

# Vers un mode opératoire performant et discriminant de carbonatation accélérée des bétons pour ouvrages d'art

**Géraldine VILLAIN\***,

*Laboratoire central des ponts et chaussées*

**Dominique COCHET**

*Laboratoire régional des ponts et chaussées de Bordeaux*

**Gérard OLIVIER**

*Laboratoire régional des ponts et chaussées de l'est parisien*

**Mickaël THIÉRY**

*Laboratoire central des ponts et chaussées*

## ■ RÉSUMÉ

Afin de proposer un mode opératoire de carbonatation accélérée performant qui permette de caractériser des bétons de porosités variées, différents modes opératoires ont été appliqués à quatre bétons de résistances moyennes à la compression comprises entre 25 et 55 MPa. L'étude a porté essentiellement sur le prétraitement des éprouvettes, qui conditionne leur teneur en eau, paramètre auquel la carbonatation est très sensible. Trois modes de séchage ont été comparés : le mode opératoire AFPC-AFREM, consistant en un séchage pendant 2 jours à  $T = 40\text{ °C}$ , un mode opératoire à  $T = 45\text{ °C}$  pendant un mois suivi d'un mois à  $T = 20\text{ °C}$  et  $HR = 65\%$ , et enfin un mode opératoire à  $T = 60\text{ °C}$  et  $HR = 65\%$  pendant un mois avec des variations lentes de la température pour éviter les chocs thermiques. Ce dernier mode s'avère le plus performant. Il est répétable et reproductible et permet d'obtenir un taux de saturation en eau plus homogène dans les éprouvettes de bétons, facilitant ainsi la comparaison des résultats de carbonatation accélérée.

## Development of an effective and selective testing protocol for accelerated carbonation of concrete used in civil engineering structures

### ■ ABSTRACT

*In an effort to propose an efficient testing protocol for accelerated carbonation that enables characterizing concretes with various porosities, three distinct protocols were applied to four concretes with average compressive strengths lying between 25 and 55 MPa. This study has focused on specimen pretreatment, a step that conditions the water content, which exerts considerable influence on carbonation. Three drying procedures were compared: the AFPC-AFREM testing protocol, consisting of a 2-day drying period at  $T = 40\text{ °C}$ ; a protocol at  $T = 45\text{ °C}$  for one month followed by another month at  $T = 20\text{ °C}$  and  $RH = 65\%$ ; and a protocol at  $T = 60\text{ °C}$  and  $RH = 65\%$  for a month with slow variations in temperature in order to avoid thermal shocks. The last protocol has proven the most efficient; it is both repeatable and reproducible and enables to obtain a more homogeneous water saturation rate in the concrete specimens, thereby facilitating the comparison of accelerated carbonation results.*

**\*AUTEUR À CONTACTER :**

**Géraldine VILLAIN**  
geraldine.villain@lcp.fr

## INTRODUCTION

Dans le contexte actuel, dès la conception d'un ouvrage en béton, le maître d'ouvrage souhaite évaluer sa durée de vie probable, ainsi que l'évolution de ses dégradations potentielles, en vue de planifier et de chiffrer les interventions de maintenance à prévoir, et ce le plus tôt possible. En plus de l'analyse de l'environnement permettant de définir les agressions auxquelles sera soumis l'ouvrage, on s'appuie donc sur :

- des indicateurs de durabilité ou caractéristiques performantielles du matériau sain,

- des modèles de dégradation du matériau,
- des essais accélérés de dégradation,
- des témoins de durée de vie ou paramètres de suivi de la dégradation imposée [1].

En ce qui concerne la carbonatation du béton, le processus de dégradation est accéléré en laboratoire en plaçant les échantillons, préalablement partiellement séchés, dans une enceinte contenant une teneur en dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) plus élevée (de 1 % [2] à 50 % [3]) que celle naturellement présente dans l'atmosphère (0,03 % à 0,1 % selon l'environnement). La carbonatation est donc accélérée à la fois par l'augmentation de la teneur en  $\text{CO}_2$  et par le prétraitement par séchage ; ce dernier diminue la teneur en eau des éprouvettes et facilite ainsi la diffusion du  $\text{CO}_2$  dans les pores du béton. La progression de la carbonatation dans le matériau est généralement suivie par pulvérisation de phénolphtaléine, indicateur coloré de pH, sur une surface fraîchement fracturée d'une éprouvette [3, 4]. La profondeur de carbonatation  $P_c$  est alors mesurée ; elle correspond à la plage de virage de l'indicateur coloré ( $8 \leq \text{pH} \leq 10$ ). Pour approfondir l'étude de la carbonatation, des profils de teneur en  $\text{CO}_2$  fixé en fonction de la profondeur peuvent être déterminés par différentes méthodes [4-6].

Cette étude vise à effectuer une analyse comparée de différents modes de séchage en vue de fournir un mode opératoire de carbonatation accélérée efficace et discriminant pour les bétons de résistance moyenne à la compression supérieure ou égale à 40 MPa, comme pour les bétons moins résistants.

Le mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM [3] constitue une base de travail solide et est utilisé dans de nombreuses études de durabilité des bétons. Ce mode opératoire comporte trois étapes :

- un préconditionnement par séchage en étuve pendant 48 heures à une température de 40 °C ;
- une carbonatation accélérée en enceinte à 20 °C,  $HR = 65 \%$ , sous débit d'un mélange gazeux de 50 % de  $\text{CO}_2$  et 50 % d'air ;
- une mesure de la profondeur de carbonatation par pulvérisation de phénolphtaléine.

Il convient à présent de corriger les défauts de ce mode opératoire tout en gardant les avantages. Ainsi, il a été observé que :

– Le mode opératoire de l'AFPC-AFREM s'avère peu efficace et peu discriminant pour les bétons faiblement poreux [7, 8]. Dans le **tableau 1**, on remarque que les bétons de résistance à la compression supérieure à 55 MPa ne se carbonatent pas lors d'un essai accéléré ou très difficilement pour les bétons de résistance à la compression supérieure à 30 MPa, sachant que l'incertitude de mesure est de l'ordre de 2 mm pour les bétons ordinaires, voire de 5 mm pour les bétons contenant des entraîneurs d'air (référéncés EA). La raison de ce manque d'efficacité de l'essai est sans doute un séchage insuffisant.

– Quand les bétons très poreux se carbonatent, la lecture de la profondeur de carbonatation ( $P_c$ ) après pulvérisation de phénol est difficile car la zone colorée est rendue informe par les effets de bord sur les prismes de section de  $7 \times 7 \text{ cm}^2$ , pour des profondeurs de l'ordre de 20 mm, ce qui accroît aussi les incertitudes de mesures. De plus, pour les bétons très poreux, la mesure de  $P_c$  n'est plus possible pour des profondeurs de l'ordre de 30-35 mm (cf. **tableau 1**) si l'éprouvette de section carrée se carbonate par toutes les faces.

L'étude a donc porté sur le **préconditionnement** ainsi que sur l'**emballage et la forme** des éprouvettes. En effet, le séchage est primordial parce que la carbonatation est optimale pour une humidité relative de l'ordre de 30 à 40 % en conditions accélérées [9] et 50 à 70 % en conditions naturelles [4, 10, 11]. Pour cela, deux conditions sont nécessaires :

- Le niveau de séchage doit être comparable et suffisant pour pouvoir comparer tous les bétons d'une même étude, même les bétons faiblement poreux.

**tableau 1**

Profondeurs de carbonatation après un essai accéléré selon le mode opératoire AFPC-AFREM, mesurées sur les bétons du programme BHP2000 [8].

Béton	$R_{c28}$ (MPa)	Porosité accessible à l'eau (%)	Pc (mm) 7 jours	Pc (mm) 14 jours	Pc (mm) 28 jours
M25CVEA	20,5	16,4	5,5	7,5	10,6
M25CV	23,5	15,7	11,1	19,5	> 35
M25	24,5	16,2	10,7	21,9	> 35
M25EA	26,8	13,7	5,7	7,9	12,5
M30CV*	48,5	12,6	3,3	3,5	5,9
M50CVEA	49,0	14,3	0,3	0,8	2,2
M50EA	49,5	13,3	-	0,7	2,2
M50CV	53,0	14,1	0,5	0,8	1,8
M50	55,5	14,4	0,0	0,0	0,0
M75FSEA	67,0	10,3	0,0	0,0	0,0
M75EA	68,5	10,7	0,0	0,0	0,0
M75	75,0	11,5	0,0	0,0	0,0
M100FS	109,0	8,4	0,0	0,0	0,0

– La teneur en eau dans une éprouvette doit être homogène pour que la carbonatation progresse continûment et qu'elle puisse être modélisée à partir de modèles analytiques simples.

