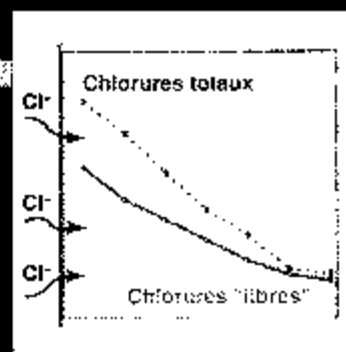
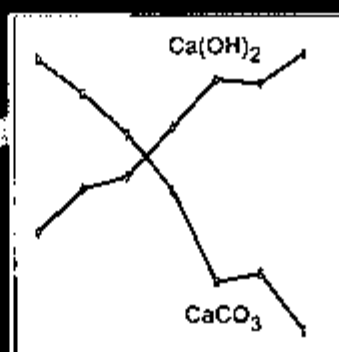
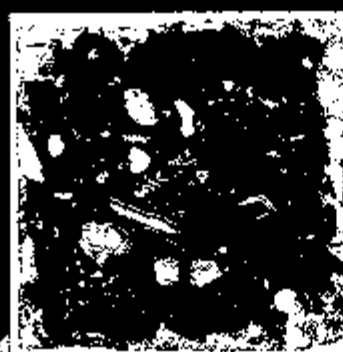
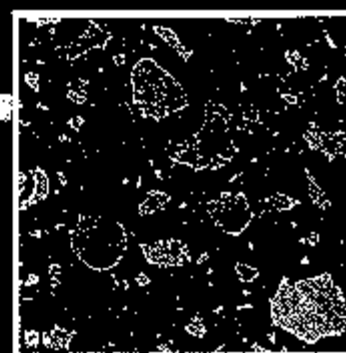
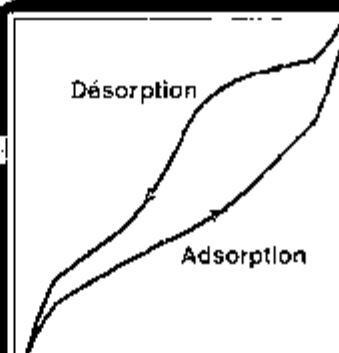




Laboratoire  
Central  
des Ponts  
et Chaussées

techniques et méthodes  
des laboratoires des ponts et chaussées

# Méthodes d'essai N°58



**Caractéristiques microstructurales  
et propriétés relatives  
à la durabilité des bétons**  
Méthodes de mesure et d'essai de laboratoire

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](mailto:diffusion-publications@ifsttar.fr)

[www.ifsttar.fr](http://www.ifsttar.fr)



# Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons

Méthodes de mesure et d'essai de laboratoire

Méthodes d'essai n° 58

Février 2002



Laboratoire Central des Ponts et Chaussées  
58, boulevard Lefebvre - 75732 Paris Cedex 15

**Ce document a été rédigé par :**

- BAROGHEL-BOUNY Véronique  
CHAUSSADENT Thierry
- CROQUETTE Gilles  
DIVET Loïc
- GAWSEWITCH Josette
- GODIN Jean
- HENRY Dominique  
PLATRET Gérard
- VILLAIN Géraldine

**Ce document est disponible au :**

**Laboratoire Central des Ponts et Chaussées**

**IST-Diffusion des Éditions**

58 boulevard Lefebvre

F-75732 Paris Cedex 15

Téléphone : 01 40 43 50 20

Télécopie : 01 40 43 54 95

Internet : <http://www.lcpc.fr>

Prix : **22,87 euros** (HT)

Ce document est propriété du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées  
et ne peut être reproduit, même partiellement, sans l'autorisation de son Directeur général  
(ou de ses représentants autorisés).

© 2002 - LCPC

ISBN 2-7208-3406-1

<b>PRÉSENTATION</b> .....	<b>5</b>
<b>PRINCIPALES NOTATIONS</b> .....	<b>6</b>

## **PARTIE 1**

<b>CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE DES BÉTONS</b> .....	<b>7</b>
--	----------

### **Méthodes 58.1 - 58.6**

▼ Introduction .....	8
58.1 Détermination du degré d'hydratation du ciment dans les bétons par perte au feu .....	12
58.2 Suivi de l'hydratation du ciment et de l'évolution des phases solides dans les bétons par analyse thermique .....	17
58.3 Détermination de l'état d'hydratation du ciment dans les pâtes de ciment durcies par microscopie électronique à balayage associée au traitement d'images .....	23
58.4 Porosimétrie des bétons durcis par intrusion de mercure .....	29
58.5 Détermination de la surface spécifique et de la distribution des tailles de pores des pâtes de ciment durcies par sorption d'azote .....	33
58.6 Détermination des caractéristiques texturales et hydriques des bétons durcis par sorption de vapeur d'eau (méthode des solutions salines saturées) .....	37

## **PARTIE 2**

<b>ÉVALUATION DES PROPRIÉTÉS RELATIVES À LA DURABILITÉ DES BÉTONS</b> .....	<b>43</b>
---	-----------

### **Méthodes 58.7 - 58.13**

▼ Introduction .....	44
58.7 Mesure de la perméabilité aux gaz des bétons durcis par un dispositif à charge constante (CEMBUREAU) .....	47
58.8 Évaluation de la profondeur de pénétration des ions chlorure dans les bétons durcis par colorimétrie .....	53
58.9 Détermination des profils de concentration en chlorures et du coefficient de diffusion des chlorures dans les bétons durcis en régime non stationnaire à partir d'un essai de diffusion .....	58

58.10	Détermination du coefficient de diffusion des chlorures dans les bétons durcis en régime stationnaire à partir d'un essai de migration sous champ électrique . . . . .	65
58.11	Détermination des profils de teneur en eau dans les bétons durcis par gammadensimétrie . . . . .	70
58.12	Détermination des profils de teneur en eau dans les bétons par sondes capacitives . . . . .	75
58.13	Évaluation de la résistance à la carbonatation à partir d'un test accéléré _ Stations d'essais disponibles dans le réseau des LPC . . . . .	81

**CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES . . . . . 87**

*La mise en place au sein du réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées d'une panoplie complète de méthodes pertinentes de mesure et d'essais de laboratoire constituait un objectif prioritaire du Thème de Recherche piloté par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées « Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages » (OA 9). En effet, une fois identifiés les paramètres intervenant dans les processus mettant en jeu la durabilité du matériau béton et des structures en béton armé, il s'avérait nécessaire de pouvoir quantifier ces paramètres à partir de mesures ou d'essais simples, avec une bonne reproductibilité et une précision adéquate.*

*Le présent recueil rassemble les méthodes de mesure et d'essais de laboratoire disponibles dans le réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées et mises au point dans le cadre du Thème de Recherche O A 9. Ce document est structuré en deux parties :*

■ **Partie 1 : Caractérisation de la microstructure des bétons,**

■ **Partie 2 : Evaluation des propriétés relatives à la durabilité des bétons.**

*La première partie concerne les caractéristiques microstructurales des matériaux à matrice cimentaire relatives, d'une part, à l'état d'hydratation (degré d'hydratation du ciment, nature et répartition spatiale des phases anhydres et hydratées, etc.) et, d'autre part, à la porosité et aux paramètres associés (surface spécifique, rayon moyen des pores, distribution des tailles de pores, etc.). Les méthodes décrites dans la seconde partie ont pour objectif d'évaluer les propriétés ayant une influence majeure sur la durabilité du béton armé, en particulier sur le processus de corrosion des armatures.*

*Les méthodes proposées dans ce recueil constituent des outils indispensables pour se prononcer avec fiabilité en matière de durabilité et pour répondre à différents problèmes pratiques : choix de formulations de bétons, comparaison des performances de différents bétons, spécification dans le cahier des charges des ouvrages par le maître d'ouvrage de critères de performances incluant des propriétés relatives à la durabilité, etc.*

*Dans le cas de certains paramètres, différentes méthodes sont envisageables pour leur détermination. Parmi ces méthodes, celles ne nécessitant pas d'appareil spécifique sont praticables dans la plupart des laboratoires. D'autres, au contraire, font appel à des dispositifs expérimentaux plus sophistiqués. Le choix devra naturellement être effectué en fonction de l'objectif de l'étude et du contexte. En outre, il pourra s'avérer nécessaire d'avoir recours à plusieurs techniques de façon complémentaire pour caractériser correctement un matériau donné.*

*Enfin, il est apparu opportun de faire apparaître, pour chacune des méthodes décrites, les coordonnées des interlocuteurs susceptibles de renseigner efficacement les personnes intéressées (futurs utilisateurs de ces méthodes, laboratoires souhaitant s'équiper, demandeurs d'essais, etc.).*

**Véronique BAROGHEL-BOUNY**

Chef de la Section Microstructure et Durabilité des Bétons  
Division BCC - Section Microstructure et Durabilité des bétons  
Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris

## PRINCIPALES NOTATIONS

ATD	: Analyse thermique différentielle
ATG	: Analyse thermogravimétrique
BET	: Brunauer, Emmett & Teller
BHP	: Béton à Hautes Performances
BJH	: Barrett, Joyner & Halenda
C-S-H	: Silicates de calcium hydratés
DTG	: Dérivée de l'analyse thermogravimétrique
ERD	: Électrons rétro-diffusés
HR	: Humidité relative
MEB	: Microscope (ou microscopie) électronique à balayage
SANS	: Diffusion des neutrons aux petits angles
SAXS	: Diffusion des rayons X aux petits angles
	: Section d'une éprouvette ou fraction d'anhydres
	: Teneur massique en ciment d'un béton
$C_{Cl}$	: Concentration en chlorures
$C_i$	: Concentration initiale en chlorures dans le matériau
$C_s$	: Concentration en chlorures à la surface d'une éprouvette de matériau
$D_{app}$	: Coefficient de diffusion apparent des ions chlorure (en régime non stationnaire)
$D_{eff}$	: Coefficient de diffusion effectif des ions chlorure (en régime stationnaire)
$E_{ciment}$	: Quantité d'eau nécessaire à l'hydratation complète d'un ciment
$E_{béton}$	: Quantité d'eau nécessaire à l'hydratation complète d'un ciment dans un béton
$F$	: Fréquence électrique ou constante de Faraday
$k$	: Coefficient caractéristique du matériau et relatif à l'avancée du front de carbonatation
$K_a$	: Perméabilité apparente (aux gaz)
$L$	: Épaisseur d'une éprouvette
$m$	: Masse
$P$	: Pression (d'entrée) de gaz
$P_{atm}$	: Pression atmosphérique
$Q$	: Flux de gaz
$R$	: Constante des gaz parfaits
$r_p$	: Rayon des pores
$s$	: Taux de saturation moyen d'une éprouvette de matériau
$S_s$	: Surface spécifique
$t$	: Temps
$T$	: Température
$V_p$	: Volume poreux
$W$	: Teneur en eau massique
$x_d$	: Profondeur de pénétration des ions chlorure dans un échantillon de matériau
$x$	: Distance entre la surface d'une éprouvette de béton et une profondeur donnée
$x_c$	: Profondeur de carbonatation dans un échantillon de matériau
$a$	: Degré d'hydratation du ciment
$\epsilon$	: Permittivité
$\rho$	: Masse volumique
$\mu$	: Viscosité dynamique d'un fluide



# Caractérisation de la microstructure des bétons

Introduction	8
<b>58.1</b> Détermination du degré d'hydratation du ciment dans les bétons par perte au feu	<b>12</b>
<b>58.2</b> Suivi de l'hydratation du ciment et de l'évolution des phases solides dans les bétons par analyse thermique	<b>17</b>
<b>58.3</b> Détermination de l'état d'hydratation du ciment dans les pâtes de ciment durcies par microscopie électronique à balayage associée au traitement d'images	<b>23</b>
<b>58.4</b> Porosimétrie des bétons durcis par intrusion de mercure	<b>29</b>
<b>58.5</b> Détermination de la surface spécifique et de la distribution des tailles de pores des pâtes de ciment durcies par sorption d'azote	<b>33</b>
<b>58.6</b> Détermination des caractéristiques texturales et hydriques des bétons durcis par sorption de vapeur d'eau (méthode des solutions salines saturées)	<b>37</b>

1

# INTRODUCTION

## L'hydratation du ciment

Le degré d'hydratation ou degré d'avancement des réactions d'hydratation du ciment ( $a$ ) est défini comme la fraction pondérale de matériau ayant réagi :

$$a = \frac{\text{masse de ciment hydraté}}{\text{masse initiale de ciment}}$$

Il s'agit d'un paramètre objectif permettant de caractériser l'évolution du béton, notamment d'un point de vue mécanique. De plus, ce paramètre est directement lié à la durabilité du matériau. En effet, les grains résiduels de clinker constituent une réserve basique. Ils sont donc bénéfiques au béton puisqu'ils renforcent les zones éventuellement exposées à des attaques chimiques. Par ailleurs, une hydratation différée du ciment est susceptible de « cicatrifier » d'éventuelles microfissures.

