

Quatorzième édition des Journées scientifiques
du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton
(RF)²B

Sherbrooke, Québec, Canada
22-23 août 2013

IMPACT DE L'AJOUT DE LAITIER DE HAUT-FOURNEAU SUR L'AUTO-CICATRISATION DES MATÉRIAUX CIMENTAIRES

K. Olivier^{A,B}, A. Darquennes^A, F. Benboudjema^A, R. Gagné^B

A ENS Cachan / LMT-CNRS UMR8535 / UPMC / PRES-UniverSud Paris, France

B Centre de recherche sur les infrastructures en béton, Université de Sherbrooke, Québec, Canada

RÉSUMÉ : L'utilisation de matériaux cimentaires contenant des additions tel que le laitier de haut-fourneau est de plus en plus courante dans le domaine de la construction. Les formulations de béton réalisées à partir de ces matériaux permettent d'améliorer leur bilan environnemental. Leurs propriétés mécaniques telles que les résistances en compression seraient, à long terme, également, améliorées de même que la perméabilité. En revanche, ils présenteraient un risque de fissuration au jeune âge plus important, compromettant la durabilité des structures. La cicatrization de ces fissurations, naturellement constatée sur certains chantiers, est une solution envisageable pour résoudre ces problèmes. Afin de comprendre l'impact du laitier sur ce phénomène, une nouvelle étude utilisant de la tomographie à rayons X a été menée sur des éprouvettes fissurées par fendage. La mise en place d'un nouveau programme de traitement d'images permet de filtrer, segmenter ces images afin de quantifier le volume de la fissure de plusieurs compositions au cours du temps avec différents types de cure. Les premiers résultats préconisent au laitier des propriétés d'auto-cicatrization intéressantes.

1 INTRODUCTION

L'amélioration des matériaux cimentaires est devenue un axe de recherche important afin de mieux les intégrer dans leur environnement. La production du clinker, constituant principal du ciment, nécessite des moyens très énergivores qui en font le constituant le plus polluant de la chaîne de fabrication du ciment. Substituer une partie du clinker et le remplacer par des additions minérales permet d'améliorer le bilan CO₂ du ciment. Le laitier de haut-fourneau, déchet de l'industrie sidérurgique, est un des substituants fréquemment utilisés. On le retrouve notamment dans les ciments de type CEM III, produit par l'industrie cimentaire. Ce déchet industriel, revalorisé dans l'industrie cimentaire, apporte plusieurs avantages au béton. A long terme, les résistances en compression et en traction peuvent être améliorées. La perméabilité plus faible des bétons fabriqués avec du laitier ainsi que leur meilleures résistances aux sulfates en font également des matériaux intéressants du point de vue de leur durabilité.

En revanche, la cinétique plus faible de leur hydratation comparée à celle du ciment Portland leur confère des propriétés mécaniques au jeune âge plus faibles. La faiblesse de ces propriétés et les contraintes développées dans le matériau par la restriction de ces déformations différées (retraits endogènes et de dessiccation) les rendraient alors plus vulnérables à la fissuration (Darquennes 2011, Benboudjema 2012).

Cette dernière, modifiant les propriétés de transfert du matériau, compromettrait sa résistance face à des agents agressifs tels que le CO₂ et les chlorures. La cicatrisation naturelle de ces fissures présente alors un certain intérêt pour améliorer la durabilité des ouvrages.

Pour comprendre l'impact du laitier de haut-fourneau sur l'auto-cicatrisation, une nouvelle campagne expérimentale a été menée sur des éprouvettes fissurées par fendage. La quantification de l'évolution de la fissure est réalisée grâce à la tomographie et par traitement d'images. Cette méthode non-destructive, plus couramment utilisée dans la médecine, apporte une visualisation 3D et une information interne sur les matériaux. Après fissuration, la mise en place de ces éprouvettes dans des conditions environnementales favorables, permettront d'étudier par la suite, la capacité de ces matériaux à s'auto-cicatriser.

En parallèle au développement de ces essais, une campagne expérimentale a été menée afin de suivre l'évolution du degré d'hydratation des matériaux cimentaires contenant du laitier de haut-fourneau. Elle permettra de mieux comprendre le comportement de ce type de matériau. À terme, ces résultats permettront de modéliser leur comportement au jeune âge ainsi que le phénomène d'auto-cicatrisation

2 PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

2.1 Matériaux utilisés

Trois formulations de mortier ont été étudiées (Tableau 1). La première formulation est constituée uniquement de ciment Portland (CEM I 52,5N CP2), tandis que 50% de ce ciment (en volume) est substituée par du laitier de haut-fourneau dans la deuxième formulation. La dernière composition est réalisée à partir d'un ciment composé de type CEM III/A. Un sable normalisé conforme à la norme EN 196-1 a été utilisé.

