
Effet des additions minérales sur le potentiel d'auto-cicatrisation de mortiers

Carol Namnoum, Benoît Hilloulin, Frédéric Grondin, Ahmed Loukili.

Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique, GeM UMR 6183, Centrale Nantes – Université de Nantes - CNRS, 1 rue de la Noe, 44321 Nantes.

Carol-youssef.namnoum@ec-nantes.fr

Benoit.hilloulin@ec-nantes.fr

Frederic.grondin@ec-nantes.fr

Ahmed.Loukili@EC-Nantes.fr

RÉSUMÉ. Au cours de ces dernières années, la capacité de cicatrisation autogène du béton a été étudiée dans diverses conditions qui influencent la quantité et la qualité des produits de cicatrisation. L'addition des liants minéraux permet d'améliorer ce phénomène en favorisant les regains des propriétés mécaniques. Dans cette étude expérimentale, nous avons confronté six formules de mortiers avec des dosages différents en minéraux. Les résultats montrent que le meilleur regain mécanique est attribué au mélange incluant 15% de métakaolin et 15% de laitier en substitution volumique au ciment. L'origine de ce regain a été caractérisée par une observation microscopique au MEB et à l'aide d'un modèle micromécanique.

ABSTRACT . Recently, the autogenous healing ability of concrete has been studied under various conditions that influence the quantity and quality of healing products. The addition of minerals binders can improve this phenomenon by enhancing the recovery of mechanical properties. In this experimental campaign we have compared six mixtures of mortars with different ratio of minerals binders. Results show that the best increase in mechanical behavior is attributed to the mixture including 15% of Metakaolin and 15% of Slag in volume substitution with cement. The origin of this mechanical behavior was characterized by a microscopic observation in SEM and by a micromechanical model.

MOTS-CLÉS : Auto-cicatrisation, additions minérales, métakaolin, propriétés mécaniques, MEB, modèle micromécanique.

KEYWORDS: Self- healing, minerals additions, metakaolin, mechanical properties, SEM, micromechanical model.

1. Introduction

L'utilisation d'additions minérales est une des méthodes à suivre pour réduire l'impact carbone des matériaux cimentaires. D'autre part, l'auto-cicatrisation apparaît comme un phénomène favorable à la durabilité des constructions en bloquant la pénétration des agents agressifs et restaurant les propriétés mécaniques originelles de la structure afin d'assurer une durée de vie plus longue à l'ouvrage et un coût de maintenance moindre. La capacité intrinsèque de cicatrisation des matériaux à base de ciment peut-être sensiblement améliorée par des additions minérales [OLI 13]. Ces dernières années, un intérêt croissant est porté au métakaolin comme substituant au ciment. Il possède une réaction pouzzolanique importante qui engendre la formation du gel de CSH et C-A-S-H comme produits de cicatrisation. Par ailleurs, l'utilisation à la fois du laitier et du métakaolin possède un effet avantageux sur le comportement mécanique du matériau par rapport au mélange qui ne contient que du ciment.

Le but de cette étude est d'étudier la capacité d'auto-cicatrisation de différents mortiers incluant des mélanges d'additions minérales dont certaines inédites. Ce travail expérimental vise à mettre en évidence l'effet couplé de certains additions et leurs potentiels afin d'optimiser la cicatrisation. Dans ce sens, il s'agissait de tester les propriétés mécaniques des mortiers suite au processus d'auto-cicatrisation. Ensuite, des observations à l'échelle microscopique ont été menées pour caractériser la nature des produits de cicatrisation. Enfin, le phénomène de cicatrisation a été étudié d'un point de vue numérique en simulant les propriétés de rupture en traction de pâtes de ciment cicatrisées selon différentes durées.

2. Matériaux et programme expérimental

Dans le cadre de cette étude, des pâtes de ciment et des mortiers ont été étudiés. Les mortiers ont été confectionnés avec un rapport eau-sur-liant (E/L) de 0,4, un sable de mer 0/2 mm, un ciment CEM I 52,5 N et différents types d'additions minérales (métakaolin « MK », laitier « L », fumée de silice « FS », cendres volantes « CV », mélange de métakaolin et de laitier de haut fourneau « MK+L ») en substitution volumique partielle du ciment à hauteur de 30%. Six différentes formulations de mortiers ont été préparées. Des éprouvettes $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$ et $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ ont été conçues pour les essais.

Afin d'étudier l'impact du processus d'auto-cicatrisation sur les propriétés mécaniques, trois étapes ont été suivies. Tout d'abord, une pré-fissuration a été réalisée par un essai de flexion trois points, telle qu'une fissure réelle de $10 \mu\text{m}$ de largeur a été obtenue suite à un pilotage en ouverture d'entaille (CMOD) avec une vitesse de chargement constante de $0,2 \mu\text{m/s}$. Puis, les échantillons ont été immergés complètement dans l'eau courante à 20°C pour une durée de cure de 4 semaines. Suite à cette période de cicatrisation, les éprouvettes ont été rechargées lors d'un essai de flexion trois points et les regains mécaniques ont été quantifiés grâce à différents indices [GRA 07]. Le microscope électronique à balayage (MEB) a été utilisé pour observer les produits de cicatrisation et une analyse chimique des produits formés a également été réalisée grâce à une sonde EDS. Des fissures artificielles ont aussi été réalisées en suivant la méthodologie proposée par [HUA 13].