Si la teneur en eau n'est pas homogène dans les éprouvettes, il est nécessaire de disposer de mesures de profils de teneurs en eau et de modèles plus sophistiqués pour réaliser une étude pertinente de la carbonatation [9]. Pour aller plus loin et étayer la comparaison des prétraitements par séchage, il est indispensable de déterminer la répartition de la teneur en eau interne des différents bétons, ce qui peut être réalisé par gammadensimétrie [12].

L'emballage des éprouvettes vise, quant à lui, à assurer un séchage et une carbonatation unidirectionnels, ce qui facilite la mesure de la profondeur de carbonatation après pulvérisation de phénolphthaléine et présente l'avantage d'utiliser des données plus fiables dans les modèles de carbonatation [9, 13, 14]. Les effets de bord sont supprimés, ou seulement réduits à une zone limitée facilement identifiable. À partir du moment où un emballage est préconisé, une forme cylindrique convient mieux et le fendage peut être réalisé sous presse comme pour un fendage brésilien couramment pratiqué en laboratoire.

Il s'agit en fait de mettre au point un mode opératoire qui permette d'optimiser les conditions de carbonatation tout en essayant de conserver des durées d'essai raisonnables (1 mois de séchage et 1 mois de carbonatation) afin qu'il soit utilisable pour des chantiers d'ouvrages. En ce qui concerne le coût de l'essai, une enceinte programmable (en température et humidité relative), qui assure une bonne maîtrise des conditions d'essai, paraît préférable à des solutions salines, certes moins onéreuses, mais très délicates à employer à température élevée en étuve [15].

## PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

### ■ Matériaux étudiés et modes opératoires

La campagne d'essais a été réalisée sur trois bétons du programme BHP2000 [16] :

- le béton M25 (de résistance moyenne à la compression à 28 jours  $R_{c28} = 26,9$  MPa),
- le béton M50 ( $R_{c28} = 55,6$  MPa),

- le béton M30CV ( $R_{c28} = 40,7$  MPa) et non M30CV\* [16] ( $R_{c28} = 48,5$  MPa) initialement prévu.

Pour le béton M30CV, une quantité moins importante de cendres volantes que dans la formule initiale [16] a été introduite (cf. **tableau 2**), ce qui explique la chute de résistance constatée à 28 jours. En outre, un quatrième béton, sans additions minérales, formulé avec les mêmes matériaux (ciment et granulats), complète la gamme :

- le béton B35 ( $R_{c28} = 41,9$  MPa).

Pour répondre aux objectifs, trois bétons de résistances supérieures ou égales à 40 MPa et un béton de résistance nettement plus faible, d'environ 25 MPa, ont donc été étudiés. Leurs formulations sont indiquées dans le **tableau 2**.

Pour chaque béton, des éprouvettes cylindriques  $\varnothing 11 \times 22$  et  $\varnothing 7 \times 14$  ont été fabriquées, et ont subi une cure sous eau pendant 90 jours. Chaque éprouvette cylindrique  $\varnothing 11 \times 22$  a été sciée pour obtenir une éprouvette de 11 cm de diamètre et 10 cm de hauteur, puis recouverte sur son pourtour de deux couches d'aluminium adhésif pour assurer l'étanchéité ; les deux faces latérales étaient ainsi exposées au séchage et à la carbonatation. Chaque éprouvette cylindrique  $\varnothing 7 \times 14$  a été sciée en deux pour obtenir deux éprouvettes de 7 cm de diamètre et 7 cm de hauteur. Ces dimensions ont été choisies conformément au mode opératoire de l'AFPC-AFREM [3] ; le diamètre de la face d'exposition est légèrement supérieur à trois fois le diamètre des plus gros granulats, soit 6 cm, ce qui est une longueur caractéristique limite pour être représentative du matériau. Les éprouvettes  $\varnothing 7 \times 7$  ont été recouvertes sur une face et sur leur pourtour de deux couches d'aluminium adhésif de manière à ne laisser que la face sciée exposée au séchage et à la carbonatation. Les éprouvettes « basses » et les éprouvettes « hautes » ont été repérées au cas où les granulats du béton ségrégeraient. En complément, des essais de porosimétrie au mercure [17] et des mesures de porosité accessible à l'eau [18] ont été réalisés.

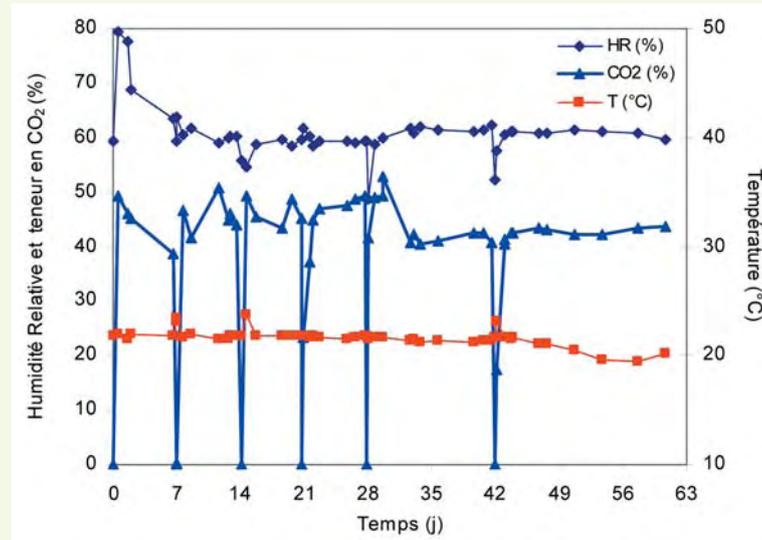
Trois modes de préconditionnement ont été étudiés et sont présentés plus bas. Pour mesurer l'efficacité du séchage, des profils de saturation ont été déterminés par gammadensimétrie sur des éprouvettes cylindriques  $\varnothing 11 \times 10$ . Les différentes éprouvettes destinées à mesurer les profondeurs de carbonatation suivent les mêmes préconditionnements.

La carbonatation accélérée a été réalisée dans des enceintes différentes selon les laboratoires [17], mais où règnent les mêmes conditions thermohygrométriques,  $T = 21^\circ \pm 5^\circ \text{C}$ ,  $HR = 60\% \pm 5\%$

**tableau 2**  
Formulation  
des bétons étudiés.

Constituant ou caractéristique	Unité	M25	B35	M30CV	M30CV*	M50
Sable 0/4 (Seine)	(kg/m <sup>3</sup> )	446	445,1	436	436	400
Sable 0/5 (Boulonnais)	(kg/m <sup>3</sup> )	453	452,1	443	443	406
Gravier 4/12,5 (Boulonnais)	(kg/m <sup>3</sup> )	388	385,6	421	421	428
Gravillon 12,5/20 (Boulonnais)	(kg/m <sup>3</sup> )	619	615,2	565	565	509
Ciment CEM I 52,5 PM ES (Lafarge St Vigor)	(kg/m <sup>3</sup> )	230	300	223	223	410
Cendres volantes EDF	(kg/m <sup>3</sup> )			49	95	
Eau	(kg/m <sup>3</sup> )	193	187,4	166	166	197
Rapport eau totale sur ciment E/C	(-)	0,84	0,62	0,74	0,74	0,48
Résistance moyenne à la compression à 28 jours $R_{c28}$	(MPa)	26,9	41,9	40,7	48,5	55,6
Porosité à l'eau à 90 jours (*à 28 j)	(% $\pm$ 0,5 %)	14,8	14,4	13,1	12,6*	13,9
Porosité au mercure à 90 jours (*à 28 j)	(% $\pm$ 0,7 %)	15,7	12,3	9,1	11,0*	11,7

**figure 1**  
Suivi des conditions  
thermo hygrométriques  
et de la teneur en  $\text{CO}_2$   
dans l'enceinte de  
carbonatation accélérée



et une teneur similaire en dioxyde de carbone de  $45\% \pm 5\%$  de  $\text{CO}_2$ . Les conditions régnant dans les enceintes sont suivies régulièrement par des sondes thermogravimétriques (cf. **figure 1**). Il est recommandé de suivre aussi la teneur en  $\text{CO}_2$  à la sortie de l'enceinte au moyen d'un analyseur de gaz.

On appelle  $t_0$  le début de la carbonatation accélérée. À  $t_0$  et aux échéances de 7, 14 et 28 jours (voire 56 jours), une éprouvette cylindrique  $\varnothing 11 \times 10$  a été auscultée par gammadensimétrie pour suivre l'évolution des profils de carbonatation. Aux mêmes échéances, deux éprouvettes  $\varnothing 7 \times 7$  « basses » et deux « hautes » ont été fendues pour mesurer la profondeur de carbonatation par pulvérisation de phénolphthaléine sur une face et de thymolphthaléine sur l'autre.

