



**HAL**  
open science

**Mise au point d'une procédure de formation et de quantification des efflorescences primaires sur les matériaux cimentaires // Development of procedures for forming and quantifying primary efflorescence on cementitious materials**

Stéphanie Delair, René Guyonnet, Alexandre Govin, Bernard Guilhot

► **To cite this version:**

Stéphanie Delair, René Guyonnet, Alexandre Govin, Bernard Guilhot. Mise au point d'une procédure de formation et de quantification des efflorescences primaires sur les matériaux cimentaires // Development of procedures for forming and quantifying primary efflorescence on cementitious materials. Matériaux et Techniques, 2011, 99 (7), pp.695-705. 10.1051/mattech/2011128 . hal-00661440

**HAL Id: hal-00661440**

**<https://hal.science/hal-00661440v1>**

Submitted on 20 Jan 2012

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**Mise au point d'une procédure de formation et de quantification des efflorescences primaires sur les matériaux cimentaires**

**Development of procedures for forming and quantifying primary efflorescence on cementitious materials**

**Formation contrôlée des efflorescences**

**Stéphanie Delair, René Guyonnet, Alexandre Govin, Bernard Guilhot**

Département SPIN, LPMG CNRS UMR 5148, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 158 cours Fauriel, 42023 Saint-Étienne Cedex 2, France

[stephanie.delair@gmail.com](mailto:stephanie.delair@gmail.com), [govin@emse.fr](mailto:govin@emse.fr), [guyonnet@emse.fr](mailto:guyonnet@emse.fr),  
[bguilhot@emse.fr](mailto:bguilhot@emse.fr)

Correspondant : Alexandre Govin, Chargé de Recherche

Tel. : (+33) 4 77 42 02 53 ; Fax : (+33) 4 77 49 96 94

**Abstract:**

Efflorescence formation leads to deposit of white salts on the surface of building materials. It contributes to an aesthetical deterioration of these buildings. In order to study the formation of calcium carbonate efflorescence on cementitious materials, it is necessary to produce it under controlled conditions and to quantify it. No standardized procedure for the occurrence of primary efflorescence generation currently exists. The objective of this work is to establish a protocol for forming efflorescence in laboratory conditions and to combine this protocol with a method for evaluating the intensity of efflorescence. The procedure performed reproduced, in a climatic chamber, the natural climatic conditions conducive to efflorescence formation. A uniform white deposit was obtained on cement samples. Then, the intensity of efflorescence was measured using a spectrophotometer and converted into sample surface fraction covered by efflorescence ( $s_{CaCO_3}$ ). Efflorescence forming process seemed to depend strongly on the value of relative humidity during the test and, for a given water-to-cement ratio, on the hydration degree before the test. This procedure will be used in forthcoming works in order to study the attenuation of the efflorescence phenomenon.

## **Résumé :**

Les efflorescences de carbonate de calcium désignent le dépôt de sels blancs en surface des constructions cimentaires. Elles contribuent à une détérioration esthétique de ces constructions. Pour étudier la formation des efflorescences, il est nécessaire de les faire apparaître de manière contrôlée et de les quantifier. Aucune procédure normalisée de génération des efflorescences primaires n'existe actuellement. Le but de ce travail est d'établir un protocole permettant de former des efflorescences dans des conditions de laboratoire et d'associer ce protocole à une méthode d'évaluation de l'intensité des efflorescences. La procédure mise au point reproduit, dans une enceinte climatique, les conditions favorables à la formation des efflorescences. Une couche uniforme de dépôt blanc est formée sur des échantillons de ciment. Ensuite, l'intensité des efflorescences est mesurée à l'aide d'un spectrocolorimètre et est convertie en fraction surfacique d'échantillon recouverte par les efflorescences ( $S_{CaCO_3}$ ). La formation des efflorescences semble dépendre fortement de la valeur de l'humidité relative pendant le test et, pour un rapport eau sur ciment donné, du degré d'avancement de l'hydratation avant le test d'efflorescences. Cette procédure pourra ainsi être utilisée pour mener des études sur l'atténuation des efflorescences.

**Mots clés** : Efflorescence;  $\text{CaCO}_3$ ; Ciment Portland; Conditions climatiques;  
Dégradation

## 1. Introduction

Les constructions cimentaires sont exposées à des facteurs environnementaux (pluie, gel, CO<sub>2</sub>, champignons...) causant leur dégradation. Une des détériorations fréquemment observée est la variation de la teinte des édifices en béton due à la formation d'un dépôt de sels en surface, nommé généralement efflorescence. Ces sels présentent des compositions chimiques variées, selon le matériau sur lequel le dépôt se forme, telles que le sulfate de sodium, le carbonate de sodium, le silicate de sodium, le sulfate de potassium, le sulfate de calcium ou encore le carbonate de calcium [1-5]. Dans ce travail, seules les efflorescences de carbonate de calcium sur des matériaux cimentaires sont étudiées. Ce type d'efflorescences n'engendre pas de dégradations physiques mais il affecte l'esthétique de la construction. Ce phénomène est souvent une source de rejet du produit par les clients et de réclamations coûteuses. Il est donc important de mieux comprendre ce phénomène afin de le prévenir.

Deux types d'efflorescences peuvent être différenciés : les primaires et les secondaires. Les efflorescences primaires sont le résultat de la précipitation de CaCO<sub>3</sub> ayant lieu au cours de l'hydratation et du durcissement du ciment. Les efflorescences secondaires apparaissent seulement sur le matériau durci, par dissolution, transport (diffusion et transport hydrique) et précipitation des sels solubles en surface [6]. Les efflorescences primaires,

qui font l'objet de cette étude, se forment durant la prise du ciment (hydratation au jeune âge). Lors de cette période, l'eau en excès remplit le réseau de pores capillaires du ciment [7]. Dans le même temps, la solution interstitielle est saturée en ions calcium et hydroxydes qui proviennent de la dissolution des phases anhydres du ciment. Les ions dissous peuvent donc diffuser jusqu' à la surface (Fig. 1.a) [8]. Simultanément, le dioxyde de carbone de l'air ambiant se dissout dans la solution interstitielle au niveau de la surface. Compte tenu du pH de la solution (environ 12-13), l'espèce stable du dioxyde de carbone est l'ion carbonate. Au cours du séchage du matériau, les concentrations en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{CO}_3^{2-}$  augmentent. Lorsque la sursaturation par rapport au carbonate de calcium est atteinte, ce dernier précipite (Fig. 1.b) et induit un déficit en ions calcium à la surface. Un gradient de concentration se crée alors entre le cœur du matériau et sa surface. De plus, le séchage engendre des mouvements hydriques. Ces deux phénomènes sont responsables du transport d'ions calcium jusqu'à la surface du matériau cimentaire. L'afflux d'ions calcium s'arrête soit lorsque l'embouchure des pores capillaires est obstruée par du carbonate de calcium précipité, soit lorsque ces mêmes pores ne sont plus totalement remplis de solution interstitielle [4].

