



**HAL**  
open science

## **Influence du vieillissement sulfatique sur la résistance mécanique et la microstructure du béton**

Ilias Mouallif, Sara Lasfar, Abdelkhalek Latrach, Mhamed Chergui, Nicolas Barbe

► **To cite this version:**

Ilias Mouallif, Sara Lasfar, Abdelkhalek Latrach, Mhamed Chergui, Nicolas Barbe. Influence du vieillissement sulfatique sur la résistance mécanique et la microstructure du béton. CFM 2013 - 21ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2013, Bordeaux, France. <hal-03441207>

**HAL Id: hal-03441207**

**<https://hal.science/hal-03441207v1>**

Submitted on 22 Nov 2021

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.



HAL Authorization

# Influence du vieillissement sulfatique sur la résistance mécanique et la microstructure du béton

I. MOUALLIF<sup>a</sup>, S. LASFAR<sup>b</sup>, A. LATRACH<sup>b</sup>, M. CHERGUI<sup>b</sup>, N. BARBE<sup>c</sup>

a. Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM), Département Génie Industriel et productique, Meknès, Maroc. E-mail : [i.mouallif@gmail.com](mailto:i.mouallif@gmail.com)

b. Ecole Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique (ENSEM), Département Génie Mécanique, Casablanca, Maroc. E-mail : [sara.lasfar@gmail.com](mailto:sara.lasfar@gmail.com)

c. Société Lyonnaise Des Eaux de Casablanca (LYDEC), Casablanca, Maroc.

## Résumé :

La détérioration des conduites d'assainissement en béton est un problème des plus importants dans l'évaluation de la durabilité des structures. L'objectif de notre travail, un protocole d'essai a été utilisé pour évaluer l'effet des milieux sulfatiques sur la propriété mécanique et analyser l'endommagement de la microstructure du béton. L'évolution de la résistance à la compression des éprouvettes vieilles, démontre une diminution importante de la résistance. Ceci est dû aux divers et complexes phénomènes de détérioration du béton. Des observations microscopiques et des analyses par rayons X à l'aide du MEB-EDX, ont été réalisées sur des échantillons du béton vierge et celui vieillis pendant différents temps de vieillissement. Ces résultats ont confirmé par des spectres EDX, la formation d'ettringite qui est produit de la réaction chimique entre le sulfate ( $SO_4^{2-}$ ) et l'aluminate tricalcique ( $C_3A$ ), développant des microfissures sur la surface des pores de la pâte de ciment.

**Mots clés:** Béton, acide sulfurique, sulfate de sodium, résistance à la compression, microstructure.

## Abstract:

The deterioration of concrete in sewer pipes is the most important problem in assessing the durability of structures. The purpose of this work is to perform an accelerated test, to evaluate the effect of environment sulfatic on the mechanical property and analyze damage to the microstructure of concrete. The evolution of the compressive strength of the specimens aged demonstrates a significant decrease in resistance. This is due to the various and complex phenomena of concrete deterioration. Microscopic observations and X-ray analysis using SEM-EDX were performed on samples of concrete virgin and aged for different aging times. These results were confirmed by EDX spectra, the formation of ettringite which is produced from the chemical reaction between the sulfate ( $SO_4^{2-}$ ) and calcium aluminate ( $C_3A$ ), developing microcracks on the surface of the pores of the cement paste.

**Keywords:** Concrete, sulfuric acid, sodium sulfate, compressive strength, microstructure.

## 1 Introduction

La détérioration du béton exposé à un environnement agressif pose des problèmes dans les conduites d'assainissement [1, 2].

Un milieu acide est l'un des environnements les plus agressifs pour le béton, comme dans les parois internes des tuyaux d'égout [1, 2]. Selon la norme NF EN 206, les environnements agressifs sont divisés aux classes d'exposition, selon le niveau d'attaque [1, 2]. Les conduits d'assainissement relèvent XA3 classe d'exposition. Cette classe d'exposition concerne les structures en béton exposées aux attaques chimiques par des ions sulfates ( $SO_4^{2-}$ ) et des agents chimiques agressifs tel que les ions d'hydrogène ( $H^+$ ) [1, 2].

