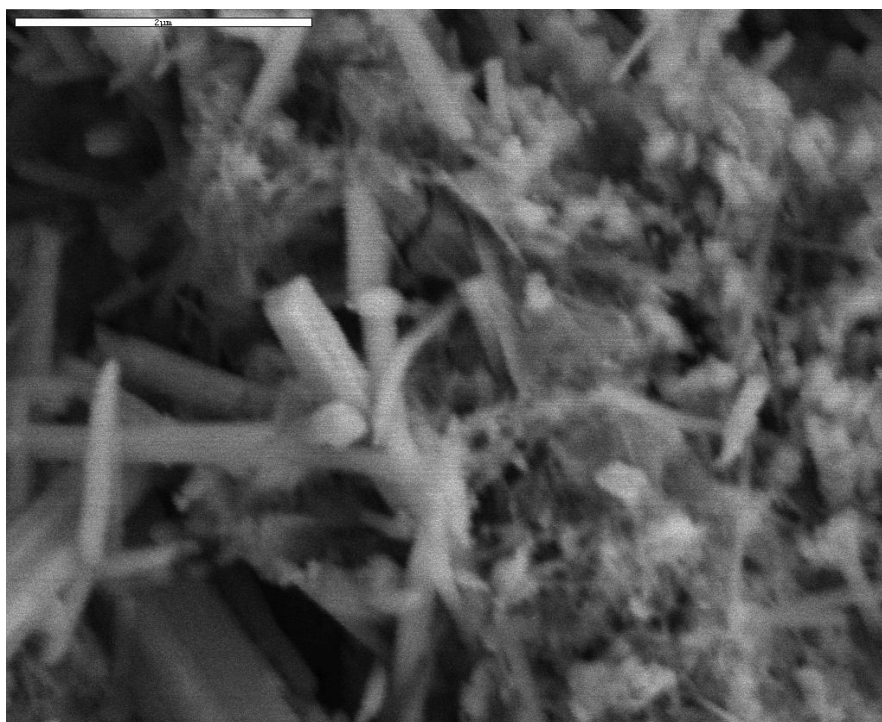


Figure IV-53 : Fracture (x20000/5kv) – CEM II/49 en I/S à 60°C

IV.3.3.8 Analyse des mortiers

Concernant les mortiers nous avons remarqué les points suivants :

Il n'y a pas de signe d'attaque sulfatique au cœur de l'échantillon en CEM II/59 en immersion complète comme le montre la **Figure IV-54**. Cela est dû à l'absence des bandes d'ettringite sur l'interface pâte / granulat, mais la très grande quantité de pelotes d'ettringite présente dans la porosité de l'échantillon laisse penser que cet état est la limite vis-à-vis d'une attaque sulfatique.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

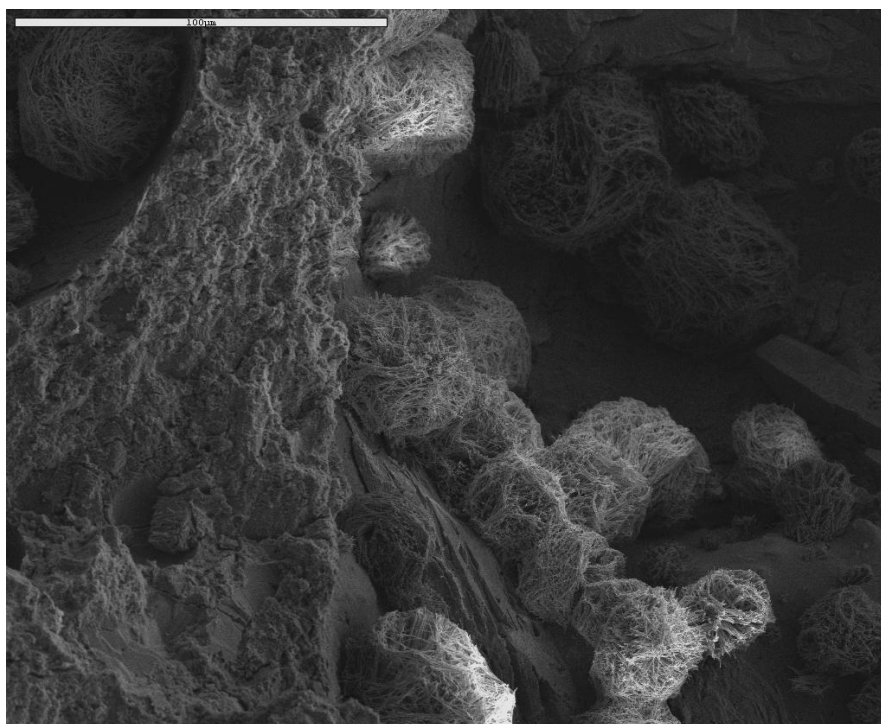


Figure IV-54 : Fracture (x500/5kv) – CEM II/59 en I C

Pour le CEM I/59 en immersion complète, on remarque une présence importante de bulles d'air (**Figure IV-55**). Cela est dû au fait que le BAP est un mortier non vibré de forte porosité (cf. **Figure IV-9**). On remarque aussi de l'ettringite sous forme de petites pelotes ainsi que de la portlandite (**Figure III-56**). Ces échantillons ont commencé à réagir suite à l'exposition aux sulfates mais globalement le mortier reste pour l'instant sain,

Le spectre représenté par la **Figure IV-57** montre que la nature des pelotes d'aiguilles est bien de l'ettringite et le spectre sur la **Figure IV-58**, confirme que les grosses plaquettes présentes à proximité des pelotes d'ettringite sont bien de la portlandite,

