

INFLUENCE DES CYCLES IMMERSION - SECHAGE SUR LA DURABILITÉ DES BHP DE FINES CALCAIRES

R. CHAID, LMMC, Université de Boumerdès, Algérie

A. BALI LEM, ENP-Alger, Algérie

M.T. ABADLIA, LMMC, Université de Boumerdès, Algérie

R. JAUBERTHIE, LMCGCM, INSA-Rennes, France

RÉSUMÉ

Cet article constitue une partie d'une synthèse des travaux élaborés conjointement au Laboratoire de Génie Civil et de Génie Mécanique de l'INSA de Rennes et le Laboratoire des Matériaux Minéraux et Composites de l'Université de Boumerdès. Un des objectifs visés était en effet de valoriser, par des études de variantes, l'utilisation des ajouts cimentaires locaux dans la formulation des bétons à hautes performances (BHP).

La contribution liante des additions minérales aux propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des bétons a été évaluée par une méthodologie expérimentale originale permettant de subjuger leur effet granulaire. Les résultats obtenus montrent que la contribution du couple ciment - calcaire à la densification de la matrice est supérieure à celle obtenue lorsque le ciment n'est pas substitué par l'addition. Par conséquent, une amélioration significative des performances des bétons formulés a été observée, ceci malgré l'action préjudiciable des cycles immersion - séchage maintenus pendant 365 jours.

Mots-Clés

BHP, Durabilité, Calcaire, Immersion - Séchage.

1. INTRODUCTION

Cette recherche concerne l'étude de la durabilité d'un béton à hautes performances (BHP) élaboré à partir des ajouts cimentaires disponibles localement et pouvant relativement répondre aux mêmes propriétés que celles conférées par la fumée de silice ou les cendres volantes.

Avant 1980, les Bétons à Hautes Performances (BHP) ou Bétons à Hautes Résistances (BHR) étaient uniquement produits en laboratoire. Cette situation a beaucoup évolué vers les années quatre vingt, avec l'arrivée des superplastifiants et des fumées de silice. En effet, vers 1970, les restrictions environnementales ont contraint les industries de ferro-silicium à collecter la poussière de leurs cheminées. Comme conséquence, ces fumées se sont retrouvées dans l'industrie du béton [1].

L'emploi des BHP permet d'envisager la réalisation d'ouvrages ou d'éléments en béton de sections réduites ou de plus

grandes portées et donc des gains en poids et en matières intéressants. Elle permet aussi d'envisager dans certains cas, le remplacement de d'autres matériaux par le béton et d'ouvrir de nouveaux marchés à ce dernier (constructions multi étagées en Amérique du Nord, viaducs sophistiqués en France, revêtements routiers aux États-Unis...).

La réflexion s'oriente vers une ou plusieurs activités d'origine physique d'une poudre chimiquement inerte. Il a été montré par calorimétrie que l'hydratation du silicate tricalcique (C_3S) est plus rapide en présence de fines calcaires [2].

Dans un tel cas, le calcaire n'entre dans aucune réaction chimique, l'accélération de l'hydratation du silicate tricalcique est due à un effet physique dit de «nucléation hétérogène» : les germinations du silicate de calcium hydraté se produisent plus facilement au contact des cristaux de calcite.

Dreux G. [3] a défini les fillers comme étant des produits obtenus par broyage fin ou par pulvérisation de certaines roches (calcaire, basalte...) naturelles, agissant principalement, grâce à une granularité appropriée, par leurs propriétés physiques sur certaines qualités du ciment (accroissement de maniabilité, diminution de perméabilité et de capillarité, réduction de la fissurabilité...).

Les fillers sont dits inertes, s'ils n'ont aucune action chimique sur les ciments en présence d'eau. Le calcaire se compose principalement de carbonate de calcium $CaCO_3$ (56,03 % de CaO

et 43,97% de CO_2).

Le carbonate de calcium existe sous plusieurs formes polymorphiques : calcite, aragonite et vaterite [4]. Le calcaire peut contenir aussi SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 ou le minéral accessoire qui est la dolomite $CaMg(CO_3)_2$ 54,27% $CaCO_3$ et 45,73% $MgCO_3$ ou 30,41% MgO et 47,72% CaO .

Le calcaire dolomitique contient un mélange de dolomite et de calcite, tandis que la dolomie ne contient que de la dolomite.