La détérioration des conduites en béton est un problème majeur si leur durée de vie est moindre de 30 ans, parce que les tuyaux endommagés ont besoin d'entretien ou même de remplacement [1, 2]. Les processus conduisant à la corrosion dans les réseaux d'assainissement en béton sont très complexes. Tel que, le

dégagement d'hydrogène sulfuré peut se produire dans les réseaux d'assainissement. Ce dégagement a pour origine la décomposition en milieu anaérobie des composés du soufre contenus dans les effluents brassés ou circulant dans les ouvrages.

Les composés soufrés proviennent des sulfates et des produits organiques de types protéines végétales et animales ou de types sulfonates contenus dans les produits détergents [2].

La réduction de ces composés est due à l'action de bactéries anaérobies sulfato-réductrices et nécessite un milieu pauvre en oxygène ( $O_2 < 0.1 \text{ mg/l}$ ). Par consommation de l'hydrogène sulfuré au cours de leur métabolisme, les sulfato-bactéries forment de l'acide sulfurique  $H_2SO_4$ .

Tous les matériaux à base de liants hydrauliques calciques sont très sensibles au contact de ces acides (formation d'un biofilm : dépôt gélatineux superficiel permettant à l'activité bactérienne de se poursuivre directement au contact du béton). Les acides secrétés peuvent correspondre à des solutions dont le pH peut être proche de zéro. Ce type de milieu contenant  $H_2S$  est fortement agressif [2].

L'objectif de notre travail est d'effectuer un essai de vieillissement accéléré, pour évaluer l'effet des milieux sulfatiques sur la résistance à la compression et analyser l'endommagement de la microstructure du béton [4–11].

## 2 Matériel et méthode

### 2.2 Eprouvettes

Nous avons préparé des éprouvettes selon le procédé de moulage de béton frais de type CR (Compactage Radial). Nous avons utilisé des moules cubiques de dimensions  $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$  (figure 1).



FIG. 1- Eprouvette cubique de  $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$

### 2.3 Immersion dans une solution l'acide sulfurique (5000 ppm) et dans une solution de sulfate de sodium (5000 ppm)

Les éprouvettes préparées, sont plongées dans deux solutions : la première est une solution acide qui contient  $H_2SO_4$  (5000ppm) (figure 2.a), et la deuxième solution est une solution sulfatique, qui contient le sulfate de sodium ( $Na_2SO_4$ ) (5000ppm) (figure 2.b).

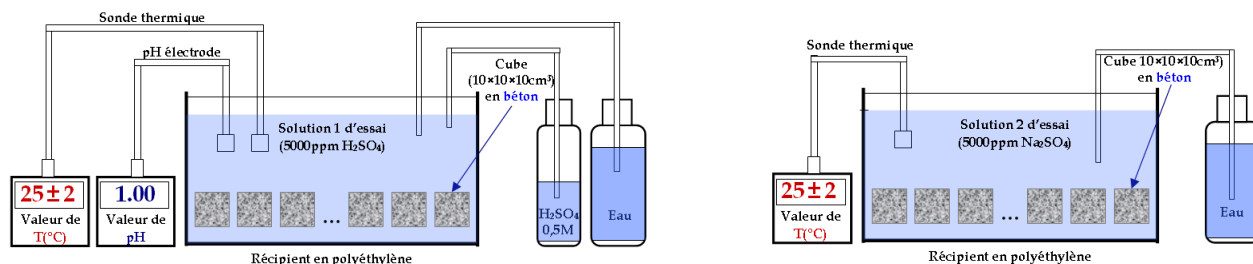


FIG. 2- Protocole de test accéléré de la solution : (a) d' $H_2SO_4$  5000 ppm et (b) de  $Na_2SO_4$  5000 ppm

### 3 Résultats et discussions

#### 3.1 Résultats de résistance à la compression

La figure 3 présente l'évolution de la résistance à la compression en fonction du temps des cubes ( $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ ) en béton de type CR (Compactage Radial) à l'état vierge et dégradé pour deux blocs d'éprouvettes l'un dans la solution d'acide sulfurique (5000 ppm) et l'autre dans la solution de sulfate de sodium (5000 ppm) pendant 40 jours [4 – 8].

