

Liège, Belgique
8-9 Novembre 2018

IMPACT DE LA PRESSION SUR UNE MICRO-FISSURE BIOCICATRISÉE

LORS C.^A, DAMIDOT D.^A, PETIT L.^B, TRAN N.C.^B

^A IMT Lille Douai, Université de Lille, EA 4515 - LGCgE – Laboratoire de Génie Civil et Géo-environnement, département Génie Civil & Environnemental, 941 rue Charles-Bourseul, 59508 Douai, France

^B EDF R&D, Materials and Mechanics Components Department, Moret sur Loing, France

Résumé : Les ouvrages en béton peuvent subir des contraintes conduisant à la formation de micro-fissures qu'il convient de colmater pour maîtriser la durabilité. Face aux méthodes de traitement actuelles, souvent difficiles à mettre en œuvre et d'une efficacité limitée à long terme, la biocicatrisation induite par la précipitation de carbonate de calcium biogénéré, présente une méthode prometteuse pour la réparation de micro-fissures ayant une ouverture pouvant atteindre 450 µm. Ce système de réparation repose sur la capacité de suspensions bactériennes spécifiques à générer du carbonate de calcium associé au biofilm au sein de la micro-fissure et à la surface du béton. Une des applications potentielles de la biocicatrisation est la maintenance des enceintes nucléaires. Ces dernières sont soumises tous les 10 ans à une mise sous pression (de l'ordre de 500 kPa), afin d'évaluer leur étanchéité. L'objectif de cette étude est de déterminer si le colmatage de micro-fissures induit par la biocicatrisation persiste après une mise sous pression comparable à celle d'un essai décennal. Dans un premier temps, des mortiers ont été biocicatrisés avec un protocole optimisé, afin de réduire d'environ 70% l'ouverture apparente des micro-fissures. Ces micro-fissures ont ensuite été soumises à un cycle de pression avec un palier de plusieurs heures à 450 kPa en utilisant un perméamètre de type CEMBURO. Les résultats obtenus montrent que le cycle de pression appliqué ne modifie quasiment pas l'ouverture apparente des micro-fissures, démontrant ainsi que le composite formé par le carbonate de calcium biogénéré et le biofilm n'est pas altéré par un flux d'air ayant une pression de 450 kPa.

Mots-clés : réparation, biocicatrisation, fissures, bactéries, pression, mortiers

1. INTRODUCTION

Les matériaux de construction peuvent être exposés à différents types d'environnements renfermant des agents potentiellement agressifs (gaz, liquides plus ou moins chargés en ions), qui peuvent induire des modifications de leur micro-structure et donc de leurs propriétés d'usage. L'apparition de micro-fissures représente un des paramètres les plus délétères pour la durabilité du béton puisqu'elles constituent un chemin préférentiel pour la pénétration des substances agressives. Dans des conditions particulières de température et d'humidité, l'auto-cicatrisation naturelle des micro-fissures peut totalement colmater des petites micro-fissures ($< 150 \mu\text{m}$) suite aux interactions de l'eau et du dioxyde de carbone avec la pâte cimentaire non totalement hydratée, conduisant ainsi à la formation de carbonate de calcium et d'autres produits de cicatrisation (Gagné and Argouges, 2012). Cependant, pour les micro-fissures plus larges ($> 150 \mu\text{m}$), l'auto-cicatrisation naturelle est incomplète et d'autres méthodes alternatives doivent être envisagées. Parmi celles-ci, la biocicatrisation, appelée Microbiologically Induced Carbonate precipitation (MICP), constitue une méthode de réparation prometteuse des micro-fissures de taille intermédiaire. La biocicatrisation repose sur la capacité de bactéries spécifiques à promouvoir la bioprécipitation de carbonate de calcium (CaCO_3) dans les fissures grâce à la respiration cellulaire (De Muynck et al., 2010 ; Van Tittelboom et al., 2010) et grâce à un apport contrôlé d'ions calcium ajoutés au milieu de culture. Ainsi, de nombreuses études se sont consacrées à la mise au point de milieux de culture pour maximiser la bioprécipitation de carbonate de calcium en apportant une source de carbone et/ou de calcium. L'urée a été souvent employée (Van Tittelboom et al., 2010, Stocks-Fischer et al., 1999, Ramachandran et al., 2001) en dépit du fait que la dégradation de ce composé par l'activité bactérienne forme des ions ammonium qui sont délétères pour le béton (Jauberthie and Rendell, 2003). D'autres nutriments, comme le lactate de calcium ou le gluconate de calcium, peuvent être des sources nutritives intéressantes en présence de souches bactériennes appartenant au genre *Bacillus* dans la mesure où ces composés apportent à la fois une source de calcium et une source de carbone pour promouvoir le processus de biocicatrisation (Jonkers et al., 2010, Lors et al., 2017, Feurgard, 2017). Parmi les méthodologies de biocicatrisation développées, l'aspersion des matériaux cimentaires par la solution de biocicatrisation permet en plus de la cicatrisation de la micro-fissure, de recouvrir la surface du mortier exposée d'une couche de carbonate de calcium associée à un biofilm ; cette dernière pouvant ralentir également les processus d'altération classiques associés à la diffusion d'éléments chimiques (Ducasse-Lapeyrusse, 2014).