De nombreux travaux indiquent les paramètres influant sur la formation des efflorescences. Ceux-ci sont la capillarité et la perméabilité de la pâte de ciment, la concentration en sels de la solution interstitielle et les conditions

climatiques, telles que la température et l'humidité relative [5, 9, 10], mais aussi le rapport E/C, la nature du ciment, la mise en œuvre... En effet, lors d'un séchage rapide (vent, soleil), le  $\text{CaCO}_3$  précipite sur les parois internes des pores de la pâte conduisant à un très faible éclaircissement de la surface (Fig. 2.a). En revanche, lorsque le séchage est lent (forte humidité, températures faibles), la précipitation du carbonate de calcium a lieu sur la surface du matériau, blanchissant cette dernière (Fig. 2.b) [9].

Quelques données bibliographiques font référence à des méthodes de laboratoire permettant de générer des efflorescences secondaires [4, 10, 11]. L'évaluation de la surface recouverte par les efflorescences est souvent visuelle. Actuellement, il n'existe pas de méthode normalisée ni pour former des efflorescences primaires, ni pour quantifier l'intensité du phénomène.

Ainsi, la première étape de cette étude a consisté à mettre au point une méthode expérimentale de formation d'efflorescences primaires artificielles sur pâte de ciment. Pour cela, une enceinte climatique a été utilisée afin de reproduire les conditions climatiques favorables à l'apparition du phénomène. Ensuite, le taux de surface recouverte de carbonate de calcium a été quantifié par spectrophotométrie.

Le but final de ce travail est de mettre au point une méthodologie permettant de produire des efflorescences de manière contrôlée et de quantifier le phénomène. Ces procédures pourront alors être utilisées pour des travaux consacrés à l'atténuation des efflorescences primaires sur le ciment.



## **2. Matériaux et méthodes**

### **2.1. Matériaux et préparation des échantillons**

Le ciment utilisé pour cette étude est un ciment Portland CEM I 52.5, selon la norme EN 197-1. Le rapport eau sur ciment (E/C) a été fixé à 0,4. L'eau est mélangée au ciment dans un malaxeur (Technotest, France) pendant 1 min à faible vitesse (60 rpm) puis pendant 4 min à vitesse élevée (120 rpm). La pâte est ensuite coulée dans des moules de forme cubique de dimension 20 mm\*20 mm\*20 mm. L'intervalle de temps entre la réalisation des échantillons et leur démoulage est nommé "période de cure". Pendant cette période, les moules contenant les pâtes de ciment sont placés dans une enceinte saturée en azote et en humidité (100 % d'humidité relative), à 20°C, afin d'éviter la carbonatation tout en permettant une hydratation correcte des échantillons.

### **2.2. Méthode expérimentale de formation des efflorescences, nommée test d'efflorescences**

Le test d'efflorescences est basé sur la reproduction, dans une chambre climatique, des conditions climatiques naturelles favorables au

déclanchement du phénomène d'efflorescences. Ces conditions sont fournies par des données empiriques et bibliographiques [4, 5, 9]. Elles correspondent généralement à une température basse et une forte hygrométrie provoquant une condensation d'eau à la surface du matériau. En se référant à ces données, deux phases de programmation de la chambre climatique ont été définies. La première phase coïncide avec une période d'humidité relative (HR) élevée et constante, appelée palier. La seconde étape correspond à un séchage lent par abaissement de l'humidité relative. La température a été maintenue constante durant toute la procédure.

### **2.3. Mesure de l'intensité des efflorescences par spectrocolorimétrie**

L'apparition des efflorescences entraîne un éclaircissement de la couleur de l'échantillon. En effet, un dépôt blanc et uniforme se forme sur la surface grise du ciment. La clarté de l'échantillon doit donc varier en fonction de la quantité de  $\text{CaCO}_3$  précipité. Ainsi, l'analyse colorimétrique, conduite à l'aide d'un spectrocolorimètre, est une méthode pertinente pour évaluer l'intensité des efflorescences.

Le spectrocolorimètre (CM-2600d Minolta) possède une sphère d'intégration et une source lumineuse, appelée illuminant, éclairant la surface d'un échantillon de manière uniforme [12]. L'illuminant standard D65, reproduisant la lumière moyenne du jour, a été utilisé. La lumière réfléchiée par la surface

de l'échantillon est recueillie par un capteur spectral, selon un angle de  $8^\circ$  par rapport à la normale à la surface analysée. À partir de cette mesure, l'appareil exprime numériquement la couleur de l'échantillon dans l'espace de couleur CIELAB, plus précisément  $L^* . a^* . b^*$ .  $L^*$  est appelé clarté et varie de 0 pour le noir à 100 pour le blanc.  $a^*$  et  $b^*$  représentent respectivement l'axe rouge/vert et l'axe jaune/bleu. Ils correspondent aux coordonnées de chromaticité de la couleur et sont compris entre -60 et +60.

Dans cette étude, seul  $L^*$  a été analysé puisqu'aucune variation significative de  $a^*$  et de  $b^*$  n'a été observé avec le ciment gris. Chaque mesure a été réalisée trois fois. La clarté des échantillons change en fonction de l'avancement de l'hydratation, de la température, de l'humidité relative... Afin de s'en affranchir, un échantillon témoin a été conservé sous atmosphère d'azote saturée en humidité, dans les mêmes conditions de température, de durée... que celles du test. En absence de  $CO_2$ , aucune efflorescence n'apparaît sur cet échantillon. La clarté de l'échantillon témoin sert alors de référence et l'intensité des efflorescences est donnée par l'écart de clarté entre un échantillon et sa référence.

Afin d'obtenir un paramètre plus adapté à la problématique de l'étude, la fraction surfacique de l'échantillon recouverte de  $CaCO_3$  ( $S_{CaCO_3}$ ) a été calculée en fonction de la clarté  $L^*$ .  $L^*$  est donnée par l'appareil et est définie par la relation (1) [12].

$$L^* = 116 \left( \frac{Y}{Y_n} \right)^{1/3} - 16 \quad (1)$$

Y et  $Y_n$  sont respectivement la luminance de l'échantillon et la luminance d'une référence blanche, conventionnellement fixée à 1 (cd.m<sup>-2</sup>).

