



HAL
open science

Caractérisation de la microstructure et du transport diffusif dans les matériaux à base de CEMI + FS - Influence des agrégats dans la dispersion de la fumée de silice

Z. Bajja

► **To cite this version:**

Z. Bajja. Caractérisation de la microstructure et du transport diffusif dans les matériaux à base de CEMI + FS - Influence des agrégats dans la dispersion de la fumée de silice. Journée des doctorants DPC - LAMBE (Evry), Nov 2015, Evry, France. hal-02445739

HAL Id: hal-02445739

<https://cea.hal.science/hal-02445739>

Submitted on 20 Jan 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Caractérisation de la microstructure et du transport diffusif dans les matériaux à base de CEMI + FS

Influence des agrégats dans la dispersion de la fumée de silice

Zineb BAJJA

CEA, DEN, DPC, SECR, Laboratoire d'Etude du Comportement
des Bétons et des Argiles, France

Encadrant CEA : **W. DRIDI**

Correspondant EDF : **L. PETIT**

Encadrante ENS-Cachan : **A. DARQUENNES**

Directeur de thèse : **R. BENNACER**

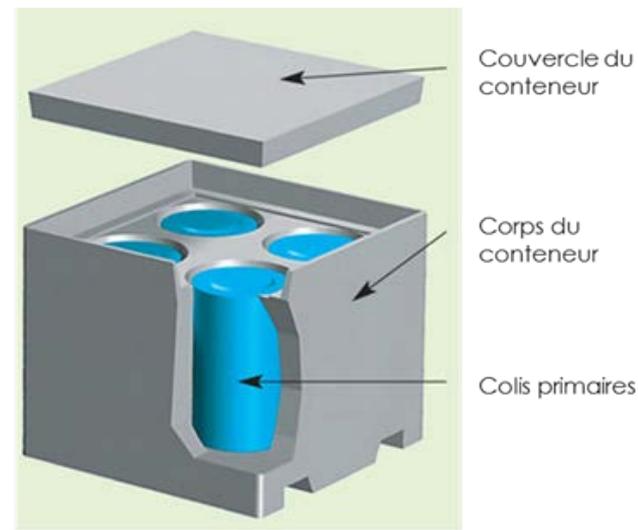


*Journée des doctorants
13 novembre 2015*



Contexte et objectives

- Les matériaux cimentaires sont largement utilisés dans l'industrie nucléaire, notamment pour les infrastructures dédiés au stockage et au confinement des **déchets radioactifs**.
- En particulier, pour la gestion des déchets de type (FA) et (MA), les matériaux cimentaires **à base de fumée de silice** sont très utilisés comme barrière de confinement



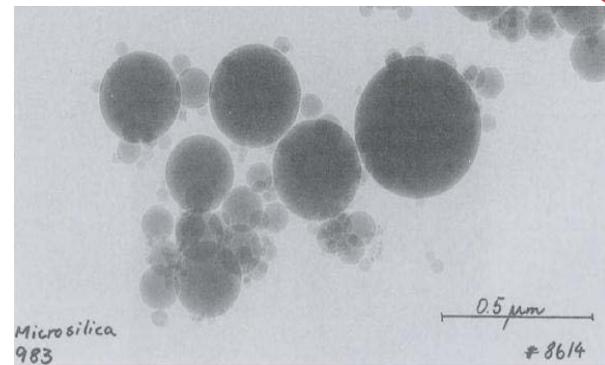
Conteneur en béton (CEA/DEN, e - den 2008)



La connaissance de la microstructure de ces matériaux et leur pouvoir de confinement est donc essentiel pour prédire la durée de vie de ces structures.

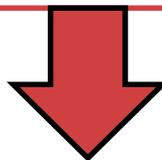
Rappel: Fumée de silice

- La fumée de silice (FS) est connue comme poudre ultrafine ayant un diamètre moyen de particules entre 0,1 et 0,2 μm , et composée principalement de SiO_2 amorphe (>95%).



L'ajout de FS a des effets physico-chimiques sur la durabilité:

- **Effet pouzzolanique:** SiO_2 réagit avec la portlandite (CH) pour produire des C-S-H appelés pouzzolaniques.
- **Effet filler:** grâce à leur finesse, les particules de FS pénètrent et comblent la porosité du matériau.



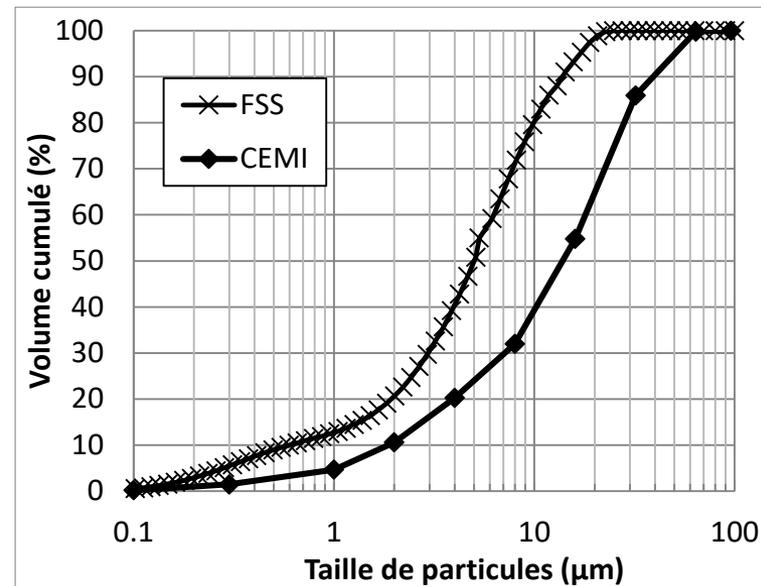
FS non-densifiée

Suite à une manipulation difficile de la poudre très fine, différentes méthodes de densification et de compactage de FS ont été utilisées par les industriels

→ Présence d'agglomérats

Matériaux utilisés

- Fumée de silice slurry (FSS): mélange de 50,1% de poudre de FS séchée avec l'eau.
- Ciment portland CEMI 52,5 PM ES CP2 de l'usine Lafarge du Teil.
- Sable normalisé siliceux roulé (SN) -EN 196-9- avec une distribution de taille de particule allant de 0,08 à 2 mm.