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

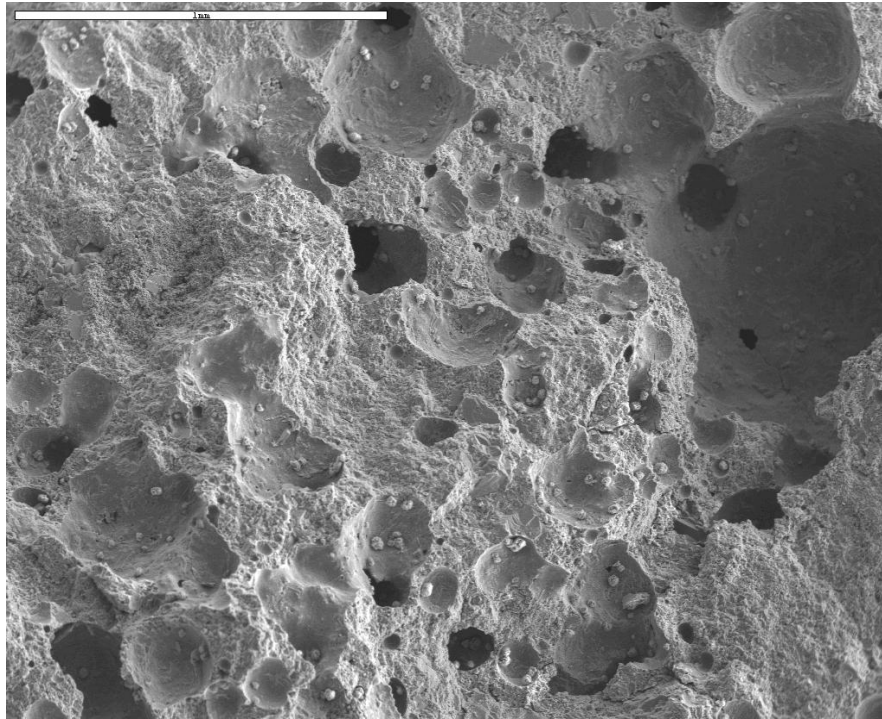


Figure IV-55 : Fracture (x50/5kv) – CEM I/59 en I C

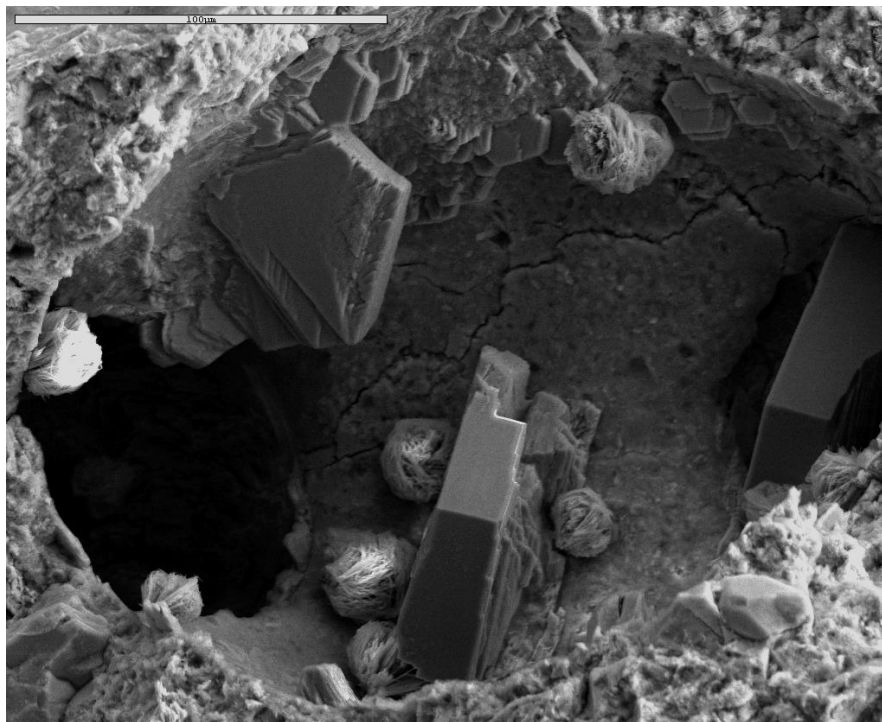


Figure IV-56 : Fracture (x500/5kv) – CEM I/59 en I C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

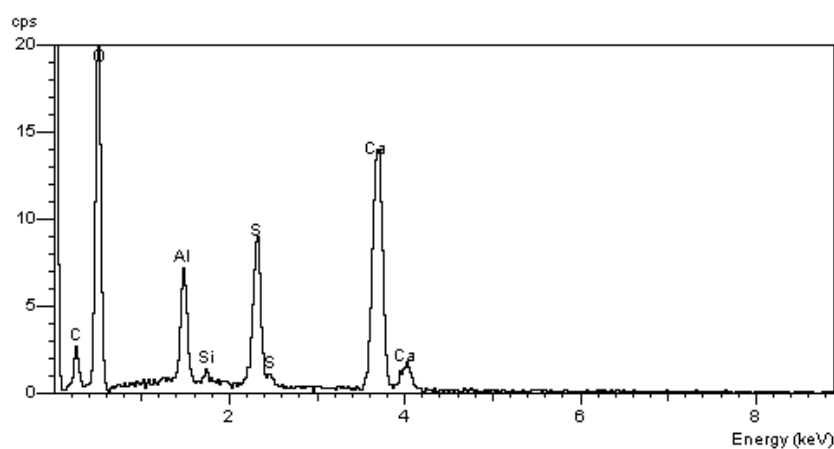


Figure IV-57 : Spectre par microsonde des pelotes d'ettringite – CEM I/59 en I C

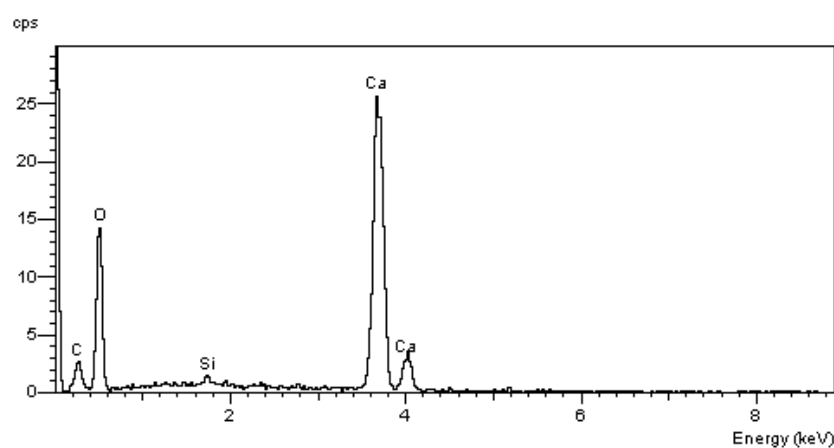


Figure IV-58 : Spectre par microsonde de la portlandite – CEM I/59 en I C

Concernant les mortiers CEM II/49 en immersion complète pendant 180 jours, on remarque une quantité importante de pelotes non comprimées d'ettringite dans les vacuoles (**Figure IV-59**).

Bien que l'échantillon soit resté à l'état sain, on peut dire qu'il est probablement à la limite d'une attaque sulfatique.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplacants

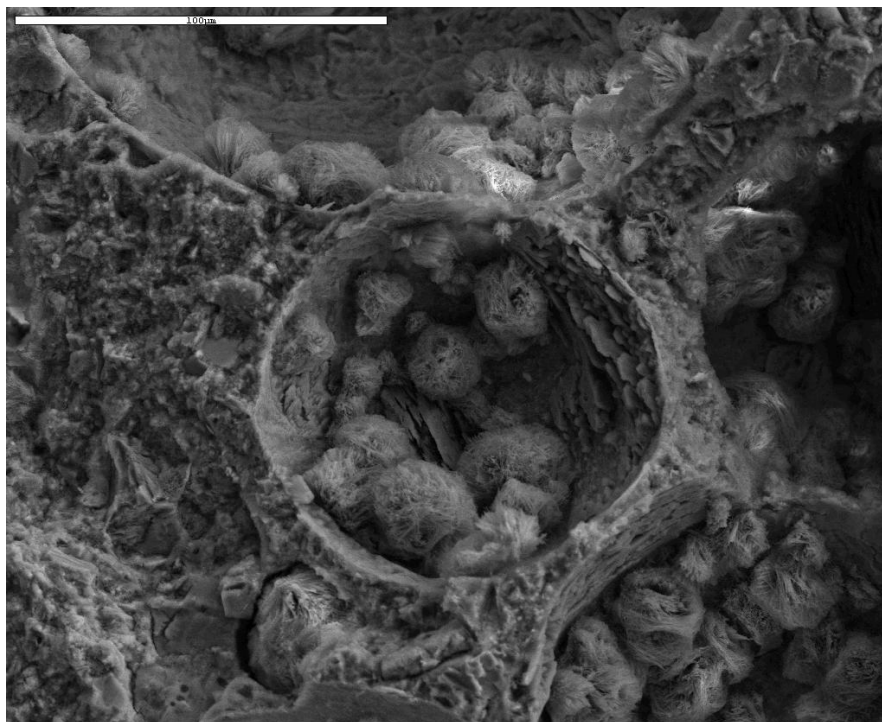


Figure IV-59 : Fracture (x1000/5kv) – CEM II/49 en I C

Le mortier de CEM I/49 en immersion complète pendant 80 jours présente des vacuoles remplies d'ettringite en pelotes non comprimées (**Figure IV-60**). Ajouté à l'état sain de la pâte du ciment, ces observations montrent que l'échantillon de mortier est sain (**Figure IV-61**).

Concernant l'échantillon CEM I/59 en immersion/séchage à 105°C pendant 180 jours, aucune présence d'ettringite n'est remarquée. Par contre un dépôt d'une quantité considérable de cristaux de sel sur l'interface pâte / granulat confirme que l'endommagement de ce mortier a été provoqué par une précipitation de sel (**Figure IV-62** et **Figure IV-63**).