Il arrive que des défauts de conception ou de mise en œuvre, que des causes accidentelles soient à l'origine des désordres. La notion de durabilité est donc indissociable de celle de qualité à tous les niveaux et en particulier de celle du matériau béton. Les altérations sont de deux types : soit érosion, qui entraîne une partie du liant, soit gonflement et éventuellement fissuration, par formation de composés expansifs.

Comme l'a démontré Lévy [5] les BHP offrent une meilleure résistance à la carbonatation que les bétons usuels en raison de leur très grande compacité et de leur microstructure. Lévy a comparé la profondeur de pénétration et la vitesse de carbonatation du béton de 60 MPa, dans un essai accéléré d'une durée prévue de 36 j

qui devait correspondre théoriquement à une exposition naturelle à la carbonatation de 300 ans.

Le béton comme beaucoup de roches naturelles, est traversé d'une multitude de canaux très fins et de canaux capillaires, par lesquels se font les échanges avec le milieu extérieur. La première condition de durabilité, est donc que le volume de ces capillaires soit le plus réduit possible. Sans mettre réellement en cause la durabilité, le vieillissement de la surface visible du béton reste un facteur préjudiciable sur le plan esthétique.

Les salissures sont souvent dues à la présence de mousses et de lichens aux quels s'ajoutent le dépôt de diverses poussières.

2. MATÉRIAUX UTILISÉS

2.1 LE CIMENT

Le ciment utilisé est le CEM I 52,5 de l'usine Saint Pierre Lacour (France), dont la composition minéralogique calculée par la méthode de Bogue est donnée au tableau 1.

Minéraux	%
C ₃ S	79,84
C ₂ S	2,22
C ₃ A	9,10
C ₄ AF	9,44

Tableau 1 : Composition minéralogique du ciment CEM I 52,5.

Pour calculer la composition du béton il est nécessaire de déterminer la résistance vraie du ciment utilisé, soit dans notre cas présent le CEM I 52,5. Le mortier normal utilisé est conçu suivant la norme NF P 15-403 avec un rapport eau/ciment égal à 0,5.

Les éprouvettes de mortier (4 x 4 x 16 cm³) sont conservées en salle humide (20°C, 95% HR) pendant 7 j, puis stockées en salle climatisée (20°C, 50% HR) jusqu'à la réalisation des essais.

Les résultats des essais de ruptures à la flexion et à la compression sont reportés sur le tableau 2.

Résistance (MPa)	02 j	07 j	28 j
Flexion	4,8	6,8	7,7
Compression	30	45	61

Tableau 2 : Évolution de la résistance du ciment CEM I 52,5.

2.2 LES GRANULATS

Le sable utilisé est un sable de carrière (0/4) recomposé conformément à la norme NF P 18-540, le module de finesse calculé est 2,47, ce qui correspond à des sables utilisés pour la recherche de résistances élevées, mais en général, il conduit à une moins bonne ouvrabilité et des risques de ségrégation.

Cependant, la teneur de la partie supposée argileuse, soit de diamètre inférieur à 0,14 mm est de 7,3 %. Les graviers utilisés sont des graviers concassés de fractions (3/8 et 8/15).

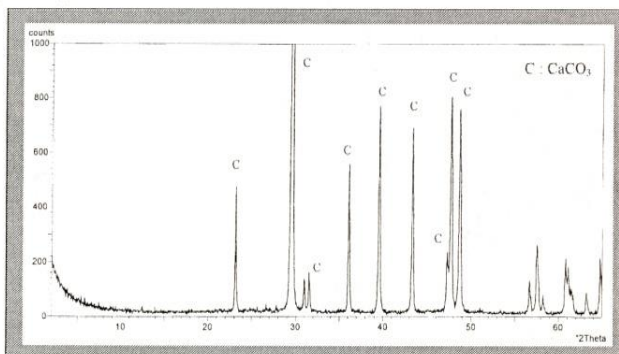
Le tableau 3 représente les différentes caractéristiques physiques du sable et des graviers (3/8 et 8/16).

Sable		Graviers	
masse volumique apparente	1 660 kg/m ³	masse volumique apparente	1 468 kg/m ³
masse volumique absolue	2,50 g/cm ³	masse volumique absolue	2,50 g/cm ³
équivalent de sable visuel	95	coefficient Micro Deval	41,6
équivalent de sable à piston	90	coefficient Los Angeles	37,6

Tableau 3 : Autres propriétés physiques des granulats.

