

EFFECT OF ROLLED AGGREGATE POWDER ON MECHANICAL STRENGTH AND DURABILITY OF MORTARS EXPOSED TO ACID ATTACK

Salhi A.^{1,2*}, Kriker A.², Tioua T.^{2,3}, Abimouloud Y.²

¹ Département de l'hydrolyque et de Génie civil, Université de Ghardaia, 47000 Ghardaia, Algeria

² Laboratoire E.V.R.N.Z.A, Université Kasdi Merbah Ouargla, 30000 Algérie

³ Centre universitaire. Boussouf de Mila, 43000 Mila, Algérie

Received: 20 August 2020 / Accepted: 10 February 2021 / Published online: 01 January 2022

ABSTRACT

This paper outlines an investigation into the effect of incorporating rolled aggregate powder as a cement replacement on mortar mechanical strength and resistance against sulfuric acid attack. The study examined compressive strength, and mass loss changes of mortars based on 10, 20 and 30% rolled aggregate powder replacement rates immersed in fresh water and 12 weeks in 5% sulfuric acid solutions. Experimental results showed improved compressive strength, with 10 and 20% rolled aggregate powder replacement rates and enhance mortar resistance to aggressive sulfuric acid attack.

Keywords: rolled aggregate powder; compressive strength; sulfuric acid H₂SO₄.

Author Correspondence, e-mail : salhi.aimad@univ-ghardaia.dz

doi: <http://dx.doi.org/10.4314/jfas.v14i1.4>



1. INTRODUCTION

Les structures en béton sont régulièrement soumises à des conditions environnementales agressives à partir d'une variété de produits chimiques naturels et industriels. L'acide sulfurique (H_2SO_4) est connu comme une des sources les plus communes de dégradation des bétons en raison de sa présence dans les eaux souterraines, les déchets industriels et les ouvrages d'évacuation des eaux usées [1]. Les réactions physico-chimiques entre l'acide sulfurique et les produits d'hydratation du ciment sont les principales raisons de la perte de durabilité des bétons [2-6].

Plusieurs types d'ajouts sont bien connus tels que les pouzzolanes naturelles, les cendres volantes, les laitiers des hauts fourneaux ainsi que la fumée de silice, utilisées comme ajouts en cimenterie ou additifs lors de la confection des mortiers et bétons contribuent par leur activité physique, hydraulique et pouzzolaniques à améliorer le comportement des ciments à l'état frais ainsi qu'à l'état durci [7, 8]. Ces produits deviennent plus actifs dans les solutions alcalines du ciment et donnent naissance à de nouveaux hydrates qui confèrent aux mortiers et bétons une plus grande résistance mécanique et une meilleure durabilité [9,10,11].

Bien que l'emploi des additions minérales se soit généralisé dans le monde, il reste très limité en Algérie [12]. Vu la disponibilité en grande quantité de ces ajouts et leurs coûts relativement réduit par rapport au ciment, leurs emplois dans le domaine du génie civil ne sont pas encore répandus, de ce fait la valorisation et la prospection des matériaux locaux de construction est devenue une obligation en vue de répondre à une demande sans cesse croissante dans le secteur de la construction en Algérie qui connu un véritable regain d'activité la dernière décennie. Cette étude entre dans un cadre global de notre laboratoire de recherche qui s'intéresse à la valorisation des matériaux locaux et la promotion de la durabilité des bétons dans les zones sahariennes. De ce fait, plusieurs recherches ont été réalisées par quelques membres du laboratoire de recherche dans ce but [13-17]

La présente étude vise à apporter une contribution à la valorisation de granulats roulés en poudre (GRP) en tant qu'addition minérale et leur influence sur la durabilité de mortier vis-à-vis de l'attaque acide. A cet effet, une étude comparative a été menée sur un mortier sans aucune addition et des mortiers avec addition de granulats roulés en poudre (GRP) à différents

dosages. Le suivi des éprouvettes a été réalisé selon une approche permettant de mettre en évidence tous les aspects de l'altération physiques, mécaniques et chimiques des mortiers notamment : des observations visuelles, des mesures de variation de masses, des mesures de la résistance en compression, des observations au microscope électronique à balayage (MBE) dans de nombreux points d'analyses répartis entre zone dégradée et zone saine, des analyses par diffraction des rayons X (DRX) de poudres finement broyées des échantillons prélevés dans les zones dégradées pour mettre en évidence et identifier les modifications microstructurales.

