
Caractérisation de l'expansion due à la réaction sulfatique interne à l'échelle de l'interphase pâte de ciment-granulat

M. Jebli ^{1,3,*}, F. Jamin ^{2,3}, C. Pelissou ^{1,3}, M.S. El Youssoufi ^{2,3}

¹ Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire IRSN, B.P. 3, 13115 Saint-Paul-lez-Durance Cedex

² LMGC, Univ. Montpellier, CNRS, Montpellier, France

³ MIST Lab., IRSN, CNRS, Univ. Montpellier, France

* E-mail : mouad.jebli@umontpellier.fr

RÉSUMÉ. La réaction sulfatique interne (RSI) est une réaction chimique à cinétique lente qui peut être responsable de la dégradation d'un matériau cimentaire, en développant un gonflement du matériau puis des fissurations diffuses dans la structure. L'objectif visé dans cette étude est la caractérisation expérimentale à l'échelle dite locale du béton atteint par la RSI. Les échantillons, dits composites, de dimensions 10x10x30mm³, sont constitués d'une pâte de ciment d'épaisseur 15mm mise en contact avec un granulats siliceux parallélépipédique. La forme de ces échantillons permet d'étudier le comportement de l'interphase entre la pâte de ciment et le granulats. Cette zone est identifiée comme une zone privilégiée du développement de la pathologie RSI. Compte tenu de la lenteur du déclenchement de cette pathologie, la mise en situation expérimentale au laboratoire est accélérée en choisissant des conditions favorisant l'apparition de la RSI. Les essais sont exploités à l'échelle locale par la mesure des expansions via la corrélation d'images des échantillons dégradés et par des observations au microscope à balayage électronique. Les résultats ont montré une expansion plus importante au niveau de l'interphase pâte de ciment-granulat que de la pâte de ciment seule.

ABSTRACT. Delayed ettringite formation (DEF) is a slow chemical reaction that can be responsible for the degradation of a cementitious material, developing a swelling of the material and then diffuse cracking in the structure. The objective of this study is the experimental characterization at the local scale of the concrete reached by the DEF. The composite samples, of dimensions 10x10x30mm³, consist of a 15mm thick of cement paste placed in contact with a siliceous aggregate. The shape of these samples makes it possible to study the behavior of the interface between the cement paste and the aggregate. This zone is identified as a privileged zone of the development of the DEF. Given the slowness of this pathology, the experimental setting in the laboratory is accelerated by choosing conditions favoring the appearance of DEF. The tests are exploited at the local scale by measuring expansions by image correlation of the degraded samples and by scanning electron microscope observations. The results showed a greater expansion at the cement-granulate paste interface compared to the cement paste.

MOTS-CLÉS : réaction sulfatique interne, béton, composite, interphase pâte de ciment-granulat, gonflement, MEB.

KEY WORDS: Delayed ettringite formation, concrete, composite, cement paste, interface cement paste-aggregate, swelling, SEM.

1. Introduction

La Réaction Sulfatique Interne (RSI) est une pathologie endogène qui peut toucher les matériaux cimentaires ayant été exposés à des températures supérieures à environ 65°C [Bar 07] au jeune âge. L'élévation de température peut être due soit à l'exothermie de l'hydratation du ciment, en particulier au cœur des structures massives (barrages, ponts, centrales nucléaires, ...), soit à l'échauffement appliqué au matériau lors de la préfabrication pour accélérer la prise et permettre un décoffrage plus rapide. La RSI est causée par la formation tardive d'ettringite après durcissement du béton entraînant un gonflement de la structure puis des fissurations diffuses [AlSh 15]. La RSI peut conduire à une dégradation des performances mécaniques nuisant ainsi à la capacité portante et aux fonctionnalités en service des structures en béton touchées par cette pathologie comme, par exemple, les enceintes de confinement des centrales nucléaires. Les phénomènes et les paramètres à l'origine de la RSI ne sont pas encore tous bien identifiés. La plupart des études expérimentales concernant la RSI sont réalisées à l'échelle macroscopique [Lek 08] à partir d'éprouvettes cylindriques 11x22 cm² ou 16x32 cm². Le développement de cette pathologie à l'échelle microscopique, et plus particulièrement au niveau de l'interphase entre la pâte de ciment et les granulats, reste peu abordé dans la littérature. Le principal objectif de cette étude est la caractérisation de la formation d'ettringite à l'échelle de l'interphase pâte-granat par le suivi du gonflement. Les conditions locales d'hydratation au voisinage de l'interface sont modifiées dès le début des réactions en raison d'un excès d'eau, causé par l'effet de paroi et/ou au ressuage. Ceci conduit à une augmentation locale du volume des pores dans lequel les hydrates peuvent se développer.