### ■ Mode opératoire de l'AFPC-AFREM

Des éprouvettes cylindriques  $\varnothing 11 \times 10$  des 4 bétons ont été préconditionnées selon le mode opératoire de l'AFPC-AFREM [3]. Ce préconditionnement consiste en une saturation en eau sous vide, puis un séchage en étuve ventilée à  $40^\circ\text{C}$  pendant 48 heures.

### ■ Mode opératoire avec séchage à une température modérée

Pour optimiser le séchage des matériaux de génie civil, Parrott [19] recommande de sécher les éprouvettes à une température modérée ( $T = 50^\circ\text{C}$ ), puis de les emballer dans des sacs plastiques étanches en les maintenant à la même température pendant quelques jours pour homogénéiser la teneur en eau dans le matériau. Un mode de préconditionnement similaire a été étudié [20-22] afin d'obtenir un taux de saturation homogène dans des éprouvettes de béton ( $\varnothing 15 \times 5$  cm) pour la mesure de la perméabilité au gaz par la méthode CEMBUREAU. Le séchage à  $T = 50^\circ\text{C}$  dure le temps nécessaire pour obtenir une perte globale de masse d'eau déterminée au préalable, soit de quelques heures pour les bétons les plus poreux à 14 jours pour les bétons les moins poreux étudiés. Ce séchage est suivi d'une phase de redistribution de l'humidité à  $T = 50^\circ\text{C}$  dans des sacs scellés. Cette seconde phase se poursuit de sorte que la durée cumulée du séchage et de la redistribution soit égale à 28 jours. Carcassès *et al.* [22] ont limité la durée de la phase de redistribution à trois jours ; la distribution homogène de l'humidité est montrée par un modèle de séchage. Par ailleurs, des essais réalisés sur des bétons de type B20 et B60 à  $T = 45^\circ\text{C}$  [23] ont montré, par des profils de teneur en eau obtenus par gammadensimétrie, que l'emballage permettait d'homogénéiser partiellement la teneur en eau dans les éprouvettes, mais pas suffisamment : la durée de 7 à 14 jours est donc trop courte.

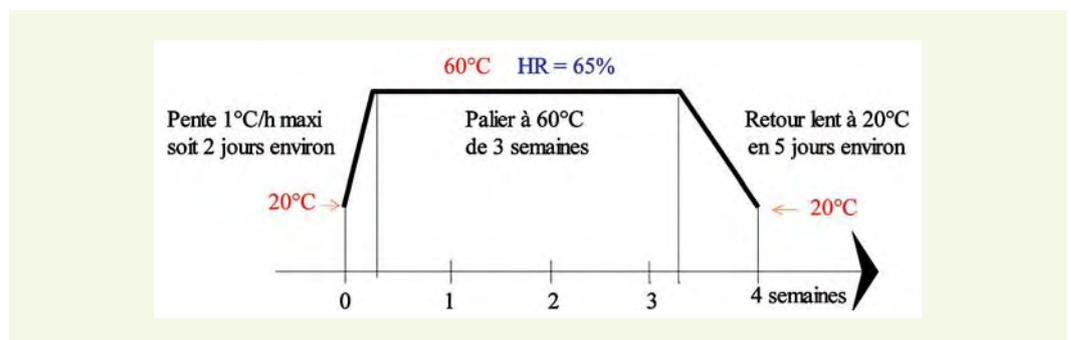
En se fondant sur cette idée, un séchage à température modérée a été défini. Il consiste à placer les éprouvettes dans une étuve ventilée à 45 °C pendant 28 jours (phase de séchage) puis dans un dessiccateur à 20 °C pendant 28 jours, ce dessiccateur contenant une solution saline saturée de nitrate de magnésium permettant de contrôler une humidité relative de 53 % (phase de redistribution). Ce type de séchage présente l'avantage de ne pas avoir besoin d'étuve à humidité relative contrôlée.

Ce préconditionnement a été utilisé pour la mise au point des méthodes de profils de carbonatation par gammadensimétrie et analyse thermogravimétrique [6, 12] et pour les travaux de Thiéry concernant la modélisation de la carbonatation prenant en compte les effets cinétiques et microstructuraux [9, 14].

### ■ Modifications étudiées pour le mode opératoire de carbonatation accélérée LPC

Le troisième type de séchage étudié vise à réduire le préconditionnement à 1 mois maximum et à être encore plus efficace que le séchage à température modérée sans endommager les bétons. En effet, au-delà de 70 °C ou 80 °C selon les auteurs [24, 25], certains hydrates comme l'ettringite sont endommagés car ils perdent une partie de leur eau de constitution. La température maximale choisie est donc égale à 60 °C. Pour éviter les chocs thermiques et d'éventuelles fissurations, la vitesse de variation de la température dans l'étuve (de 20 à 60 °C) est faible, égale à 1 °C par heure, selon le schéma de la **figure 2**. Enfin pour obtenir une teneur en eau homogène dans l'éprouvette, l'humidité relative de l'enceinte est constante pendant toute la durée du séchage. On a choisi  $HR = 65\%$  en se fondant sur le mode opératoire AFPC-AFREM [3].

**figure 2**  
Conditions  
thermohygro-métriques lors  
du préconditionnement  
préconisé par le mode  
opératoire LPC.



## ANALYSE COMPARÉE DES TROIS MODES OPÉRATOIRES

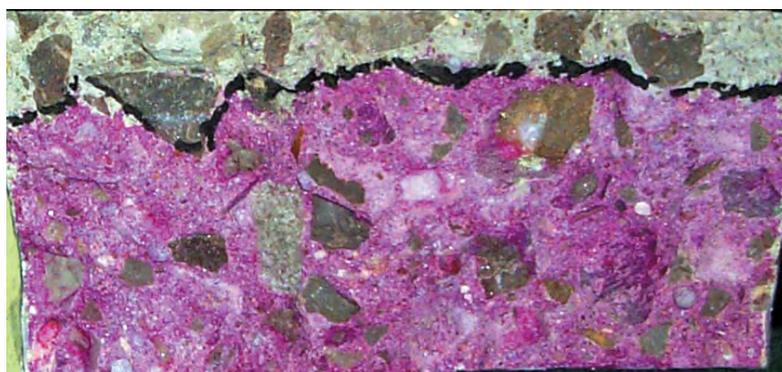
### ■ Influence de l'adhésif protégeant les éprouvettes pendant le préconditionnement et la carbonatation

Comme l'illustre la **figure 3**, l'emballage étanche par de l'aluminium adhésif est primordial pour la mesure de la profondeur de carbonatation  $P_c$  après pulvérisation d'indicateurs colorés. Quand  $P_c$  est grande et que l'éprouvette n'est pas protégée, il n'est guère possible de s'affranchir des effets de bords : prisme de section  $7 \times 7$  recommandé par l'AFPC-AFREM [3] de la **figure 3a**. Les éprouvettes cylindriques  $\varnothing 7 \times 7$  peuvent être plus facilement emballées sur le pourtour et sur une face, de manière à ce que le séchage et la carbonatation ne s'effectuent que par une face comme sur les **figures 3b** et **3c**. Toutefois, si l'aluminium adhésif est mal collé ou se décolle sous l'effet de la chaleur pendant le préconditionnement, des effets de bords peuvent apparaître de nouveau (**figure 3d**). Il est donc plus aisé d'éviter cette zone de mesure quand le diamètre de l'éprouvette cylindrique est plus important (**figures 3e** et **3f**).

Il semble en définitive que les corps d'épreuve présentant le maximum d'avantages soient des éprouvettes cylindriques  $\varnothing 11 \times 7$  (3 éprouvettes  $\varnothing 11 \times 7$  sciées dans une éprouvette  $\varnothing 11 \times 22$ ), embal-



a	d
b	e
c	f



**figure 3**

Photos d'éprouvettes fendues pour mesurer la profondeur de carbonatation par pulvérisation de phénolphthaléine (rose) ou de thymolphthaléine (bleue).

