



HAL
open science

Nouvelle méthode d'évaluation des attaques sulfatiques externes : analyse des changements microstructuraux à partir de données macroscopiques

Georges Massaad, Emmanuel Rozière, Ahmed Loukili, Laurent Izoret

► **To cite this version:**

Georges Massaad, Emmanuel Rozière, Ahmed Loukili, Laurent Izoret. Nouvelle méthode d'évaluation des attaques sulfatiques externes : analyse des changements microstructuraux à partir de données macroscopiques. Rencontres Universitaires de Génie Civil, May 2015, Bayonne, France. hal-01167583

HAL Id: hal-01167583

<https://hal.science/hal-01167583>

Submitted on 24 Jun 2015

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.

Nouvelle méthode d'évaluation des attaques sulfatiques externes : analyse des changements microstructuraux à partir de données macroscopiques

G. Massaad¹, E. Rozière², A. Loukili³, L. Izoret⁴

¹ Institut de recherche en génie civil et mécanique GeM, georges.massaad@ec-nantes.fr

² Institut de recherche en génie civil et mécanique GeM, emmanuel.roziere@ec-nantes.fr

³ Institut de recherche en génie civil et mécanique GeM, ahmed.loukili@ec-nantes.fr

⁴ Association technique de l'industrie des liants hydrauliques ATILH, l.izoret@atilh.fr

RÉSUMÉ. *A partir de paramètres relativement faciles à obtenir tels que la masse, la pesée hydrostatique et la quantité d'ions OH⁻ lixiviés, nous sommes capables d'estimer les évolutions microscopiques d'éprouvettes en mortier immergées dans une solution sulfatée agressive. Sans recourir à des analyses microscopiques coûteuses, la méthode d'évaluation développée dans ce travail permet d'estimer les masses volumiques des minéraux lixiviés et précipités, la quantité de granulats décrochés et l'évolution de la porosité et de la fissuration dans les éprouvettes pendant l'attaque sulfatique. A partir de ces informations, nous traçons les courbes des variations volumiques relatives correspondant aux quatre principaux phénomènes de l'attaque sulfatique : la lixiviation, la précipitation, le décrochement des granulats et la fissuration en fonction du temps. Cela permet de reconstruire le scénario de l'attaque sulfatique, de mieux comprendre les mécanismes de dégradation dans le but d'améliorer les essais performantiels utilisés et les matériaux résistant aux attaques sulfatiques.*

ABSTRACT. *Based on the monitoring relatively simple parameters such as mass, hydrostatic weighing, and the amount of leached OH⁻, we are able to estimate the microscopic evolutions of mortar samples immersed in aggressive sulphate solution. Without expensive microscopic analysis, the monitoring strategy developed in this study allows estimating the density of the leached and precipitated minerals, the amount of lost aggregates, and the evolution of porosity and cracking during the sulphate attack. Using these informations, we draw the relative volume variations corresponding to the four principal phenomena of the sulphate attack: leaching, precipitation, aggregate loss and cracking as a function of exposure time. These evolutions highlight the scenario of sulphate attacks, thus the mechanisms of degradation are better understood and performance tests and sulfate resisting materials can be developed.*

MOTS-CLÉS : *Stratégie de suivi, attaque sulfatique, mécanisme de dégradation.*

KEY WORDS: *Monitoring strategy, Sulphate attack, Mechanism of degradation.*

1. Introduction

Les sulfates présents dans les eaux souterraines ou les sols affectent sérieusement la durabilité des structures en béton. L'interaction entre la solution sulfatée et la matrice cimentaire conduit à la formation d'ettringite et de gypse sous la surface du matériau cimentaire en contact avec la solution agressive [PLA 06][MAL 04]. Par ailleurs à une température inférieure à 5°C la thaumasite peut également se former. L'attaque sulfatique entraîne l'augmentation de la porosité, la perte de résistance et la fissuration du béton suite à l'altération du silicate de calcium hydraté (CSH). Les réactions chimiques générales impliquées dans l'attaque de sulfate externe ont été décrites dans plusieurs travaux antérieurs [COH 88].