Une des applications potentielles de la biocicatrisation est la maintenance des enceintes nucléaires. Ces dernières sont soumises tous les 10 ans à une mise sous pression (de l'ordre de 500 kPa), afin d'évaluer leur étanchéité. L'objectif de cette étude est d'évaluer si le colmatage de micro-fissures induites par la biocicatrisation persiste après une mise sous pression comparable à celle d'un essai décennal. Plus précisément, des mortiers micro-fissurés ont été biocicatrisés en utilisant un protocole optimisé, puis ont été soumis à un cycle de pression avec un palier de plusieurs heures à 450 kPa.

2. MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.1 Préparation des mortiers fissurés

Les mortiers ont été confectionnés selon la norme ASTM C109-109M (2013), qui requière un rapport Eau/Ciment de 0,485 et un rapport Sable/Ciment de 2,75. Le ciment est un ciment Portland canadien GU (General Use, similaire à un ciment CEM I) qui contient différentes phases minéralogiques : C_3S (60%), C_2S (13%), C_3A (7,5%) et C_4AF (7,0%). Le sable est un sable normalisé d'Ottawa conformément à la norme ASTM C778 (2013) : sable de silice naturel ayant une granulométrie comprise entre 150 et 600 μm , avec une densité de 2,65. Cette formulation a été choisie, afin d'avoir une continuité avec les essais réalisés dans le cadre de la thèse de Ducasse-Lapeyrusse (2014). Les éprouvettes de mortier sont cylindriques avec un diamètre de 150 mm et une hauteur de 50 mm. Un trou central cylindrique de 55 mm de diamètre permet l'insertion d'un cœur expansif utilisé pour créer des fissures radiales de géométrie contrôlée (Figure 1).

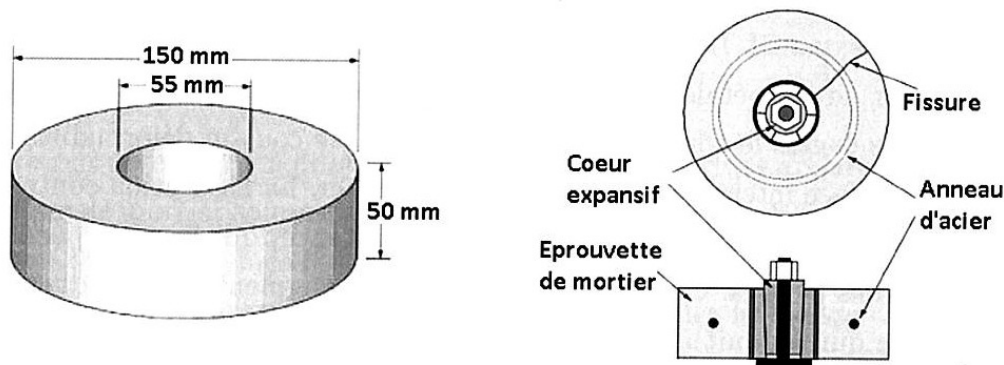


Figure 1. Schéma des éprouvettes et du cœur expansif utilisés pour la fissuration contrôlée (Gagné and Argouges, 2012).

Après la cure à 23°C et à 100% d'humidité relative pendant 28 jours, les éprouvettes sont fissurées selon le dispositif de fissuration contrôlée, dont la procédure détaillée est décrite par Gagné et Argouges (2012). La fissuration est obtenue en apportant une contrainte à l'aide d'une presse sur le cœur expansif en acier placé au centre de l'anneau de mortier. La micro-fissure obtenue a une ouverture apparente supérieure à 150 μm ; celle-ci est traversante avec trois ouvertures (47,5, 55 et 47,5 mm de longueur). Afin de ne pas avoir de contribution de l'auto-cicatrisation lors de l'essai de biocicatrisation et de permettre la survie des bactéries nécessitant un pH inférieur à 11 dans la micro-fissure, les éprouvettes ont été soumises à une carbonatation accélérée pendant un mois sous atmosphère de CO_2 (4%) avec 40% humidité relative et à 23°C. La carbonatation a été stoppée lorsque le pH de surface a atteint des valeurs comprises entre 8 et 9. Le pH de surface a été mesuré à l'aide d'une électrode de pH de surface (SentixSur, WTW). Cette première étape d'auto-cicatrisation conduit à une réduction de l'ouverture apparente de la micro-fissure, qui est mesurée de façon précise grâce à la mesure du débit d'air.

