

ETUDE DE L'ADHERENCE ET AMELIORATION DES TENUES A L'EAU DES BETONS ET MORTIERS DE SOUFRE EN VUE DE LEUR UTILISATION COMME REVIETEMENTS DE SURFACE

Par

A. AIT-MOKHTAR, A. TAHAKOURT et M. TEMIMI
Chercheurs, Laboratoire GTMa INSA de Rennes, France

Résumé

Le travail présenté illustre les possibilités d'utilisation des bétons et mortiers de soufre en mettant en évidence d'une part, sa compatibilité avec les bétons et mortiers de ciment en constructions mixtes, et d'autre part, les possibilités d'amélioration de certaines de ses propriétés telles que les tenues à l'eau, par l'incorporation d'hydrophobants connus pour leur action imperméabilisante dans les matériaux classiques.

Mots clés : béton de soufre - adhérence - revêtements - tenues à l'eau - hydrophobants.

1 INTRODUCTION

Grâce à des propriétés dont les principales sont les hautes résistances, la rapidité de leur obtention et les résistances à l'usure [1], le béton de soufre est particulièrement indiqué pour quelques types de constructions (revêtements de routes, d'aéroports, sols industriels, canalisations ...) pour faire face aux intenses sollicitations et problèmes d'usure et permettre ainsi une meilleure longévité des ouvrages. Le béton de soufre se trouverait donc dans ce type d'emploi intimement lié aux matériaux "classiques", notamment le béton de ciment.

D'autre part, bien qu'il témoigne d'une bonne tenue face aux agents corrodants (acides et autres solutions altérantes), il n'en demeure pas moins vrai qu'il présente quelques inconvénients dont des chutes de résistances, d'importance variable, à l'eau.

De ce fait, il semble utile à la fois d'appréhender le phénomène de l'adhérence entre les deux matériaux : béton de soufre et béton de ciment, et d'examiner les possibilités d'amélioration des performances à l'eau du béton de soufre

par des hydrophobants incorporés comme adjuvants dans le mélange.

2 ETUDE DE L'ADHERENCE AVEC LES BETONS ET MORTIERS DE CIMENT

Cette partie caractérise d'abord le phénomène et expose quelques méthodes d'essais pratiqués dans des domaines semblables, puis des essais d'adhérence et d'observations sont réalisés afin de caractériser le comportement de pièces mixtes.

2.1 Description du phénomène de l'adhérence

L'adhérence revient à la cohésion ou aux forces d'attraction existant entre molécules d'une ou plusieurs matières, les bétons en sont un exemple. On peut distinguer quatre groupes de facteurs contribuant à l'adhérence :

2.1.1 Forces de Van Der Waals

Ce sont des forces de liaison à l'échelle moléculaire de nature électromagnétique (existant entre molécules polarisées) et qui contribuent à la cohésion du réseau cristallin d'un solide quelconque. L'énergie potentielle E_p liée à ces forces est exprimée par la relation :

$$F = -\frac{dE_p}{dl}$$

où l est la distance entre molécules.

Cette énergie évolue en fonction de l suivant la relation :

$$E_p = -\frac{a}{l^6} + \frac{b}{l^{12}}$$

où a et b sont des constantes dépendant de la nature des éléments.

Cette relation peut se schématiser par la courbe de la figure 1. A partir de la distance l_e (quelques angströms) les molécules s'attirent.

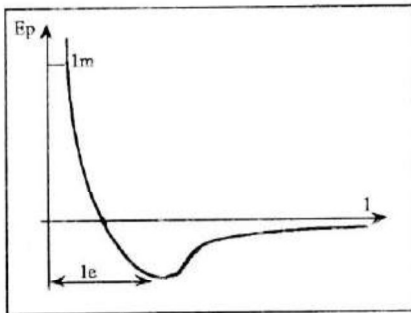


Figure 1 : Variation de l'énergie potentielle en fonction de la distance intermoléculaire.

Ce type de liaison intervient dans la zone de contact entre les molécules de la pâte de ciment et celles du soufre pour le cas qui nous concerne.