La nature complexe de l'attaque des sulfates a conduit à de nombreuses théories concernant son mécanisme, la difficulté étant de relier les réactions chimiques aux variations des propriétés mécaniques des échantillons lors de l'attaque sulfatique. Différentes théories parfois contradictoires tentent d'expliquer les mécanismes de la fissuration et de l'expansion macroscopique : augmentation du volume solide [TAY 89], réactions topo-chimiques [ROW 00], gonflement [THO 54] ou pression de cristallisation [DIA 96]. Mais nous sommes encore incapables d'évaluer l'expansion à partir des réactions chimiques. Pour une meilleure compréhension des mécanismes de l'attaque sulfatique, la recherche s'est orientée vers les analyses microscopiques et notamment les techniques SEM, EDS et DRX pour évaluer les variations minéralogiques de la matrice cimentaire [CHA 10] [SAN 02] voire identifier et localiser les phases secondaires de sulfate telles que l'ettringite et le gypse dans les CSH internes et externes [YU 13]. Au niveau microscopique, à proximité de la surface de l'échantillon soumis à la solution de sulfate agressive, on peut distinguer trois zones de dégradation de compositions minéralogiques variables en fonction des taux de lixiviation et précipitation des minéraux [PLA 02]. Dans plusieurs travaux les observations microscopiques sont combinées aux suivis macroscopiques et physiques des éprouvettes : suivi de la longueur, la masse, le module dynamique. Cependant cela revient à observer les conséquences de l'attaque du sulfate sans pouvoir discerner les causes de la réduction des propriétés mécaniques des corps d'épreuve pendant l'attaque sulfatique.

Les chercheurs ont montré la nécessité d'un effort continu pour mieux comprendre l'attaque sulfatique et établir le lien entre les variations chimiques et mécaniques entraînées par cette attaque afin de pouvoir écrire un scénario complet régissant ses mécanismes. Dans ce contexte, nous introduisons une nouvelle approche de suivi nous permettant de voir l'attaque sulfatique sous un autre angle et de mettre en lumière de nouveaux éléments de ses mécanismes. Avec cette stratégie, à partir de paramètres courants (suivis de masse et des ions OH^- lixiviés) et de la pesée hydrostatique, on est capable d'estimer la nature des minéraux lixiviés et précipités, la variation de la porosité et d'autres évolutions entraînées par l'attaque sulfatique. Cette nouvelle approche pourrait être utilisée pour relier la variation des propriétés chimiques et mécaniques pendant l'attaque sulfatique et rendre plus clairs les mécanismes de dégradation, pour ensuite développer des matériaux cimentaires durables résistants à l'attaque sulfatique.

2. Programme expérimental

Le développement de la stratégie de suivi de l'attaque sulfatique au laboratoire repose sur une étude expérimentale à double finalité : premièrement l'amélioration des essais performantiels existants afin d'y intégrer de nouveaux paramètres de suivi plus fiables et pertinents, deuxièmement mieux comprendre le scénario de l'attaque sulfatique.

2.1. Essai utilisé

L'essai d'attaque sulfatique utilisé, fruit des travaux effectués au Laboratoire GeM [ELH 12], consiste à plonger les éprouvettes à tester dans un béccher rempli d'eau sulfatée de concentration 3 g/l en SO_4^{2-} et à pH et température régulés à 7.5 et 20°C respectivement. La régulation du pH se fait par ajout d'acide nitrique à 0.5 mol/l à l'aide d'un titrateur contrôlant automatiquement le débit d'acide ajouté de manière obtenir un pH constant même en présence de la lixiviation des hydrates de la matrice cimentaire. La régulation de la température de la solution se fait par la circulation d'un liquide à température contrôlée dans les bécchers à double parois contenant la solution sulfatée.

