Quinzième édition des Journées scientifiques
du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton
$(RF)^2B$

Douai, France
3-4 juillet 2014

ÉTUDE DE L'AUTOCICATRISATION DE MORTIERS CONTENANT DES ADDITIONS REACTIVES

S. Fattahi[1], R. Gagné[1] et A. Tagnit-Hamou[1]

[1] Centre de recherche sur les infrastructures en béton (CRIB), Université de Sherbrooke, Québec, Canada

RÉSUMÉ :

L'autocicatrisation naturelle présente un intérêt important pour la durabilité des bétons. Cependant son effet reste limité aux fissures les plus fines (< 100 µm). Pour accélérer le processus naturel d'autocicatrisation et pour parvenir à cicatriser complètement des fissures plus larges (> 100 µm), l'introduction de réactifs latents dans la matrice cimentaire semble l'un des moyens le plus prometteurs. L'objectif principal de cette recherche est de mieux comprendre les effets des inclusions réactives granulaires (micro-granulats de verre, MGV - micro-granulats de ciment, MGC) et en poudre (CONEX) sur la cinétique et l'efficacité du colmatage des fissures. Les travaux présentés par cet article ont commencé par une étude de la cicatrisation naturelle sur un mortier témoin. L'étape suivante est d'introduire les inclusions réactives: 1) CONEX - introduit en remplacement du ciment pour augmenter la teneur en calcium de la matrice et améliorer le potentiel d'autocicatrisation par carbonatation ; 2) MGV - introduits en remplacement du sable, ces granulats pourraient agir en formant un gel expansif dans les fissures. Les MGV sont introduits dans le mortier sans ou avec activation par le CONEX ou par le NaOH ; 3) MGC - ces micro-granulats sont introduits en remplacement de sable. Ils sont composés de granules de ciment faiblement hydraté. L'ouverture de la fissure permettra la réactivation de l'hydratation du ciment contenu dans les MGC et le colmatage de celle-ci par formation de gel C-S-H. La cinétique de l'autocicatrisation est évaluée à l'aide d'une cellule de perméabilité à l'air qui permet de mesurer l'évolution, au cours du temps (1, 3, 6 et 12 mois de conservation à 23°C et 100% H.R.), de l'ouverture apparente des fissures en cours d'autocicatrisation. Les résultats de cette étude montrent que le mortier témoin a une cinétique d'autocicatrisation naturelle typique définie dans la littérature. L'autocicatrisation est globalement plus importante et presque complète pour l'échantillon CONEX. Les micro-granulats de verre introduits sans aucune activation n'ont pas un effet important sur l'autocicatrisation. L'activation des micro-granulats de verre par le NaOH n'a pas augmenté le potentiel d'autocicatrisation des mortiers MGV. Les mortiers MGV-CONEX ont un potentiel d'autocicatrisation plus important que les mortiers MGV. Les micro-granulats de ciment augmentent considérablement le potentiel d'autocicatrisation du mortier étudié.

1. INTRODUCTION

Le béton est aujourd'hui le matériau le plus utilisé dans le monde, plus que tous les autres matériaux réunis. C'est un matériau robuste, dont la fabrication et la mise en place sont relativement simples. Il est indispensable pour la construction des bâtiments, des infrastructures de transport et des barrages.

Cependant, c'est un matériau dégradable et vulnérable face à un nombre d'agents agressifs et de conditions d'expositions. Le Canada, en particulier, fait face à de très importants défis technologiques, économiques, environnementaux et sociaux reliés à la dégradation des infrastructures de transport en béton armé. En effet, parmi tous les pays industrialisés, le Canada est le pays ayant le réseau routier par habitant le plus important. Des ressources énormes sont consacrées à l'entretien, la réparation et la reconstruction de ces infrastructures. Le défi est alors de pouvoir optimiser les ressources en augmentant la durabilité du béton et en retardant l'initiation de sa dégradation le plus possible. L'une des conditions nécessaires pour limiter la dégradation est le contrôle de la fissuration. Ce contrôle se fait, en premier lieu, par la prévention de l'apparition des fissures lors de la mise en place et la cure du béton. Et en second lieu, par traitement des fissures apparues par injection d'un matériau de colmatage. Une découverte intéressante a été faite à l'Académie Française des Sciences en 1836 qui présente un intérêt particulier pour la durabilité du béton. Il s'agit d'un colmatage auto-généré des fissures de béton, sans aucune intervention externe.

Le potentiel d'autocicatrisation peut constituer une composante importante de la durabilité des structures en béton. Certaines études ont relevé une amélioration importante, due à l'autocicatrisation, des propriétés de transport des bétons fissurés. Notamment, la perméabilité à l'eau, la perméabilité aux ions chlore (Sahmaran *et al.*, 2008 ; Jacobsen *et al.*, 1996) et la perméabilité à l'air (Argouges et Gagné, 2010) . Certains auteurs se sont intéressés à l'étude du recouvrement des propriétés mécaniques tels que la résistance à la compression et le module élastique. (Desmettre, 2011 ; Sahmaran *et al.*, 2008)

Plusieurs études ont été menées pour expliquer la formation des produits qui peuvent combler les fissures, et tester leur efficacité en termes de gain d'intégrité du béton, d'étanchéité et des propriétés mécaniques. Différents mécanismes ont été proposés. Ils diffèrent les uns des autres par les réactifs mis en jeux, les produits de colmatage et la cinétique de développement de la cicatrisation de la fissure.

Les deux mécanismes principaux d'autocicatrisation sont : 1- L'hydratation différée des grains de ciment anhydres et 2- La carbonatation (Edvardsen 1999, Jacobsen et coll. 1998). Le premier mécanisme repose sur la formation de nouveaux produits d'hydratation formés grâce à la pénétration de l'eau, via les fissures, jusqu'aux grains de ciment encore non hydratés. Le second mécanisme repose sur la formation progressive de calcite ($CaCO_3$) dans la fissure. Le CO_2 et l'eau pénétrant dans la fissure engendrent une réaction de carbonatation de la portlandite ($Ca(OH)_2$). Les deux mécanismes contribuent progressivement au remplissage du volume de la fissure par la formation de composés stables. Selon les conditions d'exposition et l'ouverture de la fissure, la cicatrisation de la fissure peut être partielle ou complète (Argouges et Gagné, 2010)

La cinétique de l'autocicatrisation est influencée par l'ouverture initiale de la fissure. Les fissures fines (<100 µm) cicatrisent rapidement le premier mois, puis plus lentement par la suite. Dans les fissures plus larges (>100 µm), l'autocicatrisation est plus progressive. Néanmoins, le phénomène d'autocicatrisation est toujours ralenti avec la formation progressive des produits dans les fissures. Les réactifs présents dans la pâte de ciment (les grains de ciment anhydre et la portlandite) sont plus difficiles d'accès. Ainsi, les fissures larges ne se cicatrisent pas complètement et la cinétique de cicatrisation diminue rapidement au cours du temps (Argouges et Gagné, 2010) .

L'importance du phénomène de l'autocicatrisation pour la durabilité du béton est à l'origine de plusieurs études visant l'augmentation du potentiel d'autocolmatage des fissures des bétons. Différentes solutions sont proposées. Une des solutions étudiées est l'introduction d'agents autocicatrisants dans la matrice cimentaire qui s'activent par l'ouverture d'une fissure. Ces matériaux peuvent être une résine ou un polymère. Ils sont introduits dans le matériau cimentaire lors du malaxage dans des tubes ou des capsules constitués d'un matériau fragile tel que le verre ou la porcelaine (Van Tittelboom *et al.*, 2011) . D'autres études proposent l'augmentation de la teneur de la matrice cimentaire en réactifs nécessaires pour l'un ou l'autre des mécanismes d'autocicatrisation, et ce en introduisant des ajouts cimentaires et granulaires. Une autre solution proposée est d'exploiter le potentiel de certains microorganismes (bactéries) pour favoriser la précipitation de composés chimiques, notamment la calcite, dans les fissures (Van Tittelboom *et al.*, 2010) . D'autres solutions innovatrices ont été proposées telles que l'introduction des fibres en alliages ou polymères à mémoire de forme. Ces matériaux ont tendance à se contracter ou à rétrécir sous des conditions bien définies. Une force de contraction est alors générée. Elle permet la fermeture de la fissure. Le but commun de

toutes ces études est de trouver une technique rapide, efficace et peu couteuse qui permettrait d'augmenter le potentiel d'autocicatrisation du béton.

