

## Gas and chloride ions permeability of mortar with low hydraulicity slag

### Perméabilité au gaz et aux ions chlore des mortiers à base de laitier de faible hydraulicité

A. Hadj Sadok<sup>1</sup>, S. Kenai<sup>2</sup> et L. Courard<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Ecole Nationale Supérieure de l'Hydraulique, Département de Génie de l'Eau, Blida, Algérie

<sup>2</sup>Université de Saad Dahleb, Blida, Département de Génie Civil, Blida, Algérie

<sup>3</sup>Université de Liège, Département ArGEnCo, GeMMe, Liège, Belgique

**Abstract.** Durability of ground granulated blast furnace slag concrete depends largely on the hydraulic activity of the slag. In this study, a low activity Algerian slag is used as a substitution to cement in the manufacture of mortars at rates of 0, 30 and 50%. In addition to the mechanical characterization, the effect of slag on the durability of mortars is evaluated by oxygen permeability test, chlorides diffusion test in steady state and chlorides conduction test (ASTM accelerated test). Despite the low activity of slag, the results show improved oxygen permeability at long term (360 days) for slag mortars, particularly for a 50% rate. The presence of slag reduces the chloride permeability by on one hand increasing the time of passage of the chlorides through mortar and, on the other hand, by decreasing the rate of diffusion. Moreover, low chloride conduction was observed for slag mortars, showing a similarity with results of steady state diffusion.

**Résumé.** La durabilité des bétons au laitier de haut fourneau dépend fortement de l'activité hydraulique du laitier. Dans cette étude, un laitier algérien, caractérisé par une faible hydraulicité, est utilisé dans la fabrication de mortiers comme substituant du ciment à des taux de 0, 30 et 50%. En plus d'une caractérisation mécanique, l'effet du laitier sur la durabilité des mortiers est évalué par des essais de perméabilité à l'oxygène, de diffusion de chlorures en régime permanent ainsi que de conduction des ions chlore (essai accéléré ASTM). Les résultats montrent, malgré une faible réactivité du laitier, une amélioration de la perméabilité à l'oxygène à long terme (360 jours) pour les mortiers au laitier, particulièrement pour un taux de 50%. La présence du laitier réduit la perméabilité aux ions chlore, d'une part, en augmentant le temps de passage des chlorures à travers le mortier et, d'autre part, en diminuant le taux de diffusion. Par ailleurs, une faible conduction des chlorures est observée pour les mortiers au laitier, montrant une similitude avec les résultats d'essai de diffusion en régime permanent.

## 1 Introduction

L'utilisation du laitier de haut fourneau, comme ajout cimentaire, contribue à augmenter la production du ciment et à améliorer ses performances techniques, tout en préservant l'environnement. Lorsqu'il est mélangé au ciment, le laitier granulé réagit avec l'hydroxyde de calcium ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) issu de l'hydratation du ciment pour former du gel de silicate de calcium hydraté (CSH) additionnel. Ce processus conduit à une amélioration de la résistance chimique et à un raffinement de la microstructure [1, 2]. Les propriétés de transport, notamment, la perméabilité à l'eau, au gaz ou aux ions de chlore, sont très sensibles à la microstructure de la matrice cimentaire du béton. La durabilité des bétons au laitier, conditionnée par ces propriétés, dépend fortement de l'hydratation du laitier et, par conséquent, de son activité hydraulique. En Algérie, le laitier granulé est produit à environ 700 mille tonne par an par le complexe sidérurgique d'El Hadjar. Caractérisé par une moyenne, voire une faible réactivité hydraulique, il est utilisé principalement par les cimenteries locales comme ajout au ciment à des faibles taux de substitution [3]. Une étude conduite par Hadj Sadok et al. [4] a montré un effet positif du laitier d'El Hadjar sur la microstructure des mortiers, notamment au long terme, dans des conditions de cure humide. Toutefois, son impact sur la durabilité du béton reste jusqu'à présent peu connu [5].

## 2 Etude expérimentale

### 2.1 Matériaux utilisés et mélanges réalisés

Le laitier de haut fourneau utilisé est un laitier granulé issu du complexe sidérurgique d'El Hadjar. D'une granulométrie 0/5 mm, sa structure est vitreuse à plus de 95%. Le laitier a été broyé au laboratoire à une finesse de  $4150 \text{ cm}^2/\text{g}$  à l'aide d'un broyeur à boulets d'une capacité de 5 kg. Le ciment utilisé pour la confection des mortiers est un ciment Portland de type CEM I 52,5 N. Les compositions chimiques du ciment et du laitier utilisés sont données dans le tableau 1. Le sable utilisé pour la confection des mortiers est un sable normalisé de granulométrie 0/2 mm. Cette étude est réalisée sur des mortiers composés de trois (03) sables et un (01) ciment avec un rapport E/C de 0,5. Chaque gâchée, pour trois éprouvettes ( $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}$ ), comporte 450 g de ciment, 1350 g de sable et 225 g d'eau. Trois (03) mortiers M0, M30 et M50 ont été fabriqués en substituant, respectivement, 0, 30 et 50% du poids de ciment par du laitier.