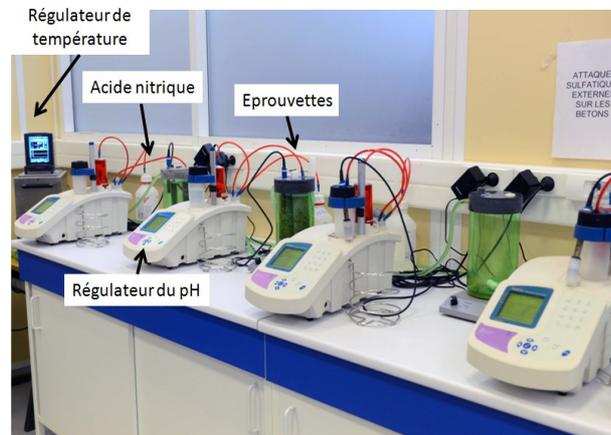


Figure 1. *Dispositif expérimental.*

2.2. Matériaux

Les essais sont effectués sur des mortiers constitués de ciment Portland CEM I (non garanti résistant aux sulfates) et de sable normalisé (EN 196 - 1) avec un rapport E/C de 0,6. La somme des volumes d'eau et de ciment sont identiques à ceux du mortier normalisé.

Tableau 1. *Composition du mortier.*

	Eau	Ciment	Sable
Quantité pour une gâchée (g)	241	400	1350

Les éprouvettes cylindriques de diamètre 2 cm et de longueur 16 cm sont conservées dans l'eau saturée en chaux pendant 28 jours avant leur exposition à l'attaque sulfatique. Les éprouvettes témoins sont plongées dans de l'eau de robinet pour pouvoir suivre la continuation de l'hydratation et son effet sur les paramètres suivis pendant l'attaque sulfatique. Cela nous permettra ensuite de découpler les évolutions de la matrice cimentaire dues à l'attaque sulfatique et celles dues à l'hydratation.

3. Principe de la stratégie de suivi

Les phénomènes principaux impliqués dans l'attaque sulfatique externe sur une matrice cimentaire sont la précipitation et la lixiviation des minéraux, le décrochement des granulats et la fissuration entraînant la réduction de la résistance mécanique. Ces phénomènes se produisent simultanément et de manière couplée au cours de la dégradation. Ainsi les paramètres suivis sur les différents niveaux macroscopiques et intermédiaires se montrent incapables seuls de décrire le scénario des évolutions revenant à chaque phénomène mais ils donnent les évolutions résultantes des phénomènes couplés. Une meilleure compréhension de ces quatre phénomènes et de leurs participations à la variation des différents paramètres suivis nécessite donc le développement d'une stratégie de suivi permettant le découplage de ces différents phénomènes, sans avoir recours à de coûteux moyens d'analyse de la microstructure.

Dans la stratégie de suivi décrite dans la Figure 2 on se limite aux quatre paramètres de suivi. Certains sont en relation directe avec un des 4 phénomènes évoqués précédemment et d'autres sont en relation avec deux ou plusieurs de ces phénomènes. Par exemple l'évolution de la masse est influencée par les 4 phénomènes, ce qui fait de la masse un paramètre riche à suivre. Cependant en cas de compensation entre gain et perte de masse la variation de masse semble inexistante, ce qui met en lumière l'importance du choix des paramètres à suivre pendant l'attaque sulfatique de manière à tenir compte de toutes les variations entraînées par la dégradation et être capable de détecter plusieurs évolutions contradictoires.

