

**Étude de la détérioration du béton en présence de sulfures de fer  
Subvention de recherche et développement coopérative (CRSNG-RDC)**

**Rapport final**

**par**

**J. Duchesne, B. Fournier + équipe de l'Université Laval  
M. Shehata + équipe de Ryerson University  
P. Rivard + équipe de l'Université Sherbrooke  
B. Durand + équipe IREQ**

**21 novembre 2014**

Étude de la détérioration du béton en présence de sulfures de fer  
Subvention de recherche et développement coopérative  
(CRSNG-RDC)

**Rapport soumis par : Membres du groupe de chercheurs**

J. Duchesne, Géologie et génie géologique, Laval

B. Fournier, Géologie et génie géologique, Laval

M.H. Shehata, Civil Engineering, Ryerson

P.A. Rivard, Génie civil, Sherbrooke

B. Durand, IREQ

Sommaire exécutif

**Rappel - Mise en contexte**

Au cours des dernières années, les propriétaires de plus de 1000 maisons unifamiliales de la région de Trois-Rivières ont fait face à des problèmes de durabilité de leurs fondations et dalles de béton. La présence de pyrrhotite, un sulfure de fer, a été observée dans le granulats ayant servi à la fabrication des bétons montrant des problèmes prématurés de détérioration. L'oxydation de la pyrrhotite a engendré du gonflement et de la fissuration des éléments de béton. Le but du projet de recherche était d'étudier la détérioration du béton en présence de sulfures de fer afin de développer une base scientifique et d'élaborer de nouvelles recommandations (incluant un essai de performance) qui pourront servir de référence pour les spécialistes de l'industrie et pourraient éventuellement être incorporés dans les normes canadiennes.

## **Retour sur les objectifs généraux du projet de recherche**

Le projet de recherche visait à comprendre le mécanisme d'endommagement du béton dû à l'oxydation des sulfures dans le granulats afin de mettre au point un essai de performance en laboratoire avec emphase sur la caractérisation des matériaux (chimique, cristallographique, minéralogique et physique) et des conditions d'exposition afin de déterminer les paramètres importants à l'origine de la détérioration.

Le projet de recherche visait à établir un diagnostic de l'état d'endommagement des fondations, à comprendre les mécanismes en jeu afin de les reproduire en laboratoire. La compréhension des facteurs qui influencent l'endommagement est critique afin d'accélérer le processus de manière à mettre au point un test accéléré capable de détecter les granulats pouvant causer des problèmes. Ces données scientifiques et techniques permettront d'élaborer de nouvelles recommandations incluant un essai ou un protocole d'essais de performance pour incorporation éventuelle dans la norme CSA A23.1/A23.2 qui contrôle l'utilisation des granulats et du béton au Canada ou dans la norme NQ 2621-900 du BNQ.

Puisqu'il n'existe pas de test pour simuler en laboratoire la réaction d'oxydation des sulfures de fer dans le béton, des essais préliminaires ont été effectués directement sur le granulats, puis sur des échantillons de béton problématique pour finalement être étudiés sur barres de mortier et sur prismes de béton en couvrant plusieurs paramètres susceptibles d'influencer la réaction. L'analyse des résultats a permis de raffiner le protocole d'essai. Le développement de l'essai de performance a été optimisé avec le granulats de Trois-Rivières puis testé sur 7 autres sources de granulats. Le partage des résultats entre les 4 laboratoires participant au projet a permis d'accélérer le développement de l'essai de performance. Voici un rappel des étapes jalon du projet et du calendrier des activités:

1. *Revue de la littérature et analyse des données disponibles*
2. *Caractérisation détaillée des matériaux et essais d'oxydation sur granulats* – cette étape inclut l'échantillonnage de différentes sources de granulats, la caractérisation détaillée des granulats et des essais d'oxydation directement sur le granulats.
3. *Essai d'expansion sur barres de mortier* – des essais préliminaires ont été réalisés avec trois sources de granulats incluant le granulats problématique de Trois-Rivières, un granulats ne contenant pas de sulfure de fer utilisé comme contrôle et un autre granulats contenant des sulfures. Les conditions d'essai ont été

optimisées à partir d'une grande variété de paramètres qui ont été restreints au fur et à mesure de l'avancée des essais et de la compréhension des phénomènes impliqués. Finalement, 8 granulats provenant de différentes sources situées en Amérique du Nord et en Europe ont été évalués avec les conditions d'essai optimisées.

4. *Essais d'expansion sur béton et évaluation de l'influence de la formulation (qualité)* – essai basé sur les résultats obtenus à l'essai de mortier. Les conditions favorables déterminées sur mortier ont été utilisées afin de tester l'influence de la formulation des bétons sur le développement de la réaction d'oxydation. D'autres conditions expérimentales ont aussi été évaluées.
5. *Évaluation de la reproductibilité et de la précision de l'essai de performance* – l'essai d'expansion sur barres de mortier, en utilisant les paramètres optimisés, a été exécuté à plusieurs reprises afin de préciser les conditions d'essai mais surtout afin de déterminer la précision des valeurs d'expansion obtenues en fonction du temps.
6. *Étude inter-laboratoire* – une étude inter-laboratoire permet de vérifier la reproductibilité et la précision de la méthode. Dans le cadre de ce projet, une première étude inter-laboratoire a été réalisée entre les laboratoires de recherche impliqués dans cette étude. Lors de cette étape, des variations ont été obtenues et des précisions ont été apportées au protocole expérimental. Une deuxième étude inter-laboratoire a donc été entreprise.
7. *Instrumentation et suivi in-situ de l'état d'endommagement de morceaux de fondations* – suivi de la cinétique de la réaction et du développement de l'endommagement en environnement extérieur donc soumis aux intempéries. Évaluation du potentiel des essais non-destructifs pour la prédiction du phénomène et l'identification des structures endommagées. Étude en laboratoire des propriétés du béton prélevé dans des fondations problématiques.