2.2 Mesure l'ouverture apparente de la micro-fissure

Les mesures de débit d'air sont réalisées à l'aide d'une cellule de perméabilité à l'air (Gagné et Argouges, 2012) (Figure 2).

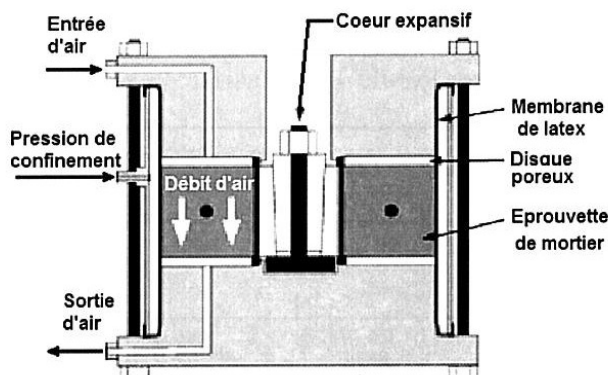


Figure 2. Dispositif de mesure du débit d'air (Gagné et Argouges, 2012).

Cette cellule est conçue pour accueillir l'éprouvette annulaire de mortier sans enlever le cœur expansif en acier placé en son centre ; celui-ci étant utilisé pour générer la micro-fissure puis maintenir constante son ouverture. Une chambre à air en caoutchouc est plaquée sur les côtés de l'éprouvette de mortier grâce à une pression de confinement de 1 bar. Ainsi, le flux d'air appliqué avec une pression de 50 kPa passe dans la micro-fissure et s'écoule du haut vers le bas sans déperditions latérales. Le débit d'air en sortie de

la fissure est mesuré grâce à un débitmètre numérique. La valeur de débit d'air permet de déterminer l'ouverture apparente de la micro-fissure grâce à une courbe d'étalonnage établie lors d'études précédentes (Gagné et Argouges, 2012 ; Feurgard, 2017). L'ouverture apparente de la micro-fissure au sein des éprouvettes carbonatées, qui seront ensuite biocicatrisées, est de 92, 154 et 171 μm , pour respectivement, les éprouvettes A, B et C.

2.3 Préparation de la suspension bactérienne

La souche bactérienne étudiée, *Bacillus pseudofirmus*, est issue de la collection de micro-organismes de DSMZ, numérotée DMS 2516. Cette souche est alcalinophile et capable de survivre à des pH basiques proches de 11 (Ducasse-Lapeyrusse et al., 2013). Le milieu de culture sélectionné (nommé milieu LNCA) est constitué d'extrait de levure (3 g.L^{-1}), de lactate de calcium (75 g.L^{-1}) et du nitrate de calcium (12 g.L^{-1}). L'extrait de levure et le lactate de calcium apportent les nutriments nécessaires à la croissance bactérienne. Le lactate de calcium et le nitrate de calcium constituent la source de calcium nécessaire à la bioprécipitation du carbonate de calcium. Des essais de croissance bactérienne menés avec 100 mL de milieu de culture inoculé par 100 μL de pré-culture de la bactérie d'étude en phase exponentielle de croissance (de l'ordre de $10^9 \text{ bactéries.mL}^{-1}$) et incubés à 30°C sous agitation ont confirmé l'excellente stabilité de la souche sélectionnée et la reproductibilité de sa cinétique de croissance (Figure 3). En effet, cette souche bactérienne se développe lentement pendant les trois premiers jours sans consommation sensible du lactate. Au-delà, une croissance exponentielle conduit à une consommation d'environ 50% du lactate au 7^{ème} jour pour arriver à une consommation totale au 20^{ème} jour.