2.1.2 Phénomènes chimiques

Le soufre natif est un élément peu réactif. Les réactions les plus courantes qu'on lui connaît sont avec les métaux, lesquels sont plutôt absents dans la composition de la pâte de ciment :

- ◆ Portlandite : CH (la notation prise est celle de la chimie des ciments*),
- ◆ Silicates de calcium hydratés : CSH,
- ◆ Aluminate tétracacique hydraté : C_4AH_{13} ,
- ◆ Ettringite : $C_3A \cdot 3(CaSO_4)H_{32}$ (du fait de la présence du gypse).

Ce sont des oxydes qui sont plus stables que les sulfures, notamment lorsqu'ils se carbonatent au contact du CO_2 de l'air. Il semble alors que les deux matériaux ne peuvent réagir de manière à se lier fortement, ou bien au contraire à entamer une liaison mécanique.

2.1.3 Irrégularités de surface

On peut distinguer : les microrugosités apercevables au microscope, variant de 10 à 1000 μm , et les macrorugosités constituées des saillies irrégulières des granulats, allant jusqu'à une dizaine de millimètres selon le granulat utilisé.

C'est sans doute l'aspect le plus prépondérant de l'adhérence. Ainsi, la surface rugueuse du béton de ciment (macrorugosité) favorise la pénétration, lors du coulage, du soufre liquide jusque dans les pores de la pâte de ciment (microrugosité) constituant l'épiderme du matériau.

2.1.4 Frottements

Les frottements interviennent dans le phénomène après la rupture de l'adhérence dite primaire régie par les facteurs sus-cités, ils définissent ainsi l'adhérence secondaire et sont de deux catégories : statiques et dynamiques [2].

(*) C : CaO, S : SiO_2 , A : Al_2O_3 , H : H_2O .

Etant donné le type d'utilisation mentionné (en tant que revêtement), il s'agira davantage de frottements statiques. Ils se manifestent par opposition aux déplacements relatifs des deux matériaux et sont définis par l'ampleur des irrégularités de surface, c'est-à-dire de l'interpénétration des deux matériaux.

2.1.5 Paramètres influant sur l'adhérence

Parmi les paramètres les plus influants, on citera la résistance des bétons (la résistance au cisaillement est de 17 à 18 % environ de la résistance à la compression), l'état de surface dont il vient d'être question, la position pendant le bétonnage et, bien sûr, la vibration, notamment de la couche de revêtement en béton de soufre. D'où découlent les possibilités d'amélioration de l'adhérence.

2.2 Méthodes d'essais

2.2.1 Essai d'arrachement

Il permet d'apprécier correctement l'adhérence d'un revêtement, mais il est aussi appliqué pour la détermination de la résistance à l'arrachement de couches de peintures par rapport à une valeur de référence [3].

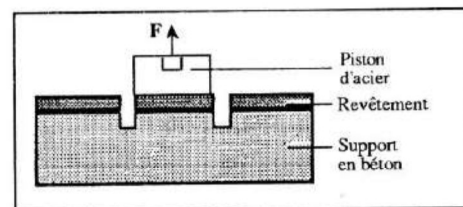


Figure 2 : Configuration de l'essai d'arrachement (les dimensions sont normalisées [3]).

On mesure ainsi la résistance à l'arrachement d'une section cylindrique de revêtement de surface, se trouvant détachée par une discontinuité (Figure 2).

2.2.2 Essai de cisaillement oblique

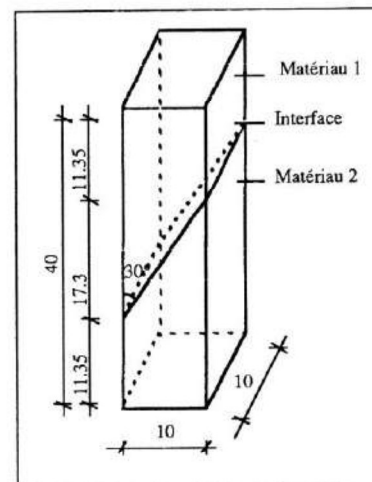


Figure 3 : Schématisation de l'essai de cisaillement oblique (les dimensions sont en cm).

Il est particulièrement recommandé pour l'appréciation de l'adhérence entre des matériaux à base de résines et le

béton de ciment. La force d'adhérence est obtenue par compression d'un prisme mixte (Figure 3) [4].

Notons cependant que cet essai requiert pour les matériaux des modules d'élasticité proches afin d'éviter des répartitions hétérogènes des contraintes, en particulier à l'interface.