## Rappel du calendrier des activités

	Année 1			Année 2			Année 3		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1 - Revue de la littérature et analyse des données disponibles									
<i>Revue de la littérature</i>									
<i>Analyse des données disponibles</i>									
2 – Caractérisation des matériaux et essais d’oxydation des granulats									
<i>Échantillonnage</i>									
<i>Caractérisation détaillée</i>									
<i>Oxydation - granulats</i>									
3 - Essai d’expansion sur barres de mortier									
<i>Essais préliminaires (3 granulats)</i>									
<i>Optimisation des conditions d’essai</i>									
<i>Évaluation de 8 sources de granulat (essai optimisé)</i>									
4 - Essais d’expansion sur béton et influence de la formulation									
<i>Évaluation de 8 sources (conditions optimisées sur mortiers)</i>									
5 - Évaluation de la reproductibilité et précision de l’essai de performance									
6 - Étude inter-laboratoire									
7 - Instrumentation et suivi in-situ de l’état d’endommagement									
<i>Formation et transfert de technologie</i>									

## Résumé des principales réalisations

Les travaux réalisés lors des 3 années du projet sont passablement conformes au plan de travail prévu initialement, considérant les incertitudes liées à la réalisation d’un projet de recherche. Le résumé des principales réalisations est présenté en suivant l’ordre établi dans la présentation des étapes jalon. Les résultats détaillés sont présentés en annexes, dans les rapports individuels produits par chacune des équipes de recherche.

## *1- Revue de la littérature et analyse des données disponibles*

La revue de la littérature scientifique sur la problématique de l'oxydation des sulfures de fer (pyrrhotite, pyrite et marcassite) dans le béton est présentée à l'annexe 1 avec une banque de référence (annexe 2).

## *2 – Caractérisation des matériaux et essais d'oxydation des granulats*

L'équipe de recherche a réalisé un inventaire des faciès géologiques présents dans les carrières de St-Boniface. Les différents faciès ont été échantillonnés et analysés. L'équipe a été assistée des professeurs Marc Constantin et Tomas Feininger (Université Laval), deux géologues experts des roches du Grenville. Les différents faciès ont été analysés au microscope polarisant en lumières transmise et réfléchi. Des échantillons ont été analysés plus spécifiquement en diffraction des rayons-x et à la microsonde électronique afin d'évaluer la composition chimique de la pyrrhotite et d'évaluer la lacune en fer. Des mesures de la teneur en soufre ont été effectuées sur tous les différents faciès. De grandes quantités (16 x 45 gallons) de matériel ont été échantillonnées pour la réalisation des essais sur mortier et sur béton.

Un protocole de préparation des échantillons pour les analyses chimiques du soufre total a été développé dans le but de conserver la représentativité des sous-échantillons à chacune des étapes. La détermination de la quantité de soufre total des échantillons est une étape importante dans ce projet et la détermination des incertitudes en lien avec cette mesure l'est tout autant. Plusieurs échantillons ont été analysés dans 3 ou 4 laboratoires afin de déterminer la variabilité sur la mesure analytique du soufre total. La précision de la teneur en soufre total mesurée directement sur les granulats ne pose pas de problème. Les résultats obtenus montrent que la variabilité inter-laboratoire est acceptable avec des valeurs du coefficient de variation souvent inférieures à 5%. Des valeurs plus élevées du coefficient de variation sont observées pour les résultats les plus faibles qui sont de l'ordre de 0,1% ou inférieure pour la mesure du soufre total. Par contre, plusieurs hypothèses doivent être faites lorsque les mesures sont effectuées sur des carottes de béton et que le résultat est reporté à la teneur en soufre du granulat. Parmi les hypothèses, il faut tenir compte de la quantité de ciment du béton, de la teneur en soufre du ciment, de la quantité de granulats fin et grossier des mélanges, de la teneur en soufre du granulat fin et de la masse volumique sèche du béton. Afin de mesurer cette variabilité, des mesures de soufre total ont été effectuées sur des carottes de béton prélevées à 3 niveaux différents dans 8 fondations. La moyenne de

toutes les teneurs en soufre mesurée était de 1,1% avec un écart-type de 0,14. De même, 3 maisons ont été échantillonnées en prélevant 15 carottes par maison à raison de 3 par mur et de 3 dans le plancher. La teneur en soufre total du granulat de la maison 1 avait une moyenne de 1,1% avec un coefficient de variation de 10% pour une étendue entre les valeurs de soufre de 0,8 à 1,2%. La moyenne du soufre total de la maison 2 était également de 1,1% mais avec un coefficient de variation de 17% et une étendue entre 0,8 et 1,5%. Finalement, la maison 3 montrait une teneur moyenne en soufre total du granulat de 0,7% avec un coefficient de variation de 38% pour une étendue entre 0,2 et 1,0%.

D'autres types de granulats contenant de la pyrrhotite (ou sélectionnés comme témoin) ont été échantillonnés pour comparaison avec ceux de la région de Trois-Rivières. En plus du granulat des carrières Maskimo et B&B de St-Boniface, des granulats des Pyrénées Espagnoles (Espagne), de St-Bruno (Québec), PKA (Québec, témoin), de la Suisse, de Sudbury, et GGB (Québec) ont été utilisés pour les essais. En plus du granulat PKA, un granulat de type gabbro mais sans sulfure de fer, deux autres témoins sont testés, soient un calcaire dolomitique (Hamilton, Ontario) et un calcaire pur (Terre-Neuve). Tous les échantillons ont été caractérisés en détails au niveau chimique et minéralogique.

Des essais d'oxydation ont été réalisés directement sur les granulats de la région de Trois-Rivières et certains sulfures purs (pyrite, pyrrhotite magnétique, chalcopirite et pentlandite provenant du Musée de géologie René Bureau, Université Laval). Une température de 60°C a été privilégiée à celle initialement prévue de 80°C afin de favoriser le développement d'ettringite, minéral instable au-dessus de 65 à 70°C. De même, les conditions d'humidité ont été abaissées à 60% HR et testées jusqu'à 100% HR, car les résultats préliminaires montrent que la diffusion de l'oxygène est un facteur important et qu'un taux d'humidité trop élevé nuit à ce transfert. Ces essais d'oxydation ont permis de déterminer les conditions les plus favorables à l'oxydation des sulfures de fer. Ces conditions ont servi de base pour le développement des essais d'expansion sur barres de mortier.