2. MATERIAUX

2.1. Le ciment

Le ciment utilisé dans cette étude est un CEM I 42.5 R conforme à la norme algérienne NA 442, présente une résistance moyenne en compression à 28 jours de 45 MPa, de masse volumique absolue 3020 kg/m^3 et de surface spécifique Blaine $3945 \text{ cm}^2/\text{g}$.

La composition chimique du CEM I 42.5 R ont été fournie par le fabricant est données dans le tableau 1.

Tableau 1. Composition chimique du CEMI 42,5 R

Oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Cl	Na ₂ O	K ₂ O	P.F
% Massique	21,62	4,49	5,37	63,91	1,66	1,92	-	0,03	0,25	0,81

2.2. L'addition

2.2.1. Granulat roulé en poudre (GRP)

Le choix d'une addition par rapport à une autre est en général, après la disponibilité locale à des coûts acceptables, fait en fonction de la teneur élevée en silice.

Le GRP est obtenue par boryage des granulats roulés disponible localement (la région d'Ouargla). Le broyage est effectué à l'aide d'un broyeur conventionnel à boulets, après en procède au tamisage.

La caractérisation de GRP a été réalisée au niveau du département qualité de la société des ciments de Sour ELGhozlane (Bouira). La composition chimique et les propriétés physiques de GRP sont présentées dans le tableau 2.

Du point de vue chimique la constatation importante à signaler est la présence d'un fort pourcentage en silice SiO_2 qui est supérieur à 94 %.



Fig.1. Granulat roulé en poudre (GRP)

Tableau 2. Composition chimique et caractéristiques physiques de GRP

Analyse chimique		Analyse physique		
Oxydes	% Massique	Désignation	Unité	Valeurs
SiO₂	94,02	Densité absolue	(kg/m ³)	2605
Al₂O₃	1,02			
Fe₂O₃	0,58	Densité apparente	(kg/m ³)	1095
CaO	1,02			
MgO	0,29			
SO₃	0,20			
Cl	-	S.S.B	cm ² /g	5832
Na₂O₃	-	I ₂₈	-	0,89
CaCO₃	2,52			
P.F	1,12			

I₂₈– Indices d'activités à 28 jours

Le diagramme aux rayons X présenté par la figure 2 montre que le GRP est essentiellement composé de minéral cristallisé sous la forme de quartz.

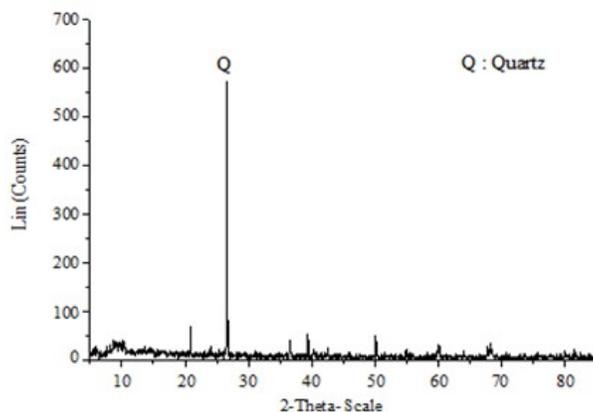


Fig.2. Diffractogramme du GRP

2.3. Le sable

Le sable utilisé dans cette étude est un sable naturel alluvionnaire siliceux, provient de la région d'Ouargla. Les principales caractéristiques physiques de sable sont données dans le tableau 3. L'analyse granulométrique des granulates est présentée sur la figure 3.

Tableau 3. Caractéristiques physiques de sable

Caractéristiques	Unité	Valeurs
Masse volumique apparente	kg /m ³	1470
Masse volumique absolue	kg /m ³	2502
Module de finesse	-	2,23
Equivalent de sable	%	89