2.3 LE CALCAIRE

Le calcaire utilisé est extrait de la carrière de Meftah (Algérie), d'un titre de 95,80 et une Surface Spécifique Blaine de 16 600 cm²/g. Sa composition minéralogique, déterminée par DRX radiogramme (fig. 1), est constituée essentiellement de calcite (CaCO₃).



2.4 L'ADJUVANT

L'adjuvant utilisé, est un plastifiant réducteur d'eau pour béton hautes performances conforme à la norme NF EN 934-2 fourni par la société SIKA (France), il permet la confection de bétons très faible rapport E/L ayant des résistances mécaniques très élevées à toutes échéances et en particulier aux jeunes âges.

Caractéristiques physiques et chimiques :

- Solution aqueuse.
- Densité : 1,23 ± 0,02.
- pH : 7 à 11.
- Teneur en ions Cl⁻ : < 0,1 %.
- Extrait sec : 40 ± 1,5 %.
- Teneur en Na₂O équivalent : 6,0 %.

Dosage : la plage d'utilisation recommandée est 0,4 à 2 % d poids du ciment selon les performances recherchées. Ce dosage pourra être dépassé pour obtenir des réductions d'eau plus importantes notamment lors de la confection des bétons avec silice micronique.

3. COMPOSITION DES BÉTONS

L'élaboration des bétons a été menée en vue d'obtenir un mélan en deux phases : un béton s'approchant, le plus possible d'une roche massive ayant la plus faible porosité et constitué par squelette inerte (gravier et sable) déterminé par la méthode Dre Gorisse, tout en optimisant le diamètre maximal des gros granulats [6].

Tandis que la deuxième phase présente la pâte liante (ciment superplastifiant, eau et calcaire). Cette dernière a été optimisée par coulis expérimentaux.

La composition du béton aux fines calcaires après optimisation est reportée sur le tableau 4.

Constituants	Composition	
Ciment	kg/m ³	475
Sable	kg/m ³	573
Gravier (3/8)	kg/m ³	130
Gravier (8/15)	kg/m ³	915
Eau	l/m ³	150
Plastifiant	l/m ³	8
Calcaire	kg/m ³	47,5

Tableau 4 : Composition du béton aux fines calcaires.

4. PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Les différentes éprouvettes de béton préparées, sont conservées en salle humide (20°C, 95% HR) pendant 24 h. Elles sont ensuite soumises aux cycles immersion - séchage. La durée de l'essai est fixée à 28 j, 3 mois et 1 an.

La durabilité des bétons est quantifiée par l'évolution aussi bien de la microstructure interne des bétons que de l'interface matrice - granulat et de la surface externe sur laquelle nous avons procédé à la mesure de la micro dureté Vickers.

L'appareil utilisé est un microscope électronique à balayage (marque Jeol (conventionnel JSM 6400), destiné à l'observation d'échantillons secs et conducteurs et à l'analyse par spectromètre de dispersion d'énergie OXFORD Link Isis et coup

Entre autre, des analyses par DRX ont permis l'identification des phases hydratées cristallisées, leur évolution et la transformation des composés cristallins du ciment anhydre dans le temps. L'appareil utilisé est un diffractomètre de type Philips PW3710, avec une anticathode au Cuivre et un filtre au Nickel, l'enregistrement est de type pas à pas.

Les essais de résistance mécanique sont réalisés sur des éprouvettes prismatiques ($7 \times 7 \times 14 \text{ cm}^3$) au moyen d'une presse hydraulique asservie (MOHR & FEDERHAFF Germany, de capacité 600 kN) pour la compression et des éprouvettes prismatiques ($7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$) au moyen d'une machine universelle asservie (Instron 4507, de capacité 300 kN) pour la flexion.

La mesure de la vitesse de propagation des ondes ultrasoniques à travers les éprouvettes de béton soumises aux cycles immersion - séchage nous a renseigné sur l'homogénéité du béton.

Nous allons adopter pour tout ce qui suit la légende suivante :

- BC : Béton aux fines calcaires.
- BR : Béton de référence.

5. RÉSULTATS ET ANALYSES

5.1 RÉSISTANCES EN COMPRESSION

L'évolution des résistances mécaniques des éprouvettes de béton conservées dans l'eau courante et celles ayant subi les cycles immersion dans l'eau et séchage à l'air suivie pendant un an, est représentée sur la figure 2.