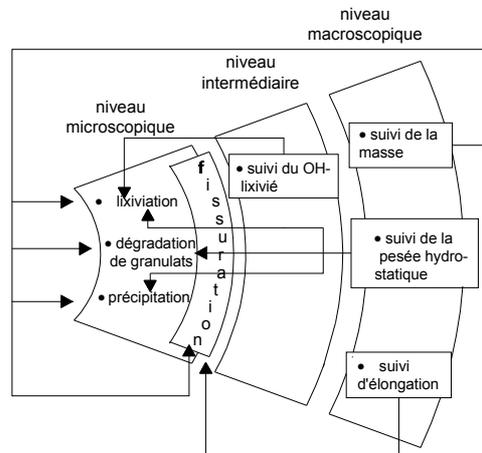


Figure 2. *Eléments de la stratégie*

Avec ces différents niveaux de dépendance, les combinaisons entre les différents paramètres nous permettront de résoudre le problème progressivement pour finir par quantifier les évolutions entraînées par chaque phénomène au niveau de chaque paramètre de suivi et ensuite accéder aux évolutions au niveau microscopique (variations massiques et volumiques correspondant aux différents phénomènes ; relations entre fissuration, pression de cristallisation et élongation, etc.) jusqu'ici rendues inaccessibles par le couplage entre les phénomènes. Ainsi en découplant les 4 phénomènes et les évolutions qu'ils engendrent on est plus capable d'établir un scénario du mécanisme d'attaque sulfatique. De même, on peut déduire de cette étude de nouveaux paramètres pertinents, robustes et faciles à suivre au niveau industriel dans le cas des essais performantiels sur les attaques sulfatiques.

3.1. Etablissement du bilan de masse

Pour des finalités industrielles on a intérêt de minimiser le nombre de paramètres suivis et rendre la stratégie de suivi la moins compliquée possible tout en gardant l'efficacité, la fiabilité et la pertinence du suivi développé. À cet effet parmi les 4 paramètres de suivi cités auparavant, on fonde la méthode d'évaluation (Figure 2) sur le suivi de la masse, la pesée hydrostatique et le OH^- lixivié afin d'interpréter les évolutions microscopiques correspondants aux phénomènes moteurs de l'attaque sulfatique.

Dans un premier lieu pour simplifier le problème on n'évoque pas la poursuite de l'hydratation pendant l'essai d'attaque sulfatique et les variations de masse qu'elle entraîne. Disposant de données expérimentales sur la variation de masse des éprouvettes témoins plongées dans l'eau de robinet, due à l'hydratation, on peut retrancher ces variations de celles observées au niveau des éprouvettes soumises à l'attaque sulfatique pour obtenir ΔM et ΔP mentionnées dans ce qui suit. Ainsi on a découplé l'hydratation et les 4 autres phénomènes physiques recherchés.

Suivant l'équation 1 la variation de masse est le résultat de la variation de masse entraînée par l'attaque sulfatique sur les deux phases liquide et solide de l'éprouvette.

$$\Delta M = \Delta M_{\text{poro}} + \Delta M_{\text{sol}} \quad [1]$$

3.1.1. Variation de la phase liquide

Dans le bilan de la variation de masse le calcul des variations engendrées par la lixiviation, la dégradation des granulats et la précipitation des minéraux est relativement moins compliquée que le calcul des variations de masse engendrée par la variation de la phase liquide dans l'éprouvette. En général on résume l'attaque sulfatique par les 4 phénomènes cités précédemment. Mais la manifestation de ces phénomènes et leurs effets sur la variation de la phase liquide dépendent de la zone de l'éprouvette concernée et de sa position par rapport à la solution agressive extérieure. Pour mieux gérer la variation de la phase liquide dans le bilan de masse qu'on va suivre on fait la distinction entre ces 3 zones. La Zone 1 présente la partie la plus dégradée de l'éprouvette qui est en contact direct avec la solution sulfatée extérieure. Dans cette zone la lixiviation et la dégradation des granulats sont les phénomènes les plus notables. Dans la Zone 2 en plus de la lixiviation et en raison de la présence d'un pH plus élevé que celui de la Zone 1, la précipitation de minéraux sulfatés a lieu engendrant la fissuration de la matrice cimentaire provoquée par les pressions de cristallisation. Les fissures signalées dans la

Zone 2 se déclenche à partir de la Zone 3 saine qui n'est pas encore concernée par la lixiviation et la précipitation.

Tableau 2. Zones de dégradation.