2. Protocole expérimental

Dans cette partie, on présente le protocole expérimental appliqué au laboratoire (LMGC) à Montpellier sur des échantillons de forme parallélépipédique (10x10x30 mm³) de pâte de ciment-granat dit « composite » et de pâte de ciment pure servant de référence. Il s'agit ici de définir le conditionnement, notamment le traitement au jeune âge, puis la caractérisation du gonflement RSI par des méthodes de suivi des expansions au cours de la dégradation. Les échantillons composites sont fabriqués en utilisant des granulats siliceux de la carrière Oscar Savreux (Paris) liés par une pâte de ciment portland CEM I 52.5 CE CP2 NF préparée avec un rapport eau/ciment de 0,47. La figure 1.a présente la géométrie des échantillons [Jeb 18].

2.1. Traitement au jeune âge

Il est admis que la température atteinte par le béton au jeune âge est un paramètre décisif pour le développement de la RSI [Brun 07]. Afin d'accélérer l'apparition de cette pathologie, les échantillons subissent un traitement hygrothermique, directement après leur fabrication, à l'aide d'une enceinte climatique « Weiss » qui permet d'imposer des cycles thermique et hydrique souhaités. Compte tenu des faibles dimensions des échantillons et de la sensibilité de l'interphase pâte-granat, nous avons choisi d'appliquer une durée plus courte du maintien de la température de cure que celle admise généralement pour les échantillons macroscopiques [LCPC 07]. Après plusieurs tests pour déterminer le palier adéquat, il a été retenu un cycle hygrothermique avec une montée en température de 5°C/heure suivie d'un palier de 2 heures à 80°C en maintenant une humidité relative proche de 95% (Figure 1.b).

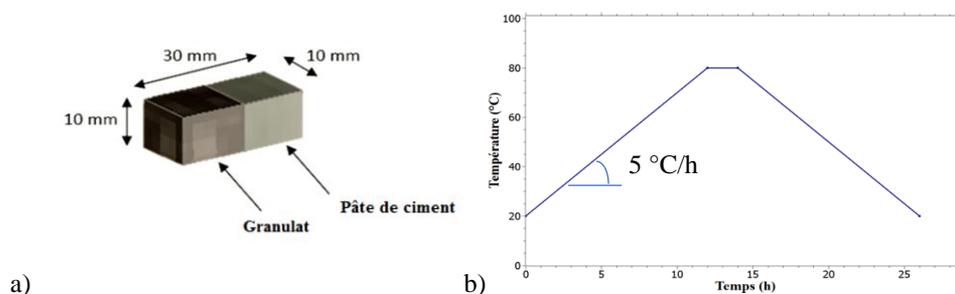


Figure 1. a) Forme et dimensions des échantillons composites ; b) Traitement thermique appliqué aux échantillons composites destinés à l'étude de la RSI.

Après le cycle hygrothermique, les échantillons sont conservés dans un bac d'eau non renouvelée à une température de 38°C.

2.2. Suivi des expansions

Pour réaliser le suivi des expansions des échantillons, de nombreuses méthodes ont été testées (jauges, extensomètre, corrélation d'images). La corrélation d'images s'est révélée la méthode la plus adaptée à la taille

et au conditionnement des échantillons. Cette méthode consiste à déposer un mouchetis (figure 2.a) sur une face de l'échantillon puis à photographier cette face tous les sept jours au cours du développement de la pathologie. Le mouchetis est ici appliqué grâce à une projection de peinture blanche sur la surface de l'échantillon teinté préalablement en noir (figure 2b). La mesure de l'expansion est réalisée en calculant les distances entre des points bien identifiés (figure 2c).

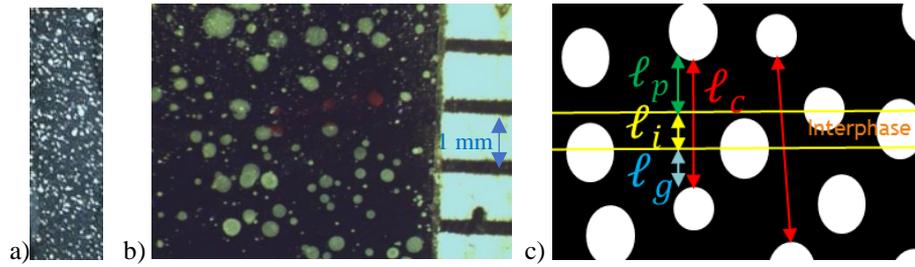


Figure 2. a) Échantillon avec son mouchetis ; b) Zoom du mouchetis au niveau de l'interphase - échelle 3mm avec la graduation à côté ; c) Méthode de la mesure d'expansion.