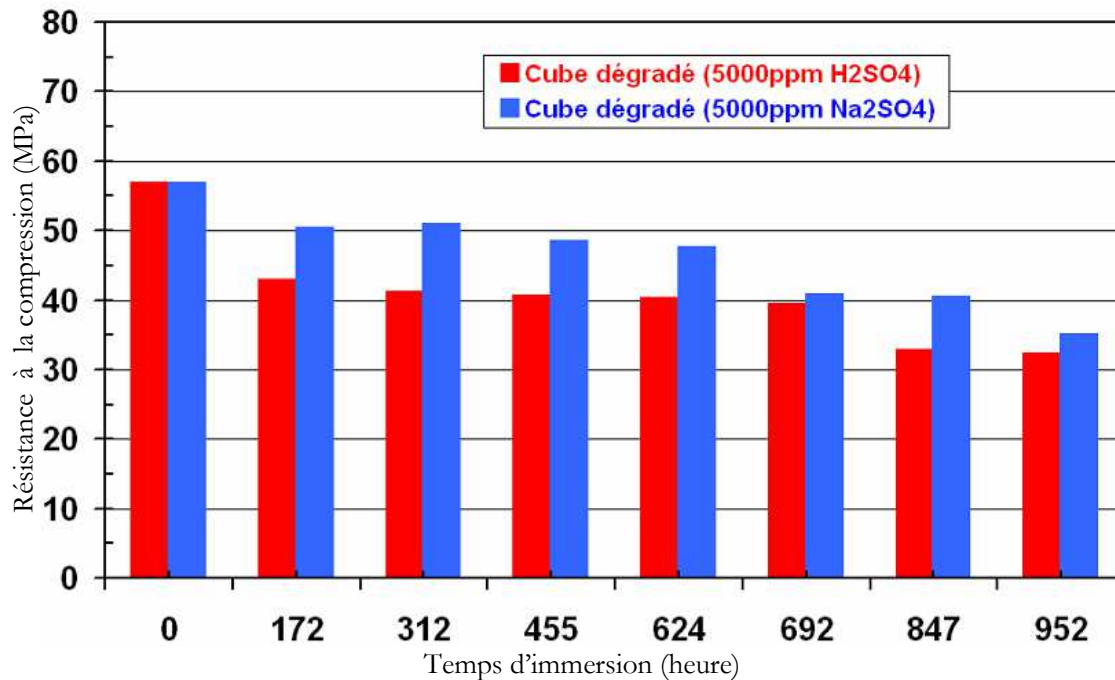


FIG. 3- Résistance à la compression en fonction du temps des cubes vieillis dans 5000ppm d' $\text{H}_2\text{SO}_4$  et dans 5000 ppm de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$

#### 3.2 Résultats de MEB-EDX

Les figures 4–7 regroupent d'une part les micrographies électroniques et d'autre part les spectres de diffraction des rayons X sur des échantillons vieillis pendant 172h, 624h, 696h, 847h dans  $\text{H}_2\text{SO}_4$  [4 – 8].