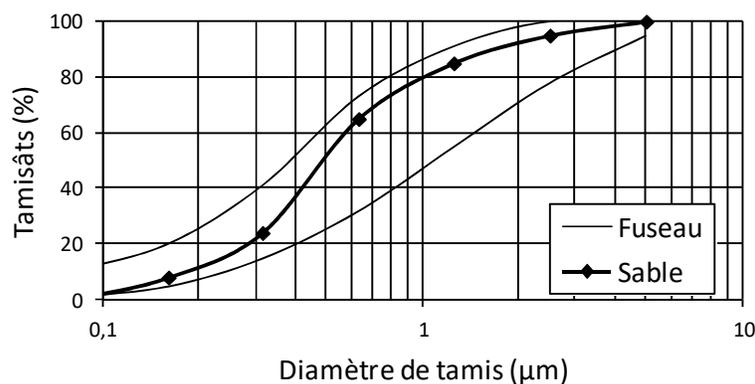


Fig.3. Courbe granulométrique du sable

2.4. L'adjuvant

L'adjuvant employé est un super-plastifiant haut réducteur d'eau de 3^{ème} génération à base de polycarboxylates, de sensité 1.07 ± 0.01 , de pH 6 – 6.5, des teneurs en ions chlore < 0.1 g/l et l'extrait sec 30%. La plage d'utilisation recommandée varie de 0.5 à 2 % du poids du ciment.

3. METHODES EXPERIMENTALES

3.1. Formulation et confection des éprouvettes

Pour la composition du mortier témoin (MT), nous avons utilisé un dosage en ciment et sable qui correspond à celui d'un mortier normalisé conformément à la norme EN 196-1 c'est à dire une part de ciment et trois part de sable. Concernant le dosage en eau nous avons utilisé l'essai de l'étalement à la table à secousses et l'essai Vébé, pour la détermination de la quantité d'eau et adjuvant correspondant à un mortier maniable. Un rapport E/C de 0,55 et une dosage en superplastifiant de 1% sont obtenu à partir de ces tests.

Sur la base des mélanges du mortier témoin, les morties avec addition GRP ont été confectionnés pour des taux différents de GRP (10, 20 et 30%) en substitution par masse du ciment, dénommés M10, M20 et M30 respectivement. Les différentes proportions des mélanges sont présentées dans le tableau 4.

Tableau 4. Proportion des mélanges (1m³).

Mixtures	Sable (kg)	Ciment (kg)	Addition (kg)	Eau (l)	Superplastifiant (l)
MT	1434,15	478,06	0	263,5	4,78
M10	1434,15	430,26	47,80	263,5	4,78
M20	1434,15	382,46	95,60	263,5	4,78
M30	1434,15	334,66	143,41	263,5	4,78

Des éprouvettes prismatiques de dimension (40x40x160) mm³ ont été utilisées dans cette étude pour la caractérisation de la résistance mécanique et le suivi de la perte de masse. Le sable, le ciment et l'addtion ont été mélangés à sec pendant 60 secondes. L'ajout d'eau mélangée avec le superplastifiant, puis malaxage de l'ensemble pendant 3 minutes. Le remplissage des moules est réalisé en deux couches avec vibration pour chacune pendant 30 secondes. Les éprouvettes sont

conservées à l'air libre. Après 24 heures de durcissement, elles sont démoulées et plongées dans l'eau à $20 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant une durée de 28 jours. Ensuite, les éprouvettes sont retirées de l'eau, le premier group a subi d'essai de compression à différents âges (7, 28, 90 et 180j) et le deuxième group immergé dans la solution d'acide sulfurique (H_2SO_4) de la concentration de 5 % avait un pH de 1 jusqu'à la date des essais.

3.2. Procédure des essais

- L'essai de compression régi suivant la norme EN 196-1, exécuté avec une presse pour matériaux durs, comportant une mâchoire inférieure fixe et une mâchoire supérieure mobile.

La résistance à la compression sera calculée selon l'équation 1 :

$$R_c = \frac{F_c}{b^2} \quad (\text{Eq 1})$$

Où :

R_c : Résistance à la compression en (MPa);

F_c : Charge de rupture en (N);

b : Côté de l'éprouvette en (mm).

- La perte de masse des échantillons déterminés selon la procédure de la norme ASTM C 267 les éprouvettes sont nettoyées 3 fois avec de l'eau douce pour éliminer le béton altéré, puis on les laisse à l'air libre pendant 30 minutes pour procéder ensuite à la pesée. Cette opération est effectuée après chaque semaine d'immersion et cela pendant 12 semaines (ASTM C 267, [120]). Selon les recommandations des normes en vigueur, la solution acide est renouvelée après chaque nouvelle pesée.