2.2.3 Essai de cisaillement direct

Tel qu'il est conçu, il est plutôt appliqué pour tester des colles pour bétons [4]. La résistance de la colle est exprimée en terme de contrainte de cisaillement nécessaire pour entraîner la rupture du prisme (Figure 4). De fait, il nécessiterait quelques adaptations afin de pouvoir l'appliquer au cas qui nous intéresse.

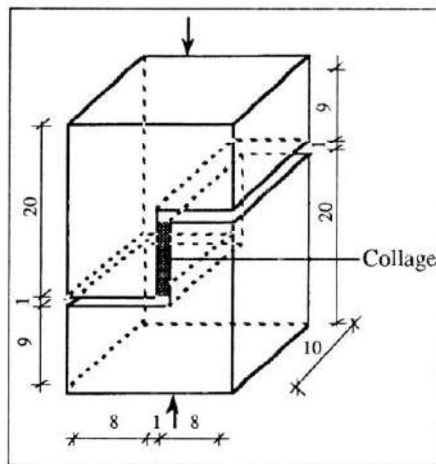


Figure 4 : Schématisation de l'essai de cisaillement direct (les dimensions sont en cm).

2.3 Etude expérimentale

2.3.1 Matériaux

Les éprouvettes fabriquées pour les deux matériaux sont en mortier :

2.3.1.1 Mortier de ciment

Afin d'approcher les résistances du mortier de soufre, le dosage adopté est le suivant : 60% de sable 0-5 mm et 40% de C.P.J.45, avec un dosage en eau de 20% des éléments secs. Cette quantité suffit au mouillage des grains et à l'hydratation du ciment ($E/C = 0.5$).

2.3.1.2 Mortier de soufre

Il est composé selon la méthode de la compacité maximale, les fines ajoutées sont des pyrites. Le mode de confection est déjà décrit [1], ainsi, les pourcentages en poids utilisés sont : 80% de sable 0-5 mm et 20 % de pyrites pour le granulat, avec 24 % de soufre du mélange total.

Les pyrites sont des minéraux que l'on rencontre dans de multiples gisements (roches éruptives, schistes cristallins, sources thermales). Elles contiennent du soufre sous forme

combinée (35 à 55% environ), ce qui justifie le choix de leur utilisation dans la fabrication des mortiers de soufre.

2.3.2 Essais

Globalement, les mesures ont été effectuées sur un minimum de trois éprouvettes par type d'essai.

2.3.2.1 Retraits

Les mesures de retrait prennent ici une importance de premier ordre étant donné l'usage du béton de soufre. A ce propos, une certaine homogénéité de celles-ci est indispensable pour éviter les contraintes à l'interface dues à d'éventuels retraits différentiels.

2.3.2.2 Identification des matériaux

Des mesures de masses volumiques et de résistances à la compression (NFP 15-451) et à la traction par flexion (NFP 18-407) sont effectuées.

2.3.2.3 Essai d'adhérence par arrachement

Les éprouvettes mixtes fabriquées sont en forme de double T (d'une épaisseur de 2.3 cm) et des essais d'arrachement à différents âges ont été réalisés suivant le schéma de la figure 5. La partie en mortier de ciment est préalablement confectionnée.

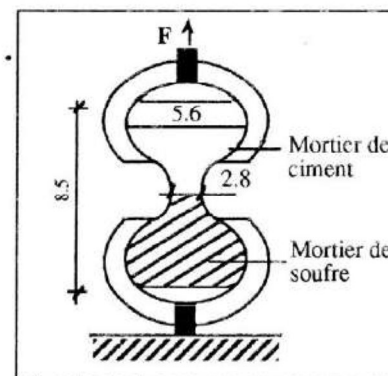


Figure 5 : Configuration de l'essai d'adhérence par arrachement (les dimensions sont en cm).

2.3.2.4 Essai d'adhérence par cisaillement

Il est effectué sur des éprouvettes "sandwichs" de forme prismatique de 4 x 6 x 16 cm selon la figure 6. Sur la couche de mortier de ciment de 2 cm préalablement fabriquée est coulée celle du mortier de soufre (même épaisseur) sur laquelle vient se poser la deuxième couche en mortier de ciment, identique à la première.