2. BUT DE LA RECHERCHE

Le but global de cette recherche est d'étudier l'effet de l'introduction des ajouts cimentaires et granulaires réactifs sur le potentiel d'autocicatrisation des matrices cimentaires. Cette étude permettra ensuite de développer et optimiser des nouveaux bétons autocicatrisants, ayant la capacité de colmater rapidement (moins de 6 mois) des fissures dont les ouvertures sont comprises entre 100 µm et 1 mm.

Cet objectif global comporte les objectifs spécifiques suivants :

- Comprendre les mécanismes fondamentaux et quantifier la cinétique de l'autocicatrisation naturelle du béton (réactifs internes et externes, cinétique réactionnelle, paramètres d'influence)
- Comprendre et contrôler la réactivité des micro-granulats de verre recyclé dans la matrice cimentaire
- Comprendre l'influence de la taille et du dosage en micro-granulats de verre sur la formation du gel silico calcaire alcalin expansif dans les fissures
- Comprendre l'influence de l'activation des micro-granulats de verre par la variation de la teneur en calcium ou par la variation de la teneur en alcalis sur formation du gel silico calcaire alcalin expansif dans les fissures
- Comprendre l'influence de la poudre d'oxyde de calcium sur les mécanismes d'autocicatrisation, notamment sur la formation de carbonate de calcium dans les fissures
- Étudier l'influence de l'inclusion du ciment sous forme de billes dans la matrice cimentaire sur l'autocicatrisation des fissures.

La cicatrisation des matériaux cimentaires est sensible à de nombreux paramètres. Le projet se limite à considérer certaines variables :

- Une composition de mortier : celui préconisé dans la norme ASTM C109-C109M
- Deux ouvertures de fissure : 150 µm et 250 µm
- Tailles des réactifs granulaires
- Taux d'introduction de réactifs dans les mélanges

3. PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Le programme expérimental faisant l'objet de cette publication a pour objectif, en premier lieu, d'étudier l'autocicatrisation naturelle des fissures d'un mortier témoin et de mettre en évidence l'importance de la carbonatation en tant que mécanisme principal d'autocicatrisation. En deuxième lieu, le programme expérimental a pour objectif d'étudier l'effet de l'inclusion de granulats réactifs en remplacement du sable sur le potentiel d'autocicatrisation des mortiers étudiés. Les granulats réactifs utilisés sont des micro-granulats de verre recyclé (MGV) et des micro-granulats de ciment (MGC) faiblement hydraté. Les micro-granulats de verre sont tout d'abord introduits sans aucune activation pour tester leur réactivité dans les mortiers étudiés. Ensuite, ils ont été activés par ajout de CONEX dans la formulation d'un mortier contenant des MGV ou par immersion des échantillons MGV dans une solution NaOH.

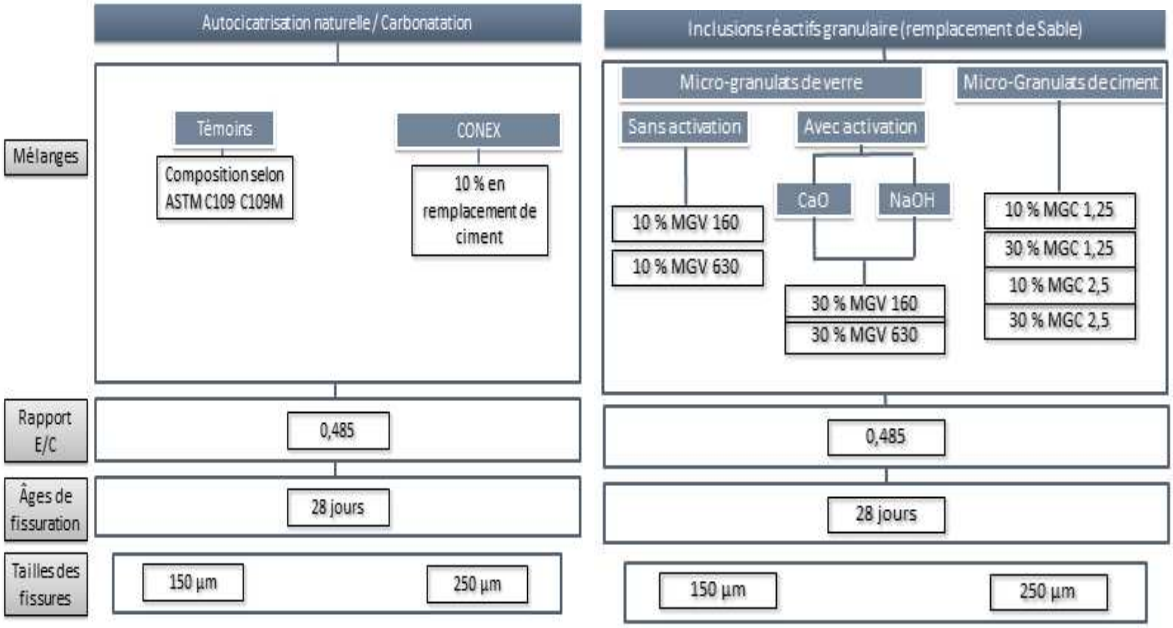


Figure 1. Description du programme expérimental

3.1 Inclusions réactives

3.1.1 CONEX

Le CONEX (Figure 2-a) est un agent expansif industrialisé à base d'oxyde de calcium (58%). Il agit en provoquant une expansion contrôlée du béton après sa prise et durant son durcissement ce qui crée une précontrainte qui viendra s'opposer aux tensions provoquées par le retrait du béton. L'expansion interne résulte de l'hydratation de l'oxyde de calcium pour former de la portlandite ($Ca(OH)_2$). Cette portladite supplémentaire peut notamment servir de réactif interne pour la réaction de carbonatation. Le CONEX est utilisé avec un dosage de 3 à 6% en ajout ou en substitution du ciment.

3.1.2 Micro-granulats de verre

Les micro-granulats de verre (Figure 2-b) proviennent du verre recyclé concassé. Le verre est un matériau non cristallin composé principalement de la silice (SiO_2> 60%) et d'autres éléments mineurs provenant des impuretés de quartz et des fondants utilisés (exemple : CaO, Na_2O). La silice présente dans le verre est vitreuse. Selon la taille de ses particules, le verre introduit dans un matériau cimentaire peut réagir selon deux réactions :

- Réaction pozzolanique : Elle se produit quand les particules de verre introduites dans la matrice cimentaire sont de taille inférieure à 100 µm. Ces particules riches en silice réactive réagissent avec la portlandite de la matrice cimentaire et produisent un gel C-S-H comparable à celui produit par l'hydratation du ciment.
- Réaction Alcali-silice (RAS) : Cette réaction concerne les particules de verre de taille supérieure à 100 µm. La réaction alcali-silice est déclenchée par la mise en contact de la silice réactive des particules de verre avec les ions hydroxyles dans la solution interstitielle du ciment. La silice est alors libérée dans la solution interstitielle et réagit avec les alcalis et les ions calcium présents dans la solution. Un gel est produit, qui augmente de volume en absorbant de l'eau et exerce donc une pression expansive, qui peut sous certaines conditions entraîner une défaillance du béton. L'étude de Idir (2009) a montré que les micro-granulats de verre de taille supérieure à 100 µm et inférieure à 1 mm réagissent avec les alcalis et le calcium dans le béton en produisant des petites quantités de gel silico-calcaire alcalin expansifs sans, toutefois, causer des dommages dans le béton. Les

petites quantités de gel expansif sont accommodées dans les pores du béton. La réaction se développe sous les trois conditions suivantes : 1) Présence de la silice réactive. 2) Humidité relative supérieure à 80-85%. 3) Concentration élevée en alcali

Les micro-granulats de verre utilisés dans cette étude sont de taille inférieure à 1 mm. Deux catégories sont étudiées :

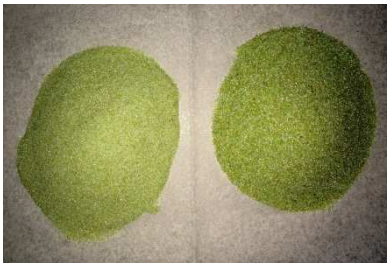
- MGV 160 - Micro-granulats de verre passant par le tamis 160 µm et retenus par le tamis 80 µm.
- MGV 630 - Micro-granulats de verre passant par le tamis 630 µm et retenus par le tamis 315µm.