	Ciment [kg/m ³]	Eau [kg/m ³]	Sable [kg/m ³]	Laitier [kg/m ³]
CEM I	563	281	1409	/
50%Laitier	281	281	1409	258
CEM III/A	563	281	1409	/

Tableau 1. Formulation des mortiers

2.2 Méthodes utilisées

2.2.1 Degré d'hydratation

Le suivi du dégagement de chaleur se fait à l'aide d'un calorimètre semi-adiabatique normalisé (Calorimètre Langavant selon la norme NFP 15-436). Cet essai consiste à mesurer l'évolution de la température à l'intérieur d'une éprouvette de mortier (diamètre 7cm, hauteur 14cm) à l'aide d'un thermocouple placé en son cœur directement après le coulage du spécimen.

2.2.2 Tomographie à rayons X

La tomographie à rayons X est une technique d'imagerie principalement utilisée en médecine et de plus en plus répandue dans la recherche sur les matériaux. Le principe est de réaliser des radiographies 2D d'une éprouvette avec un décalage angulaire (figure 1). À partir de ces images, on reconstruit l'image 3D (volume) en niveaux de gris. Les variations de niveaux de gris caractérisent l'atténuation du faisceau incident de rayons X lorsqu'il entre en contact avec la matière.

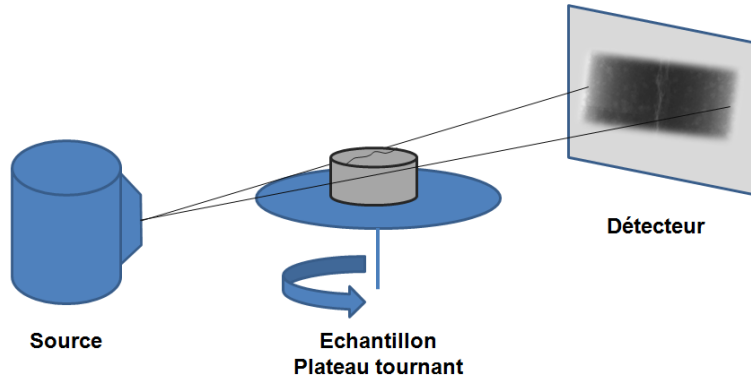


Figure 1. Principe de la tomographie

2.3 Démarche expérimentale (Tomographie à rayons X)

2.3.1 Protocole experimental

La tomographie à rayons X permet d'obtenir des résultats intéressants si la résolution du voxel est adaptée au spécimen que l'on observe. La résolution étant conditionnée par l'épaisseur des éprouvettes, nous avons choisi de travailler avec des éprouvettes de diamètre 4cm et de hauteur 2cm. La résolution obtenue est alors égale à 20 μm avec en réglages du tomographe : 160kV, 5,5W, fps : 0,4.

La fissuration des éprouvettes est créée à l'aide d'un essai de fendage où l'échantillon est confiné par une résine bi-composante constituée d'une bande de fibres de verre enrobée de résine (voir figures 2 et 3). Ce confinement assure le maintien de l'éprouvette en un seul élément après l'essai de fendage. Il est appliqué 6 jours après la confection des éprouvettes et nécessite 4 heures de prise. L'essai de fendage est réalisé le lendemain sur une presse Instron pilotée en déplacement avec une vitesse de 5mm/min jusqu'à l'atteinte de 8kN en effort puis de 0,6mm/min jusqu'à fissuration. L'éprouvette de hauteur d'origine 10 cm est ensuite tronçonnée en cylindre d'une hauteur de 2cm pour faciliter la mise en place des échantillons dans le tomographe. Enfin, afin de limiter le déplacement de l'éprouvette, cette dernière est fixée sur un support (figure 3) permettant une répartition uniforme de l'eau lors du stockage autour de l'échantillon (faces supérieure et inférieure au contact de l'eau).