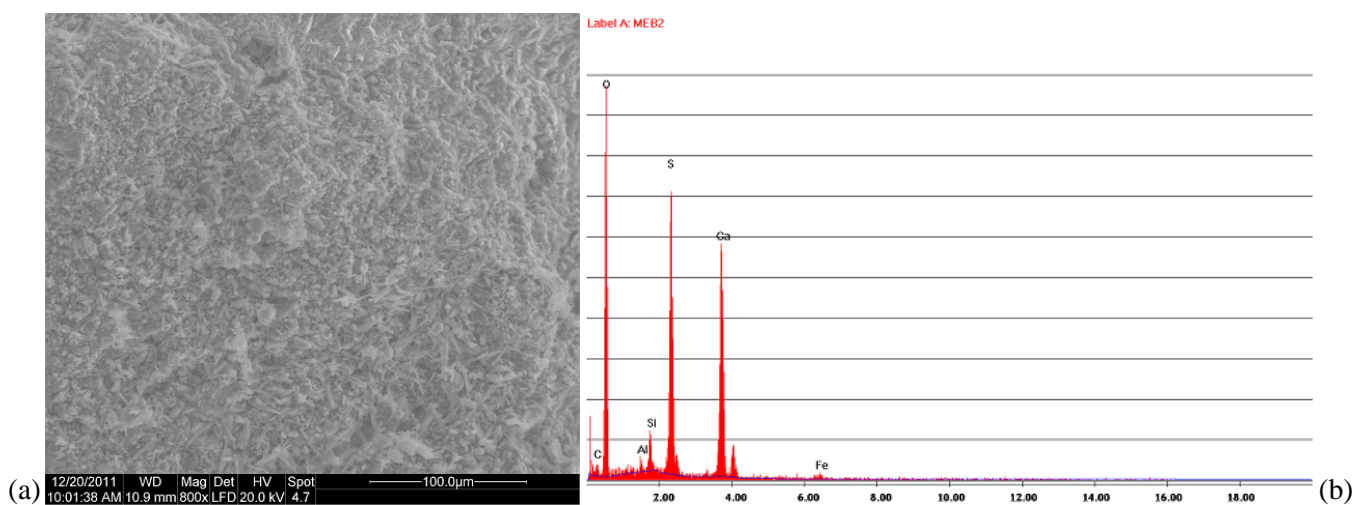


FIG. 4 – (a) Micrographie électronique et (b) analyses de diffraction par rayons X, d'une surface du béton CR, pour une éprouvette de béton dégradé pendant 172 heures dans 5000 ppm d' $\text{H}_2\text{SO}_4$

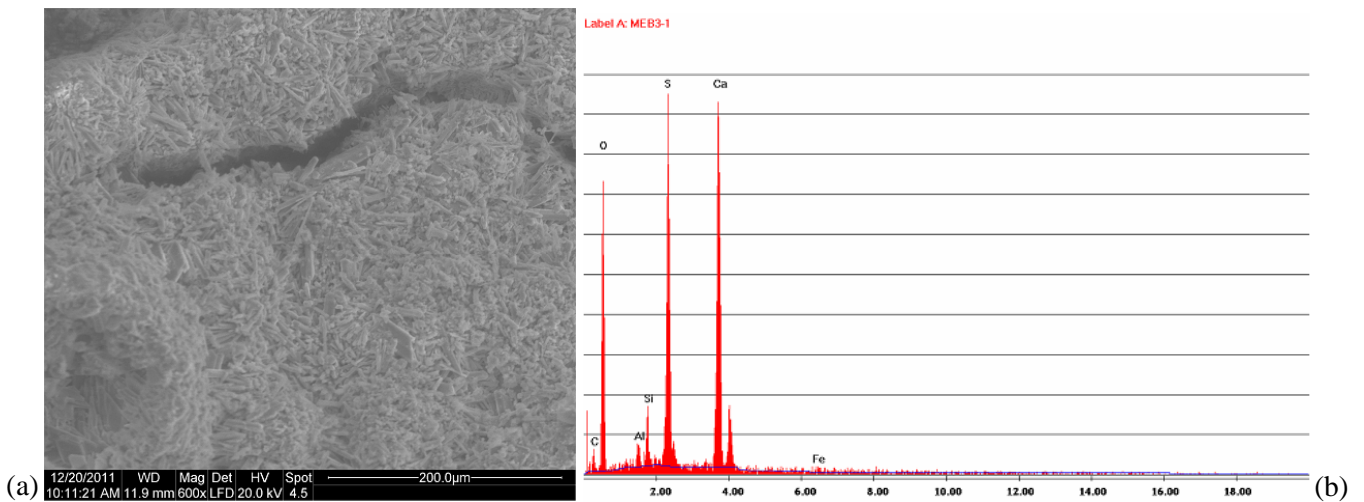


FIG. 5 – (a) Micrographie électronique et (b) analyses de diffraction par rayons X, d'une surface du béton CR, pour une éprouvette de béton dégradé pendant 624 heures dans 5000 ppm d' $H_2SO_4$

