

Université 20Aout 1955-Skikda
Faculté de Sciences de l'ingéniorat
Département : Génie civil
Ref :D012116016D



جامعة 20 اوت 1955 سكيكدة
كلية علوم الهندسة
قسم: الهندسة المدنية
المرجع: D012116016D

Thèse présentée en vue de l'obtention Du diplôme de
Doctorat en sciences

En Génie Civil
Option : Géomatériaux

**Etude de la durabilité des mortiers dans un milieu
agressif**

Présentée par :
Assia Abdelouahed

Soutenue publiquement le 14/12/2016

Devant le jury composé de :

Professeur	Messast Salah	Président.	Université de Skikda.
Professeur	Belachia Mouloud	Rapporteur	Université de Skikda.
Professeur	Benouis Abdelhalim	Examinateur	Université de Guelma.
Professeur	Merzoud Mouloud	Examinateur	Université de Annaba
Docteur	Hebhoub Houria	Invitée	Université de Skikda.

Remerciements

Louange à "ALLAH" le plus puissant qui m'a donné la santé, la volonté et le courage pour achever ce travail.

*Mes remerciements vont tout d'abord à mon encadreur, le professeur **M. Belachia** pour accepter d'encadrer et de suivre ce travail. Pour la compréhension, la confiance qu'il m'a accordé durant ces années et, aussi pour son gentillesse.*

*Je voudrais adresser aussi mes plus sincères remerciements à Oustadi **S. Messast**. Professeur à l'Université de Skikda, pour avoir accepté de présider le jury.*

*Je tiens également à remercier à Monsieur **A. Benouis** Professeur à l'Université de Guelma et Monsieur **M. Merzoud** Professeur à l'Université de Annaba pour avoir acceptés d'en être les rapporteurs et Madame **H. Hebhoub** Docteur à l'Université de Skikda pour ses orientations constructives.*

*Remerciements à Mr. **T. Sebbagh** Pour avoir contribué à la réflexion lors de l'élaboration du mémoire, pour son soutien inconditionnel et ses encouragements.*

*Je tiens à exprimer mes remerciements à Monsieur **A. Abdelouahed** qui m'a fourni les matériaux nécessaires pour compléter ce travail.*

J'adresse mes plus vifs remerciements aux :

*-Groupe du laboratoire de la **SCHS**, wilaya de Skikda, et surtout Monsieur **S. Boulakhsaiem** et Madame **R. Kerkoub** et Monsieur **A. Mechouek** pour leur aide durant la partie pratique de ce travail.*

*-Laboratoire de **CETIM** de Boumerdes et surtout Madame **Sahraoui** et Monsieur **A. Kezzar**.*

*-Laboratoire Biogalenic de Constantine et surtout Monsieur **Zouiten**.*

*Un grand merci à Monsieur **L. Abdelouahed**. Docteur à INSA ROUEN, et Monsieur **R. Kelaiaia**. Docteur à l'Université de Skikda pour leurs conseils et les corrections donnés.*

Je tiens à exprimer ma sympathie à tous mes collègues à l'Université de Skikda, et surtout Rym et Leila.

***Je dédie** ce travail à mes parents dont leurs soutiens, leurs supplications, et encouragements ont permis à terminer ce travail.*

Je tiens à exprimer tout au fond de mon cœur mes reconnaissances à mon mari, mes enfants et toute ma famille.

Abstract

This research project studies the durability of the mortar base of sulfate-resistant cement (SRC) with supplementary cementitious materials (SCMs) aims to use SCMs as substitutes for SRC to reduce its cost and enhance its durability to acids and salts. Three SCMs (granulated blast furnace slag, natural tuff, and natural pozzolan) are used with weight ratios of 5, 10, 15, and 20%. Three environment with the same concentration (5%) were selected, sulfuric acid (H_2SO_4), hydrochloride acid (HCl) and ammonium nitrate solution (NH_4NO_3). A compressive strength test, flexion strength test, weight loss test, depth of penetration, X-ray diffraction and infrared spectrometer were carried out through the conducted experiments and the results were compared with values for reference SRC. The different results in acidic medium show that the compressive and flexion strength decreases with increasing tuff and slag contents, while the weight loss decreases with increasing tuff content. Mortars with a pozzolan content of 10% give similar results to SRC. The leaching process is achieved by the use of ammonium nitrate solution, the percentage of slag has positive influence in mortars but the loss of compressive strength was very important compared by mortars with tuff and pozzolan, the depth of degradation depended on the initial strength of the specimens. The XRD patterns and infrared spectrometer show that new phases appear after the attack by aggressions.

Résumé

Ce projet de recherche étudie la durabilité de mortier à base d'un ciment résistant aux sulfates (CRS) avec des additions cimentaires, la recherche s'intéresse à utiliser les additions comme substitution dans le ciment CRS, pour réduire son coût et améliorer sa durabilité aux agressions. Trois additions (le laitier granulé de haut fourneau, le tuf naturel, et la pouzzolane naturelle) sont utilisées avec des rapports en poids de 5, 10, 15 et 20%. Trois environnements avec une même concentration (5%) ont été sélectionnées, l'acide sulfurique (H_2SO_4), l'acide chlorhydrique (HCl) et une solution de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3). La résistance à la compression, la résistance à la flexion, la perte de masse, la profondeur de dégradation, la diffraction des rayons X et les spectromètres infrarouges ont été effectués à travers les expériences réalisées, et les résultats ont été comparés avec celle du mortier de référence.

Dans le milieu acide, les différents résultats montrent que la résistance à la compression et à la flexion diminue avec l'augmentation de la teneur en tuf et en laitier, tandis que la perte de masse diminue avec l'augmentation de la teneur en tuf. Les mortiers avec une teneur de 10% de la pouzzolane donnent des résultats similaires au mortier témoin. L'essai de lixiviation est atteint par l'utilisation d'une solution de nitrate d'ammonium, la proportion de laitier a une influence positive sur la résistance mécanique des mortiers, mais la perte de la résistance à la compression de mortier avec laitier est très importante par rapport au mortier avec le tuf et la pouzzolane, la profondeur de dégradation dépend de la résistance initiale du mortier. Les diagrammes DRX et les spectres infrarouges montrent que des nouvelles phases apparaissent après l'attaque par les agressions.

المخلص

يدرس هذا المشروع البحثي متانة الملاط على أساس الاسمنت المقاوم للسلفات (SRC) مع إضافات اسمنتية، ويركز البحث على استبدال الاسمنت نوع CRS بالإضافات الاسمنتية، وذلك من أجل تخفيض تكلفة ال CRS وتحسين المتانة. وتستخدم ثلاث إضافات (خبث انفجار الفرن العالي، توف الطبيعي، والبوزلان الطبيعي) مع نسب الوزن من 5، 10، 15 و 20%. وقد تم اختيار ثلاثة اوساط عدائية للاسمنت بنفس التركيز (5%)، وحمض الكبريتيك (H_2SO_4)، حمض الهيدروكلوريك (حمض الهيدروكلوريك) و نترات الامونيوم (NH_4NO_3). قوة الضغط، قوة الانتشاء، وفقدان الوزن، وعمق التدهور، حيود الأشعة السينية ومطياف الأشعة تحت الحمراء أجريت من خلال التجارب، وتمت مقارنة النتائج مع البلاط المرجعي. في الوسط الحمضي، بينت النتائج المختلفة أن قوة الضغط والانتشاء تتناقص مع زيادة المحتوى من الطف والخبث، في حين أن فقدان الكتلة تتناقص مع زيادة الطف المحتوى. البلاط التي تحتوي على نسبة من 10% من البوزلان تعطي نتائج مشابهة للبلاط المرجعي. اختبار الرشيع يتم من خلال استخدام محلول نترات الامونيوم، حيث أن نسبة الخبث لها تأثير إيجابي على القوة الميكانيكية للبلاط، ولكن فقدان المقاومة للضغط مع الخبث مهم جدا مقارنة مع البلاط الذي يحتوي على التوفا و pozzolana، وعمق التدهور يرتبط بالقوة الأولية للبلاط. أنماط حيود الأشعة السينية وأطياف الأشعة تحت الحمراء تظهر أن مراحل جديدة تظهر بعد الهجوم عليه عنوة.

Sommaire

Introduction générale.....	11
Généralité	11
But de la recherche	12
Contenu du mémoire	13
Chapitre I: Synthèse bibliographique	14
I.1 Introduction.....	14
I.2 Différents milieux agressifs pour le béton	15
Classification des environnements chimiquement agressifs	15
I.3 Les principaux types d'agents agressifs	15
I.4 Dégradation des bétons dans un milieu agressif	16
I.4.1 Introduction	16
I.4.2 Les attaques physiques des bétons	17
I.4.3 Les attaques chimiques.....	17
I.4.4 Les autres causes de dégradation des bétons.....	18
I.5 Durabilité des bétons dans un environnement agressif:.....	19
I.5.1 Attaque chimique des bétons par les sources extérieurs:	19
I.5.2 Mécanisme de transport des ions agressif dans un béton:.....	19
I.6 Utilisation des additions dans les bétons	20
I.7 Microstructure et propriétés fondamentales et des ciments	21
I.7.1 Le ciment.....	21
I.7.2 Fabrication du ciment.....	21
I.7.3 Les Constituants du ciment	22
1.7.3.1 Le Clinker:	22

Sommaire

I.7.3.2 Le gypse(CaSO_4)	23
I.7.3.3 Les ajouts minéraux	23
I.8 Hydratation du ciment.....	23
I.8.1 Introduction	23
I.8.2 Hydratation des composants du ciment Portland	24
I.8.2.1 Hydratation du silicate tricalcique C_3S	24
I.8.2.2 Hydratation du silicate bi calcique C_2S	25
I.8.2.3 Hydratation de l'aluminate tricalcique C_3A	25
I.8.2.4 Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C_4AF	26
I.9 Mécanismes de transport des ions chlore dans une matrice cimentaire.....	26
I.9.1 Introduction	26
I.9.2 Le coefficient de diffusion des chlorures	27
I.9.3 Mécanisme d'interaction entre les chlorures et la matrice cimentaire	27
I.9.4 Influence de type de ciment	27
I.10 Lixiviation des matrices cimentaires	28
I.10.1 Introduction	28
I.10.2 Processus de dégradation des mortiers dans une solution de nitrate d'ammonium ...	29
I.10.3 Conséquence de la lixiviation	31
I.10.4 L'agressivité des nitrates d'ammonium	32
I.11 L'attaque par les sulfates	32
I.11.1 Introduction	32
I.11.2 Processus d'attaque sulfatiques	33
I.11.3 Différent types d'ettringite	34
I.11.4 Caractéristique physico-chimique	35
I.12 Carbonatation des matériaux cimentaire.....	36
I.12.1 Introduction	36
I.12.2 Mécanisme de carbonatation	36

Sommaire

I.12.3 Paramètres influent sur la cinétique de la carbonatation	37
I.13 L'alcalis-réactions	37
I.14 Mécanismes de dégradation des bétons par le cycle gel dégel	38
I.15 Résultats des différents travaux réalisés	39
I.16 Conclusion	41
Chapitre II: effet des addictions minérales sur les performances des mortiers	42
II.1 Introduction	43
II.2 Action des addictions sur les matériaux cimentaire	43
II.2.1 Un effet granulaire :	44
II.2.2 Un effet physico-chimique et microstructural	44
II.2.3 Un effet chimique	45
II.3 Règles de formulation des mortiers avec addictions :	45
II.4 Choix des addictions	46
II.5 Choix de mortier	47
II.6 Effet des addictions utilisées sur les performances des mortiers	47
II.6.1 Introduction	47
II.6.2 Préparation des addictions	47
II.6.3 Caractéristiques des addictions	48
II.6.3.1 Le laitier	48
II.6.3.2 La pouzzolane	49
II.6.3.3 Le tuf	50
II.6.4 Matériaux utilisés	50
II.6.4.1 Le ciment	50
II.6.4.2 Le sable	51
II.6.4.3 L'eau	51
II.6.5 Préparation des mortiers	51
II.6.6 Composition des mortiers	52

Sommaire

II.6.7 Mortier à l'état frais	54
II.6.7.1 Masse volumique des mortiers	54
II.6.7.2 Essai de consistance	56
II.6.7.3 Début et fin de prise	57
II.6.8 Essai à l'état durci	58
II.6.8.1 Résistance à la compression et à la flexion	58
II.7 Conclusion	64
Chapitre III: Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide	63
III.1 introduction	63
III.2 Matériaux utilisés	63
III.3 Préparation des mortiers	64
III.4 Conservation des éprouvettes	64
III.5 Mesure de la résistance mécanique	65
III.5.1 La résistance mécanique des mortiers conservés dans l'acide HCl.....	66
III.5.2.La résistance mécanique des mortiers conservés dans l'acide H ₂ SO ₄	68
III.5.3 Perte de la résistance.....	69
III.5.4 Influence du pourcentage des additions substituées au CRS sur la résistance à la compression des mortiers dans un milieu acide	71
III.6.Mesure de la résistance chimique (perte de masse)	73
III.6.1 Caractérisation de la perte de masse.....	73
III.6.2 Influence du pourcentage des additions substituées au ciment sur la résistance chimique des mortiers dans un milieu acide.....	75
III.7 Etude de la microstructure.....	77
III.8.1 Introduction	77
III.8.2 Analyse de la microstructure par DRX.....	78
III.8.3 Modalité des essais	78
III.8.4 Préparation de l'échantillon.....	78

Sommaire

III.8.5 Résultats de DRX	79
III.8.5.1 DRX des mortiers conservés dans H ₂ SO ₄	79
III.8.5.2 DRX des mortiers conservés dans HCl.....	81
III.8.6 Analyse de la microstructure par la spectroscopie infrarouge de Fourier	84
III.8.6.1 Introduction.....	84
III.8.6.2 Principales longueurs d'onde de vibration infrarouge des phases hydratées.....	85
III.8.6.3 Préparation de l'échantillon	86
III.8.6.4 Résultats de l' IRTF (méthode quantitative).....	86
III.7. Conclusion.....	92
Chapitre IV: Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammunium.....	93
IV.1 introduction	94
IV.2 Résultats de quelques Travaux.....	94
IV.3 formulation des mortiers	95
IV.4 Effet des additions sur la résistance mécanique des mortiers traités par le nitrate d'ammonium	95
IV.4.2 Résistance mécanique des mortiers traités par le nitrate d'ammonium	98
IV.5 Perte de résistance mécanique.....	99
IV.6 Observation visuelle de dégradation des mortiers traités par le nitrate d'ammonium...	102
IV.7 Profondeur de dégradation	103
IV.6 Etude de la microstructure par la méthode DRX.....	107
IV. 7. Conclusion	109
Conclusion générale	109
Référence bibliographie	112

Liste des figures

Figure I.1: Effet des agressions sur les armatures	18
Figure I.2: Effet des agressions sur les armatures.....	18
Figure I.3: Microphotographie d'un clinker	22
Figure I.4: CSH fibreux avec Cristal de Portlandite (X) entre des CSH (#), la porosité est repérée par (O).....	25
Figure I.5: Processus de lixiviation d'un matériau cimentaire.....	29
Figure I.6: Profondeur dégradée dans un cylindre de béton conservé dans le nitrate d'ammonium à l'âge de 36 jours	31
Figure I.7: Microscopie Electronique à Balayage, ettringite aciculaire (aiguille) dans un béton	35
Figure I.8: Mécanisme de carbonatation au niveau de la solution interstitielle du béton	37
Figure I.9: Fissuration sévère d'un massif de fondation	38
Figure II. 1 : Broyeur électrique.....	48
Figure II.2: Le laitier de haut fourneau d' El-Hadjar	49
Figure II.3: La pouzzolane de Beni-Saf	49
Figure II.5: Mortier à l'état frais (CRS+15 laitier).....	52
Figure II.6: TURBULA Shaker-Mixer.....	52
Figure II.7: Effet de laitier sur la masse volumique de mortier	55
Figure II.8: Effet de tuf sur la masse volumique de mortier	55
Figure II.9: Effet de la pouzzolane sur la masse volumique de mortier.....	56
Figure II.10: Besoin en eau des pâtes à base d'additions pour une consistance normale	57
Figure II.11: Besoin en eau des pâtes à base d'additions pour une consistance normale	58
Figure II.12: Machine de compression et flexion 3point	59
<i>Figure II.13 : Chambre pour la conservation.....</i>	59
Figure II.14: Evolution de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de laitier à l'âge de 7, 28, 56, 90 et 180 jours.	59
Figure II.15: Evolution de la résistance à la cflexion en fonction du pourcentage de laitier à l'âge de 7, 28, 56, 90 et 180 jours.	59
Figure II.16: Evolution de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de tuf à l'âge de 7, 28, 56, 90, 180 jours.....	58

Liste des figures

Figure II.17: Evolution de la résistance à la flexion en fonction du pourcentage de tuf à l'âge de 7, 28, 56, 90, 180 jours.....	58
Figure II.18: Evolution de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de la pouzzolane à l'âge de 7, 28, 56, 90, 180 jours.....	59
Figure II.19: Evolution de la résistance à la flexion en fonction du pourcentage de la pouzzolane à l'âge de 7, 28, 56, 90, 180 jours.....	60
Figure III.1: Conservation des éprouvettes dans l'acide chlorhydrique.....	65
Figure III.2: Conservation des éprouvettes dans l'acide sulfurique.....	65
Figure III.3: Résistance à la compression après 28 jours de traitement par HCl.....	68
Figure III.4: Résistance à la flexion après 28 jours de traitement par HCl.....	68
Figure III.5: Résistance à la compression après 28 jours de traitement par H ₂ SO ₄	68
Figure III.6: Résistance à la flexion après 28 jours de traitement par H ₂ SO ₄	68
Figure III.7 : Eprouvette traitée par les acides H ₂ SO ₄ et HCl.....	69
Figure III.8 : Perte de la résistance à la compression des échantillons conservés dans H ₂ SO ₄ et HCl.....	70
Figure III.9 : Perte de la résistance à la flexion des échantillons conservés dans les acides HCl et H ₂ SO ₄	70
Figure III.10 : Influence des additions sur la résistance à la compression des mortiers dans l'acide H ₂ SO ₄	72
Figure III.11 : Influence des additions sur la résistance à la compression des mortiers dans l'acide HCl.....	72
Figure III.12 : Eprouvette (5 X5 X 5) cm conservée dans H ₂ SO ₄	73
Figure III.13 : Perte de masse des échantillons de mortier après 28-56-90 jours de conservation dans un acide de 5% H ₂ SO ₄	74
Figure III.14 : Perte de masse des échantillons de mortier après 28-56-90 jours de conservation dans un acide de 5% HCl.....	74
Figure III.15 Influence des additions sur la résistance chimique des mortiers immergés dans l'acide H ₂ SO ₄ pendant 56 jours.....	76
Figure III.16 : Influence des additions sur la résistance chimique des mortiers immergés dans l'acide HCl pendant 56 jours.....	76
Figure III.17 : DRX du mortier avec 10% laitier dans H ₂ SO ₄	79
Figure III.18 : DRX du mortier témoin dans H ₂ SO ₄	80
Figure III.19 : DRX du mortier avec 10% pouzzolane H ₂ SO ₄	80

Liste des figures

Figure III.20 : DRX du mortier avec 10% tuf dans H ₂ SO ₄	81
Figure III.21 : DRX du mortier avec 10% laitier dans HCl.	82
Figure III.22 : DRX du mortier témoin dans HCl.	82
Figure III.23 : DRX du mortier avec 10% tuf conservé dans HCl.....	83
Figure III.24 : DRX du mortier avec 10% pouzzolane conservé dans HCl.....	83
Figure III.25 : Varian 640 IR Fourier (Transform Infrared Spectroscopy) (FTIR)	85
Figure III.26 : Pastille utilisés pour l'essai IRTF.....	86
Figure III.27 : Spectre IRTF d'un mortier témoin exposé à 5% H ₂ SO ₄	87
Figure III.28 : Spectre IRTF d'un mortier 10% pouzzolane exposé à 5% H ₂ SO ₄	87
Figure III.29 : Spectre IRTF d'un mortier 10% tuf exposé à 5% H ₂ SO ₄	88
Figure III.30 : Spectre IRTF d'un mortier 10% laitier exposé à 5% H ₂ SO ₄	88
Figure III.31 : Spectre IRTF d'un mortier avec 10% pouzzolane exposé à 5% HCl	89
Figure III.32: Infrared spectra of specimens MT preserved in 5% HCl	90
Figure III.33: Infrared spectra of specimens M tuf preserved in 5% HCl	90
Figure III.34: Infrared spectra of specimens M laitier preserved in 5% HCl.....	91
Figure IV.1 : Conservation des mortiers.....	96
Figure IV.2 : Résistance à la compression des mortiers conservés dans l'eau à l'âge de 56,118 et 270 jours.....	97
Figure IV.3 : Résistance à la flexion des mortiers conservés dans l'eau à l'âge de 56,118 et 270 jours.....	97
Figure IV.4 : Résistance à la flexion des mortiers conservés dans une solution de nitrate d'ammonium à l'âge de 28,90 et 180 jours (cure de 28 jours).....	98
Figure IV.5 : Résistance à la compression des mortiers conservés dans une solution de nitrate d'ammonium à l'âge de 28,90 et 180 jours (cure de 28 jours).....	99
Figure IV.6 : Perte de résistance à la compression des mortiers avec laitier après 28, 90, 180 jours d'immersion dans le nitrate d'ammonium.....	100
Figure IV.7 : Perte de la résistance à la compression des mortiers avec tuf après 28, 90, 180 jours d'immersion dans le nitrate d'ammonium	101
Figure IV.8 : Perte de la résistance à la compression des mortiers avec la pouzzolane après 28, 90, 180 jours d'immersion dans le nitrate d'ammonium.....	101
Figure IV.9 Etat des éprouvettes de mortier après 180 jours de conservation dans une solution de 5% de nitrate d'ammonium.....	103
Figure IV.10 Profondeur de dégradation de mortier témoin après 90 jours d'immersion dans une solution 5% de nitrate d'ammonium.....	104

Liste des figures

Figure IV.11 Profondeur de dégradation de mortier avec 15% laitier après 90 jours d'immersion dans une solution 5% de nitrate d'ammonium.	104
Figure IV.12 Profondeur de dégradation des mortiers avec des pourcentages différents de laitier conservés dans 5% de nitrate d'ammonium en fonction de l'âge.	105
Figure IV.13 Profondeur de dégradation des mortiers avec des pourcentages différents de tuf conservés dans 5% de nitrate d'ammonium en fonction de l'âge	105
Figure IV.14 Profondeur de dégradation des mortiers avec pouzzolane en fonction du temps conservés dans 5% de nitrate d'ammonium.....	106
Figure IV.15 Diffractogramme d'un mortier avec 10% tuf conservé dans une solution de 5% de nitrates d'ammonium après 90 jours	107
Figure IV.16 Diffractogramme d'un mortier avec 10% pouzzolane conservé dans une solution de 5% de nitrates d'ammonium après 90 jours.	108
Figure IV .16 Diffractogramme d'un mortier avec 10% laitier conservé dans une solution de 5% de nitrates d'ammonium après 90 jours.....	108

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification des environnements chimiquement agressifs	15
Tableau 2: Coefficient de prise en compte des additions dans la formulation du béton en fonction de la qualité de ciment.....	20
Tableau 3: Composition chimique et minéralogique du clinker.	22
Tableau 4: Utilisation des ajouts dans les cimenteries Algériennes.....	46
Tableau 5: Composition chimique élémentaire de laitier.....	49
Tableau 6: Composition chimique élémentaire de la pouzzolane.....	50
Tableau 7: Composition chimique élémentaire de tuf.	50
Tableau 8: Composition chimique et minéralogique de ciment.....	51
Tableau 9: Pourcentage de substitution des additions.....	53
Tableau 10: Formulation des mortiers.	53
Tableau 11: Principales longueurs d'onde de vibration infrarouge des phases hydratées.	85

Introduction générale

Généralité

La durée de vie d'un ouvrage en béton est souvent liée à la capacité du béton à empêcher la pénétration des agents agressifs dans son réseau poreux et son réseau de fissures. La durabilité est définie par la norme NF X 50-501.2007 comme « l'aptitude d'une entité à accomplir une fonction dans des conditions données d'utilisation et de maintenance, jusqu'à ce qu'un état limite soit atteint ». Selon la norme NF EN 206-1, « la durée de vie d'un béton est la période durant laquelle son comportement dans la structure demeurera à un niveau compatible avec les exigences de performance de la structure si celle-ci est correctement entretenue ».

La durabilité est généralement utilisée pour caractériser de façon très générale la résistance d'un béton face à l'attaque d'un agent agressif physique ou chimique [1,2], et aussi aux contraintes mécaniques (fluage). La durabilité du béton dépend des facteurs qu'il n'est pas toujours aisé d'isoler : condition de mise en œuvre, compositions des différents constituants (ciment, granulats, eau, adjuvants), âge du béton, conditions climatiques et le milieu dans lequel le béton est exploité.

Les facteurs influents la durabilité peuvent être internes aux bétons comme la porosité, la perméabilité et diffusivité, la fissuration, les ions chlore (présent dans certains accélérateurs et eau de gâchage), réactions alcalis granulats, les ions sulfates (oxydations des pyrites contenues dans certains granulats calcaires), ou externes les ambiances hivernales (la répétition des cycles de gel dégel, l'action des sels de déverglaçage, formation de sels gonflants), les ambiances chimiquement agressives notamment le dioxyde de carbone, les eaux de pluies de neiges, les eaux souterraines, l'eau de mer, les acides, les bases ainsi que toutes les solutions résultant de la dissolution de sels ou de gaz.

Le ciment est l'un des constituants le plus endommagé par les agressions, La recherche d'un liant moins coûteux en utilisant des déchets industrielles (laitier, cendre volante) ou de ressources naturelles est devenue une préoccupation majeure pour pallier le déficit dans la fabrication du ciment Portland, que l'utilisation des additions cimentaire améliore les performances des mortiers et conduit à l'obtention d'un nouveau matériau de construction économique et écologique.

Introduction Générale

Un mortier est d'autant plus durable qu'il résiste à la pénétration des agents agressifs. Cette qualité peut être caractérisée au moyen de deux grandeurs physiques : la perméabilité et la diffusivité.

Une grande partie des problèmes de durabilité rencontrés dans les régions Algériennes résulte de la présence des chlorures et des sulfates (dans le sol ou dans les agrégats...) avec l'aggravation additionnelle de l'effet du climat chaud et aride. Ce manque de durabilité a directement une influence sur la structure de la construction et peut conduire à la détérioration totale d'un grand nombre des constructions.

But de la recherche

Les matériaux locaux en toute région du monde forment le premier produit naturel de construction propre à cette région étant donné qu'il a pu résister aux alia-climatiques de cette même région. L'Algérie avec sa vaste superficie englobe une hétérogénéité de matériaux locaux qui méritent d'être valorisés, à titre d'exemple la pouzzolane, les argiles, le tuf et le sable de dune.

L'utilisation des additions minérales d'origine locale (Algérien) ; laitier d'EL Hadjar (Annaba), pouzzolane de Beni-saf et le tuf de Chtaïbi (Annaba), présente une alternative économique et écologique dans la fabrication des ciments et des mortiers en Algérie.

La substitution partielle d'une certaine quantité ciment par un ou plusieurs additions lorsqu'ils sont disponibles peut être avantageuse du point de vue économique.

Le CRS (ciment résistant aux sulfates) en Algérie est très cher comparé par le ciment Portland, en raison de la nature de l'argile utilisée et la teneur en C_3A limitée.

Cette recherche étudie l'influence des ajouts cimentaires substitué dans le CRS (un ciment résistant au sulfate) sur la durabilité des mortiers dans un environnement agressif. En raison de la grande existence de tuf en Algérie, et en raison de sa grande similitude avec la pouzzolane (composition chimique), nous avons utilisé ce matériau comme addition dans le CRS et le comparé avec le laitier et la pouzzolane étudiés par de nombreux chercheurs.

Le but de cette substitution est de modifier la composition minéralogique du liant élaboré à base du ciment CRS et la variété d'additions utilisés. Cette substitution nous donne des liants avec des compositions minéralogiques qui diffèrent, ce qui nous permettra d'évaluer l'effet de la composition de l'addition sur les caractéristiques de la durabilité et le comportement des mortiers dans les différents milieux agressifs.

Introduction Générale

Contenu du mémoire

- Ce mémoire se commence par une introduction générale, et se subdivise en quatre chapitres : Le premier chapitre concerne une revue bibliographique sur la durabilité des matériaux cimentaires, les mécanismes de dégradation et les facteurs influents, ainsi qu'un résumé sur les travaux réalisés dans ce domaine.
- Le deuxième chapitre présente les caractéristiques des matériaux utilisés, ainsi que l'influence des additions sur les performances des mortiers à l'état frais et durcis.
- Dans le troisième chapitre, nous avons entamés à l'étude de la durabilité des mortiers dans les milieux acides. Nous avons suivi les résistances mécaniques, chimiques, et on a terminé par une étude microstructurale.
- Le quatrième chapitre présente une étude sur le phénomène de lixiviation de mortier dans une solution de nitrate d'ammonium.
- Nous terminerons ce mémoire par une conclusion générale de nos travaux, ainsi que des perspectives qui en découlent sur les améliorations nécessaires à apporter, en proposant des études possibles à réaliser comme suite aux travaux présentés.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1 Introduction

Certains environnements sont agressifs pour les bétons. Ils peuvent occasionner des attaques acides importantes, des gonflements et éclatements du béton, ... C'est notamment le cas des zones soumises au gel, aux sels de déverglaçage, des environnements marins et des environnements chimiques (notamment les milieux industriels et agricoles).

Aujourd'hui, on observe de plus en plus de problèmes de dégradation prématurée sur les structures de béton en contact avec des agents agressifs comme l'eau de mer ou des sels fondants.

En fait, la dégradation du béton exposé à des environnements agressifs peut provenir de plusieurs causes, comme par exemple, des cycles répétés de gel et de dégel, la lixiviation de produits de l'hydratation du ciment ou la pénétration d'agents agressifs à l'intérieur de la matrice cimentaire. Au Canada et en Amérique du Nord, le processus de dégradation le plus couramment observé est la corrosion des aciers d'armature provoquée par la pénétration d'agents agressifs. Or, depuis quelques années plusieurs travaux de recherche ont été consacrés à la compréhension des mécanismes à l'origine de ce phénomène.

Il existe cependant, sur les sites naturels, des phénomènes qui peuvent altérer la protection normalement assurée par le béton comme :

- La carbonatation du béton, où les hydrates de la pâte de ciment réagissent avec le dioxyde de carbone contenu dans l'air ; ce phénomène provoque des variations de la composition de la solution interstitielle et des modifications de la phase hydratée du béton ;
- La pénétration des ions chlore jusqu'au droit des armatures, qui peut également détruire le film d'oxyde lorsque la concentration en chlorures à la surface de barres dépasse un certain seuil.
- La pénétration d'agents agressifs au sein d'une structure de béton peut aussi être à l'origine de dégradations de la pâte de ciment ou des granulats. Ces détériorations,

Chapitre I : Synthèse bibliographique

quoique lentes à se manifester, peuvent également mettre en danger la stabilité de l'ouvrage. Il est donc important de connaître les mécanismes de dégradation des structures en présence d'agents agressifs ainsi que le comportement des constituants du béton dans ces environnements.

I.2 Différents milieux agressifs pour le béton

Les environnements chimiquement agressifs peuvent être classifiés selon le tableau 1.

Tableau 1 : Classification des environnements chimiquement agressifs [...]

Environnement	Symbole	Mesure de protection
Faiblement agressif	XA1	Adaptation à la composition et de la mise en œuvre aux conditions du milieu avec action spécifique sur la nature et le dosage en ciment, le rapport E/C+KA.
Moyennement agressif	XA2	
Fortement agressif	XA3	

Si le degré d'agressivité des solutions et des sols dépasse les concentrations de la classe XA3, il est nécessaire de prévoir une protection externe (enduits, peintures) ou interne (imprégnation). Ces trois classes d'environnement XA1, XA2 et XA3 qui sont celles de la norme NF EN 206.1 correspondent dans l'ordre aux classes 5a, 5b, 5c de la norme XP P 18-305 sur le béton prêt à l'emploi. La liste des milieux et des agents agressifs n'est pas exhaustive. Pour des environnements différents, des études préalables devront être entreprises pour choisir le ciment le mieux adapté.

I.3 Les principaux types d'agents agressifs

Les agressions chimiques peuvent être diverse : les agents agressifs sont le plus souvent des gaz, d'origine naturelle ou résultant de pollutions atmosphériques, des liquides organiques ou inorganiques, des solutions issues de déchets d'origine diverses ou des milieux biologiques tels que des fermentations bactériennes ou des fongicides. Sauf dans le cas d'agression direct par des liquides organiques, tous ces agents agressifs ont généralement un vecteur commun indispensable : l'eau sous forme liquide ou vapeur [3].

- Gaz, Origine naturelle (CO₂) ou bien origine industrielle (vapeur de chlore, usine ...).

I.4 Dégradation des bétons dans un milieu agressif

I.4.1 Introduction

La dégradation du béton des ouvrages résultant du phénomène pénétration des agressions a été classée dans de nombreux pays. Les constructions en béton sont en général au contact de l'atmosphère, de l'eau (rivière, mer, etc.) ou de sols. Ces milieux sont plus ou moins pollués et contiennent certains corps (gaz ou liquide) qui peuvent entrer dans le béton et modifier les caractéristiques de celui-ci et en particulier la composition chimique de la solution interstitielle. Les agents agressifs les plus fréquents sont les eaux pures, les chlorures dans l'eau et le dioxyde de carbone (CO_2) dans l'atmosphère, chacun de ces agressions peut être une cause de dégradation dans le béton [4]. Le béton est un matériau poreux composé de minéraux issus de l'hydratation du ciment en équilibre avec la solution résiduelle occupant les pores et de granulats qui sont considérés en première approximation comme chimiquement stables [5], il peut être altéré par le milieu environnant, pour des raisons :

- Physiques : le gel peut le faire éclater, etc.
- Mécaniques : le béton peut se fissurer sous l'action d'une charge excessive,
- Chimiques, notamment à cause de certains corps (gaz ou ions) contenus dans le milieu environnant.



Figure I.1: Effet des milieux agressifs sur les bétons [4].

Son altération chimique [6] est due au transport des ions en solution entre le matériau et son environnement, sous gradient de concentration ou de pression. La variation de composition

de la solution porale qui en résulte provoque la réorganisation des équilibres chimiques qui se traduit par des processus de dissolution/précipitation. En relation avec la composition chimique des eaux présentes dans le milieu géologique considéré, les principales sollicitations sont l'hydrolyse, la carbonatation et l'attaque par les ions sulfates, cette dernière pouvant conduire à la dégradation des bétons.

I.4.2 Les attaques physiques des bétons

Les causes principales de dégradation des bétons proviennent des attaques physiques et chimiques supportées dans le temps par les structures placées dans un environnement plus ou moins agressif [1]. Les dégradations peuvent provenir également de défauts initiaux dus soit à une conception mal adaptée, soit à une mauvaise mise en œuvre des bétons.

- Abrasion et corrosion, Le béton est creusé par l'action conjuguée d'eaux chargées en particules de sables et de graviers et de turbulences hydrauliques (cavitation et abrasion). Exemples : Evacuateur de crue de barrage, enceintes de turbine, sols industriels, ...
- Chocs, Le béton éclate sous l'effet de chocs produits par des engins de transport ou de levage, des outils, exemples : sols d'ateliers, éléments bétons préfabriqués, ...
- Surcharges, Il s'agit d'ouvrages en béton ayant supporté des charges trop importantes qui ont entraîné des fissurations et des éclatements du béton. Exemples : Pont, portiques, poutres, ...
- Feu, Les très fortes élévations de température lors d'un incendie entraînent un éclatement du béton. Exemples : Tunnel, ateliers, cuves, ...
- Cycle Gel/Dégel, Après un nombre important de cycles de gel/dégel, certains bétons peuvent se déliter en surface et se désagréger. Exemples : Ouvrages de montagne, chambres froides...etc.

I.4.3 Les attaques chimiques

- * Il faut distinguer la corrosion des bétons de la corrosion des armatures dans le cas des bétons armés.

Corrosion chimique des bétons, Elle provient de plusieurs phénomènes

- * Acide : Les bétons sont attaqués par les acides et les autres agents chimiques (huiles, graisses). Exemples : cuves alimentaires, canalisations d'évacuation, bassins de décantation...

Chapitre I : Synthèse bibliographique

- * Sulfates : Certaines eaux chargées en sels minéraux peuvent entraîner des dégradations du béton par dissolution de certains composants du ciment (formation de sels gonflants : ettringite, ...). Exemples : Buses, conduits d'évacuation d'eaux pluviales, sols industriels.



Figure I.2: Effet des agressions sur les armatures [6].

I.4.4 Les autres causes de dégradation des bétons

Nous avons vu que les bétons se dégradent à cause des milieux dans lesquels ils sont placés : agressions physiques et chimiques. Certaines autres causes, essentiellement dues à une mauvaise mise en œuvre, peuvent également participer à la dégradation des bétons.

Mauvaise qualité des bétons employés, Un béton trop faiblement dosé en ciment, mal vibré, présentera un aspect défectueux : nid de cailloux, faïençage, fissures superficielles, trous laissant les armatures apparentes.

- Vibration trop importante du béton, Une vibration trop longue peut entraîner une ségrégation du béton et par conséquent une mauvaise répartition des constituants. Les efforts mal répartis entraînent alors des fissurations et des éclatements du béton [4].
- Absence de cure du béton, La cure du béton est indispensable par temps chaud ou venté. Sans protection de surface, le béton se faïence en surface.
- Cycles humidité sécheresse, Les cycles répétés d'humidité/sécheresse entraînent des variations dimensionnelles du béton pouvant créer des fissures, et par conséquent la corrosion des aciers.

I.5 Durabilité des bétons dans un environnement agressif :

La durabilité des différentes structures repose sur le béton qui protège l'acier de la corrosion et empêche la pénétration des ions agressifs.

Il existe cependant plusieurs phénomènes qui peuvent altérer la protection normalement assurée par le béton comme :

- La carbonatation du béton, où les hydrates de la pâte de ciment réagissent avec le dioxyde de carbone contenu dans l'air ; ce phénomène provoque des variations de la composition de la solution interstitielle et des modifications de la phase hydratée du béton [7].
- La pénétration des ions chlore jusqu'au droit des armatures, qui peut également détruire le film d'oxyde lorsque la concentration en chlorures à la surface de barres dépasse un certain seuil.

La pénétration d'agents agressifs au sein d'une structure de béton peut aussi être à l'origine de dégradations de la pâte de ciment ou des granulats. Ces détériorations, quoique lentes à se manifester, peuvent également mettre en danger la stabilité de l'ouvrage. Il est donc important de connaître les mécanismes de dégradation des structures en présence d'agents agressifs ainsi que le comportement des constituants du béton dans ces environnements.