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

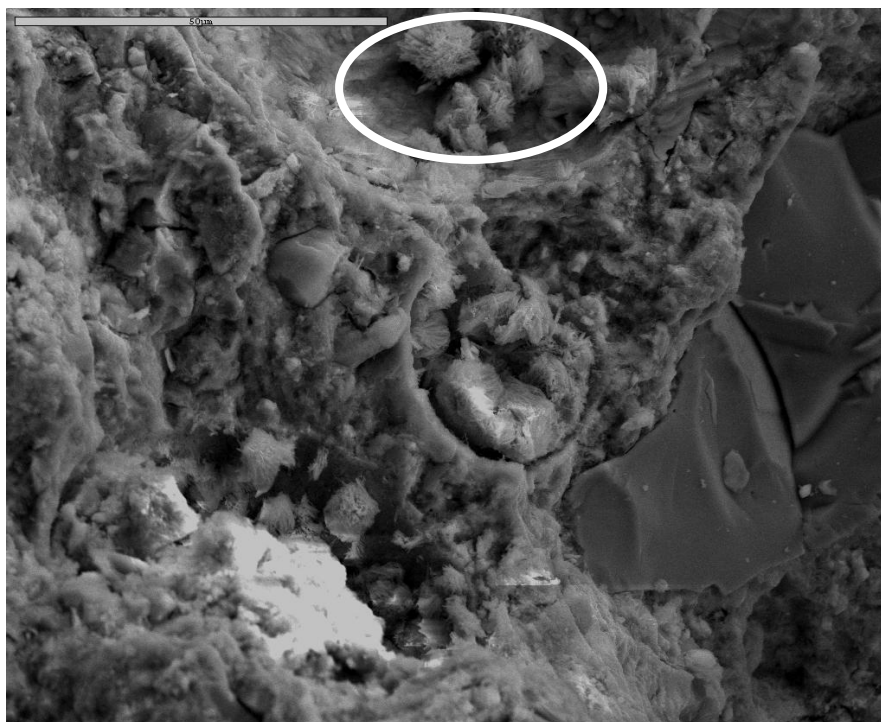


Figure IV-60 : Fracture (x1000/5kv) – CEM I/49 en I C

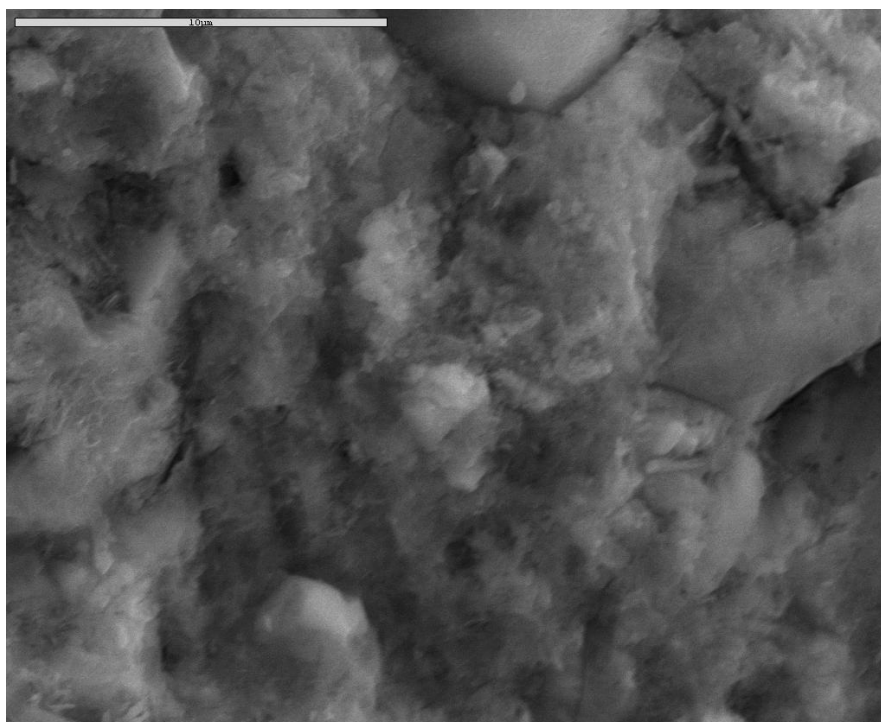


Figure IV-61 : Fracture (x5000/5kv) – CEM I/49 en I C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

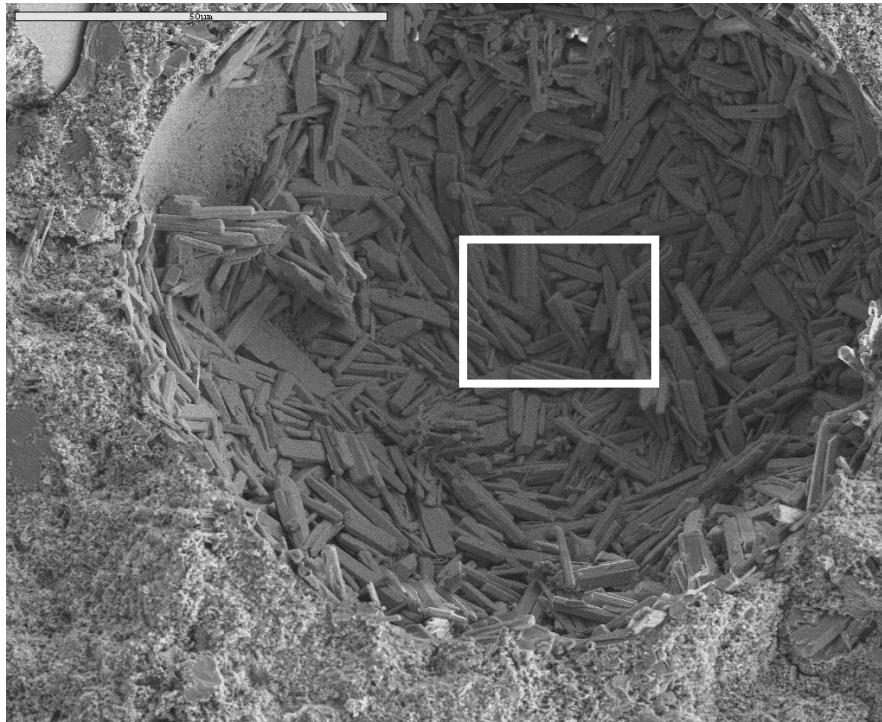


Figure IV-62 : Fracture (x1000/5kv) – CEM I/59 en I/S à 105°C

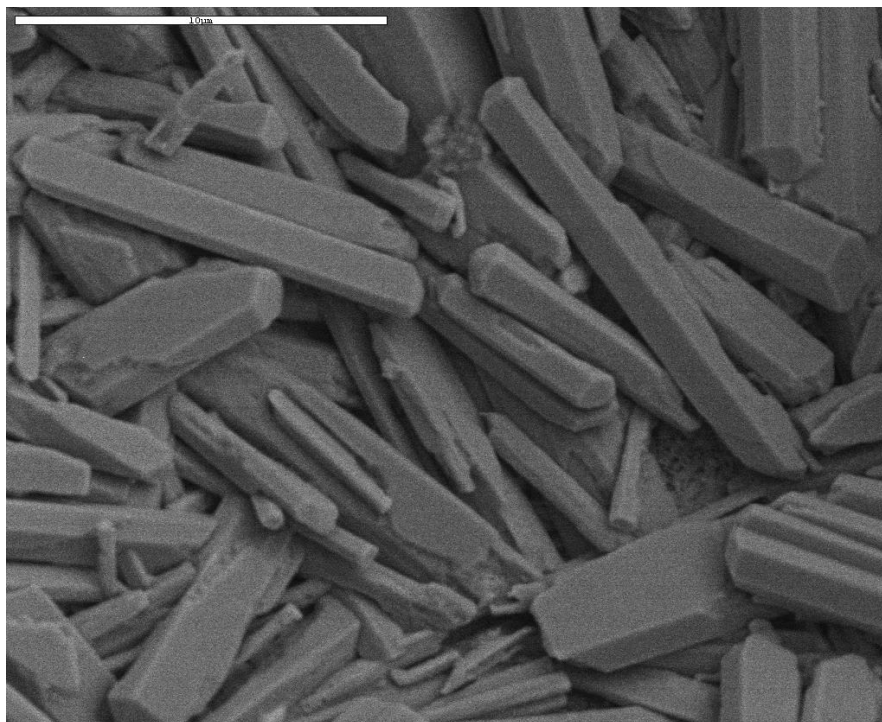


Figure IV-63 : Fracture (x5000/5kv) – CEM I/59 en I/S à 105°C

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Après l'analyse au microscope électronique à balayage de nos échantillons on peut conclure que :