**Tableau 1.** Composition chimique du ciment et du laitier

	CaO	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	MgO	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}$	Perte au feu	$\text{SO}_3$
Ciment	61,30	5,60	3,80	18,40	0,90	0,78	0,42	2,2	3,30
Laitier	42,84	9,19	3,44	41,20	2,12	-	-	0,2	-

### 2.2 Préparation des éprouvettes et essais réalisés

Les échantillons de mortier sont coulés dans des moules en acier et compactés en deux couches à l'aide d'une table à chocs. Après 24 heures du coulage, les éprouvettes sont démoulées et conservées dans une chambre humide (95% HR) à une température de  $20^\circ\text{C} \pm 2$  jusqu'à l'âge de l'essai. La résistance à la compression des mortiers au laitier est déterminée sur des éprouvettes prismatiques  $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}$ , selon la norme EN 196-1, à 2, 7, 28, 90 et 360 jours. La perméabilité à l'oxygène est déterminée sur des éprouvettes cylindriques ( $\text{Ø} 80 \text{ mm}$ ,  $H=40 \text{ mm}$ ) de mortier (M0, M30 et M50) carottées et rectifiées des deux faces. Après la période de maturation étudiée (90 et 360 jours), les

éprouvettes sont séchées dans une étuve ventilée pendant un minimum de 7 jours à 45°C, jusqu'à masse constante ( $\Delta M < 0,1\%$  en 24 heures). La méthode utilisée dans cet essai est celle dite « CEMBUREAU » [6]. L'essai consiste à soumettre l'éprouvette à un gradient de pression constant et à mesurer le temps d'écoulement du gaz en régime permanent à travers l'épaisseur de l'échantillon  $H$  (Figure 1). L'équation (1) permet de calculer le coefficient de perméabilité  $k$  pour une pression  $P_0$  donnée. Les pressions (absolues) appliquées sur les échantillons sont de 1,6, 1,9 et 2,2 bars.

$$k = \frac{8.P_a.Q.H.\mu}{\pi.\Phi^2.(P_0^2.-P_a^2)} \quad (\text{m}^2) \quad (1)$$

Avec :  $P_a$  : pression atmosphérique;  $Q$  est le débit volumique ;  $\mu$  est la viscosité dynamique de l'oxygène.

L'essai de diffusion des chlorures consiste à sceller une tranche cylindrique ( $\varnothing$  80 mm, épaisseur  $e = 8$  mm) de mortier entre deux compartiments (Figure 2). La cellule 1 contient de l'eau saturée en chaux et la cellule 2 de l'eau saturée en chaux et 1 mole de NaCl. Au cours de l'essai, des prélèvements réguliers de 10 ml permettent de déterminer la concentration de chlorures dans la solution aval (cellule 1) par la technique du titrage potentiométrique. La diffusion des chlorures pour les mortiers M0, M30 et M50 a été étudiée pendant neuf (09) mois après une cure humide de 90 jours. Ainsi, le temps de passage des ions chlore est mesuré et, lorsque le régime permanent (ou stationnaire) est atteint, le coefficient de diffusion effectif  $D_e$  est calculé selon l'équation (2).

$$D_e = \frac{V_1 \Delta C_1}{A \Delta t} \frac{e}{(C_2 - C_1)} \quad (\text{m}^2/\text{s}) \quad (2)$$

Avec :  $\Delta C/\Delta t$  : augmentation de la concentration des chlorures dans la cellule 1,  $C_1$  et  $C_2$  : concentration en chlorures des cellules 1 et 2,  $A$  : section de la tranche et  $V_1$  : volume de la cellule 1.

Après 90 jours de cure humide, des éprouvettes de mortier (M0, M30 et M50) de 96 mm de diamètre et 50 mm de hauteur avec la surface latérale enduite de résine époxy, ont été saturées sous vide pendant 18 heures. Après saturation, un essai de conduction des ions de chlore a été réalisé conformément à la norme ASTM C 1202 [7].