2.3.3 Résultats et discussions

2.3.3.1 Identification

Les mesures de masses volumiques et de résistances à 28 jours d'âge des deux matériaux donnent les valeurs suivantes :

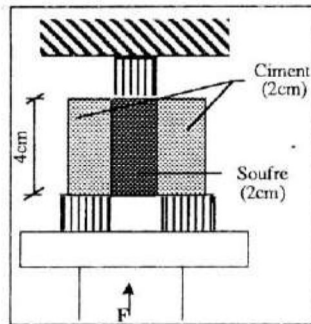


Figure 6 : Configuration de l'essai d'adhérence par cisaillement.

| Mortier de : | Densité | Compression [MPa] | Traction par flexion [MPa] |
|--------------|---------|-------------------|----------------------------|
| Soufre | 2.31 | 59.15 | 9.65 |
| Ciment | 2.29 | 52.23 | 7.60 |

Tableau 1 : Caractéristiques des mortiers utilisés.

On observe de meilleures résistances pour le mortier de soufre, ceci confirme les résultats obtenus lors de la précédente étude [1] quant à la supériorité globale de celui-ci.

2.3.3.2 Retraits

Etant données les caractéristiques du mortier de soufre, l'évolution du retrait est mesurée en deux étapes : la première concerne les heures juste après fabrication, le démoulage se faisant 30 mn après coulage ; et la deuxième à partir d'un jour. C'est cette dernière qui est comparée avec l'évolution du retrait sous les mêmes conditions du mortier de ciment (Figure 7).

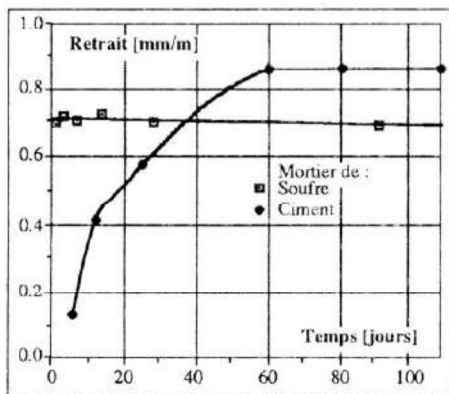


Figure 7 : Retrait en fonction du temps.

On remarque que la majeure partie du retrait du mortier de soufre s'effectue pendant la phase de refroidissement (quelques heures après moulage). De ce fait, le retrait s'en trouve stabilisé à partir d'un jour et présente un ordre de grandeur légèrement inférieur à celui du mortier de ciment à long terme (respectivement 0.7 et 0.9 mm/m). Ceci allègerait donc les distorsions dues aux différences de retrait.

2.3.3.3 Essais d'adhérence

Ils sont effectués selon les deux modes : arrachement et

cisaillement, au cours du temps (Figure 8). Les résultats obtenus dans les deux cas sont très proches : au regard du mode d'essai, les valeurs obtenues en cisaillement peuvent paraître relativement faibles. Il semble que la raison en est la mise en place de la couche supérieure du mortier de ciment : celle-ci, en plaque, est posée sur la couche de mortier de soufre fraîchement coulée sur la plaque inférieure. L'adhérence à cette même plaque serait alors meilleure : le mortier de soufre pénètre mieux dans les pores de la première. Cette différence est par ailleurs vérifiée aux essais : la rupture s'opère en premier lieu avec la plaque supérieure.

Les résultats obtenus témoignent également de la bonne stabilité de l'adhérence entre les deux matériaux. A ce propos, des observations sur des plaques mixtes de 30 x 40 cm de côté et de 4 cm d'épaisseur totale (2 + 2 cm) ont montré une bonne tenue de l'adhérence dans le temps. A l'observation de la couche supérieure en mortier de soufre, on constate son aspect stable et homogène, sans l'apparition de fissures.

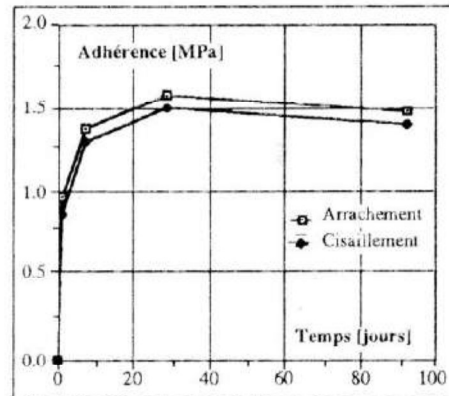


Figure 8 : Contraintes d'adhérence de rupture en fonction du temps.