- a - M25CVEA - prisme 7 × 7 cm - Mode AFREM
- b - M25 - cylindre Ø 7 × 7 cm - Mode LPC
- c - M50 - cylindre Ø 7 × 7 cm - Mode LPC
- d - B35 - cylindre Ø 7 × 7 cm - Mode LPC
- e - M30CV - cylindre Ø 11 × 5 cm - Mode LPC
- f - B35 - cylindre Ø 11 × 10 cm utilisé pour la gammadensimétrie - mode LPC

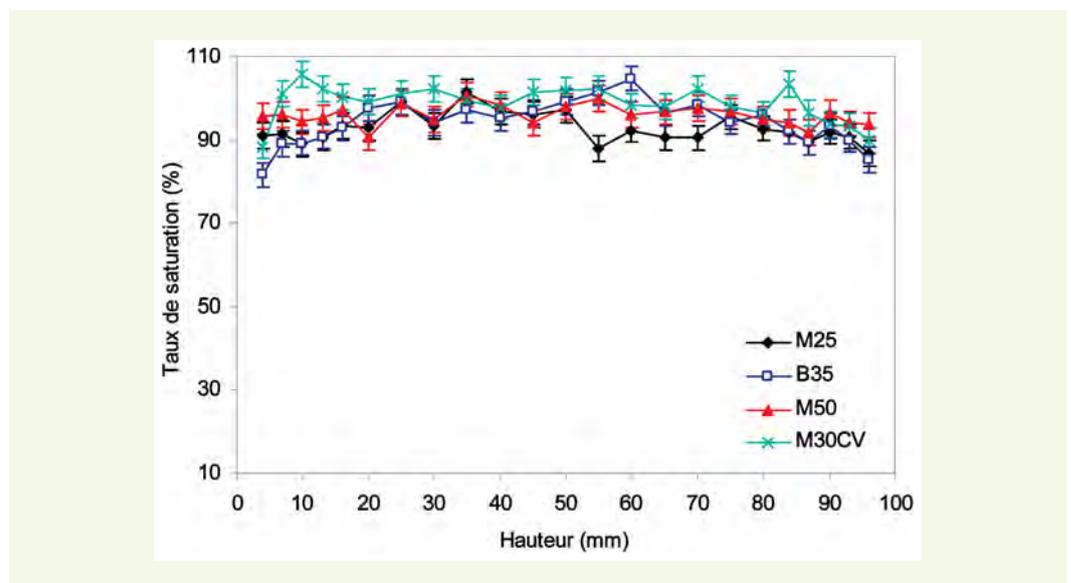
lées d'aluminium adhésif sur leur pourtour et sur une face. Des éprouvettes de 11 cm permettraient ainsi, non seulement de s'affranchir plus aisément des effets de bord, mais également de réaliser des mesures sur une face d'exposition de longueur caractéristique nettement supérieure à 6 cm, donc plus représentative du matériau. Il est en outre conseillé d'éviter de choisir la face correspondant au fond du moule et la face supérieure pour les bétons susceptibles de ségréger. Il est également conseillé de répartir les éprouvettes hautes, basses et centrales issues de 3 ou 4 cylindres ( $\varnothing$  11 x 22) différents sur les échéances de mesures.

## ■ Profils de taux de saturation obtenus avec les différents modes opératoires

Les figures 4 à 9 représentent les taux de saturation, en fonction de la profondeur, atteints par les éprouvettes de bétons M25, B35, M30CV et M50 à l'issue des 3 modes de séchage étudiés : celui de l'AFPC-AFREM, le séchage modéré et celui des LPC.

La figure 4 montre que le séchage préconisé par l'AFPC-AFREM est nettement insuffisant : 48 h en étuve à  $T = 40^\circ\text{C}$  conduisent à un séchage uniquement superficiel pour la gamme de bétons étudiés. Le taux de saturation des éprouvettes reste supérieur à 90 % à cœur. Même si la profondeur de carbonatation est mesurée sur des éprouvettes de dimensions plus réduites, ces dernières ne seront pas sèches à cœur et l'humidité ne sera pas répartie de manière homogène. De ce fait, le dioxyde de carbone ne pourra pas pénétrer facilement sous forme gazeuse dans la zone encore saturée d'eau. En effet, le  $\text{CO}_2$  diffuse 10 000 fois plus rapidement sous forme gazeuse que sous forme dissoute. Ce mode opératoire ne semble donc pas adapté pour caractériser la vitesse de carbonatation d'un béton.

**figure 4**  
Profils des taux de saturation dans les quatre bétons après le séchage AFPC-AFREM.

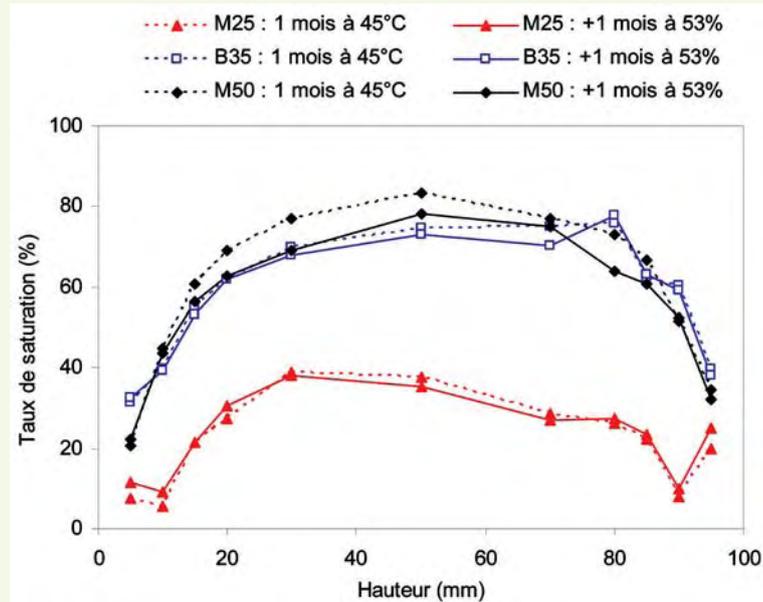


La figure 5 montre les effets du séchage modéré. Un mois de séchage à  $T = 45^\circ\text{C}$  conduit à une forte désaturation du béton le plus poreux (M25). On observe également un fort gradient de teneur en eau entre le cœur et la surface des éprouvettes, en particulier pour le béton le moins poreux (M50) qu'il est difficile de sécher à cœur. Un mois de réhomogénéisation dans une enceinte à  $T = 21^\circ\text{C}$  et  $HR = 53\%$  conduit à une légère redistribution de la teneur en eau : les éprouvettes continuent à sécher à cœur alors que la zone superficielle reprend de l'humidité. Cet effet est semblable à l'effet de la méthode préconisée par Parrott [19]. Cependant, le gradient de taux de saturation entre le cœur et la surface reste important : 22 % pour le M25, 40 % pour le B35 et 56 % pour le M50.

Le mode de séchage étudié par les LPC, d'un mois en étuve à  $T = 60^\circ\text{C}$  et  $HR = 65\%$ , illustré par la figure 6, conduit à des taux de saturation répartis de manière bien plus homogène dans les

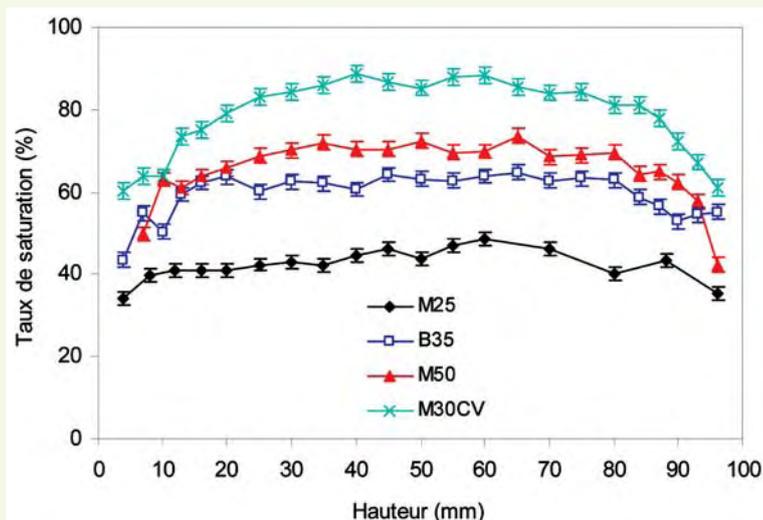
**figure 5**

Profils des taux de saturation dans les trois bétons après le séchage à  $T = 45\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 1 mois puis après 1 mois supplémentaire à  $T = 21\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $HR = 53\%$ .



**figure 6**

Profils des taux de saturation dans les quatre bétons après le séchage poussé à  $T = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $HR = 65\%$ .