3.1.3 Micro-granulats de ciment

La poudre de ciment est légèrement humidifiée en pulvérisant de l'eau tout en le malaxant. Des billes de ciment faiblement hydraté sont alors formées (Figure 2-c). Une fois sèches les billes de ciment sont suffisamment dures pour résister au malaxage une fois ajoutées au mortier. Différents tailles de billes de ciment sont obtenues. On procède donc au tamisage pour les séparer en différentes catégories. Deux catégories sont considérées dans cette étude :

- MGC 1,25 - Micro-granulats de ciment passant par le tamis 1,25 mm et retenus par le tamis 630 µm.
- MGC 2,5 - Micro-granulats de ciment passant par le tamis 2,5 mm et retenus par le tamis 1,25 mm.

a- CONEX



b- Micro-granulats de verre

c- Micro-granulats de ciment

Figure 2. Inclusions réactives

3.2 Formulation des mortiers

La composition et le processus de malaxage des mortiers sont conformes à la norme ASTM C109-C109M. Le rapport sable/ciment est de 2,75 et le rapport eau/ciment est égal à 0,485 (Tableau 1). Le sable siliceux est conforme à la norme ASTM C778 (sable d'Ottawa). Toutes les particules passent le tamis n° 20 (850 µm) et la densité est de 2,65. Tous les mortiers sont fabriqués avec un ciment hydraulique canadien à usage général (type Gu).

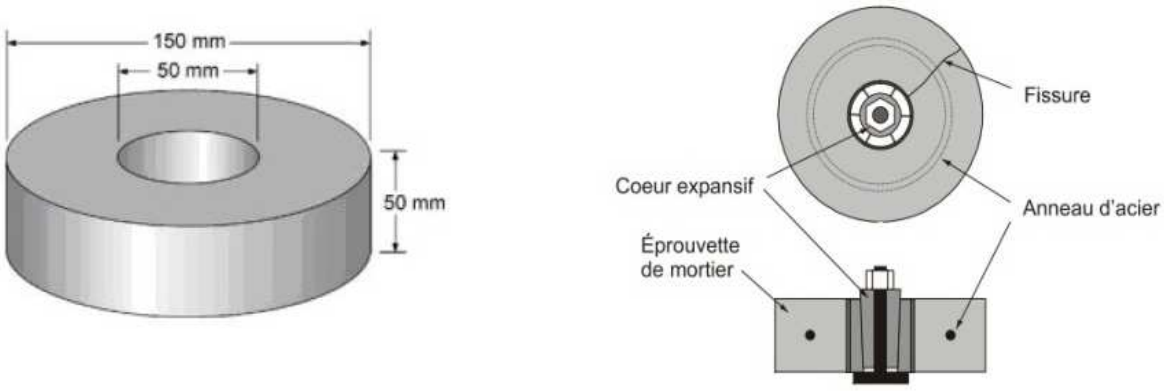
Tableau 1. Formulation des mortiers

Type de mortier	E/C	Sable/Ciment	% CONEX (remplacement du ciment)	% MGV (remplacement du sable)	% MGC (remplacement du sable)
Témoin	0,485	2,75	0	0	0
CONEX	0,485	2,75	10	0	0
MGV	0,485	2,75	0	30	0
MGV + CONEX	0,485	2,75	10	30	0
MGC	0,485	2,75	0	0	10, 30

3.3 Éprouvettes et cœur expansif

Les échantillons de mortier sont en forme d'anneau. L'anneau est de rayon extérieur 150 mm, de rayon intérieur 50 mm et de hauteur 50 mm (Figure 3-a). Les éprouvettes sont armées d'un anneau en acier. Il permet notamment de préserver la cohésion globale après la fissuration de l'éprouvette (Argouges et Gagné, 2010). Immédiatement après le démoulage, les éprouvettes sont conservées dans une chambre humide (23°C et 100 % d'humidité relative) jusqu'à l'âge de 28 jours. Au terme du mûrissement et avant de procéder à la fissuration initiale, les éprouvettes sont séchées pendant 24 heures dans une étuve ventilée maintenue à 40 °C.

La fissuration est réalisée via un cœur expansif. Le dispositif est illustré par la figure 3-b. Il s'agit d'appliquer une déformation contrôlée en traction engendrée par l'enfoncement du cône du cœur expansif. Le cœur expansif est constitué de six pétales coniques en acier dans lesquelles glisse un cône en acier. Le dispositif est installé dans le cœur vide de l'échantillon et retenu par une bague mince et déformable en PVC. La fissuration se produit par l'enfoncement du cône dans les pétales à l'aide d'un système de boulon et écrou à haute résistance. Cette technique permet d'obtenir une ouverture contrôlée de la fissure.



a- Géométrie des éprouvettes b- Dispositif de fissuration (cœur expansif)

Figure 3. Schéma de l'éprouvette

3.4 Mesure de débit d'air et ouverture apparente des fissures

Après la fissuration, l'ouverture de la fissure est mesurée géométriquement à l'aide d'un vidéo-microscope. Ensuite, on procède à la mesure du débit d'air initial. Le dispositif de mesure est illustré par la figure 4.

La cellule a été spécifiquement conçue pour mesurer le débit sur des échantillons de la forme présentée par la figure 3. Elle permet une mesure précise du débit d'air à travers une seule fissure sous des conditions d'écoulement bien contrôlées : température et gradient de pression constants (Argouges et Gagné, 2010). Les pressions absolues en amont et en aval sont maintenues constantes à 150 kPa et à 100 kPa ± 5 kPa (pression atmosphérique) respectivement. Le débit volumique en aval est mesuré par un des trois débitmètres à bille (rotamètre).

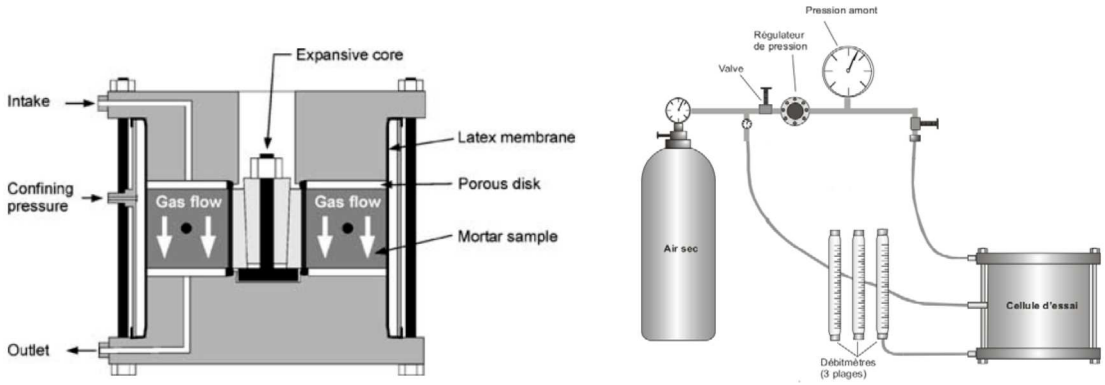


Figure 4. Dispositif de mesure de débit d'air

Les échantillons sont par la suite conservés dans une chambre humide (100% d'humidité à 25°C). D'autres mesures de débit d'air seront effectuées à 1, 3, 6 et 12 mois suivant la même procédure. Ces débits d'air mesurés serviront à calculer l'ouverture apparente de la fissure. Celle-ci représente une estimation indirecte de l'ouverture réelle de la fissure. En effet les produits de colmatage se forment d'une manière irrégulière dans le volume de la fissure. Il n'est donc plus possible de prendre la mesure de l'ouverture directement.