Différentes techniques d'évaluation du degré d'hydratation dans les pâtes de ciment ou les bétons en cours de durcissement sont présentées dans ce recueil : la perte au feu, les analyses thermiques et la microscopie électronique à balayage associée au traitement d'images. Le choix de l'une d'entre elles dépendra notamment du matériau considéré, du degré de précision recherché, des caractérisations complémentaires souhaitées et du contexte de l'étude.

## La structure poreuse des bétons durcis

Il est indispensable de caractériser de la façon la plus exacte possible la structure poreuse (ou texture) des pâtes de ciment et des bétons durcis. Dans ce but, différents paramètres peuvent être mesurés. Les principaux sont les suivants :

- ◀ porosité (volumique) totale ou volume poreux total,
- ◀ rayon moyen des pores,
- ◀ distribution des tailles de pores,
- ◀ surface spécifique.

Ces caractéristiques déterminent les propriétés mécaniques et celles liées à la durabilité du béton armé. En effet, des agents agressifs pour le béton ou les armatures sont susceptibles de pénétrer dans le matériau et de migrer à l'intérieur de celui-ci à travers le réseau poreux. Par exemple, un réseau poreux fin, rendant difficile la pénétration des agents agressifs, sera généralement une condition première pour assurer la durabilité du béton armé. En outre, la surface spécifique quantifie la surface interne du matériau qui est accessible aux agents agressifs et qui est susceptible de réagir, d'où son rôle dans les mécanismes d'interaction agents agressifs - matrice.

### *Techniques d'investigation de la structure poreuse*

Les techniques d'investigation de la structure poreuse des matériaux à base de ciment sont nombreuses. Les principales d'entre elles sont listées dans le tableau I.

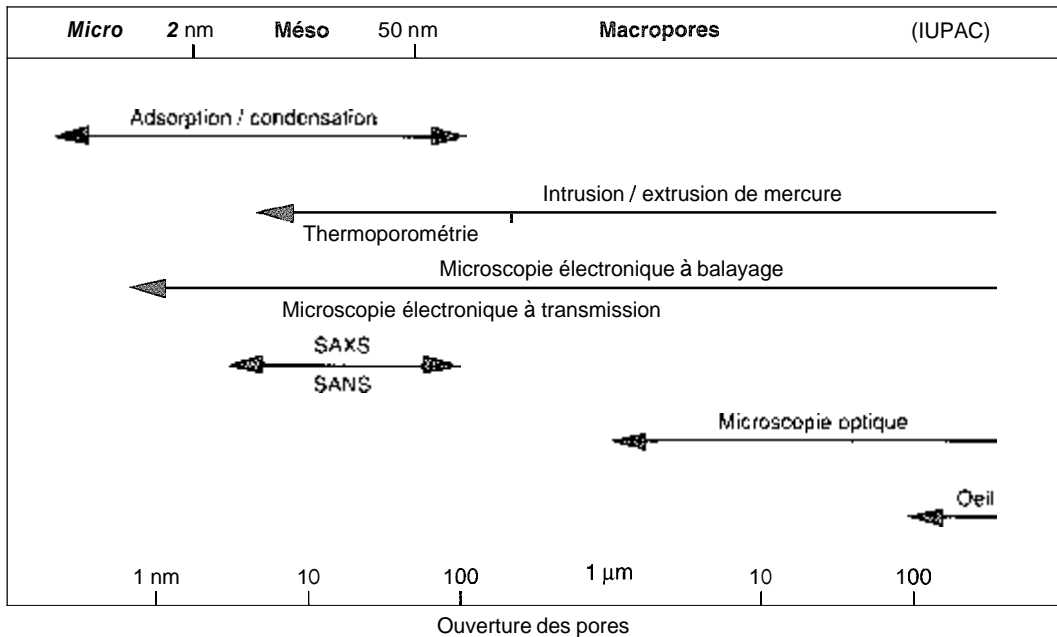
**TABLEAU**

**Principales techniques d'investigation de la structure poreuse des matériaux à base de ciment**

Catégorie	Technique
Analyse d'images	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Microscopie optique (visible, UV, etc.)</li> <li>● Microscopie électronique à balayage (MEB)</li> </ul>
Diffraction	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS)</li> <li>● Diffusion des neutrons aux petits angles (SANS)</li> </ul>
Dynamique des fluides	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Perméamétrie (exemple : à air, « méthode de BLAINE »)</li> </ul>
Hydrostatique	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Porosité accessible à l'eau par pesée hydrostatique</li> <li>● <b>intrusion de Mercure</b></li> <li>● Pycnométrie aux gaz (hélium) et aux liquides</li> </ul>
Calorimétrie	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Thermoporométrie</li> <li>● Microcalorimétrie d'adsorption</li> </ul>
Adsorption/Condensation	<ul style="list-style-type: none"> <li>● <b>Adsorption de gaz ou de vapeurs (N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, He, Ar, Kr, etc.)</b></li> </ul>

Les méthodes décrites dans le présent recueil figurent **en gras** dans ce tableau.