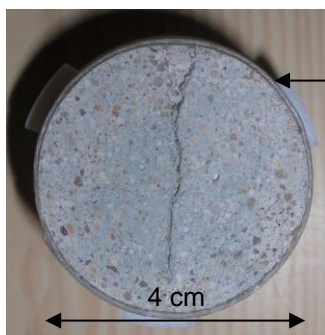


Figure 2. Éprouvette après essai de fendage
Vue de dessus

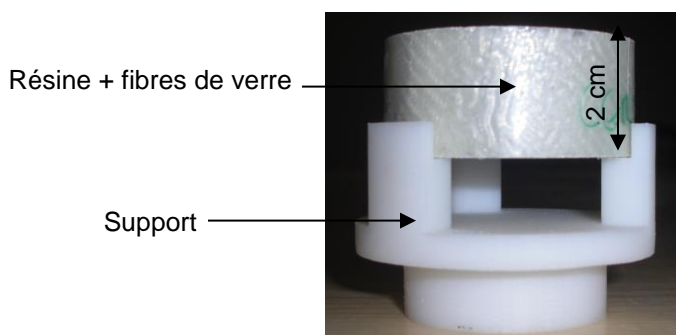


Figure 3. Éprouvette et support

Ensuite, une première mesure au tomographe est réalisée afin de quantifier la taille de la fissure initiale. Après l'essai, l'éprouvette est stockée soit dans un bac individuel rempli d'eau du robinet soit laissée à l'air libre et placée dans une chambre contrôlée en humidité et en température (HR 30% \pm 10%, 25°C \pm 1°C). Tous les 7 jours, une nouvelle mesure au tomographe est réalisée pour évaluer l'évolution de la largeur de la fissure. Le planning expérimental est résumé sur la figure 4.

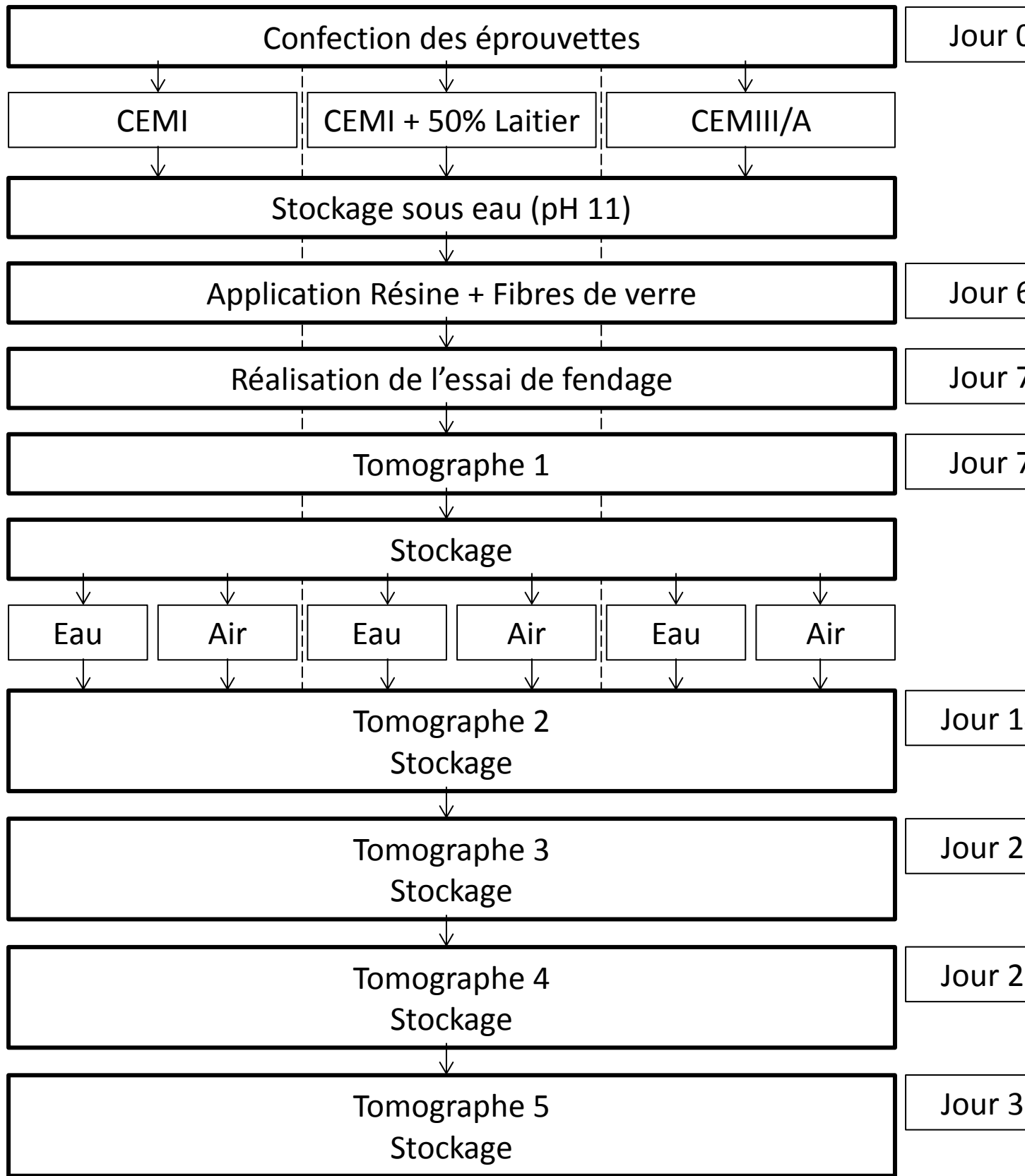


Figure 4. Planning expérimental

Dans la suite de l'article, les descriptions temporelles employées correspondront au temps passé après l'essai de fendage (jour de génération de la fissure), soit la troisième colonne du diagramme ci-dessus.

