

17<sup>e</sup> édition des Journées scientifiques  
du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton  
(RF)<sup>2</sup>B

---

IFSTTAR, Marne-la-Vallée, France  
7 et 8 juillet 2016



M. Malbois<sup>A,B</sup>, S. Lavaud<sup>A</sup>, L. Divet<sup>A</sup> et J.-M. Torrenti<sup>A</sup>

A Laboratoire de Comportement Physico-chimique et Durabilité des Matériaux, IFSTTAR, Marne-la-Vallée, France

B LMT, ENS Cachan, CNRS, Université Paris Saclay, Cachan, France

**RÉSUMÉ** : La réaction sulfatique interne est susceptible de se développer dans des structures massives en béton à enjeux majeurs, telles que les centrales nucléaires ou les barrages. Cette pathologie peut générer des gonflements et de la fissuration, qui peut impacter de manière importante les propriétés mécaniques et de transport. Les différents paramètres déclenchant ces paramètres ne sont pas complètement compris et maîtrisés. La campagne expérimentale présentée dans ce papier s'intéresse à la quantification de l'impact de la composition chimique des granulats sur le développement d'ettringite différée. Deux compositions, composées soit de granulats calcaires du Boulonnais soit de granulats siliceux du Palvadeau, sont suivies et testées à différents jalons afin de déterminer l'évolution de la RSI ainsi que l'impact sur les propriétés mécaniques. Les premiers résultats montrent l'influence importante de la composition des granulats sur les cinétiques de formation.

## 1. INTRODUCTION

La réaction sulfatique interne est une pathologie du béton avec un développement différé qui peut impacter de façon significative le comportement à long terme de structures massives en béton. L'ettringite est un cristal caractérisé en 1970 par Moore et Taylor [Moore & Taylor, 1970] et sa formation contrôle la cinétique de prise du béton et également l'ouvrabilité du matériau au jeune âge. Sous une combinaison de conditions particulières, la formation d'ettringite est retardée et peut être la cause de dégradation du béton. L'expansion due au développement de l'ettringite différée génère une fissuration interne et diminue énormément la durabilité de structures en béton. Enfin l'impact économique de la RSI est important, dû aux missions nécessaires de contrôle, de maintenance, de réparation et d'en certains cas rares de démolition.

Il est unanimement accepté que la réaction sulfatique d'origine interne se développe uniquement sous certaines conditions :

- Un traitement thermique inapproprié ( $T > 65^{\circ}\text{C}$ ) pouva nt être générée par la chaleur dégagée lors de l'hydratation du ciment ou par l'énergie apportée pendant le protocole industriel de préfabrication. [Kchakech, 2015] s'est intéressé à définir l'effet de ce traitement thermique.
- Un environnement humide : la RSI se développe dans le béton en contact avec l'eau [Al Shamaa, 12][Heinz et Ludwig, 1989][Odler et Chen, 1995]
- La composition du ciment :[Pavoine, 2012] s'est intéressé à déterminer les seuils influents de présence de sulfates, d'aluminates et d'alcalins dans le ciment ou issus de la réaction d'hydratation ainsi que la finesse du ciment.

- La nature minéralogique des granulats : [Monteiro et Mehta, 1986] [Grattan-Bellew et al, 1998] ont montré que, sur mortier ou béton, les granulats de par leur nature ont un impact lors d'une réaction sulfatique interne. Ces effets restent peu quantifiés.

L'étude présentée ici s'intéresse à quantifier l'effet de la minéralogie des granulats sur le développement de la RSI, aussi bien en termes de cinétique de réaction que d'évolution des propriétés mécaniques.

## 2. DÉMARCHE EXPERIMENTALE

### 2.1 Matériaux

Les matériaux étudiés ici sont fabriqués à partir de la formulation détaillée tableau 1. Le ciment Portland composé de type CEM II/ A L avec 6% d'additions calcaires (42,5 MPa) est utilisé avec un rapport eau-ciment égal à 0,57. Les granulats sont soit de nature calcaire (granulats du Boulonnais) soit siliceuse (granulats du Palvadeau).

Matériaux	Formulation de référence
Ciment	350 kg
Eau	201 kg
Sable (0-5 mm)	858 kg
Granulats (5-12.5mm)	945 kg
Viscosant	5,6 kg
E/C	0,57
G/S	1,10
Masse volumique	2354 kg/m <sup>3</sup>

Tableau 1. Formulation

### 2.2 Procédure

Afin de simuler l'échauffement de température subi dans une structure massive, les éprouvettes subissent un traitement thermique détaillé (figure 1), conforme à la méthode LCPC n°66.