échantillons : le gradient de taux de saturation entre le cœur et la surface d'échange est environ égal à 10 % pour M25, 20 % pour B35 et 25 % pour M50 et M30CV. Par ailleurs, la courbe de désorption isotherme caractérise, à une température donnée, le taux de saturation à l'équilibre atteint par le matériau étudié en fonction de l'humidité relative imposée et régnant dans les pores du matériau. Grâce aux isothermes caractéristiques de chaque béton, calculées par Thiéry [9] à partir des mesures de Baroghel-Bouny [25], et aux taux de saturations moyens mesurés (figure 6), il est possible d'estimer l'humidité relative interne moyenne atteinte à l'issue du processus de séchage, comprise entre 77 % et 82 % pour les bétons M25, B35 et M50. Cela signifie, d'une part, que le séchage n'est pas terminé au bout d'un mois en étuve et que, d'autre part, des bétons pourtant très différents sont dans des états hydriques relativement comparables.

Les figures 7 à 9 présentent les profils de taux de saturation obtenus avec les trois modes opératoires pour trois bétons différents.

En conclusion, le mode de préconditionnement étudié par les trois LPC, à  $T = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $HR = 65\%$ , semble le plus satisfaisant pour comparer des matériaux du point de vue de leur résistance à la

figure 7

Profils de taux de saturation dans le béton M25 : comparaison des trois modes de séchage.

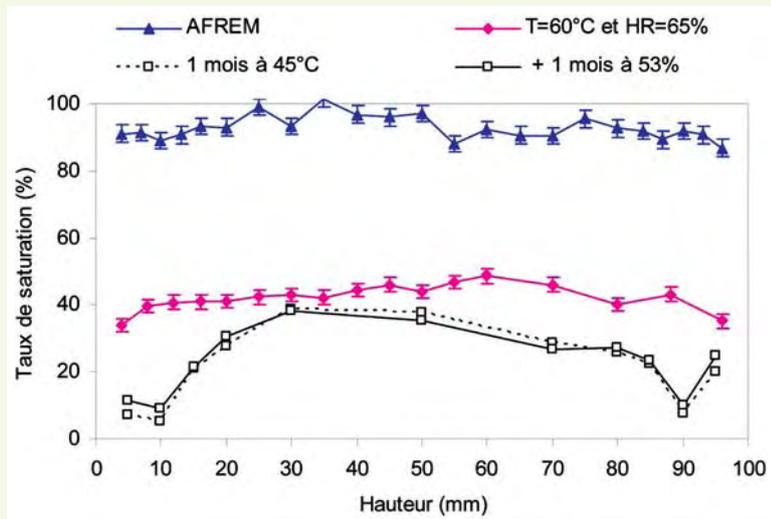


figure 8

Profils de taux de saturation dans le béton B35 : comparaison des trois modes de séchage.

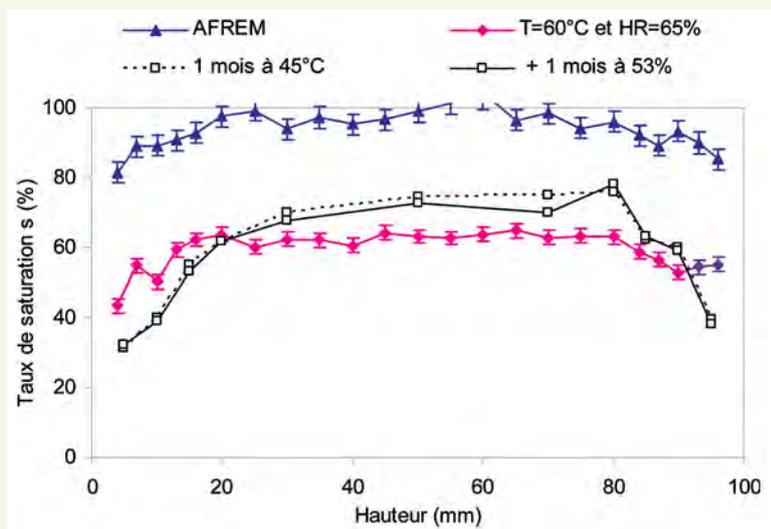
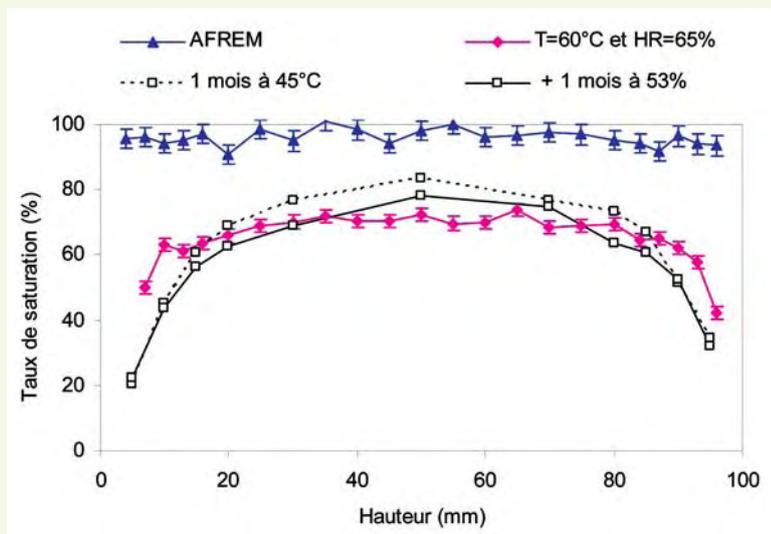


figure 9

Profils de taux de saturation dans le béton M50 : comparaison des trois modes de séchage.



carbonatation et obtenir des paramètres de suivi (ou témoins de durée de vie) significatifs pour valider les modèles de carbonatation. En outre, il est plus rapide que le mode de séchage « modéré » qui dure 2 mois et que celui indiqué dans la norme NF EN 13295 [2] : dans une salle de laboratoire à  $T = 21^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$  et  $HR = 60 \pm 10\%$  jusqu'à stabilisation de la perte de masse selon le critère « perte relative inférieure à 0,2 % en 24 heures ».

## ■ Profondeurs de carbonatation mesurées selon les trois modes opératoires

Les résultats des mesures de profondeurs de carbonatation  $P_c$  après 14 jours de carbonatation accélérée sont donnés dans le **tableau 3**. On remarque que le mode opératoire AFPC-AFREM [3] ne permet pas de mesurer une profondeur dans le béton M50 alors que les deux autres modes opératoires fournissent une valeur. Les profondeurs mesurées par le mode opératoire proposé par les LPC sont du même ordre de grandeur pour 3 des bétons étudiés (B35, M30CV et M50), parce que les porosités globales (cf. **tableau 2**) des bétons B35 et M50 sont du même ordre de grandeur et que le M30CV, de plus faible porosité, contient moins de portlandite, hydrate qui constitue la réserve de basicité des bétons. En outre, pour le béton M25, le plus poreux, on note une plus faible valeur de  $P_c$  obtenue par le mode opératoire LPC que pour les autres modes. En effet, le taux de saturation étant réparti de manière plus homogène, il est plus élevé près de la face exposée à la carbonatation donc ralentit l'avancée de la carbonatation dans le matériau. Par contre, la progression est alors plus régulière. De même, pour les bétons B35 et M50, un séchage plus important de la zone située près de la surface avec le mode de séchage modéré explique que la profondeur  $P_c$  obtenue soit plus importante qu'avec le mode de séchage des LPC.

**tableau 3**  
Profondeur de carbonatation à 14 jours par pulvérisation de phénolphtaléine : comparaison des 3 modes opératoires de séchage.

		AFPC-AFREM 2 jours à 40 °C	Séchage modéré 1 mois à $T = 45$ °C + 1 mois à $HR = 53$ %	LCP 1 mois à $T = 60$ °C et $HR = 65$ %
	$R_{c28}$ (MPa)	$P_c$ (mm)	$P_c$ (mm)	$P_c$ (mm)
M25	24,5	21,9	$24 \pm 2$	$19 \pm 2$
B35	40,5	-	$13 \pm 1,5$	$9,5 \pm 1,5$
M30CV	40,7	-	-	$8 \pm 1,5$
M30CV* (BHP2000)	48,5	3,5	-	-
M50	55,5	0	$9,5 \pm 1,5$	$7,5 \pm 1,5$

\* La formulation initiale de M30CV\* du programme BHP2000 contient plus de cendres volantes, ce qui explique la différence de résistance moyenne à la compression  $R_{c28}$  et rend la comparaison difficile.

## RÉPÉTABILITÉ ET REPRODUCTIBILITÉ DU MODE OPÉRATOIRE PROPOSÉ PAR LES LPC

Les trois laboratoires des LPC ont mené deux campagnes expérimentales de 2002 à 2004 sur les bétons B35 et M30CV puis sur B35 et M50 afin de vérifier les conditions expérimentales ( $T$  et  $HR$  pendant le séchage,  $T$ ,  $HR$  et teneur en  $CO_2$  pendant la carbonatation) et aussi afin d'étudier la reproductibilité du mode opératoire proposé par des essais croisés. Ces campagnes d'essais ont permis d'identifier et de corriger les sources d'erreur et donc d'améliorer la qualité des résultats. De l'ensemble des résultats (disponibles dans le rapport de synthèse [26]), tous ceux n'étant pas sujets à des causes d'erreur identifiées en ont été extraits dans le but de caractériser ce mode opératoire.