- Les bétons CEM II/59 et CEM II/49 exposés à l'immersion complète et à l'immersion/séchage à 60°C ont été endommagés par une attaque sulfatique externe dont les signes sont l'absence quasi-totale de portlandite et la présence de très grande quantité de pelotes d'ettringite comprimées, particulièrement aux interfaces pâte / granulat.
- La présence de cristaux de sel et l'absence complète d'ettringite nous confirme que le protocole « immersion/séchage à 105°C » a généré une précipitation de sel et non une attaque sulfatique.
- Pour des bétons en CEM I/59 et CEM I/49 exposés à l'immersion complète et à l'immersion/séchage à 60°C, l'analyse au microscope électronique à balayage a révélé une présence normale de pelotes d'ettringite et de portlandite. Ces bétons ne réagissent pas de manière pathologique aux sulfates, ce qui s'explique par l'utilisation d'un ciment résistant aux sulfates.
- Les mortiers issus des CEM II/59 et CEM II/49 exposés à l'immersion complète présentent les signes d'une activité sulfatique significative, sans pour autant diagnostiquer une attaque sulfatique. En effet, l'ettringite n'est pas présente aux interfaces pâte / granulat mais par contre son observation est très nette dans les nombreuses vacuoles.
- Les mortiers à base de ciment CEM I/59 et CEM I/49 ont généré un dépôt d'une quantité considérable de cristaux de sel dans la porosité et dans la pâte, ce qui confirme leur endommagement par précipitation de sel.
- Dans tous les autres cas, l'état des échantillons à l'issue des protocoles est resté sain.

IV.4 Conclusion

Les différents résultats issus de l'analyse microscopique confirment bien que les bétons et mortiers formulés à partir de CEM I 42,5 PM-ES restent insensibles à l'attaque sulfatique externe.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les bétons CEM II/59 et CEM II/49 sont bien ceux qui présentent les signes les plus nets d'une attaque sulfatique externe lorsqu'ils sont soumis à l'immersion complète et l'immersion séchage à 60°C. Plus particulièrement, le béton CEM II/59 (immersion complète et immersion / séchage à 60°C) est clairement atteint d'une ASE, tandis que le cas du béton CEM II/49 est moins évident. Ce dernier montre clairement des signes d'ASE lorsqu'il est soumis à l'immersion complète. Cependant, le béton CEM II/49 soumis à l'immersion / séchage à 60°C montre clairement les signes d'une importante activité sulfatique voire même des symptômes résiduels d'une attaque sulfatique passée, mais son état semble se stabiliser vers des morphologies de cristaux d'ettringite non symptomatiques d'une ASE : des gros cristaux bien dissociés semblent remplacer des petites pelotes comprimées. Ainsi, les analyses micro tendent à confirmer que le béton CEM II/49 soumis à l'immersion / séchage à 60°C a bien subi une attaque sulfatique dans un premier temps puis évolue par la suite vers un état stable non pathologique.

Les analyses par DRX et au MEB confirment bien que l'origine des dégradations des échantillons soumis à l'immersion / séchage à 105°C ne peut être attribuée à une formation secondaire d'ettringite. La présence de sels en grande quantité démontre par contre une attaque par les sels (mirabilite et thénardite), et non une ASE.

Les analyses macroscopiques réalisées sur les mortiers montrent qu'ils subissent une attaque sulfatique significative tandis que les observations au MEB ne montrent qu'un signe d'intense activité sulfatique et non une ASE. Cette différence peut s'expliquer par le fait que les échantillons pour le MEB ont été prélevés à cœur et non en surface. Ainsi, ces résultats montrent que l'échantillon n'était atteint par une ASE qu'en surface et que l'échantillon restait relativement sain à cœur.

Les résultats de mesure de porosité à l'eau montrent que la porosité de ces mortiers est bien plus importante que celle des bétons. Les distributions de tailles de pores montrent aussi que les mortiers de rapport E/C = 0,59 possèdent un mode principal centré sur des pores beaucoup plus grands que ceux de rapport E/C = 0,49 (1 μm au lieu de 0,1 μm). Ces différences peuvent expliquer pourquoi les mortiers ne réagissent pas lorsqu'ils sont soumis à l'immersion / séchage à 60°C alors que les bétons soumis au même environnement déclarent une ASE. En effet, la forte macroporosité des mortiers, principalement due à l'air entraîné, peut constituer des vasques de libre expansion permettant de consommer le potentiel de gonflement d'une attaque sulfatique externe de faible amplitude, comme celle qui est générée suite à l'exposition à l'immersion / séchage à 60°C.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Chapitre V CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

V.1 Conclusions générales

V.1.1 Formulation des bétons

Pour obtenir les bétons autoplaçants qui ont été étudiés, la démarche suivante a été adoptée :

Des neuf formulations préliminaires de bétons, seules trois d'entre elles pouvaient être considérées comme des BAP. L'un de ces bétons a été sélectionné et amélioré pour satisfaire les performances mécaniques en diminuant le rapport E/C et en augmentant le dosage en ciment. Le béton CEM II/59 a ainsi été obtenu et validé.

A partir d'une étude sur coulis et en utilisant comme paramètre d'équivalence le seuil d'écoulement, trois autres formulations ont été testées afin d'obtenir les CEM II/49, CEM I/59 et CEM I/49, Ces quatre formules se différencient par l'utilisation de deux ciments différents (CPJ CEM II/a 42,5 et CPA CEM I CRS 42,5) et par deux rapports Eau/Ciment (0,49 et 0,59) différents. Les formulations de bétons autoplaçants ont été validées sur la base des essais rhéologiques à l'état frais et des tests mécaniques à 7 et 28 jours.

V.1.2 Durabilité des bétons étudiés face à l'attaque sulfatique externe

Les bétons les moins résistants aux différentes expositions sulfatées sont ceux à base de ciment CEM II/A 42,5, c'est-à-dire le CEM II/59 et le CEM II/49. Les bétons CEM I/59 et CEM I/49, qui sont à base de ciment CEM I 42,5 PM-ES résistent aux sulfates et se comportent sans signe d'altération face aux différentes ambiances étudiées. Les différents résultats issus de l'analyse microscopique confirment bien que les bétons et mortiers formulés à partir de CEM I 42,5 PM-ES restent insensibles à l'attaque sulfatique externe.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

La plus faible résistance aux sulfates est celle du béton CEM II/59 comparée à celle du béton CEM II/49. Ils sont à base du même ciment mais c'est la différence du rapport E/C qui modifie leur comportement. Celui de rapport E/C = 0,59 se dégrade plus vite et de manière plus importante que celui de rapport E/C = 0,49.

L'immersion complète et l'immersion / séchage à 60°C sont les deux protocoles qui ont endommagé au moins un béton par une attaque sulfatique externe. L'endommagement du béton CEM II/59 exposé à l'immersion / séchage à 60°C a été plus rapide que dans le cas de l'exposition à l'immersion complète. Par contre, l'endommagement a été plus prononcé dans le deuxième cas. Les bétons CEM II/59 et CEM II/49 sont bien ceux qui présentent les signes microscopiques les plus nets d'une attaque sulfatique externe lorsqu'ils sont soumis à l'immersion complète et l'immersion séchage à 60°C.