3 AMELIORATION DE LA TENUE A L'EAU

3.1 Action de l'eau sur les mortiers de soufre

L'une des propriétés importantes des bétons et mortiers de soufre est leurs résistances aux acides. Cependant, ces derniers, étant utilisés en solution, la présence de l'eau affecte ceux-là dans leurs performances. Afin d'y remédier, on étudiera l'effet de l'ajout de produits hydrophobants.

Pour ce faire, on gardera là encore la composition prise dans l'étude de l'adhérence, à savoir un granulat composé de 80% de sable 0-5 mm et 20% de pyrites, avec 24% de soufre du mélange total, les proportions étant toujours données en poids.

3.2 Les adjuvants classiques et choix

Le problème de l'action néfaste de l'eau dans les mortiers de soufre étant posé, on s'est orienté vers l'utilisation des adjuvants classiques des bétons de ciment qui améliorent l'imperméabilité [6]. Une gamme de quatre produits hydrophobants (paraffine, glycérine, huile de lin et huile de silicone) est choisie. Ils sont ajoutés au mortier dans les

proportions suivantes : 0.5, 1 et 2% en poids du granulat [7].

3.3 Etude du comportement à l'eau des mortiers de soufre avec adjuvants

3.3.1 Essais

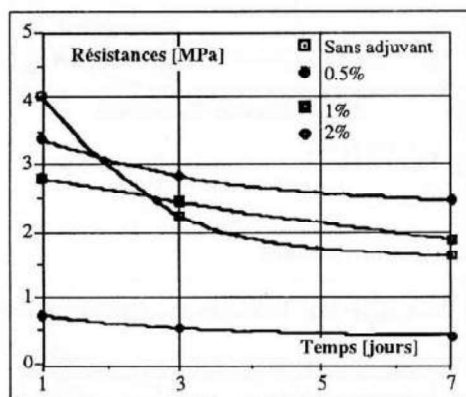
Ils se divisent en deux étapes :

- ✓ d'abord les essais préliminaires qui se limitent aux mesures de résistances mécaniques : compression (NFP 15-451) et traction par flexion (NFP 18-407), pendant une semaine ; ce afin de mettre en évidence les adjuvants les plus efficaces et leurs pourcentages optimums respectifs ;
- ✓ puis des mesures de variations dimensionnelles et de résistances mécaniques à long terme sont effectuées pour compléter l'étude sur l'effet des meilleurs adjuvants.

Chaque type d'essai est répété là aussi sur un minimum de trois éprouvettes. Ces dernières sont en mortier de soufre, de 4 x 4 x 16 cm de dimensions. L'étude de la tenue à l'eau est réalisée dans les deux cas par immersion des éprouvettes à un jour d'âge. L'effet de l'incorporation de l'adjuvant à long terme est également étudié à sec : les éprouvettes sont alors conservées en salle régulée (20 °C et 50% d'HR).

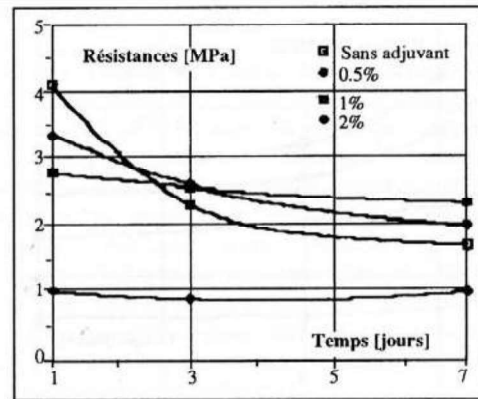
3.3.2 Résultats et discussions

3.3.2.1 Etude préliminaire

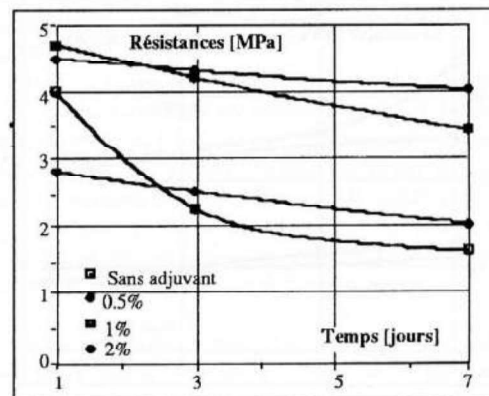


(a) Mortier avec glycérine.