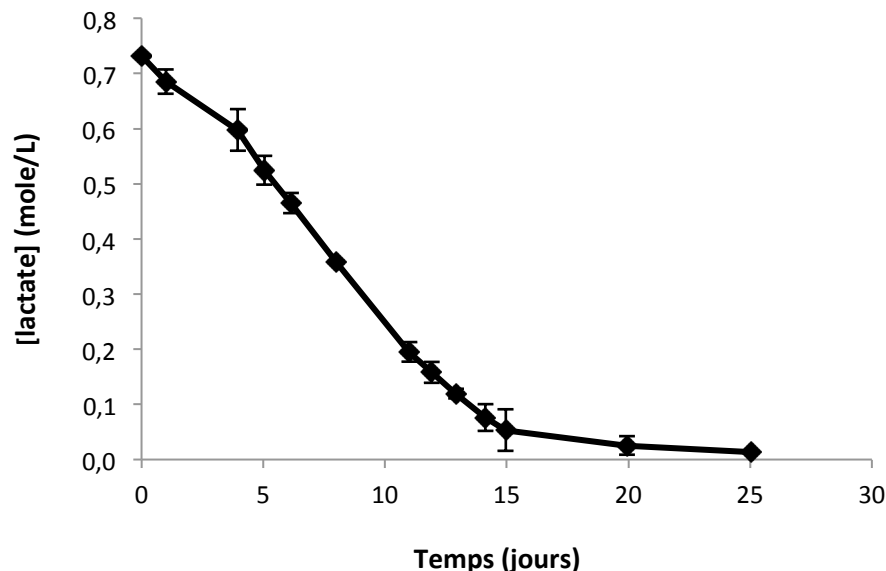


Figure 3. Cinétique de croissance de *Bacillus pseudofirmus* dans le milieu LNCA.

2.4 Biocicatrisation des mortiers fissurés

L'essai de biocicatrisation a été réalisé sur une durée de 2 mois sur l'une des deux faces de l'éprouvette annulaire dans des conditions d'humidité relative non saturée. Une double inoculation a été réalisée à 3 jours puis à 7 jours de croissance d'une même suspension bactérienne. L'inoculation a été réalisée au moyen d'une pipette permettant de déposer 33 mL de la suspension bactérienne : celle-ci a été répartie initialement sur la lèvres de la micro-fissure, puis sur l'ensemble de la surface, pour, d'une part, colmater la micro-fissure, et, d'autre part, réaliser une couche en surface du mortier. Ce volume de suspension bactérienne permet d'obtenir une fine couche de solution surnageante lors de l'application. Après la seconde inoculation réalisée à 7 jours, le mortier a été laissé 10 jours avant un nouveau cycle

d'inoculation avec une suspension bactérienne fraîche. Ainsi, un cycle dure 14 jours conduisant à réaliser au total quatre cycles durant les deux mois de l'essai. Les mortiers ont été conservés dans des seaux fermés à 20°C contenant de l'eau distillée au fond du seau tout en n'étant pas en contact avec le mortier durant toute la durée de l'essai.

2.5 Mise sous pression des mortiers fissurés

La mise sous pression de la micro-fissure biocicatrisée a été réalisée grâce à un perméamètre de type CEMBURO (Figure 4) capable de monter à une pression de 500 kPa et utilisant des débitmètres numériques à la place du dispositif de mesure du débit d'air précédemment utilisé (Figure 2).