La technique à utiliser doit être choisie en fonction du (ou des) paramètre(s) à mesurer. En effet, si la plupart des méthodes donnent accès à l'ensemble des paramètres, chacune le fait toutefois avec plus ou moins de précision, suivant le paramètre considéré. De plus, le choix doit être conditionné par la gamme de tailles de pores à étudier (Fig. 1). Le béton (ou la pâte de ciment) durci ayant une gamme de tailles de pores très étendue, il est nécessaire de faire appel à différentes méthodes pour caractériser les différentes catégories de pores, car aucune technique n'est



**FIGURE 1**

**Domaine d'utilisation des principales techniques d'investigation de la structure poreuse des matériaux à base de ciment**

(Les différentes catégories de pores définies en fonction de leur ouverture sont celles proposées par l'IUPAC)

capable à elle seule de couvrir un tel domaine. En outre, une autre donnée à considérer est la disponibilité des techniques. En effet, certaines techniques nécessitent une installation très particulière. De ce fait, elles ne sont disponibles que dans très peu de laboratoires. Le cas extrême est sans doute celui de la diffusion des neutrons aux petits angles (SANS). Il est à noter par ailleurs que les résultats sont dans la plupart des cas obtenus à l'issue d'essais destructifs.

Les techniques les plus couramment utilisées pour la caractérisation texturale des pâtes de ciment durcies sont la mesure de la porosité à l'eau par pesée hydrostatique, les mesures par intrusion de mercure et la sorption d'azote (cette dernière l'étant notamment pour la détermination de la surface spécifique). Les mesures de porosité à l'eau et par intrusion de mercure s'appliquent également au béton durci, ce qui est plus difficile pour la sorption d'azote. Les mesures de sorption d'eau telles que décrites dans ce recueil s'appliquent aussi au béton durci. Ces trois techniques (pesée hydrostatique, intrusion de mercure et sorption) constituent en outre une panoplie d'outils tout à fait complémentaires.

Les mesures par intrusion de mercure, par sorption d'azote et par sorption d'eau sont détaillées dans ce recueil. La mesure de la porosité à l'eau par pesée hydrostatique, quant à elle, est une technique particulièrement simple donnant une valeur de porosité globale, qui fait déjà l'objet d'un mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM [1] auquel le lecteur pourra aisément se référer. Des compléments d'information sur les autres techniques apparaissant dans le tableau I pourront être trouvés dans la référence [2].

Les mesures par intrusion de mercure et par sorption d'azote sont faciles d'emploi et l'essai à proprement parler est rapide. Cependant, elles nécessitent un prétraitement des échantillons.

## *Prétraitement des échantillons*

Le problème majeur que présentent les méthodes classiques d'investigation est que l'eau résiduelle, ainsi que les gaz et les vapeurs contenus dans les pores de l'échantillon de matériau à analyser, doivent être évacués par un séchage et un dégazage de l'échantillon, préalablement à la mesure proprement dite. Ce prétraitement est indispensable pour que l'ensemble du réseau poreux soit accessible au fluide à injecter. Or, le résultat de l'investigation de la structure poreuse peut être très dépendant du prétraitement appliqué (température, humidité relative, pression totale et durée). Cela peut rendre difficile l'interprétation des valeurs obtenues. Ainsi, la porosité et la surface spécifique d'un solide microporeux déterminées par sorption d'azote peuvent facilement varier de  $\pm 30\%$ , selon la procédure de séchage adoptée.

Il faut savoir que lors du prétraitement, un séchage insuffisant réduira l'accès au réseau poreux et l'on obtiendra alors des valeurs sous-estimées de porosité et de surface spécifique. A contrario, un prétraitement trop violent peut conduire à des altérations de la microstructure de l'échantillon de matériau :


- ◀ collapsus des particules solides générant des retraits momentanément irréversibles et donc un resserrement du réseau poreux. La réouverture des pores ne se produira qu'après ré-exposition à la vapeur d'eau,
- ◀ apparition de microfissures susceptibles de perturber d'éventuelles mesures ultérieures de perméabilité,
- ◀ altération des hydrates,
- ◀ perte d'eau chimiquement liée.

En résumé, les résultats obtenus par les techniques utilisant un prétraitement ne reflètent pas les caractéristiques du matériau vierge (initial), mais celles du matériau « sec » (éventuellement altéré). Il est important d'ajouter que l'état « sec » n'est pas défini de manière absolue pour un béton durci. La notion d'état « sec » est toujours relative au protocole de « séchage » adopté et cet état varie grandement en fonction des conditions de ce protocole (température, humidité relative, pression totale et durée).

## Références bibliographiques

- [1] Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau : Mode opératoire recommandé, dans « Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la *durabilité* », Compte-rendu des Journées Techniques AFPC-AFREM « Durabilité des Bétons », 11-12 déc. 1997, Toulouse, France (LMDC, 1998), pp. 121-124.
- [2] BAROGHEL-BOUNY V. (1994), Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons - Méthodes, analyse, interprétations, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 468 p.

## Contact

- ⋮  **V. Baroghel-Bouny**     01 40 43 51 32     [baroghel@lcpc.fr](mailto:baroghel@lcpc.fr)
- ⋮ **LCPC - Division BCC - Section Microstructure et Durabilité des Bétons**
- ⋮ fax : 01 40 43 54 98

Méthode  
58.1

# DÉTERMINATION DU DEGRÉ D'HYDRATATION DU CIMENT DANS LES BÉTONS PAR PERTE AU FEU

## Objet de la mesure et domaine d'application

L'objectif de cet essai est d'évaluer le degré d'hydratation du ciment dans un béton, de façon simple et rapide en laboratoire. Les déterminations peuvent être réalisées sur du béton provenant d'éprouvettes moulées ou sur des carottes prélevées sur ouvrage.

La perte au feu caractéristique de l'hydratation du ciment est accessible par ce mode opératoire quel que soit le ciment. Toutefois, en ce qui concerne le degré d'hydratation, le calcul proposé ne s'applique de manière simple qu'à des bétons formulés avec des ciments de type CPA-CEM I.

## Principe de la mesure

L'essai consiste à déterminer la perte de masse d'un échantillon de béton soumis à un chauffage à 550 °C, l'échantillon ayant été préalablement séché afin de s'affranchir de l'eau libre présente dans les pores du matériau. Cette perte de masse est considérée conventionnellement comme étant représentative de la quantité d'eau chimiquement liée dans les hydrates du ciment (eau d'hydratation).

