

Caractérisation du béton durci

Essais liés à la corrosion des armatures

techniques et méthodes
des laboratoires
des ponts et chaussées

lpc



**PROJET DE
MÉTHODE
D'ESSAI LPC
N° 40**

méthode



Conformément à la note du 04/07/2014 de la direction générale de l'Ifsttar précisant la politique de diffusion des ouvrages parus dans les collections éditées par l'Institut, la reproduction de cet ouvrage est autorisée selon les termes de la licence CC BY-NC-ND. Cette licence autorise la redistribution non commerciale de copies identiques à l'original. Dans ce cadre, cet ouvrage peut être copié, distribué et communiqué par tous moyens et sous tous formats.



Attribution — Vous devez créditer l'Oeuvre et intégrer un lien vers la licence. Vous devez indiquer ces informations par tous les moyens possibles mais vous ne pouvez pas suggérer que l'Ifsttar vous soutient ou soutient la façon dont vous avez utilisé son Oeuvre.



Pas d'Utilisation Commerciale — Vous n'êtes pas autorisé à faire un usage commercial de cette Oeuvre, tout ou partie du matériel la composant.



Pas de modifications — Dans le cas où vous effectuez une adaptation, que vous transformez, ou créez à partir du matériel composant l'Oeuvre originale (par exemple, une traduction, etc.), vous n'êtes pas autorisé à distribuer ou mettre à disposition l'Oeuvre modifiée.

Le patrimoine scientifique de l'Ifsttar

Le libre accès à l'information scientifique est aujourd'hui devenu essentiel pour favoriser la circulation du savoir et pour contribuer à l'innovation et au développement socio-économique. Pour que les résultats des recherches soient plus largement diffusés, lus et utilisés pour de nouveaux travaux, l'Ifsttar a entrepris la numérisation et la mise en ligne de son fonds documentaire. Ainsi, en complément des ouvrages disponibles à la vente, certaines références des collections de l'INRETS et du LCPC sont dès à présent mises à disposition en téléchargement gratuit selon les termes de la licence Creative Commons CC BY-NC-ND.

Le service Politique éditoriale scientifique et technique de l'Ifsttar diffuse différentes collections qui sont le reflet des recherches menées par l'institut :

- Les collections de l'INRETS, Actes
- Les collections de l'INRETS, Outils et Méthodes
- Les collections de l'INRETS, Recherches
- Les collections de l'INRETS, Synthèses
- Les collections du LCPC, Actes
- Les collections du LCPC, Etudes et recherches des laboratoires des ponts et chaussées
- Les collections du LCPC, Rapport de recherche des laboratoires des ponts et chaussées
- Les collections du LCPC, Techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées, Guide technique
- Les collections du LCPC, Techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées, Méthode d'essai



Institut Français des Sciences et Techniques des Réseaux,
de l'Aménagement et des Transports
14-20 Boulevard Newton, Cité Descartes, Champs sur Marne
F-77447 Marne la Vallée Cedex 2

Contact : diffusion-publications@ifsttar.fr

www.ifsttar.fr



AVERTISSEMENT

Les *Projets de méthode d'essai* sont mis en application et diffusés, à titre expérimental, par les Chefs de division ou de service du LCPC, après examen par la Délégation à la qualité des essais et la normalisation.

Au bout d'une période dont la durée est normalement d'un an, les Projets de méthode d'essai sont réexaminés pour tenir compte des observations émises par leurs utilisateurs et, éventuellement, des résultats d'études complémentaires (essais intr-laboratoires, qualification des matériaux d'essais...).

Selon l'importance des modifications à apporter, ils sont alors reconduits à titre de projets pour une nouvelle période d'essai, soit transformés en Méthodes d'essai LPC ou proposés à l'AFNOR comme projet de norme.

Les *Méthodes d'essai LPC* sont approuvées par le Directeur du LCPC après qualification par la Délégation à la qualité des essais, la normalisation et la réglementation technique, et diffusés par la Section des publications du Service de l'information scientifique et technique.