Un essai de consommation d'oxygène a été adapté afin de tester le potentiel d'oxydation des matériaux contenant des sulfures de fer. L'essai de consommation d'oxygène a un fort potentiel pour la détection de granulats potentiellement

problématiques en lien avec l'oxydation des sulfures de fer. De plus, l'essai de consommation d'oxygène est quantitatif et mesure directement l'oxygène consommé par la réaction. Cet essai, fort prometteur, a été inclus dans le protocole d'évaluation de la performance afin de déterminer si le granulats contenant un certain niveau de soufre total peut s'avérer réactif ou non.

Des essais d'oxydation ont aussi été effectués sur des rondelles de béton prélevées dans des fondations de maisons de Trois-Rivières. Les rondelles de béton (environ 25 mm d'épaisseur par 75 mm de diamètre) ont été conditionnées à différentes températures (4, 21, 38 et 60°C), humidités relatives (60, 80 et 100%) avec 3 cycles de mouillage/séchage par semaine dans des solutions d'hypochlorite de sodium, peroxyde d'hydrogène et d'eau. Les principaux résultats obtenus sont que la solution de trempage a un effet très important sur l'accélération de l'oxydation des sulfures de fer et que la solution d'hypochlorite de sodium est celle qui accélère le plus la réaction. Les conditions de température et d'humidité influencent relativement moins la réaction à part l'immersion dans l'eau qui réduit fortement la réaction et les hautes températures qui la favorisent. Les conditions les plus favorables ont servi de base lors des essais d'expansion sur mortier. Le détail de tous les résultats est présenté à l'annexe 3.

### *3 - Essai d'expansion sur barres de mortier*

Étant donné qu'il n'existe actuellement pas de test pour simuler en laboratoire la réaction d'oxydation, des essais préliminaires ont été effectués en couvrant plusieurs paramètres susceptibles d'influencer la réaction en utilisant d'abord uniquement le granulats de Trois-Rivières. Les paramètres sélectionnés sont basés sur les résultats obtenus des essais d'oxydation réalisés directement sur les sulfures mais également des essais sur rondelles de béton. Pour la première série d'essais, 93 barres de mortier ont été confectionnées et conditionnées à différentes températures (8, 21, 38, 60 et 80°C), humidité relative (60, 80 et 100%), avec ou sans cycle de mouillage/séchage dans différentes solutions oxydantes (peroxyde d'hydrogène ou hypochlorite de sodium). Les barres ont été confectionnées en mimant la pâte des bétons utilisés pour les fondations résidentielles (rapport eau/ciment = 0,65). Des conditions favorisant l'endommagement et causant de l'expansion ont été identifiées.

Des essais supplémentaires (81 barres de mortier) ont été entrepris pour optimiser les conditions d'essai (réduction de la durée, augmentation du taux d'expansion) et un autre granulats (St-Bruno) a été ajouté à la matrice d'essai. Lors de cette 2<sup>e</sup> série d'essais,

les différents mécanismes de réaction ont été séparés suite à une compréhension plus approfondie de la réaction. En effet, l'endommagement est dû à l'oxydation des sulfures de fer (réaction favorisée à haute température et à une humidité entre 60 et 80%) suivie par une réaction de sulfatation car l'oxydation forme des ions sulfates qui réagissent avec les composés de la pâte de ciment afin de former des minéraux expansifs de type ettringite mais aussi thaumasite en présence d'ions carbonates dans le système. La précipitation de ce dernier minéral est favorisée à basse température à des humidités relatives très élevées. Pour cette raison, la première phase de l'essai d'expansion qui vise à promouvoir l'oxydation avec précipitation d'oxyhydroxydes de fer et de sulfates de différents types se déroule à haute température et, après une certaine période (variant de 1 à 3 mois), les échantillons sont transférés à basse température afin de promouvoir la précipitation de thaumasite. Lors de cette 2<sup>e</sup> série, une seule solution oxydante, soit l'hypochlorite de sodium, a été conservée car le peroxyde d'hydrogène n'a pas permis de générer de l'expansion au sein des échantillons. En fait, le pH de la solution de peroxyde d'hydrogène était trop faible (autour de 6) et était immédiatement neutralisé en présence de matériaux cimentaires, perdant ainsi son potentiel d'oxydation. Cette 2<sup>e</sup> série d'essais a permis de mieux préciser les paramètres d'influence. Ainsi, la réaction d'oxydation est favorisée et génère de l'expansion à 80°C et 80% d'humidité relative avec 2 cycles de mouillage/séchage par semaine dans une solution de 6% d'hypochlorite de sodium. Après 3 mois dans ces conditions, les échantillons sont transférés à 4°C et 100% d'humidité relative afin de favoriser la précipitation de thaumasite. Cette deuxième phase permet d'obtenir des expansions significatives des barres de mortier jusqu'à la désintégration des échantillons à plus long terme. Le suivi de la masse et de l'expansion des barres de mortier est fait régulièrement. L'expansion obtenue par les échantillons contenant des sulfures de fer problématiques se démarque bien. Certains témoins (PKA) et le calcaire de haute pureté réagissent très bien à l'essai en montrant une expansion très faible. Par contre, certains témoins de lithologies différentes montrent une expansion et des travaux supplémentaires sont nécessaires afin de déterminer les phases minérales responsables de cette instabilité volumique.

Des séries d'essais supplémentaires ont permis de tester un plus grand nombre de granulats et de reprendre les essais afin d'évaluer la reproductibilité et la précision des essais. Les échantillons problématiques subissent un endommagement très important lors du test en générant passablement d'expansion. Les contrôles, granulats sans sulfures de fer, résistent très bien à l'essai et ne génèrent pas d'expansion. Certains granulats présentent 2 problématiques très distinctes, ils possèdent à la fois des sulfures de fer susceptibles de s'oxyder et de la silice amorphe responsable de la génération de

la réaction alcalis-silice. Pour ces échantillons, une expansion très importante est générée en début d'essai et cette expansion atteint un plateau qui n'est pas modifié lors du transfert des échantillons à basse température. Par contre, les échantillons susceptibles à l'oxydation et à la formation de thaumasite montrent une accélération du taux d'expansion lors du transfert des échantillons à basse température. La première partie de l'essai, dans les conditions d'oxydation, est suffisante afin de détecter les granulats pouvant causer des problèmes et une valeur seuil d'expansion de 0,1% à 90 jours semblent réaliste. Cette valeur seuil est basée sur l'étude de 8 sources de granulats et devra être précisée par l'étude d'un plus grand nombre de sources.