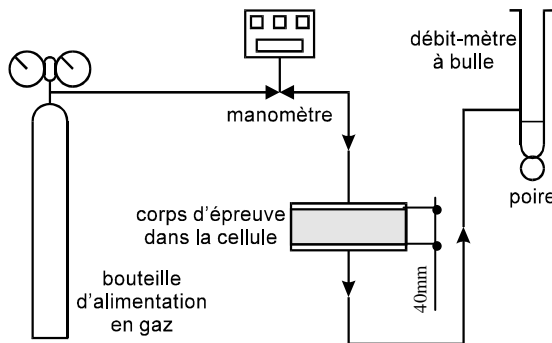


Fig. 1. Schéma de l'essai de perméabilité à l'oxygène

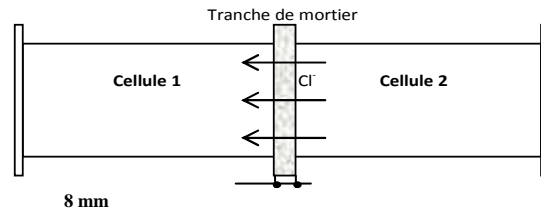


Fig.2. Cellule de diffusion des chlorures

### 3 Résultats et discussion

#### 3.1 Résistance à la compression

Les résultats de la résistance en compression des mortiers sont présentés dans la figure 3. La présence du laitier a conduit à de faibles résistances en compression à jeune et à moyen terme (2, 7 et 28 jours). Après 90 et 360 jours de cure humide, les résistances des mortiers M0 et M30 sont comparables, toutefois pour le M50, une diminution d'environ 19% à 90 jours et de 17% à 360 jours est enregistrée. Le faible développement de la résistance des ciments au laitier, notamment pour 50% de laitier, même après 28 jours, peut être expliqué par la réactivité limitée du laitier utilisé. En effet, comme il a été montré antérieurement [5], le laitier d'El Hadjar présente un indice d'activité hydraulique à 28 jours d'environ 0,70, ce qui le classe dans la gamme des laitiers de faible hydraulicité. Rappelons que l'indice d'activité hydraulique est défini comme étant le rapport des résistances à la compression de mortier à base de CEM I + 50% laitier et celui avec 100% de CEM I.

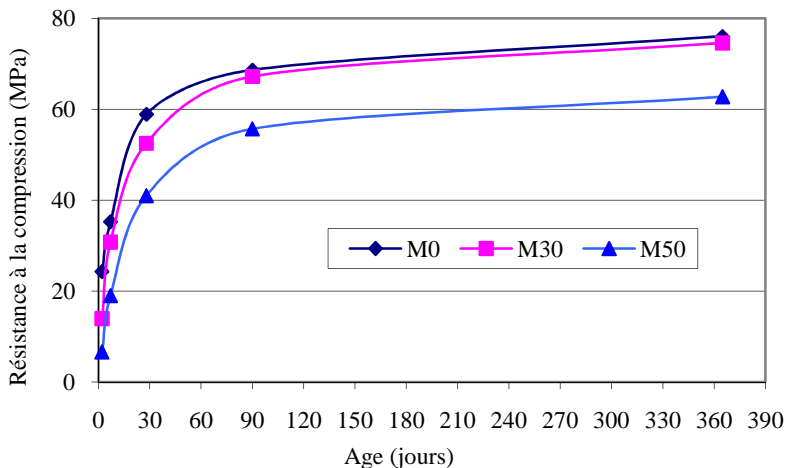


Fig. 3. Développement de la résistance en compression des mortiers avec et sans laitier

#### 3.2 Perméabilité à l'oxygène

Les résultats de la perméabilité à l'oxygène des mortiers M0, M30 et M50 à moyenne terme (90 jours) et à long terme (360 jours) sont représentés dans la figure 4. A 90 jours, la perméabilité la plus faible est enregistrée pour le mortier de référence M0. A cette échéance, la perméabilité du mortier