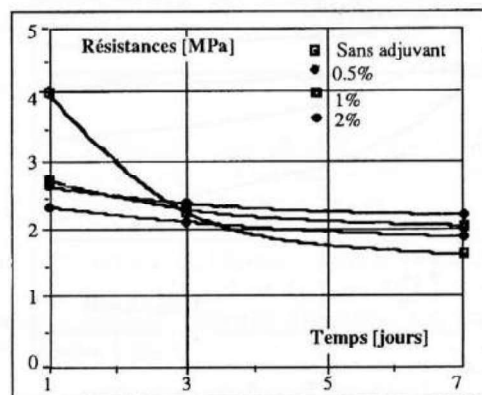
Au bout de 7 jours d'immersion (Figure 9 et 10), le mortier sans adjuvant enregistre une importante chute de résistance (environ 32% en compression et 60% en traction par flexion). Les effets des adjuvants sont variables, ainsi, l'huile de lin et la glycérine ont même une action négative, allant en importance avec la proportion d'adjuvant incorporé. En revanche, les huiles de silicone et de paraffine semblent améliorer les tenues à l'eau, en particulier avec le dosage de 0.5% dans les deux cas. Notons que l'ajout de l'huile de silicone affecte de fait les résistances (Figures 9d et 10d), mais il a un effet "stabilisateur" dans l'eau.



(b) Mortier avec l'huile de lin.



(c) Mortier avec l'huile de paraffine.



(d) Mortier avec l'huile de silicone.

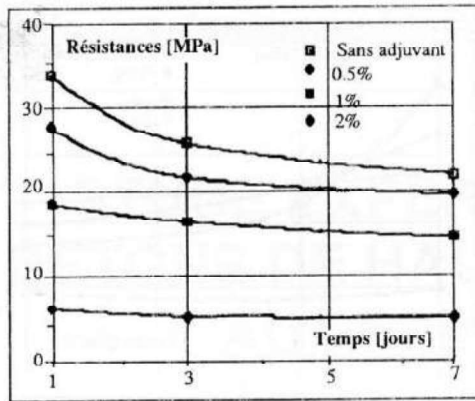
Figure 9 : Résistances à la traction par flexion en fonction du temps.

A la leur de ces résultats, deux adjuvants se distinguent : l'huile de silicone et l'huile de paraffine, tous deux avec un dosage de 0.5%. Ils sont alors pris pour compléter l'étude à long terme.

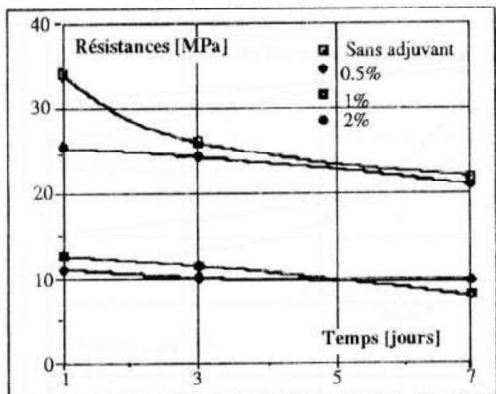
3.3.2.2 Action des huiles de silicone et de paraffine à long terme

a/ Variations dimensionnelles

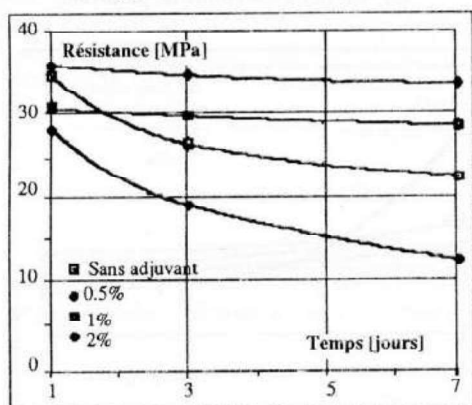
Les mesures de retrait (éprouvettes à sec) et de gonflement (éprouvettes immergées) sont réalisées après un jo



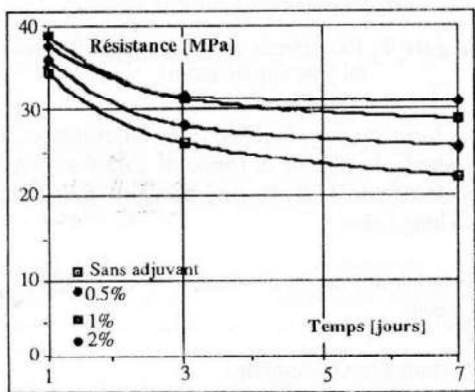
(a) Mortier avec glycérine.