I.5.1 Attaque chimique des bétons par les sources extérieures :

Plusieurs dommages peuvent être causés aux bétons de ciment portland par des sulfates actuels en agrégats. Le mécanisme de la réaction chimique a été confiné là à celui du sulfate de calcium (gypse) qui est le contaminant de sulfate le plus ordinaire des agrégats, c'est également le type le plus commun de sulfate se produisant naturellement dans les sols.

I.5.2 Mécanisme de transport des ions agressif dans un béton :

La plupart des processus de détérioration touchant les structures en béton, impliquent les transferts de à l'intérieur d'un matériau poreux comme le béton. Il est couramment prétendu que meilleure est la résistance d'un béton à ces transferts, plus durable sera celui-ci. Les propriétés de transfert du béton sont donc utilisées progressivement comme critère de sa durabilité [8]. La pénétration de gaz, d'eau ou d'autres fluides dans le béton s'effectue par l'intermédiaire des pores de la matrice cimentaire et des interfaces pâte - granulats. Les trois principaux processus qui peuvent amener des substances agressives à pénétrer dans le béton et affecter ses qualités mécaniques et protectrices sont la perméabilité, la diffusion et l'absorption.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

- La diffusion est le résultat d'un transfert de matière, à travers le béton, dû à un gradient de concentration, elle varie suivant le rapport E/C.
- La perméabilité concerne le transfert de matière dû à un gradient de pression.
- L'absorption est le résultat de différence de tension de surface dans les capillaires.

I.6 Utilisation des additions dans les bétons

La norme européenne EN 206-1 sur le béton définit les conditions de prise en compte des additions minérales en substitution partielle du ciment dans la formulation des bétons. Deux concepts ont été définis, le premier est le concept du coefficient K, ce concept autorise la prise en compte des additions de type II. En remplaçant le terme rapport eau/ciment) par celui de rapport eau/ (ciment +k x addition) [9]. Le concept de coefficient k peut être appliqué aux cendres volantes et aux fumées de silice utilisées avec d'autres types de ciment ainsi qu'à d'autres additions, dans la mesure où l'aptitude à l'emploi est établie. Les valeurs k autorisées en fonction de la qualité de ciment sont données dans le tableau suivant :

Tableau 2. Coefficient de prise en compte des additions dans la formulation du béton en fonction de la qualité de ciment [9].

Qualité du ciment suivant EN 197 – 1		Valeur k (cendres volantes) pour la classe de résistance ciment						
		32.5 N	32.5 R	42.5 N	42.5 R	52.5 L	52.5N	52.5 R
Ciment portland	CEM I	0.2	0.2	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
Ciment portland au laitier	CEM II/A-S	0.2	0.2	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
	CEM II/B-S	0.2	0.2	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
Ciment portland au calcaire	CEM II/A- LL	0.2	0.2	0.2	0.4	0.4	0.4	0.4
Ciment de haut fourneau	CEM III/A	0.2	0.2	0.2	0.4	0.4	0.4	0.4
Autres Ciments		0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Le deuxième concept est le concept de performance équivalente, la norme précédente précise que le béton avec des additions doit présenter des performances similaires à celles d'un béton sans addition, en particulier vis-à-vis des agressions de l'environnement et de sa durabilité.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

A ce jour la formulation des bétons et des mélanges cimentaires avec les additions pose de nombreuses questions, bien que des études approfondies essayant de proposer des méthodologies de formulation prenant en compte la présence des additions minérales dans le but d'optimiser les critères [9], que l'addition doit présenter pour obtenir les propriétés rhéologiques requises pour le béton.

I.7 Microstructure et propriétés fondamentales des ciments

I.7.1 Le ciment

Le ciment est un liant hydraulique qui durcit tant à l'air que sous l'eau. Il est obtenu par broyage fin du clinker avec une quantité nécessaire de gypse et des ajouts minéraux actifs (ciment composé), faite simultanément ou par malaxage minutieux des mêmes matériaux broyés séparément.

I.7.2 Fabrication du ciment

Extraction : une cimenterie dispose d'une carrière de calcaire et d'une carrière d'argile. Les matières premières sont extraites et les blocs obtenus sont concassés pour obtenir des éléments inférieurs à 50 mm

Préparation du mélange : les matières premières sont très soigneusement dosées et mélangées de façon à obtenir une composition parfaitement régulière. Le mélange est très finement broyé dans des broyeurs rotatifs à boulets. Il est ensuite préparé à la cuisson suivant différents procédés. Le cru se présente sous forme d'une pâte liquide dans la voie humide, d'une farine dans la voie sèche, de granules dans la voie semi-sèche.

Cuisson : La cuisson se fait à une température de 1450 °c. Elle est très généralement réalisée dans un four rotatif dans lequel la matière chemine lentement, venant à la rencontre de la source de chaleur.

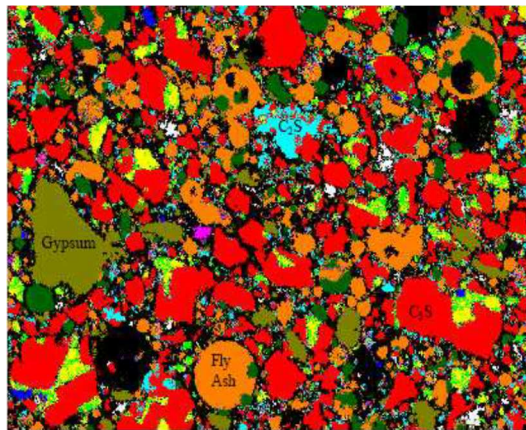
Broyage : Le clinker est finement broyé pour obtenir le ciment portland. Il est incorporé du gypse (>5%) pour régulariser sa prise. Les autres ciments sont obtenus en ajoutant d'autres constituants.

I.7.3 Les Constituants du ciment

1.7.3.1 Le Clinker :

Le ciment résulte du broyage d'un certain nombre de constituants. Le plus important étant le clinker. Dans la zone de clinkérisation du four, les éléments simples (CaO , SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3) se combinent pour donner les constituants minéraux suivants :

- Silicate tricalcique (C_3S) : $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (Alite).
- Silicate dicalcique (C_2S) : $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (Belite).
- Aluminate tricalcique (C_3A) : $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$.
- Ferroaluminate calcique (C_4AF) : $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ (Célite).



Noir = porosité,
 Rouge = C_3S ,
 Bleu clair = C_2S ,
 Vert = C_3A ,
 Vert = sulfates de calcium,
 Jaune = K_2SO_4 ,
 Blanc = CaO .

Figure I.3: Microphotographie d'un clinker [10].

Les compositions chimiques et minéralogiques du clinker sont comprises dans les limites données par le tableau 3

Tableau .3 Composition chimique et minéralogique du clinker [11].

Composants minéralogiques	Teneurs limites (%)	Teneur moyenne (%)
C_3S	40-50	60
C_2S	00-30	15
C_3A	02-15	08
C_4AF	00-15	08
Oxydes		
CaO	60-69	65
SiO_2	18-24	21
Al_2O_3	04-08	06
Fe_2O_3	01-08	03
MgO	< 05	02
$\text{K}_2\text{O}, \text{Na}_2\text{O}_3$	< 02	01
SO_3	< 03	01

Chapitre I : Synthèse bibliographique

On constate que les quatre oxydes CaO , SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3 interviennent pour plus de 95% de la composition chimique du clinker. On les appelle les oxydes majeurs. Ainsi les oxydes mineurs les plus importants dans le ciment sont :

- La magnésie (MgO) provient de la dolomite qui est souvent présente avec le calcaire.
- Les oxydes alcalins K_2O et le Na_2O proviennent en général, de l'argile et des feldspaths
- L'anhydride sulfurique (SO_3) dans le clinker provient des matières, telles que la pyrite (FeS_2) mais aussi du calcaire ou de l'argile et surtout des combustibles utilisés tels que le charbon, le fuel ou le gaz naturel.

I.7.3.2 Le gypse(CaSO_4)

Le clinker « pur » très fin est caractérisé par de courts délais de prise (3 à 5 min), ce qui le rend pratiquement inutilisable. Ce fait est surtout dû à la célite (C_3A) qui s'hydrate rapidement tandis que ses hydrates deviennent rapidement compacts et se cristallisent. Il s'ensuit que pour ralentir la prise du ciment, il faut lier les hydroaluminates de calcium en d'autres composés. Ce rôle peut bien être joué par le gypse qui réagit énergiquement avec l'hydroaluminate tricalcique et produit un sel insoluble l'hydrosulfoaluminate de calcium ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 31\text{H}_2\text{O}$). La quantité à introduire doit correspondre à la teneur en C_3A dans le liant et lorsque cette teneur en gypse est respectée, l'action des hydroaluminates de calcium se trouve paralysée au moment initial.

I.7.3.3 Les ajouts minéraux

Ces ajouts jouent le rôle suivant : d'après leur composition ils se présentent principalement par la silice amorphe qui réagit activement avec l'hydroxyde de chaux qui se forme lors de l'hydratation des minéraux faisant partie du clinker. Le rapport entre le clinker et l'adjuvant hydraulique (ajout minéral) est établi en fonction de l'activité de l'adjuvant et de la composition minéralogique du clinker.

I.8 Hydratation du ciment

I.8.1 Introduction

Le ciment est un liant hydraulique : il se combine à l'eau en donnant des hydrates stables qui lui confèrent une résistance mécanique. La réaction chimique d'hydratation du ciment conduit donc à la formation d'une pâte qui, après prise, durcit progressivement à l'air ou dans l'eau. Les mécanismes fondamentaux de l'hydratation du ciment ont été mis en lumière, dès la

Chapitre I : Synthèse bibliographique

fin du siècle dernier, par Henri Le Chatelier. Il a notamment décrit les trois phénomènes concomitants qui concourent au phénomène de prise [12] :

- La dissolution des constituants du ciment dans l'eau.
- La formation de solutions sursaturées par rapport aux différents hydrates.
- La précipitation et la cristallisation de ces hydrates dans les vides intergranulaires.

I.8.2 Hydratation des composants du ciment Portland

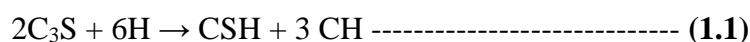
Lorsque le ciment entre en contact avec l'eau, une réaction exothermique instantanée se produit avec une forte libération de chaleur, cette période dite de pré-induction est de courte durée (10 – 20 minutes). Elle est suivie d'une période relative inactivée appelée période d'induction ou période dormante au cours de laquelle le dégagement de chaleur est faible, mais jamais nul. La durée de cette période peut varier entre 2 et 8 heures.

La période d'induction est très importante quant à l'ouvrabilité des bétons et mortiers, car à sa fin s'amorce la prise du ciment avec un fort dégagement de chaleur qui correspond à la période d'accélération associée au début de prise et de durcissement du ciment.

Pour comprendre les changements chimiques et physiques qui se produisent au cours de l'hydratation du ciment portland, il est essentiel d'étudier séparément les réactions des silicates et des aluminates.

I.8.2.1 Hydratation du silicate tricalcique C₃S

L'hydratation des silicates produit des gels de silicate de calcium hydraté et l'hydroxyde de calcium. La réaction du C₃S avec de l'eau est la suivante :



Où CSH représente le 3CaO.2SiO₂. 3H₂O (Silicate de calcium hydraté) et CH représente le Ca(OH)₂ (Portlandite).

Les hydrates ainsi obtenus au cours de l'hydratation du C₃S sont :

- Les silicates de calcium hydratés (CSH) qui occupent entre 60 et 70% du volume de solide d'une pâte de ciment complètement hydratée. Ils ont une structure en feuillets formées de cristaux très petits et mal cristallisés. La surface spécifique est très élevée (100 – 700 m²/g).
- L'autre composant principal dans l'hydratation des silicates tricalciques est l'hydroxyde de calcium CH (ou Portlandite) qui occupe entre 20 à 25% du volume des solides de la pâte de ciment complètement hydratée. La portlandite a une morphologie hexagonale prismatique. Elle participe peu au développement de la résistance. En fait, la présence

de la portlandite peut être un risque, parce qu'elle est fortement soluble et susceptible à l'attaque d'acide et de sulfate.

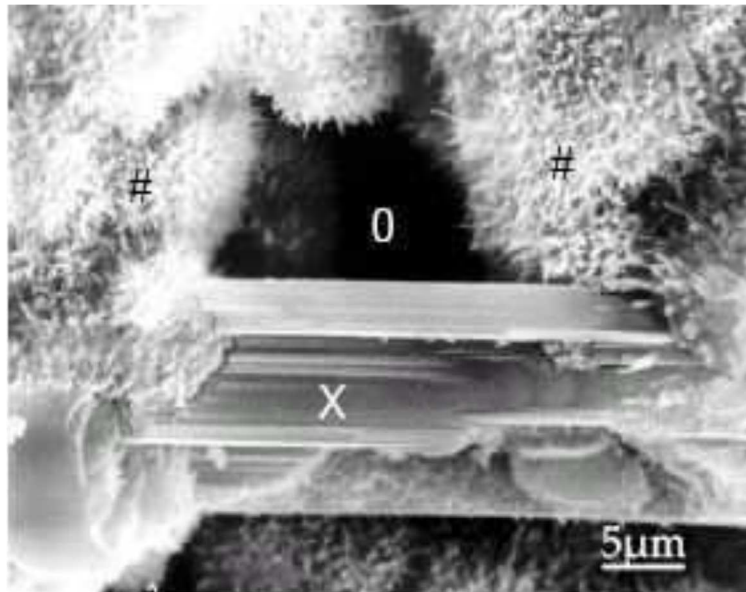
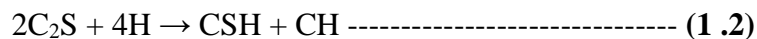


Figure I.4: CSH fibreux avec Cristal de Portlandite (X) entre des CSH (#), la porosité est repérée par (O) [12]

I.8.2.2 Hydratation du silicate bi calcique C₂S

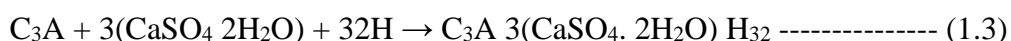
Une fois hydraté, C₂S donne aussi des CSH. La réaction est donnée par :



Les études calorimétriques ont montré des résultats semblables à ceux de l'hydratation de C₃S mais avec moins d'évolution de la chaleur. Selon des calculs de stœchiométrie, l'hydratation de C₃S produirait 61% de gel de CSH et 39% de CH alors que l'hydratation de C₂S produirait 82% de gel de CSH et seulement 18% de CH, donc une quantité plus élevée de C₂S dans le ciment aurait comme conséquence plus de résistance. Pour la résistance au jeune âge, cependant, plus de C₃S est nécessaire, parce que sa vitesse de réaction est plus élevée.

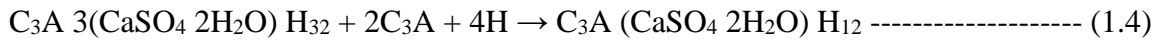
I.8.2.3 Hydratation de l'aluminate tricalcique C₃A

L'hydratation des aluminates est considérablement influencée par la présence du gypse (CaSO₄ 2H₂O). En l'absence du gypse, la réaction de C₃A avec de l'eau est très violente et mène au raidissement immédiat de la pâte, connu sous le nom de prise rapide. En présence du gypse, les C₃A réagissent d'abord pour former le trisulfoaluminate hydraté (Ettringite) qui se cristallise en aiguilles à base Hexagonale. La réaction est donnée par :



Chapitre I : Synthèse bibliographique

Le gypse ajouté au clinker (3 à 5% en poids) n'est pas en teneur suffisante pour transformer tous les aluminates en étringite. Il apparaît donc secondairement un monosulfo-aluminate qui se cristallise en plaquettes hexagonales [7]. La réaction est donnée par :



Les aluminates hydratés ainsi obtenus occupent 15 à 20% du volume de la pâte de ciment complètement hydratée [8].

I.8.2.4 Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C₄AF

Le C₄AF réagit avec le gypse avec un mode semblable que celui de C₃A, mais dans ce cas, la réaction est beaucoup plus lente. Dans la première étape de la réaction, le C₄AF produit une forme élevée de sulfoaluminate de calcium qui réagit avec l'excès de C₄AF pour donner une basse forme de sulfoaluminate. Ces sulfoaluminates occupent environ 15-20% du volume de solides dans la pâte. La réaction du C₄AF dégage peu de chaleur et participe peu au développement de la résistance.

L'hydratation des aluminates est de grande importance pratique parce qu'ils affectent les propriétés de prise du ciment.

I.9 Mécanismes de transport des ions chlore dans une matrice cimentaire

I.9.1 Introduction

La diffusion des ions chlore dans un matériau cimentaire peut en général être décrit par des équations déduites des lois de la thermodynamique. À l'aide de ces relations et d'un essai expérimental à partir duquel on mesure le flux de chlorures traversant une éprouvette, on peut caractériser la diffusivité du matériau. La connaissance de la diffusivité permet alors d'étudier le comportement du matériau comme barrière à la pénétration des chlorures. Il existe aujourd'hui des méthodes expérimentales qui permettent d'estimer la diffusivité des ions chlores dans les matériaux cimentaires ; certaines de ces méthodes proposent de simuler le processus naturel de diffusion [13].

Le mécanisme de diffusion peut être défini à partir de notions de thermodynamique. En effet, il a été démontré que l'on peut appliquer les principes de la cinétique des gaz parfaits au cas des particules en solution. Ainsi, d'un point de vue théorique, le mouvement des molécules et des ions dans une solution peut être exprimé en fonction de leur énergie libre.

I.9.2 Le coefficient de diffusion des chlorures

Le processus de diffusion résulte d'un déplacement aléatoire des ions et le processus de migration résulte de la vitesse acquise par les ions lorsque qu'une force électrique extérieure s'exerce sur eux. En fait, ces deux mécanismes sont intimement liés et Einstein a établi une relation qui lie la mobilité absolue [14], *laquelle* est une caractéristique quantitative de la migration, au coefficient D (coefficient de diffusion) qui est une caractéristique quantitative du déplacement aléatoire.

La diffusion d'ions de chlorure dans le béton est le résultat de complexes mécanismes où l'échange d'ions entre la solution agressive et la solution poreuse (interstitiel) dans le béton joue un rôle important [15].

- La capacité de fixation des ions Cl^- par le ciment dépend de la nature du ciment, utilisé principalement de la quantité d'aluminate C_3A présente dans le clinker.
- D'autres espèces ioniques peuvent provenir sur la fixation chimique des chlorures.
- La vitesse de pénétration des chlorures dépend de la porosité de la pâte du ciment, elle décroît avec le rapport E/C , de façon exponentielle et dépend de la concentration de la solution environnante en sels.

I.9.3 Mécanisme d'interaction entre les chlorures et la matrice cimentaire

Plusieurs chercheurs ont mis en évidence la tendance des chlorures à réagir avec les constituants du ciment pour donner un complexe à base de chlorures aussi connu sous le nom de sel de Friedel. Les interactions entre les chlorures et les constituants du ciment ont d'abord été attribuées à la présence du C_3A dans le ciment. Par la suite, d'autres études ont déterminé que la capacité de fixation de la pâte de ciment dépendait de la teneur totale en aluminates, soit du C_3A et du C_4AF .

Les chercheurs dans la référence [16] ont signalé la possibilité de liaisons entre les chlorures et les silicates de calcium hydratés (C-S-H). À l'opposé, les auteurs dans la référence [17] ont démontré que la quantité de chlorures fixés dans les amas de gel de C-S-H ne représentait qu'une très faible proportion des chlorures liés.

I.9.4 Influence de type de ciment

Les chercheurs ne s'entendent pas tous sur le rôle que peuvent jouer les constituants du ciment sur les mécanismes d'interactions. Certains affirment que l'addition du C_3A augmente la capacité de liaison, tandis que d'autres sont convaincus que la formation de nouveaux composés est fonction de la quantité totale d'aluminates dans le ciment [13].

Parmi les recherches concernant l'effet des aluminates du ciment sur la capacité de fixation, on note, entre autres, celles des auteurs [18, 19], qui ont montré, à l'aide d'études comparatives sur des ciments Portland ordinaires et des ciments résistants aux sulfates, que la teneur en C_3A n'avait que très peu d'influence sur la capacité de fixation de la pâte de ciment hydraté. Les chercheurs attribuent cette constatation à la réaction des C_3A avec la totalité des sulfates disponibles lors de l'hydratation ; ainsi, la majeure partie du C_3A ayant déjà réagi avec les sulfates [20], il ne reste presque plus de C_3A pour réagir avec les chlorures. D'un autre côté, toujours selon l'auteur, les C_4AF réagissent à long terme pendant l'hydratation du ciment comparativement au C_3A , qui réagit très rapidement au début de l'hydratation. Dans ces conditions les réactions entre le C_4AF et les chlorures se feront sur une plus grande période de temps.

I.10 Lixiviation des matrices cimentaires

I.10.1 Introduction

Le phénomène de lixiviation des matériaux cimentaires correspond dans les grandes lignes à un lessivage des hydrates de la pâte de ciment au contact de milieux fluides. Les milieux, naturels ou pas, pouvant conduire à des phénomènes de lixiviation correspondent aux eaux pures, aux eaux douces, aux pluies acides, et aux milieux plus franchement acides. Le pouvoir lixiviant d'un milieu est proportionnel à son acidité vis-à-vis du matériau.

La lixiviation des matériaux cimentaire conduit à des modifications dans la microstructure des bétons qui entraîne donc une modification des performances mécaniques dans la zone d'interaction entre le milieu agressif et le béton, par rapport aux caractéristiques d'origine du matériau.

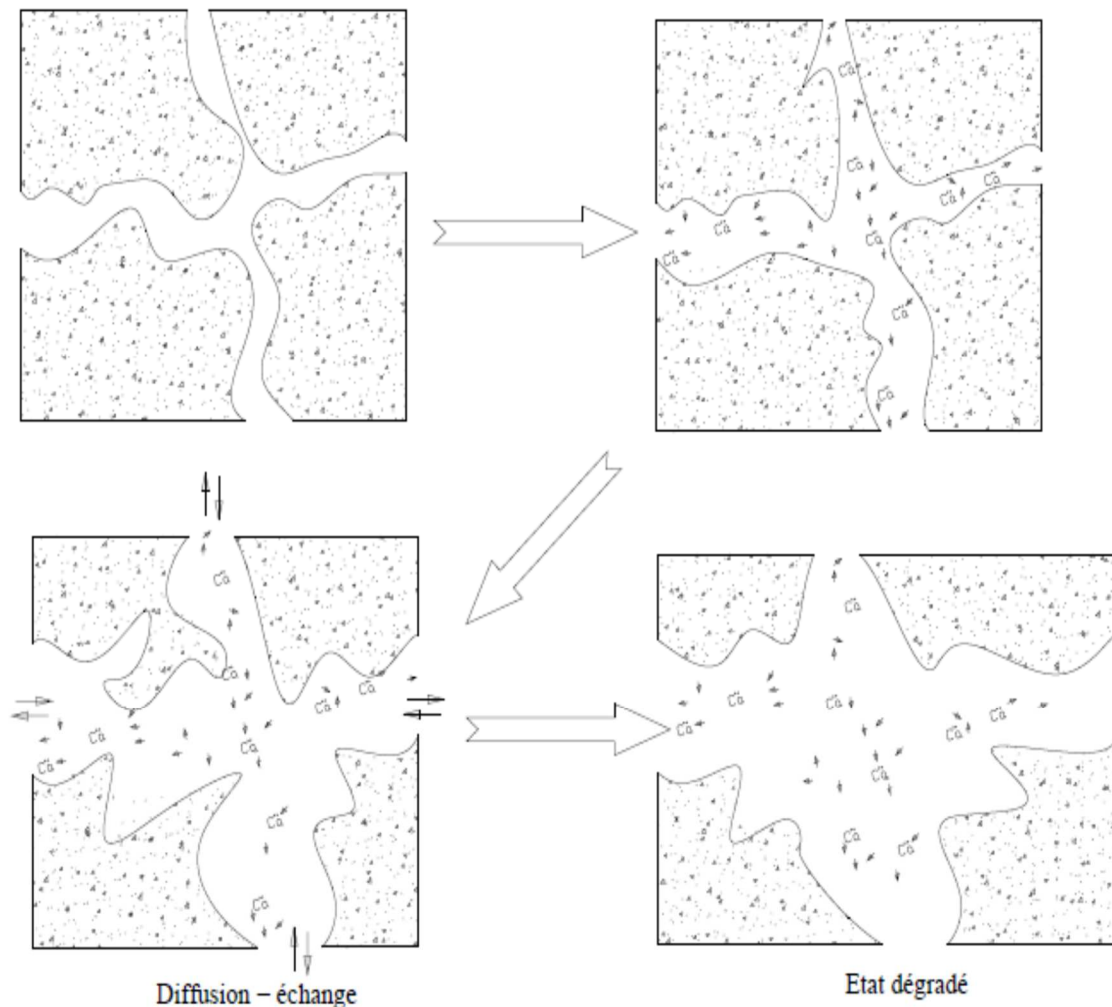
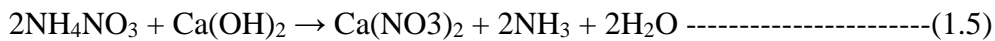


Figure I.5: Processus de lixiviation d'un matériau cimentaire [6].

I.10.2 Processus de dégradation des mortiers dans une solution de nitrate d'ammonium

Il est bien établi que les sels d'ammonium en général, et le nitrate d'ammonium en particulier, sont agressifs pour les matériaux cimentaires [9]. Tous les études s'accordent à dire que la dégradation d'un matériau cimentaire par une solution de nitrate d'ammonium se produit suite à des transferts ioniques entre la solution agressive et la solution interstitielle du matériau sous l'effet de gradients de concentration entre les composés ioniques présents dans les deux solutions. L'équilibre régnant entre les hydrates et la solution interstitielle est donc perturbé mais aussitôt rétabli par dissolution des hydrates et précipitation des produits peu ou pas solubles. Le nitrate d'ammonium réagit dans un premier temps avec les composants calciques de la pâte de ciment, et en premier lieu avec la portlandite, pour donner un sel de calcium très soluble $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ et provoquer l'émanation de l'ammoniac gazeux NH_3 suivant la réaction générale :

Chapitre I : Synthèse bibliographique



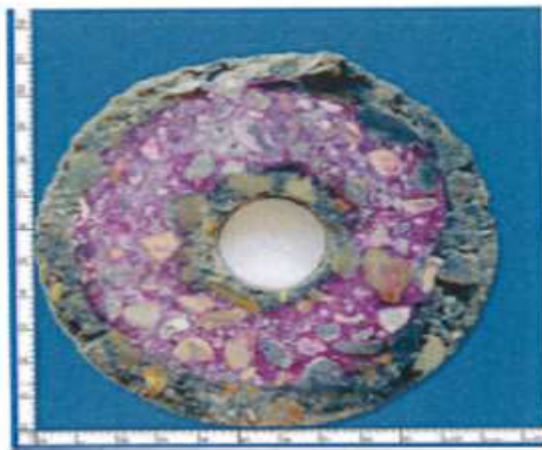
La plupart des auteurs décrivent que la première étape consiste en la dissociation de l'ammonium NH_4^+ en milieu basique en ammoniac gazeux NH_3 . La diminution de la basicité du milieu qui en résulte entraîne ensuite la dissolution de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et enfin la formation du nitrate de calcium.

Du point de vue macroscopique, on observe donc la lixiviation de la portlandite, et l'augmentation de la concentration du nitrate de calcium dissout. Après la portlandite, le nitrate d'ammonium décompose également les silicates de calcium hydratés, les aluminates de calcium hydratés présents dans la pâte de ciment.

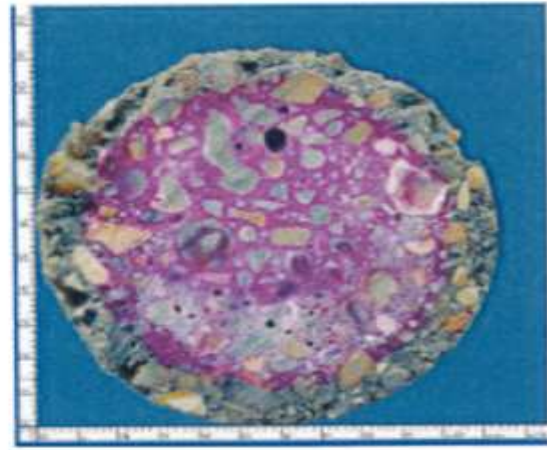
Les chercheurs montrent que les nitrates d'ammonium avec une faible concentration peuvent causer des dommages au bout d'une certaine période de temps [9]. Par ailleurs, il a été aussi démontré que l'utilisation d'additions minérales permet d'augmenter la résistance chimique des matériaux cimentaires dans un milieu de nitrate d'ammonium.

Le nitrate d'ammonium détériore la pâte de ciment sans provoquer, dans un premier temps et sous certaines conditions, de phénomènes expansifs [6]. En effet le matériau s'affaiblit par solubilisation progressive de la chaux, sans qu'aucun signe extérieur de dégradation n'apparaisse, à condition qu'il soit immergé dans la solution et que les phénomènes de lixiviation puissent être entretenus.

La pulvérisation de la phénolphthaléine permet d'observer l'évolution de la zone dégradée d'un béton. La figure II.7 présente la profondeur dégradée dans un cylindre plein et creux après 36 jours de traitement par le nitrate d'ammonium.



Visualisation de la profondeur dégradée dans un cylindre creux après 36 jours de lixiviation dans une solution de nitrate d'ammonium



Visualisation de la profondeur dégradée dans un cylindre plein après 36 jours de lixiviation dans une solution de nitrate d'ammonium.

Figure I.6: Profondeur dégradée dans un cylindre de béton conservé dans le nitrate d'ammonium à l'âge de 36 jours [6].

I.10.3 Conséquence de la lixiviation

Les conséquences de l'attaque des matériaux cimentaires par des agressions, conduire à une augmentation de la porosité due à la lixiviation des hydrates de la pâte de ciment, éventuellement associée au développement d'une microfissuration en relation, le cas échéant, avec la formation de composés expansifs tels que l'ettringite secondaire par exemple. Ces dégradations (formation de l'ettringite) entraînent une modification des performances mécaniques dans la zone d'interaction entre le milieu agressif et le béton, par rapport aux caractéristiques d'origine du matériau, une diminution des résistances à la compression et à la traction, diminution du module de Young, augmentation du fluage. A titre d'exemple, des essais réalisés en laboratoire sur des pâtes de ciment, des mortiers ou des bétons, au cours de différents travaux de recherche, montrent, pour des mélanges à base de ciment de type CEM I, des pertes de résistances à la compression de l'ordre de 70 à 80 %, associées à une diminution du module de Young de l'ordre de 60 à 70 % et une augmentation de la porosité d'environ 50% en relatif. Dans le cas de mélanges à base de ciments renfermant des additions minérales, la diminution des performances mécaniques et l'augmentation de la porosité, bien que significatives, sont plus limitées. Cette différence met en évidence l'importance de la quantité de portlandite dans le matériau, cette dernière correspondant à l'hydrate le plus soluble dont la lixiviation crée une porosité de dimension plus importante que celle liée à la décalcification des C-S-H.

I.10.4 L'agressivité des nitrates d'ammonium

Après une longue étude de la lixiviation avec une solution au nitrate d'ammonium, à différentes concentrations (entre 0 et 6.25 mol/l). Goncalves et Rodrigues, [21] ont montré que les solutions NH_4NO_3 les plus agressives sont celles dont la concentration est la plus élevée. Ils ont aussi montré que l'agressivité de la solution diminue dans le temps, à cause de la cristallisation de nitrate de calcium dans les pores du matériau qui empêche le processus de dissolution de la matrice cimentaire. Cet effet est sensible au-delà d'une année de dégradation. Carde [22] a montré que la solution NH_4NO_3 de 6.25 mol/L permet d'accélérer d'un facteur 100 par rapport à la lixiviation de la pâte de ciment durcie dans une eau faiblement minéralisée. Il a aussi montré expérimentalement qu'il y a une grande similitude entre l'essai de dégradation par l'eau pure et celle par la dégradation à la solution de NH_4NO_3 .

Les auteurs dans la référence [23] montrent qu'il y a une influence importante de la concentration de nitrate d'ammonium sur la résistance à la compression du mortier de ciment. La résistance à la compression du mortier a diminué quand il a été exposé à des solutions de nitrate d'ammonium. La concentration de la solution de nitrate d'ammonium et le temps d'exposition augmente, et la perte de résistance à la compression augmente de manière significative.

I.11 L'attaque par les sulfates

II.11.1 Introduction

Les attaques sulfatiques externes ont été identifiées depuis plus d'un siècle et peuvent avoir plusieurs origines selon la nature des sulfates. L'attaque se produit lorsqu'un matériau cimentaire se trouve en contact direct avec une source de sulfate, comme dans les sols, les eaux souterraines, les eaux d'infiltration, les pluies acides (acide sulfurique) liées à la pollution industrielle atmosphérique. Elle peut être décrite selon trois processus permettant d'évaluer l'agression ;

- Le transfert dans le milieu poreux des ions sulfates qui est contrôlé par la perméabilité et la diffusivité des matériaux,
- Les réactions chimiques entre les composants de la pâte de ciment, qui dépendent du ciment utilisé, et de l'apport en ions SO_4^{2-} ,
- Le phénomène d'expansion, résultant de la cristallisation de nouveaux hydrates.

I.11.2 Processus d'attaque sulfatiques

Parmi les principales réactions décrivant les mécanismes fondamentaux de l'altération des bétons par réactions chimiques, on trouve les sulfates. L'attaque sulfatique conduisant à la dégradation chimique du matériau et la formation d'un hydrate expansif, ont des conséquences d'ordre macroscopiques, et d'ordre mécanique : chute de résistance mécanique et de rigidité, fissuration et déformation du matériau et des dégradations physico-chimiques [24] ; affaiblissement des propriétés liantes, modification de la porosité et des propriétés de transport.

L'attaque sulfatique ne se caractérise pas par une ou même plusieurs réactions chimiques possibles entre les sulfates et les composants de la matrice cimentaire. Elle est un enchaînement de processus physico-chimiques complexes qui résultent de modifications structurales de la matrice de la pâte de ciment durcie.

La détérioration des propriétés mécaniques du béton, qu'elle soit évaluée visuellement, mise en évidence par une décroissance de la résistance du matériau ou encore par des mesures d'expansion volumique, est la conséquence des réactions chimiques et des modifications microstructurales causées par l'attaque sulfatique [23]. Il apparaît alors primordial de réaliser un contrôle des propriétés physico-chimiques du matériau soumis à une attaque aux sulfates mais aussi de le faire avant que la détérioration de celui-ci ne soit trop avancée (forte expansion et destruction). Discuter de la durabilité d'un béton soumis à une attaque sulfatique ne peut donc pas se résumer en la seule prise en compte de la perte de résistance mécanique du matériau. Le mécanisme de l'attaque implique d'étudier le couplage physico-chimique des processus mis en jeu.

La spectrométrie en dispersion d'énergie est la seule technique utilisée pour la caractérisation du matériau cimentaire endommagé par une solution externe chargée en SO_4 technique délicate à mettre en place, une fois le matériau dégradé (fissuration, désagrégation). Cette technique permet principalement la localisation et l'identification des phases minérales dans le matériau dégradé. Elle est également employée pour des caractérisations morphologiques [25].

La DRX reste assez limitée en quantitatif, néanmoins, elle permet d'identifier les phases bien cristallisées comme la portlandite, le gypse, non colloïdale et d'autres phases minérales hydratées de la pâte de ciment. Les études faisant appel à cette technique ne donnent pas d'information précise sur la zonation minéralogique de la matrice cimentaire dégradée.

Les matériaux cimentaires, en présence de sulfates, se désordonnent et se détruisent par réaction des constituants de la pâte de ciment. Ces derniers peuvent donner naissance à de l'ettringite,

aux propriétés expansives, souvent supposée responsable des désordres macroscopiques, à du gypse ou encore aux deux simultanément.

Les constituants jouant un rôle dans l'expansion sont essentiellement le monosulfoaluminate de calcium hydraté et le trisulfoaluminate de calcium hydraté, tous deux formés pendant l'hydratation du ciment, le gypse et le sulfoaluminate de calcium donnant naissance en s'hydratant à de l'ettringite.

I.11.3 Différents types d'ettringite

L'ettringite, ou trisulfoaluminate de calcium ($3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{CaSO}_4\cdot (30 \text{ à } 32) \text{H}_2\text{O}$), est un produit d'hydratation du C3A en présence de sulfates. Son rôle est de régulariser la prise du C3A, car au contact avec l'eau et en l'absence de sulfates, le C3A forme des cristaux des aluminates de calcium hydratés ($2\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 8\text{H}_2\text{O}$, $4\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 13\text{H}_2\text{O}$, $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Dans le domaine de la chimie des ciments, trois types d'ettringite de composition chimique et de minéralogie identiques se distinguent mais sont à l'origine d'effets différents sur la matrice liante.

- L'ettringite de formation primaire correspond à un produit issu de l'hydratation des ciments qui se forme par réaction entre le régulateur de prise (gypse, hémihydrate, anhydrite) et les aluminates de calcium. Ces cristaux, de forme aciculaire, ne provoquent pas de gonflement car ils cristallisent avant le durcissement du béton, dans les espaces libres du matériau. Ils revêtent même un caractère bénéfique, puis qu'ils contribuent à la cohésion de la pâte de ciment au jeune âge, leur formation étant accompagnée par une diminution de la porosité et par une augmentation concomitante de la résistance mécanique du mélange.
- L'ettringite de formation secondaire correspond à une ettringite qui cristallise dans le béton durci, à la faveur de circulation d'eau dans les bétons (phénomènes de dissolution / recristallisation) et de sources de sulfates externes (sols, milieu marin...) ou internes (quantités trop importantes de sulfates dans les constituants du béton).

Cette ettringite peut générer des gonflements internes pouvant conduire à l'apparition de désordres sur les ouvrages. Dans le cas des phénomènes de dissolution /recristallisation, elle cristallise sous forme aciculaire dans les espaces libres du béton (pores, fissures, interfaces pâte-granulats) à partir de la solution interstitielle ou à la faveur de percolation d'eau dans le matériau poreux ou fissuré, et ne présente généralement pas de caractère expansif. En revanche, l'ettringite de formation secondaire consécutive à un apport externe ou interne de sulfates, est susceptible de

Chapitre I : Synthèse bibliographique

générer des gonflements internes principalement attribués aux pressions de cristallisation. Contrairement aux faciès non expansifs, cette ettringite pathologique cristallise sous une forme massive et comprimée.

- L'ettringite de formation différée (plus connue sous le nom de DEF - Delayed Ettringite Formation) concerne uniquement des bétons ayant subi, au jeune âge, une augmentation de température supérieure à 65-70°C, température au-delà de laquelle l'ettringite de formation primaire ne peut se former au cours des réactions d'hydratation du ciment et/ou est décomposée. De telles conditions de température peuvent se produire au cours de traitements par étuvage ou dans le cas de pièces massives en béton. Par la suite, des cristaux d'ettringite peuvent se former, après retour à température ambiante et en présence d'humidité, dans le béton durci, et sont ainsi susceptibles de provoquer des pressions de gonflement conduisant. Des phénomènes d'expansion.