Plusieurs formulations de mortiers ont été testées:

Notations	SN(10)0	SN(10)10	SN(10)30	SN(10)50	SN(10)60	SN(10)65
Rapport massique e/liant	0.415	0.415	0.415	0.415	0.415	0.415
Rapport massique SF/ciment	10%	10%	10%	10%	10%	10%
Vag	0%	10%	30%	50%	60%	65%
SP(%)	-	-	-	0.3	1	1

Objectifs visés

Techniques utilisées

Transport diffusif

Investigation de la microstructure

Through-out diffusion de tritium HTO

Calcul de coefficients de diffusion D_e

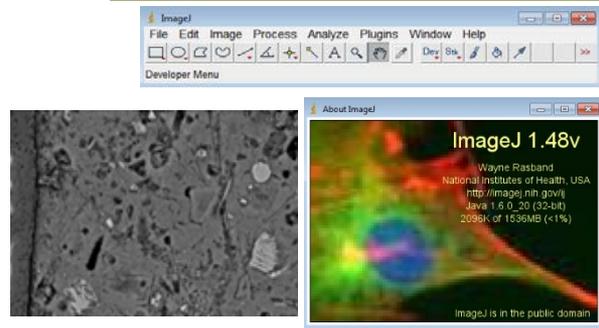
Cellules de diffusion HTO



ITZ: interface granulat/pâte

- Profil de porosité à proximité du granulat
- Montrer l'existence ou pas de l'ITZ au sein de ces matériaux

Imagerie MEB associés à l'analyse d'image



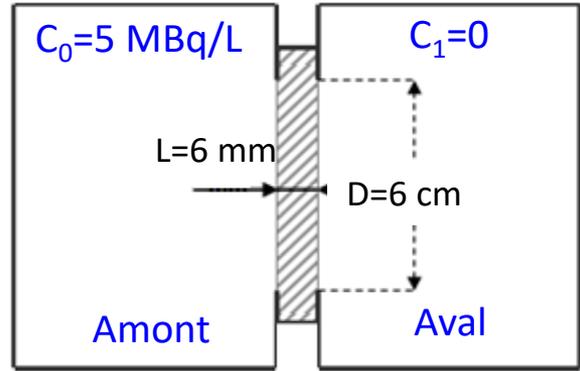
Homogénéité de la pâte

- Porosité et distribution de la taille des pores dans la matrice cimentaire
- Dispersion de la FS

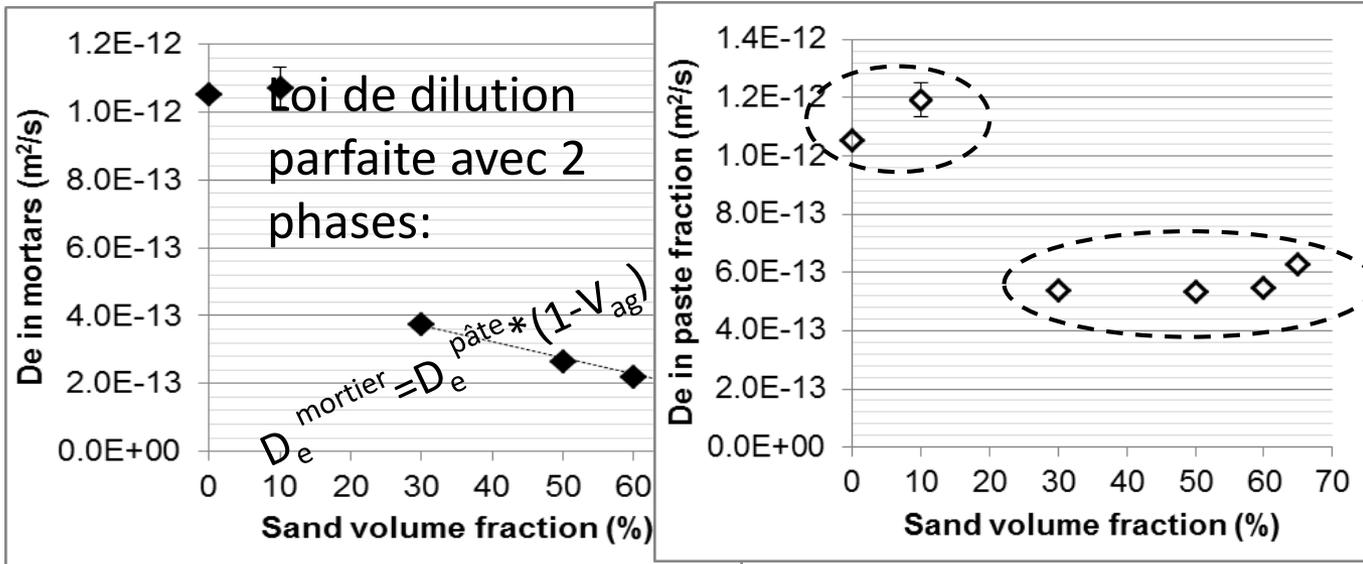
- Imagerie MEB/EDS
- Porosité à l'eau
- Porosimétrie au mercure
- ATG
- BET
- ...

