
Biodétérioration des ciments sulfo-alumineux dans les réseaux d'assainissement urbains

Awa Yasmina Faridha SAWADOGO¹, Sébastien ROUX¹, André LECOMTE¹

¹ Institut Jean Lamour, Matériaux pour le génie-civil, Université de Lorraine-IUT Nancy-Brabois, Lieu-dit Le Montet, Rue du Doyen Urion, 54601 Villers-lès-Nancy ; awa-yasmina-faridha.sawadogo@univ-lorraine.fr; sebastien.roux@univ-lorraine.fr; andre.lecomte@univ-lorraine.fr

RÉSUMÉ. Les ciments traditionnels contiennent du clinker Portland dont la fabrication est à l'origine de fortes émissions de gaz à effet de serre. Dans le but de s'inscrire dans une démarche de développement durable, les ciments sulfo-alumineux peuvent constituer une alternative plus éco-respectueuse au clinker Portland. Cependant le manque de recul sur leur durabilité limite encore leur développement. Ainsi, cette étude s'intéresse à un processus de dégradation particulier de deux de ces ciments, en l'occurrence la biodétérioration en réseau d'assainissement réel, sur cinq différents sites de l'agglomération nancéienne, par comparaison à un CEM I et un CEM III. Après deux mois d'exposition d'échantillons de pâtes de ciment, on constate que les conditions environnementales propres à chaque site influencent la colonisation des surfaces par des bactéries sulfo-oxydantes (BSO). Les échantillons placés dans les émissaires d'eaux usées sont recouverts de BSO, et un dépôt de soufre est observé. La nuance cimentaire influence également la densité de colonisation.

ABSTRACT. Traditional cements contain Portland clinker, the manufacture of which is responsible for high emissions of greenhouse gases. In order to be part of a sustainable development process, sulpho-aluminous cements can be a more eco-friendly alternative to Portland clinker. However, the lack of perspective on their sustainability further limits their development. Thus, this study focuses on a particular degradation process of two of these cements, in this case the biodeterioration in actual sewage network, on five different sites of the Nancy agglomeration, compared to one CEM I and one CEM III. After two months of exposure of cement pastes, the environmental conditions specific to each site influence the colonization of the surfaces by sulfooxidizing bacteria (BSO). Samples placed in the sewage outfalls are covered with BSO, and a sulfur deposit is observed. The cement grade also influences the density of colonization.

MOTS-CLÉS: biodétérioration, ciment sulfo-alumineux, bactéries sulfo-oxydantes, matériaux cimentaires, réseaux d'assainissement.

KEY WORDS: biodeterioration, sulfo-aluminous cement, sulfo-oxidizing bacteria, cementitious materials, sewage networks.

1. Introduction

Les ciments sont toujours des matériaux indispensables dans le domaine de la construction. Les ciments de la norme NF EN 197-1 contiennent tous du clinker Portland, résultat de la cuisson à haute température d'un mélange équilibré de calcaire et d'argile préalablement broyé. La fabrication du clinker Portland est à l'origine d'importantes émissions de CO₂ liées à la décarbonatation du calcaire et aux combustibles de cuisson. Pour répondre aux exigences du développement durable, les ciments sulfo-alumineux (CSA) peuvent constituer une alternative intéressante aux ciments Portland. Apparu dès le début du vingtième siècle, les CSA ont tout d'abord été utilisés pour compenser le retrait du ciment Portland [GLA *et* ZHA 2001 ; TRA 2013]. Ils sont obtenus en cuisant à température plus modérée un mélange d'environ 40% de calcaire (80% pour le clinker Portland), 40% de bauxite et 20% de sulfate de calcium. Leurs émissions de CO₂ sont alors réduites. Le constituant majoritaire des CSA est la ye'elinite Ca₄Al₆(SO₄) O₁₂ qui est une variété de sulfo-aluminate de calcium. Aujourd'hui, l'usage des CSA est encore limité en Europe, notamment en raison du manque de connaissances sur leur durabilité dans divers environnements plus ou moins agressifs, tels les réseaux d'assainissement.