Les mortiers ayant subi des dégradations causées par l'attaque sulfatique externe sont ceux utilisant le CEM II/A 42,5 (i.e. CEM II/59 et CEM II/49) et exposés à l'immersion complète. Dans tous les autres cas, aucune dégradation liée à une attaque sulfatique n'a été observée.

Une fissuration longitudinale longeant les bords des mortiers utilisant le CEM I 42,5 (i.e. CEM I/59 et CEM I/49) a été observée dans le cas de l'immersion / séchage à 60°C. L'absence de variation de masses, d'allongements, d'évolution du module dynamique au cours des six mois, tend à conclure que ce n'est pas une attaque sulfatique externe qui est responsable de cette fissuration.

Les corrélations établies entre la résistance et le module dynamique permettent dévaluer les conséquences mécaniques d'une altération au cours du temps, d'une manière continue, rapide et non destructive.

V.1.3 Représentativité des protocoles

Nous pouvons aussi affirmer que le brouillard salin n'est pas un protocole discriminant pour l'étude de la durabilité de nos bétons vis-à-vis à l'attaque sulfatique externe. Ainsi 1 % de gaz SO₂, qui est déjà une quantité très élevée par rapport à une valeur réellement mesurée dans l'atmosphère, est peut être un trop faible pourcentage pour un protocole d'accélération d'une attaque sulfatique externe d'origine atmosphérique.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

Les analyses par DRX et au MEB confirment bien que l'origine des dégradations des échantillons soumis à l'immersion / séchage à 105°C ne peut être attribué à une formation secondaire d'ettringite. La présence de sels en grande quantité démontre par contre une attaque par les sels (mirabilite et thénardite), et non une ASE. L'immersion séchage à 105°C teste donc plutôt la résistance à la précipitation des sels et non pas la réaction sulfatique externe de nos bétons. Ce protocole ne vise donc pas les objectifs de notre étude.

Donc l'immersion séchage à 60°C est le protocole qui nous a permis d'avoir la réponse la plus rapide, tout en étant globalement cohérent avec le test d'immersion complète. Ce protocole peut donc constituer à priori une alternative d'accélération du vieillissement par rapport à une simple immersion. Un protocole alternatif composé d'une phase d'immersion / séchage à 60°C ne dépassant pas 100 jours suivie d'une immersion complète pourrait représenter un bon compromis entre bonne accélération et importante dégradation.

D'après les observations au MEB, le béton CEM II/59 (immersion complète et immersion / séchage à 60°C) est clairement atteint d'une ASE, tandis que le cas du béton CEM II/49 est moins évident. Ce dernier béton montre clairement des signes d'ASE lorsqu'il est soumis à l'immersion complète. Cependant, le béton CEM II/49 soumis à l'immersion / séchage à 60°C montre clairement les signes d'une importante activité sulfatique voire même des symptômes résiduels d'une attaque sulfatique passée, mais son état semble se stabiliser vers des morphologies de cristaux d'ettringite non symptomatiques d'une ASE : des gros cristaux bien dissociés semblent remplacer des petites pelotes comprimées. Ainsi, les analyses micro tendent à confirmer que le béton CEM II/49 soumis à l'immersion / séchage à 60°C a bien subi une attaque sulfatique dans un premier temps puis évolue par la suite vers un état stable non pathologique.

Les mini-cylindres correspondent à la géométrie la plus sensible aux environnements étudiés. Par rapport aux échantillons cylindriques 11x22 cm et prismatiques, les mini-cylindres se sont toujours dégradés plus vite et de manière plus prononcée.

Les analyses macroscopiques réalisées sur les mortiers montrent qu'ils subissent une attaque sulfatique significative tandis que les observations au MEB ne montrent qu'un signe d'intense activité sulfatique et non une ASE. Cette différence peut s'expliquer par le fait que les échantillons pour le MEB ont été

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

prélevés à cœur et non en surface. Ainsi, ces résultats montrent que l'échantillon n'était atteint par une ASE qu'en surface et que l'échantillon restait relativement sain à cœur.

Les résultats de mesure de porosité à l'eau montrent que la porosité de ces mortiers est bien plus importante que celle des bétons. Les distributions de tailles de pores montrent aussi que les mortiers de rapport $E/C = 0,59$ possèdent un mode principal centré sur des pores beaucoup plus grands que ceux de rapport $E/C = 0,49$ ($1\ \mu\text{m}$ au lieu de $0,1\ \mu\text{m}$). Ces différences peuvent expliquer pourquoi les mortiers ne réagissent pas lorsqu'ils sont soumis à l'immersion / séchage à 60°C alors que les bétons soumis au même environnement déclarent une ASE. En effet, la forte macroporosité des mortiers, principalement due à l'air entraîné, peut constituer des vasques de libre expansion permettant de consommer le potentiel de gonflement d'une attaque sulfatique externe de faible amplitude, comme celle qui est générée suite à l'exposition à l'immersion / séchage à 60°C .

V.2 Perspectives

Le protocole immersion / séchage à 60°C a été utilisé pour accélérer les effets de l'immersion complète. Cet objectif a été atteint pour les bétons de $E/C = 0,59$, tandis que l'endommagement des bétons de $E/C = 0,49$ reste peu significatif. L'ensemble des résultats tend à démontrer que ce protocole a bien généré les conditions d'une attaque sulfatique dans un premier temps, mais s'est révélé par la suite insuffisamment agressif. Une solution optimisée pourrait consister à réaliser des cycles d'immersion / séchage à 60°C pendant environ 100 jours puis de passer à une étape d'immersion complète dans une solution de $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ à 5 %.

Les mini-cylindres $4 \times 8\ \text{cm}$ obtenus par carottage sur des cylindres $11 \times 22\ \text{cm}$ se révèlent nettement plus sensibles à l'attaque sulfatique externe. Il est possible de constater que le module dynamique initial des mini-cylindres est plus faible que celui des mortiers ou des éprouvettes cylindriques de béton, ceci pourrait être dû au carottage. Le fait que ces échantillons soient mécaniquement plus faibles peut être à l'origine de leur plus grande sensibilité aux sulfates. Une autre différence provient du fait que les échantillons carottés n'ont pas d'épaisseur de peau de béton, contrairement aux cylindres de béton ou au mortier. Par conséquent, les interfaces pâte / granulat, qui sont la zone préférentielle de précipitation de l'ettringite, sont initialement à nue pour les mini-cylindres. Ceci pourrait contribuer à augmenter leur sensibilité aux sulfates. Ainsi, cette géométrie pourrait constituer un bon choix pour réaliser des tests de vieillissement accéléré en ambiance sulfatée. Il resterait

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

cependant à rechercher plus précisément les raisons pour lesquelles les minicylindres se révèlent plus sensibles, de manière à vérifier si la réactivité des minicylindres correspond bien à celle des cylindres à long terme.