Caractérisation du béton durci

Essais liés à la corrosion des armatures

Projet de méthode d'essai LPC n° 40

Octobre 1994



laboratoire Central des Ponts et Chaussées
58, bd Lefebvre, F 75732 Paris Cedex 15

Ce document a été rédigé par :
Thierry CHAUSSADENT
a partir des modes opératoires mis au point
au Service de Chimie
du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées

Diffusion :

Service IST-Publications,
LCPC 58, boulevard Lefebvre, 75732 Paris Cedex 15, France
Tél. : 33 (1) 40 43 52 26 - Télécopie : 33 (1) 40 43 54 95

Prix : 75 F

**Ce document est la propriété de l'Administration et ne peut être reproduit, même partiellement,
sans l'autorisation du directeur du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées
(ou de ses représentants autorisés)**

© 1994 - LCPC

SOMMAIRE

Préparation des échantillons de béton en vue d'analyses chimiques.....	5
Mise en évidence des zones carbonatées sur les échantillons de béton massifs (carottes).....	7
Détermination des chlorures libres dans le béton durci	9
Détermination de la teneur en eau et du volume poreux des échantillons de béton massifs (carottes).....	11
Détermination de la teneur en granulats d'un béton par le résidu insoluble.....	13

AVANTPROPOS

Le béton assure normalement une double protection aux armatures métalliques. **Passivées par la nature alcaline** de la phase liquide interstitielle, **elles** sont également isolées de **l'extérieur par l'épaisseur d'enrobage**.

La perte d'alcalinité due à la carbonatation du béton et la présence d'ions chlorures peuvent toutefois initier la **corrosion** des aciers. Il est donc nécessaire de savoir identifier ces deux facteurs et de pouvoir les quantifier dans le béton.

L'alcalinité et la teneur en chlorures peuvent être associées par un **seul** paramètre qui est le rapport molaire $[Cl^-]/[OH^-]$ Il est admis pour ce rapport une limite à 0,6 au-dessus de **laquelle** l'acier se corrode. Comme il est impossible de mesurer de façon simple le pH du **béton**, la teneur admissible en ions chlorures est préférentiellement exprimée en pourcentage massique par rapport au ciment ou au béton.

Dans cette optique, le Service de Chimie du LCPC a établi cinq modes opératoires qui permettent de quantifier de manière optimale les **paramètres** utiles à **l'évaluation** de l'état des **armatures** dans le béton.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE BÉTON EN VUE D'ANALYSES CHIMIQUES

Prélèvement - Broyage - Essais complémentaires

1 - Objet. Domaine d'application. Principe

Pour effectuer les analyses **chimiques** sur un béton durci, un broyage préalable de **l'échantillon** est nécessaire.

Ce document ne traite que de l'élaboration de l'échantillon d'analyse et non pas de sa représentativité par rapport au béton.

Les conditions de prélèvement et la préparation des échantillons en laboratoire font l'objet de deux **parties** distinctes.

Remarque importante

Pour s'affranchir de toute évolution chimique (notamment la carbonatation) entre le moment du prélèvement et celui des analyses chimiques, il est indispensable de planifier toutes les opérations (sur le terrain et au laboratoire). **Elles** doivent s'étaler sur une semaine maximum.

2 - Prélèvements des échantillons in situ

Deux types de **prélèvements** peuvent être effectués sur ouvrage :

	1	2
Méthodes	Perçage ou fraisage	Carottage
Précautions	Éviter les altérations et les contaminations (notamment par le liquide de refroidissement ou de lubrification des outils)	
Produits obtenus	Poudre	Cylindre
Techniques de récupération	Par aspiration sur filtre propre (et facile à changer)	Échantillon massif
Conditionnement	Conservation dans des récipients étanches immédiatement après le prélèvement	Conservation dans des sacs plastiques étanches et résistants
Repérage	Une étiquette doit être collée sur chaque récipient ou sac Elle précise : <ul style="list-style-type: none"> - lieu de prélèvement - date - nom du responsable - position du prélèvement sur l'ouvrage et profondeur (ou un code avec report sur un plan de l'ouvrage) - observations éventuelles 	

3 - Préparation des échantillons en laboratoire

Échantillons en poudre

Les échantillons sous forme de poudre ne nécessitent pas de préparation complémentaire en laboratoire avant les analyses chimiques ("détermination des chlorures libres dans le béton durci").

Échantillons massifs

Pour étudier les profils de concentration en profondeur, les carottes doivent être découpées en rondelles dont l'épaisseur est fonction de la précision souhaitée par le demandeur. Chaque rondelle est ensuite réduite en poudre. Ces opérations s'effectuent par sciage et broyage en évitant, comme pour les prélèvements, toute altération ou contamination. Une fois broyés, les échantillons sont analysés suivant le mode opératoire "**détermination** des chlorures libres dans le béton durci".