Les résultats détaillés sont présentés à l'annexe 4. Cette annexe inclut un texte présentant le développement de l'essai, une vidéo démontrant les détails techniques de l'essai incluant la préparation des échantillons et leur conditionnement. Finalement, l'annexe 4 présente un article scientifique soumis pour publication dans le journal Cement and Concrete Research.

#### *4 - Essais d'expansion sur béton et évaluation de la formulation (qualité du béton)*

Avant d'être en mesure d'évaluer l'effet de la formulation des bétons sur la réaction d'oxydation, il faut obtenir un test fiable. Le développement d'un test fiable sur béton est toujours en développement. Par contre, bien que le travail d'optimisation du test soit toujours en cours, des essais ont été entrepris en variant le rapport eau/liant, le type de ciment et en substituant une partie du ciment par des laitiers de haut-fourneau. Bien qu'accélérés, les essais d'expansion sur béton sont longs et il faut attendre presque un an afin de voir l'influence de certains paramètres. Par exemple, dans le programme expérimental, une température de 60°C avait été sélectionnée au départ afin d'accélérer la réaction d'oxydation. Au cours du développement de l'essai sur mortier, on s'est rendu compte que d'augmenter la température de 60 à 80°C permettait une accélération significative des essais d'expansion. Les installations ne permettaient pas facilement d'augmenter la température et des modifications significatives ont dues être apportées au protocole d'essai. Cet exemple montre la lourdeur du développement d'un essai sur prismes de béton, avec tous les délais qui y sont associés.

Des essais sur éprouvettes de béton avec le granulat de Trois-Rivières ont été entrepris à différentes teneurs en ciment (250 et 375 kg de ciment /m<sup>3</sup>) afin d'évaluer l'influence

de la qualité du béton sur le phénomène d'expansion lié à la réaction d'oxydation. Les prismes de béton sont immergés une fois par semaine pour une durée de 3 heures dans une solution d'hypochlorite de sodium. Le reste du temps, les échantillons sont conservés à 60°C et 60% d'humidité relative. Après 350 jours de conditionnement, les prismes fabriqués avec 250 kg/m<sup>3</sup> de ciment ont atteint une expansion de 0,12% alors que ceux de meilleure résistance mécanique, fabriqués avec 375 kg/m<sup>3</sup> de ciment ont atteint 0,15%. Une expansion considérable a été générée sur béton peu importe la qualité du béton. La qualité du béton semble influencer la cinétique de réaction. Les essais étant de longue durée, d'autres résultats sont à venir et permettront de préciser l'information.

D'autres essais dans lesquels les prismes de béton sont trempés pendant 24 heures dans une solution d'hypochlorite de sodium, puis conservés durant 5 jours à l'étuve à 60° C, ont montré que l'utilisation de laitier de haut-fourneau ou de béton avec des rapports eau/liant réduits retarde l'expansion, mais ne l'empêche pas. Plus de tests sont nécessaires pour confirmer cette observation. Des tests ont aussi été entrepris sur des microbétons, ces essais sont prometteurs et permettent de générer de l'expansion plus rapidement que sur béton. L'annexe 5 présente les résultats détaillés sur les essais d'expansion réalisés par Medhat Shehata (Ryerson University). Benoit Durand (IREQ) a également réalisé plusieurs essais sur béton, tous les résultats des essais de l'IREQ sont intégrés dans un rapport présenté à l'annexe 7.

#### *5 - Évaluation de la reproductibilité et précision de l'essai de performance*

La reproductibilité des essais d'expansion sur barres de mortier a été étudiée à l'Université Laval où plusieurs séries d'éprouvettes ont été testées à 3 reprises. Certains mélanges ont été reproduits au moins à 3 reprises en gardant les conditions constantes afin d'évaluer la reproductibilité de l'essai et d'en déterminer la précision. Les expansions obtenues se situent dans une plage acceptable et sont suffisamment reproductibles pour entreprendre une série inter-laboratoire. Les résultats détaillés sont présentés à l'annexe 4 avec le développement de l'essai sur mortier.

## 6. Étude inter-laboratoire

Des essais inter-laboratoires ont débuté parmi les équipes de recherche du groupe à l'été 2013. Tout le matériel nécessaire à l'essai a été préparé à l'Université Laval (granulats, ciment, plots, contenants,...) ainsi qu'une procédure détaillée et transmis aux autres centres de recherche (Université de Sherbrooke, Ryerson University et IREQ) afin de conduire l'essai inter-laboratoire. Les matériaux et les instructions détaillées ont été fournis à chacun des participants. La première étude inter-laboratoire a été effectuée sur 3 granulats (2 réactifs (Maskimo et GGP) et un témoin (PKA)). Chaque participant a été en charge de la préparation des granulats. La granulométrie des granulats de même que les proportions utilisées pour la préparation des barres de mortier sont identiques à ce qui est utilisé couramment dans l'essai accéléré de la barre de mortier pour l'évaluation de la réaction alcalis-silice (RAS), soit le test CSA A23.2-25A. L'essai d'évaluation utilise les mêmes équipements que ce qui est nécessaire pour le test de la RAS. Des instructions détaillées ont été fournies à chacun des participants. Suite à l'analyse des résultats, certaines variations ont été observées dans les résultats d'expansion et il a été décidé de reprendre l'essai avec les mêmes participants. Lors d'une rencontre tenue en décembre 2013, les participants ont pu discuter du protocole expérimental et de la façon dont chacun a effectué l'essai. Les causes possibles de variation ont été discutées et la procédure détaillée a été revue afin de la préciser et de l'améliorer. Des tests ont été réalisés afin d'améliorer l'étanchéité des contenants servant à la conservation des éprouvettes à l'étuve. Suite à 2 rencontres téléphoniques, il a été décidé de reprendre l'essai inter-laboratoire avec la procédure améliorée.