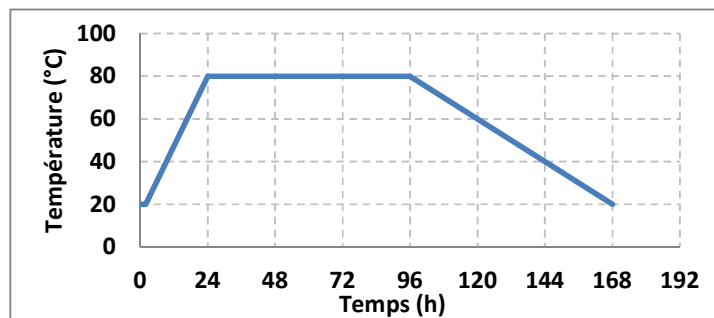


Figure 1. Traitement thermique

Nous nous fixons plusieurs dates de référence afin d'évaluer la formation d'ettringite différée dans les éprouvettes :

- A t = 7 jours, afin de caractériser les matériaux sains
- A t = quelques mois, point d'inflexion de la courbe d'expansion
- A t > 1 an, une fois le phénomène expansif stabilisé

Une série d'essais permettant d'évaluer l'évolution des propriétés de transfert et mécaniques du matériau est conduite à chaque jalon, et les suivis de la masse, du gonflement et du module dynamique sont effectués tout au long de la campagne. Enfin, pour confirmer un endommagement lié au développement de la RSI, les échantillons sont suivis par micro-tomographie rayon X au laboratoire LML de Lille, et au microscope électronique à balayage à l'IFSTTAR.

### **2.3 Protocoles expérimentaux**

Afin d'évaluer l'évolution des propriétés mécaniques, les bétons sont testés à chaque échéance de prélèvements :

- en compression : 3 éprouvettes cylindriques 11\*22 cm sont testées selon la méthode d'essai [NF EN 12390, 2003]. Sont évalués : le Module de Young et la résistance à la compression.
- en flexion 3 points : 2 6\*10\*40 cm éprouvettes entaillées sur leur mi-hauteur sont testées selon la méthode RILEM 95 afin de déterminer l'énergie de fissuration.

De plus, tout au long de la campagne, 3 éprouvettes 11\*22cm par composition sont suivies afin d'évaluer :

- La variation de masse
- L'expansion, selon la méthode LCPC N°66
- Le module dynamique selon la méthodologie décrite dans [Brunetaud, 05] et [Al Shamaa, 12] via le prototype « FDR ».

## **3. EFFETS DE LA COMPOSITION MINERALOGIQUE DES GRANULATS SUR LA FORMATION D'ETTRINGITE DIFFEREE**

### **3.1 Effets sur l'expansion**

Dans sa thèse, Brunetaud [Brunetaud, 2005] propose un mécanisme de dégradation décomposé en quatre phases distinctes : une phase d'initiation, une phase de latence (expansion inférieure à 0,1%), une phase d'accélération des dégradations (expansion comprise entre 0,1% et 2%) et une phase de stabilisation.

Le suivi des expansions moyennes au cours du temps des éprouvettes est présenté figure 2.

La courbe d'expansion des éprouvettes composées de granulats siliceux du Palvadeau présente un profil complet d'expansion et est stabilisée (variations inférieures à 0,01%) au bout de 1an de suivi à 0,959% de gonflement. La courbe d'expansion des éprouvettes composées de granulats calcaires du Boulonnais, quant à elle, sort tout juste de la phase latente et est au début de sa phase expansive. L'utilisation de granulats siliceux provoque une forte augmentation de la cinétique de formation d'ettringite différée dans le béton.