avec 30% de laitier est légèrement supérieure à celle du mortier témoin (les valeurs restent comparables). Le M50, quant à lui, inscrit une augmentation de perméabilité de 32% par rapport au mortier sans ajout. A long terme (360 jours), une variation différente est observée. En effet, la tendance s'est inversée et une diminution de la perméabilité avec l'augmentation du taux de laitier est observée. Les mortiers M30 et M50 ont présentés respectivement une diminution de 21 et 31%. Cette variation peut être en relation directe avec le raffinement de la porosité et la densification de la matrice, dues à la formation des CSH additionnels issus de l'hydratation du laitier suite à son activation par l'hydroxyde de calcium ( $\text{CaOH}_2$ ), notamment au long terme [4]. La période de 90 jours de maturation n'a pas été suffisante pour une bonne hydratation du laitier étudié et n'a pas permis la densification de la microstructure nécessaire à l'amélioration de la perméabilité des mortiers au laitier. Cependant, pour des laitiers de bonne réactivité hydraulique, une meilleure performance en perméabilité des bétons au laitier est rapportée à 28 et 90 jours [8, 9]. Dans notre cas, l'effet bénéfique n'a été observé qu'après 360 jours. Ceci prouve, à la fois, la faible réactivité du laitier étudié et l'importance de la cure humide pour l'amélioration de la durabilité des bétons au laitier.

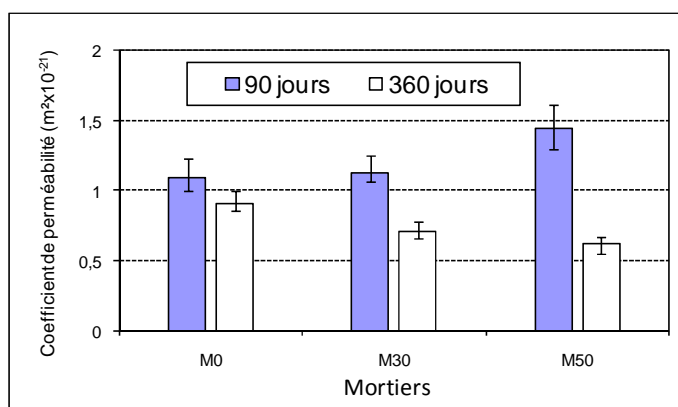


Fig. 4. Perméabilité à l'oxygène des mortiers au laitier à 90 et 360 jours de maturation

### 3.3 Perméabilité aux ions chlore

#### 3.3.1 Diffusion de chlorures

Le taux de diffusion des ions de chlorures en fonction du temps, pour les trois mortiers étudiés, est présenté dans la figure 5. Le temps de passage et le coefficient de diffusion sont regroupés au tableau 2. Le passage des  $\text{Cl}^-$  pour le mortier M0 s'est effectué après seulement 50 jours, avec un coefficient de diffusion de  $3.00 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ . Le temps de passage est plus important pour le M30, avec une diminution du coefficient de diffusion de 64% par rapport au mortier M0. Pour le mortier M50, après 9 mois de diffusion, le régime permanent n'a pas été atteint, ce qui n'a pas permis de quantifier son coefficient de diffusion. Toutefois, le temps de passage des chlorures est important (entre 210 et 240 jours), montrant ainsi une bonne résistance à la pénétration des chlorures. Selon Yeaua et al [10] le coefficient de diffusion d'un béton avec 55% de laitier est 3 fois plus faible que celui d'un béton à base de CEM I. A la suite de la réaction pouzzolannique, les mortiers au laitier présentent une résistance plus élevée contre la pénétration des chlorures à cause du développement d'une microstructure plus dense [11]. Un taux élevé de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dans la matrice hydratée engendre un volume important des pores continus. De ce fait, la consommation de chaux lors de l'hydratation du laitier (réaction pouzzolannique) conduit à une diminution relative du volume des pores capillaires interconnectés rendant la structure plus dense, plus tortueuse et discontinue. L'amélioration de la

diffusion peut être attribuée aussi à la capacité de fixation par adsorption des chlorures des parois d'hydrates du laitier et du clinker (CSH et CAH), qui présentent une surface spécifique élevée [12]. Dhir et al [13] ont constaté une augmentation des chlorures liés lorsque le ciment est partiellement substitué par du laitier.