Les réseaux d'assainissement regroupent un ensemble d'ouvrages généralement souterrains construits en pierres, briques ou bétons destinés à évacuer les eaux usées d'une agglomération. Dans ce type d'environnement, les bactéries les plus souvent incriminées dans le processus de biodétérioration des bétons sont les bactéries sulfo-oxydantes (BSO) [MON *et al.* 2000]. Ces bactéries métabolisent de l'acide sulfurique qui interagit ensuite avec les hydrates de la matrice cimentaire. Les phases secondaires ainsi formées sont alors à l'origine de pressions internes au matériau, qui peuvent conduire à la dégradation, voire à la ruine des ouvrages.

Le travail présenté ici s'inscrit dans le cadre d'une étude de la biodétérioration de matériaux cimentaires sulfo-alumineux placés dans cinq organes réels représentatifs du réseau d'assainissement de la Métropole du Grand Nancy. Sont présentés les différents matériaux utilisés et les premiers résultats obtenus en matière de colonisation et d'analyse de surfaces d'échantillons, après deux mois d'exposition.

2. Les matériaux de l'étude

2.1. CIMENTS

Quatre nuances cimentaires ont été étudiées :

Deux ciments Portland ayant le même clinker :

- Un ciment Portland CEM I 52,5 N CE CP2 NF, considéré comme ciment de référence et noté CEM I ;
- Un ciment de haut fourneau CEM III 42,5 N PM-ES-CP1, adapté aux milieux marins, aux eaux séléniteuses et aux milieux chimiquement agressifs, noté CEM III ;

Deux ciments sulfo-alumineux :

- Un ciment sulfo-alumineux bélitique « bélicem calumex », réputé résistant aux sulfates, noté CSA B ;
- Un ciment sulfo-alumineux bélitique « ferro calumex », ayant une teneur élevée en fer et réputé avoir une bonne résistance aux sulfates et en milieu marin, noté CSA F.

Les compositions de ces quatre ciments sont présentées dans les tableaux 1 et 2.

Tableau 1 Composition des ciments Portland

Ciment	Teneur (%massique)			Composition massique du clinker(%)			
	Clinker	Laitier	Constituants secondaires	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
CEM I	97	-	3	55,2	18,3	9,4	9,9
CEM III	37	62	1				

Tableau 2 Composition chimique des ciments sulfo-alumineux

Ciment	Teneur (% massique)						
	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	TiO ₂	Chaux libre
CSA B	45	12	20	2	20	2,5	1
CSA F	44	9	25	7,5	-	-	-

2.2. PÂTES DE CIMENT

Les essais ont été menés sur des pâtes pures de ciment, constituées d'un mélange d'eau et de ciment dans des proportions définies.

Les pâtes ont été fabriquées en suivant le protocole de la norme NF EN 196-3. Les échantillons ont été moulés dans des moules en bois balkanisé de dimensions 330x45x20mm³. Après démoulage à 24h, les éprouvettes ont été conservées 27 jours sous eau à 20°C puis découpées à la scie diamantée pour obtenir des échantillons prismatiques de dimension 20x45x20 mm³.

2.2.1 Détermination des rapports E/C – porosité totale accessible à l'eau

La porosité étant un facteur déterminant dans le processus de colonisation [GRA 2017], il était important qu'elle soit maîtrisée et égale pour toutes les formulations. Pour chacune des nuances cimentaires, différents échantillons ont alors été fabriqués avec des rapports massiques Eau/Ciment (E/C) différents afin d'établir une relation entre ce paramètre et la porosité accessible à l'eau. Les mesures de porosité accessible à l'eau ont été réalisées selon la norme NF P18-459. Le protocole de séchage des éprouvettes a été adapté en se basant sur celui par « solvants organiques » défini par BERGER [BER 2009]. Ce protocole permet de préserver à la fois la structure poreuse et les hydrates, tout en étant rapide et reproductible. Les valeurs de porosité ont été calculées à partir de la masse sèche (Ms), de la masse saturée surfaces sèches (Ms. air) et de la masse saturée dans l'eau (Ms. Eau) obtenue par pesée hydrostatique selon la relation [1]:

$$e (\%) = \frac{Ms.air - Ms}{Ms.air - Ms.eau} \times 100 \quad [1]$$

A l'issue de cette étape, les différents rapports E/C ont pu être choisis (Figure 1) afin de garantir une hydratation optimale des ciments (rapport E/C supérieur à la valeur stœchiométrique) et une porosité comparable quelle que soit la nuance cimentaire.