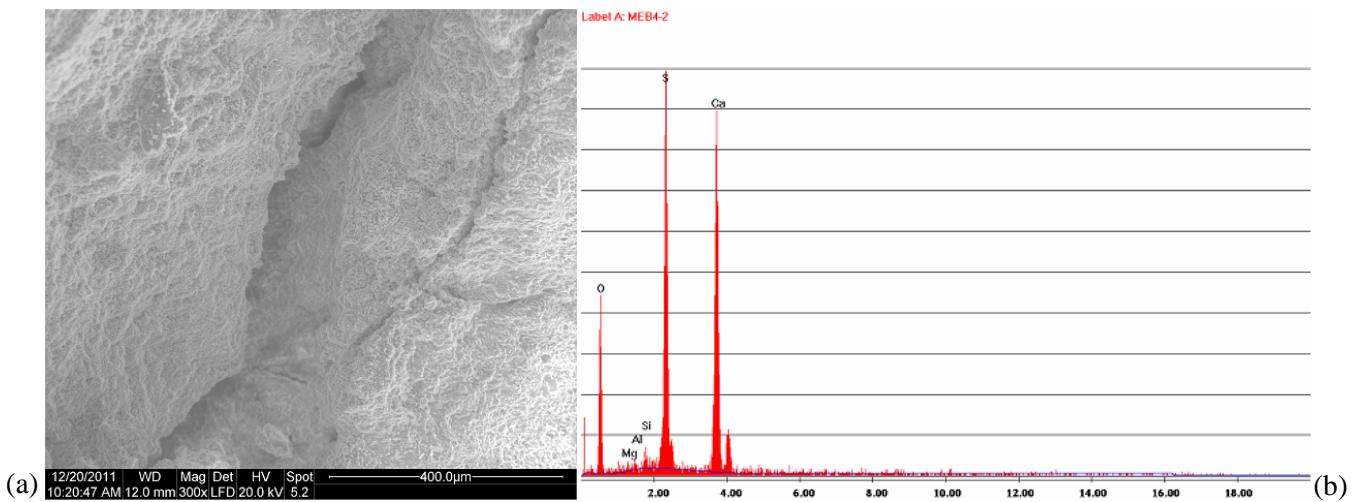


FIG. 6 – (a) Micrographie électronique et (b) analyses de diffraction par rayons X, d'une surface du béton CR, pour une éprouvette de béton dégradé pendant 696 heures dans 5000 ppm d' $H_2SO_4$