Résultats de diffusion

- La concentration en aval est suivie par des prélèvements successifs jusqu'à atteindre le régime permanent.

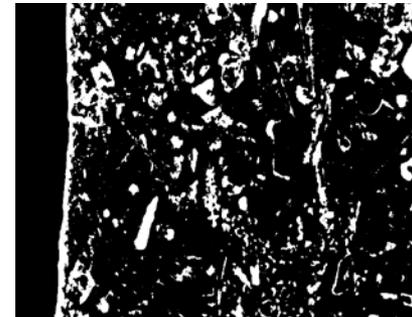
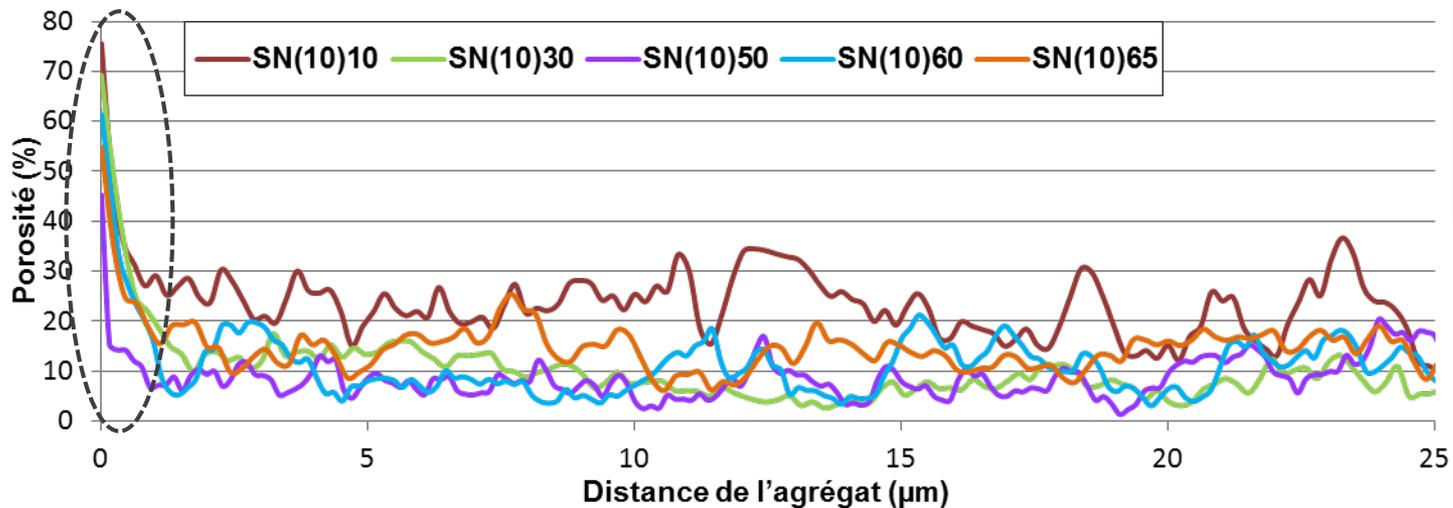


Coefficients de diffusion D_e (HTO)



Interface ITZ

Une procédure d'analyse d'image basée sur la méthode de distance euclidienne [Wong et Buenfeld, 06] a été utilisée pour étudier la répartition spatiale de la porosité à proximité du granulat.



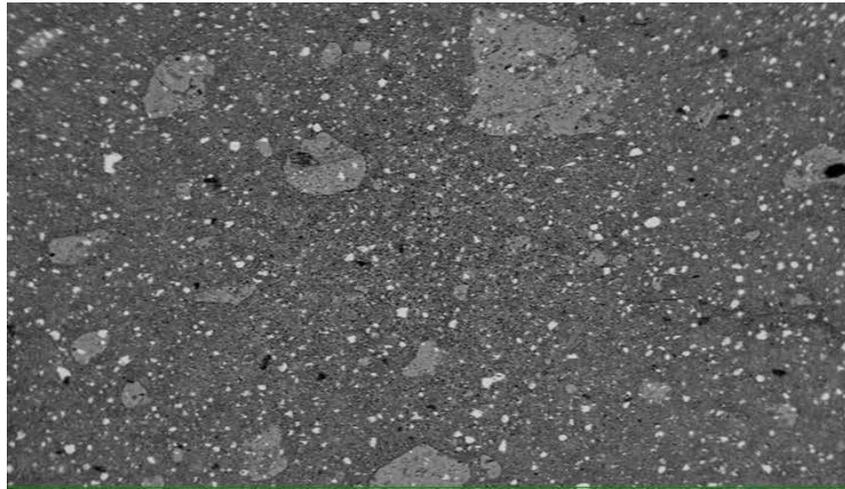
X



- L'épaisseur de l'ITZ est presque la même pour tous les mortiers (<math>< 5 \mu\text{m}</math>) et peut être considérée comme négligeable.
- L'ITZ ne peut pas être à l'origine de la différence observée pour les coefficients de diffusion.