La surface de l'échantillon, n'étant pas entièrement recouverte de carbonate de calcium, elle peut être considérée comme composée de deux couleurs différentes, celle du ciment témoin et celle du carbonate de calcium (Fig. 3). L'ensemble définit ainsi la couleur globale de l'échantillon. La luminance globale de la surface ( $Y_{\text{échantillon}}$ ) sera alors constituée par la luminance de chaque couleur pondérée par leur fraction surfacique (équation (2)).

$$\frac{Y_{\text{échantillon}}}{Y_n} = s_{\text{réf}} \frac{Y_{\text{réf}}}{Y_n} + s_{\text{CaCO}_3} \frac{Y_{\text{CaCO}_3}}{Y_n} = (1 - s_{\text{CaCO}_3}) \frac{Y_{\text{réf}}}{Y_n} + s_{\text{CaCO}_3} \frac{Y_{\text{CaCO}_3}}{Y_n} \quad (2)$$

$Y_{\text{réf}}$  et  $Y_{\text{CaCO}_3}$  correspondent respectivement à la luminance de l'échantillon témoin et à la luminance du CaCO<sub>3</sub>.  $s_{\text{réf}}$  et  $s_{\text{CaCO}_3}$  sont respectivement la fraction surfacique de ciment et de carbonate de calcium.

La combinaison des équations (1) et (2) donne l'équation (3).

$$\left( \frac{L^*_{\text{échantillon}} + 16}{116} \right)^3 = (1 - s_{\text{CaCO}_3}) \left( \frac{L^*_{\text{réf}} + 16}{116} \right)^3 + s_{\text{CaCO}_3} \left( \frac{L^*_{\text{CaCO}_3} + 16}{116} \right)^3 \quad (3)$$

Ici,  $L^*_{\text{réf}}$  est la clarté de l'échantillon de référence (sans efflorescence),  $L^*_{\text{CaCO}_3}$  est la clarté d'une poudre de carbonate de calcium et  $L^*_{\text{échantillon}}$  celle de l'échantillon.

En réarrangeant l'équation (3), la fraction surfacique de l'échantillon recouverte de carbonate de calcium ( $s_{CaCO_3}$ ) est alors exprimée par l'équation (4).

$$s_{CaCO_3} = \frac{(L_{\text{échantillon}}^* + 16)^3 - (L_{\text{réf}}^* + 16)^3}{(L_{CaCO_3}^* + 16)^3 - (L_{\text{réf}}^* + 16)^3} \quad (4)$$

### 3. Optimisation du test

L'un des objectifs de cette étude étant d'établir une procédure permettant l'apparition des efflorescences, les paramètres du test ont donc été optimisés. Chaque paramètre a été étudié séparément. Un test réalisé après une période de cure de 6 h, et constitué d'une période de 48 h à 16°C et 99 % d'HR, suivi d'un séchage de 5 h par abaissement de l'humidité relative de 99 % à 50 % a été choisis comme point de départ de l'étude (Fig. 4).

#### 3.1. Optimisation de l'humidité relative du palier

Trois valeurs d'humidité relative du palier ont été testées (99 %, 90 % et 80 %). Les résultats sont présentés sur la figure 5. La surface recouverte d'efflorescences ( $s_{CaCO_3}$ ) augmente quasi linéairement avec l'HR. Pour 80 %

HR, seulement 10 % de la surface est recouverte d'efflorescences, contre 68 % pour 99 % HR.

Pour une HR proche de 100 %, de l'eau se condense et forme un film à la surface de l'échantillon, favorisant la formation des efflorescences. En effet, la pellicule d'eau permet la diffusion des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{CO}_3^{2-}$  sur la surface recouverte par ce film. Lors du séchage, la sursaturation du  $\text{CaCO}_3$  est atteinte au sein du film d'eau et ce dernier précipite sur la surface de l'échantillon. Il en résulte un dépôt blanc et uniforme d'efflorescences [5, 6].

En revanche, lorsque l'humidité relative n'est pas suffisante, le film d'eau n'est pas présent à la surface du matériau. Le séchage entraîne uniquement le dépôt de carbonate de calcium à l'embouchure des pores. Dans ce cas un léger éclaircissement de l'échantillon peut être observé.

Du fait que le maximum d'efflorescence a été atteint pour 99 % d'HR, cette valeur sera conservée pour la suite de l'étude.

### **3.2. Optimisation de la durée du palier**

La durée du palier à 99 % HR a été étudiée pour des valeurs comprises entre 8 et 48 h. Pour un palier de 8 h, seulement un quart de la surface de l'échantillon est couverte d'efflorescences ( $s_{\text{CaCO}_3}=0,25$ ) (Fig. 6). Le taux d'efflorescences augmente avec la durée du palier pour atteindre son maximum à 36 h ( $s_{\text{CaCO}_3}=0,8$ ). Cependant, au-delà de 27 h, il semble que

d'après les incertitudes, la surface recouverte varie peu. Une durée minimum de 12 h est nécessaire pour que près de la moitié de la surface soit composée d'efflorescences.

Pour optimiser le test, c'est-à-dire établir un compromis entre durée de l'essai et quantité d'efflorescences formées, une durée de palier de 27 h a été choisie pour poursuivre l'étude.

### **3.3. Optimisation du séchage**

Du fait que le séchage est une étape cruciale pour la formation des efflorescences, l'effet de la vitesse de séchage a été examiné. Pour ce faire, l'humidité relative de l'enceinte a été abaissée de 99 % à 50 % selon quatre durées : 10 min, 5 h, 7 h et 16 h. Ces durées de séchage correspondent respectivement à des vitesses de séchage imposées d'environ 300, 10, 7 et 3 % HR.h<sup>-1</sup>.

La figure 7 montre que pour un déséquilibre hydrique instantané (durée de séchage de 10 min), peu d'efflorescences sont formées ( $s_{CaCO_3}=0,25$ ), alors que pour des vitesses de séchage inférieures ou égales à 10 % HR.h<sup>-1</sup>, l'intensité des efflorescences est trois fois supérieure ( $s_{CaCO_3} > 0,7$ ). Ce résultat est en accord avec les données bibliographiques. En effet, ces dernières indiquent que pour un séchage rapide, l'eau se retire à l'intérieur des pores entraînant avec elle les ions qu'elle contient. Dans le même temps,

la phase aqueuse se fractionne dans les pores, ne permettant pas un apport supplémentaire d'ions calcium à la surface [9]. Ces deux phénomènes font que seuls les ions présents initialement dans le film d'eau précipitent. Ceci ne conduit alors qu'à un léger éclaircissement de la surface du matériau. A contrario, lorsque la vitesse de séchage est faible, les pores capillaires sont encore saturés en eau jusqu'à la surface. La diffusion et le transport hydrique du calcium peuvent donc se poursuivre. Il en résulte une surface recouverte par une quantité d'efflorescences plus importante que dans le cas d'un séchage rapide.

Pour la suite de l'étude, la durée de séchage a été fixée à 5 h soit une vitesse de séchage imposée de 10 % HR.h<sup>-1</sup>.

### **3.4. Optimisation de la température**

L'influence de la température a été étudiée dans la gamme 7-30°C. Les résultats sont présentés sur la figure 8. Le taux de recouvrement par les efflorescences augmente de 41 % à 74 % lorsque la température croît de 7 à 11°C. Ensuite, il diminue d'un facteur 5 lorsque la température dépasse 16°C. Le maximum d'efflorescences est obtenu pour une température comprise entre 11 et 16°C.