3. Résultats

Au cours de la dégradation, les mesures d'expansion et des observations au Microscope Électronique à Balayage (MEB) sont systématiquement réalisées sur trois composites et sur trois échantillons constitués de pâte de ciment pure.

3.1. Suivi des expansions

A un instant donné, deux mesures de déplacement $\Delta\ell$ sont systématiquement réalisées sur les échantillons dégradés de type composite pâte-granulat ($\Delta\ell_c = \ell_c - \ell_{c0}$) et pâte de ciment ($\Delta\ell_p = \ell_p - \ell_{p0}$) où ℓ_{c0}, ℓ_c et ℓ_{p0}, ℓ_p sont respectivement les longueurs initiales (indice 0) et à un instant donné de la dégradation du composite (indice c) et de la pâte de ciment pure (indice p) entre deux points choisis (figure 2.c). L'expansion mesurée sur le composite ε_c ne représente pas l'expansion à l'interphase. Néanmoins, grâce aux mesures d'expansion ε_p^{ref} effectuées sur les échantillons de référence en pâte de ciment pure, on peut en déduire l'expansion au niveau de l'interphase ε_i du composite par les équations suivantes :

$$\varepsilon_c = \frac{\Delta\ell_c}{\ell_{c0}} = \frac{\Delta\ell_g + \Delta\ell_i + \Delta\ell_p}{\ell_{c0}} \text{ et } \varepsilon_p^{ref} = \frac{\Delta\ell_p}{\ell_{p0}} \quad [1]$$

avec $\Delta\ell_g$ et $\Delta\ell_i$ les déplacements du granulat et de l'interphase au cours de la dégradation. Les mesures des expansions du granulat montrent qu'elles sont négligeables ($\Delta\ell_g = 0 \mu m$). Par conséquent, l'expansion au niveau de l'interphase ε_i s'écrit :

$$\varepsilon_i = \frac{\Delta\ell_i}{\ell_{i0}} = \frac{\varepsilon_c \times \ell_{c0} - \varepsilon_p^{ref} \times \ell_{p0}^{comp}}{\ell_{i0}} \quad [2]$$

avec $\ell_{i0} = 20 \mu m$ et ℓ_{p0}^{comp} les épaisseurs initiales de l'interphase et de la pâte de ciment au niveau du composite mesurées au MEB (figure 3a).

La figure 3b montre les expansions en fonction de la durée de conservation dans l'eau pour le composite ε_c et la pâte de ciment ε_p^{ref} issues des mesures de déplacement $\Delta\ell$ et donne la valeur calculée de l'expansion au niveau de l'interphase pâte de ciment-granulat ε_i par la relation [2].

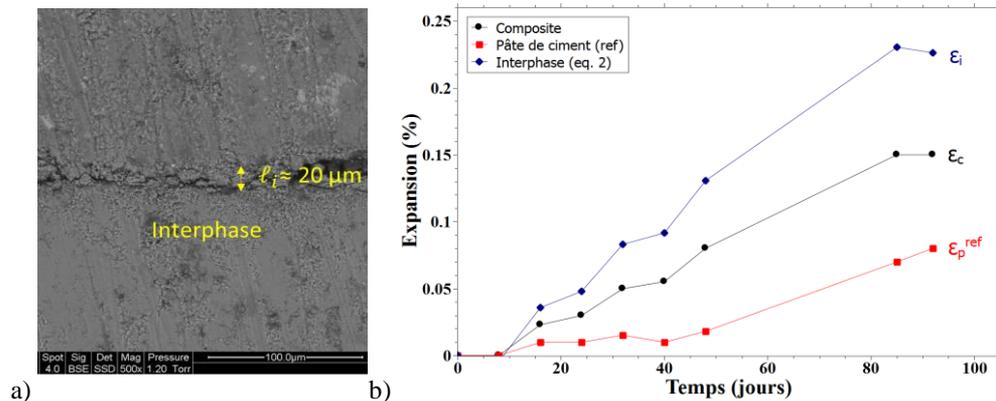


Figure 3. a) Observation au MEB de l'interphase ; b) Expansions des composites plongés dans l'eau à 38°C.

On observe un gonflement beaucoup plus important au niveau de l'interphase pâte-granulat que de la pâte de ciment pure. La cinétique d'expansion de l'interphase augmente significativement à partir de dix jours. L'expansion maximale n'a pas encore été atteinte pour les deux types d'échantillons. Cependant, la procédure expérimentale adoptée a permis de déclencher le phénomène de la RSI au niveau de l'interphase pâte-granulat.