I.11.4 Caractéristique physico-chimique

La structure cristalline de l'ettringite s'organise en colonnes hexagonales, de composition $[Ca_3.AI(OH)_6.12H_2O]_3$, les ions sulfates SO_4^{2-} par trois et les 2 molécules d'eau résiduelles s'intègrent dans les interstices. Ces dernières molécules d'eau sont moins liées au cristal [29].

Sa formule structurale chimique s'écrit alors : $\{Ca_6[Al(OH)_6]_2.24H_2O\} \cdot \{(SO_4)_3 \cdot 2H_2O\}$ Les études de Mehta ont montré que l'ettringite pouvait perdre jusqu'à 15 molécules d'eau sans changer de structure.

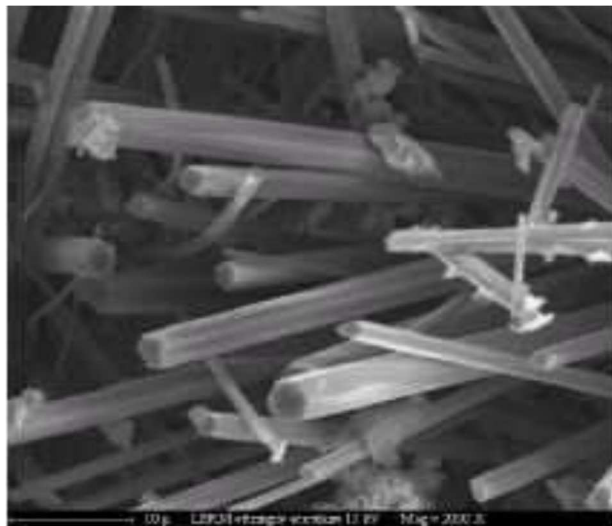


Figure I.7: Microscopie Electronique à Balayage, ettringite aciculaire (aiguille) dans un béton

I.12 Carbonatation des matériaux cimentaire

I.12.1 Introduction

La carbonatation des matériaux cimentaires est un phénomène indissociable de ce matériau de construction. Pendant la durée de vie de l'ouvrage, le dioxyde de carbone présent dans l'atmosphère pénètre dans le béton à partir de la surface du matériau. Le dioxyde de carbone peut alors réagir avec les produits résultant de l'hydratation du ciment. La carbonatation modifie progressivement la composition chimique et la microstructure interne du béton.

La carbonatation est un phénomène de vieillissement naturel qui concerne tous les bétons. Elle correspond à une transformation progressive d'essentiellement, un des composants des bétons durcis, la portlandite et la calcite, au contact du dioxyde de carbone contenu dans l'air et en présence d'humidité.

I.12.2 Mécanisme de carbonatation

Le CO₂ présent dans l'atmosphère peut être à l'origine d'une carbonatation des matrices cimentaires. Il se diffuse alors sous forme gazeuse dans la porosité du béton ou du mortier et se dissout en formant des acides au contact de la solution interstitielle contenue dans la pâte de ciment (avec une prédominance de H₂CO₃, HCO₃⁻ ou CO₃²⁻ suivant la gamme de PH, figure II.9 [26]). Ce phénomène a pour conséquence d'abaisser le pH du milieu et de conduire à la dissolution des hydrates du ciment. L'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂) est notamment affecté. Plus communément appelé portlandite, cet hydrate joue un rôle fondamental dans le maintien d'un pH élevé protégeant les armatures du béton armé ou prévenant la formation de micro-organismes. Lorsque la portlandite a été entièrement consommée, ou qu'elle n'est plus suffisamment accessible pour réguler le PH par effet tampon, le milieu s'acidifie, permettant ainsi la corrosion des armatures. La carbonatation des silicates de calcium hydratés (C-S-H) est également possible.

La carbonatation des C-S-H, qui contribue de manière non négligeable à la fixation du CO₂ dans la matrice cimentaire, est à l'origine d'importantes évolutions de la microstructure. Les C-S-H se carbonatent suivant un mécanisme progressif de décalcification, les ions calcium venant se précipiter dans la porosité avec les ions carbonates sous forme de carbonate de calcium. La décalcification conduit à la formation d'un gel de silice très amorphe (fortement polymérisé) et plus ou moins hydraté. La carbonatation de la portlandite et des C-S-H est inéluctable, même pour des concentrations très faibles en CO₂ (0,03 %). La concentration en CO₂ venant

simplement contrôler la vitesse à laquelle ce phénomène va avoir lieu et la vitesse avec laquelle il pénétrera dans le matériau (on parle alors de cinétique de pénétration).

On peut déterminer la profondeur de carbonatation par l'essai de phénophtaléine (indicateur coloré). La pulvérisation de cet indicateur, virant au rose vif lorsque le pH est supérieur à 9, permet de mettre en évidence le front carbonatation du béton (toutes les zones qui restent incolores sont carbonatées).

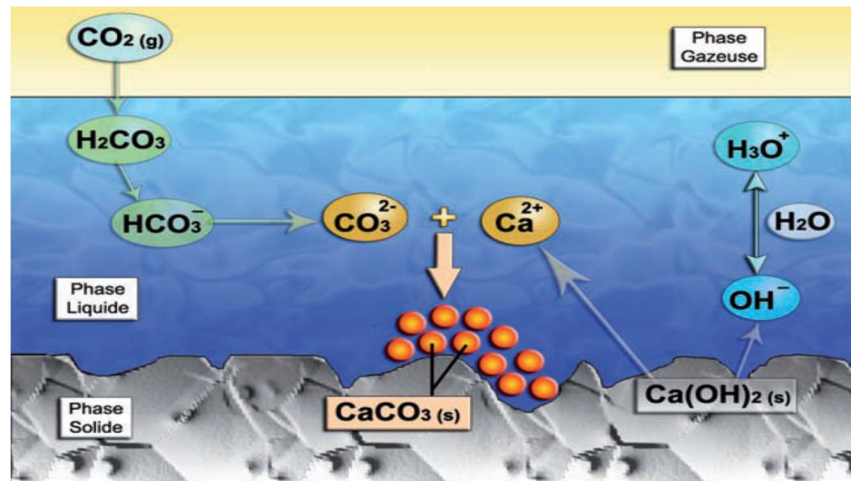


Figure I.8: Mécanisme de carbonatation au niveau de la solution interstitielle du béton
[26]

I.12.3 Paramètres influent sur la cinétique de la carbonatation

Il existe de nombreux modèles de carbonatation qui traduisent, plus ou moins directement, la résistance physico-chimique du béton contre la pénétration du front de carbonatation.

Les paramètres utilisés se rapportent à :

- La porosité du béton qui conditionne la résistance (physique) du matériau à la diffusion du CO_2 ;
- La teneur en hydrates carbonaté : plus elle est élevée, plus le béton est capable de freiner (chimiquement) la pénétration du front de carbonatation ;
- La microstructure du matériau (taille des pores) dont dépend l'état hydrique du matériau qui conditionnera la cinétique de pénétration du phénomène. C'est alors essentiellement la perméabilité à l'eau liquide du matériau qui sera un indicateur de durabilité pertinent.

I.13 L'alcalis-réactions

Les alcalis-réactions sont des réactions chimiques endogènes entre certains ions contenus dans la solution interstitielle du béton et la silice réactive contenue dans les granulats réactifs. La

Chapitre I : Synthèse bibliographique

principale source d'alcalins est le ciment. Elles nécessitent la présence simultanée de trois ingrédients :

- Des alcalins (Na^+ , K^+) en quantités suffisantes pour maintenir une concentration en ions hydroxydes élevée ;
- Des granulats réactifs, c'est à dire contenant de la silice réactive ;
- De l'eau.

Il existe trois types de réaction alcali-granulats :

- La réaction alcali-carbonate, elle implique des granulats contenant des inclusions argileuses, le mécanisme de gonflement est lié à l'absorption d'eau des argiles ;
- La réaction alcali-silicate, elle est semblable à la réaction alcali-silice mais de cinétique plus lente, elle est très rare ;
- La réaction alcali-silice, il s'agit de la plus courante.

Les conséquences des alcalis-réactions sont diverses, les plus préoccupantes sont le gonflement irréversible des ouvrages atteints qui entraîne de la fissuration (voir Figure I.8). Une chute des caractéristiques mécaniques (résistances mécaniques et module d'Young) [27] des bétons affectés. La chute du module peut entraîner des déformations et des déplacements importants sur les ouvrages atteints. On peut aussi signaler comme manifestation des alcalis-réactions des exsudations de gel, des décolorations, des fissures.



Figure I.9: Fissuration sévère d'un massif de fondation [27]

I.14 Mécanismes de dégradation des bétons par le cycle gel dégel

Les mécanismes de dégradation du béton sont liés à l'alternance de cycles répétés de phases de gel et de dégel. Le risque de désordres est d'autant plus élevé que le degré de saturation en eau

du béton est important. C'est le cas notamment des parties d'ouvrages non protégées des intempéries et en contact direct avec les rejaillissements de saumure [28]. Une formulation mal adaptée et une mise en œuvre incorrecte du béton amplifient les dégradations.

Ce phénomène est aggravé, en surface, par l'application des sels de déverglaçage (ou fondants routiers), qui engendrent un accroissement des gradients de concentrations en sels, générant ainsi des pressions osmotiques plus élevées.

Les dégradations occasionnées par le gel peuvent être de deux types :

- Une microfissuration répartie dans la masse du béton (feuilletage parallèle aux parois), provoquée par un mécanisme de gel interne ;
- Un délitage de la zone superficielle (dégradation superficielle), appelé écaillage, sous l'effet conjugué des cycles de gel-dégel et des sels de déverglaçage.

I.15 Résultats des différents travaux réalisés

Le ciment, le mortier et le béton sont les matériaux de construction les plus couramment utilisés dans le monde entier. Il est difficile de trouver un autre matériau de construction qui convient plus durable à celle de ces matériaux de construction de point de vue économiques. Les utilisateurs de béton ont augmenté l'intérêt des chercheurs pour son utilisation dans les environnements agressifs tels que l'environnement marin [29].

La contribution des additions minérales à l'amélioration des résistances en compression à 7 jours ou 28 jours en fonction de la nature, la quantité et la finesse des additions, est confirmée par plusieurs auteurs.

Le remplacement du clinker par le laitier offre non seulement des économies d'énergie et la réduction des coûts par rapport aux ciments portland, mais aussi d'autres avantages tels que la faible chaleur d'hydratation, de haut sulfate et résistance à l'acide, une meilleure maniabilité et une bonne résistance à la rupture et la durabilité. Des tentatives ont été faites pour surmonter le problème du développement de la résistance lente dans les mortiers de ciment de laitier et Bétons en utilisant la température et des régimes de durcissement appropriés [30].

La substitution du ciment par 10 à 30 % de la pouzzolane naturelle engendrait une diminution des résistances mécaniques à jeunes âges et elles deviennent plus élevées à long terme d'après Aichouba A et al [31]. Kwan [32] a également montré que, l'incorporation de la fumée de silice dans un mortier jusqu'à 15 % de substitution du ciment par l'ajout, conduit à une augmentation des résistances en compression à 28 jours.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

Siddique [33] et Ping-Yu et al. [34] a noté que la substitution du ciment par le laitier à différents pourcentage conduit à une résistance à la compression très faible aux jeunes âges, mais elle augmente à long terme d'après (Yu et al. 2013).

Aichouba et al. [35] ont montré que la substitution du ciment par la pouzzolane de 10 à 30 % engendrait une diminution des résistances mécaniques à jeunes âges et une conservation de ces résistances à long terme.

L'utilisation des ajouts cimentaires peut conduire à une densification du mortier [36] et peut contribuer non seulement à la diminution ou la disparition de l'hydroxyde de calcium, mais aussi modifier la composition chimique de la matrice cimentaire, améliorant ainsi la résistance à l'attaque acide [37]. En un mot, les ajouts cimentaires contribuent largement à la production de structures économiques et durables en béton. Par ailleurs, selon Hidalgo et coll. [38], la capacité des matériaux pouzzolaniques pour améliorer la résistance du béton est plus profondément associée à des effets physiques que chimiques.

D'après les résultats de la littérature, il est clair que, dans le contexte de la durabilité et en particulier de la résistance aux attaques acides, il y a un débat sur l'incorporation de l'addition minérale dans le béton. En premier lieu, l'addition minérale peut avoir peu d'influence sur la résistance chimique. D'autre part, l'exigence de besoin en eau du béton contenant des additions minérales (à l'exception de la fumée de silice) couplée à pores de raffinement par la formation de plus C-S-H peut conduire à une microstructure dense de la matrice de ciment, ce qui réduit le taux de diffusion des solutions agressives [39].

La Résistance à l'alcali-agrégat du béton au ciment avec laitier et l'attaque à l'acide a été étudiée par Bakharev et al, la résistance de l'alcali-agrégat était faible par rapport au béton au ciment portland [40]. Cependant la résistance de l'activation alcaline du béton au laitier est supérieure à l'attaque des acides. B. Uzal, L. Turanli [41] ont noté que les ciments composés contenant 55% de la pouzzolane montrent une excellente capacité à réduire la dilatation alcali-silice. M. Cherrak et al ont trouvé l'augmentation de la teneur en tuf peuvent diminuer la résistance à l'attaque chimique des bétons, l'utilisation de tuf dans le béton comme matériau de structure est possible, mais elle nécessite l'addition d'un superplastifiant pour atteindre une ouvrabilité adéquate [42].

Plusieurs études ont été intéressées par l'utilisation des additions cimentaires supplémentaires pour améliorer la performance du ciment dans des environnements agressifs. Les chercheurs dans les références [44,22] montrent que l'utilisation de la fumée de silice comme addition minérale augmente la résistance chimique des ciments dans un milieu de nitrate d'ammonium.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

L'incorporation des additions minérales (25% Pouzzolane + 5% Fumée de silice) et le polymère au ciment, contribue d'une façon positive à la résistance chimique des composites aux milieux agressifs [45].

I.16 Conclusion

Normalement, le béton est un matériau durable et résistant aux agressions. Dans la plupart des cas, il suffit de prendre quelques précautions pour assurer cette durabilité. Le béton doit être un matériau compact, c'est-à-dire qu'il doit avoir une porosité minimale pour diminuer le transfert des agressions.

Le but de cette partie bibliographique était de définir la notion de durabilité, les différentes altérations, les mécanismes d'action. Le chapitre propose une revue de la documentation bibliographique sur les mécanismes de transport dans les milieux agressifs, phénomènes qui sont à l'origine des dégradations chimiques dans le béton. Ce chapitre a également mis en évidence les facteurs pouvant influencer sur la durabilité des bétons. Nous détaillons aussi, les mécanismes à l'origine des altérations dans des milieux sévèrement agressifs. La formulation des matériaux durables est actuellement une difficulté majeure à son développement et utilisation.

L'objectif de cette synthèse bibliographique est de passer en revue les connaissances actuelles sur l'action des additions sur la durabilité des matériaux cimentaire. Les données bibliographiques ont permis de connaître les origines de différentes attaques des agressions et les conséquences de l'attaque.

Un résumé sur les travaux réalisés dans ce contexte permet de mise en évidence sur l'effet des additions minérales sur la durabilité des mortiers dans les milieux sévèrement agressifs.

CHAPITRE II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

II.1 Introduction

La substitution partielle d'une certaine quantité ciment par un ou plusieurs additions lorsqu'elles sont disponibles à des prix compétitifs peut être avantageuse non seulement du point de vue économique, écologique, rhéologique mais aussi du point de vue résistance et durabilité. La plupart des ajouts minéraux ont en commun de contenir une forme de silice vitreuse réactive qui, en présence d'eau, peut se combiner à la chaux libérée par l'hydratation du C2S et C3S pour former des silicates de calcium hydratés (C-S-H) du même type que ceux formés durant l'hydratation du ciment Portland seul. Il est à noter qu'à la température de la pièce, la réaction pouzzolanique est lente et peut se développer sur plusieurs semaines tout en consommant la chaux comparativement à la réaction d'hydratation du ciment. En raison de leur composition chimique, leur réactivité, leur granulométrie et la forme de leurs éléments, les additions minérales affectent la cinétique de la réaction l'hydratation du ciment, améliorent les caractéristiques physiques des mortiers à l'état frais et contribuent positivement aux résistances mécaniques de ces derniers à l'état durci.

Cette partie porte sur l'influence du taux de substitution et de la nature des différentes additions minérales sur les propriétés des mortiers à l'état frais et durcis (compression, flexion). On a choisi trois additions différentes, cinq pourcentages de substitution ont été retenus : 0% ,5%, 10%,15% et 20%.

II.2 Action des additions sur les matériaux cimentaires

La norme européenne NF EN 206-1 définit les additions comme des matériaux minéraux finement divisés utilisés dans le béton afin d'améliorer certaines de ses propriétés ou pour lui conférer des propriétés particulières [9]. Cette norme traite deux types d'additions minérales : les additions quasiment inertes, et les additions à caractère pouzzolanique ou hydraulique.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

L'action des additions concerne aussi bien l'état frais que l'état durci du béton. En premier lieu, au cours de la prise et du durcissement, les particules des additions interagissent dans le processus d'hydratation du ciment et peuvent modifier la structuration des produits hydratés. En troisième lieu, certaines additions ont la capacité de réagir chimiquement en milieu cimentaire pour former de nouveaux produits hydratés. En troisième lieu, certaines additions ont la capacité de réagir chimiquement en milieu cimentaire pour former de nouveaux produits hydratés qui présente un caractère liant additionnel à celui résultant de l'hydratation du ciment et que les Anglo-Saxons précisent sous le terme de « supplementary cementitious materials ». De plus, ces différents aspects de l'action des additions peuvent intervenir de manière simultanée rendant particulièrement difficile l'évaluation de la contribution des ajouts minéraux aux performances des matériaux cimentaires [9]. Toutefois, pour une première analyse de l'action des additions minérales, nous pouvons distinguer trois principaux effets que nous développons par la suite :

II.2.1 Un effet granulaire :

Agissant sur les propriétés rhéologiques et la compacité des matériaux cimentaires à l'état frais, l'auteur dans la référence [49] a montré que dans le cas des additions dont les particules sont de forme irrégulière, la compacité du squelette granulaire diminue au fur et à mesure de l'introduction des additions. Il a aussi démontré que l'introduction des additions à très forte teneur dans des pâtes cimentaires à consistance normalisée engendre un besoin en eau significativement plus élevé que celui attendu sur la base du besoin en eau propre du ciment et de l'addition.

L'effet granulaire favorable ou défavorable des mortiers avec additions a été confirmé par plusieurs études et dépend de plusieurs facteurs tels que la morphologie, la surface texturale et les distributions granulaires [9]. L'effet granulaire des additions minérales sur les formulations des mortiers dépend de la finesse et de la quantité de l'addition introduite.

II.2.2 Un effet physico-chimique et microstructural

Concerne les modifications induites par la présence des particules d'additions minérales sur le processus d'hydratation du ciment et sur la structuration des produits hydratés. D'après plusieurs chercheurs [41], les additions jouent le rôle de sites de nucléation préférentiels au cours des réactions d'hydratation du ciment, permettant une meilleure répartition des produits hydratés et conduisant ainsi à une structuration plus efficace de la matrice cimentaire.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

De nombreux auteurs sont unanimes sur le fait que l'introduction des additions minérales dans un mélange cimentaire modifie le processus d'hydratation du ciment indépendamment de la nature

de l'addition [41],

Dans le même contexte, Cyr et al. [46], ont montré en qualifiant les effets physiques des additions minérales sur l'hydratation à courts termes dans les mortiers, que pour une addition donnée, le surplus d'hydratation du ciment dépendait de la quantité d'addition incorporée.

Dans le même contexte pour les additions siliceuses, les particules de quartz peuvent constituer des sites préférentiels de nucléation en particulier pour la cristallisation des cristaux de portlandite [47].

II.2.3 Un effet chimique

L'effet chimique concerne la capacité des additions à réagir avec l'eau et les constituants anhydres ou hydratés du ciment pour former de nouvelles phases minérales qui contribuent à la résistance mécanique au même titre que les produits hydratés du ciment.

A l'analyse de ces différents résultats, il est nécessaire de constater que l'effet granulaire des additions, qu'il soit favorable ou défavorable, influe sur le serrage des particules dans le squelette granulaire et, par voie de conséquence, influe sur le processus d'hydratation du ciment ainsi que sur le développement et l'intensité des effets physico-chimique, microstructural et chimique des additions minérales.

II.3 Règles de formulation des mortiers avec additions :

La traduction des principes précédents sur le plan expérimental se résume à trois règles de formulation pour les mortiers avec additions :

- Introduction des additions dans les mortiers de référence en substitution volumique du ciment.
- Maintien de la quantité d'eau constante,
- Maintien de la consistance constante.

La première règle de formulation vise à garantir le maintien du volume absolu des constituants solides de la matrice cimentaire des mortiers. La deuxième vise à garantir le maintien de la

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

compacité du squelette granulaire à l'état frais. La troisième règle vise à son tour, à garantir une lubrification équivalente des grains solide du squelette granulaire.

II.4 Choix des additions

Trois types des additions ont été utilisés dans ce travail, le laitier de haut fourneau, le tuf naturel et la pouzzolane naturelle. Ce choix a permis de mettre en exergue l'influence de l'addition sur les performances de mortier. L'utilisation des additions dans le mortier a pour objectif de valoriser une catégorie de matériaux naturels ou coproduits industriels disponibles en Algérie. De ce fait, les additions (laitier, tuf et pouzzolane) choisies pour l'étude sont courantes en Algérie, de faible coût, et sont déjà utilisées comme ajouts au ciment dans les différentes cimenteries du pays. 0661747619

L'utilisation des ajouts répond au souci de valorisation des ressources naturelles abondantes et économiques, que constituent les pouzzolanes naturelles de Béni-Saf en Algérie, et dont l'utilisation n'est encore que partielle dans la fabrication des ciments, et valoriser l'utilisation des tufs dans le ciment en raison de son abondance en Algérie, qui couvre une grande superficie d'environ 300.000 km² [50]. Le tableau II.1 donne un aperçu sur les ajouts utilisés dans les cimenteries Algérienne.

Tableau 4. Utilisation des ajouts dans les cimenteries Algériennes.

Cimenterie	Ajouts utilisé
H'djar Essoud	Laitier
Tebbessa	
Ain Touta	Pouzzolane
Ain El Kebira	
Hamma Bouziane	
Beni Saf	
Zahana	
Saida	
Meftah	Calcaire/ tuf
Sour El Ghozane	

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

II.5 Choix de mortier

Le mortier est un des matériaux de construction, qui contient du ciment, du sable et d'eau, et aussi des adjuvants. Plusieurs recherches ont été effectuées sur l'utilisation des additions sur le mortier et le béton. Ils ont montré que les effets de différents adjuvants et additions sur les performances des mortiers sont semblables à ceux observés avec le béton.

Cette recherche a été réalisée sur les mortiers, mais les résultats trouvés pourraient prolongés au béton.

L'étude du comportement du béton est plus complexe que celui de la pâte [46]. Sa théorie est encore peu explorée et nécessite plus d'investigation et de recherches théoriques et expérimentales.

II.6 Effet des additions utilisées sur les performances des mortiers

II.6.1 Introduction

Dans cette partie on s'intéresse à la présentation des différents matériaux utilisés, ainsi que les essais physique-chimique réalisés en fonction du matériel disponible au niveau du laboratoire de la cimenterie de Hdjar-Soud de la région de Skikda et le laboratoire de LNHC de Skikda et le Centre des Etudes Technologiques de l'Industrie des Matériaux de construction (CETIM) de Boumerdès.

Trois additions de finesse, et de composition minéralogique, et d'origine différentes ont été sélectionnées dans cette étude de manière à pouvoir identifier le rôle joué par la nature minéralogique des additions. Il est à noter que toutes les ajouts de notre étude sont définis dans la norme NF P 18-506 et NF P 18-509.

Un ciment CRS est choisi pour limiter l'attaque des agressions et un sable normalisé conforme à la norme NF P 196-1.

II.6.2 Préparation des additions

Les additions doivent être utilisées sous forme de poudre. Après le séchage pendant 24h dans un four électrique, ils ont concassé pendant 15 minutes et broyés pendant trois minutes avec une grande vitesse, et tamisés pour obtenir une taille nominale maximale de 80 μ m.

Après la préparation des additions, quelques essais ont été effectués sur le ciment et les trois additions pour les caractériser :

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

- La surface spécifique de Blaine, EN 196-6 a été déterminée par la méthode de perméabilité à l'air.
- La masse volumique, a été déterminée par l'essai le Chatelier selon la norme EN 196-6.
- Début et fin de prise, et consistance ont été mesurés selon la norme EN 193-3.
- Composition chimique, pour déterminer la composition chimique élémentaire de chaque addition, a été déterminée par la diffraction de rayon X (DRX).



Figure 1 : Figure II. 1 : Broyeur électrique

II.6.3 Caractéristiques des additions

II.6.3.1 Le laitier

Le laitier granulé du haut fourneau : provient du combinat métallurgique (El-hadjar) de la wilaya d'Annaba, Algérie. Obtenu par un refroidissement rapide dans les bassins d'eau présentant une densité de 2.83 et une surface spécifique de $3600\text{cm}^2/\text{g}$. La composition chimique est représentée dans le tableau 5.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers



Figure II 2 : Le laitier de haut fourneau d' El-Hadjar

Tableau 5: Tableau II.2 Composition chimique élémentaire de laitier

Désignation	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Cl ⁻	SO ₃
Résultat en %	41.61	7.60	7.24	36.44	5.59	0.27	0.80	0.00	5.59

II.6.3.2 La pouzzolane

La pouzzolane naturelle utilisée est une lave rougeâtre, extraite du gisement de Bouhamidi de la région de Béni-Saf de l'Ouest de l'Algérie, présentant une densité de 2.70 et une surface spécifique de 3500 cm²/g.



Figure II.3: La pouzzolane de Beni-Saf

L'analyse chimique de la poudre résultante du broyage et du tamisage est reportée dans le tableau 6.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

Tableau 6. Composition chimique élémentaire de la pouzzolane

Désignation	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO
Résultat en %	15.46	14.65	6.46	34.54	1.48

II.6.3.3 Le tuf

Le tuf est un type de roche à structure vacuolaire pouvant avoir deux origines : le tuf volcanique, et calcaire.

Une Pierre blanche et tendre, qui devient plus dure et plus blanche lorsqu'elle est employée. Est une roche sédimentaire de la carrière Chtaïbi de la Wilaya de Annaba présente une surface spécifique de 4020 cm²/g. La composition chimique élémentaire de tuf utilisé est présenté dans le tableau 7.

Le laitier, la pouzzolane et le tuf présentent une caractéristique commune, ils contiennent les trois constituants fondamentaux du clinker (la chaux, la silice et l'alumine).



Figure II.4: Le tuf naturel.

Tableau 7. Composition chimique élémentaire de tuf.

Désignation	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Cl ⁻	SO ₃
Résultat en %	4.31	12.40	3.80	70.92	1.95	2.52	2.74	0.00	0.42

II.6.4 Matériaux utilisés

II.6.4.1 Le ciment

Pour limiter l'attaque par les agressions, CEMI-42.5, qui est classé comme ciment résistant aux sulfates (CRS) est utilisé. Il est livré dans des sacs de 50 kg par la société de ciment de l'Ain-Kebira (Sétif), Algérie, et a une masse volumique absolue de 3190 kg/m³. Le CRS a un teneur limité en C3A. La surface spécifique du CRS est d'environ 2800,20 cm²/g. La composition chimique de CRS utilisé dans cette étude a été déterminée par la méthode d'essai de spectrométrie de fluorescence des rayons X (X-ray diffraction). La teneur des phases anhydres

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

du CRS est calculée par la méthode de BOGUE. Les compositions chimiques et minéralogiques sont présentées dans le tableau 8.

Tableau 8. Composition chimique et minéralogique de ciment.

Désignation	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Cl	SO ₃	C3S	C2S	C3A	C4AF
Résultats	62.04	4.59	5.08	23.41	1.74	0.17	0.34	0.05	1.46	36.5	39.9	3.5	15.4

II.6.4.2 Le sable

Le sable normalisé CEN est un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie. Il est séché, criblé et préparé dans un atelier moderne offrant toutes garanties de qualité et de régularité. Le sable est conditionné en sachets de polyéthylène contenant chacun $1\ 350 \pm 5$ g. ce sable est inerte d'un point de vue chimique de par sa composition principalement siliceuse. La composition granulométrique déterminée par tamisage est conforme aux exigences de la norme EN 196-1.

II.6.4.3 L'eau

L'eau potable (l'eau du robinet) a été utilisée dans tous les mélanges et la conservation des éprouvettes. Sa température est de l'ordre de $21 \pm 2^\circ\text{C}$, et son PH égale à 7.9

II.6.5 Préparation des mortiers

Les mortiers confectionnés sont des mortiers selon la norme (EN 196-1) comporte 450g de ciment, 1350 g de sable et 225 g d'eau. Trois additions ont été utilisées en substituant respectivement, 0, 5, 10, 15 et 20 %, du poids de ciment par du laitier, pouzzolane et tuf. Le liant (CRS+addition) a été homogénéisé pendant $\frac{1}{2}$ heure dans un TURBULA Shaker-Mixer pour assurer une homogénéité totale.

Cette norme régit la préparation des masses de mortier confectionnées dans un malaxeur planétaire de 5 litres de capacité, avec 2 temps de gâchage à vitesse différente comme suite : Malaxer chaque gâchée de mortier mécaniquement au moyen du malaxeur. Le malaxeur étant en position de marche :

- a) Verser l'eau dans le récipient et introduire le ciment ;

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

- b) Mettre alors immédiatement le malaxeur en marche à petite vitesse et après 30 s, introduire régulièrement tout le sable (pendant les 30 s suivantes). Mettre le malaxeur à sa vitesse la plus grande et continuer à mélanger pendant 30 s supplémentaires ;
- c) Arrêter le malaxeur pendant 1 min 30 s. Pendant les 15 premières secondes, enlever au moyen d'une raclette en caoutchouc tout le mortier adhérent aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci ;
- d) Reprendre ensuite le malaxage à grande vitesse pendant 60 s.

Les éprouvettes doivent être moulées immédiatement après la préparation du mortier. Les éprouvettes de 4x4x16 cm sont mises en œuvre sur une table à chocs de 60 coups, en deux couches.

Les échantillons de mortier sont coulés dans des moules prismatiques en acier $4 \times 4 \times 16$ cm. Démoulées à 24 heures et conservées dans une chambre humide (95% HR) à une température de $20^{\circ}\text{C} \pm 2$. La résistance mécanique a été mesurée après 7 et 28 jours.

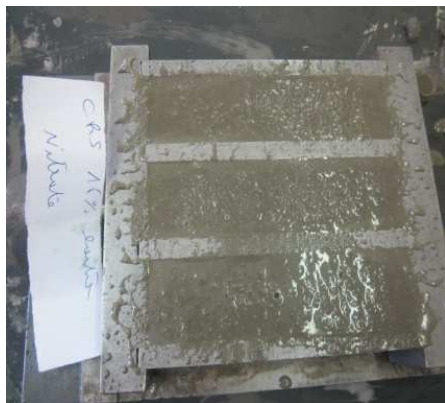


Figure II.5: Mortier à l'état frais
(CRS+15 laitier)

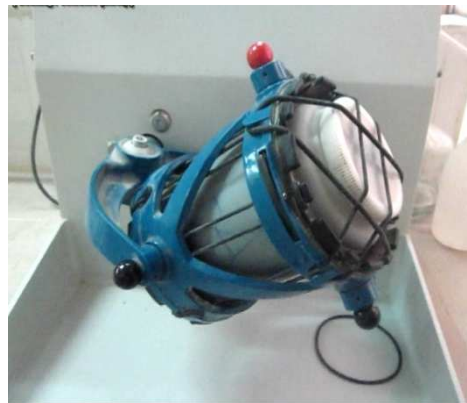


Figure II.6: TURBULA Shaker-Mixer

II.6.6 Composition des mortiers

On a étudié l'effet de la substitution d'une partie du ciment par trois additions, le laitier, le tuf et la pouzzolane sur les performances des mortiers. Et on a évalué les propriétés des mortiers à l'état frais et durcis. La nature de liant est la seule variable dans cette étude. Les mortiers avec additions sont obtenus dans les mêmes conditions de mortier normal en remplaçant une fraction massique de ciment par l'addition minérale, les quantités de sable et d'eau restant inchangées. Le pourcentage des additions sont présentés dans le tableau 9.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

Tableau 9. Pourcentage de substitution des additions.

	ML 5	ML 10	ML 15	ML 20	MF 5	MF 10	MF 15	MF 20	MP 5	MP 10	MP 15	MP 20	MT
CRS	95 %	90%	85%	80%	95 %	90%	85%	80%	95 %	90 %	85 %	80%	100%
Laitier	5%	10%	15%	20%	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Tuf	0	0	0	0	5%	10%	15%	20%	0	0	0	0	0
Pouzzolane	0	0	0	0	0	0	0	0	5%	10 %	15 %	20%	0

13 formulations ont été confectionnées pour évaluer la résistance mécanique des mortiers.

Les différentes proportions des formulations de mortier ayant les paramètres retenus sont présentées dans le tableau 10.

Tableau 10. Formulation des mortiers.

	Ciment (g)	Laitier (g)	Tuf (g)	Pouzzolane (g)	Sable (g)	Eau (g)
MT	450	0	0	0	1350	225
ML5	427.5	22.5	0	0	1350	225

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

ML10	405	45	0	0	1350	225
ML15	382.5	67.5	0	0	1350	225
ML20	360	90	0	0	1350	225
MF5	427.5	0	22.5	0	1350	225
MF10	405	0	45	0	1350	225
MF15	382.5	0	67.5	0	1350	225
MF20	360	0	90	0	1350	225
MP5	427.5	0	0	22.5	1350	225
MP10	405	0	0	45	1350	225
MP15	382.5	0	0	67.5	1350	225
MP20	360	0	0	90	1350	225

II.6.7 Mortier à l'état frais

II.6.7.1 Masse volumique des mortiers

La masse volumique de mortier est mesurée en utilisant un essai très simple selon la norme NF EN 196-1, on trouve la masse volumique expérimentale. La variation de la masse volumique de mortier témoin et la masse volumique de mortier avec additions en fonction de la teneur de substitution sont présentés dans les figures. L'essai doit être répété trois fois pour chaque formulation et le résultat est la moyenne de plusieurs mesures.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

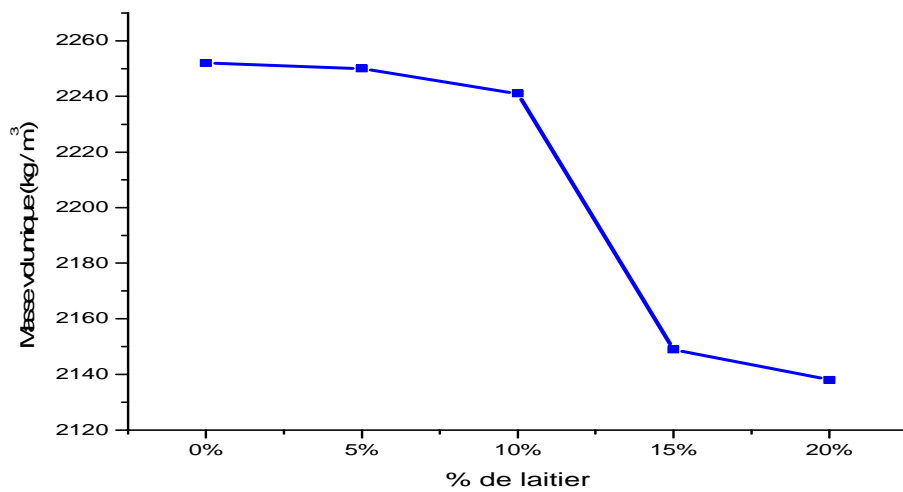


Figure II.7: Effet de laitier sur la masse volumique de mortier

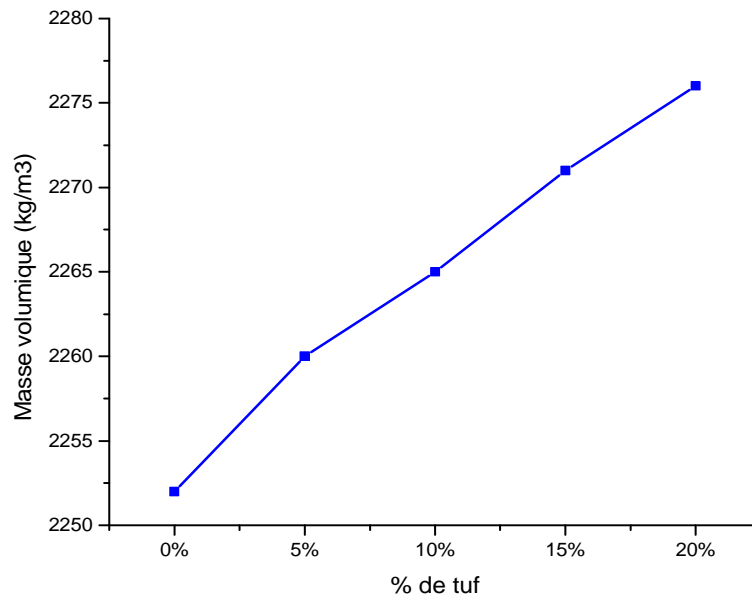


Figure II.8: Effet de tuf sur la masse volumique de mortier

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

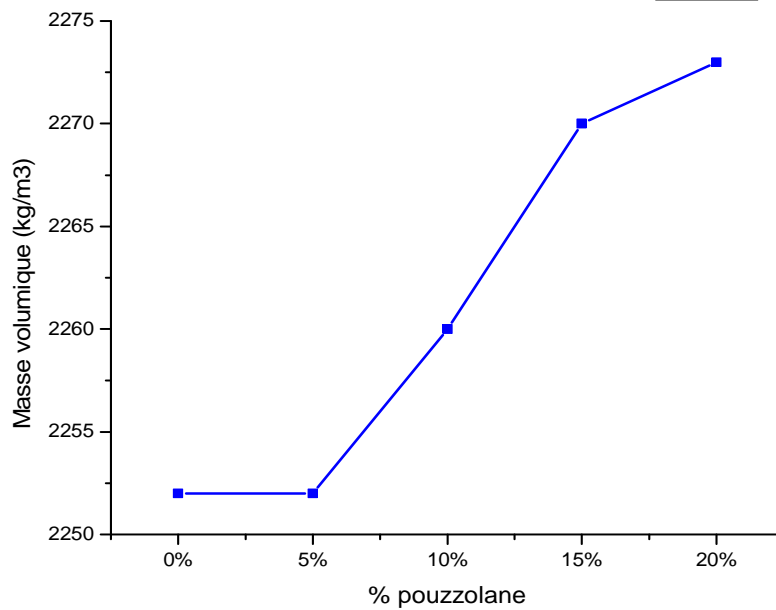


Figure II.9: Effet de la pouzzolane sur la masse volumique de mortier

Pour le laitier, une diminution de masse volumique des mortiers frais a été observée avec l'augmentation de taux de substitution.