Le brouillard salin a ici été étudié en ambiance saturée et pour une concentration en SO_2 de 1 %, Cet environnement s'est révélé insuffisamment agressif pour déclencher une attaque sulfatique dans la durée de l'étude. Une solution pourrait consister à augmenter la dose de sulfate et de réaliser des variations d'humidité au moins dans un premier temps, de manière à reproduire l'effet des cycles d'imbibition / séchage de brouillard salin. Il semblerait plus fiable de limiter la température de séchage à 60°C de manière à éviter une attaque par cristallisation des sels.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] NF EN 12-620.
- [2] Béton – Définition – Encyclopédie scientifique en ligne : www.techno-science.net, 2008.
- [3] Khayat K., «Les bétons autonivelants, Les bétons, bases et données pour leur formulation », p 479-483, Eyrolles, 1997.
- [4] Haddad O., 1er congrès international sur la technologie et la durabilité du béton à Alger, les 24, 25 et 26 Mai 2004.
- [5] Abib Z., Thèse de Magistère en Génie Civil, « Formulation et caractérisation des bétons autoplaçants », Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, Alger, le 06 Juillet 2006.
- [6] Sedran T., Thèse de Doctorat en Structure et Matériaux, « Rhéologie et rhéométrie des bétons - Application aux bétons autonivelants », Ecole Nationale des Ponts et Chaussées de Nantes, le 08 Mars 1999.
- [7] Association Française de Génie Civil «AFGC», Bétons autoplaçants – Recommandations provisoires, Juillet 2002, 63 pages.
- [8] Ecoles Française du Béton (EFB), mis en ligne par le lycée du Bâtiment Saint- Lambert, Internet, 2004.
- [9] Seddik A. Thèse de magistère en Génie Civil, « Le béton autoplaçant sous conditions locales », Département de Génie Civil, Université de Sétif (Algérie), Février 2008.
- [10] Béton autoplaçant – wikipédia en ligne, www.wikipedia.org, 2008.
- [11] Net, www.termsscience.fr, 2008.
- [12] Khélifa R., «Influence des ciments à base d'ajouts minéraux sur les propriétés mécaniques des mortiers et des bétons, Thèse de Magistère en Génie Civil, Université Mentouri de Constantine, le 11 Juillet 2001.
- [13] Khelifa R., «L'impact des cimenteries sur l'environnement – Cas de la cimenterie de Ain-Touta», Mémoire de DEA en Aménagement, Développement et Environnement, Université d'Orléans, le 18 Septembre 2002.
- [14] Rapport d'essais préliminaires, «Etude de ciments aux ajouts», Entreprise Régionale des Cimenterie de l'Est ERCE, Cimenterie de Ain-Touta, 2005.
- [15] NF P 15-010, Octobre 1997.
- [16] FEBELCEM – Fédération de l'Industrie Cimentière Belge, « Les bétons autoplaçants, Bruxelles, août 2005.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

- [17] Dreux G. et Festa J., « Nouveau guide du béton et de ses constituants », 8ème édition, Eyrolles, 1998.
- [18] Produits de ciment Couillard, « Les superplastifiants », <http://www.betoncouillard.com>, Internet, 2008.
- [19] Journée d'Information sur les Ciments, les Bétons et les Adjuvants, «Les adjuvants, définitions et opportunités d'utilisation», ERCE - CTC Est - GRANITEX, Alger, 2004.
- [20] Comparet C., Thèse de Doctorat en Chimie - Physique, «Etude des interactions entre les phases modèles représentatives d'un ciment Portland et des superplastifiants du béton», Université de Bourgogne – UFR des Sciences et Techniques, Ecole doctorale Carnot, le 8 Octobre 2004.
- [21] Chopin D., « Malaxage des bétons à hautes performances et des bétons auto-plaçants – Optimisation du temps de fabrication », Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Juin 2003.
- [22] Groupe Holcim Bétons, «Le béton autocompactant», Recommandations éditées par Holcim (Suisse) SA, novembre 2004.
- [23] Brunetaud X. et Jausserand L., «Travaux pratiques ; Ciment et bétons», Ecole Polytechnique de l'Université d'Orléans, 2005.
- [24] Sedran T., «Les Bétons Autonivelants», bulletin LCPC 196, réf, 3889, pp, 53-60, mars-avril 1995.
- [25] Turcry P., Thèse de doctorat en Génie Civil, « Retrait et fissuration des bétons autoplaçants – Influence de la formulation », Ecole Centrale de Nantes, Université de Nantes, le 3 février 2004,
- [26] Josserand L, Thèse de doctorat en Structures et Matériau, «Ressuage des bétons hydrauliques », Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, le 11 octobre 2002.
- [27] NF P 18-353, Norme Française P 18-353 ; Mesure du pourcentage d'air occlus dans un béton frais à l'aide de l'aéromètre à béton.
- [28] NF P 18-406 relative aux essais de compression des bétons.
- [29] Rougeau P., Guiraud P., «La durabilité dans le contexte normatif européen», LA DURABILITE DES BETONS, Presse de l'Ecole des Ponts et Chaussées, mai 2008.
- [30] Capmas A., «Béton et développement durable», LA DURABILITE DES BETONS, Presse de l'Ecole des Ponts et Chaussées, mai 2008.
- [31] Assié S., Thèse de doctorat en Génie Civil, « Durabilité des bétons autoplaçants », Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, le 29 Octobre 2004.
- [32] Petit J. Y., Thèse de doctorat en Génie Civil, Université d'Artois – Faculté des Sciences Appliquées et Université de Sherbrooke – Faculté de Génie, le 3 Mars 2005.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

- [33] Zhu W., Quinn J., Bartos P. J. M., «Transport properties and durability of self-compacting concrete», Proceedings of 2nd International Symposium on Self-Compacting Concrete, Tokyo, Japan, pp, 451-458, 23-25 October 2001.
- [34] Zhu W., Bartos P. J. M., «Permeation properties of self-compacting concrete», Cement and Concrete Research, 33, pp, 921-926, 2003.
- [35] Tang L., Andalen A., Johansson J. O. and Hjelm S., «Chloride diffusivity of self-compacting concrete», Proceeding of First International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (PRO 7), Stockholm, Suede, pp, 187-198, 13-15 September 1999.
- [36] Rougeau P., Maillard J. L. and Mary-Dippe C., “Comparative Study on properties of self-compacting concrete and high performance concrete used in precast construction”, Proceeding of First International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (PRO 7), Stockholm, Suede, pp, 251-261, 13-15 September 1999.
- [37] Audenaert K., De Shutter G., ”Chloride penetration in self compacting concrete” Proceeding of 3rd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (PRO 33), Reykjavik, Iceland, pp, 818-825, 17-20 august, 2003.
- [38] Aitcin P. C., Neuville A. et Acker P., «Les différents types de retrait du béton», Bulletin du LCPC 215, réf, 4184, pp, 41-51, mai - juin 1998.
- [39] Audenaert K., De Shutter G., «Influence of moisture on the carbonation of self-compacting concrete», Proceeding (SP 212) of the Dixth CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete, Greece, pp, 451-465, juin 2003.
- [40] Carde C., «Caractérisation et modélisation de l'altération des propriétés due à la lixiviation des matériaux cimentaires», Thèse de Doctorat, I,N,S,A Toulouse, 1997.
- [41] Merdia A., Talah A., Kharchi F. et Chaid R., “Contribution à l'étude de la corrosion des BHP de pouzzolane en milieu sulfaté”, Colloque International CMEDIMAT2005, Oran, Algérie, les 06 et 07 Décembre 2005.
- [42] Mather B., « Sulphate attack on hydraulic cement concrete », Fifth International Conference on Durability of Concrete, Barcelona, Spain, p12-23, 2000.
- [43] Norme Française NF P 15-010, Octobre 19897.
- [44] Baron J., « Introduction à la durabilité des bétons », p 23-38, La durabilité des bétons, Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1992.
- [45] Brunetaud X., Thèse de doctorat en Physico-chimie des Matériaux, «Etude de l'influence de différents paramètres et de leurs interactions sur la cinétique et l'amplitude de la réaction sulfatique interne au béton », Ecole Centrale des Arts et Manufactures – Ecole Centrale de Paris, le 08 Décembre 2005.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