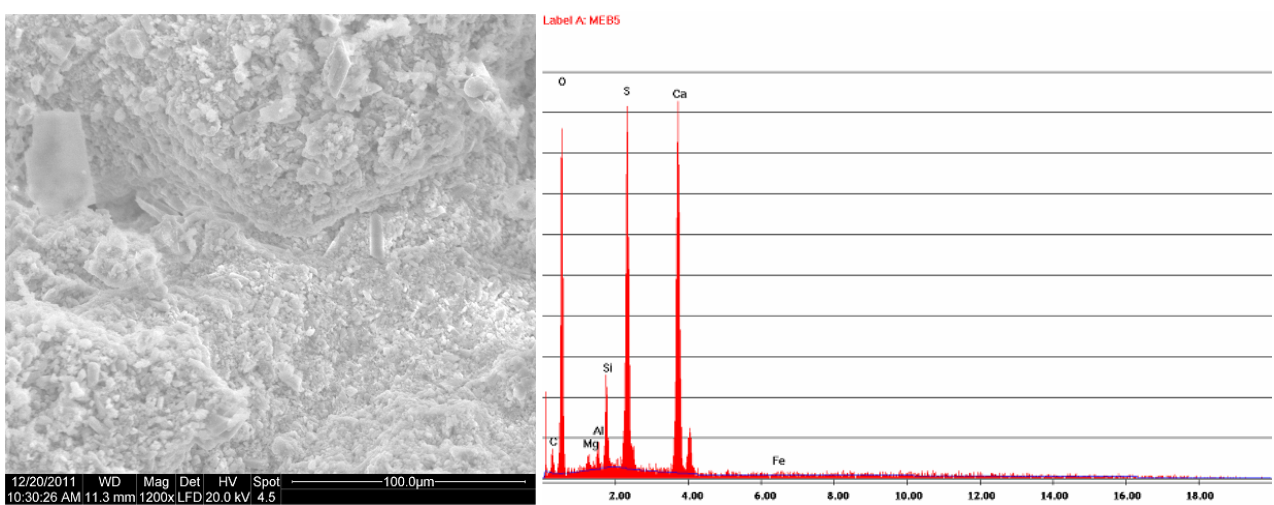


FIG. 7 – (a) Micrographie électronique et (b) analyses de diffraction par rayons X, d'une surface du béton CR, pour une éprouvette de béton dégradé pendant 847 heures dans 5000 ppm d' $H_2SO_4$

### 3.3 Discussion

Dans cette étude, nous avons effectué un essai de vieillissement accéléré dans  $H_2SO_4$  et  $Na_2SO_4$  afin de déduire l'effet de ces milieux sulfatiques sur la résistance mécanique et sur la microstructure du béton CR [4].

#### 3.3.1 Résistance à la compression

Nous avons effectué des essais de compression sur des cubes en béton dégradé après 172h, 624h, 696h et 847h d'immersion, un bloc des éprouvettes dans l' $H_2SO_4$  et l'autre bloc dans  $Na_2SO_4$ .

D'après la figure 3, nous remarquons que la perte de résistance à la compression obtenue pour les éprouvettes immergées dans  $H_2SO_4$ , est plus importante que celle de la résistance à la compression pour les éprouvettes immergées dans  $Na_2SO_4$ . Tel que pour les éprouvettes dégradées dans  $Na_2SO_4$  nous avons enregistré des réductions de 38% pendant 40 jours d'immersion, et pour les éprouvettes dégradées dans  $H_2SO_4$  pendant la même durée, nous avons constaté une diminution progressive de la résistance à la compression avec une augmentation du temps de vieillissement. Cette diminution atteint 43% pendant 40 jours d'immersion. Donc, selon la figure 3 nous constatons que l'acide sulfurique attaque plus les éprouvettes en béton par rapport au sulfate de sodium.

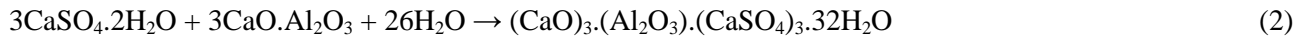
La diminution de la résistance à la compression du béton, est due à la lixiviation du béton, ainsi que la dissolution des substances calciques de la pâte de ciment et les agrégats du béton [1], ce qui entraîne une augmentation de la porosité dans le béton, et une diminution de la cohésion entre les granulats [4].

#### 3.3.2 MEB-EDX

L'observation des éprouvettes de béton CR à l'état vierge et dégradé dans la solution d'acide sulfurique à l'aide de microscope électronique à balayage a permis de constater la présence de dépôts des cristaux à la surface du béton. Une analyse EDX de ces types de dépôts a montré la présence des éléments oxygène, soufre, calcium pour le béton immergé dans  $H_2SO_4$ .