Ces résultats sont en accord avec les observations empiriques. En effet, le maximum d'efflorescences constaté sur chantiers se produit, en général,



durant la période automnale et printanière [6]. La réduction des efflorescences pour les températures inférieures à 11°C peut s'expliquer par le ralentissement de la diffusion des ions dans les pores capillaires. La quantité de CaCO<sub>3</sub> susceptible de précipiter est alors limitée. Par ailleurs, dans ces conditions, les réactions d'hydratation du ciment sont ralenties et la quantité d'hydrates précipités est moindre [13]. Il en résulte des pores larges [7] qui ne sont pas favorables à la formation des efflorescences [14]. Lorsque la température est élevée, les réactions d'hydratation sont plus rapides. En conséquence, la quantité d'hydrates précipités est très importante, réduisant de manière significative le diamètre d'entrée des pores et ainsi le transport des espèces [11]. Seuls les pores dont la taille est comprise entre 0,1 et 1 µm sont favorables à la formation des efflorescences [14].

Dans le test d'efflorescences définitif, la température sera fixée à 16°C.

### **3.5. Influence de l'avancement des réactions l'hydratation du ciment**

Afin d'étudier l'effet de l'avancement des réactions d'hydratation sur l'apparition des efflorescences, la durée de cure, période d'hydratation préalable au test, a été étudiée entre 4 et 18 h. Trois domaines peuvent être décrits sur la figure 9. Le premier correspond à des temps de cure compris entre 4 et 8 h d'hydratation. Il constitue un plateau durant lequel le recouvrement est maximum et environ égal à 0,7. Le second domaine,

associé à une forte décroissance de la quantité d'efflorescences sur l'échantillon, correspond à des durées de cure comprises entre 8 et 12 h. Enfin, le dernier domaine coïncide avec une période où la surface recouverte d'efflorescences est insensible à la durée de cure ( $S_{\text{CaCO}_3} \approx 0,36$ ).

Ces résultats mettent en évidence le rôle important du degré d'avancement de l'hydratation du ciment sur l'apparition des efflorescences primaires. Lors du processus d'hydratation, deux des principaux facteurs agissant sur la formation des efflorescences, la composition de la solution interstitielle [5] et la porosité [14], évoluent avec le temps [7, 15, 16, 17]. Lors de la précipitation des hydrates, la solution interstitielle s'appauvrit en ions  $\text{Ca}^{2+}$  et la porosité totale diminue. En effet, la porosité totale des échantillons, mesurée par porosimétrie d'intrusion au mercure, était de 45 % et 34 % respectivement pour 6 h et 18 h d'hydratation. La figure 10 montre par ailleurs que les pores capillaires de diamètre 1  $\mu\text{m}$ , favorables à la formation des efflorescences [14], s'affinent au cours de l'hydratation. Au bout de 18 h d'hydratation, ces pores ont totalement disparus, abaissant sensiblement la susceptibilité du ciment aux efflorescences primaires.

#### **4. Caractérisation des efflorescences**

La caractérisation du dépôt blanc par diffraction des rayons X indique que le sel formé est du carbonate de calcium qui cristallise sous le polymorphe calcite (Fig. 11). L'épaisseur du dépôt a été évaluée à 20  $\mu\text{m}$  par diffraction des rayons X sous faible incidence. La morphologie des précipités de carbonate de calcium artificiels et naturels a été observée par MEB (Fig. 12). Les cristaux d'efflorescences "artificielles" apparaissent plus gros (1-2  $\mu\text{m}$ ) et plus uniformes que les cristaux naturels (0,5  $\mu\text{m}$ ). Cette différence peut être expliquée par les conditions de formation des efflorescences naturelles. En effet, d'après les données climatiques recueillies lors de leur formation, la température était variable et inférieure à celle utilisée au cours du test d'efflorescences. Or le carbonate de calcium présente une solubilité plus élevée lorsque la température diminue. Dans les conditions naturelles, la concentration de ce dernier dans le film d'eau formé à la surface de l'échantillon était donc supérieure lors de sa précipitation. La germination a alors été favorisée au détriment de la croissance des cristaux.

## **5. Utilisation du test d'efflorescences**

Cette partie a vocation de montrer la pertinence de ce test et de la méthode de quantification présentée. Deux produits commerciaux ( $P_1$  et  $P_2$ ), à base de métakaolin, susceptibles de réduire les efflorescences [18, 19], ont été testés selon la procédure mise au point précédemment (16°C, palier de 27 h à 99 %

HR, séchage en 5 h). Les échantillons ont été préparés en substituant une partie du ciment par  $P_1$  ou  $P_2$ .

La figure 13 représente l'évolution de la fraction surfacique recouverte d'efflorescences en fonction de la teneur en  $P_1$  ou  $P_2$ . Il est clair que lorsque la teneur en  $P_1$  ou  $P_2$  augmente, la surface recouverte d'efflorescences diminue.  $s_{CaCO_3}$  est divisée par 4 lorsque 15 % du ciment est substitué par  $P_1$ . À l'aide de la méthodologie développée, il est également possible de tester l'efficacité de produits anti-efflorescences. Il apparaît sur la figure 13 que le produit  $P_1$  est plus efficace que le produit  $P_2$  pour inhiber l'apparition des efflorescences. En effet, à teneur équivalente, la surface recouverte de carbonate de calcium est toujours inférieure avec  $P_1$ . La méthodologie mise au point permet donc d'évaluer l'efficacité des produits anti-efflorescences.

## 6. Conclusion

L'objectif de ce travail consistait en la mise au point d'une procédure d'élaboration et de quantification des efflorescences primaires sur les matériaux cimentaires. La méthode a été optimisée de façon à favoriser le phénomène d'efflorescences. Pour les paramètres testés, les valeurs suivantes ont été retenues :

- une cure de 6 h sous atmosphère d'azote saturée en vapeur d'eau,
- un palier de 27 h à 99 % HR,

- un séchage à 10 % HR.h<sup>-1</sup>, de 99 à 50 % HR,
- une température constante de 16°C.

Ce test a été couplé à une méthode de quantification numérique de l'intensité des efflorescences par spectrocolorimétrie. La fraction surfacique recouverte d'efflorescences ( $S_{CaCO_3}$ ) a pu être calculée à partir de la clarté des échantillons.

Il a été constaté que la présence d'un film d'eau sur l'échantillon et un séchage lent sont des facteurs primordiaux pour l'apparition des efflorescences. Ces conditions semblent être favorables au transport des ions (transport hydrique et diffusion) à la surface. De plus, pour un rapport E/C donné, la formation des efflorescences est fortement influencée par l'avancement des réactions d'hydratation. Enfin, la potentialité de ce test à évaluer l'efficacité de produits dits anti-efflorescences sur la réduction des efflorescences a été démontrée.