- [46] Pavoine A., «Evaluation du potentiel de réactivité des bétons vis-à-vis de la formation différée de l'ettringite», Thèse de doctorat en Sciences des Matériaux, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2003.
- [47] Mehta P. K., "Concrete: structure, properties and materials"; Prentice-Hall, p, 105-169, Ed, 1986.
- [48] Planel D., Thèse de doctorat en Génie Civil, « Les effets couplés de la précipitation d'espèces secondaires sur le comportement mécanique et la dégradation chimique des bétons», Université de Marne La vallée, UFR des Sciences et Technologies, le 04 Juin 2002.
- [49] Skalny J. et Pierce J. S., « Sulphate attack issues», Seminar on sulphate mechanisms, Quebec City, Quebec, Canada, October 5 and 6 1998.
- [50] Cohen M. D. et Mather B., "Sulfate attack on concrete – Research needs", ACI Materials Journal, Vol, 24, N° 1, pp, 177-202, 1991.
- [51] Vernet C., "Petit memento de chimie : La durabilité des bétons", Presse le l'école nationale des ponts et chaussées, 100-106, 1992.
- [52] Damidot D., Glasser F-P., Thermodynamic investigation of the $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$ system at 25°C and the influence of Na_2O , Cem, Concr, Res., 23 : 221-238, 1993.
- [53] Damidot D., Glasser F-P., "Investigation of the $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$ system at 25°C by thermodynamic calculations", Cem, Concr, Res., 25, 1995.
- [54] Jin, "Properties of mortar for self compacting concrete", PhD Thesis de l'Université de Londres, 2002, 398 pages.
- [55] Edamatsu, Nishida et Outchi, "A rational mix-design method for self-compacting concrete considering interaction between coarse aggregate and mortar particles" Proceeding of First International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (PRO 7), Stockholm, Suede, pp, 309-320, 13-15 September 1999.
- [56] Loukili A. Turcry P., "Effect of a viscosity agent on mechanical properties of self-compacting concrete", In proceeding of Conference ICPCM A new era of building, 18-20 February 2003.
- [57] Rols S., Ambroise J. and Péra J., "Effects of different viscosity agents on the properties of self-compacting concrete", Cement and Concrete Research, 29 : 461-465, 1998.
- [58] De Schutter G., «Guidelines for testing fresh self compacting concrete» European Research Project, 2005.
- [59] De Schutter G., Tearwe L.. «Self compacting concrete», SSC proceeding of the 5th international Rilem symposium, RILEM, 2007.
- [60] Ozawa K., Tangtermsirikul S. and Maekawa K., "Role of powder materials on the filling capacity of fresh concrete", Proceeding of the first international symposium of fly ash, silica fume, slag and natural pozzolans in concrete, Istanbul, Turkey 1992,

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

- [61] Okamura H., Ouchi M., «Self compacting concrete» Journal of advanced concrete technology, Vol1, N°1, 5-15 April 2003.
- [62] Haddad O., «Contribution au développement d'outil d'aide à la formation des BAP relatif à la rhéologie à l'état frais et à la résistance au jeune âge», Thèse de doctorat de Génie Civil, Université de Cergy-Pontoise, le 19 décembre 2007.
- [63] Nachdaur L., Kaplan D., Marchese G., «Extension of concrete mortar (CEM) method to self compacting concrete» 7th CANMET/ACI Int, Conf, on superplastizers and other chemical admixtures in concrete, Berlin, Supplementary papers pp333-339, 2003.
- [64] Dossier technique de la société Granitex-NP, BP 85, 16270 Oued Smar, Alger.
- [65] Bouton J., Jakob B., «Caractérisation du comportement thixotrope : méthodes instrumentales actuelles», Les cahier de Rhéologie du GFR, volume 13, N° 1-2, p, 10-19, 1994.
- [66] Bouton J., «Cours de rhéologie» Rapport de l'Ecole du pétrole et des moteurs, 1996, France,
- [67] Trung H. P., «Comportement thixotropique des pâtes de bétons autoplaçants», 26ème Rencontres de l'AUCG, Prix Jeunes Chercheurs, La Grande Motte, juin 2006 (France).
- [68] Roussel N., Coussot P., «Ecoulement d'affaissement et d'étalement : modélisation, analyse et limites pratiques», Revue Européenne, volume 10, N°1, pp, 25-44, 2006.
- [69] Coussot P., Roussel N., «Quantification de la thixotropie des matériaux cimentaires et de ses effets» Revue Européenne, volume 10, N°1, pp, 45-63, 2006.
- [70] Ronssel N., «Ecoulement et mise en œuvre des bétons, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, août 2008.
- [71] Laffitte M., «Etude de la durabilité des bétons autoplaçants», Projet de fin d'études 5ème Année Génie Civil, Ecole Polytechnique de l'Université d'Orléans, Mars 2008.
- [72] Dupas G., Mougeot D., Cali V., «Etude de la durabilité des BAP et des BHP soumis à des attaques extérieures», Projet de fin d'études 5ème Année Génie Civil, Ecole Polytechnique de l'Université d'Orléans, juin 2008.
- [73] Rapport «Hangar de Stockage Sidi Khelifa – Coopérative de céréales et légumes secs - Wilaya de Mila», Laboratoire des Travaux Publics de l'Este LTPEst, Constantine (Algérie), 2004.
- [74] Rapport «Pont sur Oued Djeddi – Wilaya de Biskra» Laboratoire des Travaux Publics de l'Este LTPEst, Constantine (Algérie), 2004.
- [75] Rapport «Station de traitement des eaux de Ain-Tinn – Wilaya de Mila», Laboratoire des Travaux Publics de l'Este LTPEst, Constantine (Algérie), 2006.
- [76] Rapport préliminaire «Glissement CW134 - Wilaya de Mila», Laboratoire des Travaux Publics de l'Este LTPEst, Constantine (Algérie), 2006.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

- [77] Rapport du Laboratoire National de l'Habitat et de la Construction, Société de Gestion des Participations – Etudes et Engineering – Unité de Batna (Algérie), Avril 2006.
- [78] Rapport «Constatation de la dégradation du béton de l'usine de fabrication des batterie de voitures Bouzghaya - Batna», Service Environnement de la wilaya de Batna, 2008.
- [79] Ghrici M., Kenai S., Mansour M. S., Kadri E. «Some engineering properties of concrete containing natural pozzolana and silica fume», Journal of Asian Architecture and Building Engineering, November 2006.
- [80] Ghrici M., Kenai S., Meziane E. «Mechanical and durability properties of cement mortar with algeria, natural pozzolana», Springer Science + Business Media, LLC 2005.
- [81] Cours de Génie Civil «Durabilité et réparation du béton», GCI-714, Université de Sherbrooke, Canada, Internet, 2008.
- [82] Lane D. S. and Ozyildirim, «Evaluation of the potential for internal sulphate attack through adaptation of ASTM C 342 and the Duggan test», Cement, Concrete and aggregates; Vo, 21, N°1, pp, 43-58, 1999.
- [83] Attiogbe E. K., Wells J. A. et al, «Evaluation of Duggan concrete core expansion test», Research report, Canadian National Railways and Transport Institute, University of Manitoba, Canada, 1990.
- [84] EN 12370 standard, Natural stone test methods – determination of resistance to salt crystallization, 7p, 1999.
- [85] Brunetaud X., Linder R., et al, «Effect of curing conditions and concrete mix design on the expansion generated by delayed ettringite formation», Materials and Structures, 40: 567-578, 2007.
- [86] Johnson J. B., Montgomeriy M. et al, « The influence of combustion-driven pollutions on limeston deterioration: 2, The wet deposition of pollution species», Corrosion Science, Vol, 38, N° 2, pp, 267-278, 1996.
- [87] Trudgill S. T., Viles H. A. et al,, “Twenty-year weathering remeasurements at St-Paul’s Cathedral, London, Earth Surface, Process, Landforms 26, 1129-1142, 2001.
- [88] Ausset P., Crovisier J, L, et al,, « Experimental study of limestone and sandstone sulphation in polluted realistic conditions: Lausanne atmospheric simulation chamber (LASC)”, Atmospheric environment, Vol, 30, N° 18, pp, 3197-3207, 1996.
- [89] Thua T. V., Thèse de doctorat en Sciences des matériaux, «Vieillissement du Tuffeau en présence de sels : approche expérimentale et numérique», Université d’Orléans, le 03 novembre 2008.
- [90] Beck K., Thèse de doctorat en Sciences des matériaux, «Etude des propriétés hydriques et des mécanismes d’altérations des pierres calcaires à forte porosité», Université d’Orléans, le 02 octobre 2006.

Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants

- [91] PIGUET F., "Protocole expérimental de la Porosité au Mercure sous Autopore IV 9500", Laboratoire de Physique des roches, Yniversité de Cergy-Pontoise, 2007.
- [92] Renault P., «Theoretical Studies of Mercury Intrusion in Some Networks: Testing the Applicability of Mercury Intrusion in the Size Characterisation of the Lacunars Pore Space of Soil Samples», *Transport in Porous Media*, Vol, 3, p, 529-547, 1988.
- [93] Fitzner B., «Porosity analysis-A method for the characterisation of building stones in different weathering states», *Eng, Geol, Of Ancient works, Monuments and Historical Sites*, p, 2031-2037, 1990.
- [94] Wadlaw N.C., McKellar M., LI Y., "Pore and throat size distributions determinated by mercury porosimétrie and by direct observation", *Carbonate and Evaporates*, Vol, 3, N° 1, p, 1-15.
- [95] Bousquié, 1979.
- [96] Dessandier D., Thèse de doctorat, «Etude du milieu poreux et des propriétés de transfert des fluides du tuffeau blanc de touraine, Application à la durabilité des pierres en oeuvre» Université de Tours, 210p, 1995.
- [97] Bénard J., «Le nouveau traité de chimie minérale Tome 4 sous la direction de Paul Pascal», Masson et cie éditeur, 1958.
- [98] Baroghel-Bouny V., «Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons : Méthode, analyse, interprétations », *Laboratoire Central des Ponts et Chaussées*, 1994.

Mohammed Rissel KHELIFA

EFFET DE L'ATTAQUE SULFATIQUE EXTERNE SUR LA DURABILITE DES BETONS AUTOPLACANTS

Résumé :

L'objectif du travail de recherche présenté dans cette thèse porte sur l'effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants. Pour cela quatre types de bétons autoplaçants à base de ciments, de granulats concassés et d'adjuvants algériens ont été confectionnés. Chaque type béton a subi quatre protocoles différents d'attaque sulfatique externe à savoir l'immersion complète, l'immersion / séchage à 105°C, l'immersion / séchage à 60°C et l'exposition des éprouvettes à un brouillard salin. Ces ambiances visent à reproduire de manière accélérée les différentes sources de pollution capables de générer des attaques sulfatiques externes. A terme de six mois d'exposition des échantillons en béton et en mortier, il a été possible de dresser les principales conclusions reposant sur des études macroscopiques et microscopiques des échantillons testés. Trois comportements différents des bétons ont pu être distingués : bétons résistants à l'attaque sulfatique externe, bétons endommagés suite à cette attaque et bétons endommagés par la précipitation des sels et non par une réaction sulfatique externe.

Mots-clés : Bétons autoplaçants, attaque sulfatique externe, durabilité, protocoles de vieillissement, macroscopie et microscopie.

EFFECT OF EXTERNAL SULFATE ATTACK ON THE SELF-COMPACTING CONCRETE DURABILITY

Abstract:

The aim of the presented research in this thesis focuses on the effect of external sulfate attack on the durability of self compacting concrete. For that, four types of concretes based on Algerian cement, crushed aggregates and plasticizers have been made. Each type of concrete has undergone four different protocols of external sulfate attack which are the total immersion, the immersion / drying at 105 ° C, the immersion / drying at 60 ° C and the exposure of specimens to a salt spray. These environments are designed to reproduce the different accelerated sources of pollution that can generate external sulfate attack. A term of six months of exposure of the samples in concrete and mortar, it was possible to draw the main conclusions based on macroscopic and microscopic studies of the samples tested. Three different behaviors of concrete have been distinguished: concrete resistant to external sulfate attack, concrete damaged after the attack and concrete damaged by salt precipitation and not by external sulfate reaction.

Key words: Self-compacting concrete, external sulfate attack, durability, protocols of aging, macroscopy and microscopy.

تأثير هجوم الكبريتات الخارجية على استدامة الخرسانة الذاتية الوضع

ملخص:

الهدف من البحث المقدم في هذه الرسالة هو دراسة تأثير هجوم الكبريتات الخارجية على الخرسانة الذاتية الوضع. لهذا الغرض أعدت أربعة أنواع من الخرسانة الذاتية الوضع مشكلة من الأسمنت، الحصى و إضافات. كل خرسانة خضعت لأربعة بروتوكولات مختلفة لهجوم الكبريتات الخارجية وهي: الغمس الكلي، الغمس و التجفيف عند درجة حرارة 105 مئوية، الغمس و التجفيف عند درجة 60 درجة مئوية، وتعرض العينات الى البخار المالح. هذه الأوضاع تهدف إلى إعادة الإنتاج السريع لمختلف مصادر التلوث التي يمكن أن تولد هجوم الكبريتات الخارجية بعد ستة أشهر من تعرض العينات كان من الممكن استخلاص الاستنتاجات الرئيسية التي تستند إلى الدراسات العينية والمجهريه للعينات المدروسة. ثلاثة سلوكيات مختلفة قد تم تحديدها: خرسانة مقاومة هجوم الكبريتات الخارجية، خرسانة متضررة بعد هجوم الكبريتات الخارجية، خرسانة تضررت جراء ترسب الملاح، وليس بسبب هجوم الكبريتات الخارجية. الكلمات الرئيسية: الخرسانة الذاتية، هجوم الكبريتات الخارجية، العينية و المجهرية.

Mohammed Rissel KHELIFA

EFFET DE L'ATTAQUE SULFATIQUE EXTERNE SUR LA DURABILITE DES BETONS AUTOPLACANTS

Résumé :

L'objectif du travail de recherche présenté dans cette thèse porte sur l'effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants. Pour cela quatre types de bétons autoplaçants à base de ciments, de granulats concassés et d'adjuvants algériens ont été confectionnés. Chaque type de béton a subi quatre protocoles différents d'attaque sulfatique externe à savoir l'immersion complète, l'immersion / séchage à 105°C, l'immersion / séchage à 60°C et l'exposition des éprouvettes à un brouillard salin. Ces ambiances visent à reproduire de manière accélérée les différentes sources de pollution capables de générer des attaques sulfatiques externes. A terme de six mois d'exposition des échantillons en béton et en mortier, il a été possible de dresser les principales conclusions reposant sur des études macroscopiques et microscopiques des échantillons testés. Trois comportements différents des bétons ont pu être distingués : bétons résistants à l'attaque sulfatique externe, bétons endommagés suite à cette attaque et bétons endommagés par la précipitation des sels et non pas par une réaction sulfatique externe.

Mots clés : bétons autoplaçants, attaque sulfatique externe, durabilité, protocoles de vieillissement accéléré, macroscopie et microscopie.

EFFECT OF EXTERNAL SULFATE ATTACK ON THE SELF-COMPACTING CONCRETE DURABILITY

Abstract :

The aim of the presented research in this thesis focuses on the effect of external sulfate attack on the durability of self-compacting concrete. For that, four types of concretes based on Algerian cement, crushed aggregates and plasticizers have been made. Each type of concrete has undergone four different protocols of external sulfate attack which are the total immersion, the immersion / drying at 105°C, the immersion / drying at 60°C and the exposure of specimens to a salt spray. These environments are designed to reproduce the different accelerated sources of pollution that can generate external sulfate attack. A term of six months of exposure of the samples in concrete and mortar, it was possible to draw the main conclusions based on macroscopic and microscopic studies of the samples tested. Three different behaviors of concrete have been distinguished: concrete resistant to external sulfate attack, concrete damaged after its attack and concrete damaged by salt precipitation and not by external sulfate reaction.

Keywords: self-compacting concrete, external sulfate attack, durability, protocols of aging, macroscopy and microscopy.



**Centre de Recherche sur la Matière Divisée
CNRS-CRMD 1b, rue de la Férollerie 45071 Orléans**