Zone 1	Zone 2	Zone 3
Lixiviation	lixiviation	-
Décrochement des granulats	-	-
-	Précipitation	-
Fissuration	Fissuration	Fissuration

En prenant en considération les phénomènes mentionnés dans le Tableau 1 et leurs manifestations dans les différentes zones on calcule la variation de volume 4, fortement liée à la variation de la phase liquide, à la base des variations de la masse 2 et de la pesée hydrostatique 2.

$$\Delta M = \Delta M_{lix} + \Delta M_{de.gr} + \Delta M_{prec} + \Delta M_{fis} \quad [2]$$

$$\Delta P_{hyd} = \Delta P_{hyd.lix} + \Delta P_{hyd.de.gr} + \Delta P_{hyd.prec} \quad [3]$$

$$\Delta V = \Delta M - \Delta P_{hyd} = \Delta V_{fis} + \Delta V_{lix.1} + \Delta V_{de.gr.1} \quad [4]$$

Cette méthode de détermination de la variation de volume combinant la masse et la pesée hydrostatique met en évidence les variations de volume subies par la partie solide de la Zone 1 et les variations de volume de l'eau libre dans la Zone 2 et 3 suite à l'infiltration de l'eau dans les fissures. Par contre le calcul mené précédemment montre l'insensibilité de la variation du volume global déterminé aux variations de volumes locales ayant lieu dans la Zone 2, notamment les variations dues à la lixiviation et la précipitation des minéraux. Ainsi il se peut que les fissures et les pores se remplissent ou s'élargissent par précipitation ou lixiviation des minéraux sans avoir une variation du volume global. De même il faut bien noter que ΔV_{fiss} est la variation de volume d'eau libre absolue induite par la fissuration, sans prendre en compte l'eau échangée entre les fissures et les minéraux pendant les dissolutions et les précipitations, alors le volume d'eau résultant dans les fissures diffère de ΔV_{fiss} . Ainsi, le ΔV calculé 4 correspond à la variation absolue en eau libre résultante suite à la réduction du volume absolu d'eau gagnée (en raison de la fissuration) par la dégradation de la Zone 1. Par contre pour passer au calcul de la variation du volume effectif d'eau libre dans la matrice cimentaire on prend en compte les variations de l'eau interstitielle dues aux lixiviations et précipitations de la Zone 2.

$$\Delta V_{poro} = \Delta V + \Delta V_{lix.2} + \Delta V_{prec.2} \quad [5]$$

La variation de volume calculée 5 est en relation directe avec la variation de la porosité ce qui nous donnera des informations sur la variation des propriétés de transport dans l'éprouvette pendant l'attaque sulfatique.

La quantification des volumes de minéraux lixiviés et précipités dans la Zone 2 et ensuite leur influence sur la variation du volume d'eau libre dans l'éprouvette, est impossible avec la méthode d'évaluation développée. Cependant l'insertion du paramètre $f_{lix.prec}$ nous permet de combiner les variations d'eau mises en question avec les variations dues à la fissuration et la dégradation de la surface dont on peut déterminer la variation expérimentalement pour avoir $\Delta M_{liq} = f_{lix.prec} \cdot \Delta V \cdot \rho_{eau}$. Exprimer les différentes variations en fonction de ΔV permet de faire du facteur $f_{lix.prec}$ un indicateur sur le comblement ou l'élargissement de fissures et des pores de la Zone 2 selon les taux de précipitation et de lixiviation dans cette zone. Pour une valeur de

$f_{lix.préc} < 1$ obtenue par résolution du système on peut dire que la précipitation prend le pas sur la lixiviation pour réduire la quantité d'eau libre dans la Zone 2 en local et dans l'éprouvette en général, vice versa pour des valeurs $f_{lix.préc} > 1$.

3.1.2. Variation de la phase solide

$$\Delta M_{sol} = \Delta M_{sol.lix.1et2} + \Delta M_{sol.gr.dec.1} + \Delta M_{sol.préc.2} \quad [6]$$

Les hydrates de la matrice cimentaire susceptibles de se lixivier, exposés à la solution externe sulfatée, libèrent des ions OH^- . Ayant la quantité d'acide ajoutée pour la régulation du pH à 7.5 on déduit le nombre des OH^- lixiviés N_{lix} et ensuite on estime la masse des hydrates lixiviés égale à $N_{lix} \cdot Mo_{lix}$ avec Mo_{lix} la masse molaire inconnue des minéraux lixiviés que l'on cherche à déterminer $\Delta M_{sol.lix.1et2}$.