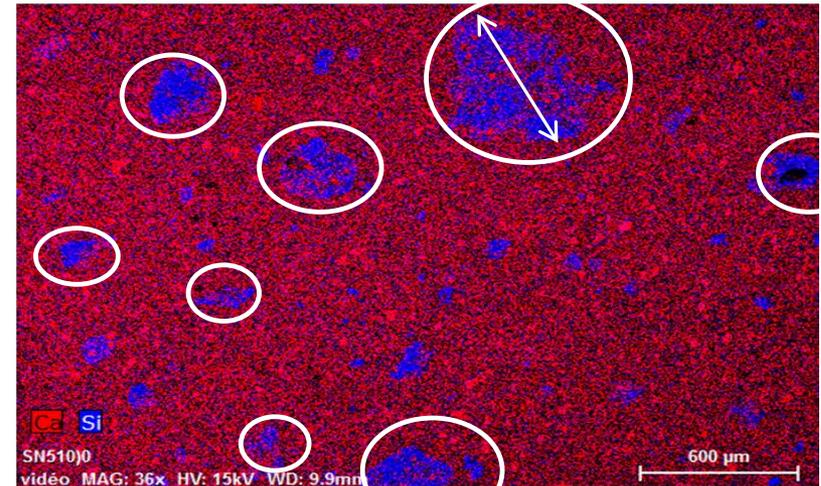
MEB/EDS dispersion de la FSS

0% de sable



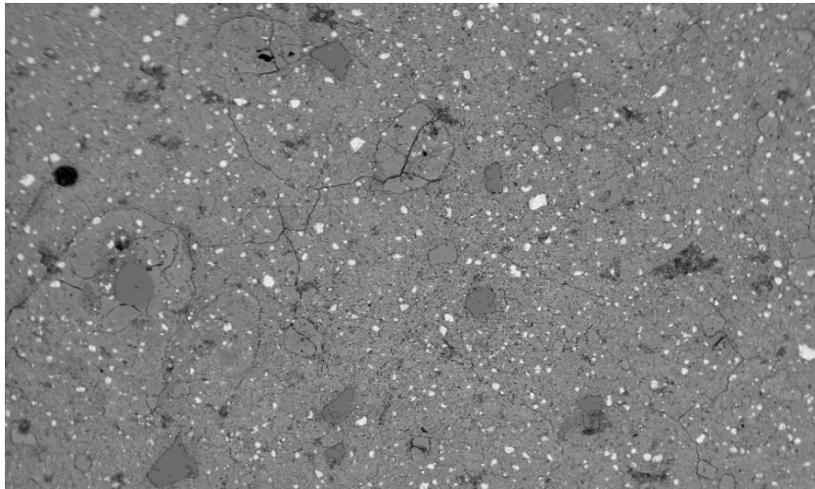
36 x HV: 15.0 kV WD: 9.9 mm

600 μm

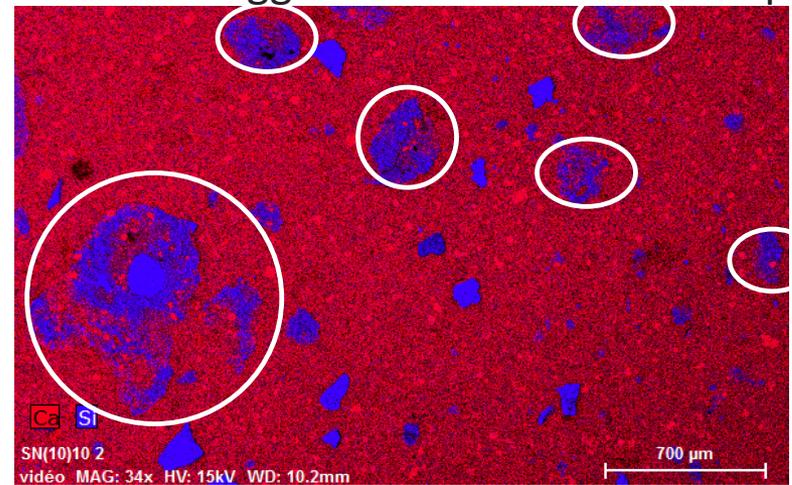


Présence d'agglomérats de taille > 100 μm

10% de sable



EHT = 15.00 kV Signal A = HDBSD
WD = 10.0 mm Mag = 34 X SN(10)10-8.tif



SN(10)10 2
vidéo MAG: 34x HV: 15kV WD: 10.2mm

700 μm

MEB/EDS dispersion de la FSS

30% de sable

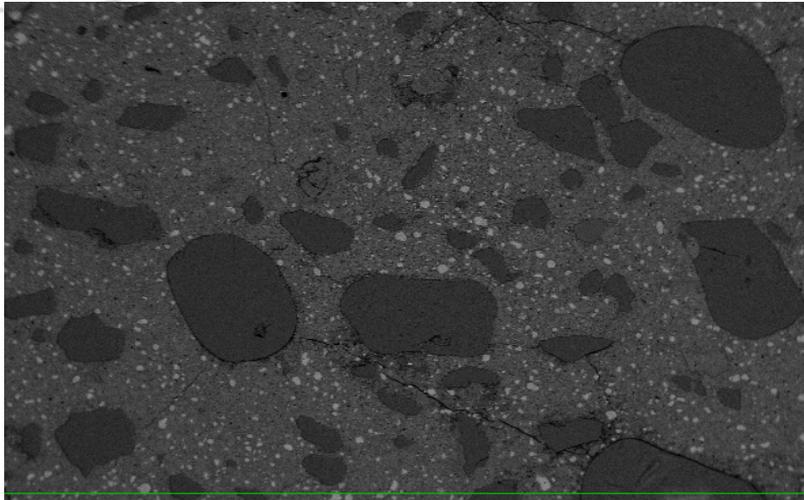
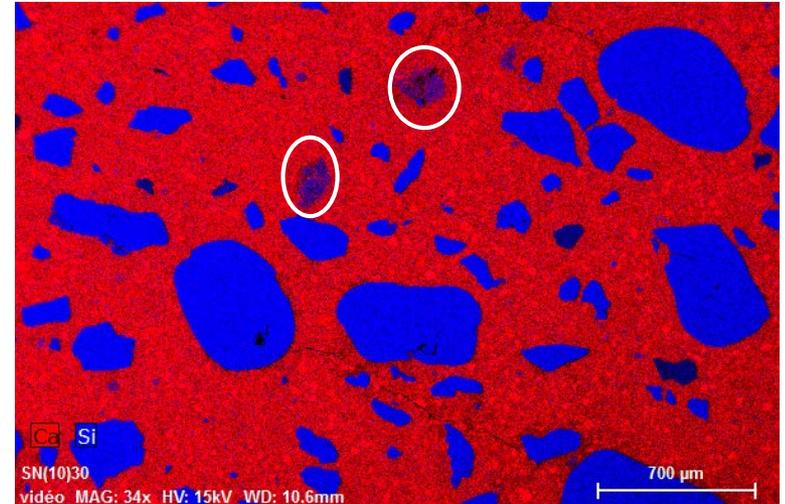