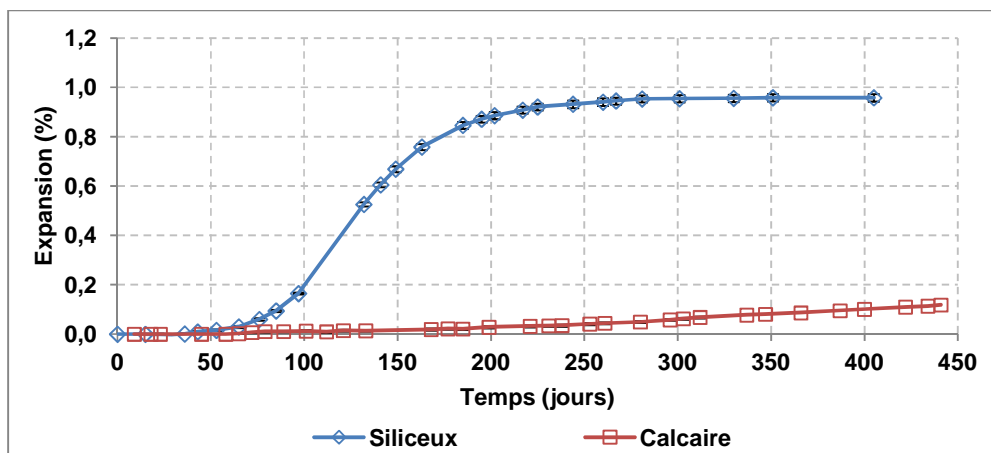


Figure 2. Évolution de l'expansion au cours du temps d'éprouvettes composées de granulats calcaires ou siliceux

### 3.2 Effets sur les propriétés mécaniques

#### 3.2.1 Effet du traitement thermique sur les performances mécaniques

Les deux formulations sont testées à 7 jours sur échantillons traités et non traités thermiquement afin de déterminer l'impact du traitement thermique. L'ensemble des résultats en compression et en traction sur éprouvettes entaillées est indiqué dans le tableau 2 ci-dessous.

		Sans traitement		Après traitement		
		Valeur	Ecart type	Valeur	Ecart type	
Rc (MPa)	Siliceux	33,3	0,9	23,5	0,9	- 29,5 %
	Calcaire	36,9	1,1	29,5	0,5	- 20,1 %
E (GPa)	Siliceux	36,9	0,13	31,4	0,75	- 14,8 %
	Calcaire	36,0	0,14	33,2	0,30	- 7,7 %
Gf (N/m)	Siliceux	133,3	9,6	113,9	6,5	- 14,7 %
	Calcaire	73,4	2,5	96,9	7,4	+ 32 %

Tableau 2. Effet du traitement thermique sur les propriétés mécaniques

Si l'on s'intéresse aux résultats de résistance en compression et de module de Young, les deux types d'échantillons subissent une diminution, qui est plus importante dans le cas des éprouvettes composées de granulats siliceux. Lorsqu'on étudie les résultats en énergie de fissuration, les deux compositions ont des comportements opposés. En effet, les éprouvettes « siliceuses » subissent une diminution d'environ 15% en énergie de fissuration par l'effet du traitement thermique, alors que les éprouvettes « calcaires » voient une augmentation de plus de 30%. Ce phénomène pourrait être dû à la nature des zones de transition entre pâte de ciment et granulats, et leur évolution sous traitement thermique.

#### 3.2.2 Effet de la nature des granulats sur l'évolution du module dynamique

Tout comme le suivi d'expansion, le module dynamique évolue par phase :

- Une phase latente
- Une phase de diminution du module dynamique correspondant à une perte de rigidité du matériau due à la création de fissures causées par la formation d'ettringite différée.

- Une phase d'augmentation du module dynamique correspondant à une reprise de rigidité due au comblement des vides par l'ettringite.

On remarque qu'à un an de suivi les éprouvettes « siliceuses » sont bien avancées dans la phase de ré-augmentation du module dynamique, alors que les éprouvettes « calcaires » sont encore dans une phase latente.

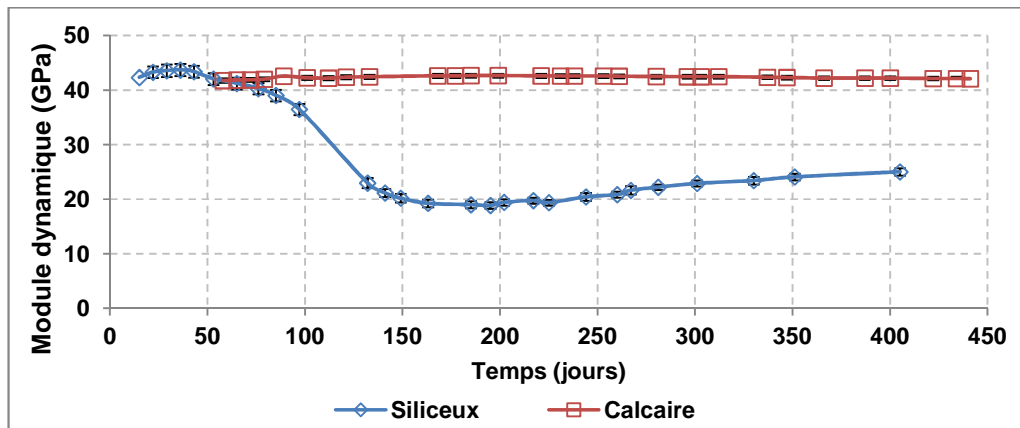


Figure 3. Évolution du module dynamique au cours du temps d'éprouvettes composées de granulats calcaires du Boulonnais ou siliceux du Palvadeau