Une relation a été établie entre l'ouverture de la fissure (w) et le débit d'air passant par la fissure (Q), pour un gradient de pression constant de 50 kPa. Elle a été obtenue via des mesures de l'ouverture des fissures par le vidéo-microscope et les débits d'air correspondants sur des fissures fraiches. Le coefficient de corrélation est assez proche de 1. La courbe obtenue montre qu'il existe une relation polynomiale de degré 3 entre le débit et l'ouverture initiale de la fissure (Q= f (w)).

L'ouverture apparente de la fissure peut être déterminée à partir du débit mesuré en résolvant l'équation suivante : (Argouges et Gagné, 2010)

$$Q = -1.10^{-7}.w^3 + 0.0003.w^2 - 0.0025.w$$

3.5 Observation au microscope électronique à balayage couplé à la microanalyse X

Un microscope électronique à balayage couplé à la microanalyse X (MEB-EDS) est utilisé pour étudier les produits d'autocicatrisation formés dans les fissures au bout de 12 mois d'autocicatrisation. La partie de l'éprouvette qui contient la fissure est sciée et séparée du reste. Ensuite, la fissure est ouverte pour exposer ses surfaces intérieures couvertes de produits d'autocicatrisation (Figure 5).

Figure 5. Extraction des échantillons pour l'observation au MEB (Argouges, 2010)

Les observations au MEB-EDS permettront d'obtenir rapidement des informations sur la morphologie et la composition élémentaire des produits.

4. RÉSULTATS

4.1 Autocicatrisation naturelle

Pour mieux quantifier l'influence des ajouts réactifs, il est nécessaire de caractériser la cinétique de l'autocicatrisation naturelle de mortiers témoins ne comportant aucun ajout réactif. La Figure 6 présente l'évolution de l'ouverture apparente des mortiers témoins en fonction du temps de conservation à 100% H.R. Elle permet d'évaluer la cinétique de l'autocicatrisation durant les 12 premiers mois après la fissuration initiale. Les courbes représentent les variations de l'ouverture apparente de deux échantillons : une fissure de 193 µm et une fissure de 216 µm. L'autocicatrisation est systématiquement plus rapide durant le premier mois. Après 6 mois, l'autocicatrisation naturelle est plus complète dans le cas de la fissure la plus fine pour laquelle l'ouverture apparente est réduite d'environ 62%. Pour la fissure plus large, l'ouverture apparente n'est réduite que de 45%. L'échantillon avec la fissure plus large a été conservé à 100% H.R jusqu'à 12 mois. Au-delà de 6 mois, l'ouverture apparente de la fissure reste constante. Globalement, ces résultats sont comparables avec ceux obtenus, dans des conditions similaires, par Argouges et Gagné (2009).

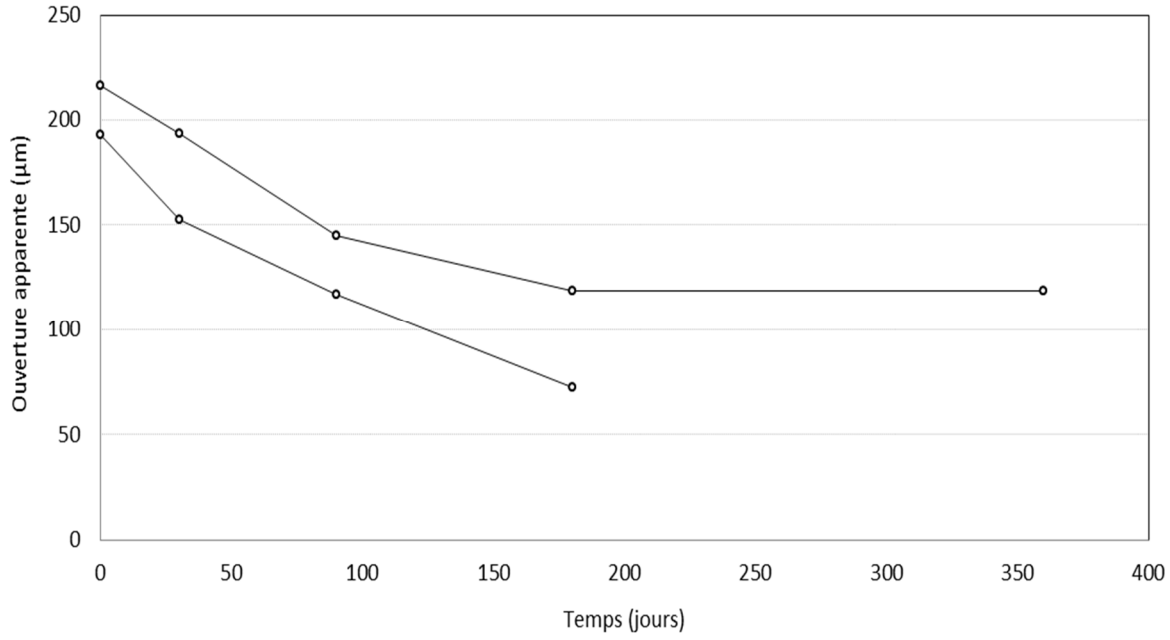


Figure 6. Évolution de l'ouverture apparente des fissures dans les mortiers témoins

L'observation au MEB des fissures cicatrisées montre que les produits d'autocicatrisation sont principalement des cristaux de calcite formant très souvent une couche compacte sur les surfaces internes des fissures. Les dépôts de calcite (Figure 7) se retrouvent préférentiellement près de l'embouchure des fissures (au voisinage des faces exposées à l'environnement externe). Plus en profondeur, les dépôts sont moins denses et moins compacts. Ils sont composés d'un mélange de cristaux de calcite et d'ettringite (Figure 8).

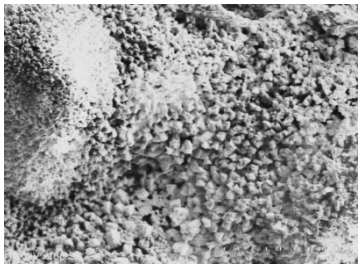


Figure 7. Calcite dans une fissure (au voisinage des faces exposées à l'environnement externe).

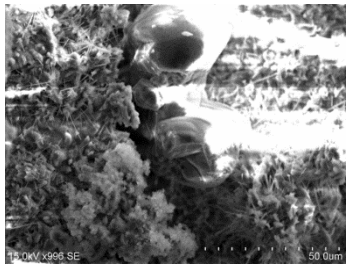


Figure 8. Mélange de calcite et éttringite dans une fissure (vers le centre de la fissure).

4.2 CONEX

Le CONEX est composé principalement de chaux vive (58%). L'analyse thermogravimétrique (ATG) d'une pâte de ciment contenant 10% de CONEX (remplacement de ciment) montre qu'à 7 jours, elle contient + 5% de portlandite et + 1,6% de calcite par rapport à une pâte témoin (Tableau 2).

Tableau 2. Teneur en portlandite et calcite des pâtes de ciment témoin et 10% CONEX à 7 jours

	E/C	$Ca(OH)_2$	$CaCO_3$
Témoin	0,485	15,9%	5,5%
10% CONEX	0,485	20,8%	7,1%

La Figure 9 présente l'évolution de l'ouverture apparente des fissures des mortiers témoins et du mortier avec CONEX en fonction du temps de conservation à 100% H.R. Elle permet d'évaluer la cinétique de l'autocicatrisation durant les 12 premiers mois après la fissuration initiale. Les courbes représentent les variations de l'ouverture apparente de deux échantillons. La première celle de la fissure témoin de 216 µm et la deuxième est celle de la fissure de l'échantillon CONEX de 277 µm. L'autocicatrisation de la fissure de l'échantillon CONEX est plus rapide durant le premier mois, son ouverture apparente diminue de 63 µm. Entre un et trois mois, la diminution de l'ouverture apparente est beaucoup moins importante (14 µm). En effet, pendant le premier mois d'autocicatrisation la réaction de carbonatation épuise les ions calcium disponibles dans la matrice cimentaire à proximité de la fissure, ce qui ralenti la réaction entre un et trois mois. Après 6 mois, l'autocicatrisation est plus rapide. L'ouverture apparente diminue de 119 µm entre 6 et 12 mois. Au total, l'ouverture apparente de la fissure diminue de 82% entre 0 et 12 mois.