Le matériel nécessaire à cette deuxième étude inter-laboratoire a été préparé à l'Université Laval et expédié aux participants. Pour ce 2<sup>e</sup> essai inter-laboratoire, il a été décidé d'utiliser la même solution de trempage pour tous les laboratoires. La solution d'hypochlorite de sodium a donc été fournie par l'Université Laval. En parallèle, chaque laboratoire a réalisé un test séparé avec une solution achetée localement afin de vérifier l'effet de la solution de trempage sur les expansions obtenues lors de l'essai. La variabilité obtenue entre les différents laboratoires lors de la deuxième série a considérablement diminué pour les essais réalisés avec la solution de trempage (hypochlorite de sodium) fournie. Par contre, des écarts importants ont été notés pour d'autres types de solutions achetées localement. Ce paramètre devra être contrôlé lors du test car il génère des variations importantes sur les expansions. L'annexe 6 présente les données en lien avec les essais inter-laboratoires incluant le protocole expérimental détaillé et les résultats.

## *7- Instrumentation et suivi in-situ de l'état d'endommagement de morceaux de fondations*

Cette section concerne l'évaluation, par méthodes d'essais non destructives (END), de l'endommagement du béton associé à l'oxydation des sulfures de fer présents dans les granulats. Ce volet, réalisé entièrement à l'Université de Sherbrooke, vise à valider les essais ND réalisés pour la caractérisation des phénomènes de dégradation, ce qui pourrait permettre de proposer une nouvelle approche pour la caractérisation par END du béton endommagé par l'oxydation des sulfures de fer. Trois méthodes END ont été évaluées afin de quantifier le niveau d'endommagement et faire un suivi de l'évolution de la réaction d'oxydation: vitesses ultrasonores en mesures directe et indirectes, impact-écho et acoustique non linéaire (technique du saut temporel).

Le programme expérimental a été réalisé en quatre sous-volets. Le premier sous-volet consistait à réaliser un suivi sur des blocs prélevés à partir de murs de fondation (4 séries de 5 blocs) et de murs mitoyens (1 série de 5 blocs) de maisons affectées par le problème et ayant des niveaux visuels de dégradation variant entre 0 (faible) et 3 (très élevé), respectivement. Ces blocs ont été placés sur un site d'exposition extérieure à Trois-Rivières. Les dernières mesures ont été réalisées en octobre 2014 et indiquent que la dégradation se poursuit.

Dans le second sous-volet, un programme de carottage consistait à retirer cinq carottes de chaque série de blocs/année, de même que trois carottes de trois niveaux différents (de la base au sommet de la fondation) dans deux maisons sélectionnées. Des essais de résonance (non linéaire), mesure directe (UPV) et mesure indirecte (linéaire) ont été réalisés sur toutes les carottes. Les résultats détaillés avaient été présentés dans le rapport précédent.

Le troisième sous-volet, effectué en collaboration avec le chercheur Benoit Durand de l'IREQ, consistait à réaliser des essais non destructifs sur des blocs de béton fabriqués à l'IREQ. Ces blocs sont caractérisés par différentes formulations (dosage en ciment, e/c) et l'utilisation de granulats réactifs (type Trois-Rivières) et non réactif (contrôle). Les vitesses ont peu varié entre octobre 2011 et octobre 2014, ce qui suggère que la réaction de dégradation est à un stade encore peu avancé.

Le quatrième sous-volet consistait à suivre l'évolution des paramètres associés aux essais ND sur des éprouvettes de mortier fabriquées en laboratoire. L'objectif était d'évaluer la possibilité de développer un outil ND pour caractériser rapidement en laboratoire la réactivité des granulats avec sulfures de fer. Les résultats obtenus sont

peu probants et au stade actuel, les méthodes END ne peuvent être utilisées sur de tels échantillons.

Différentes méthodes ont été utilisées pour évaluer le niveau et la progression de l'endommagement dans des fondations résidentielles en béton fabriquées avec des granulats incorporant des sulfures de fer dans la région de Trois-Rivières. Ainsi, cinq séries de blocs métriques ont été prélevées au sein de fondations résidentielles montrant différents niveaux d'endommagement initial (variant de 0 (aucun endommagement) à 3 (endommagement important)). Ces blocs ont été disposés sur un site d'exposition extérieur où un suivi régulier de leur comportement a été réalisé sur une période de plus de 3 années, i.e. mesures d'expansion accompagnées de relevés de la progression de la fissuration (Indice de fissuration (mm/m) et densité de la fissuration ( $m/m^2$ )) à la surface des blocs. Des travaux ont également été réalisés directement sur les fondations de huit résidences couvrant une gamme de niveau d'endommagement visuel du béton. Des mesures d'humidité relative et de température ont été effectuées à trois niveaux l'intérieur des fondations (zone hors terre, zone immédiatement sous la surface du sol et zone plus profonde). Finalement, pour chacune des séries de blocs disposées sur le site d'exposition extérieur, de même que pour les huit résidences sélectionnées, des carottes ont été prélevées afin de réaliser des essais en laboratoire et ainsi déterminer le niveau d'endommagement interne du béton (analyse pétrographique et essais d'évaluation des propriétés physiques, mécaniques et chimiques).

L'analyse des données obtenues à la conclusion de la période d'étude indique que les différentes séries de blocs disposées sur le site d'exposition extérieur et montrant un certain niveau d'endommagement au moment de leur extraction (i.e. Cotes 1 à 3) ont poursuivi leur endommagement à un taux moyen annuel variant de moyen à très élevé (i.e. 0,04 à 0,1%). Le taux annuel moyen d'expansion est généralement semblable à l'intérieur d'une même série de blocs (i.e. prélevées à l'intérieur d'une même fondation résidentielle). L'initiation de l'endommagement (i.e. expansion et fissuration) est également apparente à l'intérieur des blocs prélevés au sein d'un mur mitoyen (intérieur) qui ne montrait aucun signe significatif d'endommagement au moment de leur prélèvement. En général, une relation notable est observée entre les taux d'augmentation annuels moyens de la fissuration et de l'expansion des blocs métriques. Les méthodes de mesure de l'*Indice de fissuration* (IF) et de la *Densité de fissuration* offrent une excellente opportunité de quantifier de façon précise et fiable le développement de la fissuration au sein des blocs affectés par la réaction d'oxydation des sulfures de fer. La teneur en soufre total ( $S_T$ ) des granulats, mesurée sur des

carottes prélevées au sein d'un des blocs de chaque série, indique des valeurs élevées variant entre 0,9 et 1,3%; les valeurs les plus élevées ont été obtenues pour les deux séries de blocs prélevés au sein des fondations qui montraient les cotes d'endommagement visuel les plus élevées (Cote de 3).