4 - Essais préalables sur échantillons massifs (carottes)

Ces essais permettent d'une part de déterminer avec une bonne approximation le volume poreux du béton, et d'autre part de visualiser les zones carbonatées. On opère sur une demi carotte obtenue par essai brésilien, l'**autre** étant destinée aux analyses chimiques.

- "Mise en évidence des zones **carbonatées** sur les échantillons de béton massifs".
- "**Détermination** de la teneur en eau et du volume poreux des échantillons de béton massifs".

5 - Broyage des échantillons massifs

Les carottes (ou demi carottes) ont été préalablement sciées en rondelles. Le broyage s'effectue indépendamment sur chaque rondelle.

Appareillage

- Broyeur mécanique.

Le volume du bol doit être d'au moins 100 cm³, ce qui correspond à des rondelles d'environ 10 cm de diamètre et 1 cm d'épaisseur.

Les **garnitures** sont en agate ou préférentiellement en carbure de tungstène.

- Colonne de tamisage (deux tamis 0,500 et 0,315 mm et un bac de récupération).

Protocole

- Concassage des rondelles en morceaux de 5 à 10 mm. Il faut prendre soin de récupérer l'ensemble de l'échantillon (morceaux, éclats, poussière).

- Broyage ménage de l'échantillon :

- 6 secondes de broyage.
- Tamisage (tamis 0,500 et 0,315 mm).
- Le refus à 0,500 et 0,315 mm est **repris** pour 6 nouvelles secondes de broyage.
- Ces opérations sont répétées jusqu'à ce que la totalité de l'échantillon **passe** au tamis de 0,315 mm.

- Récupération de la poudre dans le bac et transfert dans un récipient étanche avec repérage.

- Nettoyage du bol.

Remarque

Le broyage ménagé a pour unique but d'éviter la réduction complète des **granulats** à l'état de "fines". Cette méthode vise à rapporter les analyses chimiques à la pâte de ciment. On s'affranchit ainsi, pour des **quantités** de béton prélevées qui restent limitées, des aléas de répartition des **granulats** et les **comparaisons** entre les différentes tranches d'une carotte ou entre deux carottes sont **plus** faciles. Ceci fait l'**objet** du mode **opératoire particulier "détermination** de la teneur en **granulats d'un** béton par le résidu insoluble".

MISE EN ÉVIDENCE DES ZONES CARBONATÉES SUR LES ÉCHANTILLONS DE BÉTON MASSIFS (CAROTTES)

1 - Objet. Domaine d'application. Principe

Cet essai permet de visualiser les zones **carbonatées** sur un **échantillon** de béton et d'estimer la profondeur de carbonatation

Il s'effectue sur une surface fraîchement découverte par pulvérisation d'un indicateur coloré.

En aucun cas, il ne permet de quantifier l'alcalinité du **béton**.

2 - Appareillage

- Pulvérisateurs.
- Réglette graduée.
- Appareil photographique (facultatif).

3 - Réactifs

- Solution de **phénolphtaleïne** à 1 % dans de l'alcool éthylique.
- Eau distillée et bouillie.

4- Détermination des zones carbonatées

L'essai est **réalisé** sur le plan **diamétral** d'une demi carotte et se déroule de la façon suivante :

- **Élimination** des poussières à l'air comprimé.
- Pulvérisation d'une faible **quantité** d'eau distillée pour humidifier la surface.
- Après absorption de l'eau par le béton, pulvérisation de la solution de **phénolphtaleïne**.

La phénolphtaleïne présente une zone de virage vers pH 10 : les zones non carbonatées se colorent en rose violact, la largeur du **liséré** non coloré permet d'estimer la profondeur de carbonatation.

DÉTERMINATION DES CHLORURES LIBRES DANS LE BÉTON DURCI

1 - Objet. Domaine d'application. Principe

Ce mode opératoire a pour objet de préciser les conditions et la méthode de détermination des chlorures "libres" dans le béton.

Après extraction à l'eau chaude des chlorures présents dans l'échantillon, on effectue leur dosage par précipitation à l'aide d'une solution de **nitrate** d'argent

2 - Appareillage

- Balance de précision à **0,1** mg près.
- **Electrode** d'argent combinée (avec électrolyte de référence exempt de **chlorure**).
- Titrateur **potentiométrique** (avec recherche automatique du point d'équivalence).
- Filtres bande noire.
- Matériel courant de laboratoire.

3 - Réactifs

- Acide **nitrique** concentré à 54 % (12 N environ) de densité **1,33** (**produit** pour analyse).
- Eau distillée.

La solution d'acide nitrique (HNO_3 6 N) est préparée par mélange d'un volume d'acide **concentré** et d'un volume d'eau distillée.