La perte de la masse de chaque éprouvette est calculée à partir de l'équation 2 :

$$\text{Perte de masse (\%)} = \frac{M_0 - M_i}{M_0} \quad (\text{Eq 2})$$

Avec :

M_0 : la masse de l'éprouvette avant exposition à l'attaque acide en (g);

M_i ($i=1, 2, 3, \dots, 12$) : la masse après 1, 2, ..., 12 semaines d'attaque en (g).

4. RESULTATS ET DISCUSSIONS

4.1. Effet d'addition sur la résistance en compression

La figure 4, présente l'évolution des résistances à la compression de l'ensemble des mixtures en fonction du temps et du dosage en GRP. Nous constatons de la figure 4 que les résistances de tous les mortiers augmentent régulièrement avec l'âge et ne présentent aucune chute. Ainsi, nous remarquons que l'introduction GRP entraîne une amélioration de la résistance en compression pour M10 et M20 par rapport au MT (sans aucune addition) à toutes les échéances, par contre on observe une légère diminution de la résistance en compression pour M30. L'augmentation de la résistance en compression pour M10 et M20 en raison de l'ajout de GRP peut être expliquée, par l'effet du remplissage qui améliore la compacité et à l'effet de surface qui entraîne une meilleure hydratation du ciment. Cette constatation est en accord avec les résultats de la littérature [18] qui affirment que l'ajout de la poudre de quartz finement broyé améliore la résistance à la compression de mortier.

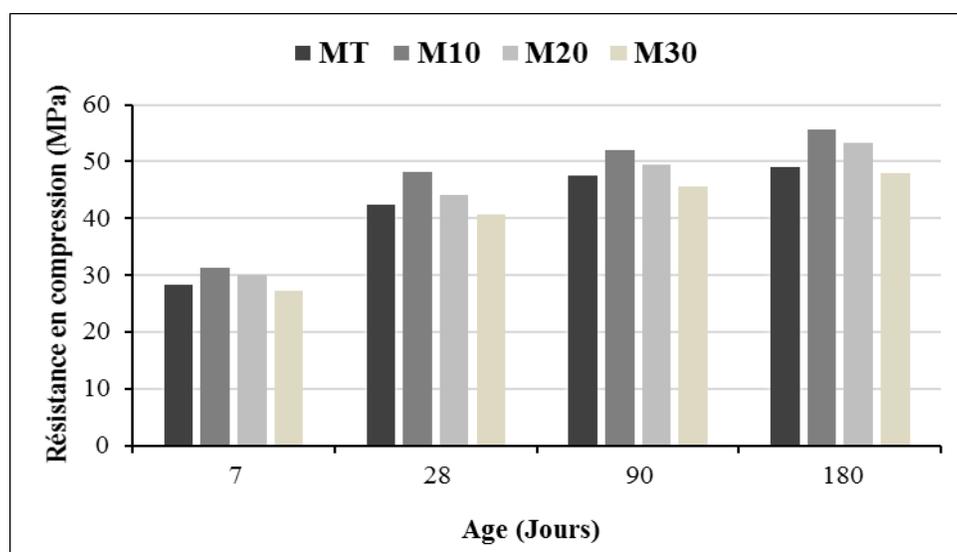


Fig.4. Influence du dosage en GRP sur la résistance en compression à différents âges

4.2. Durabilité des mortiers dans le milieu acide

4.2.1. L'analyse macroscopique

La figure 5 montre l'aspect dégradé des éprouvettes en mortier (avec et sans GRP) après 12 semaines de conservation dans une solution d'acide sulfurique, montrant une décalcification avancée de la matrice cimentaire justifiée par la perte de la teinte naturelle (grise) du ciment d'une part et d'autre part un dépôt de gypse ayant entraîné la formation d'une surface rugueuse dans la peau des éprouvettes.



Fig.5. Aspect des éprouvettes après une conservation des 12 semaines dans une solution d'acide sulfurique.

L'observation de la section transversale d'une éprouvette dégradée à l'acide sulfurique pendant 12 semaines montrent deux zones figure 6 :

- une zone dégradée, située la peau de l'éprouvette, de teinte claire et d'une épaisseur variable de 0,4 à 5(mm), présentant une décalcification.
- une zone saine, constituant le reste (cœur) de l'éprouvette, de couleur naturelle grise (du mortier), compacte et sans aucun signe de dégradation.