2.3.2 Traitement d'images

Le logiciel du tomographe ne fournissant qu'une visualisation 3D, nous avons développé des outils de post-traitement sous le logiciel Matlab© notamment la quantification du volume fissuré.

La figure 5 présente l'image obtenue après reconstruction via le logiciel du tomographe et après la sélection de niveaux de gris correspondant à l'éprouvette sur l'histogramme des niveaux de gris. On constate autour de l'éprouvette un certain nombre d'artefacts. Ces effets de bords pénalisent la qualité de l'image et nous pouvons nous en affranchir en isolant un sous-volume à l'intérieur du volume initial de l'échantillon (figure 6). Il est à noter que ce choix permet également de limiter le temps de calcul (figure 7).

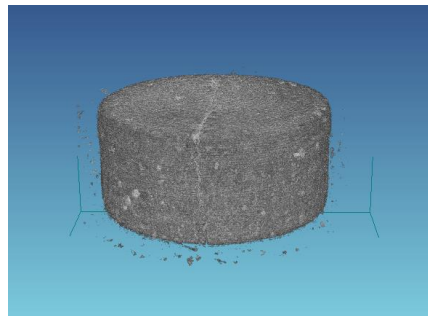


Figure 5. Reconstruction 3D de l'éprouvette (logiciel tomographe)

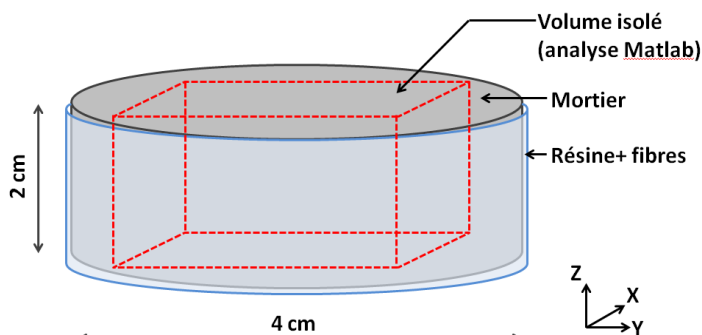


Figure 6. Principe du sous-volume isolé

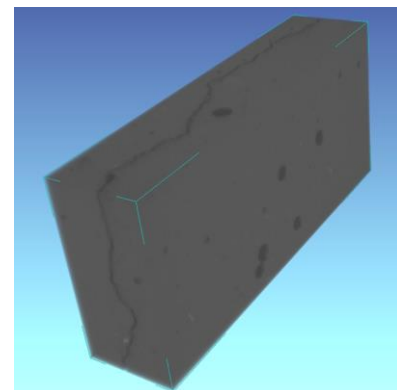


Figure 7. Sous-volume isolé

Afin d'exporter les images tomographiques vers le logiciel Matlab©, le volume isolé de dimensions 300x1300x600 voxels est décomposé en un ensemble d'images 2D suivant l'axe Z (Figure 6). Ce dernier est alors composé de 600 images dont les dimensions sont de 300 par 1300 pixels. Les images étudiées sont représentées au moyen de 256 niveaux de gris. L'histogramme des niveaux correspondant à l'échantillon de CEM I après l'essai de fendage est présenté à la figure 8. On distingue clairement deux pics principaux. Le premier pic correspond à la porosité du matériau (pores + fissure). Le second pic correspond au mortier. Par la suite, nous allons chercher à isoler uniquement le pic de porosité pour quantifier la fissure. Pour réduire les artefacts de mesure (notamment les bruits), nous avons testés différents algorithmes utilisés dans le domaine de la photographie. Le filtre « pillbox » consistant à moyenniser l'intensité (niveaux de gris) sur un rayon autour de chaque voxel a donné les meilleurs résultats et a donc été utilisé par la suite. La figure 9 présente le nouvel histogramme après l'application du filtre.