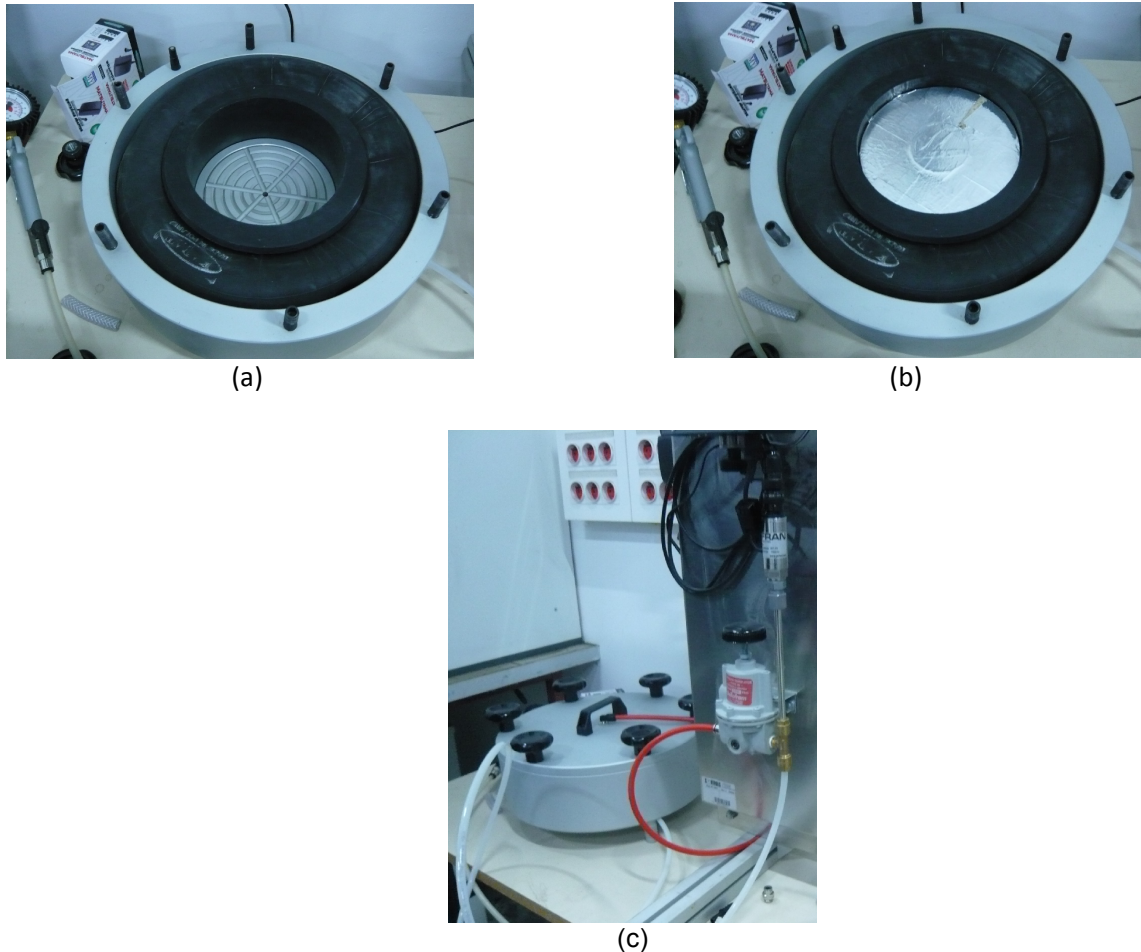


Figure 4. Perméamètre de type CEMBURO. a et b : cellule de perméabilité accueillant le mortier recouvert de papier d'aluminium adhésif sauf au niveau de la micro-fissure (côté arrivée de la pression), l'autre face ayant été biocicatrisée n'étant pas recouverte d'aluminium adhésif – c : cellule couplée au manomètre de montée en pression.

L'utilisation de ce type d'appareillage a nécessité d'enlever au préalable le cœur expansif de l'éprouvette de mortier fissuré et de le remplacer par un bouchon cylindrique en polymère de même hauteur que le mortier. Une mesure de perméabilité à l'air a été réalisée en utilisant la méthodologie présentée dans la section 2.2, pour s'assurer que le retrait du cœur expansif n'a pas modifié l'ouverture de la micro-fissure biocicatrisée.

L'éprouvette a été ensuite soumise à un cycle de pression avec une montée en pression progressive avec un pas de 50 kPa jusqu'à 450 kPa, puis une descente progressive de pression également par pas de 50 kPa. A chaque palier, une mesure de débit d'air a été réalisée. La pression de 450 kPa a été maintenue

pendant 18 heures. La perméabilité à l'air des échantillons biocicatrisés ayant été soumis au cycle de pression a été à nouveau mesurée avec la cellule de perméabilité à l'air et la méthodologie présentée précédemment (Figure 2). L'impact de la pression sur le colmatage de la micro-fissure a été estimé par la différence de perméabilité à l'air entre les essais réalisés avant et après la mise sous pression.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1 Biocicatrisation des éprouvettes micro-fissurées

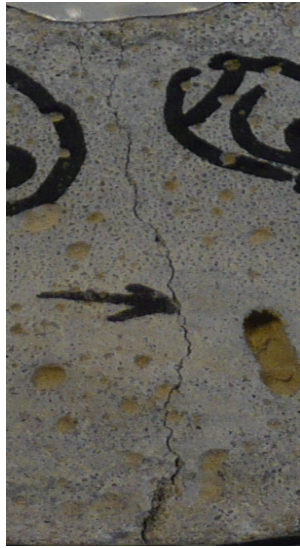
La réduction de l'ouverture apparente de la micro-fissure de chacun des trois mortiers testés a été déterminée à partir des mesures de débit d'air réalisées avant (T_0) et après (T_f) biocicatrisation (Tableau 1). Après deux mois de biocicatrisation, les micro-fissures n'ont pas été totalement colmatées. La réduction apparente de la largeur de la micro-fissure varie entre 62 et 132 μm .

Tableau 1. Ouvertures apparentes (μm) de la micro-fissure au sein des trois mortiers testés avant (T_0) et après (T_{bio}) biocicatrisation ainsi que leur réduction et leur taux apparent de biocicatrisation.