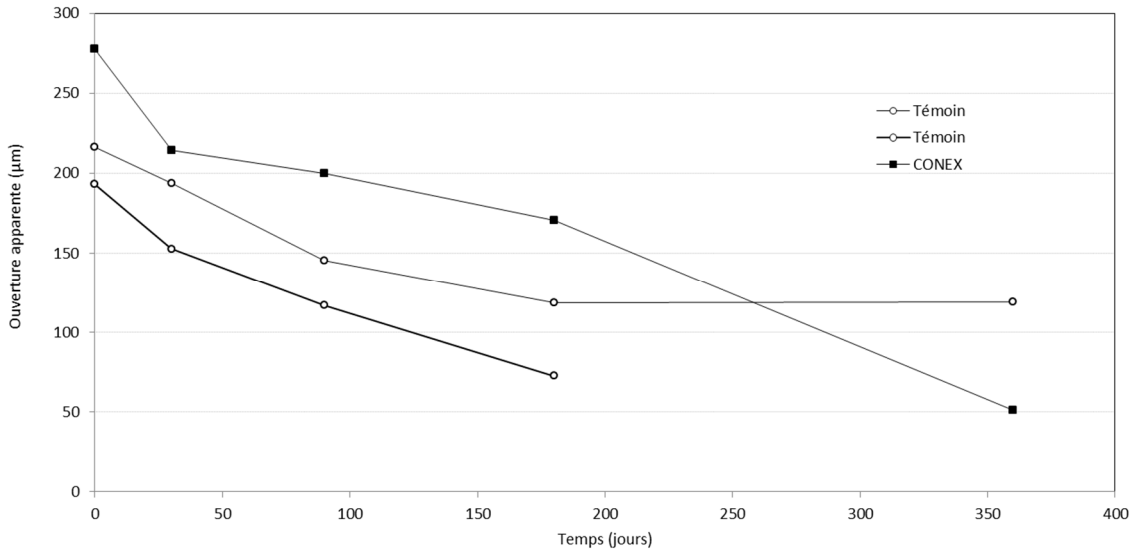


Figure 9. Évolution de l'ouverture apparente des fissures des échantillons témoins et CONEX

L'observation au MEB de la fissure cicatrisée montre que, comme les fissures des échantillons témoins, les produits d'autocicatrisation sont principalement des cristaux de calcite formant une couche compacte sur les surfaces internes des fissures. Les dépôts de calcite (Figure 10) sont plus denses que ceux des échantillons témoins et ils se retrouvent préférentiellement près de l'embouchure des fissures (au voisinage des faces exposées à l'environnement externe). Plus en profondeur, les dépôts sont moins denses et moins compacts. Ils sont composés d'un mélange de cristaux de calcite et d'ettringite (Figure 11).

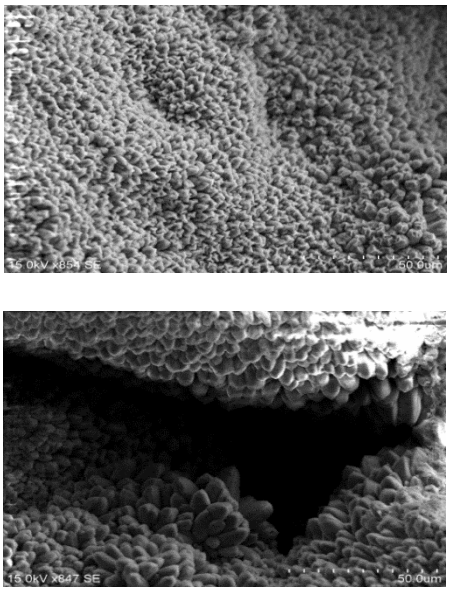


Figure 10. Calcite dans une fissure CONEX (au voisinage des faces exposées à l'environnement externe)

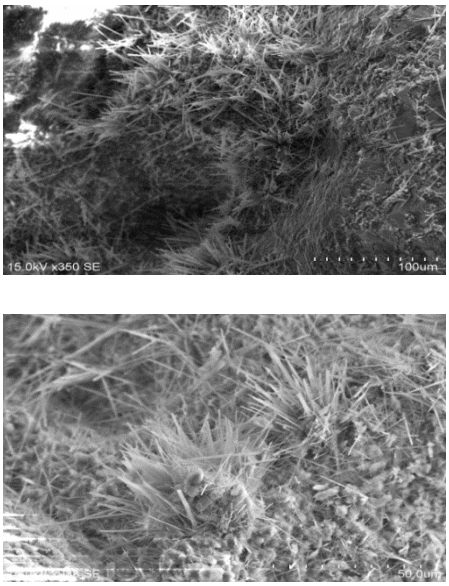


Figure 11. Mélange de calcite et ettringite dans une fissure CONEX (vers le centre de la fissure)

4.3 Micro granulats de verre

Cette étape de l'étude concerne l'étude de la réactivité des micro-granulats de verre dans le mortier et les fissures dans les conditions normales (23°C, 100% H.R) ainsi que leur effet sur la cinétique de l'autocicatrisation. La Figure 12 présente l'évolution de l'ouverture apparente des fissures des mortiers MGV 160 et MGV 630 en fonction du temps de conservation.

L'ouverture apparente de la fissure de l'échantillon MGV 160 diminue de 55 µm après un mois d'autocicatrisation. Cette diminution peut être expliquée par la réaction pozzolanique des particules de verre de taille inférieure à 100 µm. Entre un et douze mois, la variation de l'ouverture apparente de l'échantillon MGV160 est similaire à celle des échantillons témoins. La cinétique d'autocicatrisation de l'échantillon MGV 630 est similaire à celle des échantillons témoins.

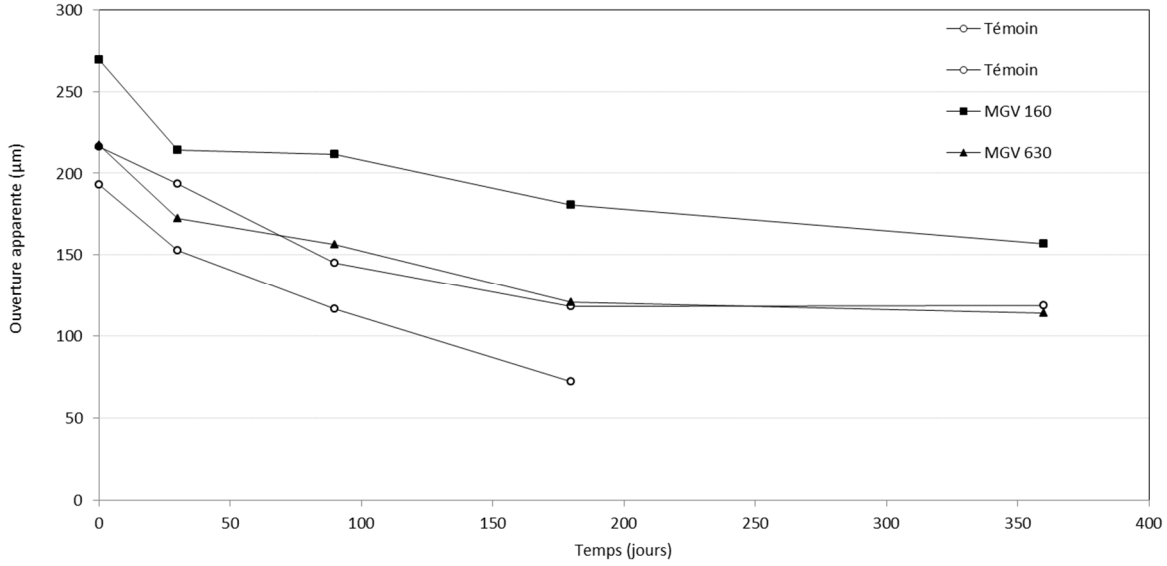
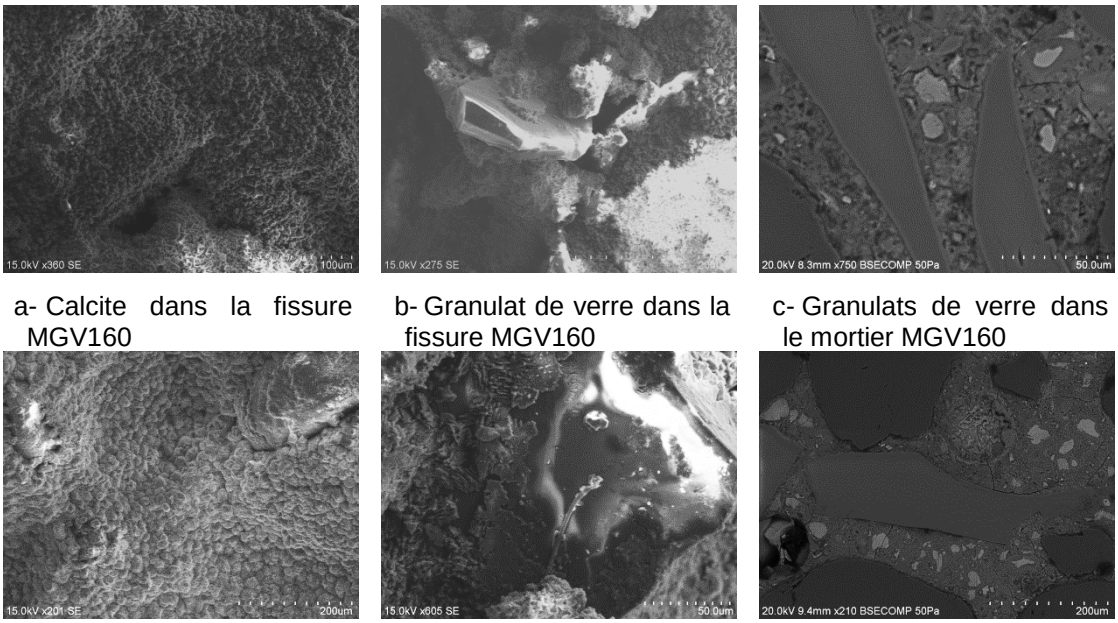