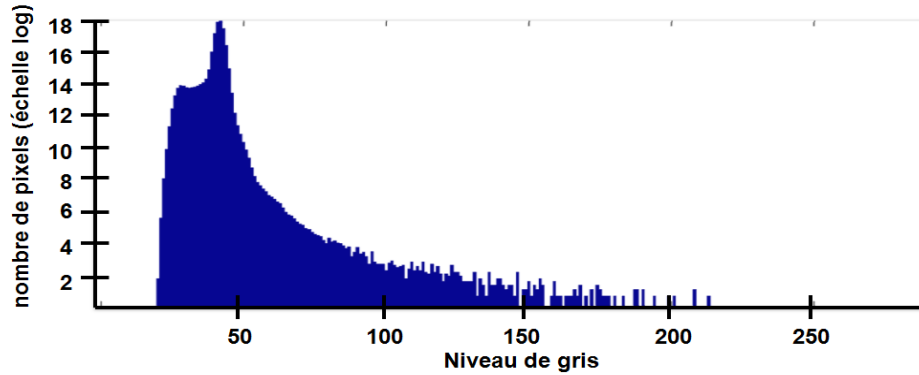


Figure 8. Histogramme des niveaux de gris – CEM I jour du fendage

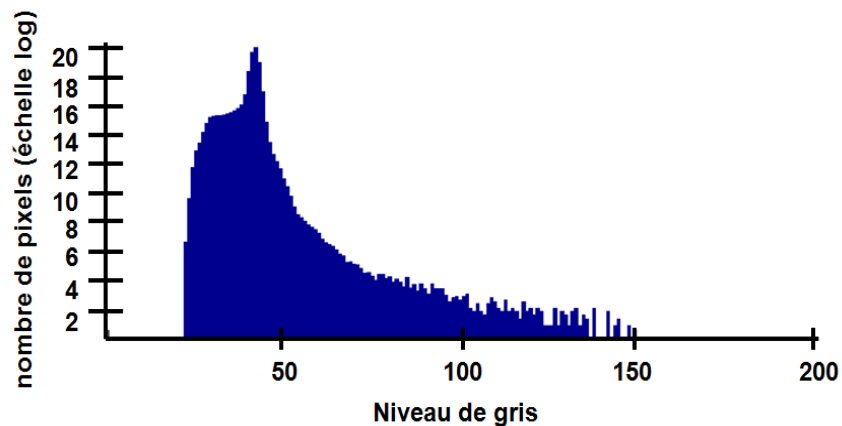


Figure 9. Histogramme des niveaux de gris après application du filtre – CEM I jour du fendage

Pour isoler la porosité, nous appliquons la méthode de segmentation. Cette technique a déjà été utilisée par Landis (2013) pour quantifier la porosité d'un béton. Cette méthode consiste à binariser les images en choisissant une valeur seuil (le niveau de gris de la porosité dans notre cas). Les pixels dont le niveau de gris est supérieur au seuil sont affectés d'une nouvelle valeur égale à 0 et ceux se situant en-dessous d'une valeur égale à 1. La nouvelle image obtenue est présentée en figure 10.



Figure 10. Image binarisée – CEM I jour de fendage

Après filtrage et segmentation des images, la porosité est isolée. La fissure peut être quantifiée mais la quantité de voxels correspondant aux vides contient également les pores de la matrice. La fissure pouvant être assimilée à la plus grande porosité (plus grande quantité de voxels connectés suivant les axes X, Y et Z), qui est isolée en utilisant un algorithme de percolation type « feu de forêt ». Le principe consiste à regrouper et numérotter les groupes de pixels voisins (liés par un côté) qui possèdent la même valeur de niveau de gris. La figure 11 présente le principe de l'algorithme en 2D. Dans notre cas, nous analysons un ensemble d'images 2D mais constituant un volume. Dans le cas 3D, on considère les

voxels connectés comme étant les voxels ayant une face en commun (figure 12). L'image obtenue après l'algorithme de percolation est présentée en figure 13.

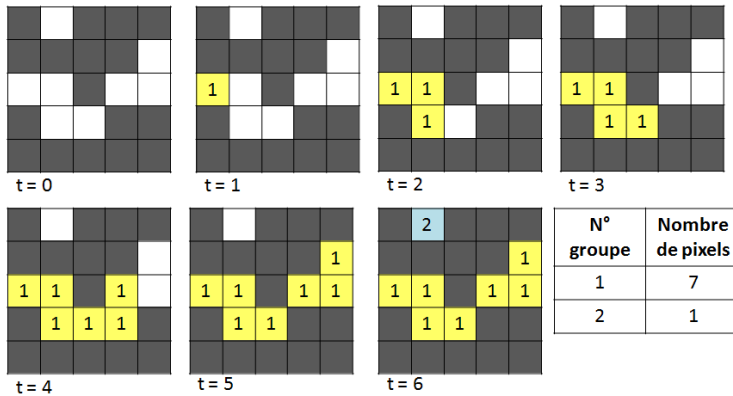


Figure 11. Principe de l'algorithme type « feu de forêt »

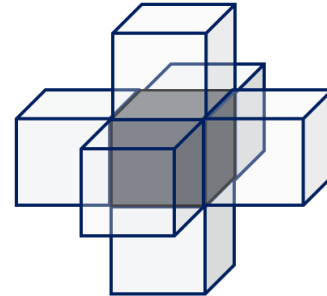


Figure 12. Percolation 3D



Figure 13. Image filtrée, segmentée percolée, CEMI – jour de fendage

Enfin, la quantité de voxels déterminée et la taille des voxels connue, il est possible de calculer le volume de la fissure. L'application de cette démarche aux trois compositions étudiées et aux différentes échéances de temps permettra de connaître l'évolution de la taille de la fissure (partie 3. Résultats).