N° échantillon	T_0 (μm)	T_{bio} (μm)	Réduction apparente (μm)	Taux apparent de biocicatrisation (%)
A	171	66	105	61,4
B	154	22	132	85,7
C	92	30	62	67,4

L'échantillon A, dont l'ouverture apparente initiale était de l'ordre de 171 μm , présente un taux apparent de biocicatrisation de 61% avec une ouverture apparente après biocicatrisation de 66 μm . L'échantillon B dont l'ouverture apparente initiale était de l'ordre de 150 μm , présente un taux apparent de biocicatrisation plus élevé (86%) avec une ouverture apparente égale à 22 μm . La micro-fissure de l'échantillon C montre une ouverture apparente après biocicatrisation du même ordre de grandeur que celle de l'échantillon B (30 μm contre 22 μm respectivement pour les échantillons C et B) bien que son ouverture apparente initiale soit plus faible, de l'ordre de 100 μm . L'observation à la loupe binoculaire de l'échantillon A montre que la micro-fissure est bouchée en surface sur presque toute sa longueur, sauf au niveau de la partie la plus externe, qui est partiellement colmatée (Figure 5). Il est également possible d'observer la présence de résidus solides à proximité de l'ouverture de la micro-fissure au niveau de la face non exposée à la suspension bactérienne (Figure 5 – Ech A-c) ; ceci constitue la preuve que la suspension bactérienne a migré dans la micro-fissure à partir de l'ouverture de la face opposée.

La micro-fissure de l'échantillon B semble être totalement colmatée sur toute sa longueur (Figure 6 – Ech B-b). Il en est de même pour l'échantillon C (Figure 6 – Ech C-b). Un remplissage partiel des bulles d'air et autres défauts présents initialement à la surface du mortier a également été observé sur ces échantillons. Pour les échantillons B et C, la micro-fissure ne présente pas d'endroit ayant une ouverture visiblement plus large alors que l'essai de perméabilité à l'air indique que la cicatrisation n'est pas totale.



Ech A-a



Ech A-b



Ech A-c

Figure 5. Observations à la loupe binoculaire de la micro-fissure de l'échantillon A avant (a) et après (b) biocorrosion. Micro-fissure sur la face opposée du mortier (c) qui n'a pas été en contact direct avec la suspension bactérienne.



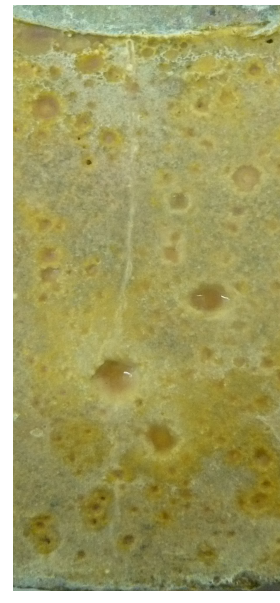
Ech B-a



Ech B-b



Ech C-a



Ech C-b

Figure 6. Observations à la loupe binoculaire de la micro-fissure des échantillons B et C avant (a) et après (b) biocorrosion.

3.3 Effet d'un cycle de pression sur l'ouverture apparente des micro-fissures biocorrosées

Le Tableau 2 regroupe les ouvertures apparentes de la micro-fissure des mortiers testés après l'enlèvement du cœur expansif, puis après l'exposition au cycle de pression.

Tableau 2. Ouverture apparente (μm) de la micro-fissure des mortiers A, B et C après suppression du cœur expansif (T_{sc}) et après mise sous pression (T_p).

N° échantillon	T_{sc} (μm)	T_p (μm)
A	26	36
B	24	22
C	29	24

Après avoir enlevé le cœur expansif, l'ouverture apparente de la micro-fissure du mortier A a diminué significativement passant de 66 à 26 μm (Tableau 2). Ceci est probablement la conséquence d'un retrait mal compensé par l'anneau d'acier des mortiers lors de l'enlèvement du cœur expansif. En revanche, aucune modification de l'ouverture de la micro-fissure des mortiers B et C n'a été observée puisque les valeurs d'ouverture apparente avant et après le retrait du cœur expansif sont comparables et égales respectivement à 22 et 24 pour le mortier B et 30 et 29 pour le mortier C (Tableau 2).