Dans le cas des fondations en béton de huit résidences, les mesures in-situ suggèrent que l'humidité relative interne est généralement légèrement inférieure, en moyenne, au niveau *supérieur* de la fondation et augmente vers la base de la fondation; peu de différence significative a toutefois été observée en fonction de la profondeur dans le béton (i.e. à un même niveau). Des analyses chimiques réalisées sur carottes ont permis de déterminer que la teneur en soufre total des granulats au sein des différentes fondations se situait dans une plage de valeurs élevées, i.e. 0,9 à 1,5% de  $S_T$ . Bien que les teneurs minimale (0,93%) et maximale (1,47%) en  $S_T$  ont été respectivement obtenues pour les fondations montrant les cotes d'endommagement visuel la plus faible (1) et la plus élevée (3), il n'a pas été possible de globalement de relier l'ampleur de l'endommagement avec essentiellement la teneur en soufre des granulats dans le cas des huit résidences sélectionnées. De plus, les résultats statistiques montrent qu'il existe une variabilité notable entre les valeurs obtenues pour une même fondation, avec des coefficients de variation variant entre 3 et 20%.

Plusieurs essais ont été réalisés sur des carottes prélevées au sein du béton des fondations résidentielles (blocs et résidences). L'examen pétrographique des échantillons étant toujours en cours, ces résultats ne peuvent conséquemment pas être inclus dans ce rapport. Toutefois, l'essai du *Stiffness Damage Test* (SDT) s'est avéré fort intéressant comme outil de quantification de l'état d'endommagement du béton fabriqué avec des granulats incorporant des sulfures de fer. En effet, une corrélation notable a été obtenue entre certains paramètres mesurés lors de l'essai SDT (e.g. Aire de l'hystérésis (HA) et déformation plastique (PD) au cours de cinq cycles de chargement-déchargement, *Stiffness Damage Index* et module d'élasticité (E; valeur moyenne obtenue lors des deuxième et troisième cycles)), et l'endommagement visuel original des blocs métriques disposés sur le site d'exposition extérieur. Des tendances globales très nettes sont toutefois difficilement discernables dans le cas des carottes prélevées à différents niveaux dans les fondations de huit résidences. Les échantillons prélevés au sein de la fondation résidentielle 1 (cote 1) ont montré le plus bas niveau d'endommagement selon les divers paramètres du SDT. D'un autre côté, les fondations résidentielles 2, 3 et 4 semblent montrer un niveau d'endommagement plus faible à la base de la section (niveau 3), alors que l'inverse est observé pour les fondations no. 6 et 7. En général, les divers paramètres du SDT offrent des résultats forts semblables les uns

par rapport aux autres. Des valeurs de SDI supérieures à environ 0,35 correspondent généralement à des valeurs de module inférieures à 10 GPa et à des valeurs d'aire d'hystérésis  $> 10000 \text{ J/m}^3$ , suggérant un endommagement sévère à très sévère du béton.

En plus du suivi des blocs métriques sur le site d'exposition extérieur, grâce à la collaboration établie avec l'IREQ, des travaux supplémentaires ont pu être exécutés. Ainsi, 6 séries de 5 blocs (700 x 700 x 230 mm) ont été fabriqués avec le granulats de Trois-Rivières, un témoin PKA, St-Bruno, RO2 et GGP pour un suivi à long terme en conditions extérieures de mélanges contrôlés. Les différents blocs ont des résistances en compression entre 15 et 24 MPa à 28 jours. L'expansion des blocs est suivie régulièrement et les résultats seront obtenus à plus long terme. Les blocs font aussi l'objet d'un suivi par des essais non destructifs. L'annexe 7 présente les résultats en lien avec l'instrumentation et le suivi in-situ. Les résultats des essais d'auscultation non-destructifs sont présentés par Patrice Rivard (Université de Sherbrooke), le champ de blocs de l'IREQ est décrit par Benoit Durand et Benoit Fournier (Université Laval) est en charge du site de Trois-Rivières.

### **Protocole d'évaluation des granulats**

Le but principal de l'étude était de mettre au point un essai de performance en laboratoire avec emphase sur la caractérisation des matériaux (chimique, cristallographique, minéralogique et physique) et des conditions d'exposition afin de déterminer les paramètres importants à l'origine de la détérioration.

Les travaux réalisés sur l'étude des mécanismes ont permis de déterminer les conditions favorables à la réaction d'oxydation qui génère de l'acidité et des ions sulfates. Ces conditions sont une augmentation de la température (80°), en gardant des conditions d'humidité relative près de 80%. La production d'acide couplée à la génération d'ions sulfate fait en sorte que tous les réactifs nécessaires à une attaque interne par les sulfates sont présents. L'analyse minéralogique de bétons détériorés nous a permis d'identifier la thaumasite comme produit ultime de réaction de la réaction sulfatique en présence du granulats Maskimo. La précipitation de thaumasite est favorisée par un environnement froid et humide. De ce fait, l'essai d'expansion développé est en 2 phases. Une première phase dans laquelle les échantillons sont conservés à haute température (80°C) et à une humidité relative de 80% avec 2 cycles d'immersion de 3 heures par semaine dans une solution oxydante de 6% d'hypochlorite de sodium (javel). Ces conditions sont conservées pour une période de 3 mois, période au cours de