La détermination du degré d'hydratation s'effectue à partir de la quantité d'eau d'hydratation ainsi déterminée et de la formulation du béton considéré (composition du béton et nature du ciment). Il convient donc de connaître cette formulation *a priori* ou de l'évaluer à partir d'analyses physico-chimiques et minéralogiques appropriées [1].

Une étape supplémentaire peut également être effectuée pour quantifier la teneur en carbonates (pâte de ciment carbonatée et granulats calcaires). Il s'agit alors de déterminer la perte de masse de l'échantillon entre 550 et 1100 °C.

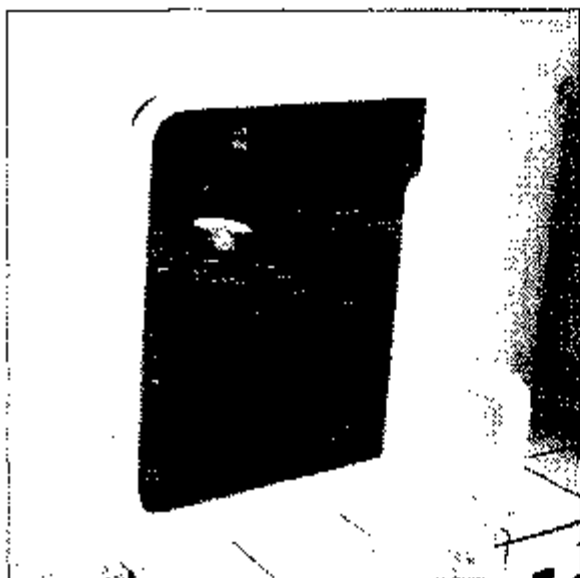
## Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est constitué de matériels courants de laboratoire

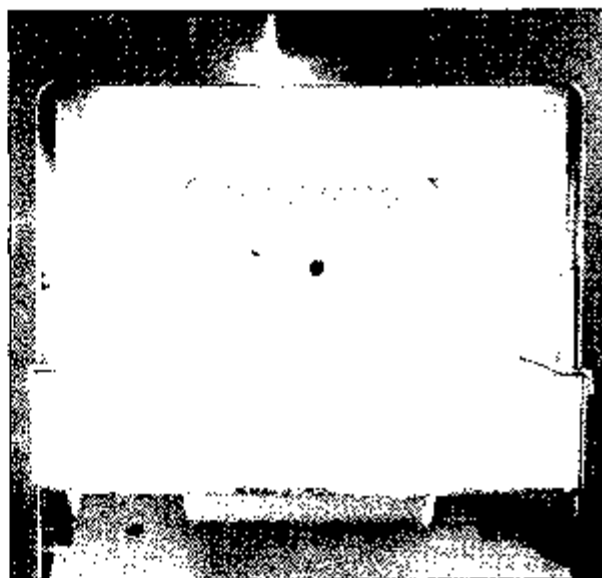
- ◀ étuve programmable à  $\pm 2$  °C,
- ◀ four programmable jusqu'à 1100 °C à  $\pm 10$  °C,
- ◀ balance de précision à 0,1 mg,
- ◀ creuset en platine pouvant contenir jusqu'à 20 g d'échantillon,
- ◀ dessiccateur contenant du gel de silice.

Le matériel utilisé est présenté sur les figures 2 et 3.

## ESSAI DE PERTE AU FEU



**FIGURE 2**  
Étuvage à 80 °C.



**FIGURE 3**  
Chauffage à 550 °C puis à 100 °C.

## Méthodologie

L'essai comprend trois étapes :

- ① Préparation de l'échantillon.
- ② Détermination de l'eau chimiquement liée.
- ③ Détermination de la teneur en CO<sub>2</sub> des carbonates.

### Préparation de l'échantillon

Un échantillon représentatif doit être prélevé sur le corps d'épreuve en respectant les règles d'échantillonnage.

L'échantillon est ensuite concassé pour obtenir une granulométrie inférieure à 2,5 mm. De la même manière que précédemment, une partie représentative des concassats est prélevée et mise dans un creuset en platine préalablement calciné et taré. Soit  $M_{\text{béton}}$  la masse de béton.

Le creuset est introduit dans l'étuve à 80 °C\* pour sécher l'échantillon. Des pesées sont effectuées régulièrement\*\* jusqu'à masse constante (perte inférieure à 0,5 % entre deux pesées consécutives). Chaque pesée est réalisée après avoir laissé refroidir le creuset contenant le béton pendant 15 minutes dans un dessiccateur contenant du gel de silice. Soit  $M_{\text{béton sec}}$  la masse finale.

La perte relative de masse correspondant à l'eau libre est alors égale à :

$$\Delta M_{\text{eau libre}} = (M_{\text{béton}} - M_{\text{béton sec}}) / M_{\text{béton}}$$

\* D'autres températures de séchage sont possibles. Toutefois, en ce qui concerne les températures inférieures à 80 °C, le temps nécessaire à un séchage complet peut être un handicap. Pour les températures supérieures, notamment 105 °C qui est souvent citée dans la littérature, l'éventuelle dégradation d'une partie des silicates de calcium hydratés C-S-H peut conduire à minorer la teneur en eau chimiquement liée et, par conséquent, le degré d'hydratation du ciment.

\*\* Au début de l'essai, il est conseillé de faire une pesée toutes les heures. Cela permet d'estimer les échéances des autres pesées et la durée totale de l'essai.

### Détermination de la teneur en eau chimiquement liée

On introduit alors le creuset contenant les concassats\* secs dans le four dont la température a été préalablement réglée à 550 °C.

Après 30 minutes, le creuset est laissé à refroidir pendant 15 minutes dans un dessiccateur contenant du gel de silice, puis il est pesé. L'opération est répétée jusqu'à obtenir une masse constante (perte inférieure à 0,5 %). Soit  $M_{550\text{ °C}}$ , la masse de l'échantillon. La perte relative de masse à 550 °C est égale à :

$$\Delta M_{\text{eau d'hydratation}} = (M_{\text{béton sec}} - M_{550\text{ °C}}) / M_{\text{béton sec}}$$

### Détermination de la teneur en CO<sub>2</sub> des carbonates

Le creuset contenant les concassats (ou les broyats) est introduit dans le four dont la température a été préalablement réglée à 1100 °C.