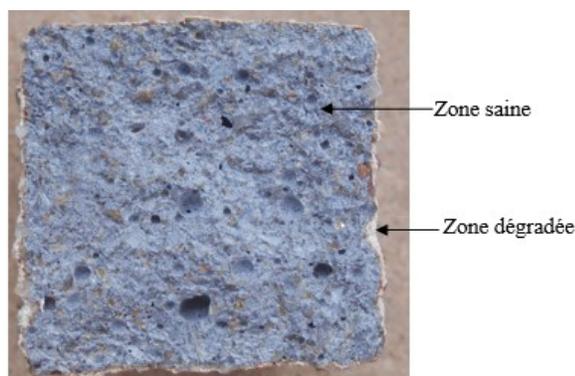


Fig.6. Coupe transversale d'une éprouvette M10 conservation 12 semaines dans une solution d'acide sulfurique.

4.2.2. Variation de masse

Le suivi de la perte de masse de l'ensemble des mixtures avec et sans GRP en fonction du temps d'immersion dans une solution d'acide sulfurique (H_2SO_4) est illustré par le figure 7.

La masse de l'ensemble des mixtures a progressivement diminué avec l'augmentation de la période d'exposition à la solution d'acide sulfurique. Cette perte de masse est probablement due à la couche de gypse précipitée sur les éprouvettes, dissoute dans la solution d'acide sulfurique.

Le figure 7 montre également que la perte de masse est supérieure pour les mixtures MT et M30 par rapport aux M10 et M20. Cette dernière observation peut être expliquée par le fait que l'incorporation de GRP par des pourcentages de l'ordre de 10 à 20 % diminuer le taux de porosité, augmente la compacité du mortier et par conséquent sa résistance à l'agression chimique, car la porosité est le siège des agressions extérieures : plus le matériau est poreux, plus la pénétration d'agents est facilitée, et donc plus sa durabilité est limitée [19].

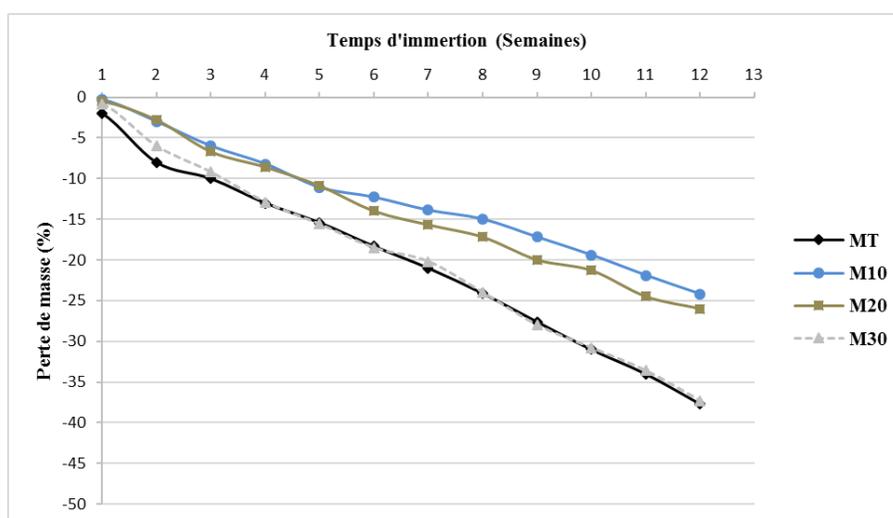


Fig.7. Perte de masse des éprouvettes après une conservation des 12 semaines dans une solution d'acide sulfurique.

4.2.3. Perte de résistance à la compression

La perte de résistance à la compression de l'ensemble des mixtures après une conservation des 12 semaines dans une solution d'acide sulfurique est présentée sur la figure 8.

L'analyse des résultats illustrés sur la figure 8, montre que la résistance à la compression de toutes les mixtures diminuer progressivement dès les premières semaines de l'immersion, jusqu'à la fin de période conservation dans l'acide sulfurique. La chute de résistance est attribuée à la variation dimensionnelle considérable des éprouvettes (perdu jusqu'à 0,5 cm de chaque côté) et à la perte de rigidité de surface.

Par ailleurs, bien qu'il y ait une perte de résistance en fonction du temps d'immersion, une simple comparaison entre l'ensemble des mixtures, M10 montre une meilleure résistance à l'acide

sulfurique, avec un taux de perte de résistance plus faible que tous les autres mélanges de mortier. Contrairement à cela, M30 a montré une faible résistance à l'acide sulfurique avec une perte de résistance enregistrée plus élevée. Ces résultats concordent avec les résultats de perte de masse.