3 Résultats

3.1 Degré d'hydratation

L'évolution des degrés d'hydratation calculés à partir de l'évolution de la température en condition semi-adiabatique sont présentés sur la figure 14 pour les différentes compositions étudiées. Notons que ce calcul implique la détermination de la quantité de chaleur dégagée à l'infini. La technique utilisée s'approche de celle basée sur les formules de Bogue où Q_{inf} est égale à la somme des quantités de chaleur des composants constitutifs du ciment multipliées par leurs pourcentages massiques. Dans cette étude, la valeur pour le laitier est tirée des travaux de Mounanga (2003).

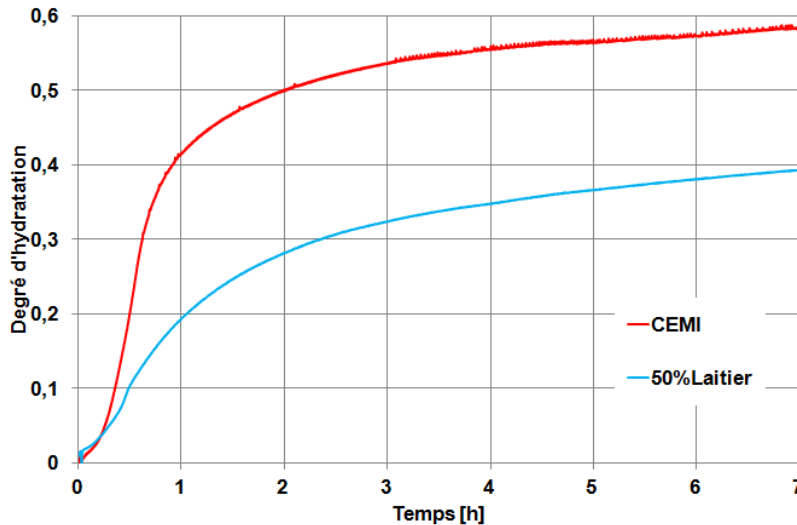


Figure14. Degrés d'hydratation en fonction du temps pour deux compositions étudiées

Ces courbes montrent que plus la quantité de clinker diminue dans la composition plus le degré d'hydratation évolue lentement. En corrélant ces résultats avec les courbes de quantités de chaleur cumulées, on remarque également que le pic de chaleur (point d'inflexion) recule avec l'ajout de laitier. Ces résultats confirment une prise plus lente des matériaux avec addition de laitier liée à la réduction de la quantité de clinker et aux propriétés hydrauliques latentes du laitier ralentissant la formation des C-S-H et réduisant la quantité de portlandite formée.

3.2 Tomographie à rayons X

Sur base du protocole décrit au paragraphe 2.3, l'évolution de la taille de la fissure d'éprouvettes soumises à différents types de cure a été déterminée. Les images correspondant à la fissure initiale et à la fissure après un mois de stockage sous eau sont comparées dans les figures 13 et 15 respectivement. Il est constaté que l'ouverture de la fissure est moins importante après auto-cicatrisation mais également qu'une partie de la fissure (partie la plus fine) a cicatrisé. Nous pouvons même supposé qu'après un stockage plus long, la fissure pourrait se diviser en deux parties.



Figure 15. Image filtrée, segmentée percolée, CEMI – 35j

3.2.1 Conditions de stockage

La figure 16 présente l'évolution du volume de la fissure au cours du temps pour les trois compositions étudiées et pour différents types de stockage.

Le premier phénomène observable est que le stockage sous eau semble être un facteur essentiel à l'auto-cicatrisation des matériaux cimentaires. En effet, la composition stockée pendant 15 jours à l'air libre dans la chambre régulée présente une taille de fissure plus importante que le jour du fendage. Cette augmentation peut probablement s'expliquer par une poursuite de la fissuration suite au retrait de

dessiccation de l'éprouvette dans ces conditions. En revanche, les trois compositions immergées dans l'eau présentent toute une diminution du volume fissuré.