Après 30 minutes, le creuset est mis à refroidir pendant 15 minutes dans un dessiccateur contenant du gel de silice, puis il est pesé. L'opération est répétée jusqu'à avoir une masse constante (perte inférieure à 0,5 %). Soit  $M_{1100\text{ °C}}$ , la masse de l'échantillon. La perte relative de masse entre 550 et 1100 °C est égale à :

$$\Delta M_{\text{CO}_2 \text{ des carbonates}} = (M_{550\text{ °C}} - M_{1100\text{ °C}}) / M_{\text{béton sec}}$$

## Exploitation des résultats

### Perte d'eau totale

À partir des déterminations réalisées, il est possible de comparer la perte d'eau totale mesurée avec la teneur nominale (ou évaluée) en eau du béton.

La perte relative d'eau totale  $\Delta M_{\text{eau totale}}$  est égale à :

$$\Delta M_{\text{eau totale}} = (M_{\text{béton}} - M_{550\text{ °C}}) / M_{\text{béton}}$$

Cette comparaison permet de quantifier les écarts entre les mesures et la formulation théorique (ou évaluée) du béton et, en prenant toutes les précautions nécessaires, de formuler des hypothèses sur ces écarts. On notera notamment que la teneur en eau libre peut être minorée ou majorée suivant les conditions hygrométriques dans lesquelles se trouvait le béton.

### Estimation de la porosité

La teneur en eau libre mesurée permet une estimation de la porosité du béton. Cette eau libre occupe en effet une partie du réseau poreux. En considérant la masse volumique de l'eau,  $\rho_{\text{eau}}$ , égale à 1 g.cm<sup>-3</sup>, la perte relative de masse par gramme de béton en g.g<sup>-1</sup>, correspond à un volume de pores par gramme de béton en cm<sup>3</sup>.g<sup>-1</sup>.

On a donc :

$$\text{Porosité} = \Delta M_{\text{eau libre}}$$

\* Lorsque d'autres déterminations effectuées en parallèle nécessitent d'avoir un échantillon broyé (par exemple à 0,315 mm pour réaliser une attaque sélective à l'acide nitrique 0,25 N destinée à l'analyse de certains éléments du béton), il est possible d'utiliser ces broyats à la place des concassats. Un des avantages est la possibilité de diminuer la prise d'essai ainsi que la durée de l'essai. Les conditions de stockage avant la détermination de la teneur en eau chimiquement liée doivent toutefois être optimisées pour éviter toute reprise d'humidité ou carbonatation.



Il convient de préciser que cette porosité peut être surestimée compte tenu de la déshydratation possible de certains composés du béton ou sous-estimée si le béton n'est pas saturé en eau au début de l'essai. Il est recommandé toutefois de ne pas saturer l'échantillon avant l'essai, compte tenu d'une éventuelle poursuite de l'hydratation susceptible de modifier la mesure. La porosité à l'eau du matériau peut être déterminée par pesée hydrostatique selon le mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM [2].

### Estimation du degré d'hydratation

Il s'agit de calculer le degré d'hydratation ( $\alpha$ ) du ciment dans le béton à partir de la perte relative de masse  $\Delta M_{\text{eau d'hydratation}}$  qui correspond à la déshydratation des composés hydratés du béton.

Le degré d'hydratation est obtenu en divisant la perte relative de masse par la quantité d'eau qui serait nécessaire pour avoir une hydratation complète du ciment dans le béton. Cette quantité,  $E_{\text{béton}(\infty)}$ , est égale au produit de la teneur en ciment,  $C$ , du béton par un coefficient,  $E_{\text{ciment}(\infty)}$ , correspondant au ciment seul.

La teneur en ciment,  $C$ , du béton est, soit connue a priori, soit évaluée. Compte tenu que la perte relative de masse  $\Delta M_{\text{eau d'hydratation}}$  est exprimée par rapport à la masse de béton sec, il convient dans la mesure du possible d'exprimer la teneur en ciment de la même façon.

Le coefficient  $E_{\text{ciment}(\infty)}$  est calculé à partir de la composition minérale du ciment. Le tableau II récapitule le principe de détermination de ce coefficient pour un ciment de type CPA-CEM I [3]. En l'absence de données sur cette composition, il est possible de faire les calculs en prenant  $E_{\text{ciment}(\infty)} = 0,25$ . Cette dernière valeur correspond à une moyenne pour ce type de ciment [4].

Le degré d'hydratation ( $\alpha$ ) est donc égal à :

$$\alpha = [\Delta M_{\text{eau d'hydratation}}] / [C \cdot E_{\text{ciment}(\infty)}]$$

**Remarque :** Pour les autres types de ciment, la détermination de  $E_{\text{ciment}(\infty)}$  est difficile compte tenu des réactions supplémentaires (hydrauliques ou pouzzoloniques) pouvant intervenir avec les additions présentes (laitiers, cendres volantes, etc.) pendant l'hydratation du ciment. Lorsque l'on dispose du ciment, il est toutefois possible de déterminer  $E_{\text{ciment}(\infty)}$  expérimentalement en suivant au cours du temps la teneur en eau chimiquement liée d'un mélange de ce ciment avec une quantité d'eau suffisante.

TABLEAU II

Détermination de la quantité d'eau nécessaire à l'hydratation complète du ciment (exemple de calcul pour un ciment CPA-CEM I)

Composant anhydre	Composition potentielle du ciment anhydre selon Bogue (%)	Masse d'eau nécessaire à l'hydratation complète de chaque composant (%)	
		Par unité de masse du composant*	Par unité de masse de ciment anhydre
C <sub>3</sub> S	68,80	24	16,5
C <sub>2</sub> S	7,50	21	1,6
C <sub>3</sub> A	8,10	40	3,2
C <sub>4</sub> AF	9,20	37	3,4
Autres	6,40		
Masse d'eau nécessaire à l'hydratation complète du ciment (par unité de masse de ciment anhydre)			24,7 %