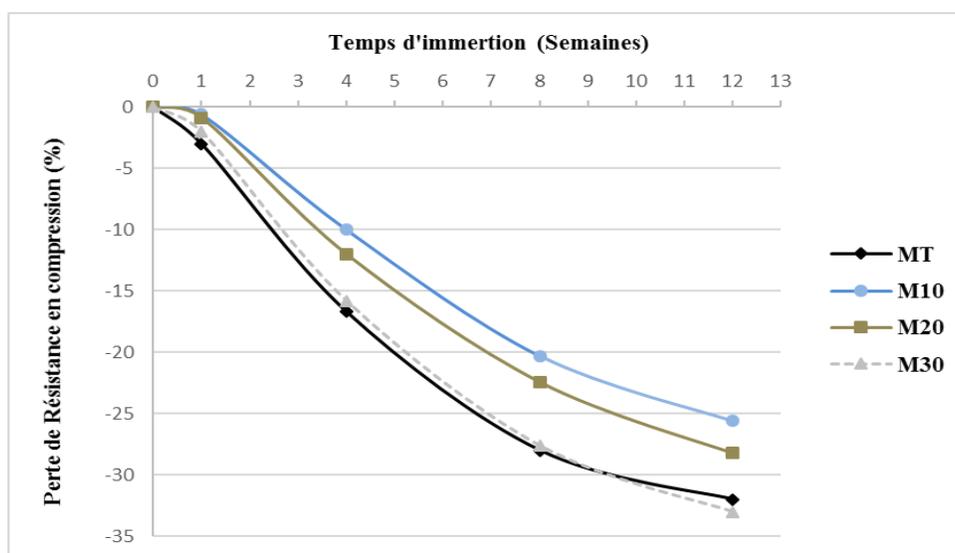


Fig.8. Perte de résistance à la compression des échantillons après une conservation des 12 semaines dans une solution d'acide sulfurique.

4.2.4. L'analyse microstructurale

Les figures 9 et 10 présentent une image au MEB et l'analyse DRX de la surface des échantillons conservés 12 semaines dans une solution d'acide sulfurique.

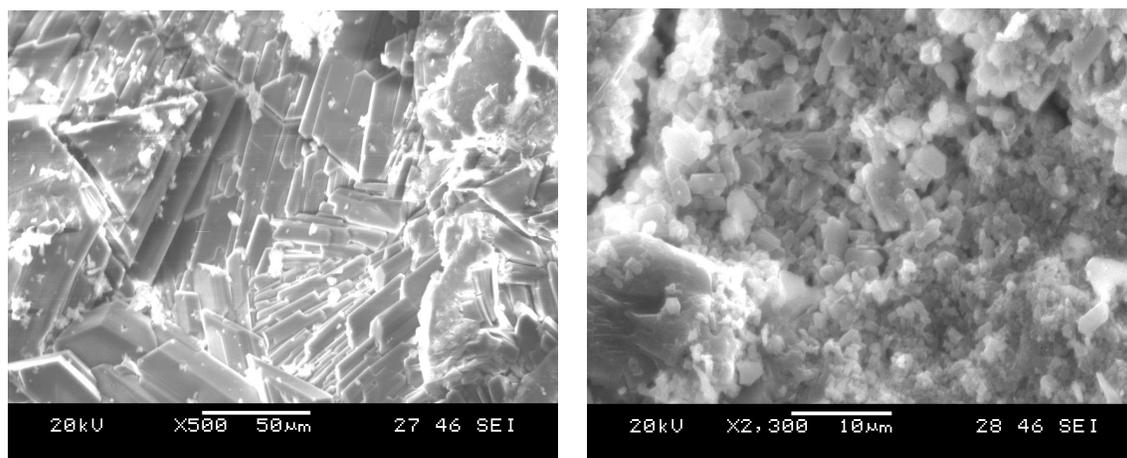


Fig.9. Observation au MEB de la surface des échantillons conservés 12 semaines dans une solution d'acide sulfurique

La figure 9 indique clairement que la surface du mortier a subi une détérioration significative et couverte d'une couche très dense de gypse secondaire, cristaux aciculaires sous forme de tubes de section hexagonale.