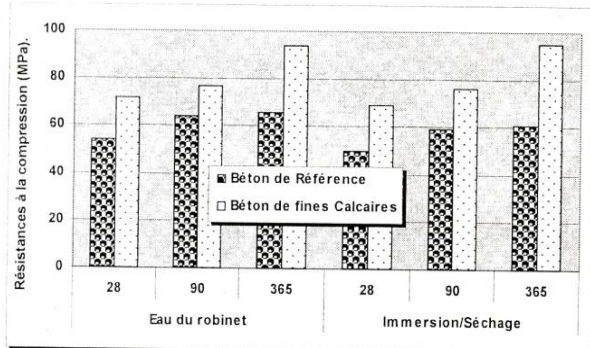


Figure 2 : Évolution des résistances mécaniques à la compression des bétons en fonction du temps.

Le carbonate de calcium, est un sel qui a deux propriétés, à savoir : il est basique par CO_3^{2-} et il donne un sel mixte peu soluble avec l'aluminate [7]. Selon J.P. Ollivier [8], il existe des forces de type chimique qui s'ajoutent à celles de Van der Waals pour assurer la cohésion entre la pâte de ciment et les granulats calcaires. Ce qui explique l'augmentation de la résistance mécanique du béton aux fines calcaires en fonction du temps de conservation, laquelle dépasse celle du béton de référence (sans ajout).

5.2 MASSES VOLUMIQUES

Concernant la variation de la masse volumique des différents bétons conservés dans l'eau courante et ceux ayant subi les cycles immersion - séchage, elle a la même tendance que celle des résistances mécaniques (fig. 3). Plus le matériau est dense plus sa résistance mécanique est supérieure.

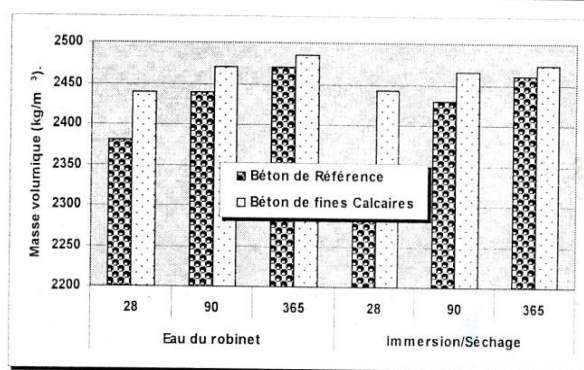


Figure 3 : Évolution des masses volumiques des bétons en fonction du temps.

On note, une faible augmentation des masses volumiques des bétons avec ajouts de fines calcaires, qui ont atteint rapidement une limite de saturation. Leur forte compacité par rapport au béton de référence explique ce résultat.

En revanche, le béton de référence continue à capter de l'eau sur toute l'année, avec un écart plus accentué entre 28 et 90 jours lorsqu'il est soumis aux cycles immersion - séchage.

Cependant, La mouture élevée des fines calcaires, conjuguée à l'action du superplastifiant (Le SIKAMET FF 86), favorisent l'accroissement de la compacité des bétons durcis.

Ce qui explique l'augmentation de leurs masses volumiques par rapport au béton de référence.

5.3 MICROSTRUCTURE INTERNE

5.3.1 OBSERVATIONS AU MEB

L'étude de la microstructure est réalisée par microscopie électronique à balayage.

Les examens sont réalisés en utilisant la technique des électrons secondaires sur des cassures fraîches obtenues par fractures des éprouvettes.

Après 12 mois de cycles immersion - séchage, l'hydratation de la matrice cimentaire conduit à la formation de la portlandite CH , de gel silico hydraté C-S-H et de l'ettringite $\text{C}_3\text{AS}_3\text{H}_{31}$ (fig. 4). On observe une structure poreuse du béton de référence, où d'importantes fines aiguilles (formes habituelles de l'ettringite) sont présentes dans les pores. Ce qui explique ses faibles masses volumiques et résistances mécaniques.

Tandis que, pour le béton avec ajout, les fines calcaires comblent les vides et l'empilement granulaire est plus compact.

En conséquence, le béton possède de meilleures performances mécaniques, sa porosité est diminuée et sa durabilité s'en trouve améliorée.