Figure 12. Évolution de l'ouverture apparente des fissures des échantillons MGV160 et MGV630

L'observation au MEB des fissures des échantillons a montré que, comme les échantillons témoins, les parois des fissures sont colonisées par des cristaux de calcite. Les granulats de verre dans les fissures et à l'intérieur des échantillons restent intacts (Figure 13). Dans un mortier ordinaire composé de ciment GU, d'eau et de sable d'Ottawa et conservé dans les conditions choisies pour l'étude (23°C, 100% H.R), la réaction alcali silice des micro-granulats de verre ne se produit pas. Ces premiers résultats suggèrent que les micro-granulats de verre ne semblent pas réagir avec la matrice cimentaire. Ils n'ont pas pu participer aux mécanismes d'autocicatrisation en formant du gel qui aurait pu contribuer au colmatage des fissures.



a- Calcite dans la fissure MGV160 | b- Granulat de verre dans la fissure MGV160 | c- Granulats de verre dans le mortier MGV160

d- Calcite dans la fissure MGV630 | e- Granulat de verre dans la fissure MGV630 | f- Granulats de verre dans le mortier MGV630

Figure 13. Observations MEB des échantillons MGV160 et MGV 630

4.4 Micro-granulats de verre activés par du NaOH

Les alcalis sont les agents qui attaquent la silice des granulats de verre. Ils permettent d'activer la réaction alcali-silice. Les mortiers contenant les MGV 160 et MGV 630 ont été immergés dans une solution de NaOH avec une concentration de 1M pour augmenter la teneur en alcalis de la matrice cimentaire. La figure 14 présente l'évolution de l'ouverture apparente des fissures des échantillons MGV 160 et MGV 630 immergés dans une solution de NaOH en fonction du temps de conservation dans une chambre humide.

L'ouverture apparente de la fissure de l'échantillon MGV160-NaOH diminue de 44 µm après les trois premiers mois d'autocicatrisation et de seulement 16 µm entre 3 mois et 12 mois de conservation. Pour l'échantillon MGV 630-NaOH la diminution de l'ouverture apparente de la fissure est de 85 µm après les 3 premiers mois d'autocicatrisation. Elle est de 14 µm entre 3 et 12 mois. Ces résultats montrent que l'immersion dans le NaOH n'a pas favorisé l'autocicatrisation puisque les courbes d'autocicatrisation des mortiers immergés dans le NaOH sont très similaires à celles des mortiers n'ayant pas été en contact avec le NaOH.

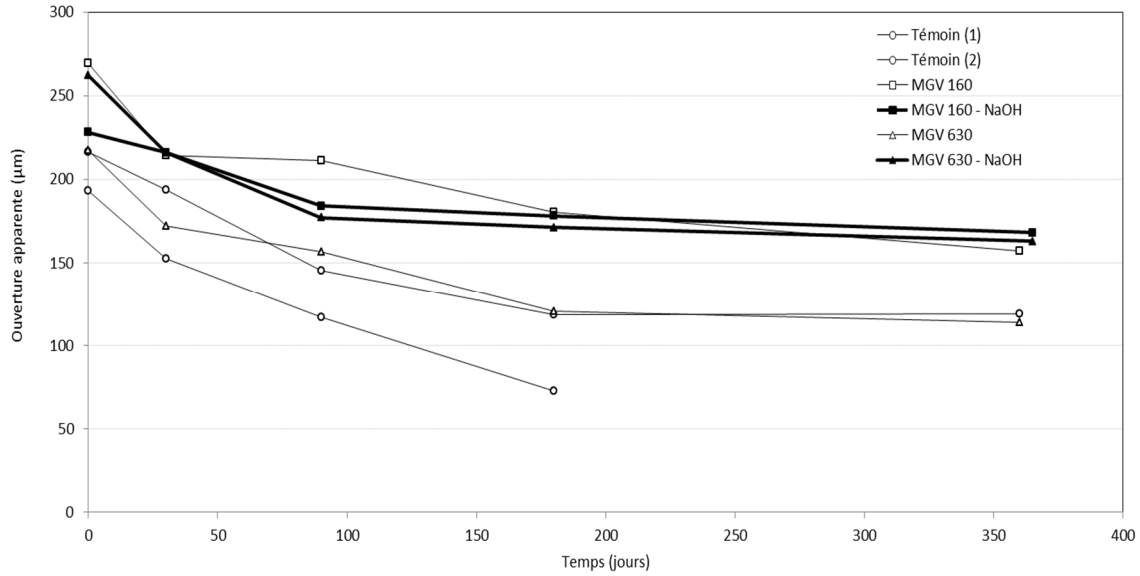
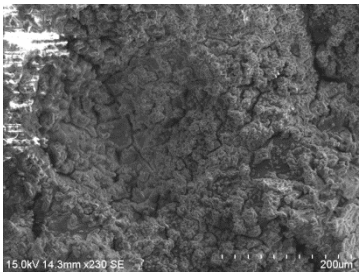
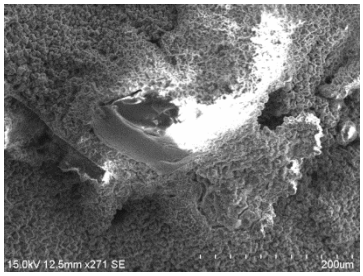


Figure 14. Évolution de l'ouverture apparente des fissures des échantillons MGV160 et MGV630 activés par NaOH

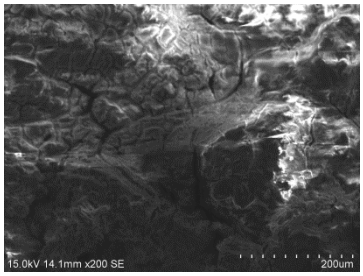
L'observation au MEB des fissures cicatrisées des échantillons MGV-NaOH après 12 mois d'autocicatrisation a montré la formation d'une couche de de cristaux de calcite sur les parois des fissures. De quantités importantes de gel expansif ont été également détectées à proximité des micro-granulats de verre sur les parois des fissures (Figure 15). Les essais de perméabilités sont effectués après un séchage des échantillons pendant 24 heures à 40°C. Le gel expansif perd les molécules d'eau pendant ce séchage et diminue de volume, ce qui pourrait expliquer la faible variation des ouvertures apparentes obtenues à partir des mesures de perméabilité.