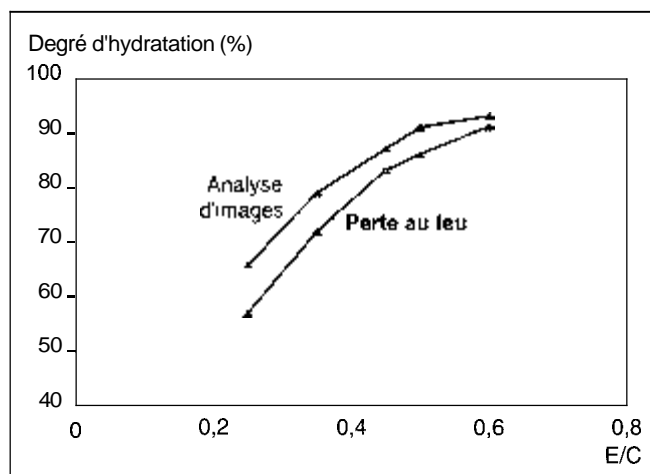
\* L'eau nécessaire est déterminée à partir de la stoechiométrie de la réaction d'hydratation du composé en faisant le rapport des masses eau/composé. À titre d'exemple, la réaction  $C_3S + 3H \rightarrow C-S-H + 2 CH$  conduit à un rapport eau/C<sub>3</sub>S égal à  $(3 \times 18)/228$ , soit 24 %.

## Exemples d'utilisation de la méthode

Les résultats présentés sur la figure 4 montrent la variation du degré d'hydratation d'un ciment CPA-CEM I dans une pâte âgée de deux ans en fonction du rapport eau/ciment [5]. La corrélation entre les deux méthodes testées (perte au feu entre 105 et 550 °C et analyse d'images de microscopie électronique à balayage [6]) est relativement bonne, même s'il existe des différences, notamment aux faibles rapports eau/ciment. Les valeurs obtenues par analyse d'images sont toujours plus élevées que celles obtenues par perte au feu. Ces différences ont été expliquées par plusieurs paramètres inhérents à chacune des méthodes (résolution des images obtenues au MEB, déshydratation de certains hydrates avant 105 °C par perte au feu, etc.) [5].

**FIGURE 4**

Degré d'hydratation déterminé par analyse d'images MEB et par perte au feu pour des pâtes de ciment CPA-CEM I âgées de deux ans et de différents rapports E/C.



## Références bibliographiques

- 1 LONGUET P., DELOYE F.-X., Exploitation des données apportées par l'analyse du béton durci, Annales de l'ITBTP, n° 417, série béton 216, 1983, pp. 14-31.
- 2 Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau : Mode opératoire recommandé, dans « Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité », Compte-rendu des Journées Techniques AFPC-AFREM, « Durabilité des Bétons », 11-12 déc. 1997, Toulouse, France, (LMDC, 1998), pp. 121-124.
- 3 HUA C., ACKER P., EHLACHER A., Retrait d'autodessiccation du ciment : Analyse et modélisation macroscopique, Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 196, 1995, pp. 79-89.
- 4 MOURET M., BASCOUL A., ESCADEILLAS C., Study of the degree of hydration of concrete by means of image analysis and chemically bound water, *Advanced Cement Based Materials*, vol. 6, n° 3-4, oct.-nov. 1997, pp. 109-115.
- 5 CHAUSSADENT T., BAROGHEL-BOUNY V., PLATRET G., RAFAI N., HORNAIN H., AMMOUCHE K., Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages. Paramètres utiles pour l'étude de la carbonatation : influence du rapport E/C sur les propriétés microstructurales des pâtes de ciment durcies, Rapport de synthèse LCPC/LERM (Thème de Recherche OA9 - Sujet n° 2 - Programme 2.1) juin 1999, 33 p.
- 6 Détermination de l'état d'hydratation du ciment dans les pâtes de ciment durcies par microscopie électronique à balayage associée au traitement d'images, dans ce même recueil, pp. 23-28.

## Contact

☎ T. Chaussadent ☎ 01 40 43 52 40 ✉ [chaussadent@lcpc.fr](mailto:chaussadent@lcpc.fr)  
 : LCPC - Service de Physico-Chimie des Matériaux  
 : fax : 01 40 43 65 14

# Méthode 58.2 SUIVI DE L'HYDRATATION DU CIMENT *ET* DE L'ÉVOLUTION DES PHASES SOLIDES DANS LES BÉTONS PAR ANALYSE THERMIQUE

## Objet et domaine d'application

L'objectif de cet essai est de déterminer les teneurs de certaines phases solides caractéristiques du béton. Il est ainsi possible d'évaluer la teneur en portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  qui est directement liée au degré d'hydratation du ciment. D'autres phases solides peuvent aussi être quantifiées avec pour objectif l'évaluation de la durabilité du béton. La mesure de la teneur en carbonate de calcium est par exemple utile pour connaître le degré de carbonatation du béton.

Ce mode opératoire décrit le déroulement d'une analyse thermique simultanée appliquée à un échantillon de béton, qui comprend une analyse thermogravimétrique (ATG) et une analyse thermique différentielle (ATD).

## Principe

Le principe de l'analyse thermogravimétrique est de mesurer, en fonction du temps ou de la température, les variations de masse d'un échantillon soumis à un programme de température déterminé.

Le principe de l'analyse thermique différentielle est de mesurer, en fonction du temps ou de la température, la différence de température entre un échantillon et une référence, provoquée par toute modification physique et/ou chimique de l'échantillon, lorsqu'ils sont soumis à une même loi de variation de température.

Ces deux méthodes permettent d'obtenir des données soit qualitatives soit quantitatives.

La thermogravimétrie et sa dérivée, notée DTG, quantifient les diverses pertes ou reprises de masse observées au cours de l'essai.