- Solution d'acide chlorhydrique (HCl 0,1 N) **préparée** à partir de solution étalon prête à l'emploi.
- Solution de nitrate d'argent (AgNO_3 0,1 N) préparée à **partir** de solution étalon prête à l'emploi.

4 - Mise en solution des chlorures

- Prélever par **quartage** 5 g de produit en poudre (M_{pe} à 1 mg près) et les introduire dans un bécher de 250 ml.
- Ajouter 50 **ml** d'eau distillée et chauffer 15 minutes à ébullition après avoir recouvert le bécher d'un verre de **montre**.
- Filtrer la solution sur filtre bande noire et laver 4 fois de suite le résidu avec 20 **ml** d'eau **distillée** chaude.
- Après refroidissement du filtrat, compléter à 200 ml (**V_{fiolle}**) dans une fiole jaugée.

5 - Dosage des chlorures extraits par le nitrate d'argent

- **Déterminer** le titre de la solution de nitrate d'argent (C_{Ag}) par dosage de 5 ml d'acide chlorhydrique 0,1 N dans environ 100 ml d'eau distillée. Soit **V_t** le volume de nitrate d'argent ajouté, exprimé en millilitres.
- Prélever à la pipette 100 ml du filtrat. soit **$V_{prélevé}$** .
- Verser ce volume dans un bécher.
- Ajouter 5 **ml** d'acide **nitrique** 6 N pour acidifier le milieu.
- Titrer les chlorures par la solution de nitrate **d'argent**. Soit **V_e** (ml) le volume de nitrate d'argent **ajouté**.

Si la teneur en chlorures est très faible, on fera un dosage sur les 100 ml restants après un ajout précis de 5 ml de solution d'acide chlorhydrique. Soit **V_e** (ml) le volume de nitrate d'argent ajouté.

La teneur en chlorures exprimée en gramme pour 100 g d'échantillon est donnée par la relation :

$$Cl = 100 \times 35,5 \times C_{Ag} \times V_e \times 10^{-3} \times \frac{1}{M_{pe}} \times \frac{V_{fiolle}}{V_{prélevé}}$$

ou

$$Cl = 100 \times 35,5 \times C_{Ag} \times (V_e - V_D) \times 10^{-3} \times \frac{1}{M_{pe}} \times \frac{V_{fiolle}}{V_{prélevé}}$$

dans le cas d'un ajout d'acide chlorhydrique.

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU ET DU VOLUME POREUX DES ÉCHANTILLONS DE BÉTON MASSIFS (CAROTTES)

1 - Objet. Domaine d'application. Principe

Le béton durci contient de l'eau. Elle **se** présente sous deux formes principales :

- L'eau de constitution des hydrates.
- L'eau libre ou faiblement adsorbée dont la quantité dépend de l'humidité relative et surtout du volume poreux du **béton**.

La teneur en eau que l'on mesure **correspond** à l'eau libre. Elle **permet** d'une part de rapporter les **résultats** d'analyses chimiques au poids de béton sec et d'autre part, en prenant certaines précautions, d'estimer avec une bonne approximation le volume poreux du béton

2 - Appareillage

- Balance de précision à **0,1** mg près.
- **Étuve** réglée à 105 ± 5 °C.
- Dessiccateur.

3 - Réactifs

Sulfate de potassium **K₂SO₄** solide.

4- Détermination de la teneur en eau

On **prélève** sur la demi carotte ayant **été utilisée** pour la mise en évidence des zones carbonatées des morceaux représentatifs du béton (pâte de ciment et **granulats**).

Un prélèvement d'environ 20 g est pesé à 0,001 g près (M_i) puis chauffé à 105 °C dans une étuve **jusqu'à** poids constant (M_f).

La teneur en eau exprimée en pourcentage par rapport à la matière sèche se calcule par la relation :

$$\text{Teneur en eau} = 100 \frac{(M_i - M_f)}{M_f}$$

Les échanges entre le béton massif et l'atmosphère sont suffisamment lents pour que l'on puisse considérer la valeur obtenue comme étant représentative de la teneur en eau dans l'ouvrage.

5 - Détermination du volume poreux

La teneur en eau précédemment mesurée peut être assimilée en première approximation au volume poreux.