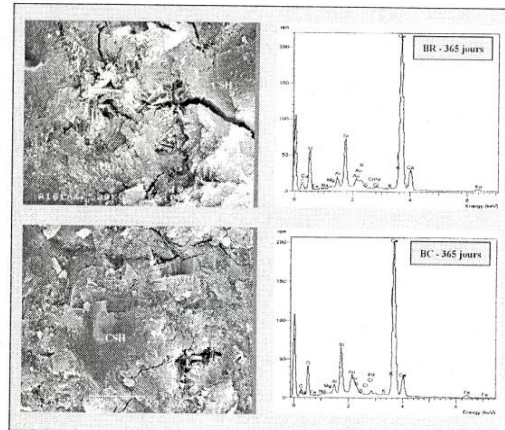


Figure 4 : Observation au MEB de la microstructure interne des éprouvettes de béton soumises aux cycles immersion - séchage.

5.3.2 MICROANALYSE

Une microanalyse globale étalée sur une plage (x 200) des éprouvettes de béton soumises aux cycles immersion - séchage, confirme la présence importante de l'ettringite dans le cas du béton de référence allant du simple au double (0,08 et 0,16%) par rapport au béton aux fines calcaires.

Pour ce qui est du rapport Ca/Si, il passe de 1/1 pour le béton de référence à 1/3 pour le béton aux fines calcaires. Ce fait explique évidemment, la quantité d'hydrates fournis par l'hydratation, mais aussi la façon dont ces hydrates s'assemblent, leur arrangement dans l'espace et leurs liaisons.

Ces deux résultants viennent étayer le rôle non négligeable des fines calcaires sur les performances des bétons, ceci malgré l'effet préjudiciable des cycles immersion - séchage.

5.3.3 ANALYSE PAR DIFFRACTION X

L'analyse par diffraction des rayons X (figure 5) illustre l'influence des cycles immersion - séchage sur les différentes formations. Les hydrosilicates de calcium formés (habituellement appelés C-S-H) sont semi - cristallins ou amorphes et difficilement identifiables par diffraction X. Seules quelques raies apparaissent mais elles sont superposées aux raies des autres phases cristallines.

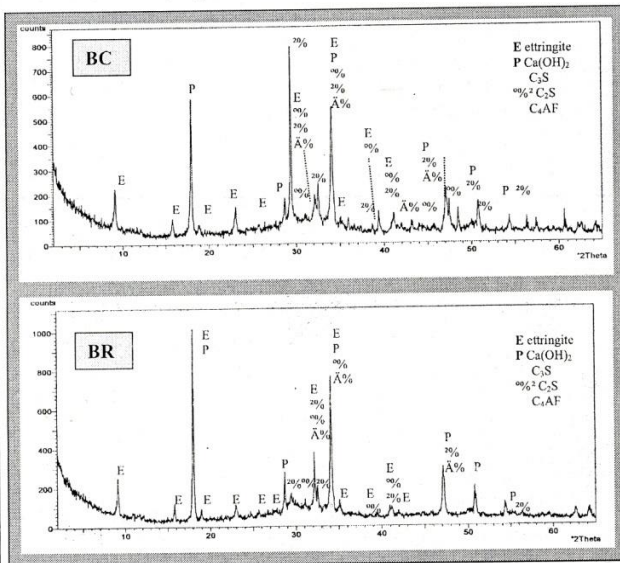


Figure 5 Radiogramme des éprouvettes de béton soumises aux cycles immersion - séchage pendant 365 jours.

Les phases cristallines (intérieur des éprouvettes) des différents bétons paraissent identiques. Cependant, l'hydratation des composés anhydres pour les bétons avec ajout de fines calcaires se trouve freinée, contrairement à celles du béton de référence.

Ceci est la conséquence de la densification de la matrice en favorisant la formation d'un béton plus compact et par conséquent des résistances chimiques beaucoup plus élevées.

5.4 PROPAGATION DES ONDES ULTRASONIQUES

La mesure de la vitesse de propagation des ondes ultrasoniques à travers le béton peut nous renseigner sur la résistance en compression. Seulement des différences peuvent exister si on considère différentes compositions et âges des bétons, dans la relation vitesse des ultrasons - résistance en compression.

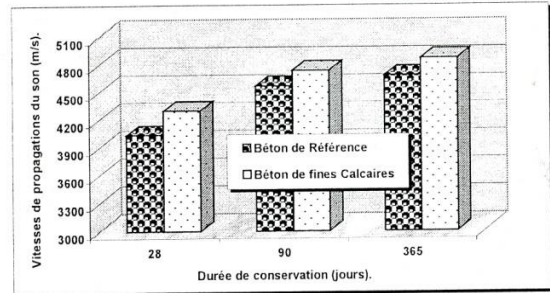


Figure 6 : Évolution des vitesses de propagation du son à travers les éprouvettes de béton soumises aux cycles immersion - séchage en fonction de la durée de conservation.