laquelle il y aura oxydation des sulfures de fer « instables », production d'acide et attaque sulfatique interne. Les barres de mortier sont ensuite transférées à basse température (4°C) et à 100% d'humidité relative afin de favoriser la génération de thaumasite (phase 2). La deuxième étape du protocole d'évaluation est donc facultative. En fait, cette étape montre le potentiel de génération de thaumasite, réaction qui mène rapidement à la déstructuration de la pâte de ciment. Cette réaction entre en jeu dans les systèmes contenant à la fois des ions sulfates et carbonates et est favorisée à basse température. Cet essai accéléré a généré de l'expansion et de la dégradation sur des échantillons contenant des sulfures de fer et n'a pas affecté des échantillons témoins sans sulfure de fer. Par contre, l'essai est très sévère et a affecté certains témoins. Les études se poursuivent afin de déterminer les causes d'expansion de ces échantillons. De plus, les échantillons qui ont un potentiel de réactivité alcali-silice montrent une expansion très élevée en début d'essai avec des expansions de l'ordre de 1%. Des travaux supplémentaires sont nécessaires pour éclaircir ce phénomène.

Puisque l'essai accéléré sur barres de mortier demande un travail de laboratoire très important, nous avons développé un protocole expérimental en plusieurs étapes afin de tenter de conclure plus rapidement à l'innocuité de certains granulats. La version préliminaire de ce protocole, toujours en "chantier", est présentée ci-après.

### ***Protocole expérimental – Étape 1 – Approche chimique - Détermination de la teneur en $S_{total}$***

Les granulats sont analysés chimiquement afin de connaître la teneur en soufre total (mesurée par une méthode d'absorption infrarouge sur un analyseur carbone/soufre). Les granulats qui présentent une teneur en soufre total supérieure à 1% ne devraient pas être utilisés. Les granulats dont la teneur est inférieure à 0,1%  $S_{total}$  ne présentent pas de risque d'oxydation. Il est à noter que la valeur seuil de 0,1% est provisoire et n'a pas pu être confirmée compte-tenu du nombre limité de granulats étudiés. Cette valeur a été utilisée de façon à accepter les granulats selon les limites établies par la norme européenne reprises dans l'annexe P de la norme CSA A23.1-2014. Cette limite ne pourra être confirmée que suite à une analyse globale de la situation dans un contexte québécois et canadien.

Les granulats qui présentent une teneur en  $S_{total} \geq 0,1\%$  doivent être analysés à l'étape 2 afin de déterminer si le soufre est présent sous la forme de sulfures susceptibles à l'oxydation. Dès que la teneur en soufre total est  $\geq 0,1\%$ , une analyse pétrographique en lumière réfléchie est recommandée afin d'identifier les phases sulfurées.

## ***Protocole expérimental – Étape 2 – Détermination de la consommation en oxygène des granulats***

Le soufre contenu dans les granulats peut provenir de différents minéraux. La valeur de soufre total ne permet pas de savoir à quel(s) minéral (aux) il est associé et il est connu que la pyrrhotite est le sulfure de fer qui présente une cinétique d'oxydation beaucoup plus rapide que les autres. De plus, même si la pyrrhotite peut être identifiée lors d'une analyse microscopique en lumière réfléchie, il est difficile d'obtenir une valeur quantitative de la teneur en pyrrhotite d'un échantillon. Pour compliquer l'analyse, la pyrrhotite n'est pas un minéral à composition chimique fixe. En fait, la pyrrhotite est un minéral qui peut accommoder différents cations et ce, en différentes proportions dans sa structure atomique. Le potentiel d'oxydation de la pyrrhotite sera fonction de sa composition chimique. De même, la pyrrhotite peut cristalliser sous différents systèmes cristallins, et peut présenter des surfaces spécifiques différentes, ce qui complexifie l'étude du potentiel d'oxydation. À titre d'analogie, il est bien connu que la réaction alcalis-silice est due à la présence de silice mal cristallisée (réactive) dans les granulats. Il serait réducteur de penser pouvoir déterminer le potentiel de la réactivité d'un granulat à partir de la teneur en  $\text{SiO}_2$  d'un granulat. Le même raisonnement s'applique ici pour la pyrrhotite. Bien que la teneur en pyrrhotite soit un bon indicateur des dommages générés pour des granulats provenant de la même source (cas des dégradations observés dans la région de Trois-Rivières avec des granulats provenant tous de la même source), il serait non approprié d'étendre les valeurs observées à partir d'une source à d'autres lithologies. C'est dans cette optique que l'essai de la consommation d'oxygène a été développé.