## Références

- [1] T. Ritchie, Efflorescence, Digest de la Construction au Canada, Institut de Recherche en Construction, Conseil National de Recherches, Canada, 1961
- [2] J. Bensted, Efflorescence: prevention is better than cure, *Concrete* **34** (2000) 40-41
- [3] H. Brocken, T.G. Nijland, White efflorescence on brick masonry and concrete masonry blocks, with special emphasis on sulfate efflorescence on concrete blocks, *Const. Build. Mater.* **18** (2004) 315-323
- [4] M. Nehdi, M. Hayek, Behavior of blended cement mortars exposed to sulfate solutions cycling in relative humidity, *Cem. Concr. Res.* **35** (2005) 731-742
- [5] C. Dow, F.P. Glasser, Calcium carbonate efflorescence on Portland cement and building materials, *Cem. Concr. Res.* **33** (2003) 147-154
- [6] G. Bolte, W. Dienemann, Efflorescence on concrete products – causes and strategies for avoidance, *ZKG Int.* **57** (2004) 78-86
- [7] V. Baroghel-Bouny, Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons. Méthodes, analyses, interprétations, LCPC, 1994
- [8] L. Pel, H. Huinink, K. Kopinga, R.P.J. Van Hees, O.C.G. Adan, Efflorescence pathway diagram: understanding salt weathering, *Const. Build. Mater.* **18** (2004) 309-313
- [9] Efflorescences et exsudations, Dossier Ciment 5, 1995

- [10] T. Vickers, M. Moukwa, Evaluation of test methods and environmental conditions to promote efflorescence formation under laboratory conditions, *J. Test. Eval.* **24** (1996) 80-83
- [11] L. Hennetier, J.V. Almeida, A.M.S. Correia, V.M. Ferreira, Efflorescence and its quantification in ceramic building materials, *Brit. Ceram. T.* **100** (2001) 72-76
- [12] Analyse des couleurs, parlons clair,  
<http://www2.konicaminolta.eu/eu/Measuring/pcc/>
- [13] A. Plassais, Nanoporosité, texture et propriétés mécaniques de pâtes de ciments, Thèse, Université Paris 6, France, 2003
- [14] J. Baron, R. Sauterey, Durabilité des bétons - La durabilité des produits en béton, Presses Ponts et chaussées, 1996
- [15] P. Barret, D. Bertrandie, Fundamental hydration kinetic features of the major cement constituents:  $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  and  $\beta\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ , *J. Chim. Phys.* **83** (1986) 765-775
- [16] D. Damidot, D. Sorrentino, D. Guinot, Factors influencing the nucleation and growth of the hydrates in cementitious systems: an experimental approach, RILEM Publications, 1997
- [17] M. Frías, J. Cabrera, Pore size distribution and degree of hydration of metakaolin-cement pastes, *Cem. Concr. Res.* **30** (2000) 561-569

[18] P. Bredy, Étude de la microstructure des liants pouzzolaniques de synthèse. Utilisation de la porosimétrie au mercure, Thèse, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France, 1990

[19] R. Siddique, J. Klaus, Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete: A review, *Appl. Clay Sci.* **43** (2009) 392-400



**Figures et légendes :**

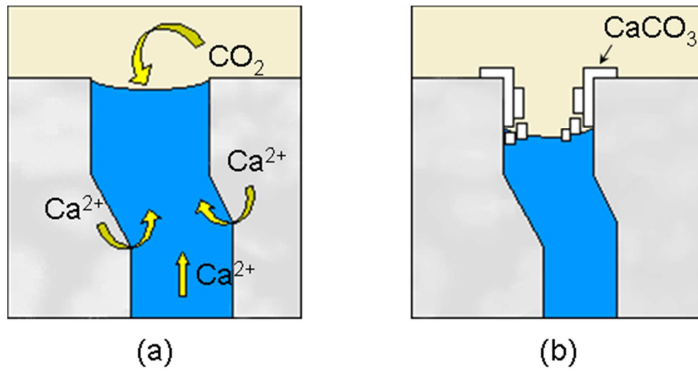


Fig. 1. Mécanisme d'apparition des efflorescences [5]. (a) étape de dissolution, (b) étape de précipitation.

Fig. 1. Efflorescence forming process [5]. (a) dissolution step, (b) precipitation step.

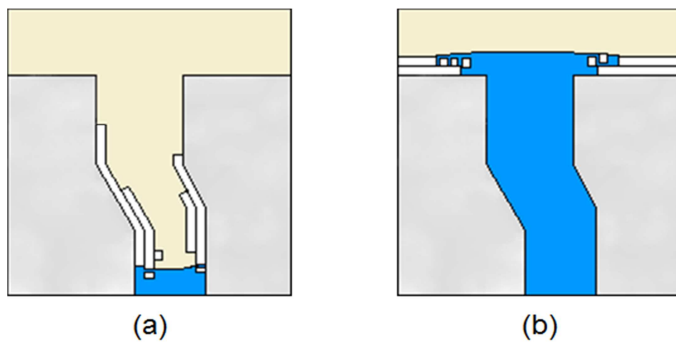


Fig. 2. Influence des conditions climatiques sur la formation des efflorescences, (a) séchage rapide; (b) séchage lent.

Fig. 2. Influence of climatic conditions on the formation of efflorescences, (a) fast drying; (b) slow drying.

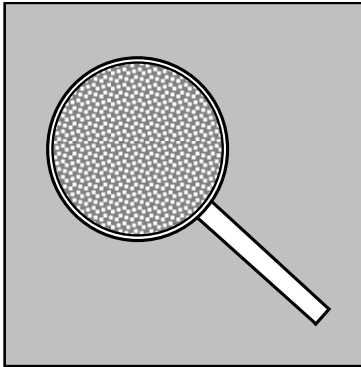


Fig. 3. Représentation schématique d'une surface recouverte d'efflorescences.

Fig. 3. Schematic representation of a surface covered with efflorescences.

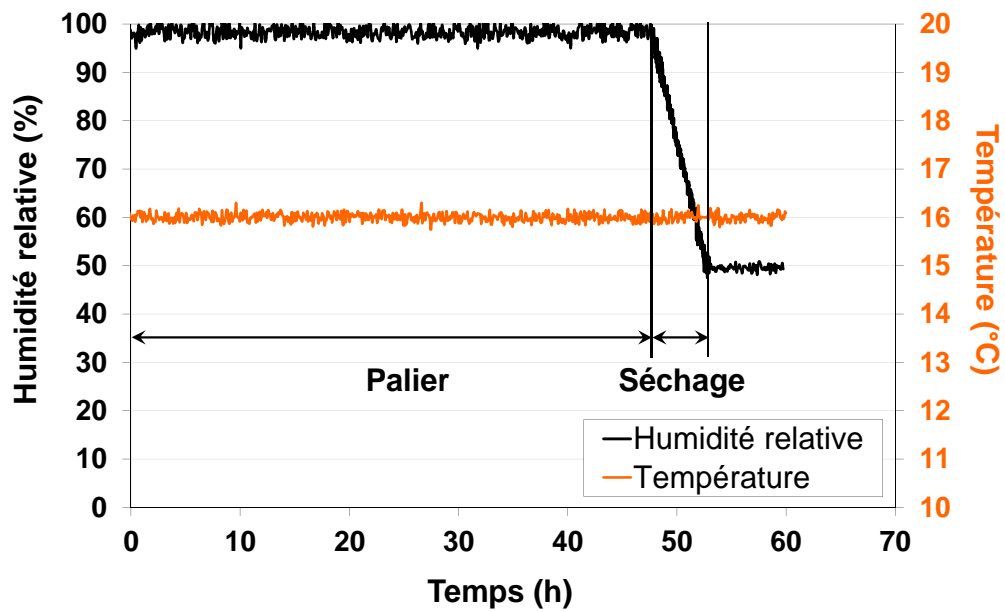


Fig. 4. Évolution de l'humidité relative et de la température dans l'enceinte climatique durant le test préliminaire.