3. Modèle micromécanique pour le calcul du potentiel de la cicatrisation

Pour une caractérisation numérique du potentiel de cicatrisation par poursuite d'hydratation, un modèle mécanique microscopique a été utilisé. Ce modèle est basé sur le couplage entre le logiciel d'hydratation CemPP et le logiciel de modélisation aux éléments finis Cast3M [HIL 16]. En premier lieu, une microstructure de pâte de ciment de forme cubique avec un côté de $40 \mu\text{m}$ est générée par des voxels de taille $1 \mu\text{m}$. La création d'une fissure faisant $5 \mu\text{m}$ est réalisée à 48 h grâce à l'aide du code CemPP qui consiste à remplacer la zone de la fissure par l'eau pour assurer la continuité de l'hydratation. Ensuite, l'hydratation est poursuivie jusqu'à différentes échéances. Des plans en 2D du volume créé par CemPP (*Figure 1*) ont été chargés en traction (*Figure 2*) (perpendiculaire au plan de la fissure). L'endommagement a été calculé selon le modèle de Fichant dans le logiciel Cast3M. Ce couplage assure une caractérisation des propriétés mécaniques des produits de cicatrisation.

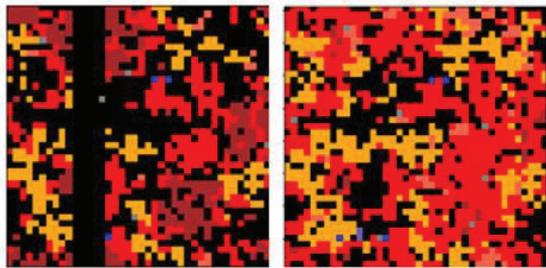


Figure 1. Extraction des sections 2D de la microstructure virtuelle 3D de CemPP à 48h (âge de création de la fissure) et 336h d'hydratation (fissure en cours de cicatrisation).

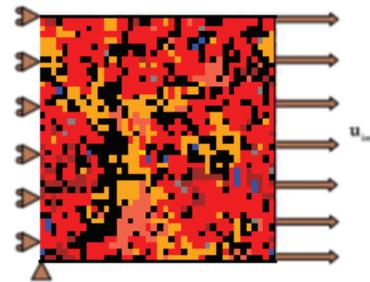


Figure 2. Conditions aux limites appliquées sur la section 2D de la pâte de ciment pour l'essai numérique de traction.

4. Analyse des résultats et discussion

4.1 Potentiel de cicatrisation : regains mécaniques

Conformément aux attentes, les résistances en compression des formules avec additions se rapprochent de la formule de référence avec un temps de cure croissant du fait des réactions pouzzolaniques. La formulation «MK + L » présente une résistance très proche de la référence à 28j (55 MPa). La réaction pouzzolanique très active du Métakaolin par rapport aux propriétés hydrauliques latentes du Laitier peut expliquer cet équilibre de fonctions qui augmente la résistance de compression au jeune âge.

Les résultats de la *Figure 3* montrent des regains mécaniques après cicatrisation plus importants en termes de résistance et de rigidité avec la composition intégrant 15% de MK et 15% du Laitier avec une fissure réelle de 10 μm et cicatrisée pendant 4 semaines. Ces résultats peuvent être attribués à la cicatrisation de la fissure grâce à la formation des produits de cicatrisation qui rétablissent le lien entre les deux faces de la fissure. On peut également conclure aussi que les regains en rigidité de cette composition sont clairement plus significatifs que les regains en résistance. Ceci est expliqué par une microstructure différente de feuillettes CSH par rapport à ceux issus de la première hydratation.