3.2. Observations au microscope électronique à balayage

Les observations au MEB sont réalisées sur l'ensemble des échantillons dégradés. La principale difficulté est la préparation des échantillons composites sans les endommager puisqu'ils présentent une zone de fragilité au niveau de l'interphase qui est accentuée par le cycle thermique au jeune âge déclenchant la pathologie. Un exemple de première visualisation au niveau de l'interphase sur une zone non fissurée est présenté sur la figure 4 après 32 jours de conservation dans le bac d'eau à 38°C.

La figure 4 montre la présence de l'ettringite dans l'interphase. Cela est expliqué, selon Brunetaud [Brun 07], par la migration de l'ettringite contenue dans la pâte vers les zones poreuses telles que l'interphase pâte-granulat. Il en résulte que les petits cristaux ont tendance à se dissoudre pour précipiter dans des zones où ils peuvent occuper un plus grand espace. Ces premiers essais réalisés sur les composites permettent de confirmer des observations faites sur les échantillons macroscopiques dans la littérature [Brun 07], à savoir que la zone de l'interphase pâte-granulat est la zone privilégiée pour le développement de la RSI.

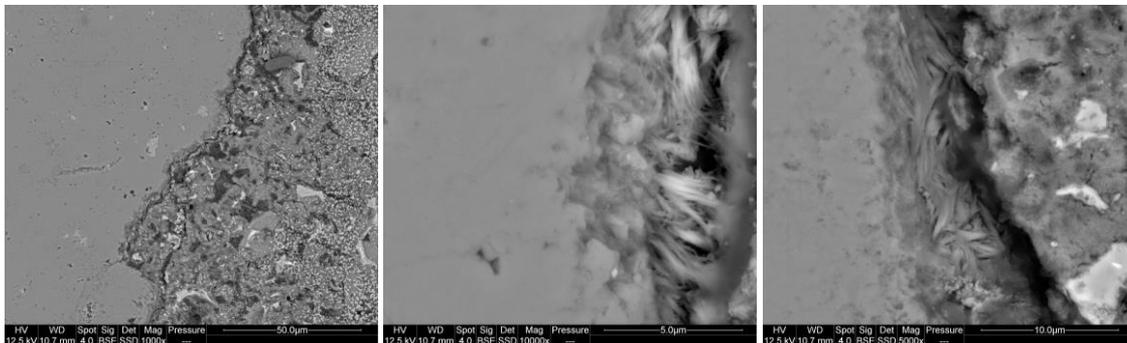


Figure 4. Ettringite localisée au niveau de l'interphase pâte de ciment-granulat (90 jours).

4. Conclusion

Un protocole expérimental permettant de statuer « plus rapidement » sur un risque de RSI au niveau de l'interphase pâte de ciment-granulat est ici proposé. Compte tenu de la dimension et de la forme des échantillons composites, la mise en place de ce protocole expérimental pour la fabrication et le déclenchement de la RSI a requis de nombreux essais préliminaires (choix de la température à appliquer, vitesse de montée en température, durée du palier,...). Comme les échantillons dégradés sont fragiles, un protocole de corrélation d'images par mouchetis est élaboré afin de mesurer l'expansion à cette échelle. L'étude faite sur les composites a montré une expansion plus importante à l'interphase pâte de ciment-granulat que sur la pâte de ciment seule.

5. Bibliographie

- [AlSh 15] AL SHAMAA, M., LAVAUD, S., DIVET, Loïc, et al. Influence of relative humidity on delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Composites*, 2015, vol. 58, p. 14-22.
- [Bar 07] BARBARULO, R., PEYCELON, H., et LECLERCQ, S. Chemical equilibria between C-S-H and ettringite, at 20 and 85 C. *Cement and concrete research*, 2007, vol. 37, no 8, p. 1176-1181.
- [Brun 07] BRUNETAUD, X., LINDER, R., DIVET, L., et al. Effect of curing conditions and concrete mix design on the expansion generated by delayed ettringite formation. *Materials and structures*, 2007, vol. 40, no 6, p. 567-578.
- [Jeb 18] JEBLI, M., JAMIN, F., MALACHANNE, E., GARCIA-DIAZ, E., et EL YOUSOUFI, M. S., « Experimental characterization of mechanical properties of the cement-aggregate interface in concrete ». *Construction and Building Materials*, 2018, vol. 161, p. 16-25.
- [LCPC 07] LCPC, Recommandations pour la prévention des désordres dus à la réaction sulfatique interne. Journée technique du LCPC, Octobre 2007, Paris, 2007.
- [Lek 08] LEKLOU, N., AUBERT, J.E., et ESCADEILLAS, G., Microscopic observations of samples affected by delayed ettringite formation (DEF). *Materials and structures*, 2009, vol. 42, no 10, p. 1369.