Les figures 4–7 présentent des images microscopiques des éprouvettes en béton CR, dégradées pendant 172h, 624h, 696h et 847h dans 5000ppm d' $H_2SO_4$ . Le dépôt observé sur ces images indique la formation des cristaux de gypse ( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ). Les résultats des spectres EDX confirment la formation des cristaux sur la surface attaquée par la présence des éléments principaux de gypse (oxygène, soufre, calcium) pour les éprouvettes de béton CR. D'après les figures des observations microscopiques du béton à l'état dégradé pendant 847 heures d'immersion dans l'acide sulfurique (figures 5–7), nous avons remarqué l'apparition des fissures, dues à la formation d'ettringite dans les pores du béton qui entraîne le gonflement et l'expansion de ce matériau [4]. Après l'immersion dans  $H_2SO_4$ , nous avons observé une lixiviation de la pâte de ciment du béton dans la solution d'essai. Le phénomène est marqué, dès la deuxième semaine de vieillissement, il apparaît du gypse cristallisé sur les zones de transition, ce qui suggère une précipitation de ce produit formé dans la solution d'essai [4 – 8]. Ce phénomène est d'autant plus important que le temps d'immersion est élevé. Cela prouve bien que la solution d'acide sulfurique à 5000 ppm agit de manière très agressive et peut pénétrer plus facilement de façon abondante par les espaces de porosité au sein de la structure du béton CR. Cette pénétration dans les pores génère des produits expansifs (ettringite...) qui diminuera par la suite la durée de vie par les microfissures.

Nos résultats montrent que plus le temps de vieillissement par  $H_2SO_4$  augmente plus le phénomène de lixiviation du béton est accéléré. En effet, la détérioration causée par l'acide peut s'expliquer par deux mécanismes, à savoir la dissolution de la pâte de ciment et l'action expansive très négligeable, des produits de réaction. Lorsque le béton est attaqué par l'acide sulfurique, la porosité augmente rapidement, lors de la consommation totale de la portlandite. La géométrie et la distribution de la porosité sont plus importantes que son volume total. La perméabilité du béton est un paramètre primordial dans la cinétique de dégradation, qui dépend de la diffusion des éléments agressifs dans le béton [4]. Selon ces résultats, nous pouvons constater que l'acide sulfurique qui est un milieu agressif, réagit avec le béton par l'effet combiné entre attaque par des ions  $H^+$  et  $SO_4^{2-}$ , tel que l'attaque acide emmène à une dissolution des composées calciques et silico-calcique de la pâte de ciment, tandis que l'attaque sulfatique entraîne la formation des produits expansifs (ettringite...). Le mécanisme d'attaque est comme suit : l'acide réagit avec l'hydroxyde de calcium  $Ca(OH)_2$  (portlandite) pour donner naissance au sulfate de calcium (équation 1 [4, 12]), par la suite le sulfate de calcium hydraté qui est le gypse réagit avec les aluminates tricalcique ( $C_3A$ ) hydraté pour former l'ettringite (équation 2 [12]).



## 4 Conclusion

Dans ce travail, un vieillissement des éprouvettes de béton CR a été effectué dans deux solutions : une solution acide d' $\text{H}_2\text{SO}_4$  (5000ppm), et une solution sulfatique de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (5000ppm).

En premier lieu, nous avons effectué des essais de compression sur ces éprouvettes dégradés dans les deux solutions, après 172h, 624h, 696h et 847h d'immersion, dans le but de faire un suivi de l'évolution de la résistance à la compression au cours l'essai. Ces résultats nous ont permis de constater que :

- Le vieillissement par la solution d'acide sulfurique attaque plus les éprouvettes en béton par rapport à la solution de sulfate de sodium.

En deuxième lieu, la microstructure du béton dégradé pendant 172h, 624h, 696h et 847h dans 5000ppm d' $\text{H}_2\text{SO}_4$  a été étudié. Les résultats microscopiques montrent que :

- Plus le temps de vieillissement par  $\text{H}_2\text{SO}_4$  augment plus le phénomène de lixiviation de béton est accéléré.