Le taux de porosité retenu est de 16%. Cette valeur permet de garantir des conditions physiques quasi-identiques pour tous les échantillons. Elle constitue aussi un réservoir d'humidité pour les bactéries et assure une certaine connectivité des pores favorables à des transferts hydriques pouvant influencer le degré de colonisation.

La composition des pâtes correspondantes est présentée dans le Tableau 3, ainsi que la porosité accessible à l'eau effective mesurée à 28 jours.

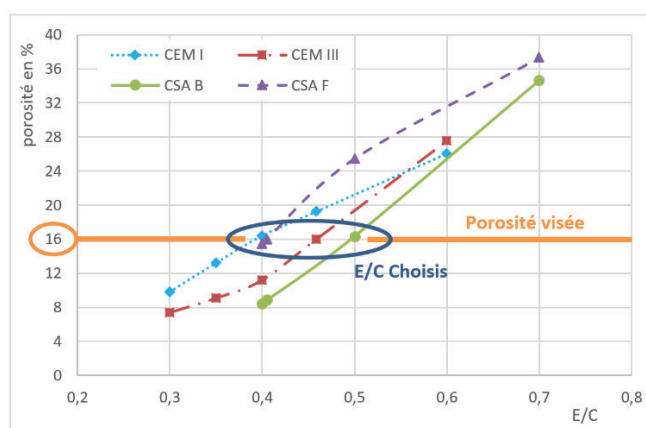


Figure 1 Porosité accessible à l'eau des différentes pâtes en fonction du rapport E/C et de la porosité visée

Tableau 3 Composition et porosité accessible à l'eau à 28 jours des pâtes de ciment des différentes nuances cimentaires

Nuance	CEM I	CEM III	CSA B	CSA F
Ciment [g]	450	450	450	450
Eau [g]	180	211,5	225	184,5
E/C	0,4	0,47	0,5	0,41
Porosité (%)	16,4	16	16,3	16

2.2.2 Eprouvettes exposées aux milieux réels

Au moment du moulage des échantillons, des réservations ont été prévues (fils de nylon) afin de réaliser par la suite des « peignes » où tous les échantillons pour une échéance d'analyse donnée ont été regroupés, sans qu'ils soient au contact les uns des autres et afin d'avoir des conditions d'exposition similaires.

3. Milieux d'étude

Cinq sites d'exposition répartis sur la Métropole du Grand Nancy ont été retenus :

- Site S1 : réseau d'évacuation d'eaux usées (S1u) et réseau d'évacuation d'eaux pluviales (S1p) situés en sortie d'un établissement hospitalier ;
- Site S2 : grande chambre de refoulement unitaire, présentant alternativement des périodes stables et turbulentes pouvant engendrer le dégagement d' H_2S [HER 2012] ;
- Site S3 : un collecteur-intercepteur unitaire, présentant un flux important pendant les périodes de pluie ;
- Site S4 : regard urbain n'étant pas au contact des effluents ;
- Site S5 : réseau de ville unitaire standard à proximité d'un poste de refoulement.

4. Résultats et analyses comparatives

4.1. COLONISATION DE SURFACE

La densité de colonisation des surfaces des échantillons a été mesurée par culture et quantification bactérienne sur milieu gélosé en boîtes de Pétri (BP). Les bactéries recherchées sont les BSO. Elles sont cultivées à l'aide du milieu défini par GÜBNER [GUB 1998].

Après deux mois d'exposition sur les différents sites, les échantillons prélevés ont été déposés individuellement dans des pots stériles contenant 100 ml d'eau distillée additionnée de NaCl (à raison de 9,5 g/l - eau douce). Ensuite, chaque pot a été mis en sonication pendant 5 minutes à 40 kHz pour détacher le biofilm. Pour chaque site d'étude et chaque nuance cimentaire, trois BP ont étéensemencées avec 10 μ l de suspension bactérienne considérée comme homogène. Les BP sont ensuite placées en étuve à 37°C pendant 72 heures d'incubation avant comptage des colonies qui s'y sont développées, en faisant l'hypothèse que chaque colonie détectée n'est issue que d'une seule cellule mère [ROC *et al.* 2006].