Pour les trois mortiers testés, le débit d'air augmente progressivement lorsqu'on applique une pression de plus en plus importante jusqu'à atteindre 450 kPa (Figures 7A, 7B et 7C). Il y a une très bonne proportionnalité du débit d'air en fonction de la pression pour les échantillons B et C aussi bien avec une pression montante que descendante en accord avec la loi du Darcy. Pour l'échantillon A, cette proportionnalité est moins bonne et la partie descendante de pression conduit à des débits d'air supérieurs. De plus, au niveau du palier à 450 kPa, le débit d'air pour l'échantillon A est plus élevé que celui des échantillons B et C (15,6 ; 6,8 et 9.9 L/min respectivement) alors que l'ouverture apparente de l'échantillon A se situe entre celles des échantillons B et C (Tableau 2). Ce résultat anormal pour l'échantillon A est à corréliser avec le retrait du cœur expansif, qui a modifié l'ouverture apparente de la micro-fissure et certainement endommagé la micro-structure au niveau de la micro-fissure libérant ainsi des grains libres, qui se sont déplacés durant le cycle de pression. Le débit d'air entre le début et la fin du palier à 450 KPa a augmenté pour l'échantillon A (Figure 7). Ainsi, l'ouverture apparente du mortier A mesurée après le cycle de pression a augmenté de 10 μm , alors qu'une diminution de 2 et 5 μm après la mise sous pression a été observée pour les échantillons B et C, égale à 2 et 5 μm respectivement (Tableau 2).

Les résultats obtenus avec les échantillons B et C (non altérés lors du retrait du cœur expansif contrairement à l'échantillon A) démontrent que le carbonate de calcium bioprécipité et associée au biofilm n'est quasiment pas endommagée même après avoir été soumis plusieurs heures à un flux d'air ayant une pression de 450 kPa. La cohésion du carbonate de calcium bioprécipité associée au biofilm et l'adhérence de ce mélange aux parois de la micro-fissure sont certainement à l'origine de ce comportement ne conduisant pas à arracher et à désolidariser les produits colmatant la micro-fissure. Toutefois, comme les micro-fissures n'étaient pas totalement colmatées, l'impact mécanique induit par le cycle de pression a peut-être été plus faible que sur une micro-fissure totalement bouchée malgré un maintien de la pression à 450 kPa pendant 18 heures. On ne peut donc pas affirmer que les produits formés dans une micro-fissure entièrement colmatée auraient pu résister à une telle pression. L'épaisseur de colmatage de la micro-fissure en profondeur serait aussi un facteur important de résistance à une telle pression.