La précision peut toutefois être **améliorée** en faisant une mise en **équilibre** hydrique des morceaux de béton dans une atmosphère à 97 % d'humidité relative ; la quasi totalité du volume poreux est alors remplie d'eau. Cette opération s'effectue à température ambiante par séjour de 72 heures dans un dessiccateur contenant environ 200 ml d'une solution saturée de **K₂SO₄**. La masse M_i est mesurée au moment de la sortie du dessiccateur. On place ensuite l'échantillon dans une étuve à 105 °C **jusqu'à** obtenir un poids constant M_f .

En considérant la masse volumique de l'eau égale à 1 **g.cm⁻³**, le volume poreux **exprimé** en pourcentage par rapport à la matière sèche **se** calcule par la relation :

$$\text{Volume poreux} = 100 \frac{(M_i - M_f)}{M_f}$$

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN GRANULATS D'UN BÉTON PAR LE RÉSIDU INSOLUBLE

1 - Objet. Domaine d'application. Principe

Ce mode opératoire **permet** de **déterminer** la teneur en résidu insoluble dans un échantillon de **béton**.

Dans le cas de granulats non calcaires, cette teneur correspond au % de granulat dans l'échantillon. Dans le cas de granulats partiellement calcaires, le pourcentage de granulat dans l'échantillon ne peut **être** évalué que si l'on est en mesure de déterminer le résidu insoluble propre aux granulats.

La teneur en ciment de l'échantillon étant le complément à 100 de la teneur en granulat, cela permet de rapporter les analyses au ciment seul et de s'affranchir ainsi des aléas de répartition des granulats dans un échantillon de petite taille.

L'échantillon est attaqué sous agitation et à froid par une solution d'acide. Le résidu insoluble est séparé par filtration puis pesé après calcination.

Le filtrat peut **être** recueilli dans une fiole jaugée pour des dosages ultérieurs.

2 - Appareillage

Balance de précision à **0,1 mg** près.

Etuve réglée à 105 ± 5 °C.

Agitateur magnétique et barreaux aimantés.

Four à moufle à 1000 ± 25 °C.

- Creusets en platine.
- Filtres sans cendres, bande blanche ou bleue.
- Dessiccateur avec produit desséchant.
- Matériel courant de laboratoire.

3 - Réactifs

- Acide nitrique concentré à **54 %** (12 N environ) de densité **1,33** (produit pour analyse).

- Eau **distillée**.

La solution d'acide nitrique (environ HNO_3 **0,5 N**) est préparée par dilution de 40 ml d'acide concentré dans une fiole jaugée complétée à 1 litre avec de l'eau distillée.

4 - Mise en solution de l'échantillon

- Prélever par **quartage** 1 g de produit **broyé** à 0,315 mm (**M_{pe}** à 1 mg **près**) et les introduire dans un bécher de 400 ml.

- Ajouter 100 ml d'eau **distillée** (**jusqu'au** trait 100 du bécher ou à défaut au moyen d'une éprouvette graduée) et agiter sur un agitateur magnétique pendant 2 minutes.

- **Introduire** ensuite 100 ml de la solution d'acide.

- Agiter pendant 30 minutes à la température ambiante.

- Filtrer la solution sur un **filtre** sans cendres et laver **le** résidu insoluble à l'eau distillée.

5 - Détermination du résidu insoluble

- Mettre le papier filtre et son contenu dans un creuset en platine qui aura été **préalablement** porté à **1000 °C** pendant 10 minutes puis **taré** (**M_d**).

- Sécher à l'étuve à **105 °C** pendant 30 minutes.

- Calciner ensuite à **1000 °C** pendant 30 minutes. Le creuset doit être introduit de façon progressive dans le four afin d'éviter l'inflammation du **filtre** qui **risque** d'entraîner des pertes de **matière**.

- Après refroidissement en **dessiccateur**, peser à 1 mg près (soit **M_b** le poids **brut**).

La teneur en résidu insoluble exprimée en g pour cent d'échantillon est égale à :

$$RI = 100 \frac{(M_b - M_d)}{M_{pe}}$$

6 - Calcul pour exprimer les résultats d'analyses chimiques par rapport à la pâte de ciment présente dans le béton

Les teneurs corrigées de l'effet des granulats sont calculées suivant la relation :

$$T_{cor} = 100 \frac{T}{(100 - RI)}$$

T est la teneur du constituant chimique exprimée en pourcentage massique d'échantillon.

T_{cor} est la teneur du constituant chimique exprimée en pourcentage massique de pâte de ciment.

© 1994 - LCPC

Dépôt légal : 4^e trimestre 1994

ISBN 2-7208-3600-1

Publié par le LCPC, 58, boulevard Lefebvre 75732 PARIS CEDEX 15