a- Calcite et gel expansif dans la fissure MGV160-NaOH



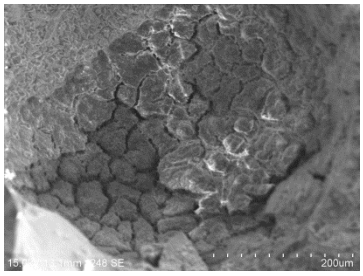
b- Granulat de verre dans la fissure MGV160-NaOH



c- Gel expansif dans la fissure MGV160-NaOH

d- Calcite et granulat de verre dans la fissure MGV630-NaOH

e- Gel expansif dans la fissure MGV630-NaOH



f- Gel expansif dans la fissure MGV630-NaOH

Figure 15. Observations MEB des échantillons MGV160-NaOH et MGV 630-NaOH

4.5 Micro granulats de verre activés par le CONEX

L'ajout de CONEX aux mélanges contenants les micro-granulats de verre augmente leur teneur en ions hydroxyle. Ces ions attaquent la structure de la silice amorphe et permettent d'initier la réaction alcali-slice. L'augmentation de la teneur de la matrice en ion calcium permet d'activer la précipitation du gel silico-calcaire alcalin et des cristaux de carbonates de calcium. La figure 16 présente l'évolution de l'ouverture apparente des fissures des échantillons MGV 160-CONEX et MGV 630-CONEX.

Les ouvertures apparentes des fissures des échantillons MGV-CONEX diminuent rapidement le premier mois. La fissure de l'échantillon MGV160-CONEX, ayant une ouverture initiale de 230 µm, diminue de 62 µm. Celle de l'échantillon MGV630-CONEX (ouverture initiale = 251 µm) diminue de 52 µm. Entre 1 et 6 mois d'autocicatrisation, l'ouverture apparente de la fissure MGV160-CONEX diminue de 44 µm. Celle de la fissure de l'échantillon MGV630-CONEX diminue de 105 µm. Après 6 mois d'autocicatrisation, les ouvertures apparentes des fissures des deux échantillons se stabilisent jusqu'à 12 mois. Le taux total d'autocicatrisation entre 0 et 12 mois est de 68% pour l'échantillon MGV160-CONEX contre 33% pour l'échantillon MGV160. Il est de 64% pour l'échantillon MGV630-CONEX contre 48% pour l'échantillon MGV630.

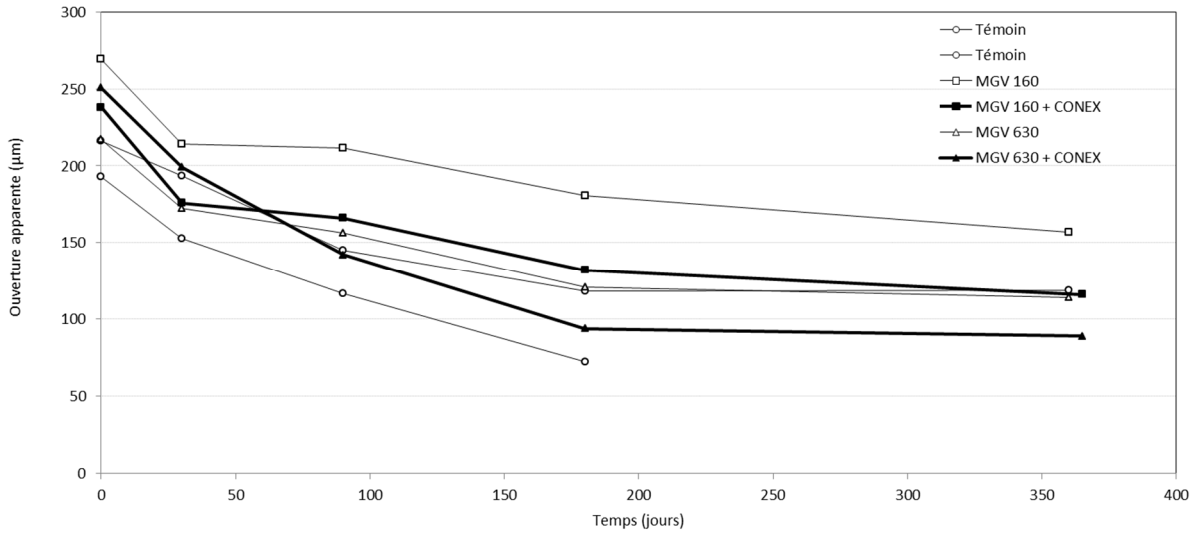
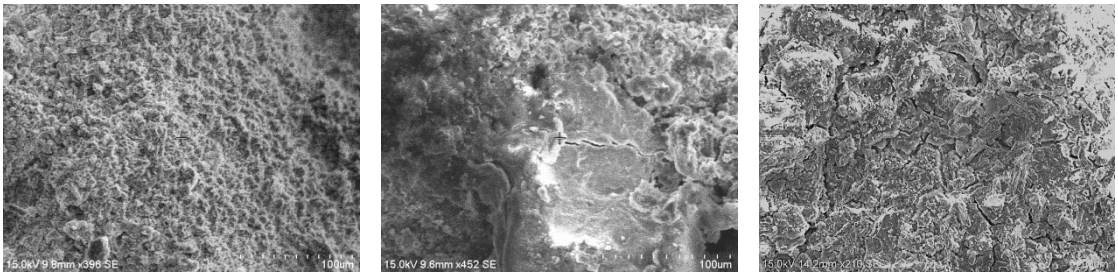


Figure 16. Évolution de l'ouverture apparente des fissures des échantillons MGV160 et MGV630 activés par CONEX

L'observation au MEB des fissures cicatrisées des échantillons MGV-CONEX après 12 mois d'autocicatrisation a montré la formation d'une couche dense de cristaux de calcite sur les parois des fissures (Figure 17-a et Figure 17-b). Du gel expansif s'est également formé sur les parois des fissures des échantillons MGV-CONEX. Les quantités de gel observées sont plus facilement détectables et plus importantes dans les fissures des échantillons MGV630-CONEX. Dans les fissures des échantillons MGV160-CONEX, les quantités de gel sont plus petites et difficilement visibles sous la couche de calcite. Ici aussi, l'effet du gel sur l'autocicatrisation n'a probablement pas été mis en évidence par les mesures de perméabilité à l'air à cause du séchage des échantillons qui précède les mesures de débit d'air.

4.6 Micro granulats de ciment

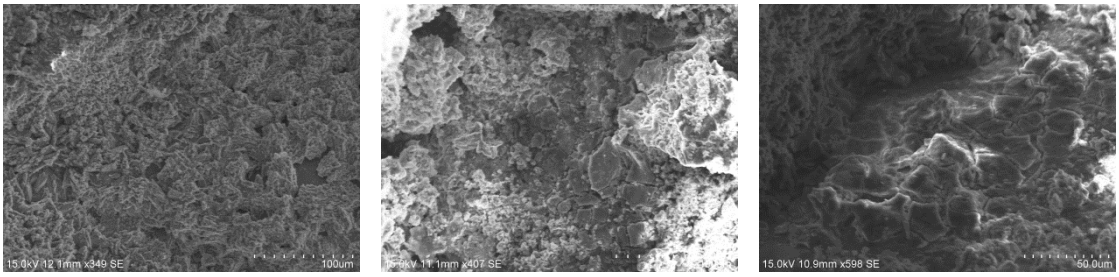
Les micro-granulats de ciment contiennent du ciment faiblement hydraté. Quand une fissure intercepte ces billes de ciment elle permet à l'humidité d'atteindre le ciment anhydre et d'activer son hydratation. Les hydrates formés permettent de colmater les fissures. La variation des ouvertures apparentes des échantillons MGC est présentée par la figure 18.



a- Gel expansif couvert de calcite dans la fissure MGV160-CONEX

b- Granulat de verre dans la fissure MGV160-CONEX

c- Calcite et gel expansif dans la fissure MGV160-CONEX



d- Gel expansif couvert de calcite dans la fissure MGV630-CONEX

e- Gel expansif dans la fissure MGV630-CONEX

f- Calcite et granulat de verre dans la fissure MGV630-CONEX

Figure 17. Observations MEB des échantillons MGV160-CONEX et MGV 630-CONEX

Les ouvertures initiales des fissures sont comprises entre 175 µm et 203 µm. L'ouverture de la fissure MGC 1,25-10% diminue de 70 µm le premier mois, entre 1 et 6 mois elle se stabilise. Celle de la fissure MGC 1,25-30% montre une variation plus progressive entre 0 et 6 mois. Après 6 mois de conservation, elle diminue de 128 µm.