Considérant que le décrochement des granulats est directement lié à la lixiviation des minéraux, et en absence d'informations expérimentales sur la perte de masse due au décrochement, on affecte le coefficient $f_{gr.dec}$ à la quantité calculée de minéraux lixiviés pour estimer la quantité des granulats décrochés $\Delta M_{sol.gr.dec.1}$.

De même, de la variation de la pesée hydrostatique totale mesurée expérimentalement on déduit celle due à la précipitation des minéraux $\Delta P_{hydr.préc}$ en fonction des variations de pesées hydrostatiques entraînées par la lixiviation et le décrochement des granulats. L'introduction de deux nouveaux paramètres ρ_{lix} et $\rho_{préc}$, les masses volumiques des minéraux lixiviés et précipités, s'avère nécessaire pour convertir les variations élémentaires de la pesée hydrostatique calculées en variations de masse pour obtenir $\Delta M_{sol.préc.2}$ et établir ensuite le bilan de masse correspondant aux 4 principaux phénomènes de l'attaque sulfatique :

$$\Delta M = -N_{lix} \cdot Mo_{lix} - f_{gr.dec} \cdot N_{lix} \cdot Mo_{lix} + \frac{\Delta P_{hydr.préc}}{(\rho_{préc} - \rho_{eau})} \cdot \rho_{préc} + f_{lix.préc} \cdot \Delta V \cdot \rho_{eau} \quad [7]$$

Avec:

$$\Delta P_{hydr.préc} = \Delta P_{hydr} + \frac{N_{lix} \cdot Mo_{lix}}{\rho_{lix}} \cdot (\rho_{lix} - \rho_{eau}) + f_{gr.dec} \cdot \frac{N_{lix} \cdot Mo_{lix}}{\rho_{gra}} \cdot (\rho_{gra} - \rho_{eau})$$

3.2. Calcul des paramètres inconnus intégrés dans le bilan de masse

Pour calculer les 5 paramètres intégrés dans le bilan de masse : Mo_{lix} , ρ_{lix} , $\rho_{préc}$, $f_{lix.préc}$ et $f_{gr.dec}$ on procède à la calibration de la courbe de la variation de masse calculée sur la courbe expérimentale. La meilleure corrélation des courbes expérimentales et théoriques correspond aux valeurs des paramètres donnant le minimum (moindres carrés).

Tableau 3. Valeurs optimales des paramètres.

$N_{lix} \cdot Mo_{lix}$	35 g / mol
ρ_{lix}	2.2 g / ml
$\rho_{préc}$	1.65 g/ml
$f_{lix.préc}$	0.6
$f_{sab.dec}$	0.5

Après avoir déterminé les paramètres on présente dans la partie suivante la synthèse et la signification physique de ces paramètres identifiés.

Ainsi la valeur ρ_{lix} obtenue est égale à la masse volumique de la portlandite (2.24 g/cm^3) ce qui valide l'approche du bilan massique établi précédemment. La masse molaire du minéral le plus lixivié Mo_{lix} ne semble pas correspondre à celle de la portlandite. Dans le calcul des variations de la masse due à la lixiviation, fondé sur la quantité de OH^- lixivié, on ne connaît pas le minéral et on considère que sa lixiviation libère un seul OH^- par mole, alors que la portlandite en libère 2. La masse molaire réelle du minéral le plus lixivié est donc égale à $2 \times Mo_{lix} = 70 \text{ g/mol}$ ce qui correspond à la masse molaire de la portlandite.

En présence de l'apport externe en SO_4^{2-} les aluminates de la matrice cimentaire aptes à réagir avec les sulfates forment à priori de l'ettringite et du gypse selon les conditions de l'essai adopté. A partir de la masse volumique du minéral le plus précipité pendant l'attaque sulfatique on trouve ρ_{prec} calculé correspondant à l'ettringite, ce qui valide encore une fois la fiabilité de l'approche et de la stratégie développée.