### ■ Répétabilité et reproductibilité du préconditionnement

Tout d'abord, la **figure 10**, qui donne le taux de saturation dans 3 éprouvettes différentes, issues de la même gâchée, séchées selon le même protocole, par le même laboratoire (Labo 3), montre la répétabilité du mode de préconditionnement.

La variation relative de masse des éprouvettes de béton B35 (**figure 11**) montre ensuite que le séchage et la carbonatation accélérée sont reproductibles :

- Les essais des laboratoires 1 et 2 en 2003 ont été réalisés sur des éprouvettes issues d'une première gâchée, selon un même protocole, avec toutefois une montée en température légèrement différente

figure 10

Comparaison des taux de saturation des éprouvettes de béton B35 (2004) : étude de la répétabilité.

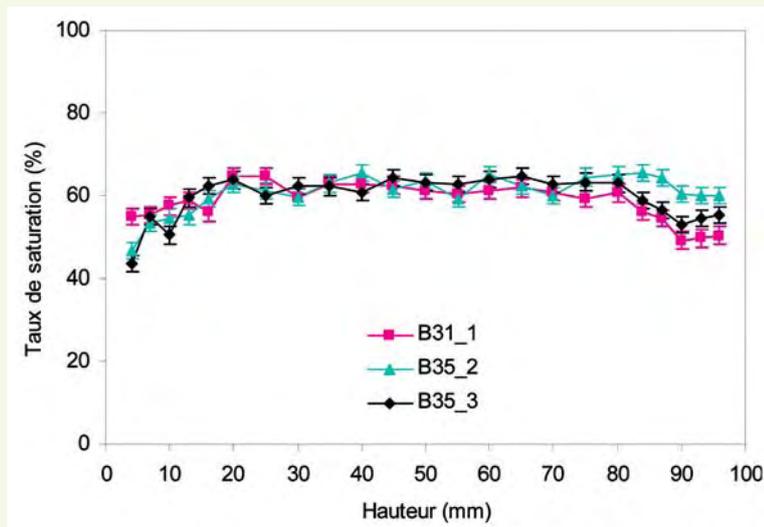
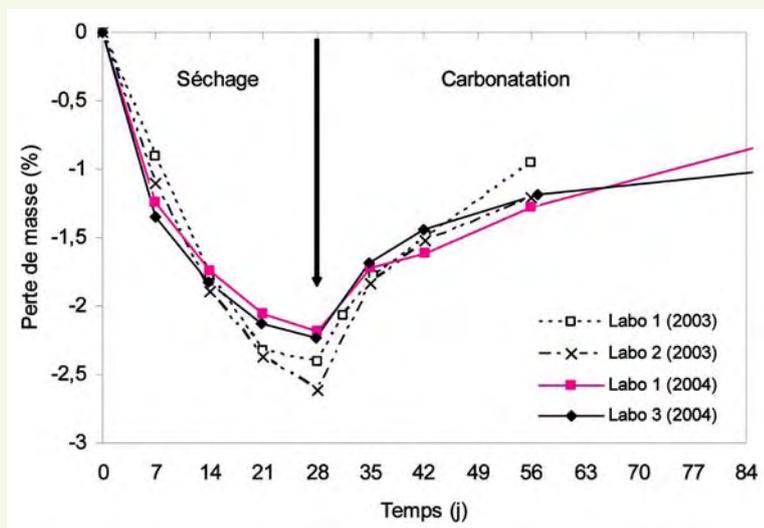


figure 11

Comparaison des variations relatives de masse des éprouvettes de béton B35 : étude de la reproductibilité.



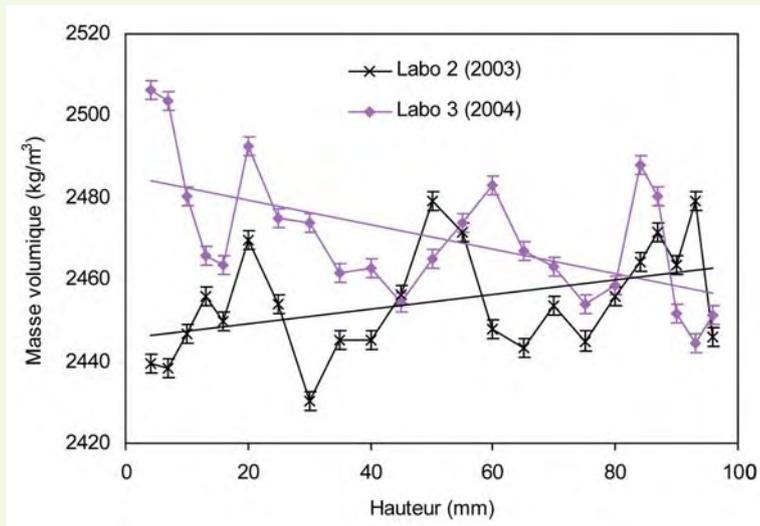
de celle finalement retenue (en effet, la température augmentait de 20 à 45 °C à la vitesse de 1 °C/h, restait constante pendant 3 jours à  $T = 45$  °C, puis augmentait de 45 à 60 °C à la vitesse de 1 °C/h).

- Les essais des laboratoires 1 et 3 en 2004 ont été réalisés sur des éprouvettes issues d'une seconde gâchée, selon le même protocole, finalement retenu, correspondant à la [figure 2](#), car le palier additionnel à  $T = 45$  °C s'est avéré superflu.

Les [figures 12](#), [13](#) et [14](#) doivent être analysées en parallèle. En effet, le béton B35 a tendance à ségréger et sa densité varie par conséquent en fonction de la hauteur (*cf.* [\[12\]](#)) et le profil de densité de la [figure 12](#) qui montre que la densité moyenne des deux éprouvettes est peu différente entre 70 et 100 mm). Lorsque deux éprouvettes de B35, issues de 2 gâchées différentes (2003 et 2004) possèdent la même densité pour les hauteurs de 70 à 100 mm, le profil de taux de saturation a la même allure entre 70 et 100 mm ([figure 13](#)) et le profil de carbonatation des deux éprouvettes est identique entre 70 et 100 mm ([figure 14](#)). Ceci montre donc que le mode opératoire est reproductible. En outre, ces courbes ([figures 12](#) à [14](#)) prouvent également que le mode opératoire permet de différencier le niveau de carbonatation dans des bétons de densité plus ou moins élevée. Ainsi, pour les hauteurs de 0 à 30 mm, l'éprouvette de 2003 (Labo 2) est moins dense, plus sèche et plus carbonatée, alors que l'éprouvette de 2004 (Labo 3) est plus dense, moins sèche et moins carbonatée.

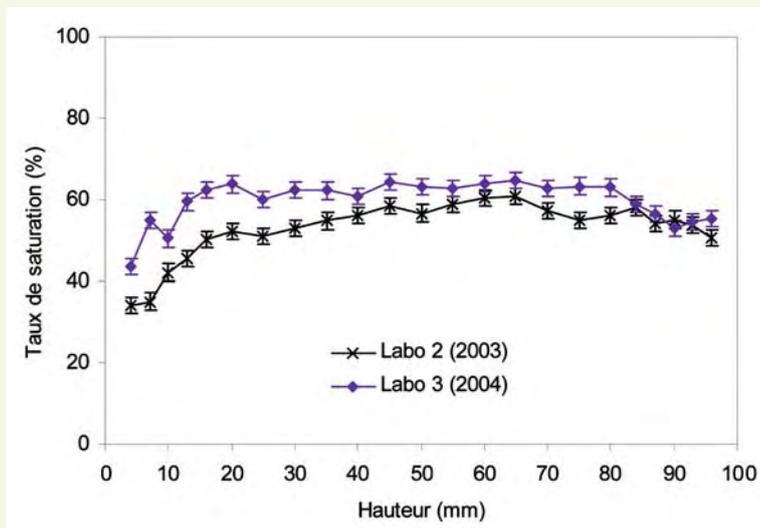
**figure 12**

Comparaison des densités saturées de deux éprouvettes de béton B35 (2003-2004).