L'analyse DRX a confirmée la nature du produit déposé sur les surfaces des éprouvettes : ce sont en effet des cristaux de gypse (Les pics du gypse (G) sont plus visibles et plus intenses) figure 10.

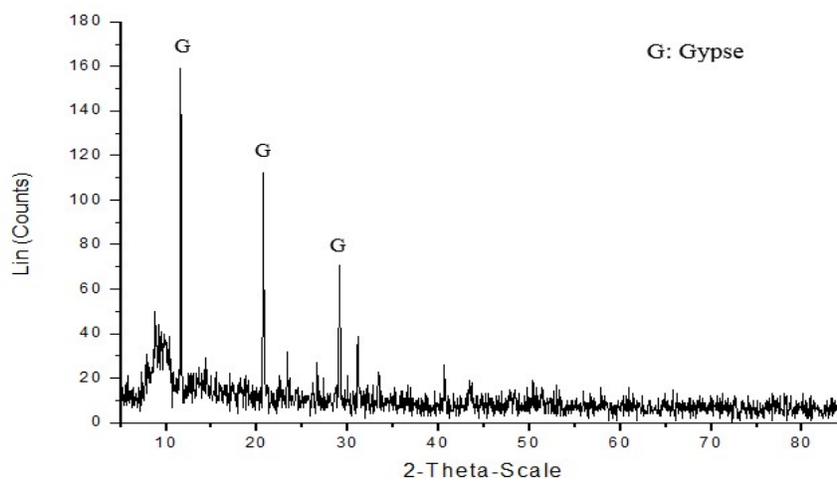


Fig.10. Analyse de diffraction aux rayons X de la surface des éprouvettes conservées 12 semaines dans une solution d'acide sulfurique

La figure 11 présente la structure de la zone saine à profondeur de 1.5 cm des éprouvettes conservées 12 semaines dans une solution d'acide sulfurique. La structure de la zone saine s'avère plus compacte avec moins de pores que celle à la zone dégradée.

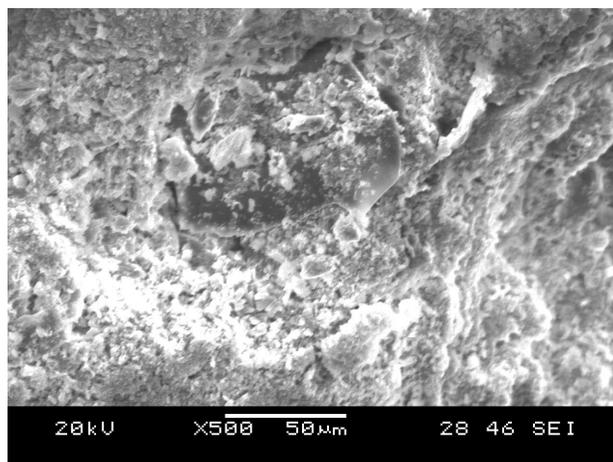


Fig.11. Observation au MEB à profondeur 2 cm des éprouvettes conservées 12 semaines dans une solution d'acide sulfurique

5. CONCLUSION

Cette étude permet de mettre en évidence l'effet des granulats roulés en poudre GRP sur les propriétés mécaniques et la durabilité des mortiers vis-à-vis à l'attaque acide. D'après les résultats obtenus, on peut tirer les conclusions suivantes :

- L'utilisation des granulats roulés en poudre rend potentiellement admissibles au rang d'additions minérales pour mortier et béton.
- Les granulats roulés en poudre ont un effet bénéfique sur la résistance à la compression jusqu'à des teneurs de 20 % avec un effet optimum pour un pourcentage de l'ordre de 10 %.
- Il apparaît clairement que les mortiers avec un taux de 10 et 20% de GRP ont bien résisté à l'attaque d'acide sulfurique (H_2SO_4) que le mortier témoin (sans GRP). C'est le mortier à 30% GRP qui a résisté le moins : plus le taux de GRP est grand plus la résistance de mortier à la solution acide est mauvaise.