image
MAG: 34 x HV: 15.0 kV WD: 10.6 mm

700 µm



Ca Si
SN(10)30
vidéo MAG: 34x HV: 15kV WD: 10.6mm

700 µm

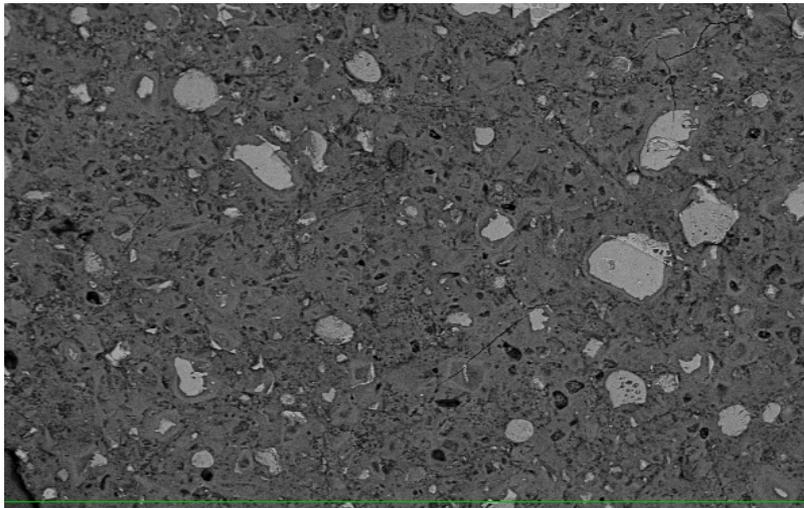
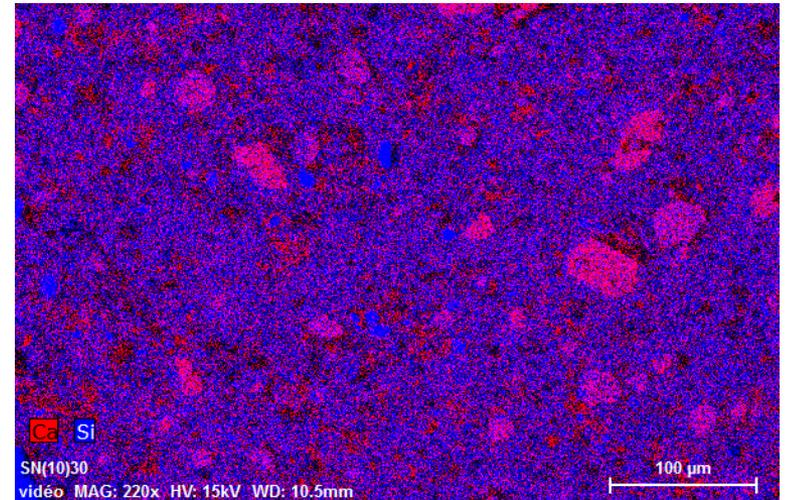