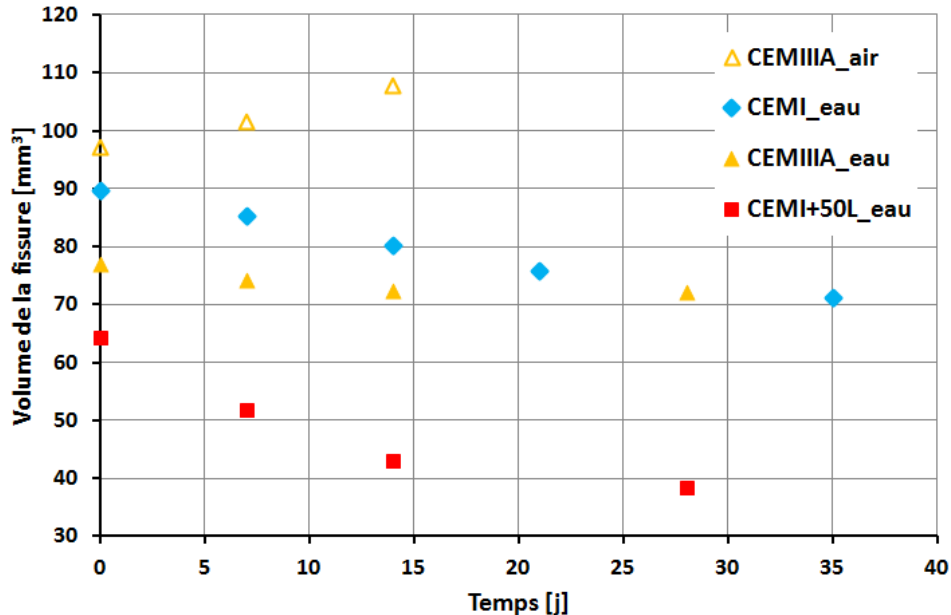


Figure 16. Evolution de la taille fissure au cours du temps pour les 3 compositions

3.2.2 Type de matériaux

À présent, le comportement des trois compositions montre que l'ajout de laitier a des conséquences sur le phénomène d'auto-cicatrisation. La formulation contenant 50% de laitier a la cinétique de cicatrisation la plus rapide comparée aux deux autres formulations avec une diminution du volume de fissure de 44% contre 23% pour le CEM I après 28 jours sous eau. Il semble donc que le laitier ait des propriétés bénéfiques sur l'auto-cicatrisation. Seulement, la comparaison des deux compositions contenant de laitier ne montre pas les mêmes tendances. Le CEM III/A a, au bout de 28 jours, 10% de volume cicatrisé soit un résultat 4 fois inférieur à la composition Laitier50%. Plusieurs hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ce comportement :

- La taille de la fissure : comme il a été montré dans plusieurs études (Argouges, 2011, Edvardsen, 1999), la largeur de la fissure initiale a un impact important sur la cinétique de l'auto-cicatrisation. Plus la taille de la fissure est grande, plus la cinétique de cicatrisation est faible et il semblerait même qu'au-delà d'une taille de 200 μm , la refermeture de la fissure ne soit pas possible. Dans cette étude, la largeur de la fissure est différente pour les trois formulations. Or pour 50%Laitier, la fissure initiale avait une ouverture de l'ordre de 50 μm contre 100-150 μm pour les deux autres ce qui peut expliquer les différences de comportement.
- La cinétique d'hydratation : comme le montre la figure 14, l'hydratation des matériaux cimentaires avec laitier est ralentie. Les conséquences à court terme sont une formation plus lente d'hydrates et une résistance plus faible comparé au ciment portland. Le CEMIIIA contient 62% de laitier contre 50% pour le CEMI+50%L. On peut donc supposer que le phénomène d'auto-cicatrisation est plus lent et arrive peut-être à saturation par manque de portlandite pour activer l'hydratation du laitier.

- La finesse du ciment : la réactivité d'hydratation des matériaux cimentaires dépend en partie de leur finesse. En effet, plus la surface spécifique du ciment est importante plus il sera réactif. Dans cette étude, les finesses du CEM I et du CEM III/A sont connues mais pas celle du mélange maison CEM I-Laitier. Si à priori celle-ci devrait être inférieure à celle du CEM III/A (produit industriel), il serait intéressant de l'évaluer pour les comparer.

3.2.3 Auto-cicatrisation : phénomène surfacique ou en profondeur

La tomographie à rayons X donne une information 3D sur les éprouvettes. Elle permet donc d'observer si le phénomène d'auto-cicatrisation est possible au coeur de l'échantillon.