Fig. 4. Evolution of relative humidity and temperature in the climatic chamber during the preliminary test.

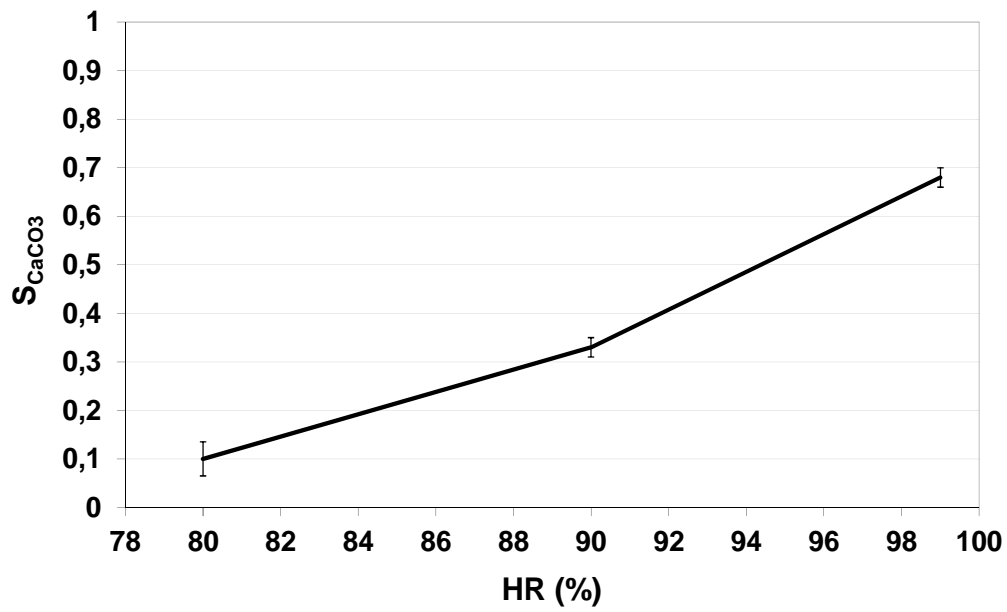


Fig. 5. Influence de l'HR du palier sur la surface recouverte par les efflorescences.

Fig. 5. Influence of RH on efflorescence rate.

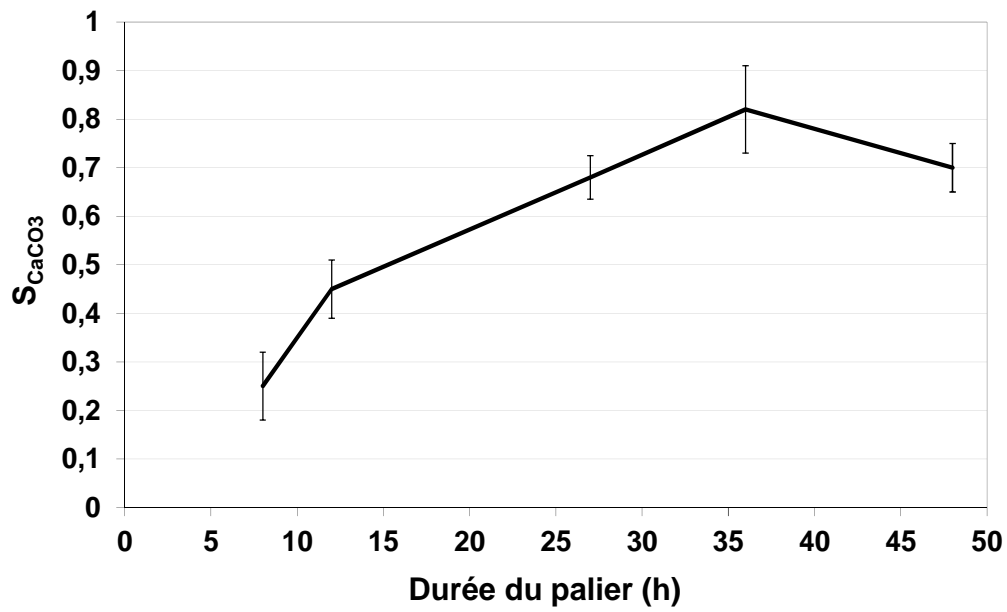


Fig. 6. Influence de la durée du palier, à 99 % HR, sur la surface recouverte par les efflorescences.

Fig. 6. Influence of hold time at 99% RH, on the efflorescence rate.

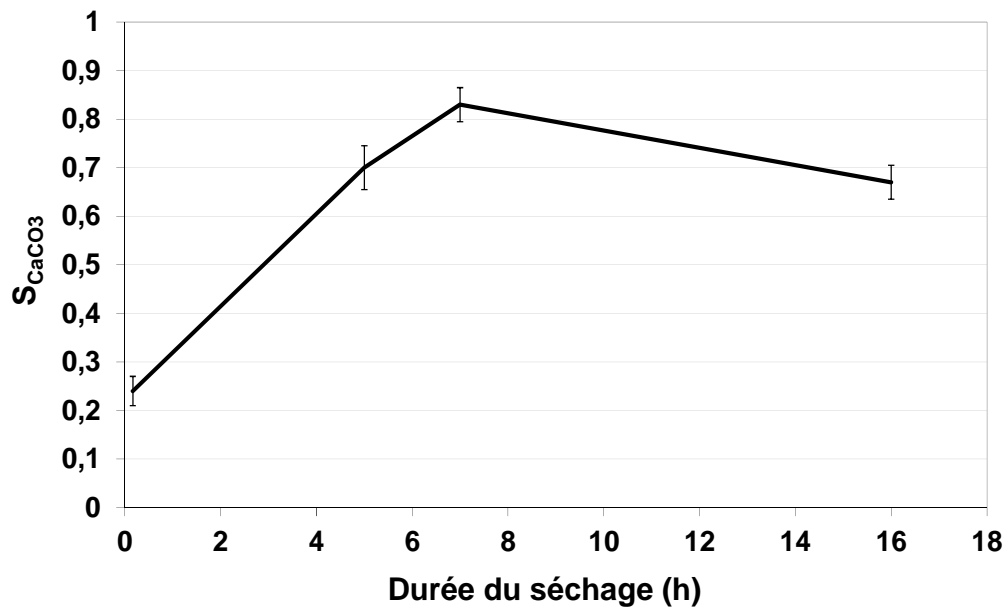


Fig. 7. Influence de la durée du séchage sur la surface recouverte par les efflorescences.