D'après les résultats obtenus (fig. 6), on note une vitesse de propagation du son dans toutes les compositions de béton d'autant plus grande que ce dernier est plus âgé, ce qui est en corrélation avec l'évolution de la compacité dans le temps.

Un écart non négligeable est observé entre le béton de fines calcaires et celui de référence. Cette augmentation peut être liée au fait que le calcaire ne se manifeste pas uniquement comme filler [2].

5.5 RÉSISTANCES EN TRACTION

La structure moins compacte observée pour le béton de référence (fig. 4), traduit une adhérence médiocre entre les granulats et la matrice cimentaire. Ce qui confirme les faibles résistances mécaniques à la compression relevées précédemment.

Cependant, l'introduction de l'ajout calcaire finement broyé, conduit à une densification de la matrice cimentaire. La mouture des particules de calcaire, permet à ses grains de s'intercaler dans les pores créés par l'hydratation du ciment entre les granulats et les produits d'hydratation.

Ce qui multiplie les liaisons microstructurales, développe l'adhérence granulat - matrice et par conséquent augmente la résistance en traction du béton aux fines calcaires, dont ses déformations se trouvent plus prononcées (fig. 7).

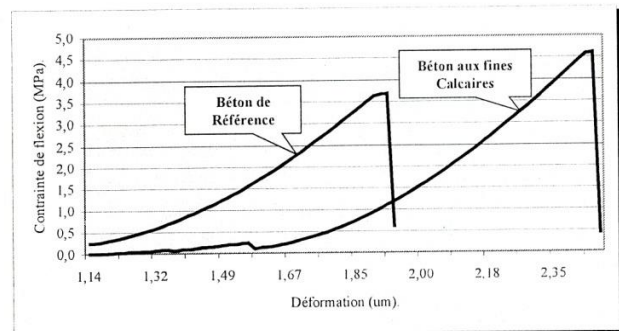


Figure 7 : Évolution des courbes contrainte- déformation (en flexion) après 3 mois de durcissement dans l'eau du robinet.

5.6 FORMATIONS SUPERFICIELLES

5.6.1 OBSERVATIONS AU MEB

Les éprouvettes soumises aux cycles immersion - séchage pendant 365 jours sont ensuite cassées et leur surface au contact du milieu de conservation est observée au MEB. Les formes cristallines observées sont soumises à la micro analyse.

Sur la figure 8, on observe des grains de portlandite carbonatée. Pour les deux bétons les cristaux se présentent sous une forme irrégulière. Cependant, dans le cas du béton aux fines calcaires, les grains de calcite sont de dimensions relativement plus grande.

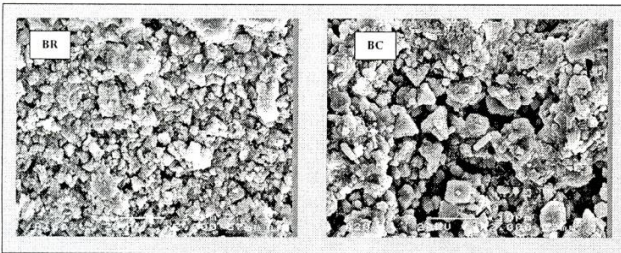


Figure 8 : Observation au MEB de la surface des éprouvettes de béton soumises aux cycles immersion - séchage pendant 365 jours.

5.6.2 MICRO DURETÉ VICKERS

La mesure de la micro dureté Vickers a été précédemment appliquée lors de nos suivis des dégradations de surfaces de mortiers.

Moyennant un certain nombre de précautions et en particulier un nombre de mesures important lié à la présence du sable, la micro dureté Vickers a permis de quantifier la durabilité de différents mortiers après des attaques sulfatiques [9-10].

Cette technique a été donc appliquée aux différents bétons ayant subi les cycles immersion - séchage pendant 365 jours. Ces micro duretés sont mesurées directement sur la surface exposée en ayant soin de ne pas prendre la surface supérieure lors du moulage, les résultats sont illustrés sur la figure 9.