Le paramètre $f_{sab.dec}$ met en évidence l'effet du décrochement des granulats de la matrice cimentaire sur la variation de masse. La prise en compte de ce phénomène de décrochement est indispensable dans l'établissement du bilan massique et ensuite dans le calcul des paramètres intégrés. L'omission d'un tel phénomène dans le bilan de masse ne permet pas de bien évaluer les autres phénomènes. La prise en compte de tous les phénomènes influençant la variation de masse pendant l'attaque sulfatique est en effet indispensable dans le bilan de masse pour garantir l'obtention de valeurs fiables des paramètres pendant la calibration.

Suite aux fissurations, les minéraux de la matrice cimentaire sont plus facilement accessibles par l'eau externe chargée en sulfate et ensuite les précipitations et les lixiviations ont lieu dans les fissures. Les analyses et les images microscopiques issues d'études précédentes confirment cette évolution des fissures sans donner de taux de comblement ou d'élargissement des fissures à l'issue des précipitations et des lixiviations. Ainsi le paramètre $f_{lix.prec}$ constitue une des originalités de la stratégie de suivi présentée et nous permet d'estimer la quantité d'eau libre restante dans les fissures ayant un volume initial égal à ΔV , ce qui nous donne plus d'informations sur l'évolution de la microstructure notamment sa porosité et les propriétés de transport dans la matrice cimentaire.

3.3. Variation volumique microscopique

Suite à l'estimation des variations de masse correspondant aux 4 principaux phénomènes on peut par l'intermédiaire des masses volumiques connues ou précédemment déterminées des matériaux (lixiviés, précipités, ...) estimer les variations volumiques dues aux différents phénomènes de l'attaque sulfatique.

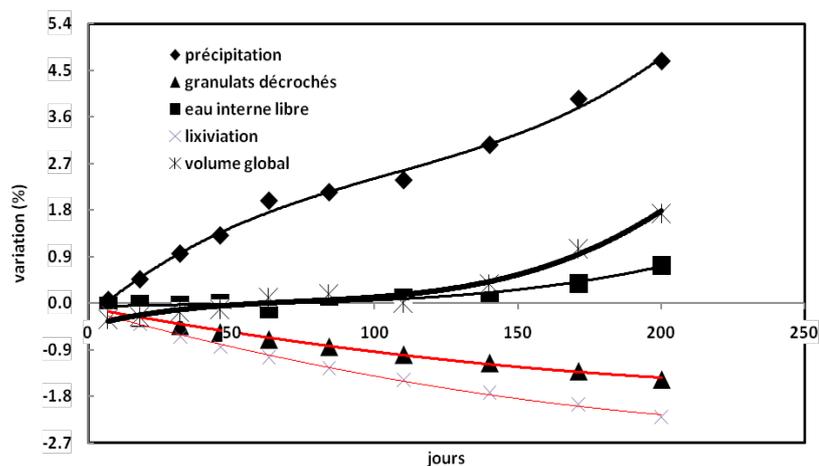


Figure 3. Variations de volume relatives

La courbe de variation du volume global (Figure 3) vient confirmer la présence de 3 phases pendant l'attaque sulfatique. Au début de l'essai, la lixiviation et le décrochement des granulats l'emportent pour donner une variation de volume négative avant de passer dans une phase d'équivalence entre le gain et la perte en volume. À la fin de cette phase d'équivalence la place cédée par de lixiviation et de décrochement ne suffit plus pour contenir les minéraux précipités, ce qui explique l'intervention de la macro-fissuration présentée par la courbe de variation de l'eau libre sur le graphe. Ainsi, en présence de la fissuration, l'augmentation de volume prend le pas sur la diminution pour donner une variation globale positive pendant la troisième phase.

4. Conclusion

A partir du suivi d'indicateurs macroscopiques et intermédiaires facilement accessibles par l'expérience, et de leur évolution au cours de l'attaque sulfatique, la méthode d'évaluation développée permet l'identification des minéraux lixiviés et précipités voire du taux de comblement des fissures, en absence des caractérisations minérales au niveau microscopique.