Aucune augmentation de masse volumique des mortiers frais avec 5% de pouzzolane n'est observée, au-delà de 5% la masse volumique augmente avec l'élévation du taux de substitution. Le tuf augmente la masse volumique des mortiers. On peut expliquer cette augmentation des masses volumiques par la capacité de tuf d'adsorber l'eau, en effet, une finesse plus élevée absorbe plus d'eau.

II.6.7.2 Essai de consistance

Cet essai a été effectué sur des pâtes de ciment afin de déterminer le besoin en eau pour une consistance normale.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

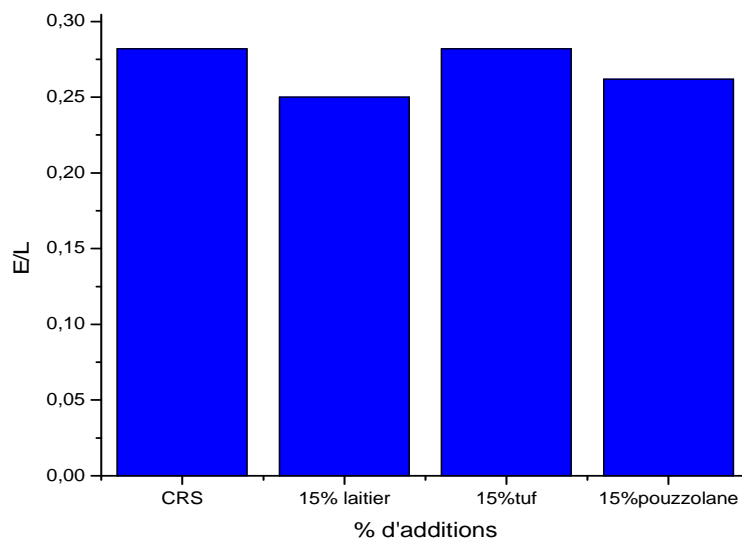


Figure II.10: Besoin en eau des pâtes à base d'additions pour une consistance normale

L'exigence en eau des pâtes avec additions, pour une consistance normale, est très proche que celui de la pâte témoin.

L'exigence en eau des pâtes avec laitier, pour une consistance normale, est plus faible que celui des pâtes avec pouzzolane et tuf et la pâte témoin. L'augmentation du besoin en eau conduit nécessairement à la diminution de la fluidité. Aucun mortier n'a posé de difficulté de mise en place lors de sa confection.

II.6.7.3 Début et fin de prise

L'essai de prise a été déterminé par la norme EN 193-3, l'essai de prise à l'aide de l'appareil Vicat a été effectué sur des pâtes de ciment, un CRS sans addition (0%) et (avec 15% d'addition) malaxées à un rapport E/L égale à 0.5. Les résultats de début et fin de prise des pâtes de ciment sont présentés dans la figure II.11

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

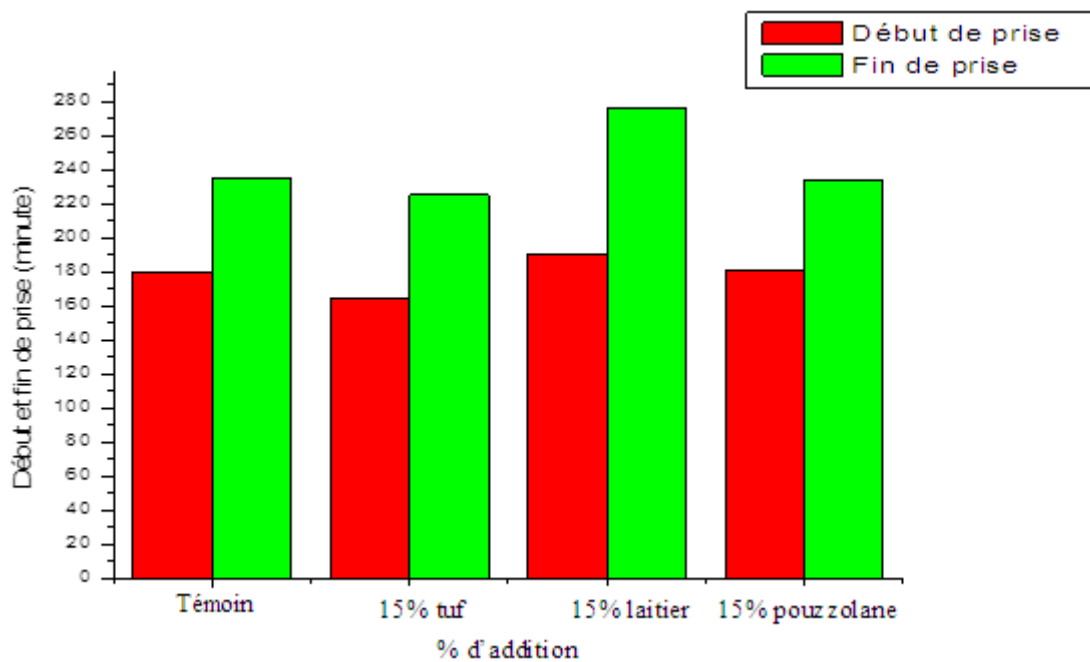


Figure II.11: début et fin de prise des pate à base d'addition (15%).

Pour un rapport E/L constant, le tuf accélère la prise du CRS, la pouzzolane n'a pas présenté un effet significatif sur le temps de prise de la pâte. Quand le laitier a engendré un retard de prise faible, peut être expliqué par l'effet lubrifiant des fines de particules de laitier. L'augmentation de la finesse de l'addition accélère le début et la fin de prise.

II.6.8 Essai à l'état durci

II.6.8.1 Résistance à la compression et à la flexion

Les essais sont conduits conformément à la norme NF EN 196-1. Les éprouvettes soumises à ces essais sont des éprouvettes prismatiques de dimensions 4x4x16 cm conservées dans une chambre humide (95% HR, $T=20^{\circ}\text{C} \pm 2$) jusqu'à le jour de la casse. Le dispositif utilisé pour l'essai de flexion est un dispositif de flexion 3 points. L'essai consiste à étudier les résistances à la compression et à la flexion des éprouvettes de mortier. Dans un tel mortier, la seule variable est la nature du liant.

Les essais mécaniques normalisés ont été réalisés aux échéances de 7, 28, 56, 90, 180 jours de façon à observer l'évolution progressive des performances. Chaque éprouvette donne un résultat de flexion et deux de compression. Chaque résistance à la compression correspond à la moyenne de six mesures.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers



Figure II.12: Machine de compression et flexion 3point



Figure II.13 : Chambre de conservation

II.6.8.1.1 Effet du laitier sur la résistance mécanique de mortier

Les résultats de la résistance mécanique des mortiers en fonction de différent pourcentage en laitier sont présentés dans les figures II.14 et II.15.

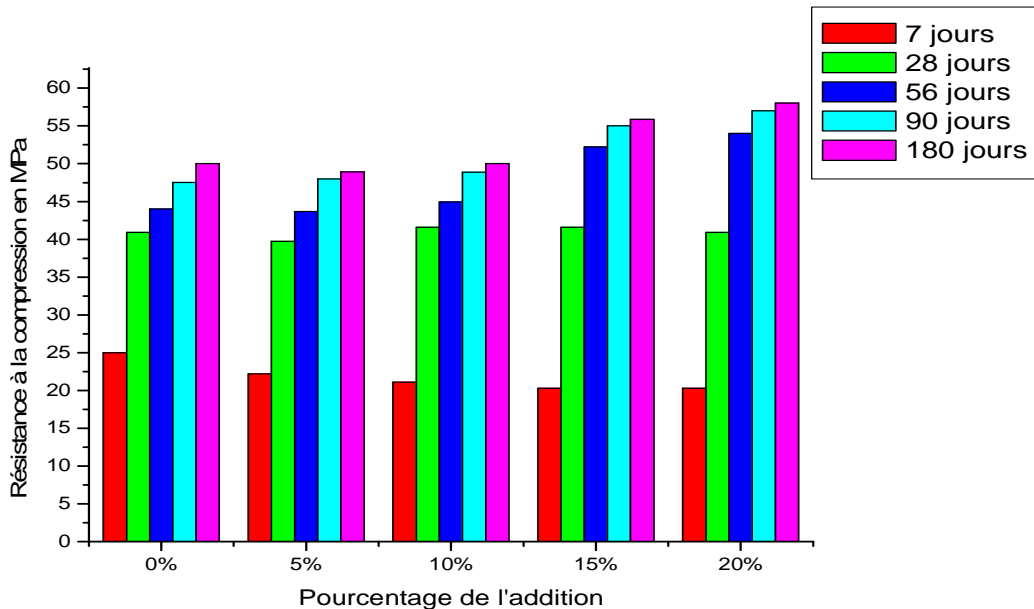


Figure II.14: Evolution de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de laitier à l'âge de 7, 28, 56, 90 et 180 jours.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

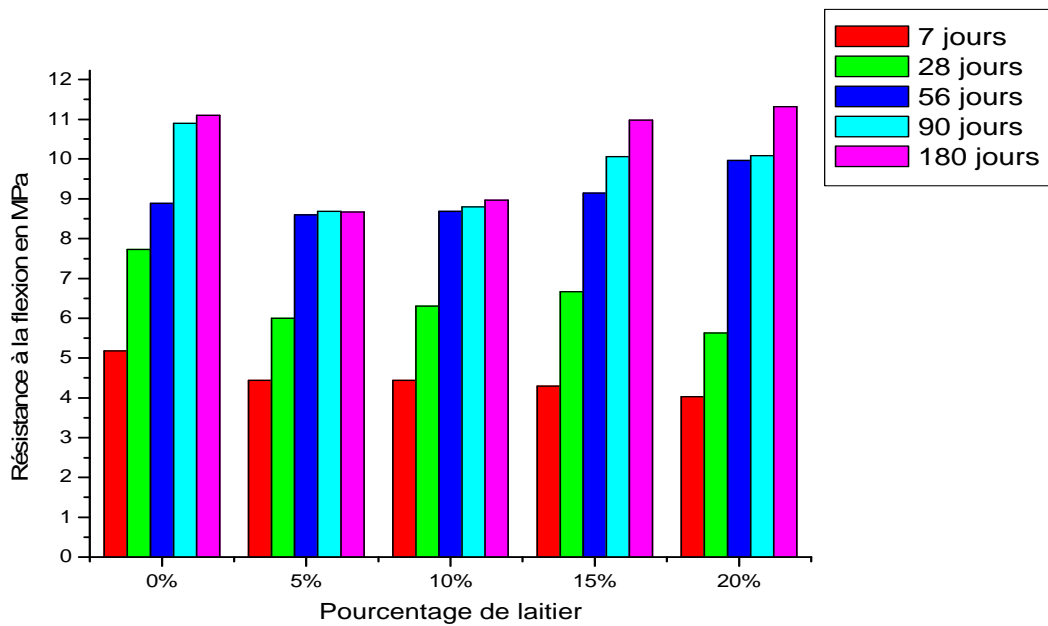


Figure II.15: Evolution de la résistance à la flexion en fonction du pourcentage de laitier à l'âge de 7, 28, 56, 90 et 180 jours

La substitution de laitier dans le CRS influe largement sur la résistance mécanique de mortier au jeune âge et à long terme, le laitier réduit la résistance à la flexion et la résistance à la compression aux jeune âge (7 jours), on peut expliquer cette diminution par la réduction de la partie active des minéraux du clinker. Mais à l'âge de 28 jours la résistance à la compression augmente d'une façon considérable avec l'augmentation du taux de substitution du laitier, la résistance mécanique de mortier avec laitier ne possède pas de diminution à partir de 28 jours, le mortier témoin (0% addition) atteint à une résistance à la compression de 50MPa à 180 jours, tandis que la résistance de mortier avec 20% laitier aboutit à une valeur de 58.04 MPa à même âge. On remarque que l'évolution de la résistance à la flexion augmente d'une manière maigre.

II.6.8.1.2 Effet de tuf sur la résistance mécanique de mortier

Les résultats de la résistance à la compression et à la flexion des mortiers en fonction de différent pourcentage en tuf sont présentés dans les figures II.16 et II.17.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

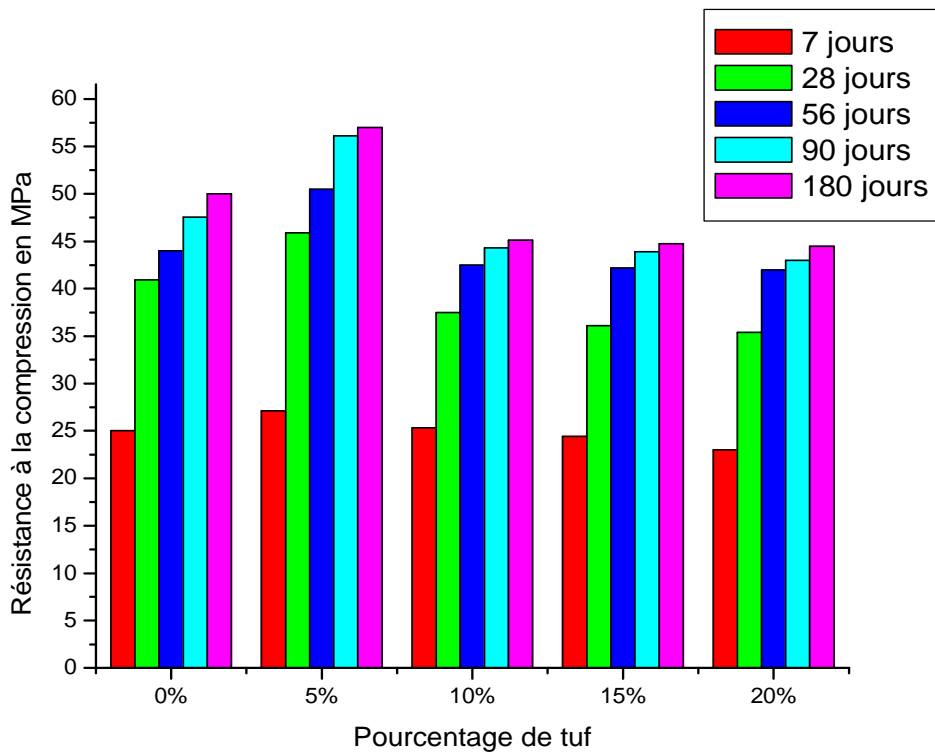


Figure II.16: Evolution de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de tuf à l'âge de 7, 28, 56, 90, 180 jours.

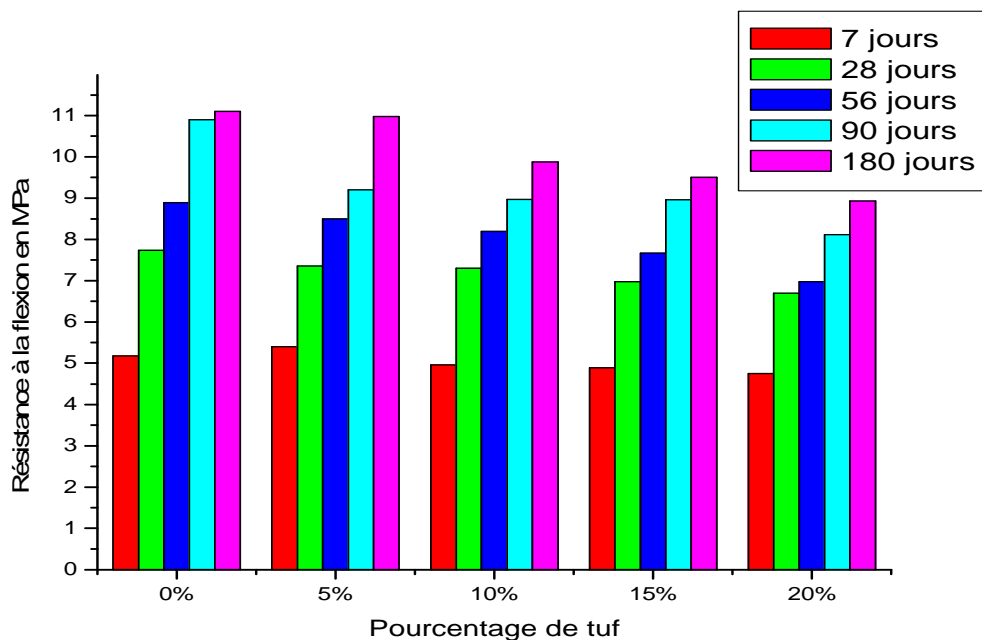


Figure II.17: Evolution de la résistance à la flexion en fonction du pourcentage de tuf à l'âge de 7, 28, 56, 90, 180 jours

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

A tous les âges, le mortier avec 5% de tuf montre les meilleurs résultats de la résistance à la compression, la résistance atteint à une valeur de 57 MPa à 180 jours et elle ne présente pas une diminution, devant le mortier témoin qui présente une résistance de 50 MPa. L'augmentation de la teneur en tuf conduit à une diminution de la résistance à la compression d'une manière considérable.

D'après les résultats de la résistance à la flexion, le tuf dans le mortier ne présente aucun effet positif à la résistance à la flexion des mortiers. Le mortier avec 5% tuf présente une résistance similaire au mortier témoin.

II.6.8.1.3 Effet de la pouzzolane sur la résistance mécanique de mortier

Les résultats de la résistance à la compression et à la flexion des mortiers en fonction de différent pourcentage de la pouzzolane sont présentés dans les figures II.18 et II.19.

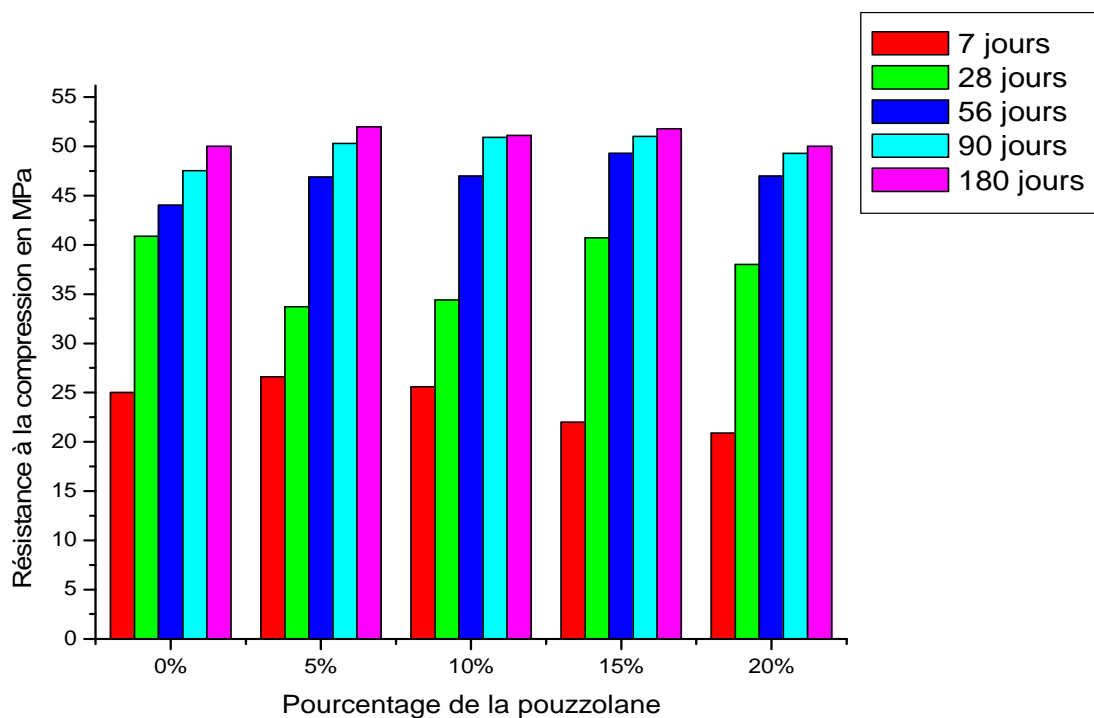


Figure II.18: Evolution de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de la pouzzolane à l'âge de 7, 28, 56, 90, 180 jours

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

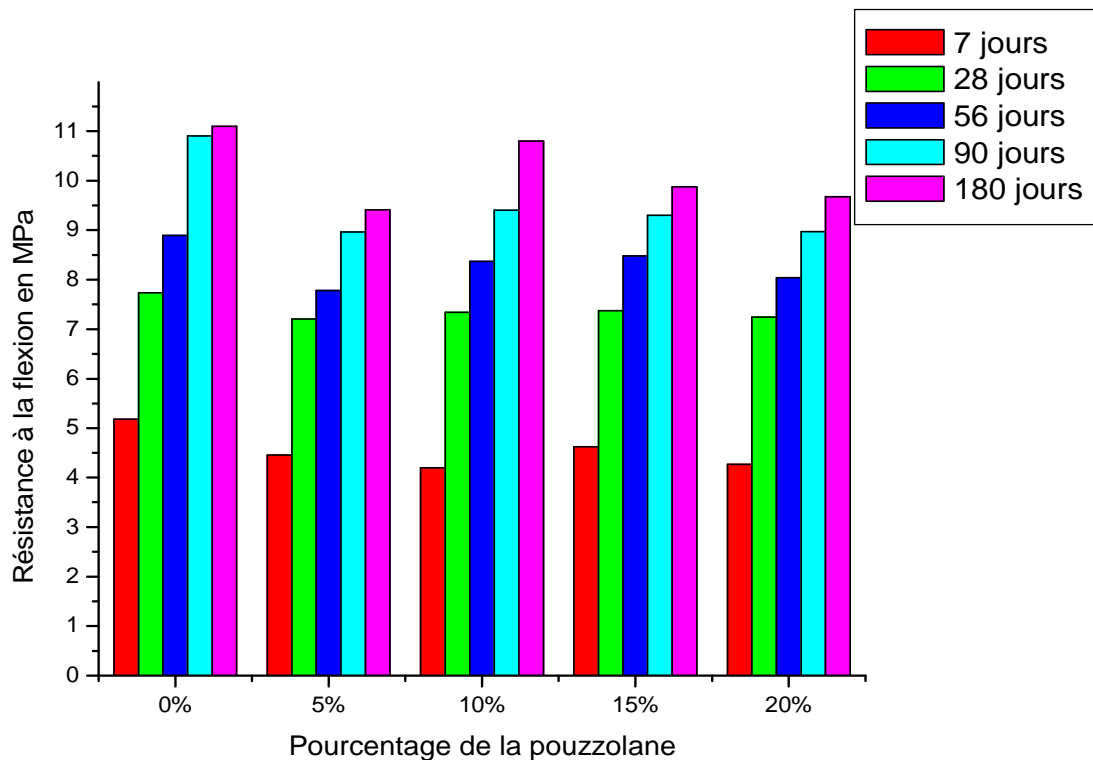


Figure II.19: Evolution de la résistance à la flexion en fonction du pourcentage de la pouzzolane à l'âge de 7, 28, 56, 90, 180 jours

A l'âge de 7 jours, la résistance à la compression diminue avec l'élévation du taux de substitution de la pouzzolane dans le CRS. La réaction pouzzolanique est évidente à partir de 28 jours, ce qui se traduit par une augmentation des résistances.

La résistance du mortier avec additions augmente légèrement jusqu'à un certain contenu (15%) de la pouzzolane, au-delà duquel la résistance a été diminuée (20% pouzzolane). Au-delà de 28 jours le mortier (15% pouzzolane) montre une meilleure résistance. La résistance à la compression de mortier avec 15% de pouzzolane atteint à une valeur de 51.8 MPa à l'âge de 180 jours, quand le mortier témoin présente une résistance de 50 MPa.

Au jeune âge aucune amélioration de la résistance mécanique des mortiers avec l'addition de pouzzolane n'a été constatée.

Il est important de noter que les résultats obtenus des résistances à la flexion de mortier avec la pouzzolane ne présentent aucune amélioration dans la résistance à la flexion.

Chapitre II : Effet des additions minérales sur les performances des mortiers

II.7 Conclusion

L'incorporation des additions minérales dans le ciment CRS attribue des améliorations comme elle peut conduire à des altérations, d'après les résultats des essais effectués sur les mortiers et les pâtes ciments, on peut tirer les conclusions suivantes :

Le tuf accélère la prise du ciment, le laitier retarde la prise, tandis que la pouzzolane n'a pas porté une influence sur la prise de CRS. L'augmentation de la finesse d'addition accélère le début et la fin de prise (le cas de tuf).

La teneur en tuf doit être limitée par 5%, il augmente la résistance mécanique à court (7 jours) et à long terme (180 jours).

La substitution de laitier dans le CRS diminue la résistance à la compression et à la flexion des mortiers aux jeunes âges. Mais elle influe positivement à partir de 28 jours, de manière à accroître la résistance par l'accroissement de la teneur en laitier.

La résistance mécanique des mortiers s'accroît si la teneur en pouzzolane dépasse 10%.

Les résistances à la flexion obtenues, sont assez proches. Les additions n'ont pas un effet significatif sur la résistance à la flexion.

CHAPITRE III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

III.1 introduction

Les milieux acides susceptibles d'être agressifs pour le béton débutent aux eaux pures, s'étendent aux eaux douces, beaucoup chargées en dioxyde de carbone, puis aux pluies acides, pour s'achever aux acides minéraux et organiques, en y incluant les eaux résiduaires [51]. Les effluents des fours utilisant des combustibles riches en souffrent et les effluents des industries chimiques peuvent contenir de l'acide sulfurique. La décomposition des matières organiques dans les égouts, les silos ou dans les réservoirs d'entreposage peut conduire à la formation du gaz H_2S qui peut être transformé en acide sulfurique par l'activité bactérienne. Ce type d'acide est très vulnérable pour le béton.

Dans le chapitre précédent, nous avons évalué la contribution des additions minérales aux résistances mécaniques des mortiers à base d'un CRS. Afin d'approfondir notre travail sur le sujet de la durabilité il est nécessaire d'étudier la résistance à la compression et la résistance à la flexion ainsi que la résistance chimique des mortiers exposés à un milieu acide, l'objectif de ce chapitre est d'évaluer la contribution des additions aux performances de durabilité des mortiers. La résistance mécanique, la résistance chimique, la microstructure, ont été étudié. Les essais mécaniques, les essais chimiques ont été réalisés au niveau de laboratoire de la cimenterie de Hdjar-Soud de Skikda. L'étude de la microstructure a été réalisée au niveau du laboratoire CETIM de Boumerdes, et laboratoire BIOGALENIC de la wilaya de Constantine.

III.2 Matériaux utilisés

Les caractéristiques des matériaux utilisés sont présentées dans le chapitre précédent (chapitre II) ; on a utilisé un sable normalisé, un ciment CRS et trois additions, le laitier de haut fourneau, le tuf naturel et la pouzzolane naturelle.

Dans le chapitre précédant nous avons comparé les différentes additions et leurs effets sur les mortiers frais et durcis.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

III.3 Préparation des mortiers

On a utilisé des mortiers normaux, selon la norme (EN 196-1). Le sable utilisé pour la confection des mortiers est un sable normalisé avec un rapport E/C = 0.5. Il est conforme aux Normes (EN196-1). Le gâchage a été confectionné suivant la norme indiquée. Ce mélange est effectué avec un rapport agrégat/ciment de 3.

Pour la caractérisation de la résistance à la compression et la résistance à la flexion, des éprouvettes de mortier 4×4×16 cm, ont été confectionnés, démoulées à 24 heures. Le mélange de mortier est placé dans les moules 4×4×16 cm ; chaque gâchage permet la confection de 3 éprouvettes. Et pour caractériser la résistance chimique, des éprouvettes de dimension 5×5×5cm ont été préparées.

III.4 Conservation des éprouvettes

La durée de cure est un facteur important de la durabilité des mortiers, dans notre étude la conservation des éprouvettes a été adoptée 28 jours dans l'eau à $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Après 28 jours de cure, les mortiers sont immergés dans deux solutions de même concentration (5%) : HCl l'acide chlorhydrique, et H₂SO₄ l'acide sulfurique distants les uns des autres d'au moins 2 à 3 cm, et placées dans une salle de conservation (T=20°C, HR=90%), chaque deux ou trois jours, les échantillons doivent être renversés pour assurer l'attaque de tous les surfaces de l'éprouvette.

Le choix de l'acide sulfurique et l'acide chlorhydrique est dicté par leur agressivité vis-à-vis les matériaux cimentaires.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide



Figure III.1: Conservation des éprouvettes dans l'acide chlorhydrique



Figure III.2: Conservation des éprouvettes dans l'acide sulfurique

III.5 Mesure de la résistance mécanique

L'essai consiste à étudier les résistances à la compression et à la flexion d'éprouvettes de mortier normal.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

Après 28 jours de traitement par les acides, les éprouvettes 4 x4 x16 cm sont sorties du bac, lavées par l'eau de robinet ensuite elles sont soumises à l'essai de flexion, puis à l'essai de compression. Une plaque de carton très mince a été placée sur les deux surfaces d'appui, ce qui permet l'application correcte de la charge et une meilleure caractérisation de la résistance de mortier. Dans un tel mortier, la seule variable est la nature du liant hydraulique.

III.5.1 La résistance mécanique des mortiers conservés dans l'acide HCl

Chaque éprouvette donne un résultat de flexion et deux de compression. Chaque résistance à la compression correspond à la moyenne de six mesures. Les résultats de la résistance à la flexion et à la compression des mortiers traités par l'acide chlorhydrique sont montrés dans la figure III.3.

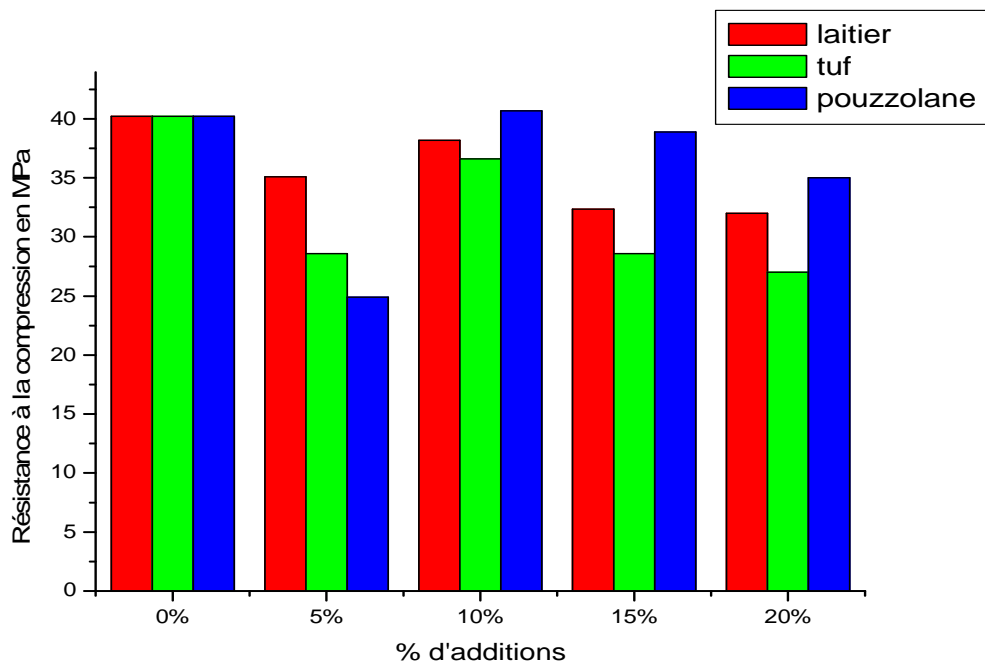


Figure III.3: Résistance à la compression des mortiers après 28 jours de traitement par HCl

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

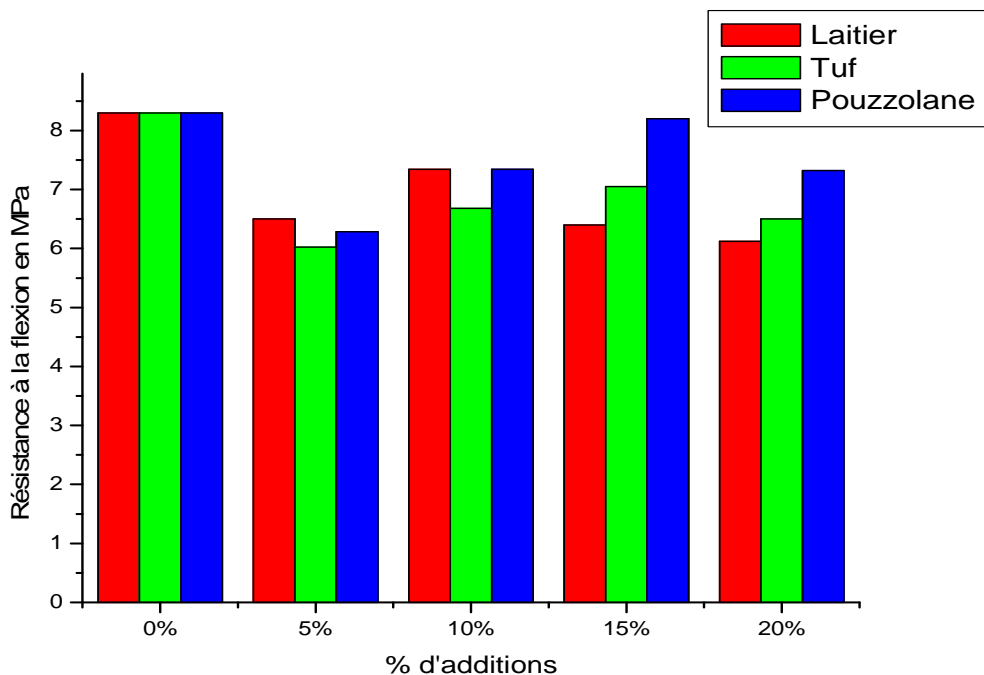


Figure III.4: Résistance à la flexion des mortiers après 28 jours de traitement par HCl

Après l'attaque par HCl, Tous les mortiers montrent une chute de résistance mécanique, le mortier avec 5% pouzzolane, et les mortiers avec 20% et 15% tuf présentent des résistances à la compression très faibles, le mortier avec 5% tuf présente une faible résistance à la flexion. Le mortier témoin (CRS) atteint une résistance de compression de 40.1 MPa et une résistance à la flexion de 8.30MPa à 28 jours. Il convient de noter que la résistance à la compression de mortier avec 10% tuf est supérieure à celle de mortier avec 5% tuf dans l'acide HCl. Les réductions de la résistance à la compression (pertes des résistances) des mortiers avec 5% tuf, 15%laitier et 20%laitier sont très grandes par rapport aux autres mortiers, autant qu'ils ont perdu environ 10 MPa. Cette baisse peut être attribuée à la forte teneur en CaO dans les laitiers pour les mortiers avec 15% et 20% de laitier. Mais pour le mortier avec 5% tuf, la teneur en CaO de tuf est faible, donc la chute de résistance est peut-être due à la nature en tuf et sa tendance à absorber l'eau. La présence de HCl conduit à la transformation de CaO au chlorure de calcium CaCl_2 , un sel très soluble dans l'eau, selon la réaction suivante :



La production de chlorure de calcium augmente la porosité dans la matrice cimentaire qui conduit à une réduction dans la résistance mécanique des mortiers.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

III.5.2. La résistance mécanique des mortiers conservés dans l'acide H₂SO₄

D'après l'observation visuelle, on peut observer que la dégradation des mortiers conservés dans H₂SO₄ sont plus dégradés par rapport aux mortiers traités par l'acide HCl, il convient de noter que les éprouvettes immergées dans l'acide sulfurique avaient une couche blanche, la figure III.7 présente l'état des éprouvettes en mortiers après 28 jours de traitement par les acides. Les résistances de flexion et de compression des mortiers traités par l'acide sulfurique en fonction de la teneur en addition sont montrées dans les figures III.5 et III.6

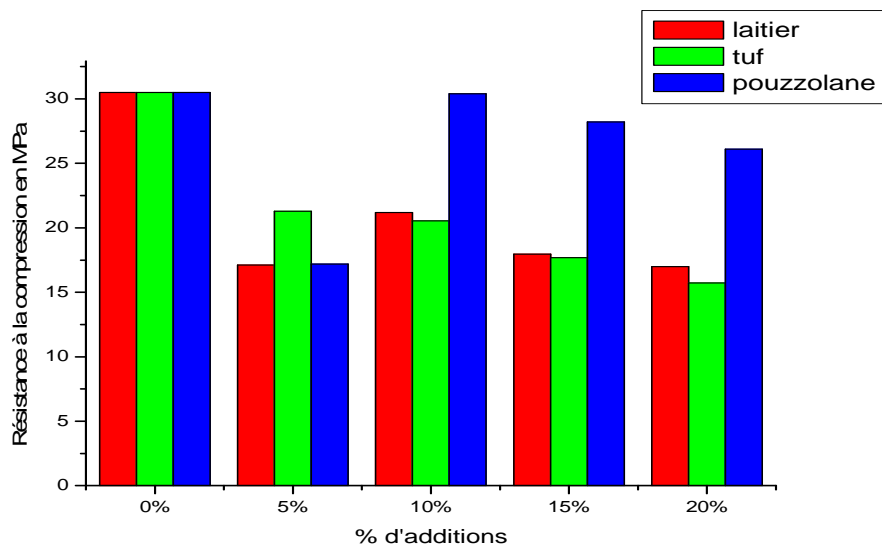


Figure III.5: Résistance à la compression après 28 jours de traitement par H₂SO₄

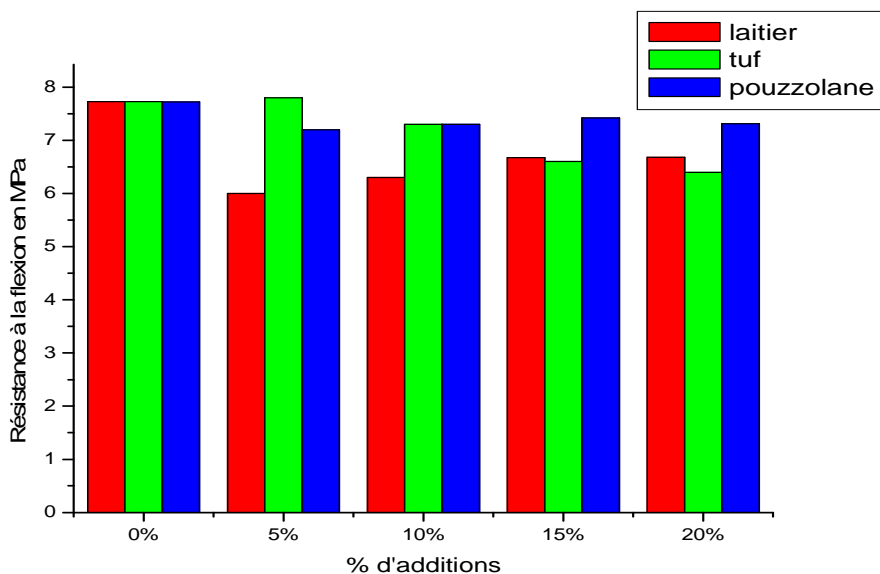


Figure III.6: Résistance à la flexion après 28 jours de traitement par H₂SO₄

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

Après l'attaque par l'acide H_2SO_4 . La chute de la résistance à la compression est très importante pour tous les mortiers. A partir de la Figure III.5, on observe que la résistance à la compression du mortier témoin a diminué jusqu'à 31.5MPa. La résistance à la compression des mortiers avec 10 et 15 % pouzzolane aboutissent à 30,5 à 28.5MPa respectivement à l'âge de 28 jours.