image
MAG: 220 x HV: 15.0 kV WD: 10.5 mm

100 µm

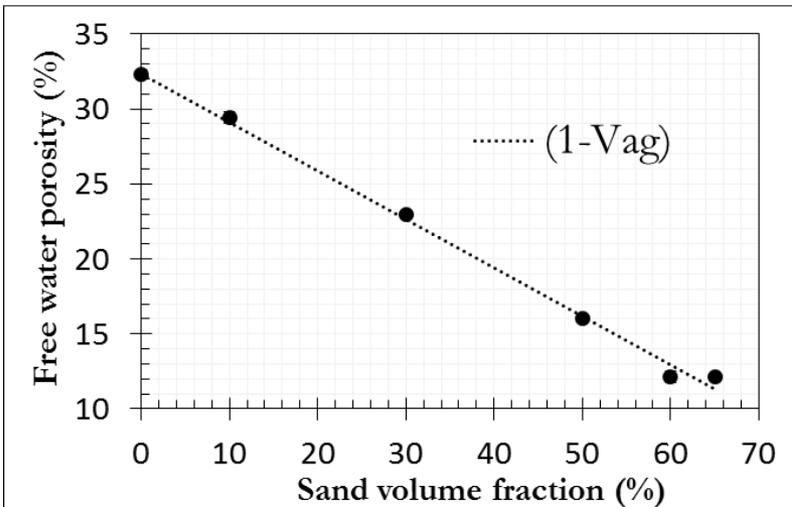


Ca Si
SN(10)30
vidéo MAG: 220x HV: 15kV WD: 10.5mm

100 µm

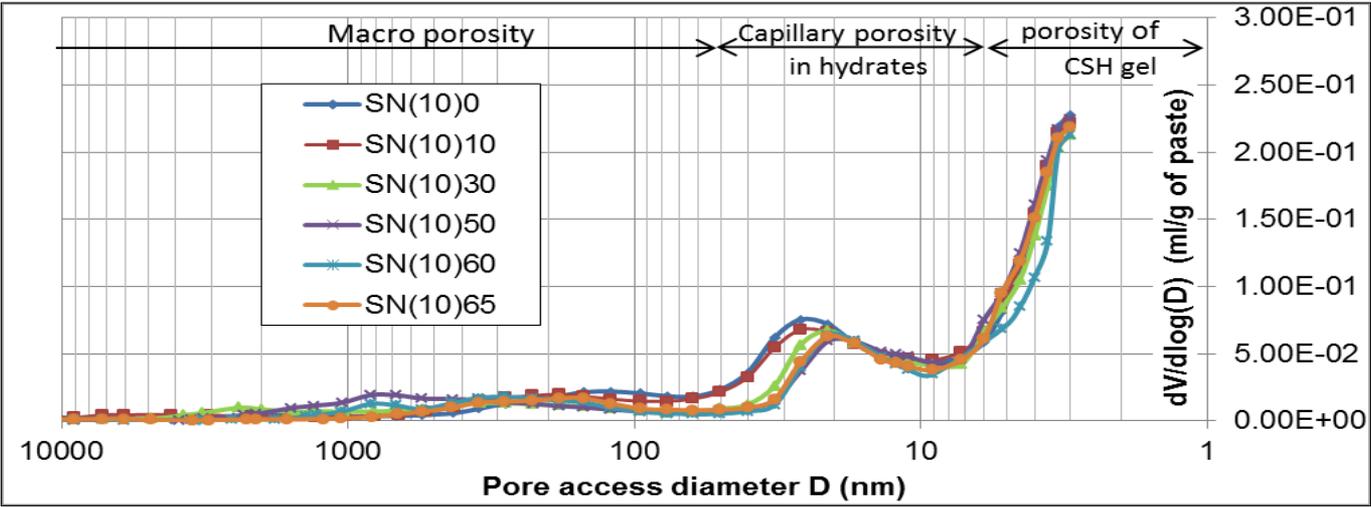
La présence d'agrégats contribue à l'amélioration de la dispersion de FSS

Porosité à l'eau et au mercure

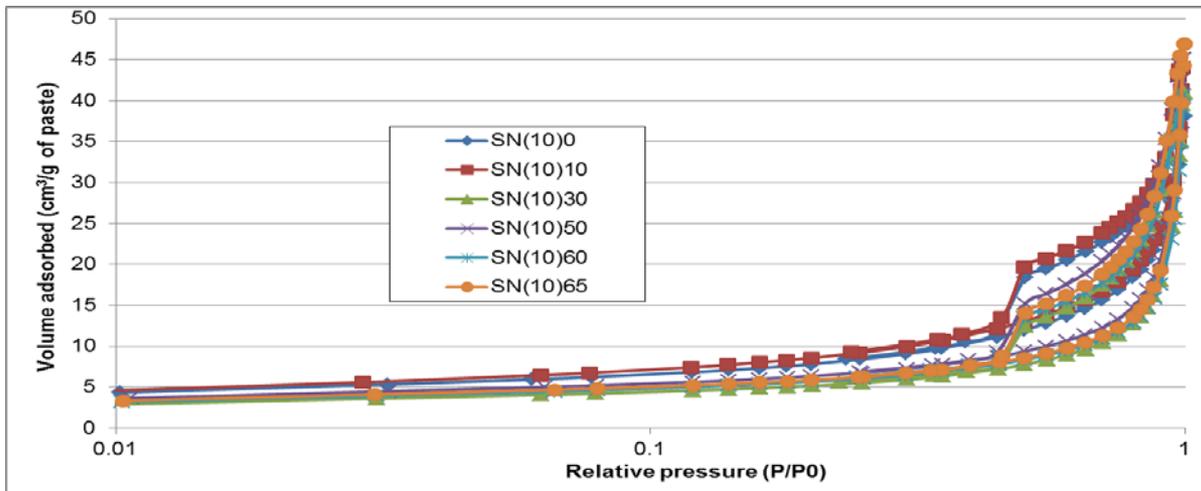


- La porosité à l'eau diminue avec l'ajout de sable suivant la loi de dilution parfaite

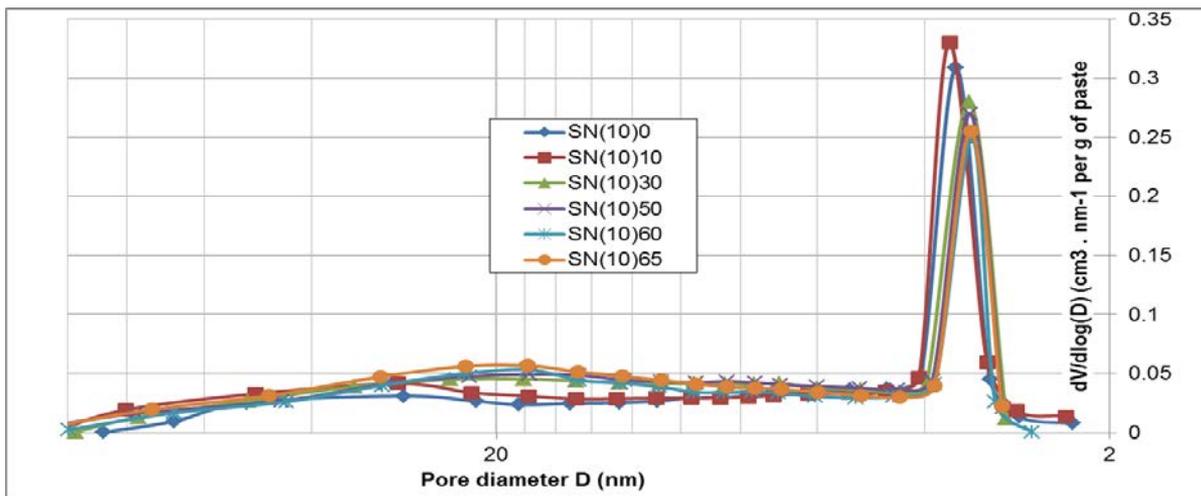
$$\theta_{mortier} = \theta_{p\hat{a}te} \cdot (1 - V_{agg})$$
- Malgré une porosité totale égale pour toutes les fractions de pâtes, la distribution de la taille des pores peut être différente.
- Les pâtes contenues dans les mortiers à plus de 30% de sable ont des pores capillaires plus fins et moins nombreux.