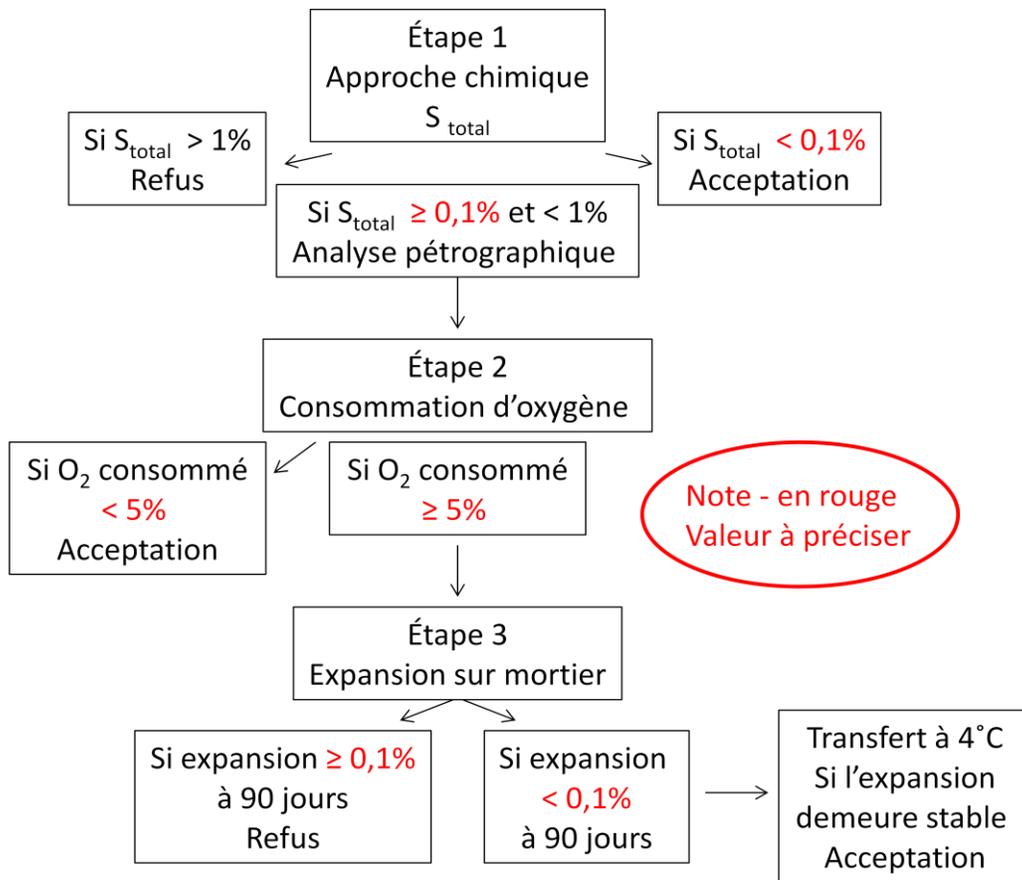
L'oxydation des sulfures se fait en présence d'oxygène et d'humidité. Lorsque l'oxygène est consommé, sa concentration diminue dans un volume clos. La technique est basée sur la mesure de la diminution de la concentration en oxygène en fonction du temps dans un cylindre étanche de volume connu. Bien évidemment, plusieurs facteurs font varier cette teneur (quantité de matériaux, granulométrie, température, humidité relative,...) et les paramètres d'essai doivent être fixés précisément. Cet essai vise à discriminer les granulats potentiellement oxydables de ceux qui ne le sont pas. Dans ce projet, les essais ont été réalisés sur les 8 matériaux granulaires ayant également été soumis à l'essai d'expansion sur barres de mortier. Une valeur de coupure autour de 5% de  $\text{O}_2$  consommé semble se dessiner. Ce qui veut dire que les granulats qui consomment plus de 5% du  $\text{O}_2$  présent dans l'enceinte présentent un potentiel d'oxydation. Des essais supplémentaires afin d'optimiser les conditions d'essai et, ultimement, d'en vérifier la variabilité inter-laboratoire, sont nécessaires. De même, les essais devront se

poursuivre sur un nombre important de sources de granulat afin de préciser la valeur de coupure proposée.

### ***Protocole expérimental – Étape 3 – Essai d’expansion accéléré sur barres de mortier***

Un essai accéléré sur barres de mortier a permis de générer de l’expansion en laboratoire pour des granulats contenant des sulfures de fer susceptibles à l’oxydation alors que des échantillons de contrôle ne montrent pas d’expansion ou de détérioration. L’essai proposé est réalisé en 2 parties. La première partie vise à générer de l’expansion suite à l’oxydation des sulfures de fer. Les barres de mortier (identiques à celles de l’essai ASTM C1260) sont conservées à 80°C/80% d’humidité relative pour une période de 3 mois avec 2 cycles de mouillage de 3 heures par semaine dans une solution d’immersion d’hypochlorite de sodium (6%). À 90 jours, les barres sont transférées à 4°C/100% d’humidité relative en conservant les cycles de trempage. Une expansion supérieure à 0,1% à 90 jours (partie 1) permet de détecter les granulats pouvant causer des problèmes. Cette valeur seuil est basée sur l’étude de 8 sources de granulats et devra être précisée par l’étude d’un plus grand nombre de sources. L’accélération de l’expansion dans la 2<sup>e</sup> partie de l’essai démontre un potentiel de génération de thaumasite.

Ce protocole expérimental est prometteur et pourrait servir de base dans les normes afin de détecter les granulats pouvant causer des problèmes liés à l’oxydation de sulfures de fer. Les valeurs ‘seuils’ à chacune des étapes doivent être précisées en évaluant un plus grand nombre de sources de granulats. La figure suivante présente le protocole sous la forme d’un organigramme, avec en rouge, les limites qui ont été fixées à partir des 8 sources de granulats étudiées. Ces valeurs devront être précisées en étudiant un plus grand nombre de sources de granulats.



Version préliminaire du Protocole d'évaluation des granulats pouvant causer des problèmes liés à l'oxydation de sulfures de fer.

## **Recommandations pour la poursuite des travaux**

Des essais supplémentaires sont nécessaires afin de préciser les valeurs seuils aux différentes étapes du protocole proposé. Afin de préciser les valeurs de coupure aux différentes étapes, plusieurs sources de granulat supplémentaires devront être testées. De même, il est nécessaire de poursuivre des travaux supplémentaires visant à établir l'influence de la présence combinée de plusieurs sulfures au sein d'un même granulat, de la qualité du béton et des ajouts cimentaires sur la cinétique de la réaction d'oxydation.

## **Liste des intervenants au projet de recherche**

### *Chercheurs principaux*

Josée Duchesne, Université Laval, Responsable du projet  
Benoit Fournier, Université Laval  
Benoit Durand, IREQ  
Patrice Rivard, Université de Sherbrooke  
Medhat Shehata, Ryerson University

### *Attachés de recherche*

Serge Kodjo  
Sri Renganathan  
Antoine Rhéaume Ouellet  
Sofie Tremblay

### *Techniciens*

Danick Charbonneau  
Maxime Leboeuf

### *Post-doctorat*

Violeta Ramos

### *Étudiants inscrits au doctorat*

Andreia Rodrigues  
Bassili Guirguis

### *Étudiants inscrits à la maîtrise*

Ishak Medfouni  
Julie Francoeur  
Bradley Maguire  
Jonathan Andal

### *Étudiants de 1<sup>er</sup> cycle (assistants et stagiaires)*

Jimmy Xu  
Fatemah Niroomand  
Alis Spanos  
Steve Goyette  
Benoit McFayden  
Marc-André Gingras

Jean-Benoit Darveau  
Pierre-Luc Caya  
Reza Mmini

L'équipe de chercheurs remercie tous les intervenants au projet pour leur contribution et leur effort tout au long de l'étude.