La résistance à la compression des mortiers avec 20% tuf et 20% laitier montrent des faibles résistances à la compression. On observe que les résultats de résistance à la flexion des mortiers témoin (CRS) et mortiers avec 15% pouzzolane et 5% tuf présentent des résultats très proches. Les résultats ont montré que la résistance à la compression a diminué avec l'augmentation de la teneur du laitier et de tuf. Dans le cas de H_2SO_4 . Le mortier avec 10% pouzzolane et le mortier témoin montrent des valeurs similaires et de meilleures valeurs de la résistance à la flexion et à la compression.

La résistance à la flexion des mortiers traités par l'acide H_2SO_4 n'est pas vue une diminution considérable, les résultats sont très proches. On peut remarquer que la résistance de flexion n'est pas affectée largement comparant avec la résistance de compression.



Figure III.7 Eprouvettes traitées par les acides H_2SO_4 et HCl

III.5.3 Perte de la résistance

La perte de la résistance a été calculée par la différence entre la résistance mécanique des échantillons avant l'immersion dans l'acide et la résistance mécanique après 28 jours d'immersion, les figures III.8 et III.9 présentent les pertes de la résistance à la compression et la résistance à la flexion des échantillons exposés aux acides.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

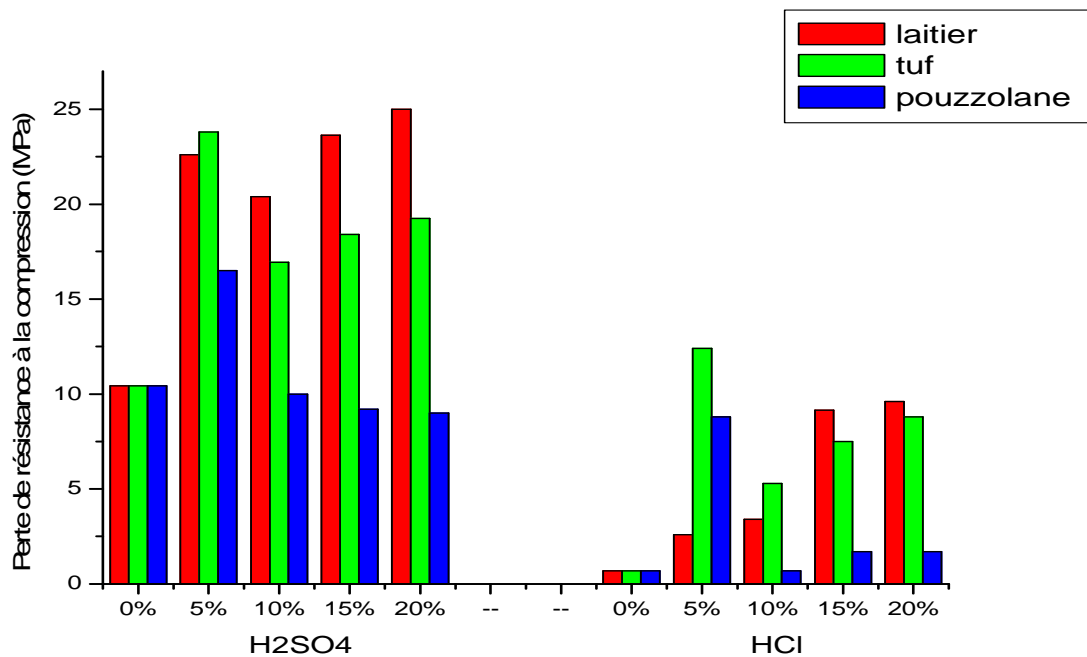


Figure III.8 Perte de la résistance à la compression des échantillons conservés dans H₂SO₄ et HCl.

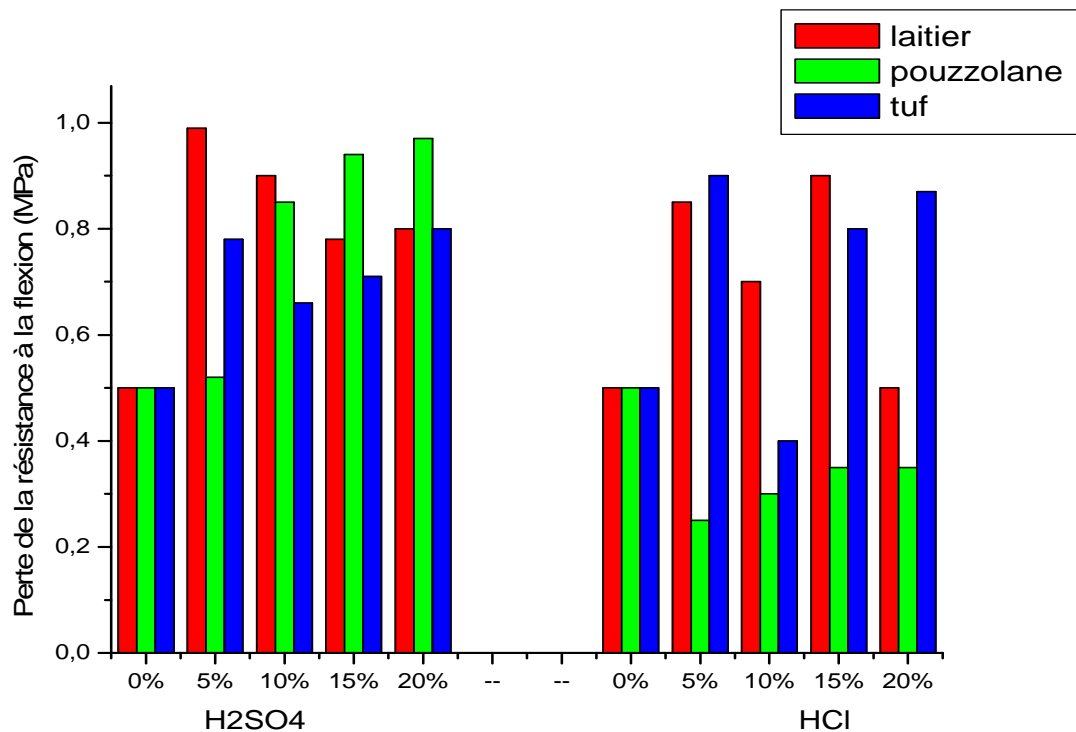


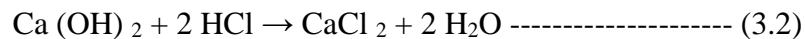
Figure III.9 Perte de la résistance à la flexion des échantillons conservés dans les acides HCl et H₂SO₄.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

L'attaque de mortier par les acides influe largement sur la résistance mécanique, une chute convenable de la résistance à la compression a été observée. D'après les résultats de la perte de résistance, on peut constater que les pertes de résistantes à la flexion ne dépassent pas 1MPa dans les deux acides. Cependant, les pertes de résistances à la compression deviennent très importantes.

Les résultats de la perte de résistance, obtenues, montrent que l'effet de l'acide H₂SO₄ est très important sur la résistance mécanique que l'acide HCl.

La perte de la résistance à la compression de mortier avec 20% laitier atteint 25 MPa dans H₂SO₄, une perte très large par rapport au mortier témoin, on peut également observer que la perte de résistance augmente relativement avec la teneur en laitier. On Peut expliquer cette perte par la teneur important en CaO dans le laitier. La résistance d'un mortier est liée à la nature de liant. Les teneurs en Ca diffèrent entre les différents liants testés, et la perte de calcium à partir des échantillons durcis dans HCl est principalement dépend de la teneur initiale en « Ca », selon la réaction chimique suivante :



La teneur en Ca dans le CRS est élevée, mais la perte de la résistance n'est pas importante, on peut expliquer ce phénomène par la continuité de l'hydratation du C3S qui produise CSH (chapitre I).

Les mortiers avec la pouzzolane montrent des pertes plus faibles. La réaction pouzzolanique consomme CaO et produire CSH, ce qui rend le ciment plus durable.

III.5.4 Influence du pourcentage des additions substituées au CRS sur la résistance à la compression des mortiers dans un milieu acide

D'après les résultats, il faut noter que l'incorporation des additions dans le CRS réduit la résistance mécanique à la compression des mortiers. Les courbes ci-dessous Figure III.8, Figure III.9, Figure III.10 expliquent l'influence du pourcentage des additions sur la résistance à la compression des mortiers dans les acides.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

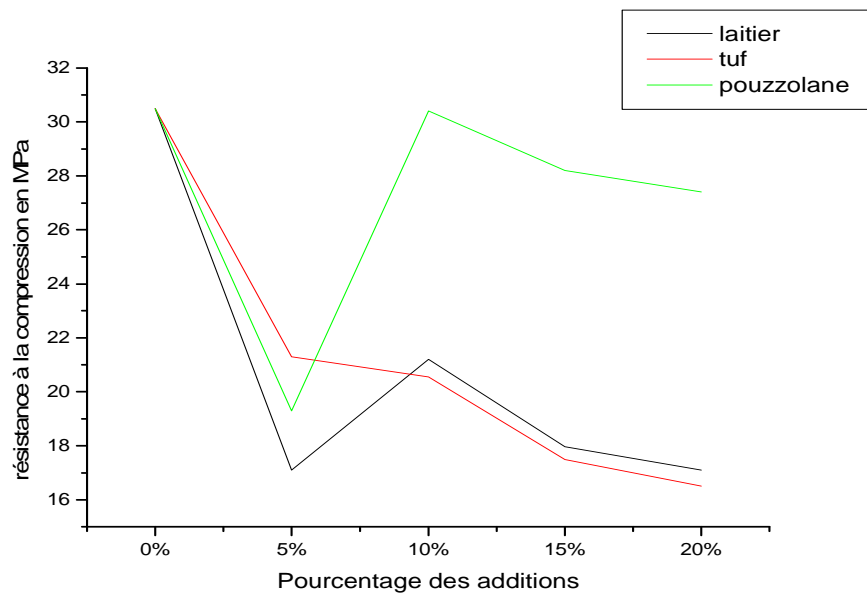


Figure III.10 : Influence des additions sur la résistance à la compression des mortiers traités par l'acide H₂SO₄

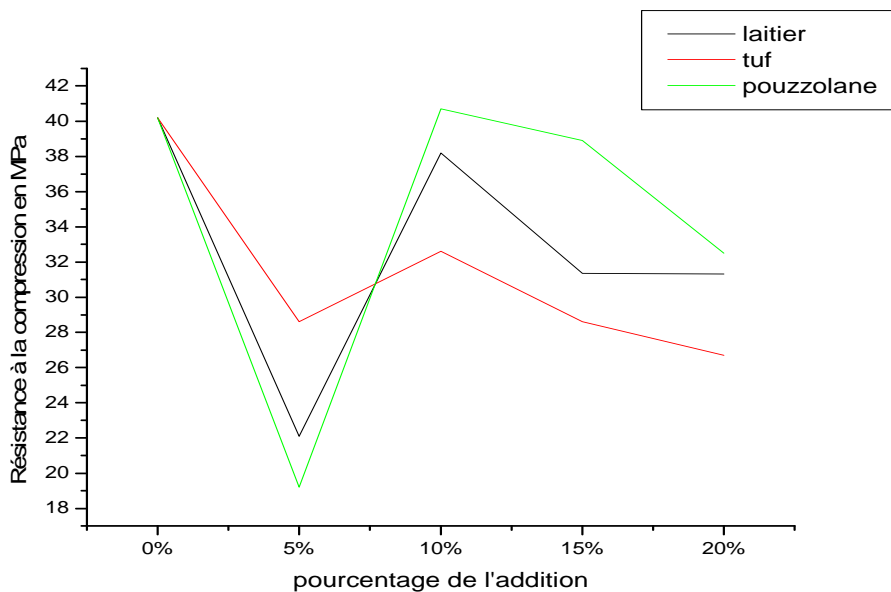


Figure III.11 : Influence des additions sur la résistance à la compression des mortiers traités par l'acide HCl

Le pourcentage de l'addition influe d'une manière importante sur les performances mécaniques des mortiers exposés à un milieu acide, la substitution partielle d'un ciment par une addition

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

doit être limitée par un pourcentage. D'après les résultats on peut limiter le pourcentage par 10%.

III.6. Mesure de la résistance chimique (perte de masse)

III.6.1 Caractérisation de la perte de masse

Pour la caractérisation de la résistance chimique vis-à-vis l'attaque des acides, des éprouvettes de dimension (5 × 5 × 5 cm) confectionnées selon la norme NF EN 196-1, conservées dans l'eau pendant 28 jours à une température $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ont été utilisées.

Après la durée de cure (28 jours) dans l'eau de robinet, les éprouvettes sont pesées pour déterminer les poids initiaux des éprouvettes avant leur mise dans les acides, les échantillons sont ensuite mis dans une solution de 5% HCl et une solution de 5% H₂SO₄.



Figure III.12 : Eprouvette (5 X5 X 5) cm conservés dans H₂SO₄.

La résistance chimique des mortiers traités par les acides est évaluée selon la norme ASTM C267-96, les éprouvettes sont nettoyées trois fois avec l'eau pour éliminer le mortier altéré, puis la pesée de chaque éprouvette est enregistrée. Les solutions agressives ont été renouvelées tous les 28 jours. Après 28, 56 et 90 jours de conservation la résistance chimique aux agressions a été déterminée par la perte de masse évaluée selon la norme ASTM C267-96 par la formule suivante :

$$P\% = [(M1-M2) / M1] \times 100 \text{ ----- (3.3)}$$

Où :

P% : la perte de masse en %.

M1 : la masse de l'échantillon avant l'immersion dans l'acide.

M2 : la masse de l'échantillon après l'immersion dans l'acide.

Dès que les éprouvettes sont mises dans la solution l'acide commence l'attaque, à partir de la deuxième semaine, une couleur blanche apparaît dans la solution de l'acide sulfurique.

²a

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

Les résultats des essais de la résistance chimique des éprouvettes de mortier immergées dans deux acides de même concentration sont présentés dans les figures suivantes

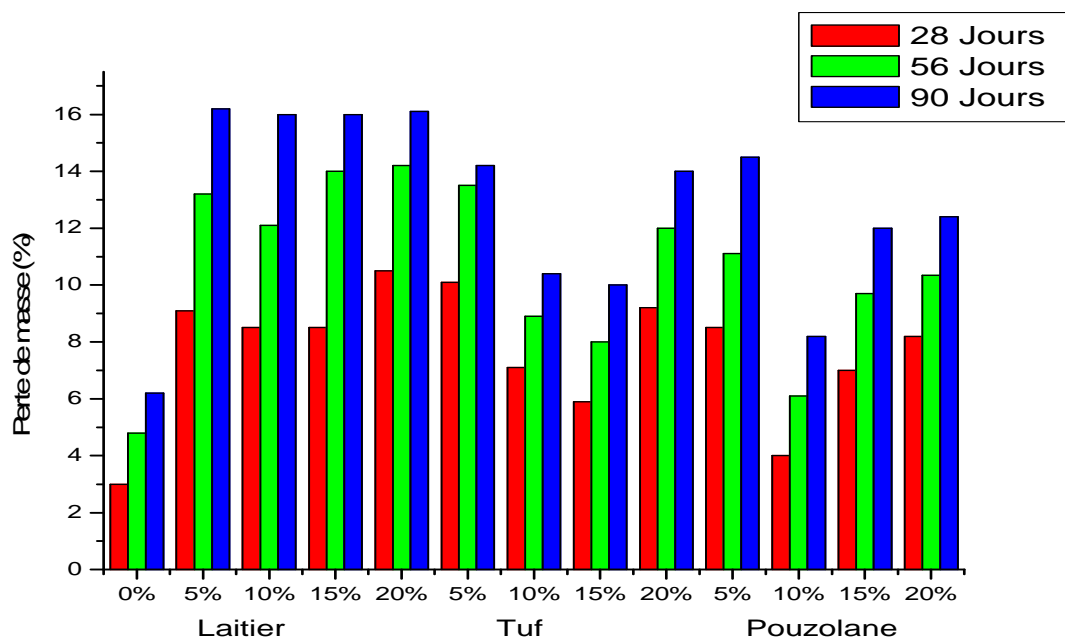


Figure III.13 Perte de masse des échantillons de mortier après 28-56-90 jours de conservation dans un acide de 5% H₂SO₄

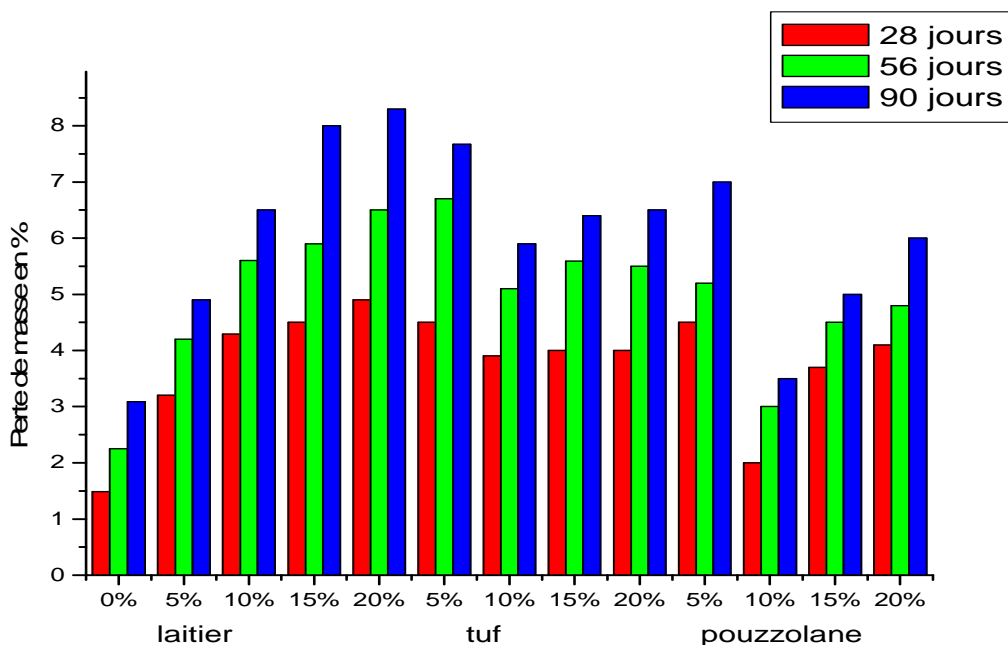


Figure III.14 Perte de masse des échantillons de mortier après 28-56-90 jours de conservation dans un acide de 5% HCl.

D'après les figures (III.12 et III.13), on observe que tous les mortiers montrent une perte de masse signifiante, soit les mortiers conservés dans l'acide HCl ou bien dans l'acide H₂SO₄, le

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

mortier témoin présente dans les deux milieux des pertes de masse faibles par rapport les autres mortiers.

On peut observer que les mortiers : avec 10% pouzzolane et témoin immergés dans HCl et les mortiers : avec 5%,10% et15% tuf immergés dans H₂SO₄ sont plus résistants à la perte de masse.

De la figure III.12, il peut être également observé que les mortiers avec 15% et 20% laitier ont une perte de poids importante dans l'acide HCl.

D'après les résultats de la résistance chimique, les mortiers à base de tuf sont plus résistants aux acides que les mortiers à base de laitier, nous pouvons expliquer cette différence par la composition chimique des deux ajouts dont le laitier contient une teneur élevée de CaO qui augmente la capacité des mortiers à réagir avec les agressions.

Par la comparaison de l'agressivité des deux acides : l'acide chlorhydrique et l'acide sulfurique, on peut conclure que pour une même concentration 5%, la chute de la résistance chimique est plus importante dans l'acide sulfurique.

III.6.2 Influence du pourcentage des additions substituées au ciment sur la résistance chimique des mortiers dans un milieu acide

La résistance chimique des mortiers à base de laitier montre une diminution importante par rapport au tuf et pouzzolane.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

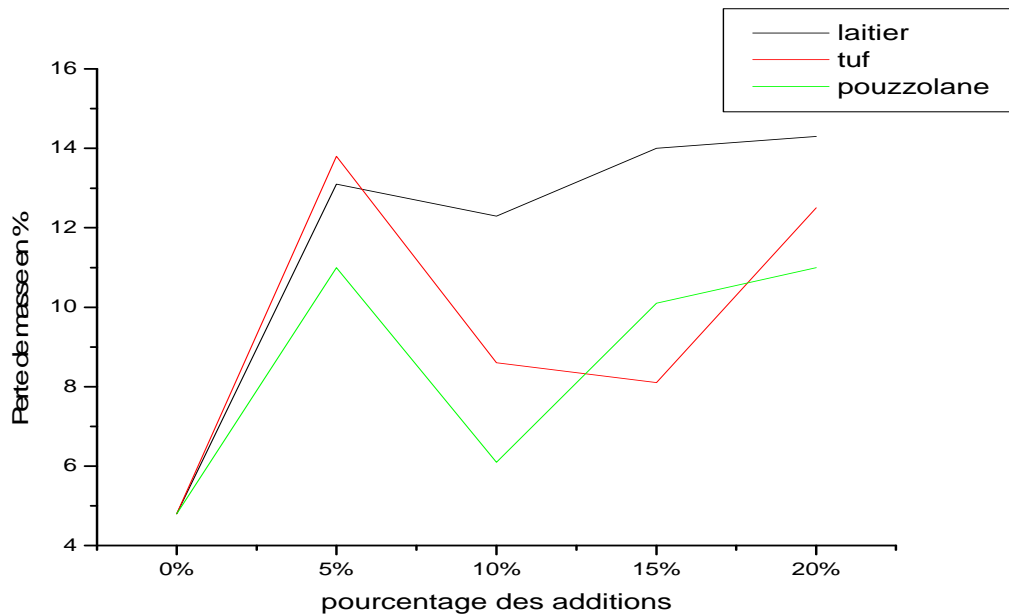


Figure III.15 Influence des additions sur la résistance chimique des mortiers immergés dans l'acide H_2SO_4 pendant 56 jours.

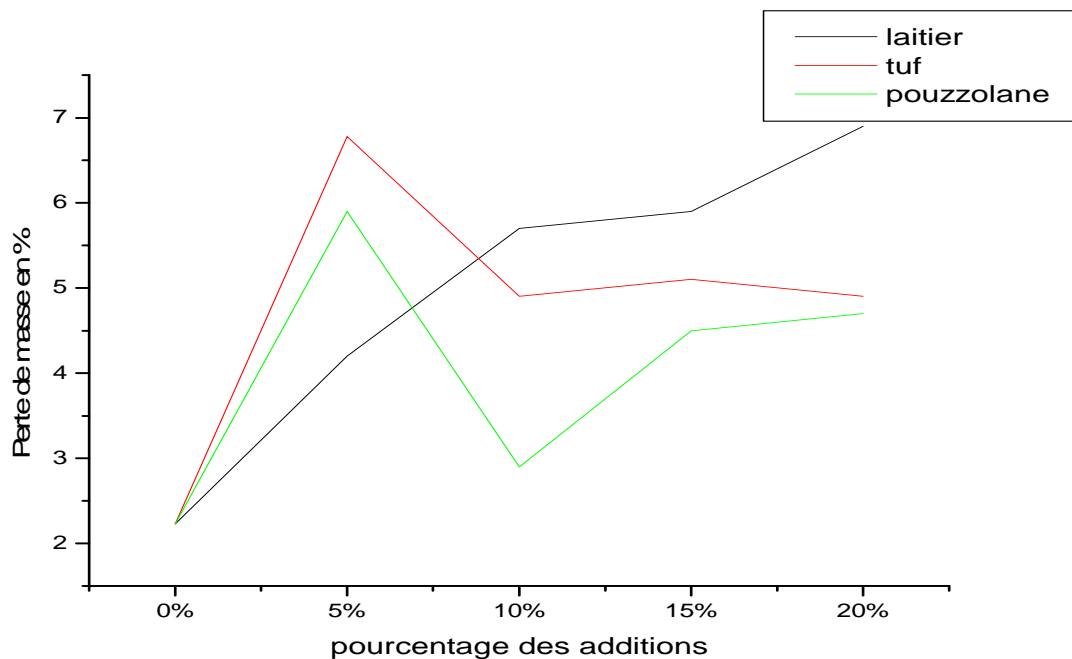


Figure III.16 Influence des additions sur la résistance chimique des mortiers immergés dans l'acide HCl pendant 56 jours.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

La pouzzolane et le tuf influent positivement sur la résistance chimique des mortiers le mortier avec 10% de pouzzolane et le mortier avec 15% de tuf montrent des pertes de masse plus faibles que les autres mortiers.

III.7 Etude de la microstructure

III.8.1 Introduction

La spectrométrie infra rouge et la diffraction des rayons X offrent une appréciation qualitative de la nature des phases qui les constituent. La spectrométrie infrarouge est complémentaire de la DRX qui est limitée aux seules espèces cristallisées. La spectrométrie infrarouge est rarement utilisée par les chercheurs en génie civil malgré elle est moins chère dans plusieurs aspects, Le coût de l'équipement est un peu plus faible en laboratoire. DRX exige également des techniciens hautement qualifiés pour préparer les échantillons, effectuer les analyses et analyser les résultats, le coût supplémentaire augmente, alors que IRTF est plus simple à utiliser dans ces aspects nécessitant moins de formation. En termes de temps, IRTF prend moins de temps pour préparer et analyser des échantillons. Des échantillons similaires peuvent prendre une heure ou plus pour effectuer une analyse de DRX alors que seulement 15 minutes est nécessaire avec IRTF.

Hughes et al. [52] ont réalisé une étude de la manière dont la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) a été utilisée pour déterminer la composition de ciment. Cette étude visait à étudier (IRTF) pour la chimie du ciment et le suivi in situ des réactions d'hydratation et l'analyse directe des propriétés de performance du ciment.

Puertas et al. [53] ont été utilisés la méthode de l'infrarouge pour étudier les laitiers et les cendres volantes. Les rapports cendre volante/laitier sont de 100/0, 70/30, 30/70,0/100 ont été activés par NaOH avec une concentration de 2 et 10 mole. Les résultats ont montré qu'une vibration d'élongation de liaison SiO_4 tétraèdre de laitier accompagné d'une bande à 956 cm^{-1} , et la cendre volante à 1075 cm^{-1} . Ils ont déterminé que les différents produits de réaction formés à partir de la comparaison des spectres des pâtes avec une solution de concentration de 2 et 10 M de NaOH.

Benosma et al. [54] montrent que la technique infrarouge transformé de Fourier peut s'avérer intéressante pour caractériser les ciments, notamment dans le cas d'expertises. Ils ont aussi montre que l'analyse par IRTF répond aux exigences d'un diagnostic rapide et pertinent.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

Yilmaz et Olgun [55] ont étudié l'effet des cendres volantes sur les propriétés des ciments et des mortiers en utilisant (IRTF) les échantillons de ciment portland et de ciment avec les cendres ont été hydratés jusqu'à 28 jours. Les résultats ont démontré une bande significative d'élongation de liaison Si-O à 961 cm^{-1} et une petite bande à 457 cm^{-1} . Ils ont trouvé également un allongement de C-O à 1417 cm^{-1} et une baisse à 872 cm^{-1} . OH a un pic dans la bande $3637\text{--}3641\text{ cm}^{-1}$ trouvé dans l'hydroxyde de calcium. Cette intensité du pic correspond à la concentration de cendres volantes.

III.8.2 Analyse de la microstructure par DRX

DRX est une méthode très utilisée dans l'étude des ciments. Cependant, dans ce travail l'analyse par DRX a été utilisée pour déterminer la structure cristallographique de mortier altéré.

L'étude minéralogique par diffraction des rayons X (XRD) a été effectuée pour identifier les produits formés dans les mortiers durcis après 28 jours de conservation dans les deux acides ; chlorhydrique et sulfurique.

Les échantillons sont analysés par un diffractomètre Philips de poudre à compteur, Il fonctionne avec la raie $\text{K}\alpha_1$ du Cuivre : $\lambda = 1,54056\text{ angström}$, sur une plage de 5 à 60° , disponible à CETIM, Boumerdès « Centre d'Etudes et de services Technologiques de l'Industrie des Matériaux de construction ».

III.8.3 Modalité des essais

- L'analyse par diffraction de fluorescence des rayons X est réalisée selon le principe de la norme NF EN 196-2.
- L'étude minéralogique par diffraction des rayons X a été réalisée suivant mode opératoire, dérivé du manuel d'utilisation et du logiciel X PERT DATA COLLECTOR.

La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à examiner l'intensité de rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. L'intensité détectée est en fonction de l'angle de déviation 2θ (deux-thêta), la courbe ainsi obtenue s'appelle un diffractogramme.

III.8.4 Préparation de l'échantillon

Après 28 jours de conservation des mortiers dans les acides, et après les essais mécaniques sur les éprouvettes, un petit morceau de mortier altéré a été pris, séché et broyé à une granulométrie de $63\mu\text{m}$, l'essai a été réalisé sur la poudre.

III.8.5 Résultats de DRX

III.8.5.1 DRX des mortiers conservés dans H₂SO₄

Les résultats de diffraction sur les mortiers témoin (CRS) et mortier avec 10% addition conservée dans H₂SO₄ pendant 28 jours, sont présentés dans les diffractogrammes représentés dans les figures ci-dessous, cette méthode offre une analyse qualitative.

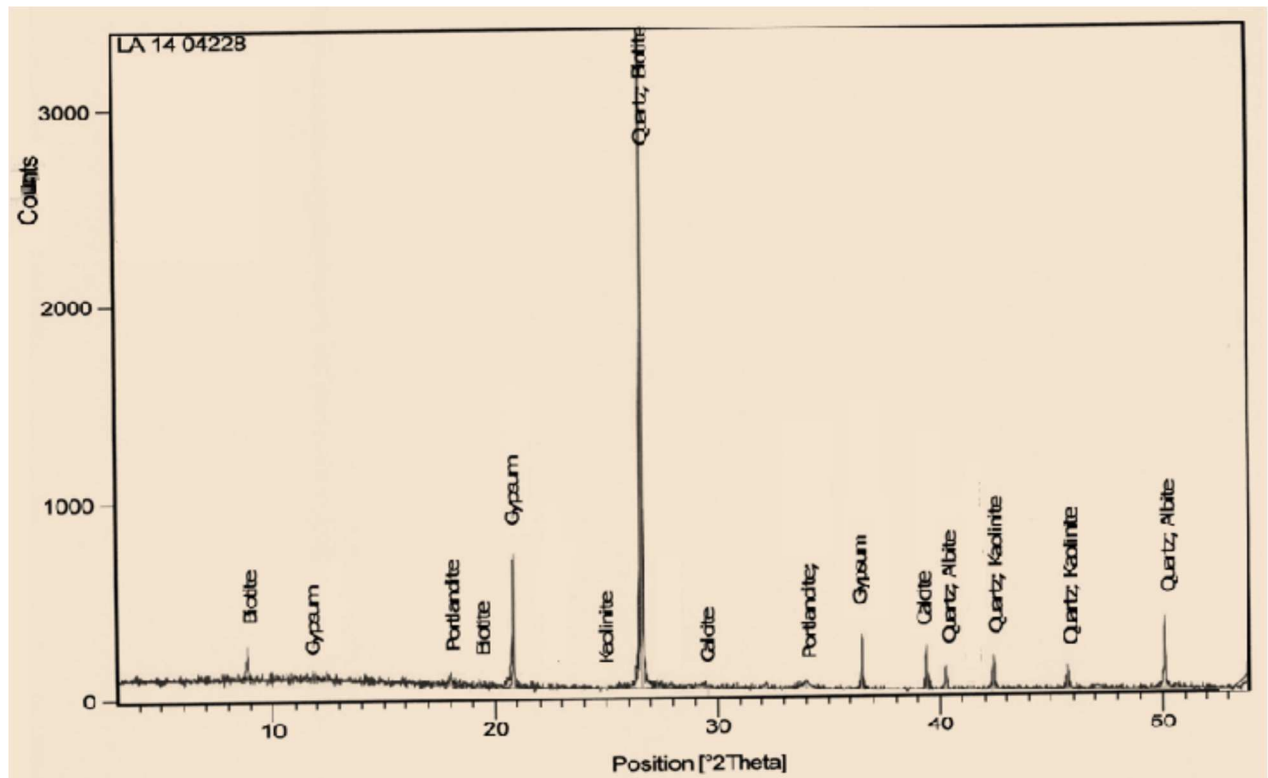


Figure III.17 DRX du mortier avec 10% laitier dans H₂SO₄.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

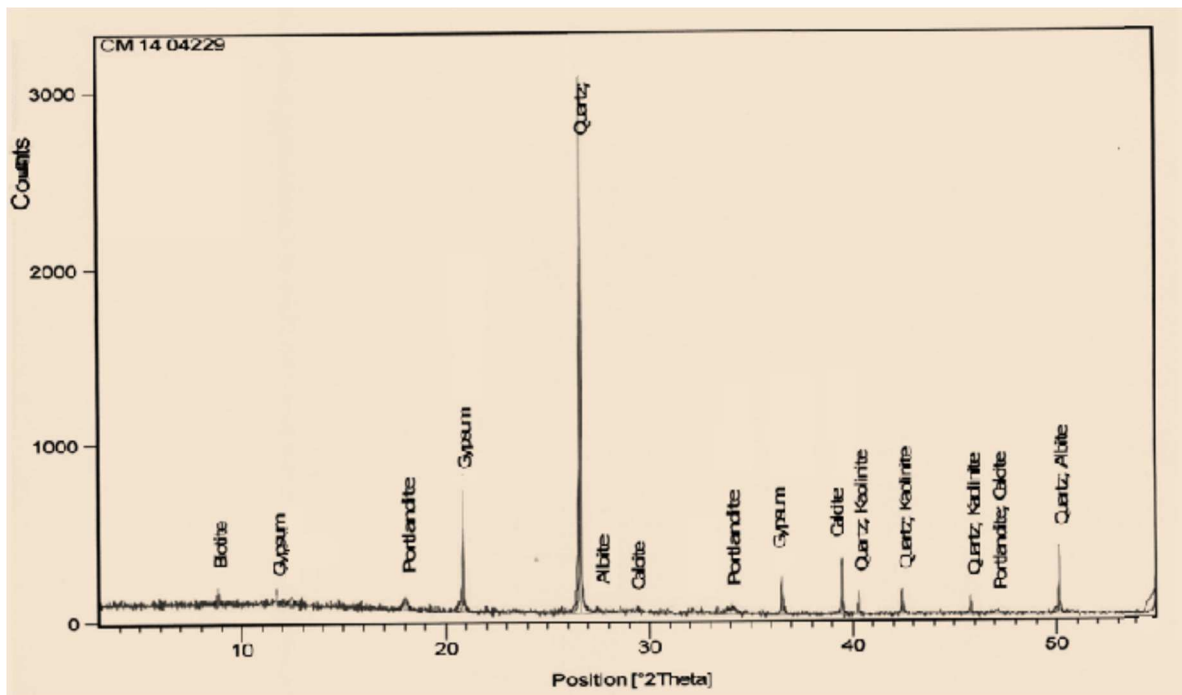


Figure III.18 DRX du mortier témoin dans H₂SO₄.

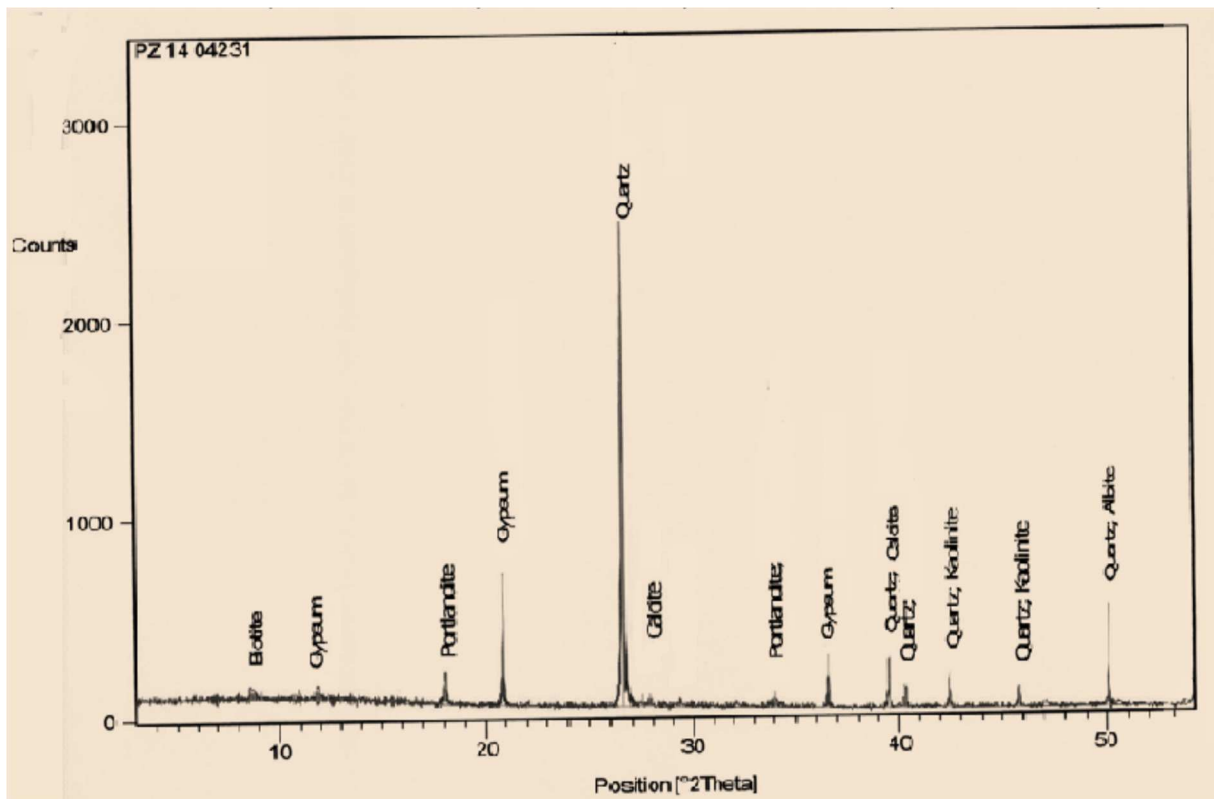


Figure III.19 DRX du mortier avec 10% pouzzolane H₂SO₄.