La stratégie Erreur : source de la référence non trouvée développée et les paramètres physiques obtenus peuvent être appliqués à n'importe quel matériau cimentaire et permettre de déterminer la nature des minéraux lixiviés ou précipités étant donnée l'absence d'hypothèses sur la nature des produits formés ou dégradés.

La capacité de suivi microscopique de la stratégie développée la rend applicable dans d'autres domaines que l'attaque sulfatique, comme le suivi d'autres attaques chimiques, le suivi de la fissuration sous sollicitations continues ou momentanées, le suivi de l'auto-cicatrisation.

5. Bibliographie

- [PLA 06] D. PLANEL, J. SERCOMBE, P. LE BESCOPE, F. ADENOT, J.M. TORRENTI, Long-term performance of cement paste during combined calcium leaching-sulfate attack: kinetics and size effect, *Cement Concr. Res.* 36 (2006) 137–143.
- [MAL 04] Y. MALTAIS, E. SAMSON, J. MARCHAND, Predicting the durability of Portland cement systems in aggressive environments-laboratory validation, *Cement Concr. Res.* 34 (9) (2004) 1579–1589.
- [COH 88] M.D. COHEN, A. BENTUR, Durability of Portland cement-silica fume pastes in magnesium sulfate and sodium sulfate solutions, *ACI Mater. J.* 85 (3) (1988) 148–157.
- [GLA 09] F.P. GLASSER, The thermodynamics of attack on Portland cement with special reference to sulfate, in: M.G. Alexander, A. Bertron (Eds.), *Proc Concrete in Aggressive Aqueous Environments, Performance, Testing and Modeling*, Toulouse, France, RILEM, 1, June 3-5 2009, pp. 3–17
- [TAY 89] H.F.W TAYLOR, Sulfate reactions in concrete — microstructural and chemical aspects, *Cement Technology (Ceramic Transactions)*, vol. 40, 1989, pp. 61–78, Westerville, OH.
- [ROW 00] P.W. BROWN, S. BADGER, The distribution of bound sulfates and chlorides in concrete subjected to mixed NaCl, MgSO₄, Na₂SO₄ attack, *Cem. Concr. Res.* 30 (2000) 1535–1542.
- [THO 54] T. THORVALDSON, Chemical aspects of the durability of cement products, *Proceedings of 3rd International Symposium on the Chemistry of Cement*, Cement and Concrete Association, London, 1954.
- [DIA 96] S. DIAMOND, Delayed ettringite formation — processes and problems, *Cem. Concr. Res.* 18 (3) (1996) 205–215.
- [YU 13] C. YU, Mechanism of expansion of mortars immersed in sodium sulfate solution, *Cem. C,cr. Res* 43 (2013) 105-111
- [PLA 02] D. PLANEL, coupled effect of secondary precipitated species on mechanical behavior and chemical degradation of concrete, *Université De Marne La Vallée*, (2002)
- [SKA 99] J. SKALNY, J. PIERCE, Sulfate attack issues, *Material science of concrete- Sulfate Attack Mechanism*, American Cerami Society, Westerville, OH, (1999), 49-64
- [KUN 09] W. KUNTER, B. LOTHENBACH, K. SCRIVENER, Influence of carbonate in sulfate environments, in: M.G. Alexander, A. Bertron (Eds.), *Proc Concrete in Aggressive Aqueous Environments, Performance, Testing and Modeling*, Toulouse, France, RILEM, 2, June 3-5 2009, pp. 498–499.
- [ELH 12] R. EL-HACHEM, E. ROZIÈRE, F. GRONDIN, A. LOUKILI, Multi-criteria analysis of the mechanism of degradation of Portland cements based mortars exposed to external sulphate attack, *Cem. Concr. Res.* 42 (10) (2012) 1327–1335.
- [CHA 10] A. CHABRÉLIE, K. SCRIVENER, Mechanism of degradation of concrete by external sulfate ions under laboratory and field conditions, *Ecole polytechnique Fédérale De Lausanne*, (2010).

[SAN 02] M. SANTHANAM, M. D. COHEN, J. OLEK, Mechanism of sulfate attack: A fresh look, Part 1: Summary of experimental results, Cement And Concrete Research, (2002), 915-921.