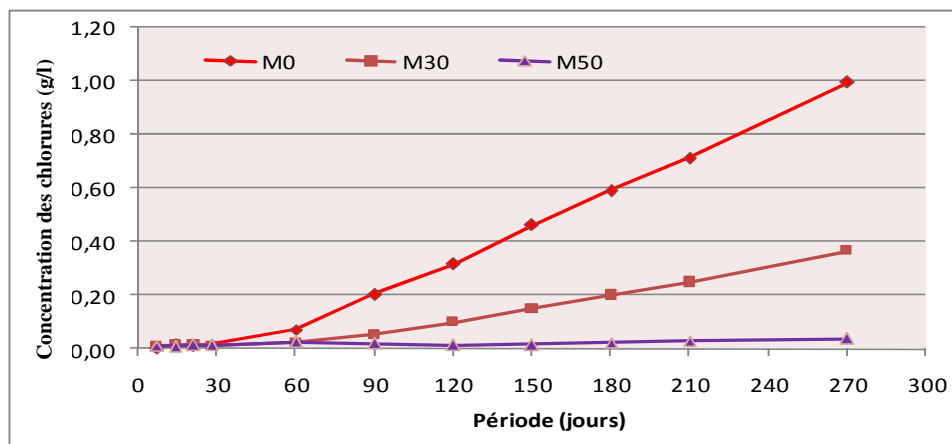


Fig. 5. Taux de diffusion de chlorures dans les mortiers au laitier

Tableau 2. Paramètres de diffusion des chlorures

Mortiers	Temps de passage (jours)	Coefficient de diffusion ( $m^2/s$ )
M0	45	$3,00 \times 10^{-10}$
M30	73	$1,11 \times 10^{-10}$
M50	210-240	-

### 3.3.2 Conduction des chlorures

Après une cure humide de 90 jours, les résultats de conduction des ions de chlore (essai accéléré ASTM C 1202), représentés par la charge totale  $Q$  (en coulombs) ayant traversée l'échantillon, sont regroupés dans le tableau 3. Une diminution proportionnelle de la charge totale  $Q$  avec le pourcentage du laitier est constatée. Selon la classification de Whiting [14], la perméabilité aux ions chlore est modérée pour le mortier de référence M0, faible pour le M30 et très faible pour le M50. Plusieurs travaux de recherche [11, 15] ont montré une faible conduction des ions chlore des bétons au laitier, particulièrement pour les taux de substitution élevés (supérieurs à 50%). En comparant les résultats de conduction (la charge  $Q$ ) avec ceux de la diffusion (coefficient de diffusion), on remarque que les deux essais montrent une amélioration de la perméabilité aux ions chlore des mortiers au laitier.

Tableau 3. Conduction des chlorures

Mortiers	Charge totale $Q$ (Coulombs)
M0	3751,56
M30	2275,86
M50	926,58

## 4 Conclusions

Cette étude nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- La résistance à la compression des mortiers à base de ciments au laitier d'El Hadjar reste faible à jeune âge, mais ce développe assez bien au long terme pour des taux de substitution n'excédant pas les 30%.
- À 90 jours, un taux de substitution de 50% conduit à une augmentation de la perméabilité à l'oxygène, mais un taux de 30 % de laitier ne l'affecte que légèrement. Au contraire, au long terme (360 jours), les mortiers au laitier (particulièrement le M50) ont enregistré une diminution de la perméabilité.
- Après 90 jours de cure humide, la présence du laitier étudié a conduit à une réduction de la perméabilité des ions chlore, que ce soit en terme de diffusion ou de conduction. Cet effet est plus appréciable pour un taux de 50% de laitier.

## References

1. D.D. Higgins, *Cem. Conc. Comp* **25**, 913-919 (2003)
2. C.H. Malami, V. Kaloidas, *Cem. Conc. Res* **24**, 1444-1454 (1994)
3. A. Bougara, C. Lynsdale, K. Ezziane, *Const. Buil. Mat* **23**, 542-547 (2009)
4. A. Hadj Sadok, S. Kenai, L. Courard, A. Darimont, *Const. Buil. Mat* **25**, 1018-1025 (2011)
5. A. Hadj Sadok, S. Kenai, B. Menadi, *Colloque International sur la caractérisation et la modélisation des matériaux et structures*, Tizi-ouzou, (2008)
6. J.J. kollek, *Mat & Struc* **22**, 225-230 (1989)
7. *ASTM C 1202-94 Annual book of ASTM Standards* (1995)
8. M.G. Alexander, B.J. Magee, *Cem. Conc. Res* **29**, 917-922 (1999)
9. E. Guneyisi, M. Gesoglu, *Mat & Struct* **40**, 479-493 (2008)
10. K.Y. Yeaua, E.K. Kimb, *Cem. Conc. Res* **35**, 1391-1399 (2005)
11. T.H. Wee, A.K. Suryavanshi, S.S. Tin, *ACI Mat. J* **97**, 221-232 (2000)
12. C. Arya, N.R. Buenfeld, J.B. Newman, *Cem. Conc. Res* **20**, 291-300 (1990)
13. R.K. Dhir, M.A.K. EL-Mohr, T.D. Dyer, *Cem. Conc. Res* **26**, 1767-1773 (1996)
14. D. Whiting, *Report n° FHWA/RD-81/119* (1981)
15. T. Iyoda, Y. Sagawa, *The 3rd ACF International Conference, ACF/VCA* (2008)