Les cultures en BP ont permis de calculer la colonisation des BSO en UFC (unité formant colonie). Les résultats présentés sont la moyenne des UFC des trois BP. La Figure 3 présente l'évolution de la densité de la population bactérienne après deux mois d'exposition, selon les nuances cimentaires et les sites d'étude. Ce dénombrement permet de constater qu'il existe de fortes différences entre ciments et lieux d'exposition. Par exemple, aucune colonisation n'est détectée sur la pâte de CEM I du site S1p alors que la même pâte du site S1u enregistre la plus forte colonisation (~ 45000 UFC/cm²). Le CEM III présente une densité de colonisation assez régulière avec des écarts faibles en fonction des sites d'exposition (respectivement ~ 3400 ; 8300 ; 6400 ; 8200 ; 8500 ; 6100 UFC/cm²). Le CSA B présente une colonisation importante surtout pour les sites S1u et S1p (~ 45000 et 20000 UFC/cm²) et le site S3 (~ 8200 UFC/cm²). Le CSA F est moins colonisé que le CSA B.

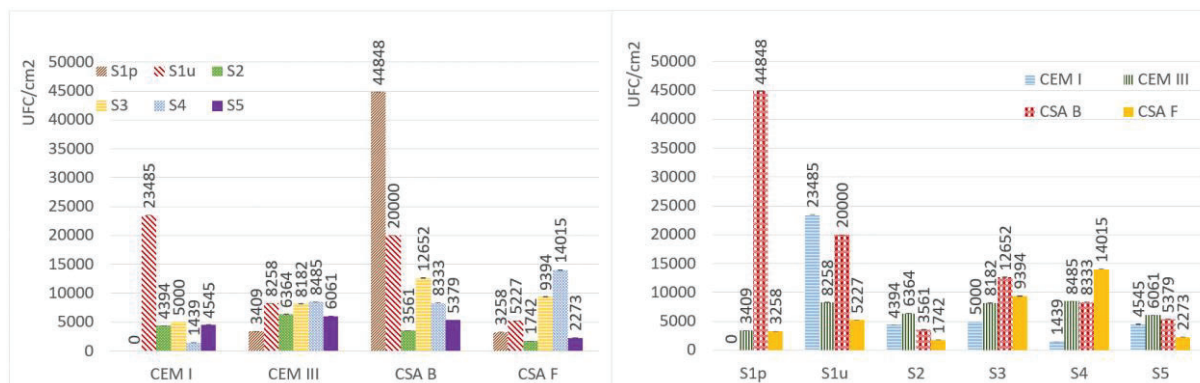


Figure 2 Evolution de la population bactérienne cultivable en UFC/cm² après deux mois in situ (en fonction des types de ciments et des sites d'étude).

Pour compléter ces essais, des observations en microscopie électronique à pression contrôlée (100 Pa H₂O, 15 keV-FEI Quanta 600 FEG) ont été réalisées sur des échantillons n'ayant subi ni préparation, ni métallisation préalable. Les observations ont été complétées par des analyses élémentaires de spectroscopie à dispersion d'énergie (Bruker). La figure 4A présente, à titre d'exemple, une image de l'échantillon CSA B du site S1u. Le spectre à dispersion d'énergie EDS associé (Figure 4B) confirme la présence de soufre.