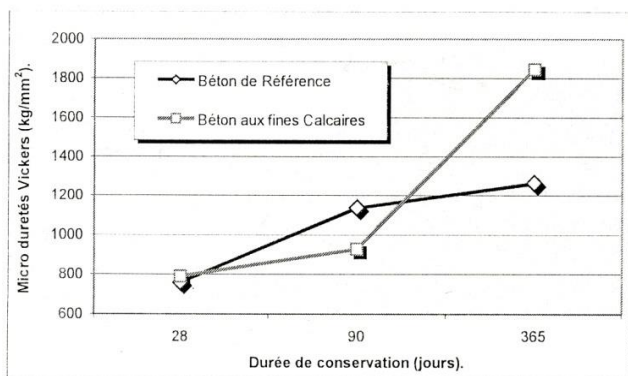


Figure 9 : Évolution des micro duretés Vickers des éprouvettes de béton soumises aux cycles immersion - séchage en fonction du temps.

Les micro duretés Vickers sont plus grandes pour les bétons de fines calcaires que pour le béton de référence. Ce qui laisse conclure que plus les cristaux de calcite sont gros, cas du béton aux fines calcaires (figure 8) plus les micro duretés Vickers sont plus élevées.

6. CONCLUSIONS

L'ajout de calcaire finement broyé a favorisé l'accroissement de la compacité des bétons, phénomène visualisé par l'augmentation de la masse volumique et de la vitesse de propagation du son au travers les différentes éprouvettes, conséquence de la densification de la matrice. En favorisant la formation d'un béton plus compact.

Ce qui a entraîné en conséquence, une amélioration relative des résistances mécaniques à la compression, ceci malgré l'action préjudiciable des cycles immersion - séchage maintenus pendant 365 jours.

L'identité de ce comportement vient du fait même de la constitution microstructurale des bétons avec ajout de calcaire

ultrafin, dont la résistance à la traction est accrue.

La microstructure interne des bétons aux fines calcaires, observée au microscope à balayage et confirmée par la microanalyse, montre notamment la densité importante des C-S-H et la consommation de la portlandite, élément favorable à la formation de l'ettringite secondaire expansible.

On souligne la qualité « haute performance » du béton aux fines calcaires, dont les dégradations observées en surface, n'ont pas affecté sa microstructure et sa capacité résistante. Au contraire, la peau du béton aux fines calcaires est davantage dure, comparée à celle du béton de référence "BHP sans ajout".

7. BIBLIOGRAPHIE

[1] S. Helland, « Utilization of HP », In : Fourth International Symposium on the utilization of high strength-high performance concrete, Edited by F. De Larrard and R. Lacroix, Paris, p.67-81, 1996.

[2] A. Nonat, « Interaction between chemical evolution and physical evolution », In : the case of tricalcium silicate, Materials and structures, p. 187-195, 1994.

[3] G. Dreux, « Nouveau guide du béton », E. Eyrolles, Paris, 1998.

[4] A. Komar, « matériaux et éléments de construction », éd. Mir, Moscou, 1978.

[5] C. Lévy, « La carbonatation accélérée des bétons : comparaison B-BHP du pont de Joigny », Bétons à hautes performances caractérisation, durabilité, applications, édité par Malier Y., presses de l'école nationale des ponts chaussées, ISBN 2-85978-187-0, p. 359-376, 1992.

[6] R. Chaid, R. Jauberthie, A. Bali et M-T. Abadlia, «Formulation des bétons de hautes performances avec des ajouts cimentaires locaux», *Revue : Algérie Équipement*, École Nationale des Travaux Publics, n°38, ISSN 111-5211, janvier 2004, p. 3-7.

[7] P. Longuet et B. Thuret, « Réactivité du carbonate de calcium avec l'aluminate tricalcique », pour CERILH, Paris.

[8] J.P. Ollivier, « Etude de la liaison entre la pâte de ciment Portland et les granulats par observation directe au microscope électronique par transmission », Thèse - Toulouse, 1975.

[9] F. Rendell, « Le comportement des bétons dans les systèmes d'assainissement », thèse de Doctorat, D00-01 INSA rennes France, 1999.

[10] R. Jauberthie, J. Fejean et Ch. Lanos, « Formation et stabilisation de l'ettringite responsable de la durée de prise du ciment Portland », *Rayons X et matière*, Strasbourg 4 et 7 Dec. 2001, (à paraître Journal de Physique), 2002.