Les ouvertures des fissures MGC 2,5-10% et MGC 2,5-30% diminuent de 71 µm et 100 µm à un mois d'autocicatrisation. Entre 3 et 6 mois, la fermeture des fissures des deux échantillons est plus progressive. Elle garde, cependant, rythme soutenu. Elle est de 13,2 µm/mois pour l'échantillon MGC 2,5-10% et de 20 µm/mois pour l'échantillon MGC 2,5-30%.

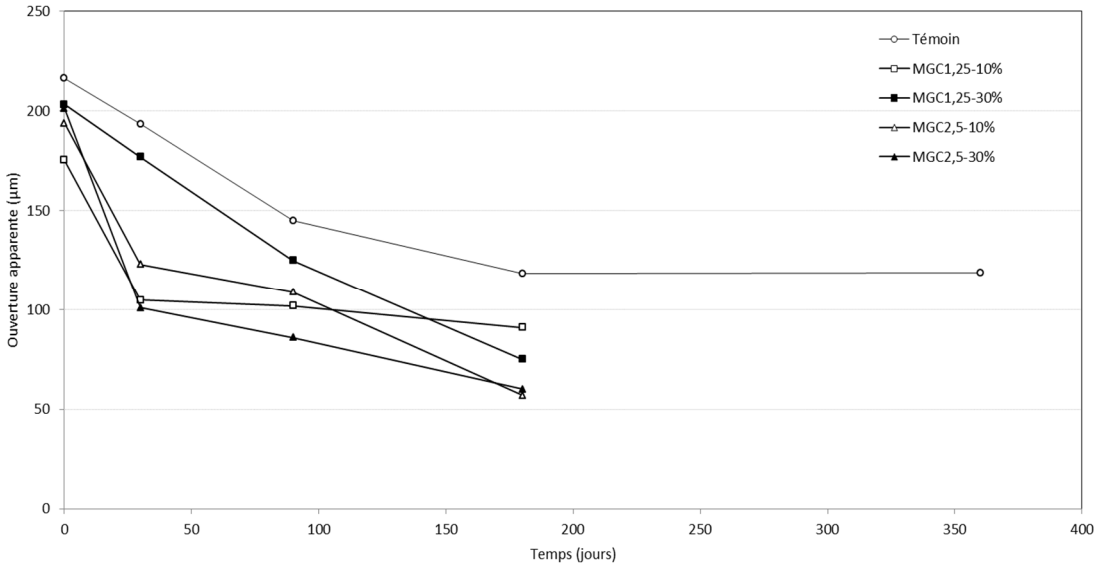


Figure 18. Évolution de l'ouverture apparente des fissures des échantillons MGC1,25 et MGC2,5

5. CONCLUSION

Cette étude a permis de dégager les principales conclusions suivantes :

- Le mortier témoins a une capacité d'autocicatrisation naturelle lorsqu'il est conservé dans une atmosphère à 23 °C et 100% H.R. L'autocicatrisation est plus rapide durant le premier mois de conservation. Après 6 mois, l'ouverture apparente des fissures est diminuée d'environ 53%. Les produits de l'autocicatrisation sont principalement constitués de cristaux de calcite et d'ettringite. Les cristaux de calcite sont préférentiellement formés près de l'embouchure des fissures. Globalement, la cinétique de l'autocicatrisation des mortiers témoins est similaire à celle mesurée par Gagné et Argouges (2012).
- Le mortier CONEX a une capacité d'autocicatrisation importante lorsqu'il est conservé dans une atmosphère à 23 °C et 100% H.R. L'autocicatrisation est, également plus rapide durant le premier mois de conservation vu la disponibilité importante des ions calcium dans les parois de la fissure. Entre 1 et 6 mois elle est plus progressive et elle s'accélère de nouveau entre 6 et 12 mois. Après 12 mois, l'ouverture apparente de la fissure est diminuée d'environ 82%. Les produits de l'autocicatrisation sont principalement constitués de cristaux de calcite et d'ettringite.
- Les mortiers MGV ont présenté globalement une capacité d'autocicatrisation similaire à celle des échantillons témoins. Les observations au MEB, à 6 et 12 mois n'ont relevé aucune trace de réaction alcali silice.
- L'activation des MGV par trempage dans une solution NaOH a permis de déclencher la réaction alcali-silice dans les mortiers MGV conservés dans une atmosphère à 23 °C et 100% H.R. Des quantités de gel silico-calcaire alcalin ont été observées au MEB dans la fissure et ailleurs dans le mortier. L'effet de ce gel sur l'autocicatrisation n'a pas été mis en évidence par les mesures de perméabilité probablement à cause du séchage des échantillons.
- Les mortiers MGV-CONEX ont montré une grande capacité d'autocicatrisation le premier mois. L'ouverture apparente des fissures est diminuée d'environ 26% pour l'échantillon MGV160-CONEX et de 20% pour l'échantillon MGV 630-CONEX. Entre 1 et 6 mois, la variation des ouvertures apparentes est plus progressive pour les deux échantillons. Cependant, celle de la fissure de l'échantillon MGV 630-CONEX est plus soutenu. Après 12 mois, l'ouverture apparente de la fissure MGV 630-CONEX est diminuée d'environ 65% contre 51% pour celle de la fissure MGV 160-CONEX. Au-delà de 6 mois l'ouverture apparente déterminée à partir des mesures de perméabilité se stabilise jusqu'à 12 mois. L'observation au MEB a montré la formation du gel silico-calcaire alcalin dans les fissures.
- Les mortiers MGC ont présenté une capacité d'autocicatrisation importante lorsqu'ils sont conservés dans une atmosphère à 23 °C et 100% H.R. L'autocicatrisation est également plus rapide durant le premier mois de conservation vu la disponibilité importante du ciment anhydre dans les billes de ciment faiblement hydratées. La taille des billes et le dosage en MGC ont un effet sur la cinétique et la capacité d'autocicatrisation. L'effet le plus important est celui des MGC 2,5 dosés à 30%. L'ouverture a diminué d'environ 70% après 6 mois d'autocicatrisation.

6. RÉFÉRENCES

Argouges, M. (2010). *Étude des mécanismes et de la cinétique de l'autocicatrisation dans des mortiers cimentaires fissurés.* Maîtrise, Université de Sherbrooke, Université de Sherbrooke, Sherbrooke, Québec, Canada,

Argouges, M. et Gagné, R. (2010). *Étude des mécanismes et de la cinétique de l'autocicatrisation dans des mortiers cimentaires fissurés.*Université de Sherbrooke, Sherbrooke, Canada,

Desmettre, C. (2011). *Contribution à l'étude de la perméabilité du béton armé sous sollicitations statiques et cycliques.*ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL, MONTRÉAL, CANADA.,

Idir, R. (2009). *Mécanismes d'action des fines et des granulats de verre sur la réaction alcali-silice et la réaction pouzzolanique.*Université de Toulouse, Toulouse, France,

Jacobsen, S., Marchand, J. et Boisvert, L. (1996). Effect of cracking and healing on chloride transport in OPC concrete. *Cement and Concrete Research,* volume 26, numéro 6, p. 869-881.

Sahmaran, M., Keskin, S. B., Ozerkan, G. et Yaman, I. O. (2008). Self-healing of mechanically-loaded self consolidating concretes with high volumes of fly ash. *Cement and Concrete Composites,* volume 30, numéro 10, p. 872-879.

Van Tittelboom, K., Adesanya, K., Dubruel, P., Van Puyvelde, P. et De Belie, N. (2011). Methyl methacrylate as a healing agent for self-healing cementitious materials. *Smart Materials and Structures,* volume 20, numéro 12,

Van Tittelboom, K., De Belie, N., De Muynck, W. et Verstraete, W. (2010). Use of bacteria to repair cracks in concrete. *Cement and Concrete Research,* volume 40, numéro 1, p. 157-66.