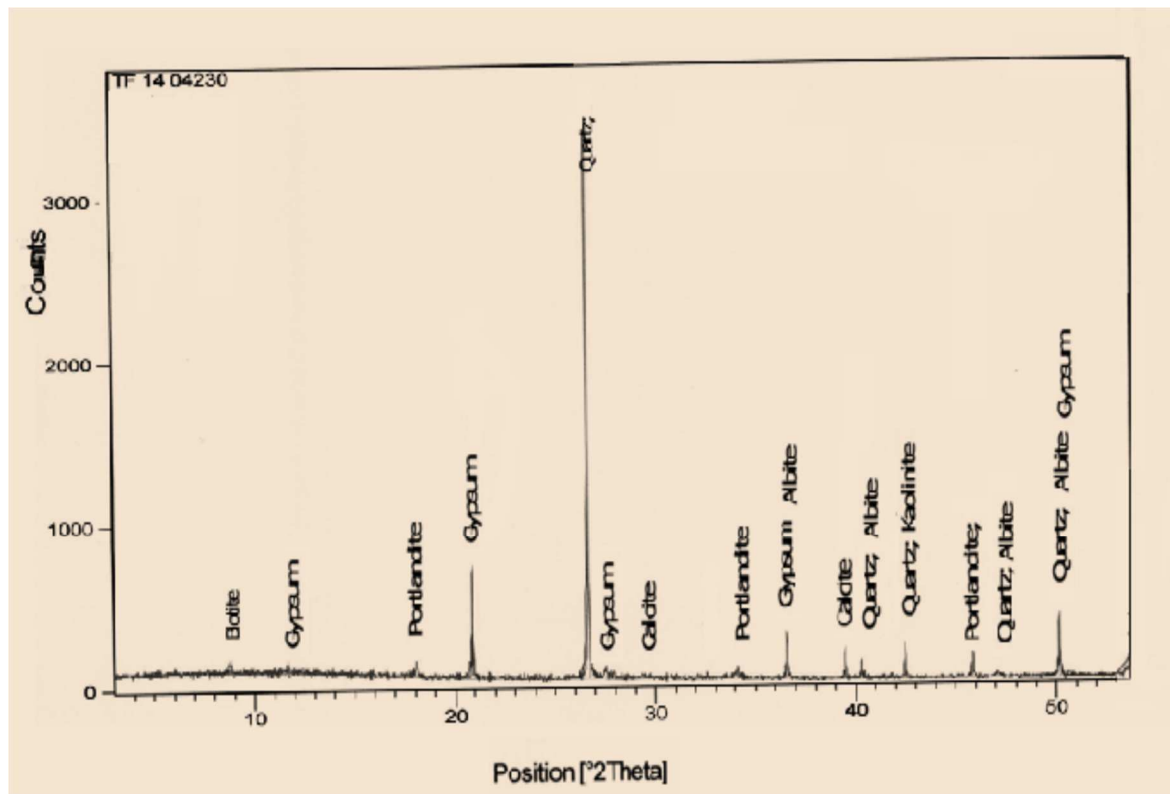


Figure III.20 : DRX du mortier avec 10% tuf dans H₂SO₄.

La diffraction de rayon X de ces échantillons (conservés dans H₂SO₄) présente une teneur importante et majoritaire en quartz pour tous les mortiers.

Les produits minéralogie d'hydratation ont été déterminés par DRX. La portlandite est apparue dans tous les spécimens de mortiers, ce qui était plus évident dans le mortier témoin que d'autres mortiers dans les deux acides.

Les diagrammes de XRD confirment l'apparition de gypse après l'attaque H₂SO₄.

III.8.5.2 DRX des mortiers conservés dans HCl

Les diffractogrammes des mortiers témoin et avec 10% d'addition conservés dans HCl pendant 28 jours, sont présentés dans les figures ci-dessous,

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

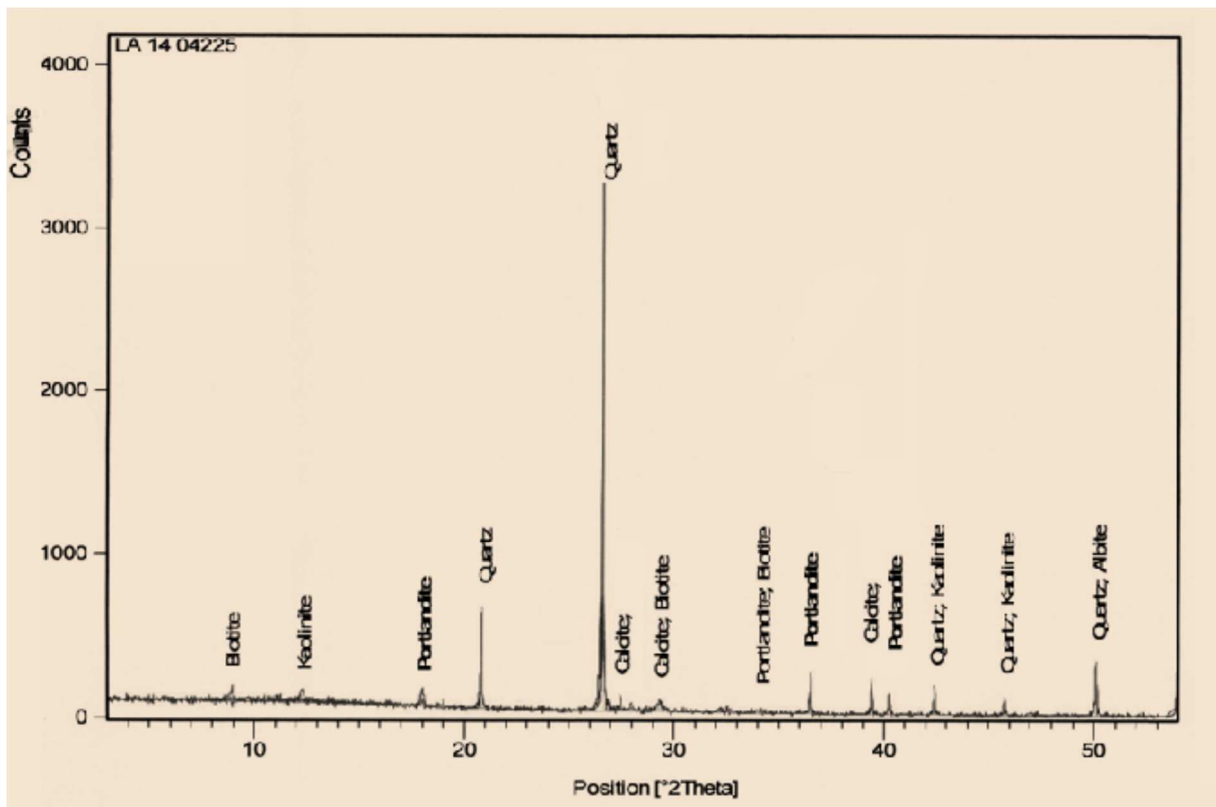


Figure III.21 : DRX du mortier avec 10% laitier dans HCl.

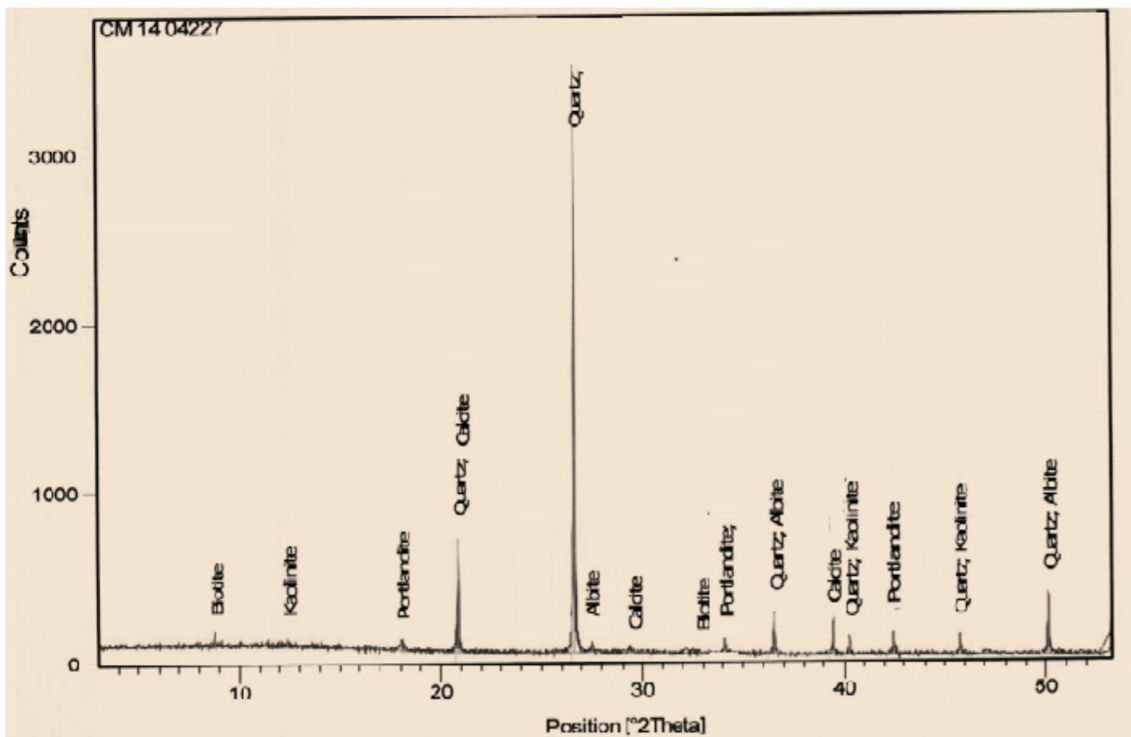


Figure III.22 : DRX du mortier témoin dans HCl.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

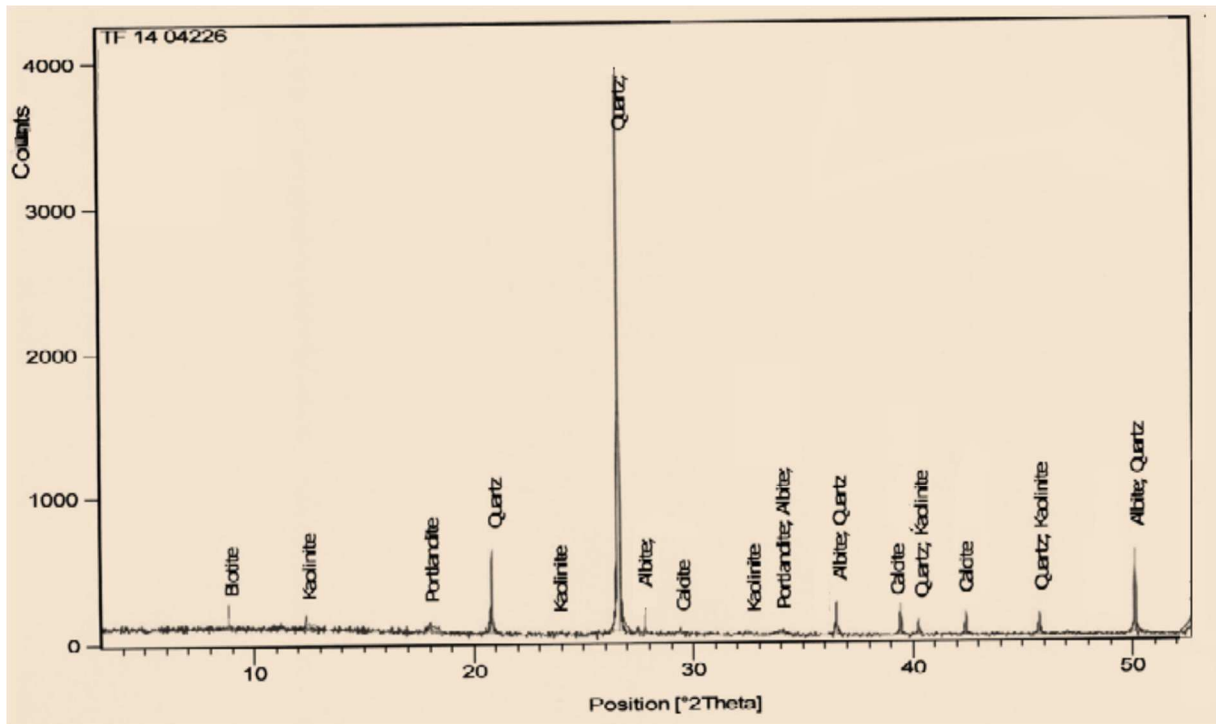


Figure III.23 : DRX du mortier avec 10% tuf conservé dans HCl.

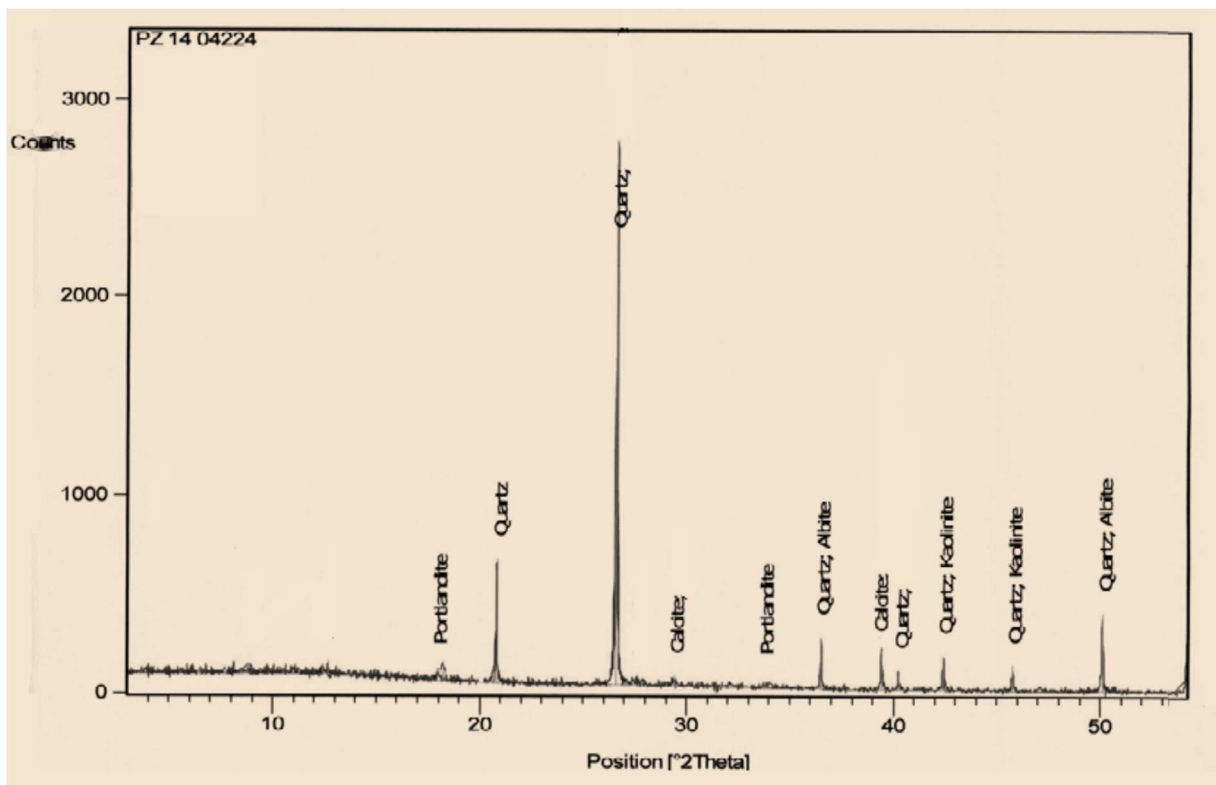


Figure III.24 : DRX du mortier avec 10% pouzzolane conservé dans HCl.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

Le quartz, qui représente le sable, se trouve dans tous les mortiers. Les diffractogrammes DRX présentent des pics différents de la portlandite.

Ahmet et Sukru. [56] ont déterminé que l'activité pouzzolanique augmente avec l'augmentation de la teneur en SiO_2 . Cependant, à partir des résultats de cette expérience, on a observé que le tuf avec la plus forte teneur en SiO_2 n'a pas augmenté l'activité pouzzolanique.

Il est connu que le composant SiO_2 peut exister sous la forme de deux minéraux cristallins et non cristallins. Il est bien connu que les non-cristallins minéraux (amorphes) comme les pouzzolanes ont une activité pouzzolanique élevée, et donc il doit être considéré que SiO_2 dans le tuf se trouve sous forme cristallin. Le minéral cristallin principal dans tous les pouzzolanes est l'albite [57].

A partir d'une comparaison des intensités des pics DRX, il semble que la proportion des phases cristallines dans le mortier avec le tuf est supérieure à celle des mortiers à la pouzzolane. Ces résultats peuvent confirmer les estimations précédentes. Les facteurs qui influent sur l'activité de la pouzzolane sont contenu SiO_2 et le degré d'amorphisme de sa structure.

III.8.6 Analyse de la microstructure par la spectroscopie infrarouge de Fourier

III.8.6.1 Introduction

L'utilisation de la transformée de Fourier dans la conception du détecteur, reste peu appliqué à la caractérisation de certains produits minéraux. Néanmoins, quelques études portant sur les identifications des minéraux et l'étude de leur structure ont été menées. Certains travaux de recherche décrivent l'utilisation de l'IRTF en mode transmission appliquée à l'analyse des ciments [54,58] et seul un travail assez complet, réalisé en mode réflexion diffuse dans le moyen infrarouge a pu analyser qualitativement et quantitativement les ciments. Actuellement, l'analyse par IRTF semble être utilisée pour suivre le comportement des ciments dans des conditions particulières [59].

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed InfraRed Spectroscopy) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau.

Les radiations infrarouges de fréquences (nombres d'ondes) comprises entre 4000 et 400 cm^{-1} sont absorbées par une molécule en tant qu'énergie de vibration moléculaire.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

Varian 640 IRTF disponible au niveau de laboratoire BIOGALENIC, Constantine a été utilisé pour effectuer l'analyse des échantillons par infrarouge.

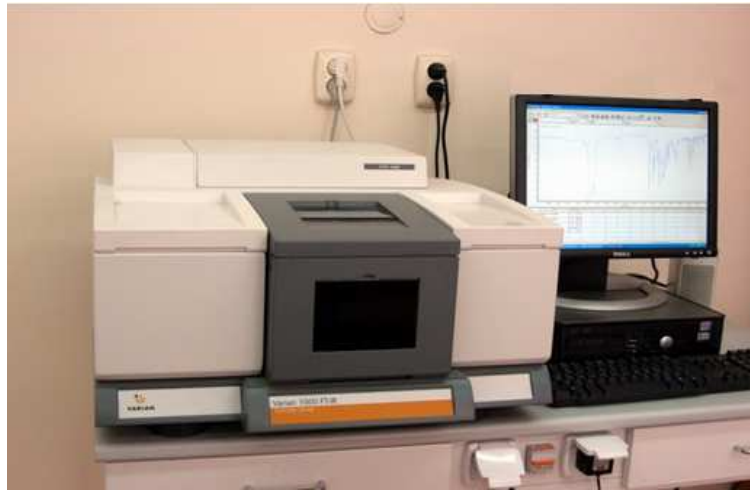


Figure III.25 : Varian 640 IR Fourier (Transform Infrared Spectroscopy) (FTIR).

III.8.6.2 Principales longueurs d'onde de vibration infrarouge des phases hydratées

Chaque bande d'absorption correspond à un mode de vibration d'une liaison chimique entre deux atomes, et si une liaison chimique est caractéristique d'un constituant, elle peut être considérée comme un traceur de celui-ci. Le Tableau 10 présente une synthèse des différentes phases hydratées rencontrées dans les mélanges analysés et les longueurs d'onde associées [60].

Tableau 11. : Principales longueurs d'onde de vibration infrarouge des phases hydratées [60].

Ettringite	Monosulfate	C-S-H	C ₃ AH ₆	C ₆ A ₂ F	AH ₃	C ₄ AH ₁₃	Bandes de l'eau	Ca (OH) ₂
412, 420 v ₂ SO ₄	420 v ₂ SO ₄	970 v ₃ SiO ₄	405	690	1020	425	3400-3600	3640 OH libre
550 AlO ₆	560 AlO ₆	1630 v ₂ H ₂ O	520	720		540, 590, 660, 720		
607,620 v ₄ SO ₄	600 v ₄ SO ₄	3450 v ₁ et v ₃ H ₂ O	805	775		815, 880, 950, 1070		
855, 875 Al-OH	850 Al-OH		1120, 1150	820-840		1660		
1120 v ₃ SO ₄	1100 - 1170 v ₃ SO ₄		3510			3375, 3550		
1640 - 1675 v ₂ H ₂ O	1660 v ₂ H ₂ O		3600, 3620			3635, 3685		
3420 v ₁ et v ₃ H ₂ O	3100 - 3500 v ₁ et v ₃ H ₂ O							
3635 v OH libre	3540 - 3675 v OH libre							

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

III.8.6.3 Préparation de l'échantillon

Après l'essai de compression la surface supérieure de mortier doit être réduite à un état de petites pierres avec un marteau, puis broyée à un état de poudre.

Les échantillons à analyser sont préparés sous forme des pastilles, voir Figure III.26. Il s'agit d'un mélange d'une petite quantité de poudre de mortier altéré (5 mg) préalablement broyée avec une masse de bromure de potassium (300 mg de KBR). Le bromure de potassium joue le rôle de support pour le matériau testé (poudre de mortier) : il est transparent sur la gamme des longueurs d'onde sur laquelle nous travaillons (450 à 4000 cm^{-1}). La pastille est ensuite placée sur le parcours du faisceau infrarouge.



Figure III.26 : Pastille utilisés pour l'essai IRTF.

III.8.6.4 Résultats de l' IRTF (méthode quantitative)

La spectroscopie infrarouge permet de détecter la vibration du moment dipolaire d'une liaison chimique. Les spectres IRTF ont été obtenus par l'exécution rapide de la technique et du prélèvement en quelques minutes.

III.8.6.4.1 Spectres des mortiers conservés dan H_2SO_4

Différents résultats de spectrométrie infrarouge des échantillons conservés dans H_2SO_4 sont présentés dans les spectres suivants :

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

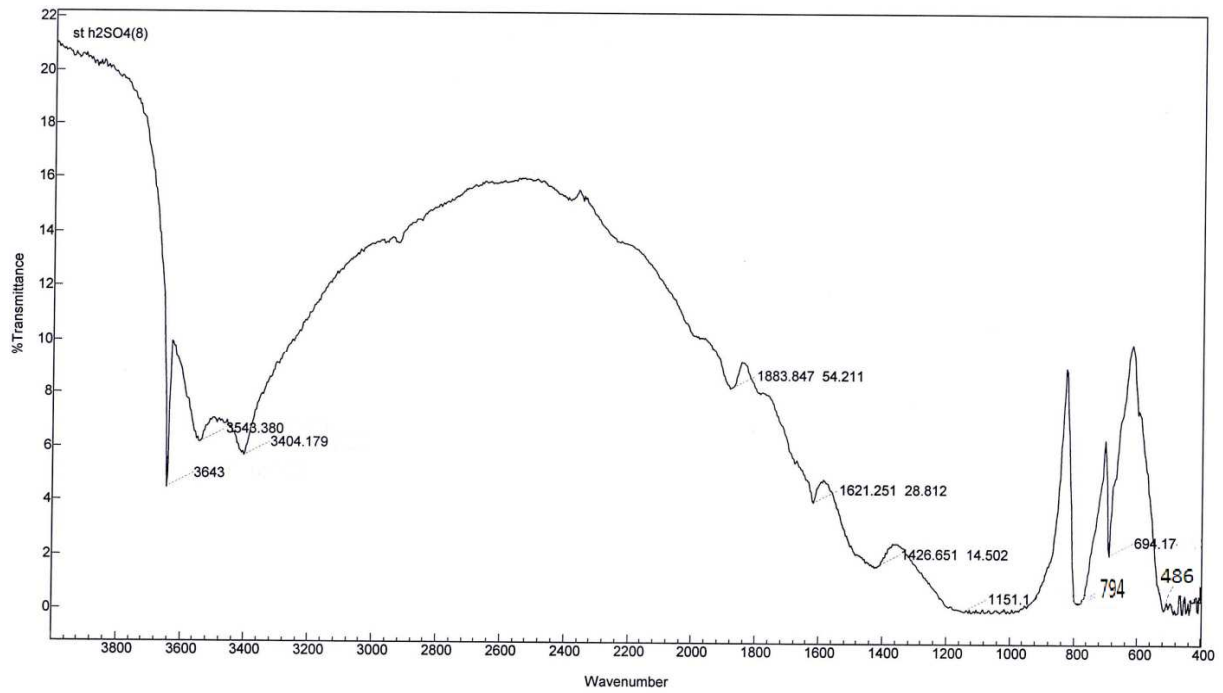


Figure III.27 : Spectre IRTF d'un mortier témoin exposé à 5% H2SO4.

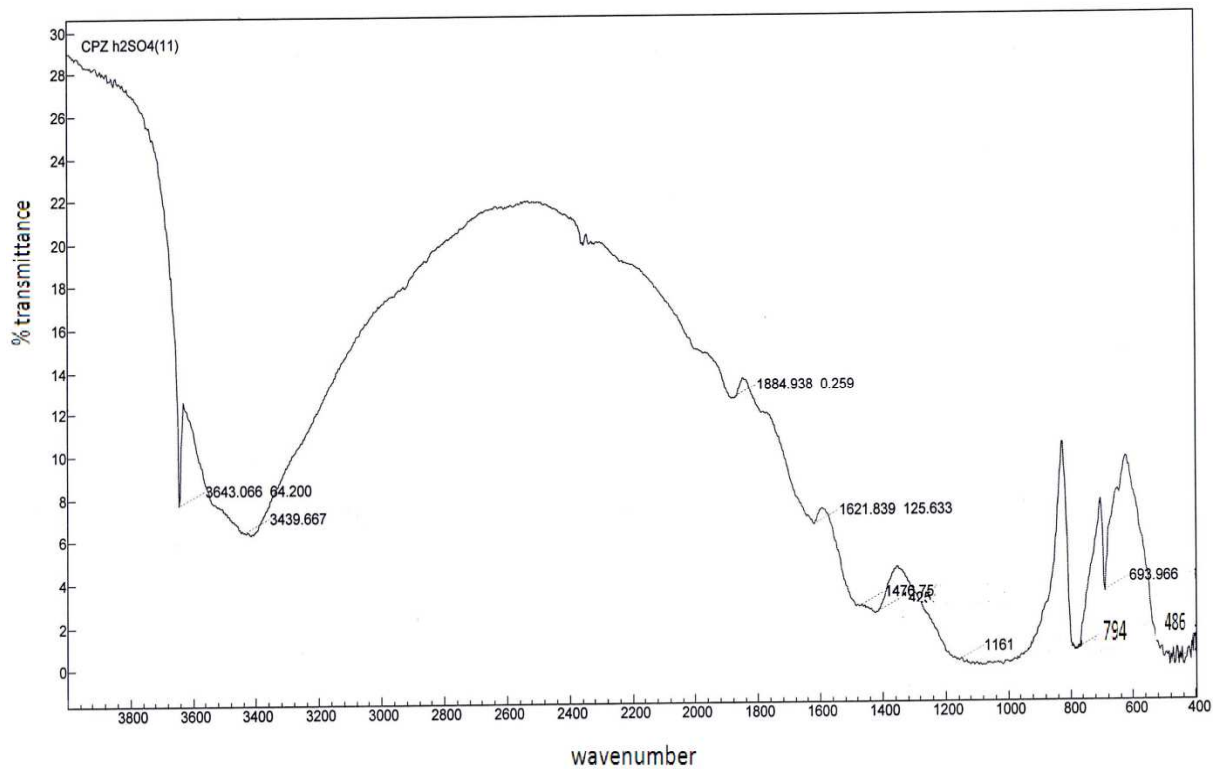


Figure III.28 : Spectre IRTF d'un mortier 10% pouzzolane exposé à 5% H2SO4.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

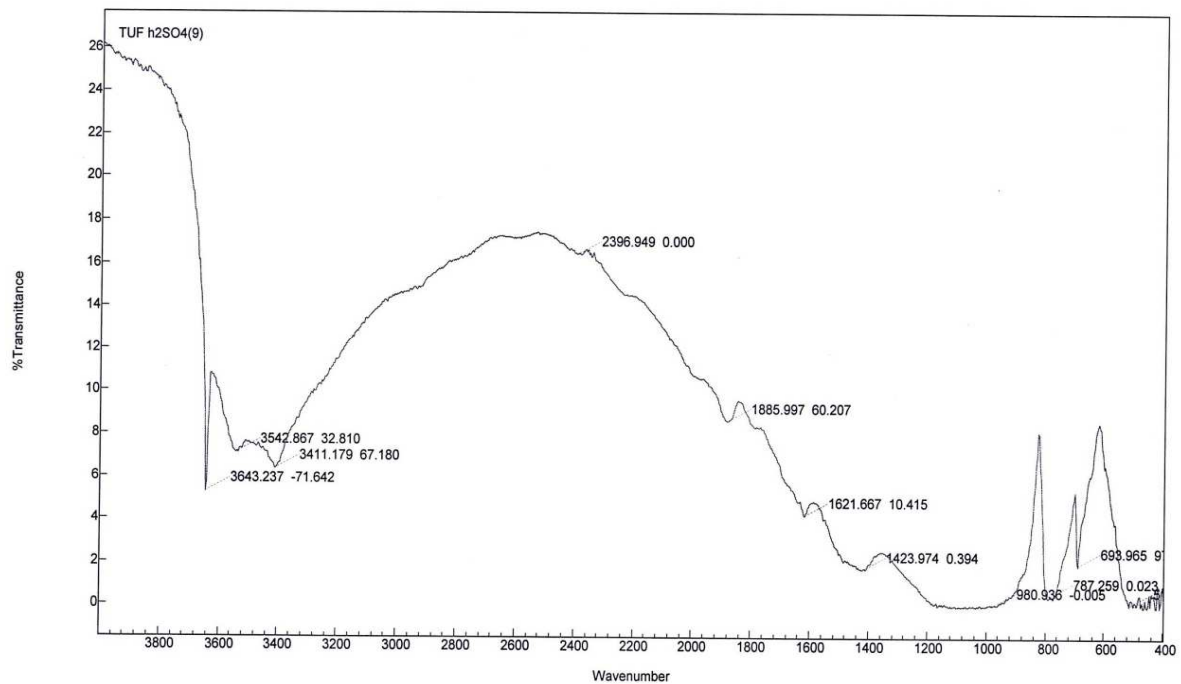


Figure III.29 : Spectre IRTF d'un mortier 10% tuf exposé à 5% H₂SO₄.

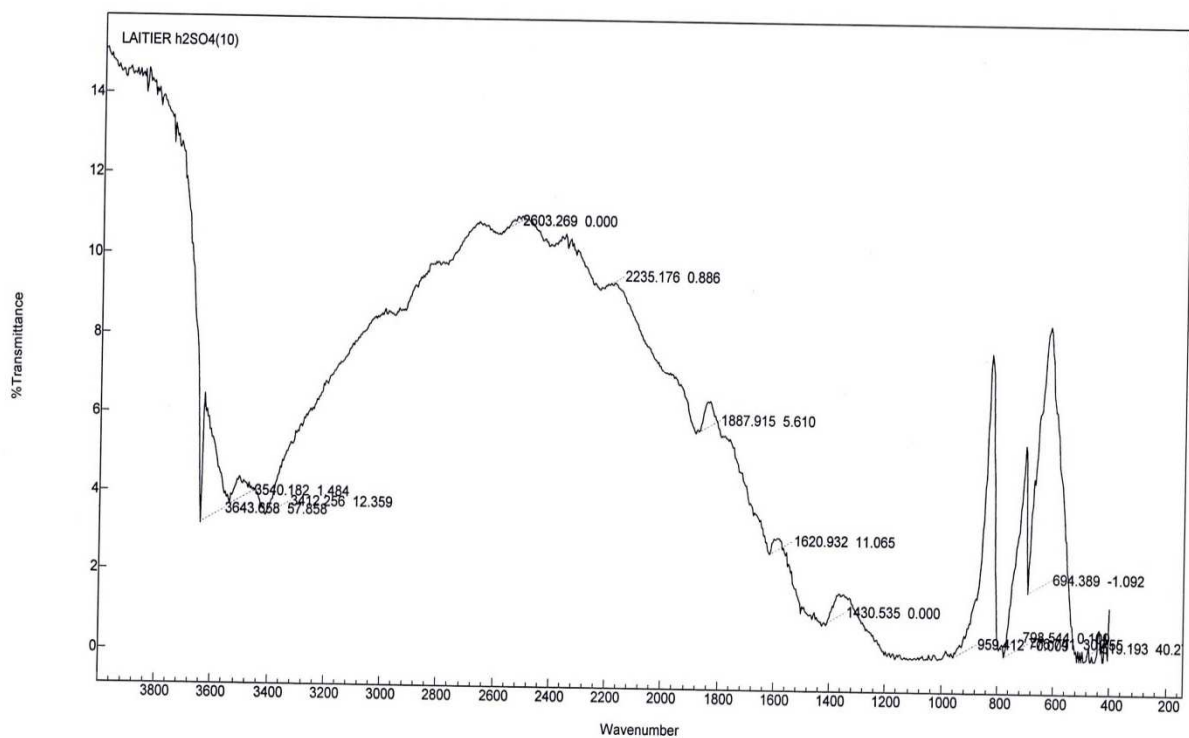


Figure III.30 : Spectre IRTF d'un mortier 10% laitier exposé à 5% H₂SO₄.

Les spectres TRTF des mortiers se distinguent par la présence des bandes caractéristiques des phases silicate (6939 et 6941 cm⁻¹).

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

Détection de la portlandite : une bande d'absorption (OH) de la portlandite vers 3643 cm^{-1} , dans tous les mortiers.

Détection de gypse : une bande d'absorption vers 3542 cm^{-1} (tuf), 3540 cm^{-1} (laitier), 3543 cm^{-1} (témoin). Correspondent respectivement aux modes de vibration de liaison H_2O dans le gypse, le mortier avec la pouzzolane ne présente pas cette bande d'absorption. Une autre bande d'absorption vers 3643 cm^{-1} qui correspond toujours au mode de vibration OH (libre) de gypse. Une bande d'absorption vers 1151 cm^{-1} dans le mortier témoin correspond à la liaison SO_4 dans le gypse. Le mortier avec la pouzzolane présente une seule bande d'absorption de gypse vers 3643 cm^{-1} .

Détection de gel C-S-H : une bande vers $998,3\text{ cm}^{-1}$ dans le mortier avec la pouzzolane 989 cm^{-1} dans le mortier témoin et une bande de 959 cm^{-1} et 980 cm^{-1} dans les mortiers avec laitier et tuf respectivement, correspondent aux élongations de liaison SiO_4 dans le C-S-H.