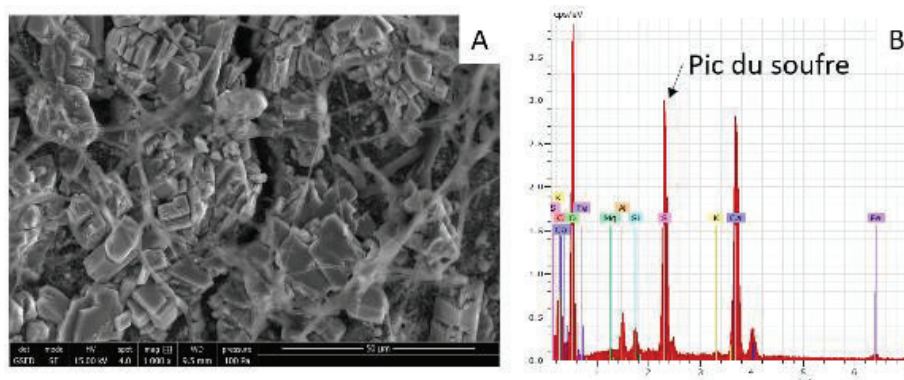


Figure 3 Image MEB (A) et spectre EDS (B) d'échantillon de pâtes de ciment CSA B du site S1u.

4.2. DISCUSSION

Les sites d'études retenus offrent a priori des conditions propices à la biodétérioration des bétons. En effet, dans les réseaux d'assainissement, lorsque les flux sont faibles et lents, des anaérobioses peuvent apparaître, conditions propices aux bactéries sulfato-réductrices BSR pour réduire les composés soufrés en H₂S [DE B 2004 ; HER 2012]. Dans ce cas, les turbulences intermittentes provoquées par les changements de régime hydraulique entraînent le dégagement dans l'atmosphère de la canalisation de cet H₂S dissout. Une fois déposé à la surface des bétons (des pâtes), l'H₂S constitue alors un substrat nutritif pour les BSO. Ces bactéries incluent dans leur métabolisme la production d'acide sulfurique [ROB *et al.* 2002] qui réagit localement avec les hydrates de la matrice cimentaire pour former des produits de dégradation expansifs tels que le gypse et l'ettringite.

Le comptage des BSO et la présence de soufre en surface sont donc des critères objectifs pour confirmer la présence d'H₂S au sein d'un réseau d'assainissement et, dans le cas présent, pour comparer leur affinité aux différentes nuances cimentaires. Les premiers résultats obtenus après deux mois d'exposition confirment tous la présence d'H₂S dans les différents réseaux (présence de BSO sur les échantillons), avec des différences selon les types de ciments et les sites d'exposition.

Pour le CEM I, la densité de colonisation est la plus importante au niveau du site S1u. Elle peut être reliée aux conditions physico-chimiques de ce milieu, à savoir une humidité constante - qui favorise la carbonatation de la surface des échantillons avec abaissement concomitant du pH - et la nature des effluents (eaux domestiques, urines, matières fécales, etc.) qui y transitent. Ces conditions sont propices au développement des BSO à la surface des échantillons [HER 2012]. Pour les autres sites, la colonisation est plus faible et généralement inférieure à celles des autres ciments.

Pour le CEM III, la colonisation est un peu plus importante et plutôt indépendante des conditions d'exposition. Ce constat peut s'expliquer par le fait que ce ciment présente un pH de surface un peu plus faible et des vitesses de carbonatation plus élevées [TRA 2013].

Pour le CSA B, la colonisation est étonnamment très importante pour le site S1p, alors que le réseau d'eau pluviale sous-jacent n'a pas été particulièrement sollicité durant la période d'observation (octobre-décembre 2018). Pour les autres sites, elle est en moyenne supérieure à la colonisation des deux ciments Portland. Ce constat peut être relié à la vitesse de carbonatation plus élevée de ces ciments [TRA 2013], condition favorable au développement des BSO.

Enfin, pour le CSA F, la colonisation est moins importante que pour le ciment CSA B, en raison probablement de sa teneur plus élevée en fer et en aluminat de calcium (Tableau 2), éléments réputés inhiber la croissance des bactéries [GRA 2017].

On retiendra de ces premières analyses que toutes les nuances cimentaires sont colonisées par les BSO, à des degrés variables cependant. Logiquement, le site S2 (chambre de relevage) aurait dû présenter une forte colonisation, compte tenu de son contexte favorable à la production d'H₂S. Cependant, le régime hydrique peu perturbé durant la période d'observation n'a manifestement pas permis un dégagement important d'H₂S.