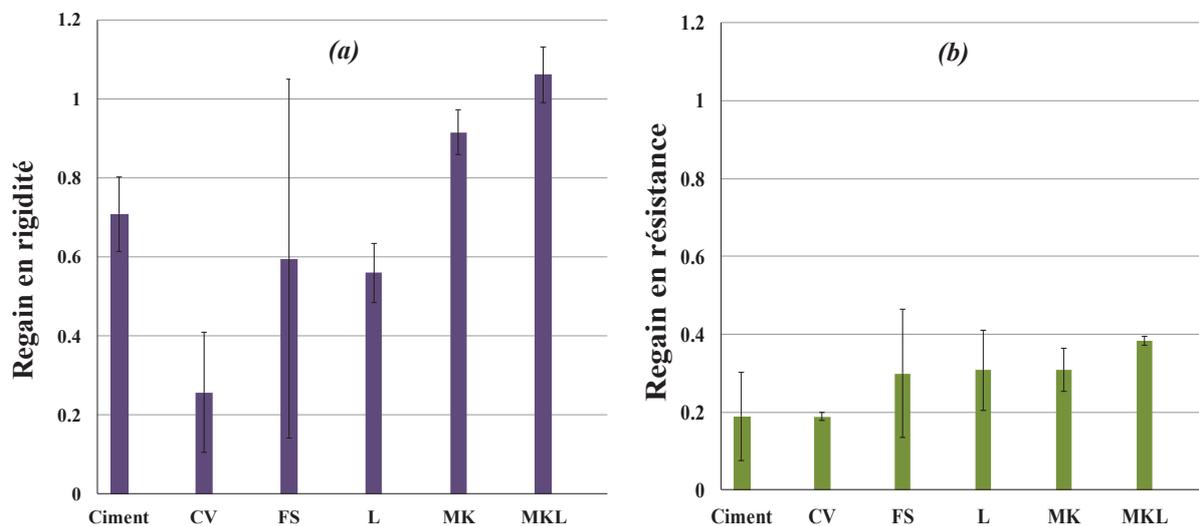


Figure 3. Influence des additions minérales sur les indices des regains en rigidité (a) et de résistance (b) pour une fissure de 10 μm et 4 semaines de cicatrisation.

Enfin, il convient de noter que les autres formulations ont un potentiel proche de la référence ce qui montre l'impact positif des additions sur la cicatrisation.

4.2 Caractérisation des produits de cicatrisation

Des produits de cicatrisation typiques observés au MEB sont illustrés par la *Figure 4*. Nous constatons la présence d'ettringite et gel de CSH comme produits de cicatrisation. Ces résultats se rapprochent des produits issus de la réaction pouzzolanique du métakaolin et la réaction d'hydratation du laitier. Par ailleurs, on ne remarque pas la présence du stralngite (un des produits d'hydratation du Métakaolin) car sa prédominance est marquée à partir de 90 jours.



Figure 4. Produits de cicatrisation observés au MEB : Pâte de ciment avec 15% du Métakaolin et 15% du Laitier pour 4 semaines.

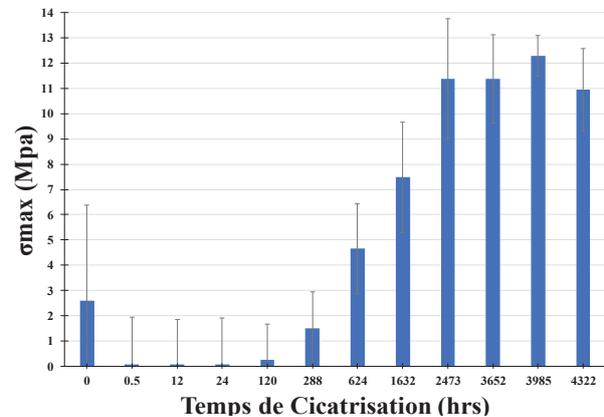


Figure 5. Regains en résistance en traction numériques en fonction du temps de cicatrisation.

4.3 Regains mécaniques numériques

La *Figure 5* illustre la réponse microscopique de la pâte de ciment fissurée à 2 jours et cicatrisée pour différents intervalles de temps. Pour une pâte de ciment fissurée à 48 h avec une largeur de 5 μm , on remarque que les premiers gains en résistance calculés interviennent aux alentours de 120 h de cicatrisation et augmentent progressivement avec la continuité d'hydratation pour atteindre une résistance qui vaut 50% de celle d'une pâte saine.

5. Conclusion et perspectives

A travers cette étude, le potentiel de cicatrisation des matériaux cimentaires contenant des additions minérales a été étudié. Cette amélioration se manifeste par une reprise rapide de rigidité des éprouvettes cicatrisées et une légère amélioration de leur capacité portante en flexion. Ces résultats mécaniques sont clarifiés par les observations microscopiques des nouveaux produits issus de la continuité d'hydratation des particules anhydres et confirmés par le modèle micromécanique développé.

Dans la suite de l'étude il sera intéressant d'avancer dans la caractérisation du comportement mécanique, pour la formulation 15% MK + 15% Laitier cicatrisée afin de trouver une formulation ternaire optimale pour la cicatrisation. En outre, les résultats microscopiques des produits de cicatrisation seront complétés par une analyse minéralogique détaillée.

6. Bibliographie

[HUA 13] HUANG H., YE G., DAMIDOT D., «*Characterization and quantification of self-healing behaviors of microcracks due to further hydration in cement paste*», *Cement and Concrete Research* 52, vol. 52, p71 - 81, 2013.

[HIL 16] HILLOULIN B., GRONDIN F., LOUKILI A., DE BELIE N., «*Mechanical regains due to Self-Healing in cementitious materials: Experimental measurements and micro-mechanical model*», *Cement and Concrete Research*, 2016.

[GRA 07] GRANGER S., LOUKILI A., M.Pijaudier-Cabot G., CHANVILLARD G., «*Experimental Characterization of the Self-Healing of Cracks in an Ultra High Performance Cementitious Material: Mechanical Tests and Acoustic Emission Analysis*», *Cement and Concrete Research* 37 ,p.519–27, 2007.

[OLI 13] OLIVIER K., DARQUENNES A., BENBOUDJEMA F., GAGNE R., «*Etude de la sensibilité à la fissuration des matériaux cimentaires avec additions minérales au jeune âge*», 31èmes Rencontres de l'AUGC, 2013.