### 3.3 Discussion

La composition minéralogique des granulats a un impact significatif sur le développement de la pathologie interne. La raison de ce phénomène provient très certainement de l'interaction différente entre pâte de ciment et granulats en fonction de la nature de ces derniers.

Les granulats siliceux sont inertes chimiquement lors de l'hydratation du ciment, et il en résulte une auréole de transition poreuse et fragile. L'échauffement subit durant le traitement thermique ne fait qu'augmenter la fragilité de cette zone. Les granulats calcaires, quant à eux, ont une meilleure affinité chimique. Ils réagissent et forment un hydrate (carboaluminate de calcium hydraté) venant renforcer l'auréole de transition et diminuer sa porosité. Le traitement thermique semble de plus augmenter l'adhérence de la pâte de ciment et des granulats au vu des résultats d'énergie de fissuration.

Les éprouvettes composées de granulats calcaires fournissent un terrain moins propice au développement d'ettringite différée ce qui correspond à une apparition retardée de la RSI par rapport aux échantillons composés de granulats siliceux.

Les différences de coefficient de dilatation thermique entre granulats calcaire et siliceux pourraient aussi expliquer une part de ce comportement. Cet aspect est actuellement à l'étude.

Nous allons maintenant nous intéresser à l'évolution des propriétés mécaniques lors du développement de la réaction sulfatique interne dans les échantillons composés d'inclusions siliceuses. Ces résultats seront comparés aux résultats obtenus sur la formulation à granulats calcaires, lorsque la réaction sera plus avancée et que les différentes échéances auront été atteintes.

## 4. IMPACT DE LA FORMATION D'ETTRINGITE DIFFÉRÉE SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

La formation d'ettringite différée dans une structure en béton induit une fissuration interne, ce qui peut avoir un impact sur la durabilité de la pièce mais également mettre à mal sa stabilité et la sécurité des utilisateurs dû à la modification ses performances mécaniques. Nous allons voir ici dans quelle mesure la RSI impacte les propriétés mécaniques.

### 4.1 Évolution des propriétés mécaniques

Dans le tableau 3 ci-dessous sont présentés les résultats issus d'essais en compression et en flexion aux différentes dates d'essais : caractérisation des matériaux à 7 jours, évaluation de l'endommagement à mi-gonflement à 5 mois et après stabilisation à 1 an. Ces résultats montrent pour tous les indicateurs étudiés, une perte de performance dès le début de l'expansion des éprouvettes. La reprise du Module de Young ou de la résistance en compression constatée à l'état final est due au phénomène décrit précédemment : l'ettringite différée comble la porosité et le réseau de fissures, et apporte une certaine rigidité aux éprouvettes.

	Caractérisation (7 jours)		Mi – gonflement (5 mois)		Etat final (1 an)	
	Valeur	Ecart type	Valeur	Ecart type	Valeur	Ecart type
<b>Rc (MPa)</b>	23,5	0,9	12,3	0,2	12,5	0,1
<b>E (GPa)</b>	31,4	0,75	7,8	0,18	10,2	0,28
<b>Gf (N/m)</b>	113,9	13,0	100,5	14,0	97,8	3,3

Tableau 3. Résultats des essais mécaniques

Lorsque l'on quantifie la perte globale de performance on obtient :

- Résistance en compression : -50%
- Module de Young : -70%
- Énergie de fissuration : - 15%

Il est tout de même nécessaire de vérifier les causes de l'endommagement et vérifier que nous sommes bien en présence de la réaction sulfatique interne. Pour ce faire, les échantillons ont été suivis aux différentes échéances par micro-tomographie au rayon X et observés à l'état final au microscope électronique à balayage.

#### 4.2 Visualisation de l'ettringite

Les images de la figure 4 ont été obtenues aux trois jalons d'essais par micro-tomographie à rayons X du laboratoire de mécanique de Lille (LML). La figure 4a nous montre la présence d'une porosité importante, mais une bonne interaction pâte de ciment-granulats, alors que les figure 4b et 4c mettent en évidence une décohésion au niveau des interfaces pâte de ciment-granulats, ainsi que la présence d'amas dans les vides du béton.