III.8.6.4.2 Spectres des mortiers conservés dans HCl

Les spectres des échantillons conservés dans HCl sont présentés ci-dessous :

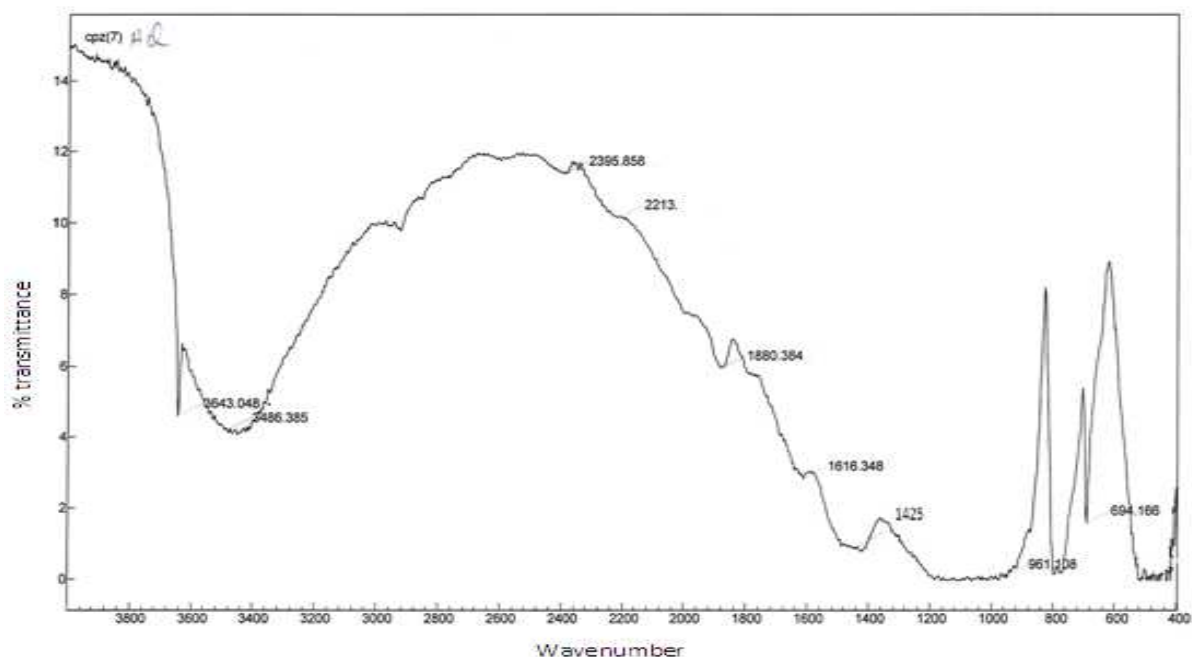
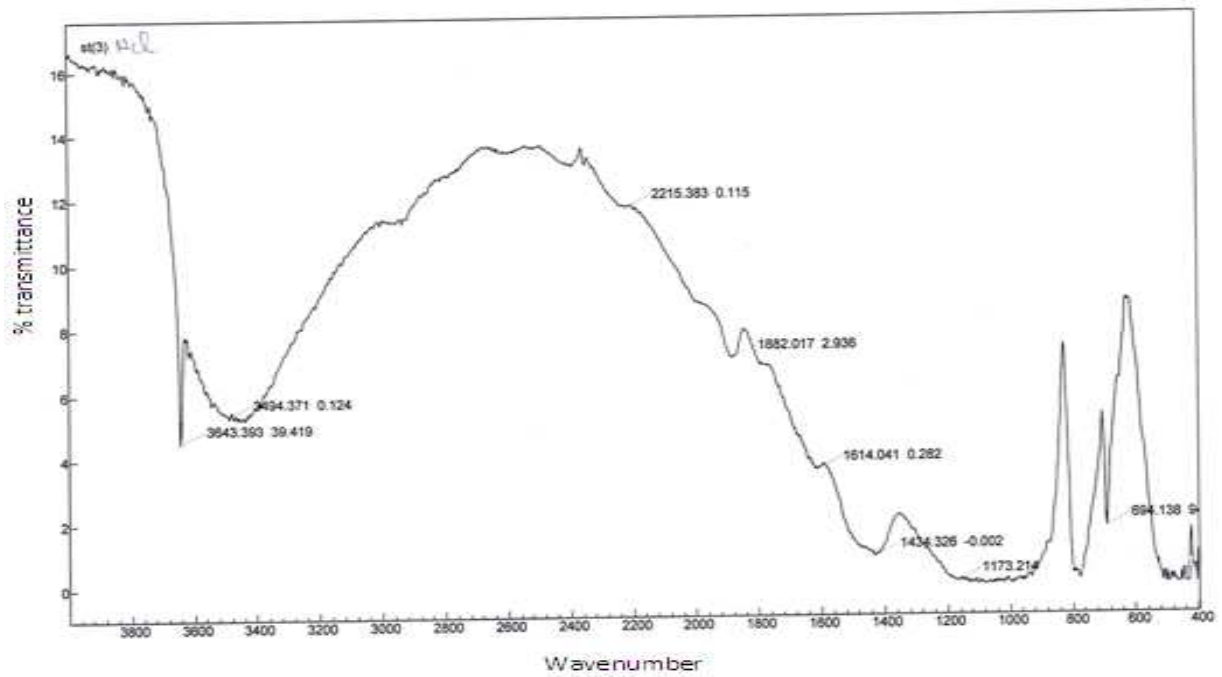
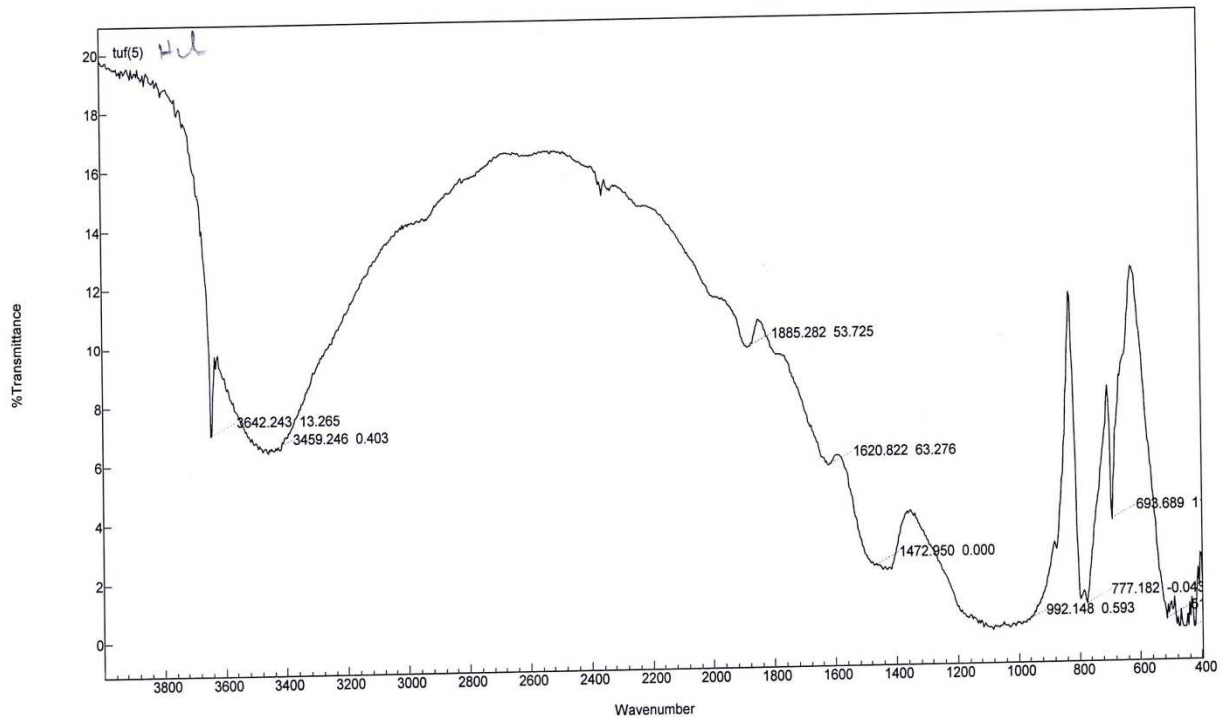


Figure III.31 : Spectre IRTF d'un mortier avec 10% pouzzolane conservé dans 5% HCl.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide



Varian Resolutions Pro



Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

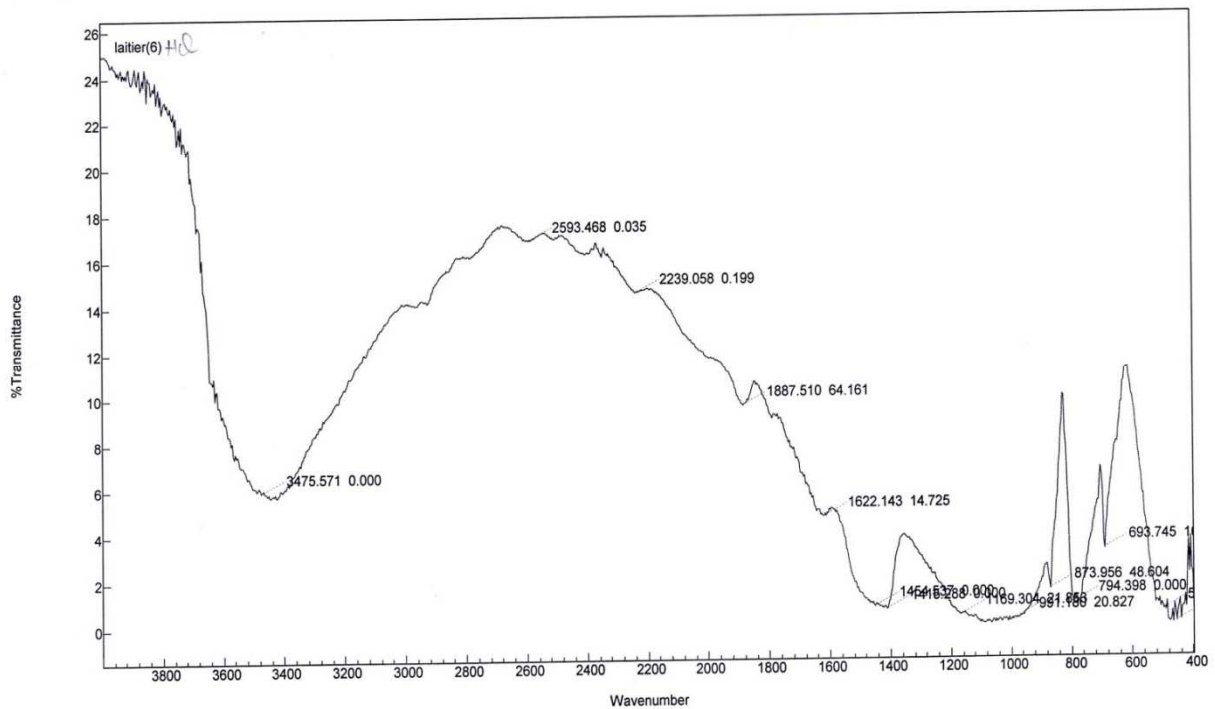


Figure III.34: Spectre IRTF d'un mortier avec 10% laitier conservé dans 5% HCl.

La comparaison entre rayonnement incident et transmis à travers l'échantillon suffit alors à déterminer les principales fonctions chimiques présentes dans l'échantillon.

Détection de SiO_2 : se distinguent par la présence des bandes caractéristiques des phases silicate (693 et 694 cm^{-1}) qui présentés dans le quartz dans le sable.

Détection de CaCO_3 : la détection d'une bande d'absorption vers 1425 et 1476 cm^{-1} correspond au mode de vibration de CO_3 qui confirme la présence de $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ [69]. Le mortier avec laitier et tuf présente des bandes larges par rapport aux mortiers de pouzzolane et témoin.

Détection de la portlandite : une bande d'absorption (OH) de la portlandite vers 3643 cm^{-1} , dans tous les mortiers.

Détection de gel C-S-H : une bande vers 3450 cm^{-1} correspond au mode de vibration H_2O dans le C-S-H. Une bande vers 992 cm^{-1} dans le mortier avec la pouzzolane, et 961 cm^{-1} dans le mortier tuf et une bande de 960 cm^{-1} et 980 cm^{-1} dans les mortiers témoin et mortiers avec laitier respectivement, correspondent aux elongations de liaison SiO_4 dans le C-S-H.

Chapitre III : Effet des additions sur la durabilité des mortiers à base d'un CRS dans un milieu acide

III.7. Conclusion

Cette campagne d'essais a permis de constater que la dégradation chimique de mortier fait diminuer non seulement la résistance à la compression du mortier dégradé mais fait aussi changer son comportement.

L'influence des additions minérales (laitier de haut fourneau, le tuf naturel et la pouzzolane naturelle) sur le comportement de mortier traité par les acides a été étudié et discuté. On remarque que l'incorporation de la pouzzolane naturelle au CRS contribue d'une façon positive à la résistance mécanique et chimique des mortiers aux milieux agressifs, mais sa teneur doit être limitée par 10%.

L' HCl et H₂SO₄ sont des environnements très nocifs pour le ciment, conduisant à une baisse de la résistance à la compression, une perte de poids, et une déformation des composants. Pour une même concentration (5%) de l'acide, le degré d'attaque a tendance à être plus sévères dans l'acide sulfurique que dans de l'acide chlorhydrique.

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

IV.1 introduction

Les facteurs qui affectent la sensibilité du béton aux dégâts comprennent la composition chimique de ses composants et les facteurs physiques tels que la porosité, la densité et la perméabilité aux agents corrosifs. Cependant, le dommage maximum du béton est signalé à être provoquée par le sel d'ammonium. Le nitrate d'ammonium provoque une dissolution à base de matériaux cimentaire grâce à la réaction entre le nitrate d'ammonium et l'hydroxyde de calcium dans la pâte de ciment.

La lixiviation par l'eau d'une éprouvette de pâte de ciment est un processus de dégradation très lent [61]. Il a été montré que pour un béton ayant un rapport E /C de 0.4 une dégradation sur une profondeur de 4 cm nécessiterait une durée de lixiviation de l'ordre de 300 ans. Il est alors nécessaire, pour des expérimentations en laboratoire, de s'adresser à des techniques permettant d'accélérer ce phénomène. Parmi les méthodes utilisées, on peut indiquer l'augmentation de la température, l'application d'un champ électrique [62], et l'immersion des éprouvettes de pâte ciment dans une solution de nitrate d'ammonium.

Nous avons choisi cette méthode (méthode d'immersion), car elle provoque une dégradation similaire à ce que l'on constate dans le cas de l'eau, mais avec un temps caractéristique bien plus court.

Des essais mécaniques (compression et flexion) sont réalisés sur des échantillons de mortier constitués de trois additions substituées dans le ciment. Les fronts de lixiviation du mortier sont caractérisés à différents temps en utilisant la phénolphtaléine comme traceur. Une étude DRX est réalisée pour comprendre la modification de la microstructure.

IV.2 Résultats de quelques Travaux

Plusieurs études ont été intéressées par l'utilisation des additions minérale pour améliorer les performances du ciment dans les environnements agressifs. Les chercheurs dans les références [22,62] montrent que l'utilisation de la fumée de silice comme addition minéral

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

augmente la résistance chimique des matériaux à base de ciment dans un milieu de nitrate d'ammonium. Certains chercheurs [63] montrent que laitier de haut fourneau, les cendres volantes et les fumées de silice ont un effet négatif sur le comportement de ciments vis-à-vis le nitrate d'ammonium, tandis que d'autres affirment qu'ils sont efficaces.

Schneider [64] dans son travail a étudié le comportement des éprouvettes en béton immergés dans une solution chimique de nitrate d'ammonium avec un taux de concentration qui varie de 10%, 5%, 1% et 0.1%, et qui soumis à différentes charges de flexion avec des niveaux de charge de 30%, de 40% et de 50% de leurs forces initiales de flexure. Les principales conclusions tirées dans cette recherche sont présentées ci-après.

Une concentration plus élevée des solutions a mené à une pénétration plus profonde des ions agressifs après une certaine période d'immersion. Les profondeurs de pénétration dépendent aussi bien des forces initiales des spécimens. La relation entre la profondeur de pénétration et le temps d'immersion peut être décrite par une loi simple de racine.

IV.3 formulation des mortiers

Le mortier témoin, confectionné selon la norme NF EN 196-1. (Chapitres II et III). Les mortiers avec additions sont obtenus dans les mêmes conditions en remplaçant une fraction massique de ciment par l'addition minérale (laitier de haut fourneau, le tuf naturel et la pouzzolane naturelle), les quantités de sable, d'eau restant inchangées. Les taux de substitution des additions sont : 0, 5, 10, 15, 20 %. (Chapitres 3 et 4)

IV.4 Effet des additions sur la résistance mécanique des mortiers traités par le nitrate d'ammonium

La détermination de la résistance à la compression et à la flexion du mortier a été effectuée selon la norme NF EN 196-1. Les résultats de la flexion obtenus à différentes échéances représentent la moyenne de trois éprouvettes.

Les mesures se font sur des éprouvettes de mortier normal 4x4x16 cm démoulées à 24 h, conservées dans une chambre humide (95% HR) à une température de $20^{\circ}\text{C} \pm 2$ jusqu'à l'âge de 28 jours. Ensuite les échantillons sont introduits dans une solution de nitrate d'ammonium concentrée à 5%. Chaque trois jours, les éprouvettes doivent être renversés pour assurer le contact mortier - solution, de tous les surfaces de l'éprouvette. Les bassins de solutions de

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

nitrate d'ammonium étaient couverts par des couvercles en plastique pour empêcher l'évaporation du gaz d'ammoniac produit par la réaction de nitrate d'ammonium et ciment hydraté.

Une partie des éprouvettes ont été conservées dans l'eau potable pour déterminer l'évolution de la résistance mécanique dans l'eau.



Figure IV.1 : Conservation des mortiers.

Les essais mécaniques normalisés ont été réalisés aux échéances de 28, 90 et 180 jours de façon à observer l'évolution progressive des performances mécaniques. Les solutions ont été changées tous les 28 jours. Dès que la période d'immersion proposée a été atteinte, les échantillons ont été transférés dans un réservoir d'eau distillée pendant au minimum 24h pour les rincer. Chaque éprouvette donne un résultat de flexion et deux de compression. Chaque résistance à la compression correspond à la moyenne de six mesures.

IV.4.1 Evolution de la résistance mécanique des mortiers non traités

Les résultats de l'évolution des résistances mécaniques des éprouvettes de mortier conservées dans l'eau pendant 56, 118 et 270 jours sont présentés dans les figures IV.2 et IV.3.

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

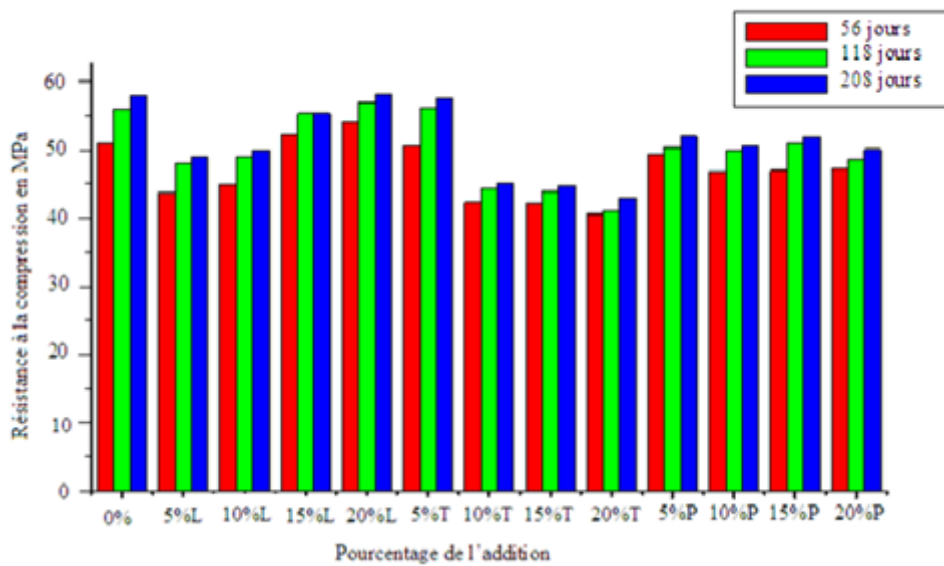


Figure IV.2 : Résistance à la compression des mortiers conservés dans l'eau à l'âge de 56, 118 et 208 jours.

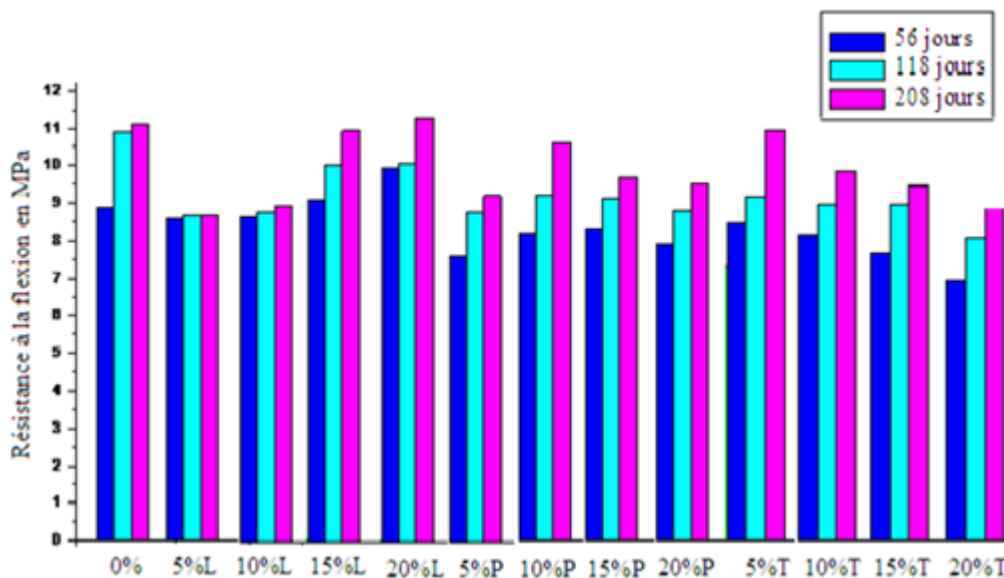


Figure IV.3 : Résistance à la flexion des mortiers conservés dans l'eau à l'âge de 56, 118 et 208 jours.

Pour toutes les compositions de mortier, on peut voir que la résistance à la compression et à la flexion en fonction de l'âge de 56, 118 et 270 jours ont continué à augmenter. Le résultat confirme la poursuite du phénomène de l'hydratation du ciment (voir Chapitre 2).

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

IV.4.2 Résistance mécanique des mortiers traités par le nitrate d'ammonium

Après 28, 90 et 180 jours de traitement par le nitrate d'ammonium (conservation dans le nitrate d'ammonium) les échantillons sont pris pour les essais mécaniques, Les six morceaux d'éprouvettes obtenus après rupture en flexion sont alors soumis à un essai de compression les résultats de l'essai de compression et de flexions sont présentés dans les figures suivantes :

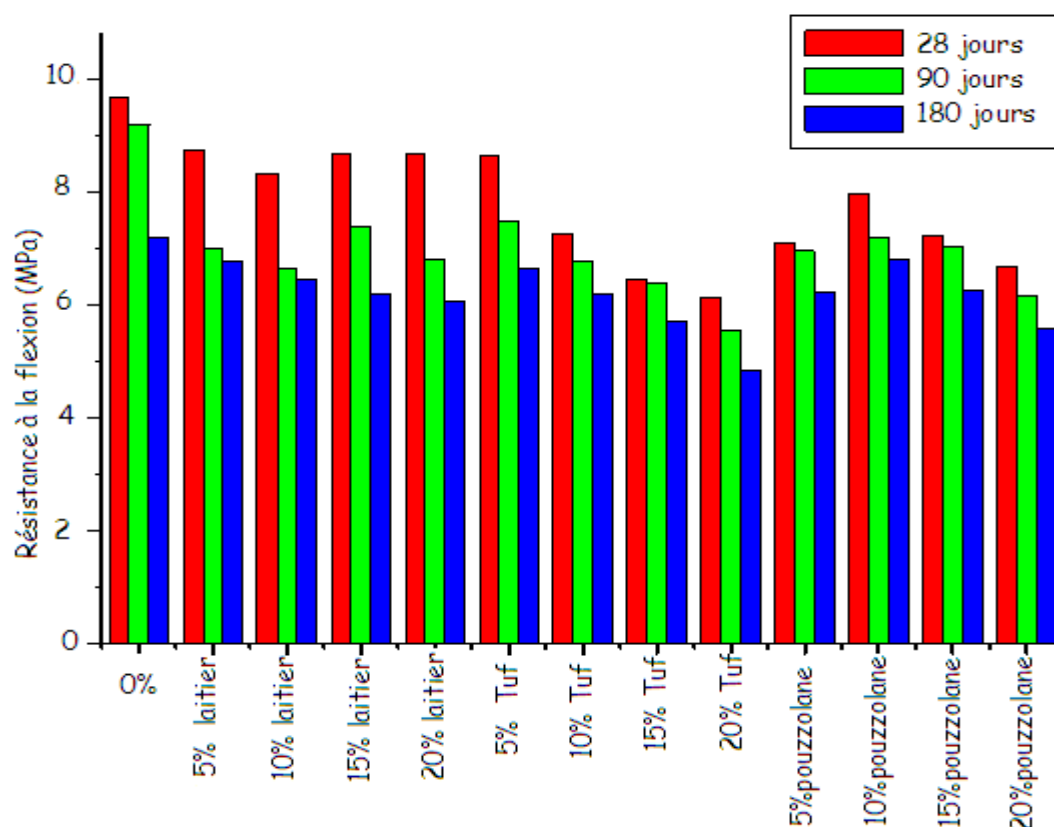


Figure IV.4 : Résistance à la flexion des mortiers conservés dans une solution de nitrate d'ammonium à l'âge de 28,90 et 180 jours (cure de 28 jours).

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

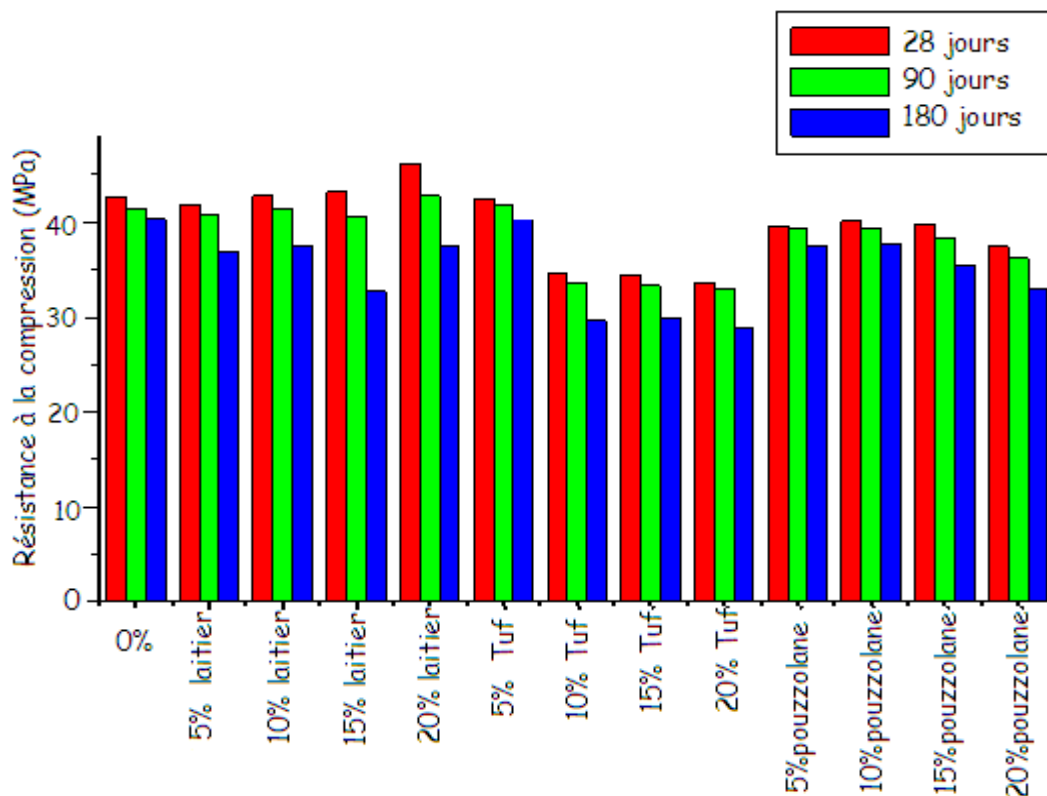


Figure IV.5 : Résistance à la compression des mortiers conservés dans une solution de nitrate d'ammonium à l'âge de 28,90 et 180 jours (cure de 28 jours).

La résistance de compression a diminué lorsque l'échantillon a été traité par une solution de nitrate d'ammonium. On peut observer que, à 28 jours de traitement par le nitrate d'ammonium, la résistance à la compression des échantillons n'a pas diminué. Le mortier témoin perd environ 1MPa à 90 jours et 2.4 MPa à 180 jours.

On a également observé que le tuf et la pouzzolane dans le mortier en pourcentage différent influent négativement sur la résistance à la compression des mortiers. Pour bien comprendre l'influence des trois additions sur la résistance mécanique, il est nécessaire de calculer la perte de résistance de chaque mortier.

IV.5 Perte de résistance mécanique

La perte de la résistance mécanique des mortiers testés sont calculées par la formule suivante :

Perte de la résistance : P%

$$P\% = \left[\frac{R_{C28} - R_C}{R_{C28}} \right] \times 100 \text{ ----- (4.1)}$$

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

Avec

R_{C28} La résistance à la compression de mortier après 28 jours de cure dans une chambre humide (95% HR) à une température de $20^{\circ}\text{C} \pm 2$ (cette résistance a été utilisée comme une référence).

R_C La résistance à la compression de mortiers immergés dans le nitrate d'ammonium.

Les pertes de la résistance à la compression des différents mortiers traités par la solution de nitrate d'ammonium après 28, 90 et 180 jours de traitement sont présentées dans les figures suivantes :

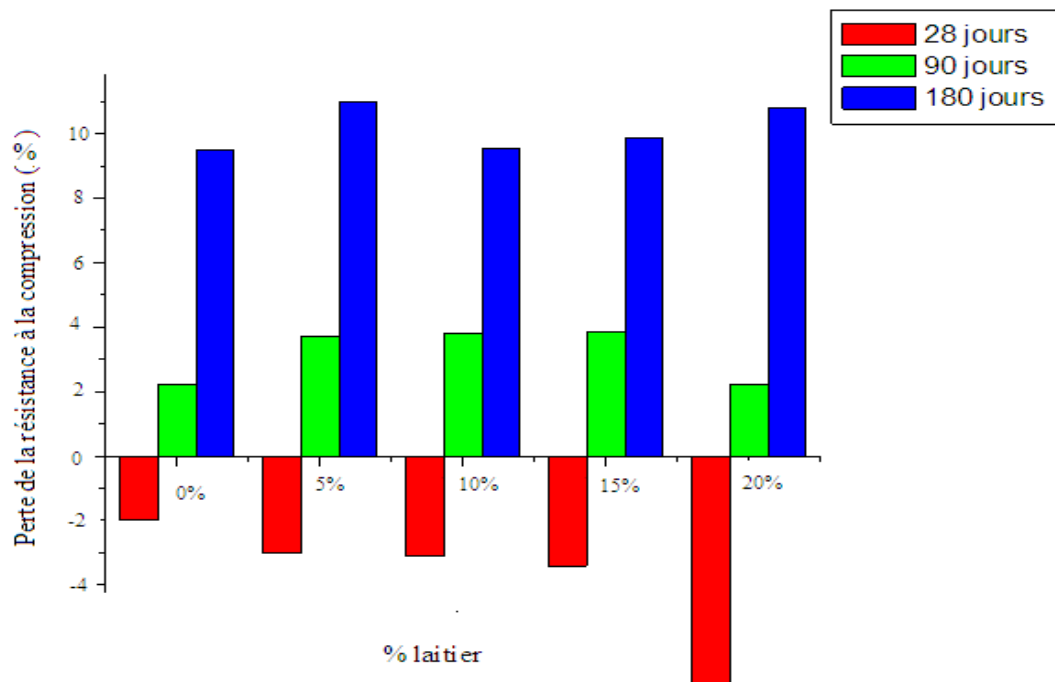


Figure IV.6 : Perte de résistance à la compression des mortiers avec laitier après 28, 90, 180 jours d'immersion dans le nitrate d'ammonium.

Après 28 jours d'immersion, aucun mortier ne subit une chute dans la résistance à la compression, on peut expliquer cette augmentation par la continuation de durcissement de ciment dans la solution de nitrate d'ammonium, mais on ne peut pas dire que les mortiers ne sont pas affectés encore par les nitrates d'ammonium. La perte de la résistance augmente avec le temps, le mortier témoin et les mortiers avec 10 et 15% laitier présentent une perte de résistance similaire.

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

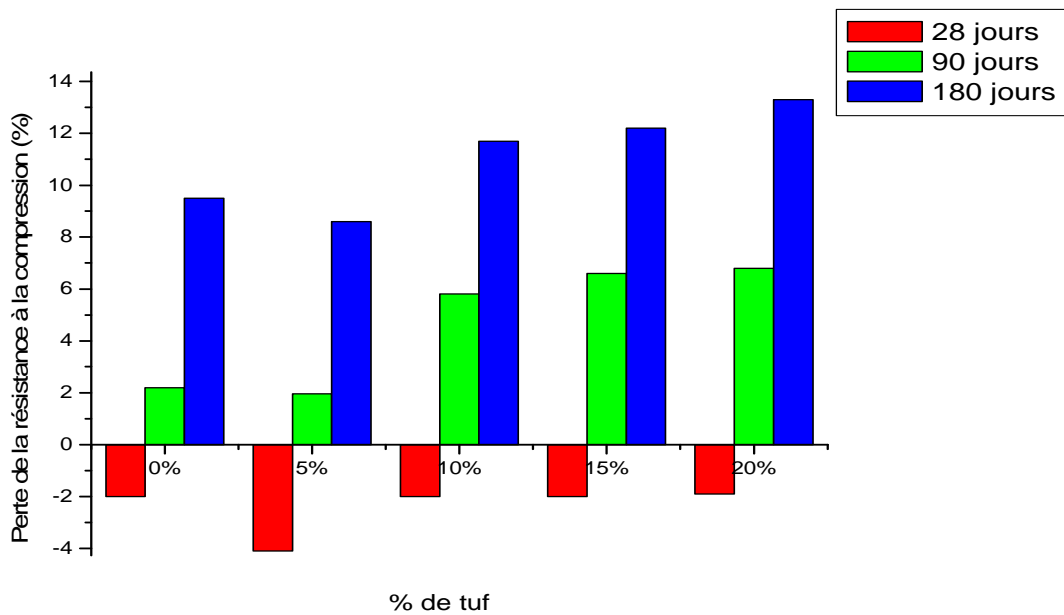


Figure IV.7 : Perte de la résistance à la compression des mortiers avec tuf après 28, 90, 180 jours d'immersion dans le nitrate d'ammonium.

Après l'immersion des éprouvettes, la résistance des mortiers continue à augmenter jusqu'à l'âge de 90 jours, quand on observe une chute dans la résistance, (semblable au mortier avec laitier), la perte de la résistance augmente avec l'augmentation du pourcentage de tuf. La perte de la résistance pour le mortier avec 5% tuf est plus faible par rapport au mortier témoin. La perte de mortier avec 20% tuf est large, atteint à 13.4% à 180 jours.

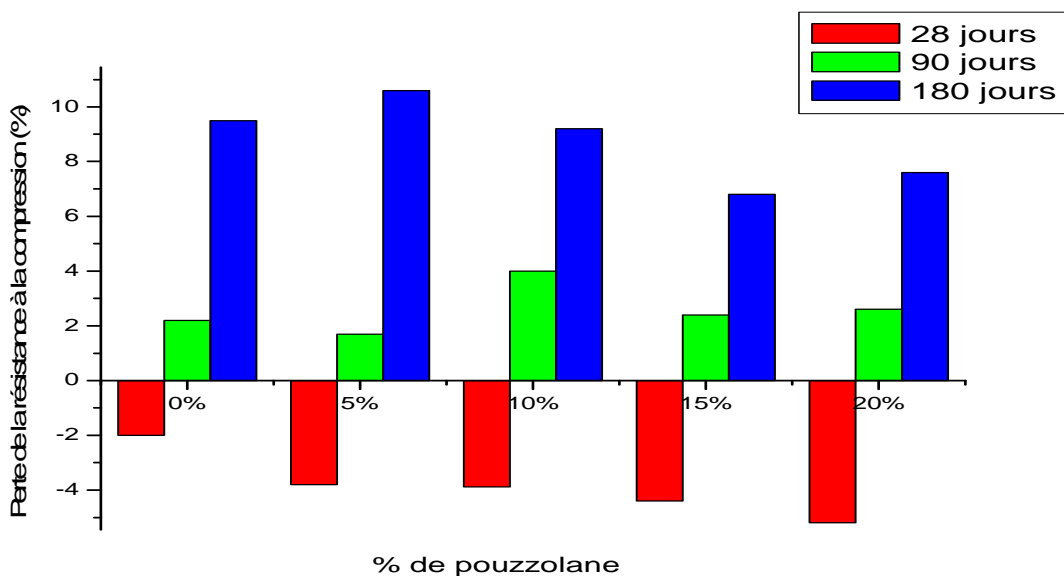


Figure IV.8 Perte de la résistance à la compression des mortiers avec la puzzolane après 28, 90, 180 jours d'immersion dans le nitrate d'ammonium.

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

La perte de résistance à la compression des mortiers avec la pouzzolane augmente avec le temps d'immersion. La perte de résistance est faible dans le mortier avec 15% de la pouzzolane à 180 jours ce mortier perte 6,8%.

Basé sur les recherches de Carde et François [43], la perte de résistance est essentiellement due à l'élimination du l'hydroxyde de calcium pendant le processus de lixiviation par la solution de nitrate d'ammonium, L'hydroxyde de calcium réagit avec le nitrate d'ammonium produisant du nitrate de calcium et de l'ammoniac qui dissout facilement dans l'eau cependant l'hydroxyde de calcium produit des vides ou des pores dans le mortier. Ces vides réduit la résistance du mortier.

La lixiviation a pour conséquence de diminuer la résistance mécanique, ce phénomène se manifeste d'abord et avant tout par la dissolution de la portlandite [13]. Beaucoup moins solubles que la portlandite, les C-S-H se dégraderont uniquement lorsqu'il n'y aura plus assez de Ca^{+2} ou de OH^- pour équilibrer la solution interstitielle des pores.

D'après les auteurs de la référence [23] la concentration des solutions de nitrate d'ammonium et le temps d'exposition augmente la perte de résistance à la compression de manière significative. L'augmentation de la résistance mécanique après 28 jours de traitement par le nitrate d'ammonium explique que, le phénomène de lixiviation était très faible dans les premières semaines à cause de la faible concentration de nitrate d'ammonium, le C-S-H qui augmente la résistance mécanique n'est pas commencé à dégrader, et la poursuite de la réaction pouzzolanique qui conduit à la consommation de l'hydroxyde de calcium et produit le C-S-H.

IV.6 Observation visuelle de dégradation des mortiers traités par le nitrate d'ammonium

Parmi les différentes méthodes d'analyse utilisées sont tout d'abord l'observation Visuelle. Chaque 28 jours d'immersion (changement de la solution), les éprouvettes de mortiers ont été prises pour une observation visuelle. Figure IV.9 présente une éprouvette de mortier conservé dans une solution de nitrate d'ammonium.



Figure IV.9 : Etat des éprouvettes de mortier après 180 jours de conservation dans une solution de 5% de nitrate d'ammonium.

A 28 et 90 jours, nous ne voyons pas de dégradation sur les éprouvettes de mortier. Nous pouvons observer la dégradation du mortier après six mois d'immersion dans 5% de solution de nitrate d'ammonium, la couche de surface de l'échantillon a été dégradé, on observe des fissures longitudinales sur la longueur de l'éprouvette figure IV.9.

IV.7 Profondeur de dégradation

La résistance au lessivage des nitrates dans les mortiers et bétons est l'une des questions les plus importantes sur la durabilité des structures en béton. La durabilité du béton soumis à des environnements agressifs est affectée par les propriétés de transport, qui sont influencés par le système de pores [65]. La profondeur de la dégradation est définie par plusieurs auteurs [67].

La lixiviation du nitrate d'ammonium augmente avec la dissolution des hydrates [19]. L.L. Wong et al. a noté que la profondeur de la dégradation augmente avec le temps d'immersion [66,67]. Une concentration plus élevée des solutions a mené à une pénétration plus profonde des ions agressifs après une certaine période d'immersion. Les profondeurs de pénétration dépendent aussi bien des forces initiales des spécimens.

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

Nous avons suivi l'évolution de la profondeur de la dégradation à 28 et 90 et 180 jours. Les solutions ont été changées tous les 28 jours. Phénolphaléine (indicateur de couleur) a été pulvérisée sur la section de spécimens, l'indicateur de couleur doit avoir sa zone de changement de vitesse à un pH supérieur à 7. La profondeur de dégradation est définie comme la distance de la couleur avant à la surface externe de l'éprouvette, une règle de coulisse est utilisée pour mesurer la profondeur de la dégradation. Les procédures sont désignées par Nguyen et al. , Wong et al [67,68].

La profondeur de dégradation de mortier témoin et un mortier à base de laitier sont montrée dans les figures IV.10 et figure IV.11.



Figure IV.10: Profondeur de dégradation de mortier témoin après 90 jours d'immersion dans une solution 5% de nitrate d'ammonium.

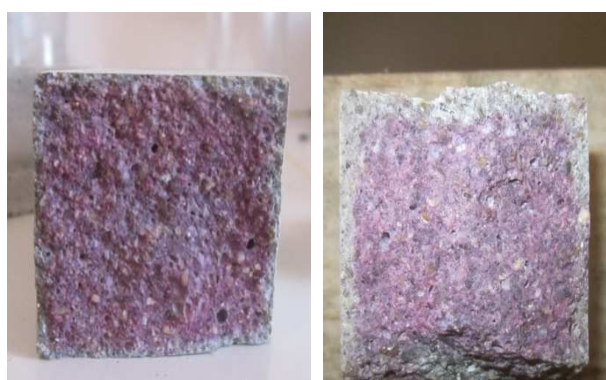


Figure IV.11 : Profondeur de dégradation de mortier avec 15% laitier après 90 jours d'immersion dans une solution 5% de nitrate d'ammonium.

Les figures IV.12, IV.13 et IV.14 Présentent la variation de la profondeur dégradée des mortiers (témoin, laitier, tuf et pouzzolane) mesurée après une immersion dans une solution agressive 5% de nitrate d'ammonium en fonction de la durée d'immersion.