(b) Mortier avec l'huile de lin.



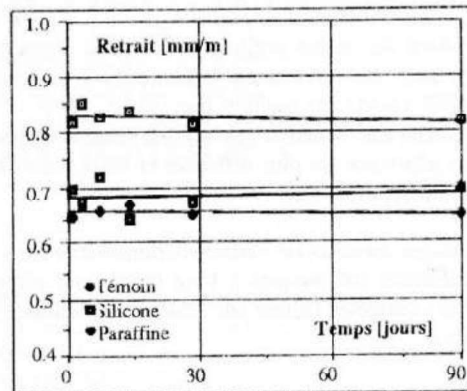
(c) Mortier avec l'huile de paraffine.



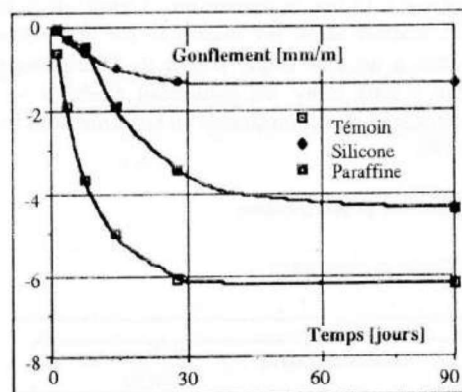
(d) Mortier avec l'huile de silicone.

Figure 10 : Résistance à la compression en fonction du temps.

d'âge (afin de ne pas tenir compte des variations dues au refroidissement et à la recristallisation du soufre). Une légère réduction du retrait à sec est observée (Figure 11a). En outre, hormis la rapide stabilisation des gonflements (14 jours pour le silicone et 30 pour le témoin) (Figure 11b), l'effet hydrophobant des adjuvants est manifeste, en particulier celui de l'huile de silicone où le rapport de ceux-ci avec ceux du témoin est d'environ 1 à 6.



(a) Retrait (à sec).

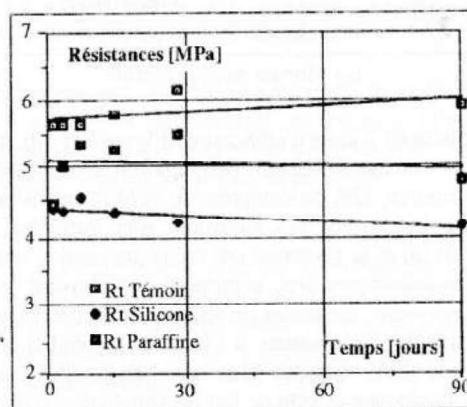


(b) Gonflement (dans l'eau).

Figure 11 : Variations dimensionnelles en fonction du temps.

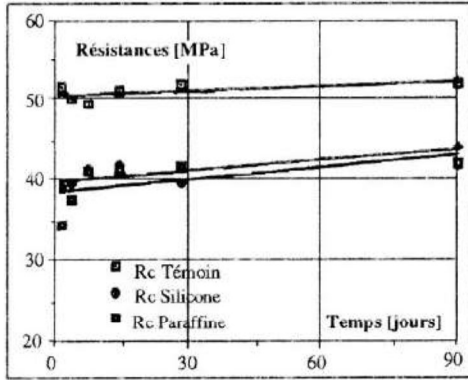
b/ Résistances mécaniques

Les deux adjuvants réduisent les résistances méca-



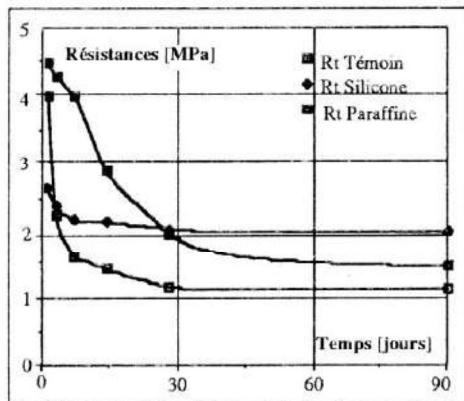
(a) Traction par flexion.