Adsorption d'azote

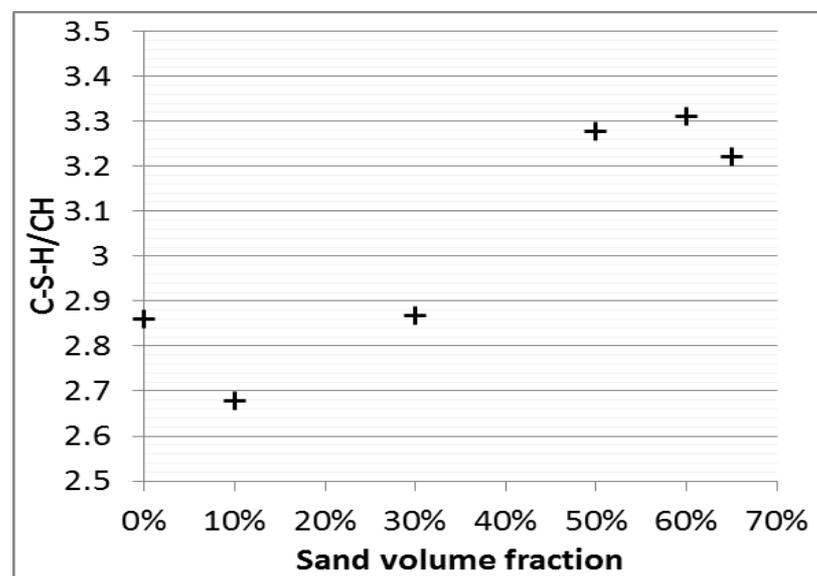
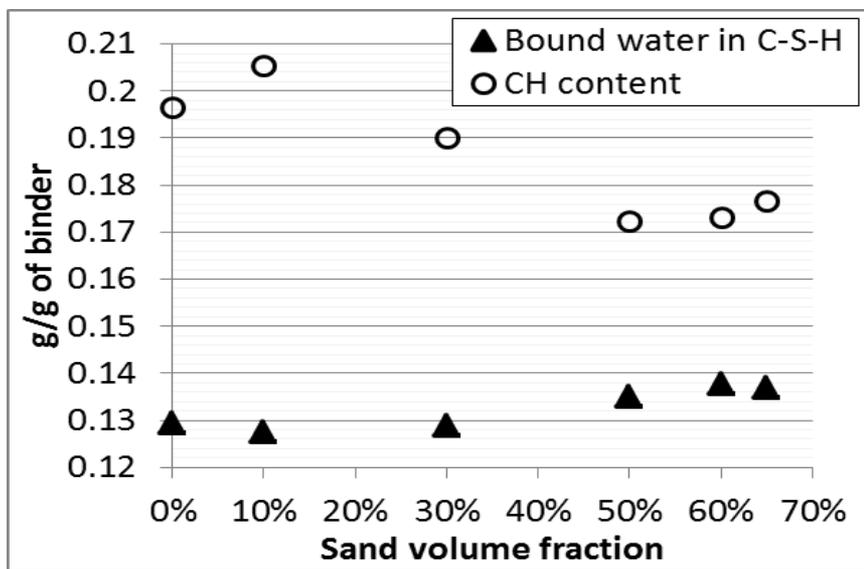


- Les courbes correspondantes aux fractions de pates à moins de 10% de sable se distinguent à nouveau du reste.



- Les C-S-H contenus dans les formulations avec plus de 30% de sable, possèdent un réseau poreux plus fins et un rayon moyen plus faible d'environ 16 nm (≠ 17 nm)