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

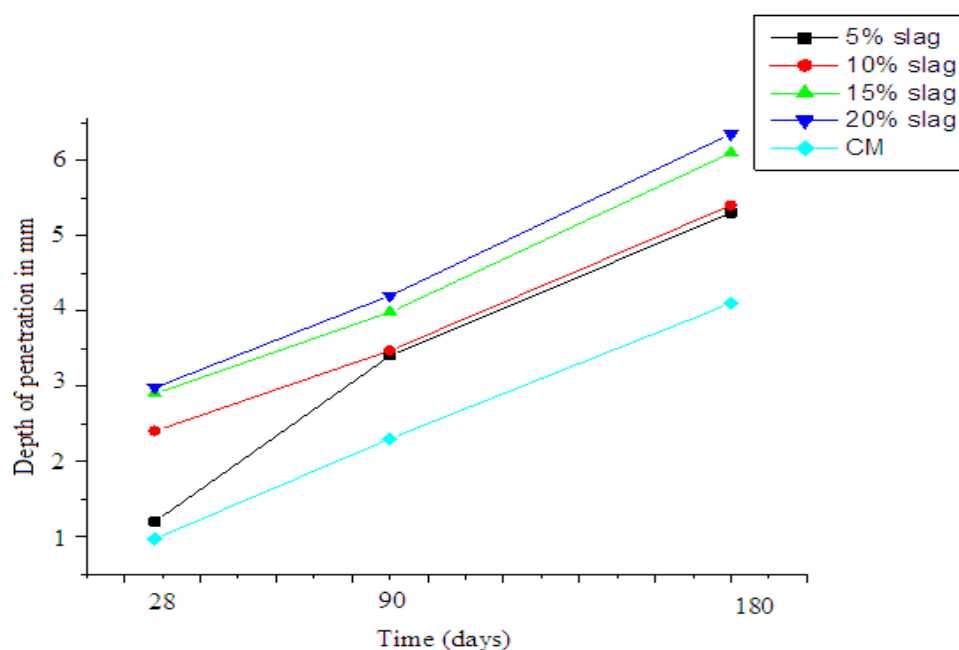


Figure IV.12 : Profondeur de dégradation des mortiers avec des pourcentages différents de laitier conservés dans 5% de nitrate d'ammonium en fonction de l'âge.

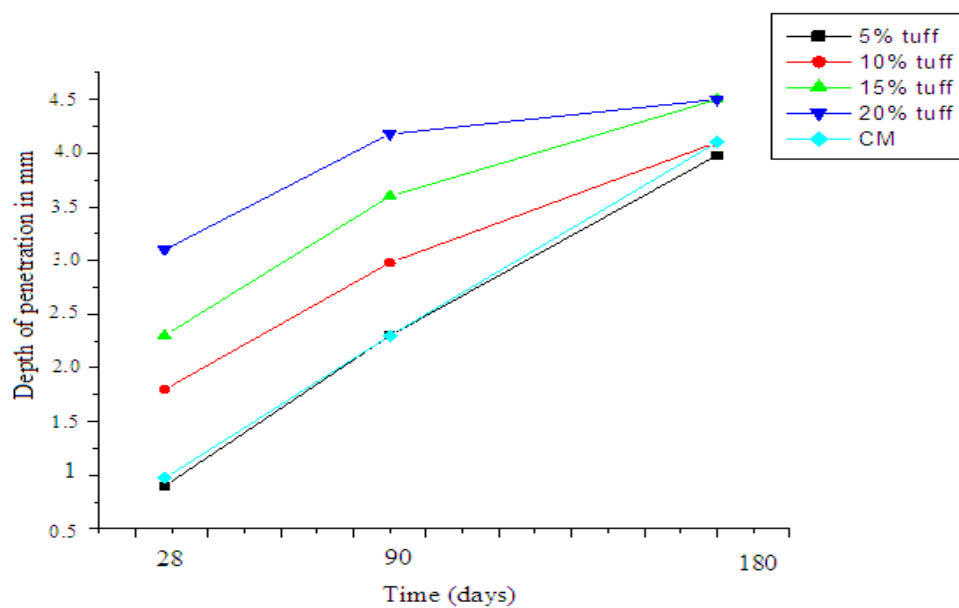


Figure IV.13 : Profondeur de dégradation des mortiers avec des pourcentages différents de tuf conservés dans 5% de nitrate d'ammonium en fonction de l'âge.

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

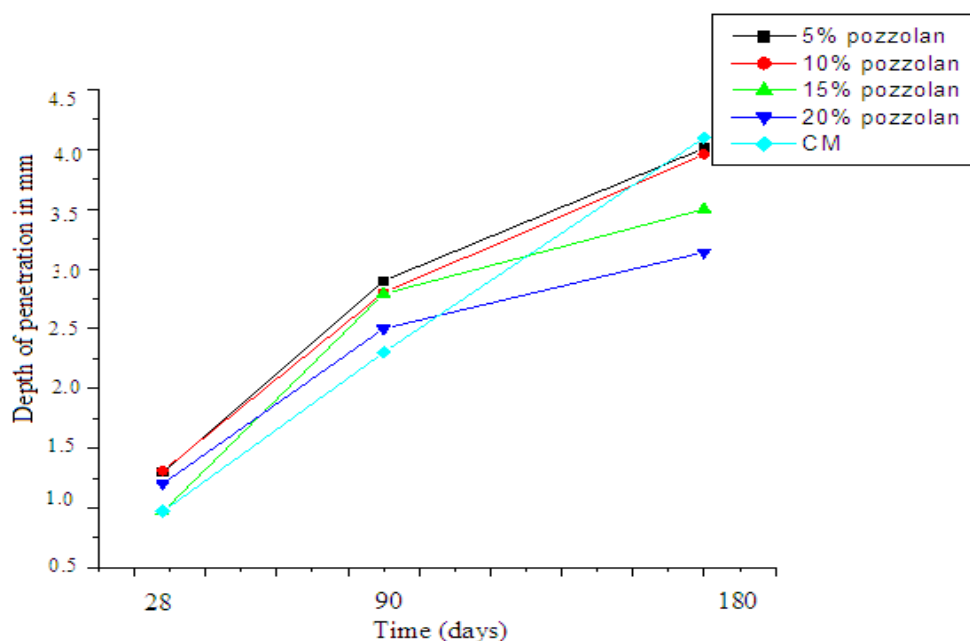


Figure IV.14 : Profondeur de dégradation des mortiers avec pouzzolane en fonction du temps conservés dans 5% de nitrate d'ammonium.

On observe que la profondeur de dégradation augmente avec le temps d'immersion pour tous les échantillons de mortier et elle augmente également avec l'augmentation de pourcentage de tuf et de pouzzolane.

Les résultats ont révélé que les profondeurs de dégradation de mortier témoin et de mortier avec 20% de pouzzolane sont proches à 90 jours, la profondeur de dégradation de mortier témoin augmente à 180 jours. En revanche, la profondeur de dégradation du CM (mortier témoin) et les mortiers avec 5% de tuf sont identiques. On remarque aussi que le mortier avec 5% de tuf présente une meilleure résistance à l'attaque chimique au bout de 28 jours d'immersion. La profondeur de dégradation est plus sévère pour les mortiers avec 20% de laitier, où elle atteint 6,1 mm à 180 jours. Auparavant, nous avons constaté que la perte de la résistance mécanique du mortier dans le nitrate d'ammonium est très importante dans le mortier avec laitier. Basé sur le travail des auteurs [67,68], la solubilité élevée de $\text{Ca}(\text{NO}_3)$ augmente le système de pores dans le mortier qui augmente la profondeur de lixiviation. La profondeur de la dégradation dépendait de la résistance initiale des spécimens mais la nature de liant reste toujours un paramètre du premier ordre, ces résultats sont similaires aux résultats trouvés par Schneider et Chen (1999) [64].

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

IV.6 Etude de la microstructure par la méthode DRX

L'analyse par spectrométrie de fluorescence des rayons X est réalisée selon le principe de la norme NF EN 196-2 (le principe est bien détaillé en chapitre III). L'analyse par la diffraction des rayons X des surfaces des mortiers soumis à l'attaque des nitrates d'ammonium ont permis d'identifier les différentes phases cristallines rencontrées sur le mortier altéré.

Après 6 mois de conservation des mortiers dans une solution de 5% de nitrate d'ammonium. La surface de mortier altéré a été broyée à une granulométrie de 63 μ m, l'essai a été réalisé sur la poudre. Les résultats de diffraction sur les mortiers avec 10% laitier, 10% pouzzolane et 10% tuf sont présentés dans les spectres représentés sur les diffractogrammes suivantes

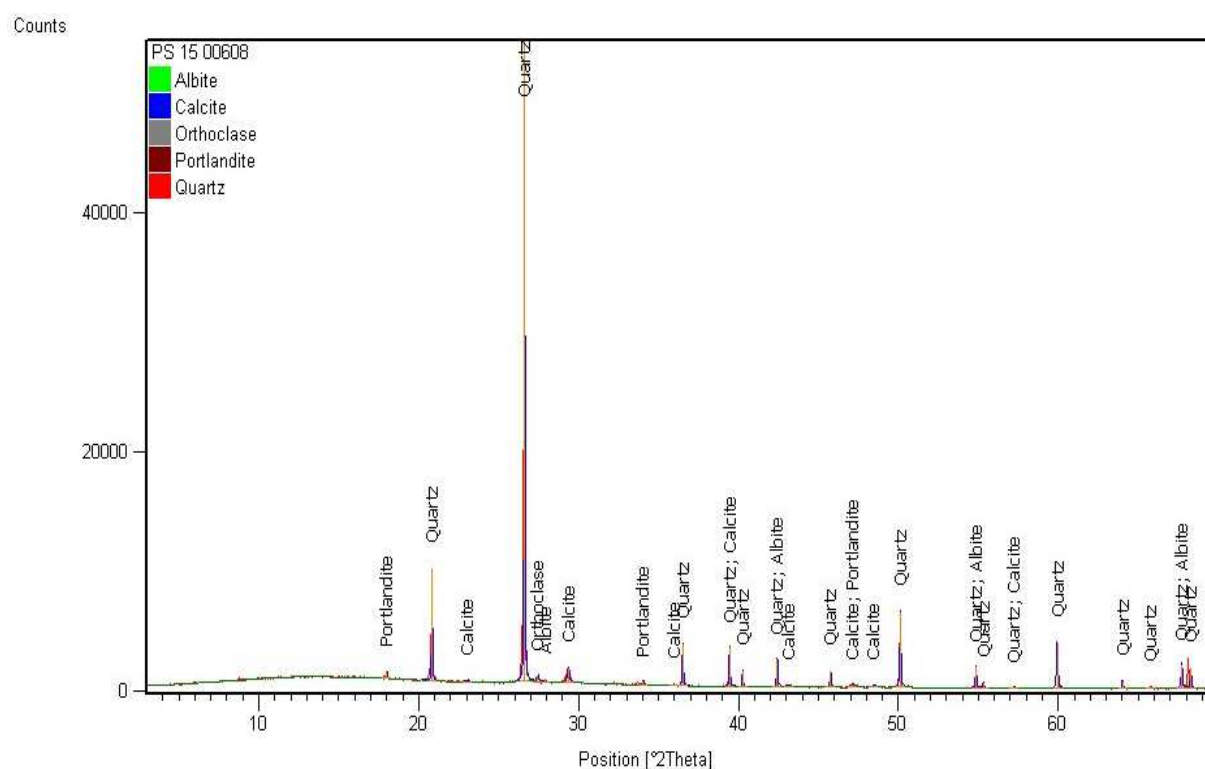


Figure IV.15 : Diffractogramme d'un mortier avec 10% tuf conservé dans une solution de 5% de nitrates d'ammonium après 90 jours.

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

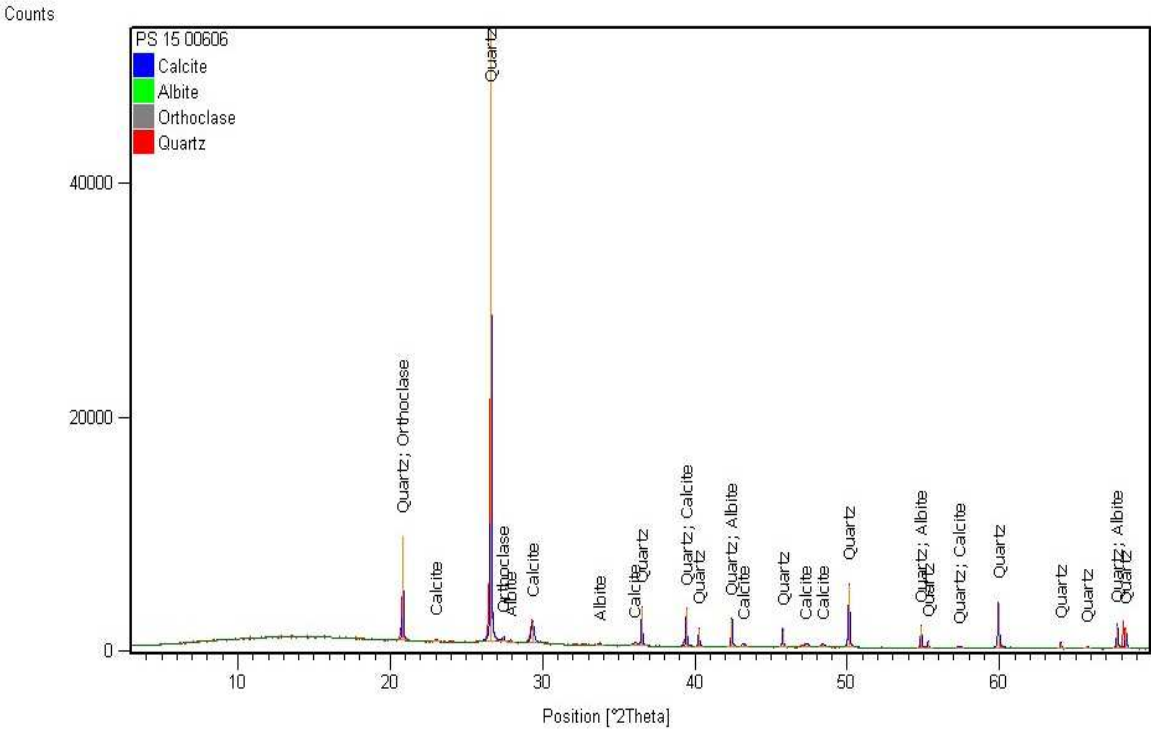


Figure IV.16 : Diffractogramme d'un mortier avec 10% pouzzolane conservé dans une solution de 5% de nitrates d'ammonium après 90 jours.

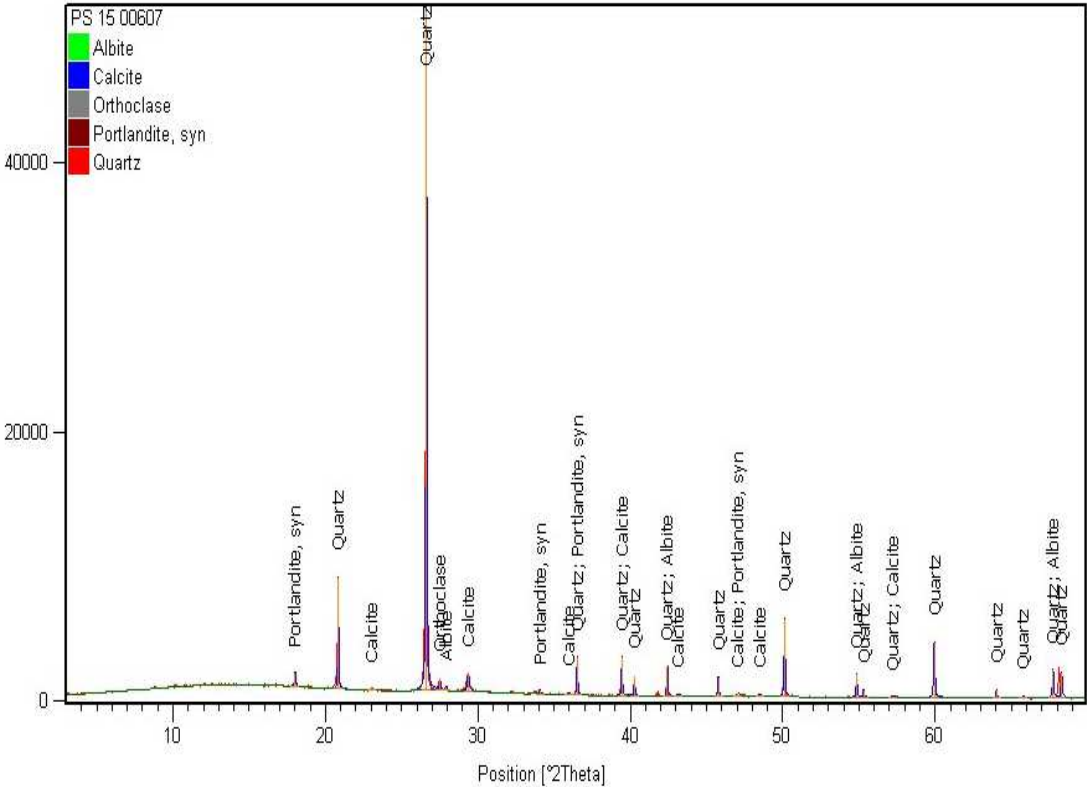


Figure IV .17 : Diffractogramme d'un mortier avec 10% laitier conservé dans une solution de 5% de nitrates d'ammonium après 90 jours.

Chapitre IV : Lixiviation des mortiers avec additions sous solution de nitrate d'ammonium

La diffraction de rayon X de ces échantillons met en évidence une teneur importante et majoritaire en quartz.

Les produits minéralogiques d'hydratation ont été déterminés par DRX. La portlandite est apparue dans tous les spécimens de mortiers, sauf le mortier avec la pouzzolane qui présente un pic très faible.

La diffraction des rayons X a identifié les produits formés dans les mortiers durcis après 180 jours de conservation de mortier. Les pics caractéristiques de la portlandite dans le mortier avec pouzzolane est totalement absents, ce qui confirme la transformation de la portlandite au C-S-H.

IV. 7. Conclusion

La perte de résistance est essentiellement due à l'élimination de l'hydroxyde de calcium pendant le processus de lixiviation par une solution de nitrate d'ammonium.

La profondeur de la dégradation dépend essentiellement de la résistance initiale des mortiers. Le pourcentage de laitier a une influence positive sur les mortiers, mais la perte de résistance à la compression est très importante par rapport aux mortiers avec tuf et pouzzolane.

La réaction pouzolanique produise le C-S-H qui augmente la résistance mécanique et réduit la présence de la portlandite.

La pouzzolane naturelle par sa propriété pouzzolanique améliore le mortier de résister vis-à-vis le nitrate d'ammonium.

Conclusion générale

Dans la première partie de ce mémoire, les différents composants des matériaux cimentaires ont été finis en revue. Le rôle et les effets des additions ont été explicités. L'effet de l'agressivité de l'environnement sur la matrice cimentaire et le rôle des additions sur la durabilité ont été détaillé ainsi que les mécanismes de dégradation dans les différents milieux.

Cette thèse est insérée dans le cadre d'étudier l'influence des additions minérales sur la durabilité des mortiers en utilisant les additions comme des substitutions dans le ciment. Plusieurs campagnes d'essais expérimentaux ont été effectuées en vue de conforter ou compléter les éléments bibliographiques présentés. Les additions ont été caractérisées par leur finesse, leur masse volumique et leur nature minéralogique.

L'influence de trois additions minérales (le laitier de haut fourneau, le tuf naturel et la pouzzolane naturelle) sur le CRS a été étudiée et discutée à partir de nombreux essais sur mortiers et pate ciment. Pour chacune d'elles, le comportement des mélanges à l'état frais (masse volumique, consistance, début et fin de prise) qu'à l'état durci (performances mécaniques, chimiques et microstructurales) à différentes échéances pour différents taux de substitution sont analysés. Compte tenu du grand nombre paramètres retenus, seulement deux variables ont été changés (la nature et le taux d'addition).

L'incorporation des additions minérales dans le ciment CRS attribue des améliorations comme elle peut conduire à des altérations, d'après les résultats des essais effectués sur les mortiers et les pates ciments, on peut tirer les conclusions suivantes :

Le tuf accélère la prise du CRS, le laitier retarde la prise, tandis que la pouzzolane n'a pas porté une influence sur la prise de CRS. L'augmentation de la finesse d'addition accélère le début et la fin de prise.

La teneur en tuf doit être limité par 5%, il augmente la résistance mécanique à court (7 jours) et à long terme (180 jours).

La substitution de laitier dans le CRS diminue la résistance à la compression et à la flexion des mortiers aux jeunes âges. Mais elle influe positivement à partir de 28 jours, de manière à accroître la résistance par l'accroissement de la teneur en laitier.

La résistance mécanique des mortiers s'accroît si la teneur en pouzzolane dépasse 10% .

Les résistances à la flexion obtenues, sont assez proches. Les additions n'ont pas un effet significatif sur la résistance à la flexion.

Conclusion générale

La dégradation chimique de mortier fait diminuer non seulement la résistance à la compression du mortier dégradé mais fait aussi changer son comportement.

L'influence des additions minérales (laitier de haut fourneau, le tuf naturel et la pouzzolane naturelle) sur le comportement de mortier traité par les acides a été étudié et discuté. on remarque que l'incorporation de la pouzzolane naturelle au CRS contribue d'une façon positive à la résistance mécanique et chimique des mortiers aux milieux agressifs, mais sa teneur doit être limitée par 10%.

L' HCl et H₂SO₄ sont des environnements très nocifs pour le ciment, conduisant à une baisse dans la résistance à la compression, une perte de poids, et une déformation des composants. Pour une même concentration (5%) de l'acide, le degré d'attaque tend à être plus sévères dans l'acide sulfurique que dans de l'acide chlorhydrique.

Les résultats ont révélé qu'il existe une relation significative entre la perte de masse et la perte de la résistance à la compression des éprouvettes de mortier. La réaction pouzzolanique consomme CaO et de produire C-S-H. Le facteur influe sur l'activité de la pouzzolane est le contenant « SiO₂ ». Le tuf ne possède pas la propriété pouzzolanique en raison de sa structure cristalline.

La perte de résistance est essentiellement due à l'élimination de l'hydroxyde de calcium pendant le processus de lixiviation par une solution de nitrate d'ammonium.

La profondeur de dégradation dépend essentiellement de la résistance initiale des mortiers.

Le pourcentage de laitier a une influence négative dans les mortiers vis-à-vis la lixiviation. La réaction pouzzolanique produise le C-S-H qui augmente la résistance mécanique et réduit la présence de la portlandite. La pouzzolane naturelle par sa propriété pouzzolanique améliore le mortier à résister vis-à-vis le nitrate d'ammonium.

L'influence d'une addition sur la durabilité de mortier varie avec sa nature, le dosage de l'addition ainsi que sa finesse, et le milieu de conservation sont également des paramètres de premier ordre.

L'incorporation de la pouzzolane naturelle dans le CRS n'a pas présenté une grande différence par rapport au mortier témoin dans le milieu sulfatiques, et elle améliore leurs caractéristiques dans les autres milieux.

Les mécanismes de dégradation dus à l'agent agressif provoquent des dégradations internes du matériau.

Conclusion générale

Enfin, on peut citer certaines perspectives ;

- Continuer l'étude de la durabilité par une autre attaque comme la carbonatation, l'attaque alcaline et la corrosion.
- Combiner entre les additions et ajouter un adjuvant.
- La finesse des additions.
- La durée de cure des échantillons.

Références bibliographiques

- [1] Akli Younsi, « Carbonatation de bétons à forts taux de substitution du ciment par des additions minérales » Thèse de doctorat. Université de La Rochelle, 2011, France.
- [2] Moranville-Regourd M., Products of reaction and petrographic examination, 8th International Conference on Alkali-aggregate Reaction in Concrete, Kyoto, Japon, 1989, 445-456.
- [3] P.Bescop, H.Peycelon, C.Mazion, C.Solet « Phénoménologie de l'altération des bétons dans un environnement saturé d'eau : Action simultanée des ions sulfate et carbonate » Rapport Scientifique DPC 2003. . Année de publication 2004.
- [4] S. ASSIÉ, « durabilité des bétons autoplaçants » Thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées de Toulouse octobre 2004.
- [5] P.Kumar Mehta « Concrete in the marine environment ». Transferred to Digital Printing 2005. ISBN 1-85166-622-2.
- [6] Gibert Clarey « Bétons et ouvrages d'art La durabilité des bétons » Eddition 2004, Paris.
- [7] www.batissor.com/artisans/ciment/durabat.html. Le Durabat : Ciment en sacs pour travaux en milieux agricoles et viticoles.
- [8] M. Colleparidi « Self-Compacting Concrete: what is new » Proceedings of Seventh CANMET/ACI International Conference on Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete, Berlin, Germany, 20-24 October, pp. 1-16 (2003).
- [9] Anissa Bessa-Badreddine le 25 juin 2004. Etude de la contribution des additions minérales aux propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers. Thèse doctorat université de Cregy-Pontoise.
- [10] E. Guillon, « Durabilité des matériaux cimentaires –Modélisation de l'influence des équilibres Physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles ». Thèse de doctorat, ENS Cachan/ CNRS/ Université Paris 6, France-2004.
- [11] J. Baron, J.P. Ollivier et J.C. Weiss, « Les bétons, bases et données pour leur formulation », Edition Eyrolles, Troisième tirage, 1999, P 3-12.
- [12] M.Regourd, H.Hornain, « Applications de la microscopie électronique à balayage », Revue des matériaux de construction, 693, 73-87, 1975.

Références bibliographiques

- [13] Julie Arsenault « Etude des mécanismes de transport des ions chlore dans le béton en vue de la mise au point d'un essai de migration ». Thèse de doctorat, Université Laval, Octobre 1999.
- [14] Mohammed Rissel Khelifa « Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants », Université de Constantine, Université d'Orléans, Juin 2009.
- [15] Byang, Seung Yup Jang Hwan (2007) "effect of material and environmental parameters on chloride penetration profiles in concrete structures", *Cement and Concrete Research* Vol 37, pp 47-53.
- [16] Ramachandran, V. S., S. E. Eley, R. C., Polomarkg., M., (1984), « Free and combined chloride in hydrating cement and cement compounds », *Materials and Structures*, Vol. 19, p. 285-289.
- [17] Lambert, P., Page, C. L., Short, N. R., (1985), « Pore solution chemistry of the hydrated system tricalcium/sodium chloride/water » *Cement and Concrete Research*, Vol. 15, p. 675.
- [18] Byfors, K., (1986), « Chloride binding in cement paste », *Nordic Concrete Research*, Vol. 5, p. 27-38.
- [19] Aryca, C., Buefeld, N. R., Newman, J. B., (1990), « Factors influencing chloride-binding in concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol. 20, No 2, p. 291 -300.
- [20] Rasheeduzzafar, Ehtesham, S., Al-Saadoun, S., (1991), « Effect of cement composition on chloride binding and corrosion of reinforcing steel in concrete », *Cement and Concrete Research*, Vol. 21, No 5, p. 777-794.
- [21] Goncalves A, Rodrigues, X. the resistance of cement to ammonium nitrate attack. In proceedings of the second International Conference on CANMET/ACI. Durability of concrete. Montréal, Canada 1991.
- [22] Carde C, Caractérisation et modélisation de l'altération des propriétés mécaniques due à la lixiviation des matériaux cimentaires, thèse de doctorat, INSA Toulouse, 1996.
- [23] Mohammed Arafa, Mamoun Alqedra, Tamer Shubair. 2015 "Quantifying the effect of ammonium nitrate attack on mechanical and physical properties of cement mortars". *Journal of Scientific Research & Reports* 7(2) : 137-145.
- [24] Mohammed Rissel Khelifa « Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants », Université de Constantine, Université d'Orléans, Juin 2009.
- [25] PLANEL, D., « Les effets couplés de la Précipitation d'espèces secondaires sur le comportement mécanique et la dégradation chimiques des bétons ». Thèse de Doctorat 2002, Université de marne la vallée.

Références bibliographiques

- [26] MICKAËL THIERY Carbonatation des bétons et Piégeage du CO₂. L'Institut Français des Sciences et Technologies des Transports,
- [27] Stéphane POYET, 2003 « Etude de la dégradation des ouvrages en béton atteints par la réaction alcali-silice : Approche expérimentale et modélisation numérique multi-échelles des dégradations dans un environnement hydro-chemo-mécanique variable » Thèse de doctorat de l'Université de Marne-La-Vallée.
- [28] Richard Gagne, 2008 « La durabilité des bétons », CRIB, Université de Sherbrooke et Lionel Linger VINCI Construction. Amphithéâtre Caquot, ENPC Paris.
- [29] Moinul Islam Md, Saiful Islam Md, ChandraMondal Bipul, Das Amrita. Strength behaviour of mortar using slag with cement in sea water environment. *J Civil Eng (IEB)* 2009;37(2):111–22.
- [30] Boldyrev VV, Pavlov SV, Goldberg EL. Interrelation between fine grinding and mechanical activation. *Int J Miner Process* 1996;44–45:181–5.
- [31] Aichoube A., Ghrici M., Benaïssa A, Effet de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf sur les propriétés d'un ciment à base de calcaire, Colloque Méditerranéen sur les Matériaux CMEDIMAT, Oran, Algérie, 6-7 décembre 2005.
- [32] Kwan A.K.H., “Use of condensed silica fume for marking high-strength, self-consolidating concrete”. *Canadian Journal of Civil Engineering*, Vol 27, p. 620-627, 2000.
- [33] Siddique.R. (2010), “Utilization of MSWI Ash in Cement and Mortar”, *Resour, Conserv Recy*, Vol. 54, pp 1037–47.
- [34] Ping-Yu.S, Po-Hua.L, Kai-Jie.N, Tzen-Chin.L. (2013), “Characterization Of A Mortar Made With Cement And Slag Vitriified From A MSWI Ash-Mix And CMP Sludge”. *Construction and Building Materials* Vol. 38, pp 22–30.
- [35] Aichoube A., Ghrici M., Benaïssa A. Effet de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf sur les propriétés d'un ciment à base de calcaire, Colloque Méditerranéen sur les Matériaux CMEDIMAT, Oran, Algérie, 6-7 décembre 2005.
- [36] K. Baltakys, R. Jauberthie, R. Siauciunas, R. Kaminskas, Influence of modification of SiO₂ on the formation of calcium silicate hydrate, *Mater. Sci. Pol.* 25 (3) (2007) 663–670.
- [37] O. Oueslati, J. Duchesne, « The effect of SCMs and curing time on resistance of mortars subjected to organic acids, *Cem. Concr. Res.* 42 (2012) 205–214.
- [38] A. Hidalgo, C. Andrade, C. Alonso, Role of alkaline reserve in the acidic resistance of cement pastes, Workshop on the Role of Calcium Hydroxide in concrete, The American Ceramic Society, Anna Maria Island, Florida, 2001. 93–112 (Nov. 1–3).

Références bibliographiques

- [39] Y. Senhadji , G. Escadeillas , M.Mouli , H. Khelafi , Benosman,(2014) “Influence of natural pozzolan, silica fume and limestone fine on strength, acid resistance and microstructure of mortar” Powder Technology 254 (2014) 314–323.
- [40] Backharev T, Sanjayan JG, Cheng YB. Resistance of alkali-activated slag concrete to acidic attack. Cement Concrete Research 2003;33(10):1607-11.
- [41] B. Uzal, L. Turanli. Studies on blended cements containing a high volume of natural pozzolans. Cement and Concrete Research 33 (2003) 1777–1781.
- [42] Messaouda Cherrak, Abderrahim Bali, Kamel Silhadi. Concrete mix design containing calcareous tuffs as a partial sand substitution. Construction and Building Materials 47 (2013) 318–323.
- [43] Card.C, François.R, Aging damage model of concrete behavior during the leaching process. Materials and structures constructions 30: 465-472.
- [44] Anderson R.G , Gascoigne M.J. and Gallon M.J, Ammonium nitrate attack, Concrete engineering international, vol.6,n ° 1, pp.57-62, Spring 2002.
- [45] Latroch N., Belbachir B., Benosman A.S, Taibi. H, Ayed. K. K ? Mouli. « Matériaux Composites Mortier-Polymère à bases des additions Minérales : Durabilité dans Environnement à Tendence Acides » 33^{èmes}, Rencontres de l’AUGC, ISABTP/UPPA, Mai 2015.
- [46] Cyr M., « Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologiques des matrices cimentaires », Thèse de doctorat de l’INSA de Toulouse, 1999.
- [47] Benezet J.C, Benhassaine. A the influence of particle size on the pozzolanic reactivity of quartz powder, Power Technology, vol.103,pp. 26-29, 1999.
- [48] Lawrence P., Cyr M., Ringot E., Mineral admixtures in mortars: effect of type, amount and fineness of fine constituents on compressive strength, Cement Concret Research, vol. 35 p. 1092-1105, 2005.
- [49] Kara-Ali R, « Influence des additions minérales sur le besoin en eau et les résistances mécaniques des mélanges cimentaires » Thèse de doctorat de l’université de Cergy-Pontoise, 2002.
- [50] AlloulB.(1981)“Etudegéologiqueetgéotechniquedestufscalcairesetgypseuxd’Algérie en vue de leur valorisation routière”, Ph.D. Dissertation, University of Paris.
- [51] Duval. R., Hornain. H. « La durabilité du béton vis – à - vis des eaux agressives », La Durabilité des Bétons. Presses de l’école nationale des Ponts et Chaussées, 1997.

Références bibliographiques

- [52] Hughes, C. Methven, T. Jones, S. Pelham, P. Fletcher, and C. Hall, “Determining cement composition by Fourier transform infrared spectroscopy,” *Advn. Cem. Bas. Mat.* 2, (1995) 91-104.
- [53] F. Puertas, S. Marinez-Ramirez, S. Alonso, and T. Vazquez, “Alkali-activated fly ash/slag cement strength behavior and hydration products,” *Cement and Concrete Research*, 30 (2000) 1625-1632.
- [54] Benosman A.S, Taibi H, Mouli M, Belbachir M, « Valorisation de la spectrométrie infrarouge pour l’analyse qualitative de composés des ciments, argile, et des mélanges ciment/argile » communication Science & Technologie N°3. Décembre 2004.
- [55] B. Yilmaz, A.Olgun, “Studies on cement and mortar containing low-calcium fly ash, limestone, and dolomite limestone,” *Cement and Concrete Composites*, vol. 30 (2008) 194-201.
- [56] Ahmet.Ç, Sükrü.Y. (2007), “Availability Of Tuffs From Northeast Of Turkey As Natural Pozzolan On Cement, Some Chemical And Mechanical Relationships”. *Construction and Building Materials*, Vol.21, pp. 2066–2071.
- [57] Uzal.B, Turanlı.L. (2003), “Studies On Blended Cements Containing A High Volume Of Natural Pozzolans”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 33,pp 1777–1781.
- [58] F. Puertas, S. Marinez-Ramirez, S. Alonso, and T. Vazquez, “Alkali-activated fly ash/slag cement strength behavior and hydration products,” *Cement and Concrete Research*, 30 (2000) 1625-1632.
- [59] I. Garcia Lodeiro, D.E.Macphee, A. Palomo, A. Fernandez-Jimenez, “Effect of alkalis on fresh C-S-H gels. FTIR analysis,” *Cement and Concrete Research* 39 (2009) 147-153.
- [60] Tetyana Kuryatnyk « Insensibilisation à l’eau des mélanges à base de sulfate de calcium par ajout de clinker sulfo-alumineux ». Thèse de doctorat de L’Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2007.
- [61] Anderson R.G, Gascoigne M.J. and Gallon M.J, Ammonium nitrate attack, *Concrete engineering international*, vol.6, n° 1, pp.57-62, Spring 2002.
- [62] Kamali.S, Gerard.B, Moranville.M, 2003 “Modelling the leaching kinetic of cement-based materials: Influence of materials and environment. *Cement and Concrete Composites* 25: 451-458.
- [63] Michel Mbessa, Jean Péra “Durability of high-strength concrete in ammonium sulfate solution. *Cement and Concrete Research* 31 (2001) 1227–1231. Accepted 14 May 2001.

Références bibliographiques

- [64] Schneider,U, Chen,s-w 1999. Behavior of high-performance concrete (HPC) under ammonium nitrate solution and sustained load. American Concrete Institute, ACI Materials Journal 96(1): 47-51.
- [65] Maltais.Y, Samson.E, Marchand.J, “Predicting the durability of portland cement systems in aggressive environments”. Cement and concrete research 34(9): 1579-1589.
- [66] Kamali.S, Gerard.B, Moranville.M, 2003 “Modelling the leaching kinetic of cement-based materials: Influence of materials and environment. Cement and Concrete Composites 25: 451-458.
- [67] L.L. Wong, H. Asrah, M.E. Rahman, and M.A. Mannan “Effects of Aggressive Ammonium Nitrate on Durability Properties of Concrete using Sandstone and Granite Aggregates”. World Academy of Science, Engineering and Technology International Journal of Civil, Architectural, Structural and Construction Engineering Vol:7 No:1, 2013
- [68] Nguyen, V. H., Colina, H., Torrenti, J.M., Boulay, C. & Nedjar, B.2007. Chemo mechanical coupling behavior of leached concrete part I: Experimental results. Nuclear Engineering and Design 237 :2083-2089.
- [69] R.Ylmn, U. JÄaglid, B. Steenari, I. Panas, Early hydration and setting of portland cement monitored by ir, sem and vicat techniques, Cement and Concrete Research 39 (2009) 433-439.

Normes utilisées

- [NF X 50-501] Durée de vie et durabilité des biens : vocabulaire des activités de rénovation et reconstruction, Livre 1982.
- [NF EN 206-1] NF EN 206-1, Béton – Partie 1 : Spécification, performances, production et conformité, avril 2004.
- [NF P 18-506] (mars 1992) Additions pour béton hydraulique Laitier vitrifié moulu de haut fourneau. Remplacé ultérieurement par NF EN 15167-1 (septembre 2006).
- [NF P 18-509] NF P 18-509 (septembre 2012) Additions pour béton hydraulique Additions siliceuses Spécifications et critères de conformité.
- [NF P 196-1] NF En 196-1 (Avril 2006). Méthodes de ciment essais - Partie 1 : Détermination de la résistance.
- [EN 196-6] NF EN 196-6 (Avril 2012) Méthodes d'essai des ciments - Partie 6 : détermination de la finesse

Références bibliographiques

EN 193-3 NF EN 196-3 (Janvier 2009) Méthodes d'essais des ciments - Partie 3 : détermination du temps de prise et de la stabilité.

[ASTM C267-96] ASTM C 267-96 (Oct 2001), Méthodes d'essai standard pour la résistance chimique de Mortiers.

[NF P 196-2] Méthodes d'essais des ciments. Partie 2 : Analyse chimique des ciments.