ques du mortier à sec (Figures 12a et 12b), ils permettent en revanche de meilleures tenues à l'eau en amortissant les chutes des résistances. Cette tenue est nettement meilleure avec l'huile de silicone par rapport à l'huile de paraffine dont l'effet ne semble que retarder l'action de l'eau (Figures 13a et 13b). A l'observation visuelle des éprouvettes à l'eau, on aperçoit l'effet "d'aspect" favorable des deux adjuvants : l'altération des surfaces de celles-ci n'est apparue que sur les témoins.

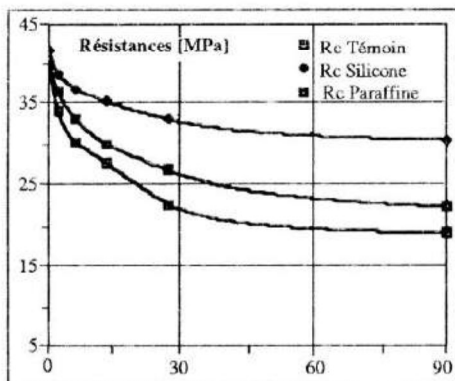


(b) Compression.

Figure 12 : Résistances dans l'eau en fonction du temps.



(a) Traction en flexion.



(b) Compression.

Figure 13 : Résistance dans l'eau en fonction du temps.

4 CONCLUSION

La construction mixte béton de ciment - béton de soufre semble ne pas poser de problèmes, ceci est confirmé à la fois par les résultats comparatifs de retrait qui sont proches, et par les résistances d'adhérence obtenues. Par ailleurs, des observations qualitatives effectuées sur des plaques mixtes attestent de la stabilité de celles-ci sans l'apparition d'anomalies d'aucune sorte. Notons qu'en cas d'insuffisance, l'adhérence peut être améliorée par divers moyens : un coulage préalable d'une pâte de soufre et de fillers (fines particules) serait utile à l'établissement d'un contact plus intime entre les deux matériaux, et servirait ainsi à l'amélioration de l'adhérence.

Dans le cas de grandes surfaces bétonnées, la différence, même minime, entre les retraits des deux matériaux est à prendre en compte afin d'éviter des contraintes dans le revêtement.

Celles-ci seraient plutôt de compression étant donnée la différence observée entre les retraits (Figure 7). Nous préconisons alors l'emploi d'une couche intermédiaire en dérivés bitumineux par exemple [5] pour permettre un "glissement" du revêtement. Cependant, il est évident que des essais plus appropriés et tenant compte de chaque type d'utilisation définiront mieux les performances et les possibilités d'utilisation en fonction de besoins précis.

Quant aux tenues à l'eau, l'adjuvant le plus efficace semble être l'huile de silicone à 0.5% : son incorporation a nettement amélioré le comportement de ce matériau à l'eau. Il apporte ainsi une solution acceptable, bien qu'imparfaite, aux problèmes de tenue des revêtements tels que routes, aéroports, ... face aux sollicitations hydriques ☺

BIBLIOGRAPHIE

- [1] A. Aït-Mokhtar, A. Tahakourt et M. Timimi : "Bétons et mortiers de soufre - Propriétés et mise en œuvre". Algérie EQUIPEMENT, n°9 Juillet 1993.
- [2] A. Aït-Mokhtar et A. Chernai : "Analyse du phénomène de l'adhérence Acier - Béton de ciment et Acier - Béton de terre stabilisée". Mémoire d'Ingénieur, Université de Tizi-Ouzou 1986.
- [3] Commission des sols industriels de C.E.G.O.S : "Méthode de choix des sols industriels". Edition d'information Paris.
- [4] Comité technique 52-RAC : "Adhérence des résines aux bétons". Projet de recommandation, Paris 1986.
- [5] A. Aït-Mokhtar : "Analyse de l'adhérence béton de soufre - béton de ciment". Mémoire de DEA, INSA Rennes 1987.
- [6] M. Venuat : "Adjuvants et traitements". 1ère édition par l'auteur, Paris 1984.
- [7] A. Tahakourt : "Amélioration de la tenue à l'eau des mortiers de soufre avec pyrites". Mémoire de DEA, INSA Rennes 1987.