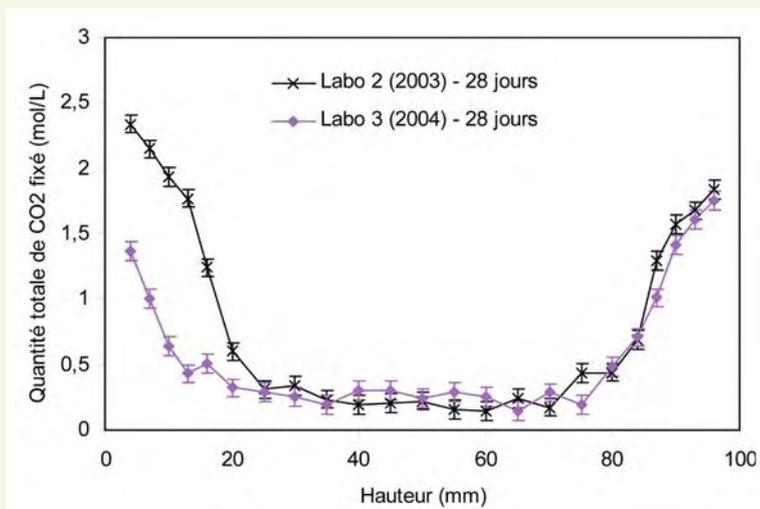
**figure 13**

Comparaison des taux de saturation de deux éprouvettes de béton B35 (2003-2004) : étude de la reproductibilité.



**figure 14**

Comparaison des profils de carbonatation de deux éprouvettes de béton B35 (2003-2004) : étude de reproductibilité.



### ■ Reproductibilité des mesures de profondeur de carbonatation

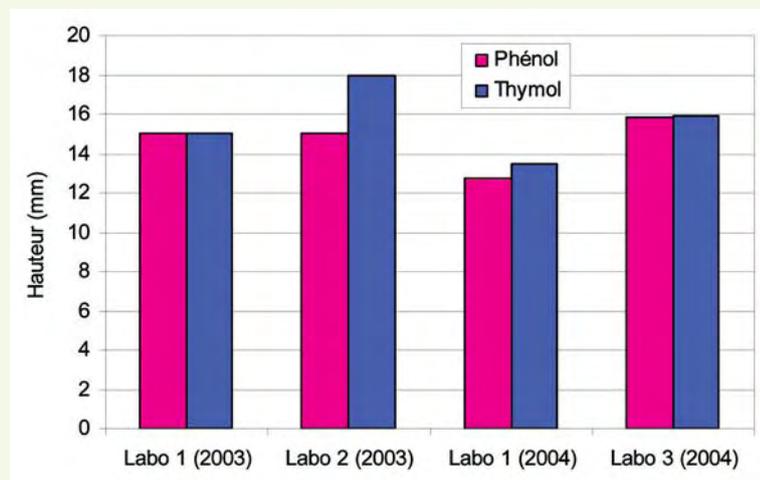
La **figure 14** montre que le mode opératoire est reproductible car il permet de fournir des profils de carbonatation semblables pour des éprouvettes de même densité. La densité peut être contrôlée par gammadensimétrie sur des éprouvettes spécifiques. Toutefois, les éprouvettes  $\varnothing 7 \times 7$ , utilisées

pour mesurer la profondeur de carbonatation  $P_c$ , n'ont pas été auscultées par gammadensimétrie. Par conséquent, il n'est pas possible de corriger les effets de la dispersion des éprouvettes d'une même gâchée sur les mesures de profondeur de carbonatation grâce aux mesures de densité. Pour chaque éprouvette,  $P_c$  a été déterminée selon le protocole AFPC-AFREM [3] par pulvérisation d'un indicateur coloré de pH ; 5 profondeurs ont été relevées en évitant les bords et les gros granulats, les valeurs extrêmes ont été éliminées et  $P_c$  est la moyenne des 3 valeurs intermédiaires. En outre, les résultats fournis par les figures 15 et 16 correspondent à la moyenne des profondeurs  $P_c$  relevées sur 2 éprouvettes « hautes » plus 2 éprouvettes « basses » (soit 4 demi-échantillons  $\varnothing 7 \times 14$ , respectivement près de la surface talochée et près du fond de moule).

On constate sur les figures 15 et 16 que les modes opératoires sont reproductibles. En effet, les trois laboratoires obtiennent pour le béton B35  $P_c = 14,6 \pm 0,9$  mm à la phénolphthaléine ( $P_c = 15,6 \pm 1,3$  mm à la thymolphthaléine) et pour le béton M50  $P_c = 7,8 \pm 1,4$  mm à la phénolphthaléine ( $P_c = 9,2 \pm 1,7$  mm à la thymolphthaléine). La dispersion entre les résultats interlaboratoires correspond à la dispersion des résultats sur plusieurs éprouvettes de la même gâchée testées dans un même laboratoire, de l'ordre de 1,5 millimètres.

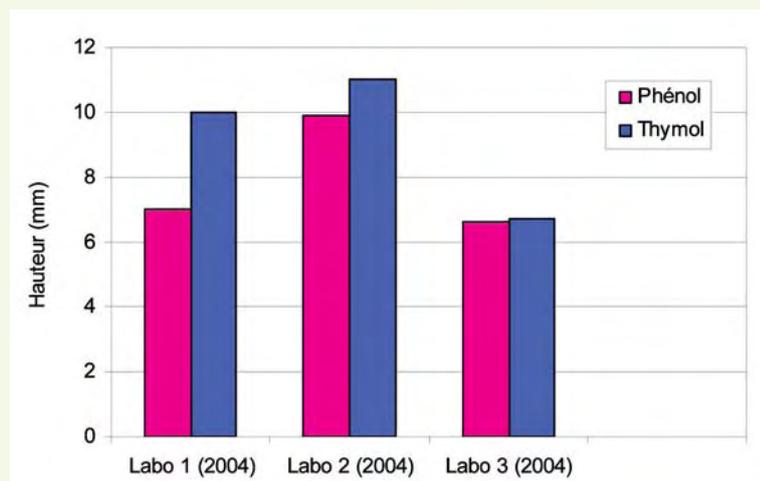
**figure 15**

Béton B35 – Mesure de la profondeur de carbonatation à 28 jours : Comparaison entre les laboratoires et les campagnes d'essais de 2003 et 2004.



**figure 16**

Béton M50 – Mesure de la profondeur de carbonatation à 28 jours – Comparaison entre les laboratoires.



## CONCLUSIONS

Cette étude a permis de comparer différents modes opératoires et plus particulièrement le préconditionnement des éprouvettes, qui est essentiel pour atteindre une teneur en eau homogène dans les éprouvettes. On a montré que le mode opératoire préconisé par les LPC dans une étuve contrôlée

en humidité ( $HR = 65\%$ ), passant progressivement de 20 à 60 °C, en maintenant 60 °C pendant 3 semaines puis en revenant progressivement à 20 °C, d'une durée totale égale à 1 mois, était actuellement le mieux adapté pour obtenir un taux de saturation homogène dans l'éprouvette. C'est aussi le plus rapide par rapport à un séchage à température modérée durant 2 mois ou à un séchage de type « Parrott » [19-23], dont la durée doit être prolongée pour obtenir un taux de saturation homogène. Le taux de saturation obtenu dans les éprouvettes, à l'issue du séchage d'un mois en étuve à  $T = 60\text{ °C}$  et  $HR = 65\%$ , correspond à une humidité relative interne moyenne de 77 % à 82 % pour les bétons M25, B35 et M50, ce qui indique que les bétons sont dans des états hydriques comparables. Les profondeurs de carbonatation obtenues par la suite sont donc également comparables. Par ailleurs, on a noté que le séchage des bétons n'était pas terminé au bout d'un mois. Le séchage pourrait être prolongé au détriment de la rapidité de l'essai et donc de son utilisation pour des bétons destinés à la construction d'ouvrages d'art, pour lesquels une étude de durabilité est demandée. Un mois de séchage et un mois de carbonatation accélérée semblent constituer un bon compromis pour obtenir des résultats pertinents. Dans l'avenir, pour l'étude de la carbonatation de bétons de résistance à la compression supérieure à 60 MPa, il conviendrait peut-être de prolonger la durée de préconditionnement.

Par ailleurs, un emballage par de l'aluminium adhésif présente l'avantage d'assurer un séchage et une carbonatation unidirectionnels et de diminuer considérablement les effets de bord. Pour faciliter le collage, des éprouvettes cylindriques sont plus adaptées. Des éprouvettes de 11 cm de diamètre sont même recommandées. En outre, l'acquisition d'un analyseur de  $\text{CO}_2$  est aussi préconisée car il permet de contrôler la teneur en dioxyde de carbone de l'enceinte de carbonatation, donc les conditions expérimentales. Cela constitue un préalable aux futures études sur l'influence de la teneur en  $\text{CO}_2$  puisque les normes européennes recommandent d'accélérer la carbonatation dans une enceinte contenant 1 % de  $\text{CO}_2$  [2].