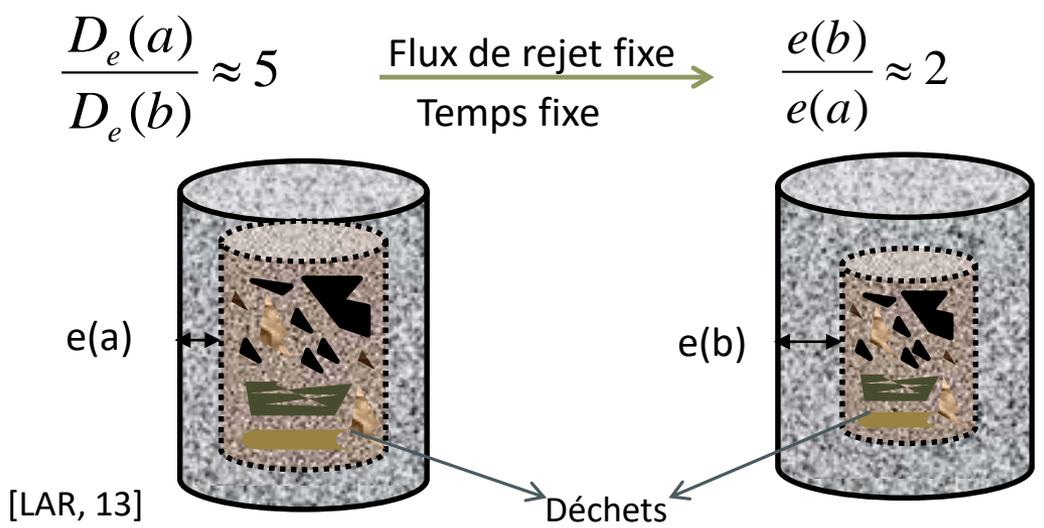
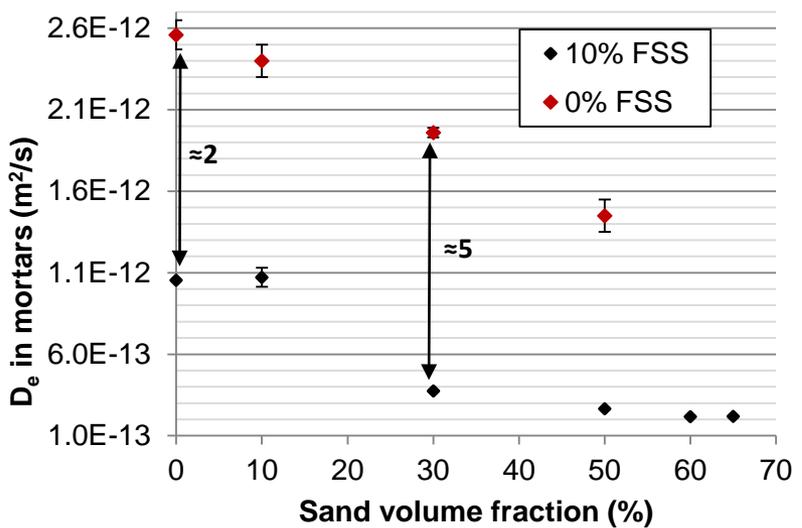
- La quantité de Portlandite (CH) a été déterminée par perte de masse entre 400 et 600°.
- La quantité d'eau liée dans les hydrates par perte de masse entre 105 and 400°C (matériaux non-carbonatés).



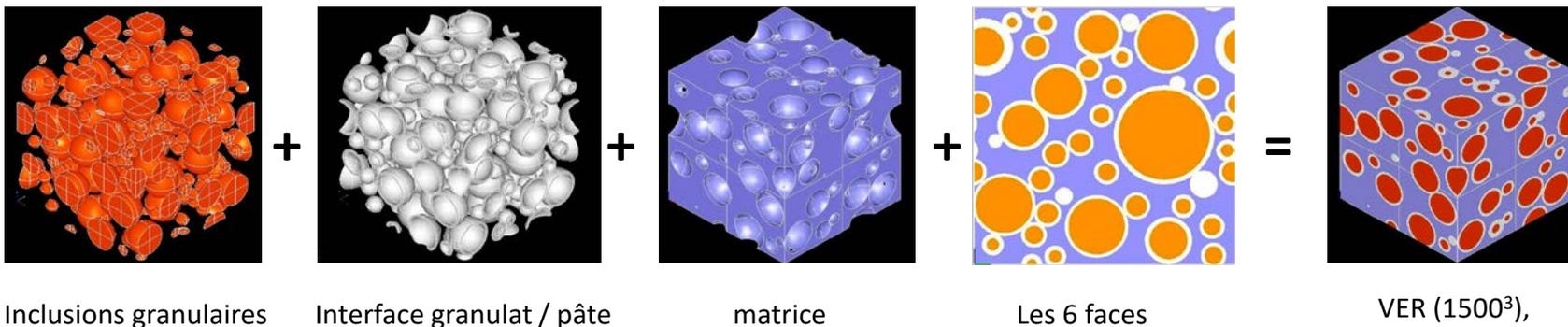
- Dans les mortiers à plus de 30% de sable, les matrices cimentaires contiennent moins de portlandite et plus de C-S-H: meilleure dispersion et donc meilleure réactivité de FSS au sein de ces mortiers (réaction pouzzolanique).

Conclusion

- Des agglomérats de FSS ont été observés dans la pâte de ciment et le mortier à faible fraction volumique de sable (10%).
- La présence d'une importante quantité de sable (>30%) pendant le malaxage améliore la dispersion de la fumée de silice (efforts de cisaillement).
- L'existence des agglomérats de FSS réduit son efficacité sur les propriétés des matériaux cimentaires, et affecte les deux rôles que la FS est censée jouer: l'effet « filler » et l'effet « pouzzolanique ».



- Tests de diffusion gaz (O_2 , N_2)
- Modélisation 3D (Combs, Salome, Cast3m ..)



Communications et publications

- Z. BAJJA, W. DRIDI, P. LE BESCOP, A. DARQUENNES, R. BENNACER, Effect of aggregates on the diffusion properties and microstructure of cement slurried silica fume based materials , (Submitted paper) Cement and Concrete Composites
- Z. BAJJA, W. DRIDI, B. LARBI, P. LE BESCOP, The validity of the formation factor concept from through-out diffusion tests on Portland cement mortars, Cement and Concrete Composites, Volume 63, October 2015, Pages 76–83
- Z. BAJJA, W. DRIDI, P. LE BESCOP, A. DARQUENNES, R. BENNACER, LINK BETWEEN MICROSTRUCTURE AND DIFFUSIVITY IN SILICA FUME MORTARS, Brittle Matrix Composites 11, Warsaw, Poland, 28th – 30th September, 2015 (Bientôt disponible sur sciencedirect.com)
- Z. BAJJA, W. DRIDI, B. LARBI, P. LE BESCOP, On the relationship between the formation factor and diffusion coefficients of Portland cement mortars, ICCRRR, Leipzig, Germany, 5-7 October 2015 (disponible sur CRC Press).