Selon ce travail, nous pouvons conclure, d'une part, que la perte de résistance à la compression des éprouvettes immergées dans l' $\text{H}_2\text{SO}_4$  est plus grande que celle pour les éprouvettes immergées dans le  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . D'autre part, la détérioration causée par l'acide peut s'expliquer par deux mécanismes, à savoir la dissolution de la pâte de ciment et l'action expansive très négligeable, des produits de réaction.

## References

- [1] : Girardi F., Vaona W., Di Maggio R., Resistance of different types of concretes to cyclic sulfuric acid and sodium sulfate attack, *Cement & Concrete Composites*, 595–602, 2010.
- [2] : Girardi F., Vaona W., Resistance of concrete mixtures to cyclic sulfuric acid exposure and mixed sulfates : Effect of the type of aggregate, *Cement & Concrete Composites*, 276–285, 2011.
- [3] : BELGHIT C., La durabilité des bétons en réseau en réseau d'assainissement , Université Badji Mokhtar Annaba, 2008.
- [4] : Mouallif I., "Endommagement des conduites d'assainissement par  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ; Elaboration d'un test de résistance d' $\text{H}_2\text{S}$  ; Application aux matériaux : Béton, PEHD, PRV, CCVE à différentes températures", thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique (ENSEM) de Casablanca, 2012.
- [5] : Mouallif I. Latrach A. Chergui M. Hangouët J.-P., Elaboration d'un test de résistance des conduites d'assainissement à la présence d' $\text{H}_2\text{S}$ , 1<sup>er</sup> Salon International des Technologies de l'eau et de l'assainissement SIT eau, 14–18 Janvier 2009, Casablanca, Maroc.
- [6] : Mouallif I. Latrach A. Chergui M. Elghorba M. Hangouët J.-P., Elaboration d'un test de résistance des conduites d'assainissement à la présence d' $\text{H}_2\text{S}$ , Congrès International des Eaux, Déchets et Environnement – Union des Pays de la Méditerranée (CIEDE-UPM09), 12–13 Novembre 2009, Al Jadida – Maroc.
- [7] : Mouallif I. Latrach A. Chergui M. Elghorba M. Hangouët J.-P., Elaboration d'un test de résistance des conduites d'assainissement à la présence d' $\text{H}_2\text{S}$ , 6<sup>ième</sup> Rencontre Nationale des Jeunes Chercheurs en Physique RNJCP 2009, 24–25 Décembre 2009, FS Ben M'sik, Casablanca – Maroc.
- [8] : Mouallif I. Latrach A. Chergui M. Benali A. Elghorba M. Hangouët J.-P., Effects of chemical sulphuric acid on commercially produced concrete sewer pipes after immersion in various temperatures, 10<sup>ième</sup> Congrès International de Mécanique – Oujda du 19 au 22 Avril 2011.
- [9] : Mouallif I. Latrach A. Chergui M. Benali A. Barbe N., FTIR study of HDPE structural changes, moisture absorption and mechanical properties variation when exposed to sulphuric acid aging in various temperatures, 20<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique – Besançon (France) du 29 Août au 2 Septembre 2011.
- [10] : Mouallif I. Latrach A. Chergui M. Benali A. Elghorba M. Hangouët J.-P., Absorption dynamique d'humidité à différentes températures dans le polyester renforcé par des fibres de verre, 3<sup>ème</sup> Congrès Algérien de Mécanique – Guelma (Algérie) du 14 au 17 Novembre 2011.
- [11] : Mouallif I. Latrach A. Chergui M. Benali A. Elghorba M. Barbe N., Mechanical, morphological and microstructure evaluation of HDPE when exposed to sulphuric acid aging in various temperatures, VII<sup>èmes</sup> Journées d'Etudes Techniques JET'2012, 2 – 4 Mai 2012, Marrakech – Maroc.
- [12] : O'Connell M., McNally C., M.G. Richardson, Biochemical attack on concrete in wastewater applications: A state of the art review, 479–485, 2010.