Par conséquent, les trois laboratoires préconisent un mode opératoire [27] dérivé du mode opératoire de l'AFPC-AFREM [3], qui permet de tester aussi bien des bétons très poreux, donc très susceptibles à la carbonatation ( $P_c > 35\text{ mm}$ ), que des bétons peu poreux, difficiles à sécher correctement. Cette étude montre que les résultats obtenus sont répétables, reproductibles et comparables entre différents bétons.

En conclusion, que ce soient pour des études comparatives entre bétons, des recommandations en terme de seuil dans les guides ou les cahiers des charges, ou bien des valeurs utilisées pour valider des modèles de carbonatation, il convient de toujours spécifier le mode opératoire utilisé et ses limites pour déterminer des profils et mesurer des profondeurs de carbonatation, afin d'interpréter correctement les résultats au moment des études et de laisser place à des réajustements et des améliorations au fur et à mesure de l'avancée des connaissances.

#### REMERCIEMENTS

*Les auteurs remercient chaleureusement Pierre Roussel, Josette Gawséwitch, Jean-François Bouteloup (LCPC), Christian Ramaud et Stéphanie Criado (Laboratoire régional des ponts et chaussées de Bordeaux) qui ont participé aux différentes campagnes expérimentales.*

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1 **AFGC**, Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages – Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction – État de l'art et guide pour l'élaboration d'une démarche performantielle sur la base d'indicateurs de durabilité, *Documents scientifiques et techniques de l'Association française de génie civil*, groupe de travail animé par V. Baroghel-Bouny, juillet **2004**, 252 pages.
- 2 **NF EN 13295** (octobre **2004**), *Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton – Méthodes d'essai – Détermination de la résistance à la carbonatation*, 17 pages.
- 3 **AFPC-AFREM**, Essai de carbonatation accélérée – Mesure de l'épaisseur de béton carbonaté, Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité, Compte rendu des *Journées techniques AFPC-AFREM « Durabilité des bétons »*, 11 et 12 décembre **1997**, Toulouse, pp. 153-158.
- 4 **PARROTT L.J.**, *A review of carbonation of concrete*, Cement and Concrete Association, **1987**, 42 pages.
- 5 **RAFAI N., HORNAIN H., VILLAIN G., BAROGHEL-BOUNY V., PLATRET G., CHAUSSADENT T.**, Comparaison et validité des méthodes de mesure de la carbonatation, *Revue française de génie civil*, Vol. **6**, **2**, **2002**, pp. 251-274.
- 6 **VILLAIN G., THIÉRY M., PLATRET G.**, Measurement methods of carbonation profiles in concrete : thermogravimetry, chemical analysis and gammadensimetry, *Cement and Concrete Research*, Vol. **7**, **8**, **2007**, pp. 1182-1192.
- 7 **VILLAIN G., CROQUETTE G., OUNOUGH K.**, Optimisation des essais pour la carbonatation accélérée des bétons, Actes des *Journées techniques des LPC « Durabilité »*, Bordeaux, 8 et 9 mars **2000**, pp. 117-126.
- 8 **BAROGHEL-BOUNY V., GAWSÉWITCH J., BELIN P., OUNOUGH K., ARNAUD S., OLIVIER G., BISSONNETTE B.**, Vieillessement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI<sup>e</sup> siècle – IV. Résultats issus des prélèvements effectués sur les corps d'épreuve de différents sites aux premières échéances de mesure, *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, **249**, **2004**, pp. 49-100.
- 9 **THIÉRY M.**, Modélisation de la carbonatation atmosphérique des matériaux cimentaires – Prise en compte des effets cinétiques et des modifications microstructurales et hydriques, Thèse de doctorat, LCPC, Paris, septembre **2005**, 333 pages.
- 10 **WIERIG H.**, Longtime studies on the carbonation of concrete under normal outdoor exposure, In *Proceedings of RILEM Seminar*, Hannover, Germany, **1984**, pp. 239-249.
- 11 **CHAUSSADENT T.**, *État des lieux et réflexions sur la carbonatation du béton armé*, Études et Recherches des LPC, série Ouvrages d'Art, **OA29**, Édité par LCPC Paris, septembre **1999**, 80 pages.
- 12 **VILLAIN G., THIÉRY M., ROUSSEL P.**, Détermination par gammadensimétrie de profils de séchage et de carbonatation dans les bétons, *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, **248**, **2004**, pp. 49-71.
- 13 **PAPADAKIS V.-G., VAYENAS C.-G., FARDIS M.-N.**, Fundamental modeling and experimental investigation of concrete carbonation, *ACI Materials Journal*, Vol. **8**, n° **4**, July-August **1991**, pp. 363-373.
- 14 **THIÉRY M., DANGLA P., VILLAIN G., PLATRET G., MASSIEU E., DRUON M., BAROGHEL-BOUNY V.**, Modélisation de la carbonatation atmosphérique des matériaux cimentaires, *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, **253**, **2004**, pp. 153-187.
- 15 **VILLAIN G., ROUSSEL P., THIÉRY M., BOUTELOUP J.-F., GAWSÉWITCH J.**, *Essais interlaboratoires des LPC, Étude de la carbonatation des bétons*, Rapport d'essais 2002 du LCPC (section MDB, division BCC), Opération de recherche 1B021, Sujet 4, avril **2003**, 23 pages.
- 16 **DE LARRARD F., BAROGHEL-BOUNY V.**, Vieillessement des bétons en milieu naturel, une expérimentation pour le XXI<sup>e</sup> siècle – I – Généralités et caractéristiques mécaniques initiales des bétons, *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, **225**, **2000**, pp. 51-65.
- 17 **BAROGHEL-BOUNY V., CHAUSSADENT T., CROQUETTE G., DIVET L., GAWSÉWITCH J., GODIN J., HENRY D., PLATRET G., VILLAIN G.**, *Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons – Méthodes de mesures et d'essais de laboratoire*, Méthodes d'essai n° 58 dans Techniques et Méthodes des Laboratoires des ponts et chaussées, LCPC Paris, février **2002**, 87 pages.
- 18 **AFPC-AFREM**, Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau, Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité, Compte rendu des *Journées techniques AFPC-AFREM « Durabilité des bétons »*, 11 et 12 décembre **1997**, Toulouse, pp. 121-124.
- 19 **PARROTT L.-J.**, Moisture conditioning and transport properties of concrete test specimens, *Materials and Structures*, Vol. **27**, **1994**, pp. 460-468.
- 20 **RILEM TC 116-PCD**, Recommendation of TC 116-PCD : Tests for gas permeability of concrete – Part A : Preconditioning of concrete test specimens for the measurement of gas permeability and capillary absorption of water, *Materials and Structures*, Vol. **32**, **217**, **1999**, pp. 174-179.
- 21 **RILEM TC 116-PCD**, Permeability of concrete as a criterion of its durability Final report : Concrete durability – An approach towards performance testing, *Materials and Structures*, Vol. **32**, **217**, **1999**, pp. 163-173.
- 22 **CARCASSÈS M., ABBAS A., OLLIVIER J.-O., VERDIER J.**, An optimised preconditioning procedure for gas permeability measurement, *Materials and Structures*, Vol. **35**, **2002**, pp. 22-27.
- 23 **THIÉRY M.**, *Étude de la durabilité liée aux transferts gazeux pour 2 bétons très différents*, Rapport de stage LCPC/ENTPE, août **2000**, 101 pages.
- 24 **DIVET L.**, *Les réactions sulfatiques internes au béton : contribution à l'étude des mécanismes de la formation différée de l'ettringite*, Études et Recherches des LPC, série Ouvrages d'Art, **OA40**, Édité par LCPC Paris, décembre **2001**, 227 pages.
- 25 **BAROGHEL-BOUNY V.**, *Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons, Méthodes, Analyse, interprétations*, LCPC, Paris, **1994**, 468 pages.
- 26 **COCHET D., VILLAIN G., CRIADO S., OLIVIER G.**, *Essais interlaboratoires des LPC, Carbonatation accélérée des bétons*, Rapport de synthèse, Opération de recherche 11B021, Sujet 4, mars **2006**, 24 pages.
- 27 *Carbonatation accélérée des bétons : nouvelles procédures de préconditionnement et d'essai* proposées par les LPC, Études et Recherches des LPC, série Ouvrages d'Art, **BAROGHEL-BOUNY V., VILLAIN G., THIÉRY M.**, LCPC Paris, à paraître en **2007**, 8 pages.