Le dépôt de soufre (confirmé par EDS) et la présence de BSO (confirmée par culture) à la surface des échantillons permettent de valider le protocole expérimental et de confirmer que les ciments sulfo-alumineux sont également « colonisables » par ce type de bactéries [GRA 2017]. Le dépôt de soufre peut pénétrer dans la microporosité ouverte des échantillons où la présence d'eau favorise la prolifération des microorganismes.

5. Conclusion

Ce travail s'intéresse à la biodétérioration des matériaux cimentaires dans les réseaux d'assainissement en comparant la colonisation bactérienne de surface de différentes pâtes cimentaires durcies de même porosité exposées dans différents collecteurs de l'agglomération nancéienne. Ces pâtes de ciment ont été réalisées à base d'un ciment Portland, d'un ciment au laitier de haut fourneau et de deux ciments sulfo-alumineux.

Cependant, après deux mois d'exposition, les résultats obtenus ne montrent pas encore de tendances suffisamment claires pour pouvoir distinguer des affinités probantes entre nuances cimentaires et conditions d'exposition. En particulier, la distinction entre ciments Portland et CSA n'est pas démontrée du point de vue de leur prédisposition à la colonisation par les BSO.

Toutefois, ces premiers résultats valident le protocole d'étude. Les mesures environnementales (pH, humidité relative, température, teneur en H₂S, etc.) et les comptages complémentaires qui seront réalisés par la suite permettront probablement de mieux corréler la nature des pâtes cimentaires à la colonisation par les BSO. Ces résultats complémentaires serviront alors à statuer sur la résistance à la biodétérioration des différents ciments dans les réseaux d'assainissement.

6. Bibliographie

[BER 2009] BERGER S., Etude des potentialités des ciments sulfo-alumineux bélitiques pour le conditionnement du zinc de l'hydratation à la durabilité. *Thèse de doctorat*, Université des Sciences et Technologie de Lille-Lille 1, 277 p., 2009

[DE B *et al.* 2004] DE BELIE N., MONTENEY J., BEELDENS A., VINCKE E., VAN GEMERT D., VERSTAETE W., Experimental research and prediction of the effect of chemical and biogenic sulfuric acid on different types of commercially produced concrete sewer pipes, *Cement and Concrete Research*, 34 (12), 2223-2236, 2004

[GUB 1998] GUBNER R.J., Biofilms and accelerated low-water corrosion of carbon steel piling in tidal waters. *PhD thesis*, University of Portsmouth, 1998

[GLA *et al.* 2001] GLASSER F.P., ZHANG L., High-performance cement matrices based on calcium sulfoaluminate-belite compositions, *Cement and Concrete Research*, 31, 1881-1886, 2001

[GRA 2017] GRANDCLERC A., Compréhension des mécanismes de biodétérioration des matériaux cimentaires dans les réseaux d'assainissement : étude expérimentale et modélisation. Projet FUI DURANET, *Thèse de doctorat, spécialité Structures et Matériaux*, Université Paris-Est, 2017

[HER 2012] HERISSON J., Biodétérioration des matériaux cimentaires dans les ouvrages d'assainissement-Etude comparative du ciment d'aluminate de calcium et du ciment Portland, *Thèse de doctorat, spécialité Structures et Matériaux*, Université Paris-Est, 2012

[MON *et al.* 2000] MONTENEY J., VINCKE E., BEELDENS A., DE BELIE N., TAERWE L., VAN GEMERT D., VERSTRAETE W., Chemical, microbiological, and in situ test methods for biogenic sulfuric acid corrosion of concrete, *Cement and Concrete Research*, 30 (4), 623-634, 2000

[ROB *et al.* 2002] ROBERTS D.J., NICA D., ZUO G., DAVIS J.L., Quantifying microbially induced deterioration of concrete: initial studies, *International Biodeterioration and Biodegradation*, 49, 227-234, 2002

[ROC *et al.* 2006] ROCHÉ Y., P. NIEL., Analyse en microbiologie-Produits non stériles, *Technique de l'Ingénieur*, P3352, 1-9, 2006

[TRA 2013] TRAUCHESSEC R., Mélanges de ciments sulfo-alumineux et Portland, *Thèse de doctorat*, Université de Lorraine, 255, 2013.