Afin de déterminer la nature des espèces formées dans la porosité et dans la décohésion, les échantillons ont été observés au microscope électronique à balayage de l'IFSTTAR. La Figure 5 présente des images issues de cette observation. La figure 5a obtenues sur surface polie montre la présence de veine d'ettringite comprimée au niveau de l'aurole de transition. La figure 5b obtenue sur fracture fraîche montre deux vacuoles comportant des amas d'ettringite, ainsi qu'un granulats tapissé d'ettringite comprimée. Les spectres respectifs présentés sous chaque image confirment que l'espèce chimique observée est bien de l'ettringite.

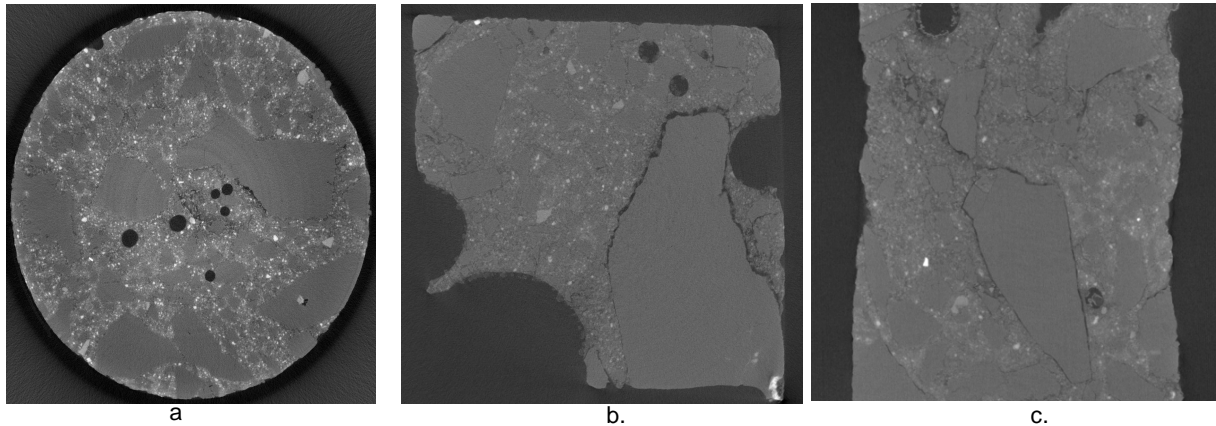


Figure 4. Suivi tomographique d'échantillons composés de granulats siliceux.  
 Diamètre moyen des échantillons : 6mm, taille du voxel : 4  $\mu$ m.  
 a. essai de caractérisation ; b. essai à mi-gonflement ; c. essai en fin d'expansion