Fig. 7. Influence of drying time on efflorescence rate.

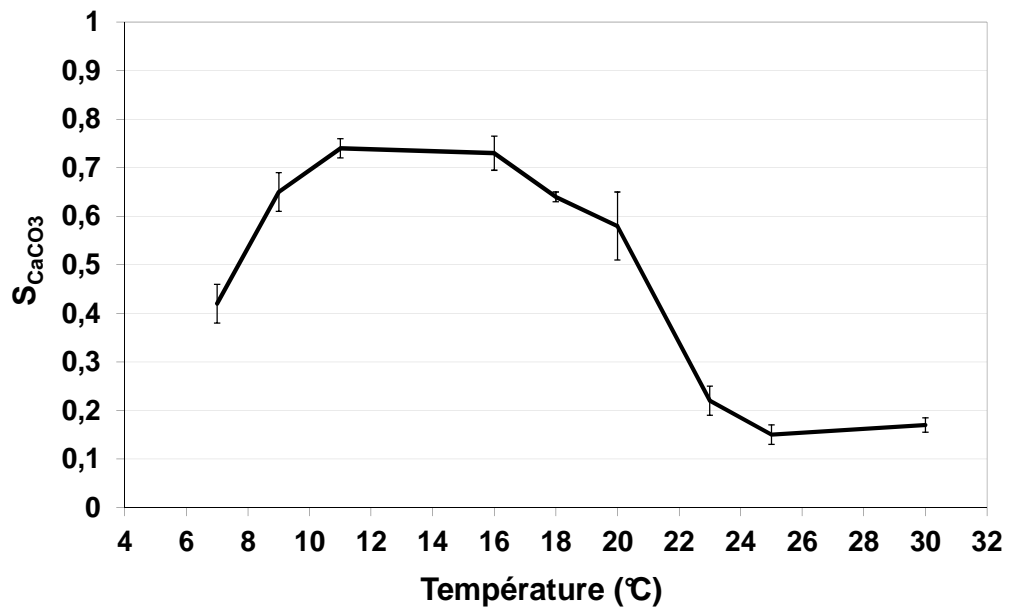


Fig. 8. Influence de la température sur la surface recouverte par les efflorescences.

Fig. 8. Influence of temperature on efflorescence rate.



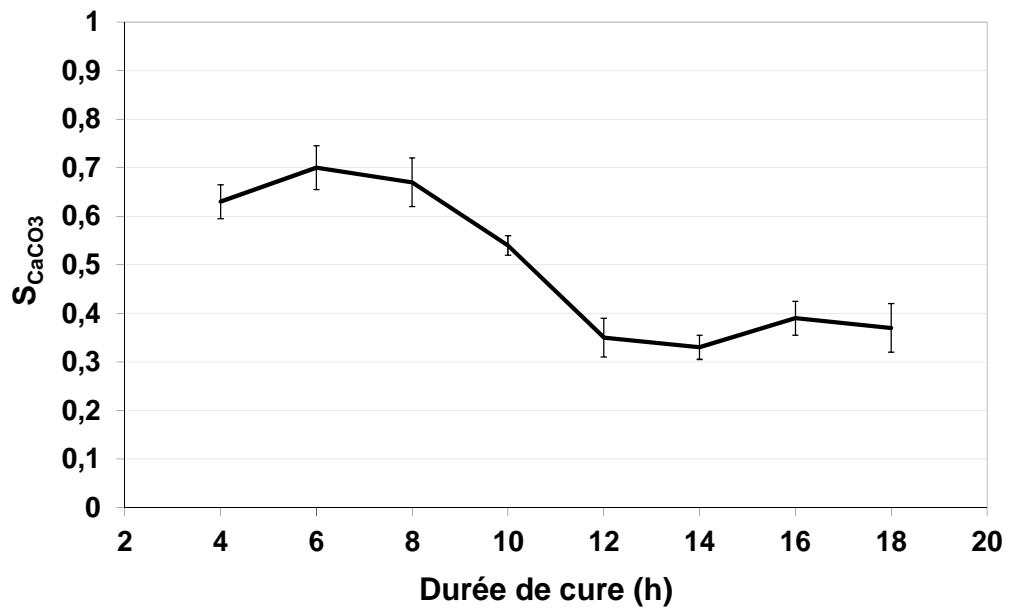


Fig. 9. Influence de la période de cure sur la surface recouverte par les efflorescences.

Fig. 9. Influence of hydration duration on efflorescence rate.

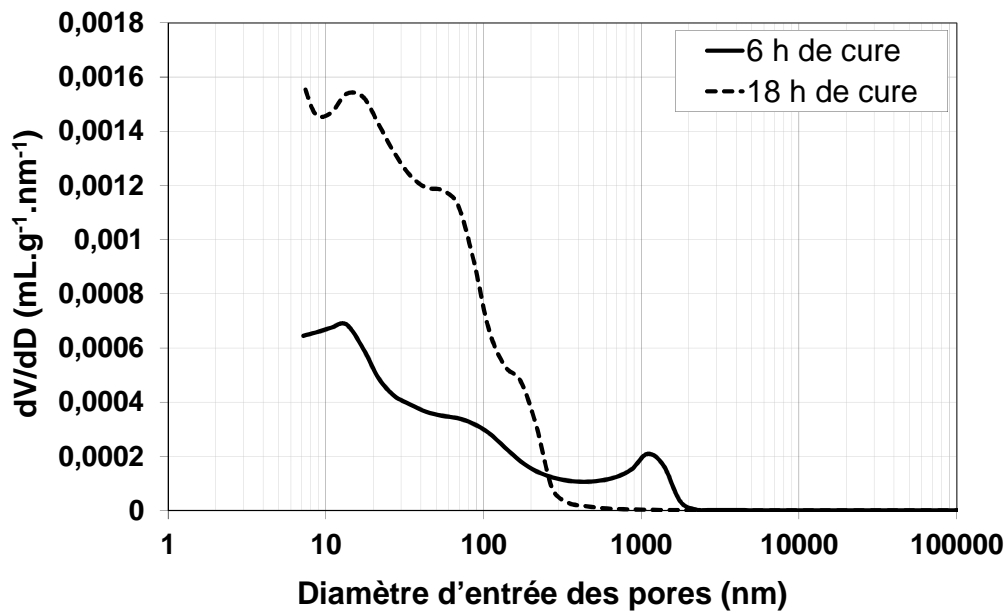


Fig. 10. Évolution de la distribution en taille de pores en fonction de la durée de la cure.