6. REFERENCES

- [1] ACI Committee Report 201, Guide to Durable Concrete ACI Manual of Concrete Practice, American Concrete Institute, 2001.
- [2] Senhadji Y, Benosman A.S, Escadeillas G, Mouli M, Laoufi L and Khelafi H. *Mortar incorporating supplementary cementitious materials: strength, isothermal calorimetry and acids attack*. J. Fundam. Appl. Sci., 2016, 8(2), 232-243.
- [3] Jeon I. K, Qudoos A, Jakhrani S. H, Kim H. G, and Ryou J. S. *Investigation of sulfuric acid attack upon cement mortars containing silicon carbide powder*. Powder Technol., 2020, 359, 181-189.
- [4] Attiogbe E.K and Rizkalla S.H. *Response of Concrete to Sulfuric Acid Attack*, ACI Mater. J., 1988, 85(6) 481-488.
- [5] Selim F. A, Hashem F. S, and Amin M. S. *Mechanical, microstructural and acid resistance aspects of improved hardened Portland cement pastes incorporating marble dust and fine kaolinite sand*. Constr. Build. Mater., 2020, 251, 118992.
- [6] Girardi F and Di Maggio R. *Resistance of concrete mixtures to cyclic sulfuric acid exposure and mixed sulfates: Effect of the type of aggregate*. Cem. Concr. Compos., 2011,

33(2) 276-285.

[7] Laoufi L, Senhadji Y, Benazzouk A, Langlet M and Laoufi I. *Durability of Natural Pozzolan-based mortar exposed to sulfate attack*. J. Fundam. Appl. Sci., 2016, 8(2), 268-279.

[8] Ali-Boucetta T, Behim B and Laifa L. *Valorisation du laitier granulé et de la poudre de verre dans les bétons autoplaçants (BAP)*. Rev. Sci. Technol. Synthèse., 2013, 27, 30-39.

[9] Senhadji Y, Escadeillas G, Mouli M, Khelafi H and Benosman. *Influence of natural pozzolan, silica fume and limestone fine on strength, acid resistance and microstructure of mortar*, Powder Technol., 2014, 254, 314-323.

[10] Siad H, Lachemi M, Sahmaran M, and Hossain K. M. A. *Effect of glass powder on sulfuric acid resistance of cementitious materials*. Constr. Build. Mater., 2016, 113, 163-173.

[11] Siad H, Lachemi M, Bernard S. K, Sahmaran M, and Hossain A. *Assessment of the long-term performance of SCC incorporating different mineral admixtures in a magnesium sulphate environment*. Constr. Build. Mater., 2015, 80, 141-154.

[12] Ali-Boucetta T. *Contribution du laitier granulé et de la poudre de verre sur les propriétés d'écoulement et de durabilité des bétons autoplaçant et de hautes performances*. Thèse de doctorat, université d'Annaba, Algérie., 2014, 224 p.

[13] Kriker A, Bali A, Debicki G, Bouziane M, Chabannet M. *Durability of date palm fibres and their use as reinforcement in hot dry climate*. Cement and Concrete Composites, Volume 30, Issue 7, August 2008, Pages 639-648

[14] Abimouloud Y, Kriker A, *Effect of exposure delay of concrete into aggressive environment*. AIP Conference Proceedings 1758, 030008 (2016)

[15] Salhi A, kriker A, Tiou T, Abimiloud Y, *Durability of visitable concrete sewer gallery under the effect of domestic wastewater*. AIP Conference Proceedings 1758, 030025 (2016)

[16] Boumehraz M A, Mellas M, Kriker A, *Study on Durability of the Concrete of Sanitation Network in Ouargla Algeria Under the Existence of Sulphates attack*, Indonesian Journal of Science and Thecnologie, V3 N°1(2018)

[17] Tioua T, Kriker A, Salhi I, Barluenga G, *Effect of hot-dry environment on fiber-reinforced self-compacting concrete*. AIP Conference Proceedings 1758, 030024 (2016)

[18] P Lawrence, M Cyr and E Ringot. *Mineral admixtures in mortars effect of type, amount and fineness of fine constituents on compressive strength*. Cem. Concr. Res., 2005, 35, 1092-1105.

[19] Guettala S and Mezghiche B. *Influence de l'addition du sable de dune en poudre au ciment sur les propriétés des bétons*. European Journal of Environmental and Civil Engineering (EJECE)., 2011, 15(10), 1483-1507.

How to cite this article:

Salhi A, Kriker A, Tioua T, Abimiloud Y. Effect of rolled aggregate powder on mechanical strength and durability of mortars expose to acid attack. J. Fundam. Appl. Sci., 2022, 14(1), 73-87.