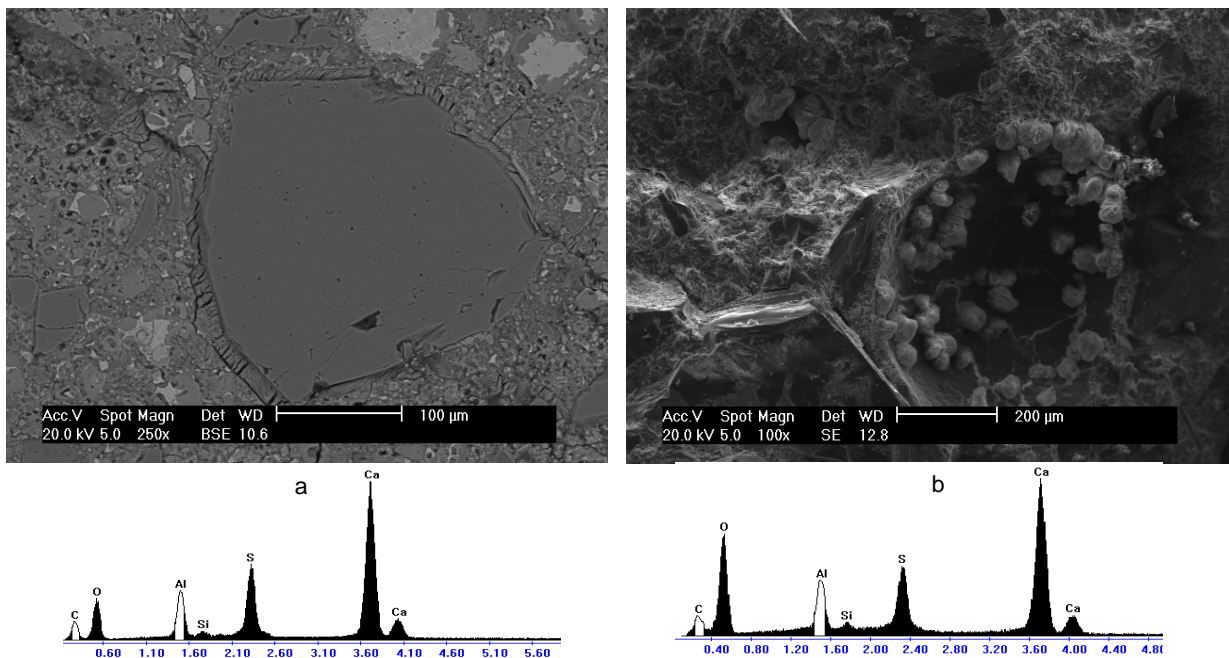


Figure 5. Observations au microscope électronique à balayage  
 a. Veines d'ettringite comprimée à l'interface pâte de ciment – granulat;  
 b. Vacuoles avec amas d'ettringite non comprimée et granulat tapissé d'ettringite comprimée

### 4.3 Discussion

Le développement d'ettringite différée induit des pertes de performance mécanique considérables. Il n'est pour le moment pas possible de déterminer dans quelle mesure la nature minéralogique des granulats joue un rôle sur les chutes des propriétés, la cinétique de réaction avec les granulats calcaires étant très retardée.

## 5. CONCLUSION

La composition minéralogique des granulats a un impact sur le développement de la réaction sulfatique interne de par son influence sur les zones d'interfaces pâte de ciment – granulats qui impacte vraisemblablement les propriétés de transfert. Il est clair que les cinétiques de réaction sont affectées : les

éprouvettes à granulats calcaires ont environ un an de retard en expansion par rapport aux éprouvettes à granulats siliceux. Il n'est pas possible à ce stade de déterminer si la nature des granulats impacte le taux d'expansion ou d'endommagement du béton.

## 6. REMERCIEMENTS

Ce travail de recherche se déroule dans le cadre du projet national ANR MOSAIC. Les auteurs souhaitent adresser nos remerciements pour le support financier apporté par l'Agence National de Recherche.

## 7. REFERENCES

- Al Shamaa M. (2012), Etude sur le risque de développement d'une réaction sulfatique interne et de ses conséquences dans les bétons de structure des ouvrages nucléaires, Thèse de doctorat, Université Paris-Est.
- Brunetaud X. (2005), Étude de l'influence de différents paramètres et de leurs interactions sur la cinétique et l'amplitude de la réaction sulfatique interne au béton, thèse de doctorat, École Centrale des Arts et Manufactures « École Centrale Paris »
- Grattan-Bellew P.-E., Beaudoin J.-J., Vallee V.-G. (1998), Effect of aggregate particle size and composition on expansion of mortar bars due to delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Research*, Vol. 28, n°8, p. 1147-1156.
- Heinz D., Ludwig U., Rüdiger I. (1989), Delayed ettringite formation in heat treated mortars and concretes, *Concrete Precasting Plant and Technology*, Vol. 11: 56-61.
- Kchakech B. (2015), Etude de l'influence de l'échauffement subi par un béton sur le risque d'expansions associées à la Réaction Sulfatique Interne, thèse de doctorat, Université Paris – Est.
- Méthode d'essai des lpc n°66 (2007), Réactivité d'un béton vis-à-vis d'une réaction sulfatique interne. Essai de performance, techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées, LCPC
- Monteiro P.J.M. & Mehta P.K. (1986), The transition zone between aggregate and type K expansive cement. *Cement and Concrete Research*, Vol. 16 : 111-114.
- NF EN 12390-3 (2003), Essai pour béton durci – résistance à la compression des éprouvettes
- Moore A.E., Taylor H.F.W. (1970), Crystal Structure of Ettringite, *Acta Crystallographica*, 26(4) : 386- 393.
- Odler I., Chen Y. (1995), Effect of cement composition on the expansion of heat-cured cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 25(4): 853-862.
- Pavoine A., Brunetaud X., Divet L. (2012), The impact of cement parameters on Delayed Ettringite Formation, *Cement and Concrete Composites*, 34 : 521-528.
- RILEM 95, Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of three-point bend tests on notched beams