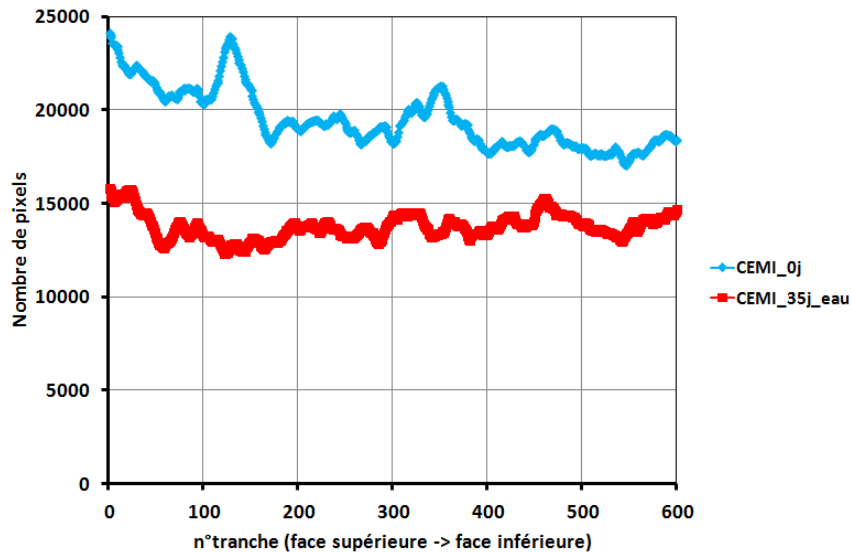


Figure 17. Evolution du nombre de pixels suivant la profondeur (axe Z, voir figure 6) de la fissure

La figure 17 présente les quantités de voxels correspondant à la fissure en fonction de la tranche observée (600 tranches du haut au bas de l'éprouvette). On remarque qu'après 35 jours de stockage sous eau, la quantité de pixels contenue dans chaque tranche (composition CEM I) est proche d'une constante avec une valeur moyenne de 13757 pixels par tranche et un écart-type de 681 pixels soit 5%. Ainsi, le phénomène d'auto-cicatrisation semble présent tout le long de la fissure et agirait donc en profondeur.

4 Conclusions

Au travers de cette étude, nous avons pu appréhender le comportement des matériaux cimentaires contenant différents pourcentages de laitier (0%, 50%, 62%) vis-à-vis de l'auto-cicatrisation. Nous pouvons résumer ci-dessous les résultats obtenus:

- Le stockage à l'eau est un facteur conditionnant le phénomène d'auto-cicatrisation de manière positive;
- Le laitier semble avoir des propriétés d'auto-cicatrisation intéressantes mais des recherches complémentaires sont nécessaires pour confirmer ces premiers résultats;
- L'auto-cicatrisation semble être un phénomène actif même en cœur des éprouvettes.

Nous avons également pu vérifier que le laitier ralentit la cinétique d'hydratation des ciments qui peut peut-être expliquer en partie, la cinétique plus faible d'auto-cicatrisation du CEMIIIA. Cependant, des études complémentaires permettront d'affirmer ou non ces premières conclusions. Nous chercherons notamment à évaluer le degré d'hydratation des trois compositions par thermogravimétrie mais également par calorimétrie semi-adiabatique pour le CEM III/A. Des mesures de finesse seront réalisées prochainement par granulométrie laser. Enfin, afin de comparer les trois formulations avec une largeur de fissure similaire, nous réaliserons des essais sur des éprouvettes cylindriques avec cœur expansif permettant une ouverture de fissure contrôlée (Argouges, 2009).

5 Références

Argouges, M. et Richard G. (2009) Etude des mécanismes et de la cinétique de l'auto-cicatrisation dans des mortiers cimentaires fissurées, *RF2B*, Cachan, France.

Argouges, M. et Richard G. (2011) Mécanismes et cinétique de l'auto-cicatrisation dans des mortiers cimentaires : influence de la refissuration *RF2B*, Luxembourg, Luxembourg.

Benboudjema F., Briffaut M., D'Aloïa L. et Bahrami B.(2012) Etude du comportement au jeune âge de structures massives, *XXXe Rencontres AUGC-IBPSA*, Chambéry, Savoie, 6 au 8 juin 2012.

Darquennes A. (2009) Comportement au jeune âge de bétons formules a base de ciment au laitier de haut fourneau en conditions de déformations libre et restreinte, Thèse de Doctorat, Université Libre de Bruxelles, Belgique.

Darquennes A., Staquet S., Delplancke-Ogletree M.-P. et Espion B. (2011) Effect of autogenous deformation on the cracking risk of slag cement concretes , *Cement and Concrete Composites*, vol. 33, p. 368-379.

Edvardsen C. (1999) Water permeability and autogeneous of cracks in concrete, *ACI Materials Journal*, 96-M56, p. 448-454.

Landis E. N. (2013) Emerging imaging techniques applied to concrete durability, *Proceeding of the FraMCoS-8/30GEF Workshop*, Toledo, Espagne.

Mounanga P. (2003) Etude expérimentale du comportement des pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques, Thèse de Doctorat, Université de Nantes, France.