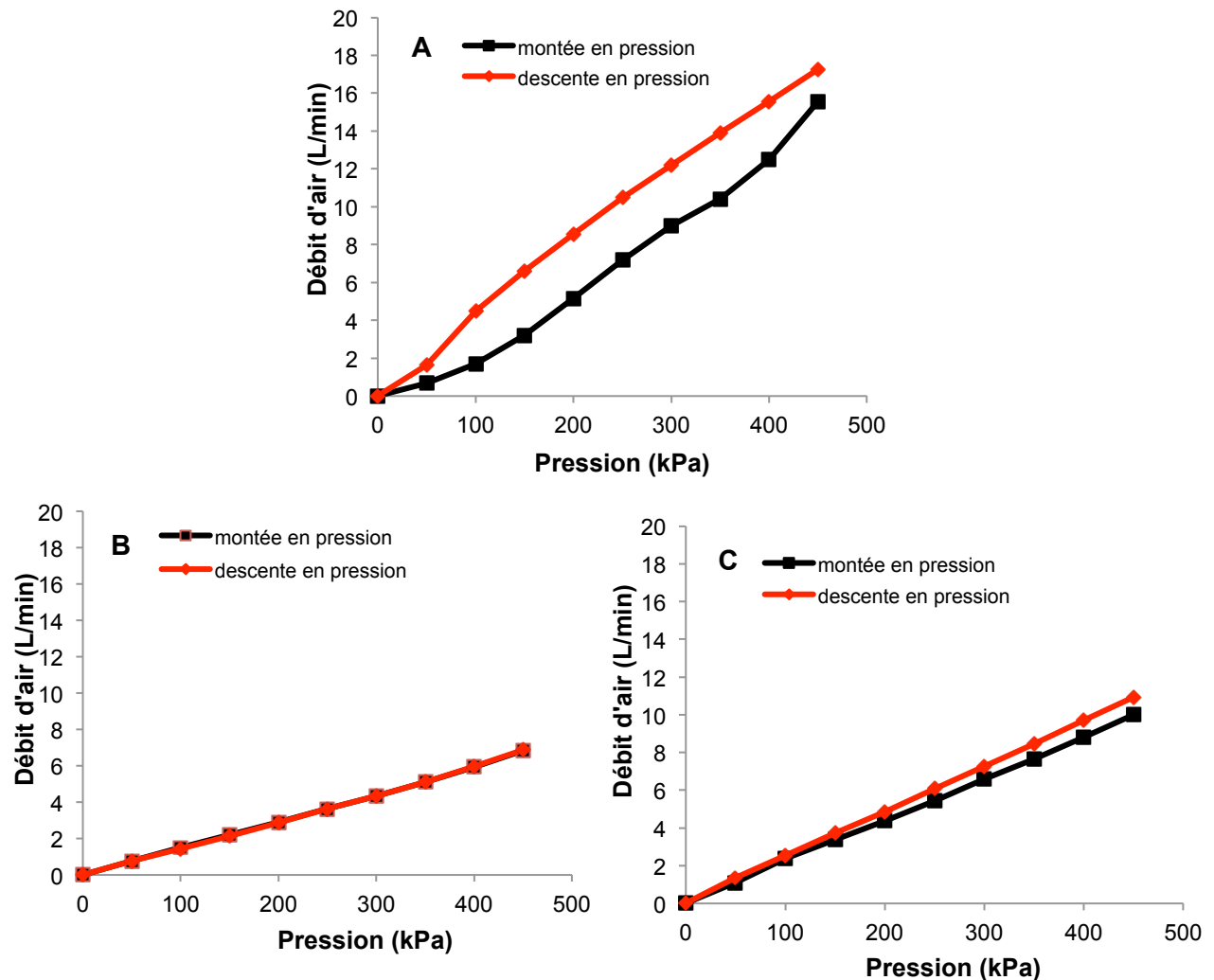


Figure 7. Evolution du débit d'air au sein de la micro-fissure des mortiers A (A), B (B) et C (C) durant le cycle de pression.

4. CONCLUSION

La réduction de l'ouverture apparente d'une micro-fissure carbonatée au sein d'un mortier obtenue par bioprécipitation de carbonate de calcium persiste après avoir été soumise à un cycle de pression avec une pression maximale égale à 450 kPa. Ceci démontre que le mélange de carbonate de calcium et de biofilm formé dans la micro-fissure lors du processus de biocicatrisation n'est pas altéré par un flux d'air ayant une pression de 450 kPa certainement grâce à la forte cohésion du composite formé entre le carbonate de calcium bioprécipité et le biofilm et grâce à la bonne adhérence de ce composite aux parois de la micro-fissure.

5. RÉFÉRENCES

- ASTM C109-109M (2013), Test method for compressive strength of hydraulic cement mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens), ASTM International, West Conshohocken, PA, USA.
 ASTM C778 (2013). Standard specification for standard sand. ASTM International, West Conshohocken, USA.
 De Muynck W., De Belie N., Verstraete W. (2010), Microbial carbonate precipitation in construction

- materials: A review, *Ecol. Eng.*, 36: 118–36.
- Ducasse-Lapeyrousse J., Gagné R., Lors C., Damidot D. (2013), Bio-healing for micro-crack treatment in cementitious materials: toward a quantitative assessment of bacterial efficiency, In: Proceedings of Fourth international Conference on Self-Healing Materials, Ghent, Belgium, p. 588-591.
- Ducasse-Lapeyrousse J. (2014), Etude du potentiel d'autocicatrisation et de biocicatrisation de matériaux cimentaires fissurés. Thèse de Doctorat, Université de Lille 1 et Université de Sherbrooke, Mines Douai, France.
- Feurgard I. (2017), Développement d'une méthode de réparation des matériaux cimentaires par biocicatrisation. Thèse de doctorat, université de Lille, IMT Lille Douai, France.
- Gagné R., Argouges M. (2012), A study of the natural self-healing of mortars using air-flow measurements, *Materials and Structures*, 45 (11): 1625-1638.
- Jauberthie R., Rendell F. (2003), physicochemical study of the alteration surface of concrete exposed to ammonium salts, *Cem. Concr. Res.*, 33: 85–91.
- Jonkers H.M., Thijssen A., Muyzer G., Copuroglu O., Schlangen E. (2010), Application of bacteria as self-healing agent for the development of sustainable concrete, *Ecol. Eng.*, 36: 230–5.
- Lors C., Ducasse-Lapeyrousse J., Gagné R., Damidot D. (2017), microbiologically induced calcium carbonate precipitation to repair microcracks remaining after autogenous lealing of mortars, *Constr. Build. Mater.*, 141: 461-469.
- Stocks-Fischer S., Galinat J.K., Bang S.S. (1999), Microbiological precipitation of CaCO₃. *Soil Biol. Biochem.*, 31: 1563–71.
- Ramachandran S.K., Ramakrishnan V., Bang S.S. (2001), Remediation of Concrete Using Microorganisms, *Mater. J.*, 98: 3–9.
- Van Tittelboom K., De Belie N., De Muynck W., Verstraete W. (2010), Use of bacteria to repair cracks in concrete, *Cem. Concr. Res.*, 40: 157–66.