Fig. 10. Evolution of the size distribution of pores according to the hydration duration.

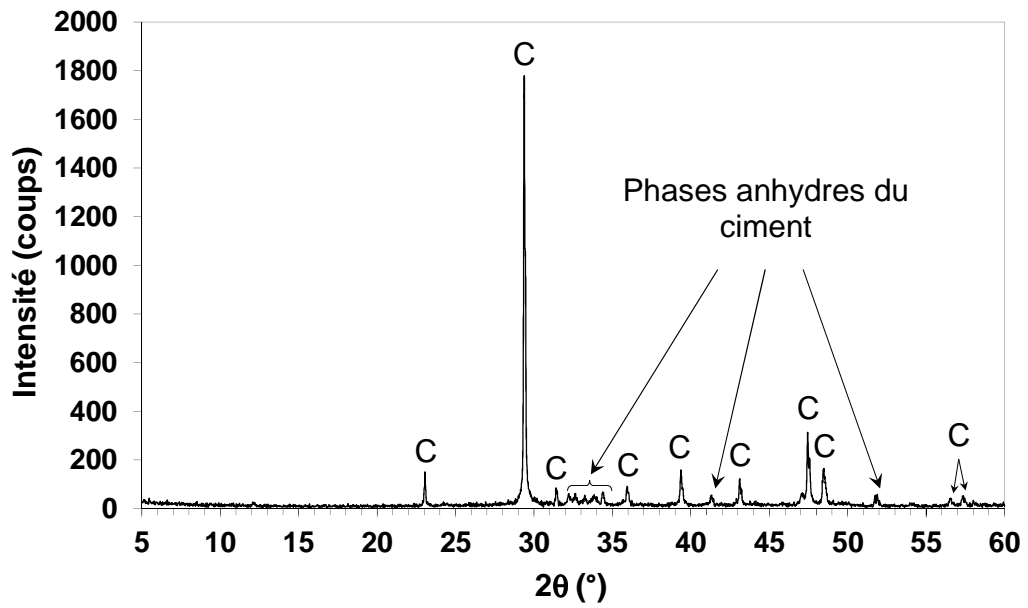


Fig. 11. Diffraction des RX d'un échantillon de ciment recouvert d'efflorescences. C=calcite.

Fig. 11. XR Diffraction of a cement sample covered with efflorescences. C=calcite.

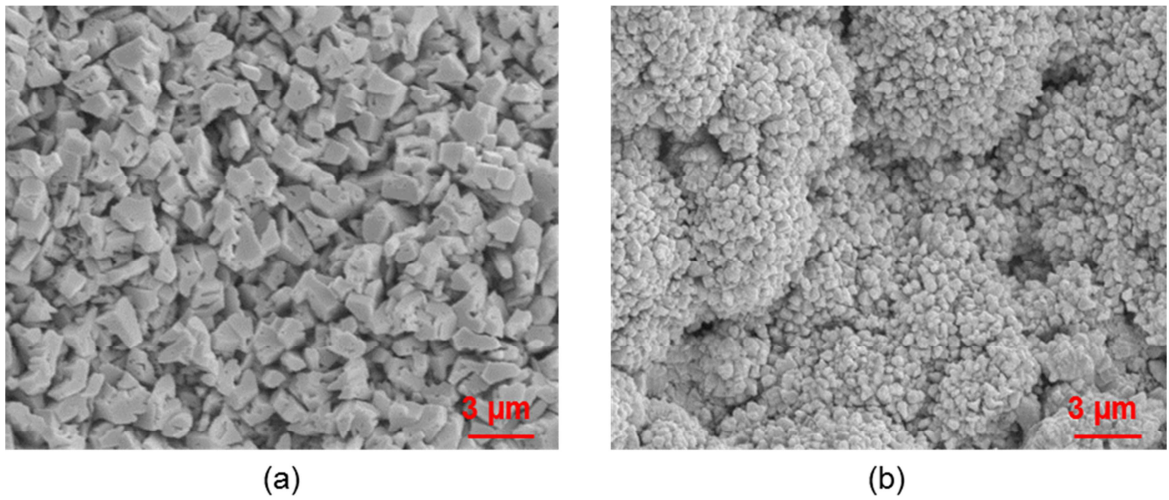


Fig. 12. Observation des efflorescences par MEB, (a) Conditions artificielles (b) Conditions naturelles.

Fig. 12. SEM image of efflorescences, (a) Artificial conditions (b) Natural conditions.

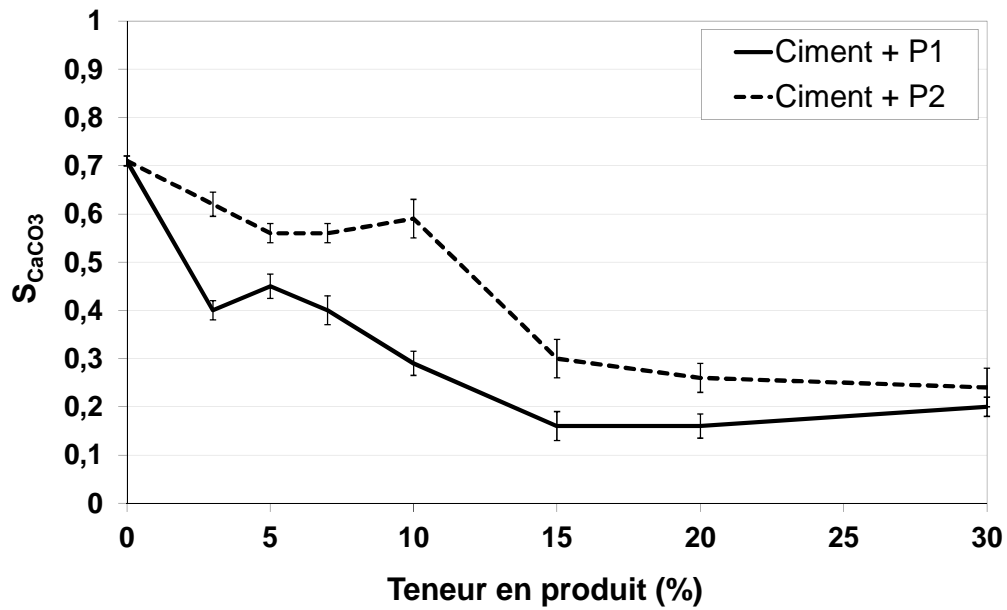


Fig. 13. Évolution de la fraction surfacique des échantillons recouverte par les efflorescences en fonction de la teneur en produit pouzzolanique ( $P_1$  et  $P_2$ ).

Fig. 13. evolution of the sample rate covered by the efflorescences depending on the content of pozzolanic product ( $P_1$  and  $P_2$ ).