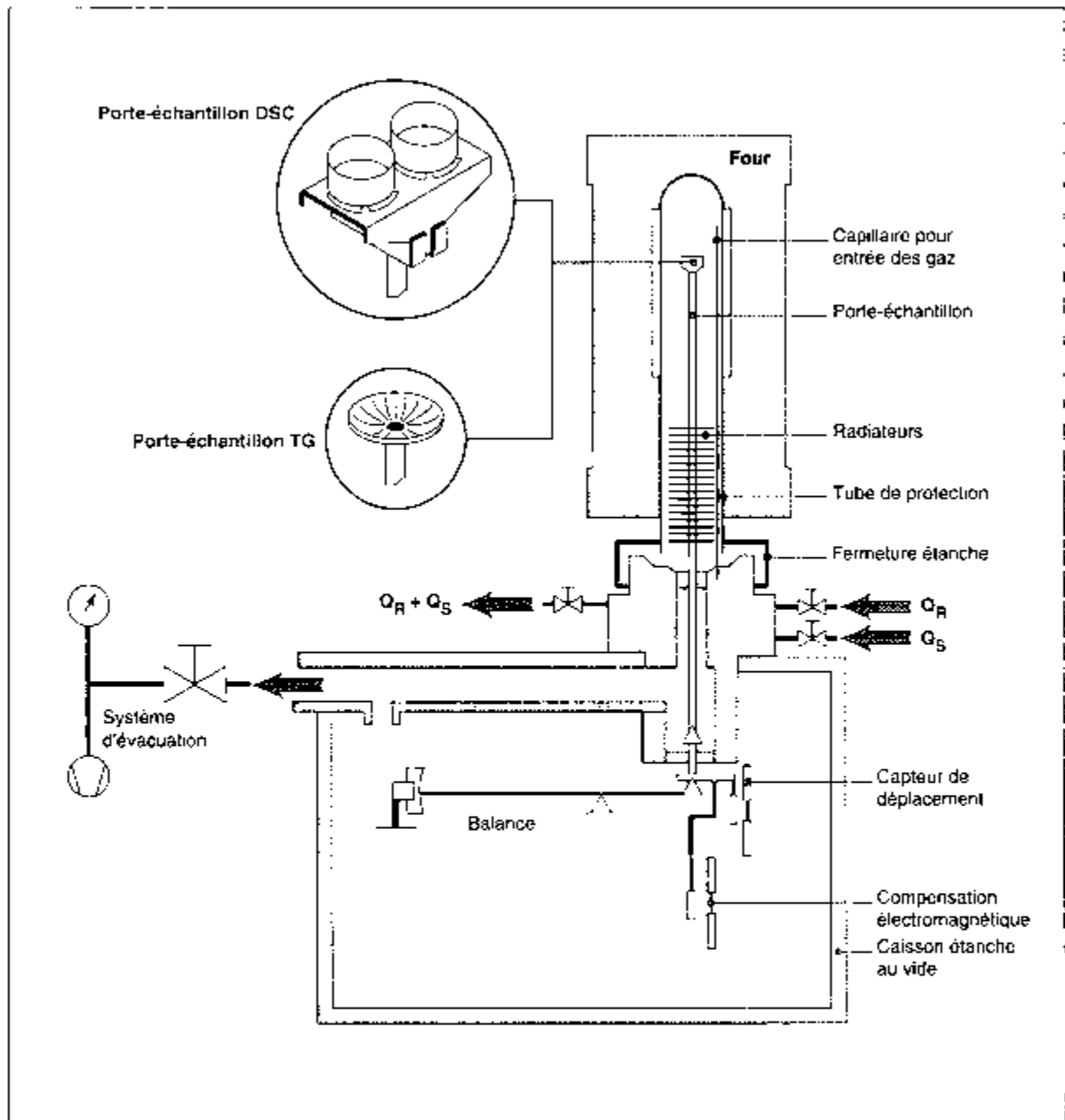
L'analyse thermique différentielle permet une identification des phases responsables des différents pics endothermiques ou exothermiques observés (pertes ou reprises de masse, recristallisations, transformations  $\alpha \rightarrow \beta$ , etc.).

## Dispositif expérimental

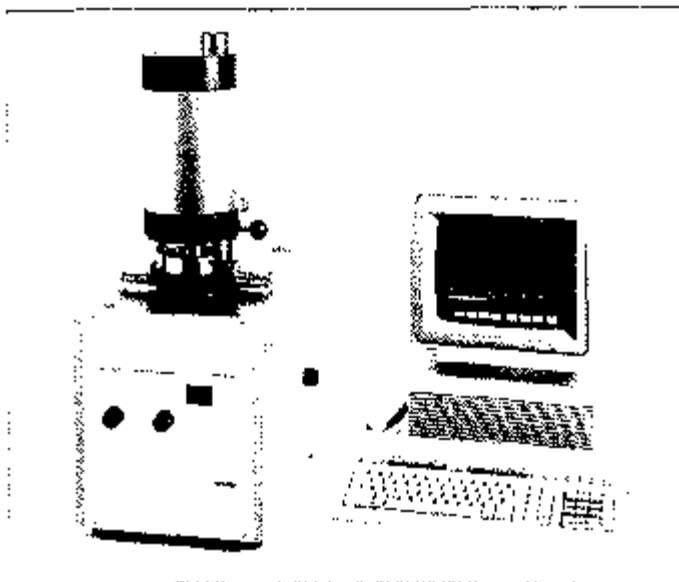
Le matériel nécessaire est le suivant :

- ◀ une thermobalance ou analyseur thermique simultané (de 25 à 1200 °C),
- ◀ une balance permettant de mesurer la masse initiale de l'éprouvette avec une précision de  $\pm 0,1$  mg,
- ◀ des creusets de platine.

La figure 5 donne le principe de fonctionnement d'une thermobalance et la figure 6 présente l'analyseur thermique simultané utilisé au LCPC.



**FIGURE 5**  
*Principe de fonctionnement d'une thermobalance.*



**FIGURE 6**  
*Analyseur thermique simultané.*

## Méthodologie

### *Préparation de l'échantillon*

L'échantillon de béton à analyser est broyé à 80 ou 315  $\mu\text{m}$ , puis placé dans un flacon en plastique muni d'un bouchon étanche.

Une prise d'essai de l'ordre de 180 à 230 mg est placée dans un creuset en platine compatible avec l'analyseur et pesée avec précision.

### *Réglages et étalonnages de l'appareil*

Tout appareil analytique nécessite des réglages ou des procédures de correction afin de donner des résultats fiables et corrects.

Les étalonnages et les corrections des dérives de l'appareil portent sur :

- ↘ l'étalonnage en température,
- ↘ l'étalonnage de la masse,
- ↘ la correction de la poussée d'Archimède ou correction de la variation apparente de la masse en fonction de la température.

Les méthodes utilisées varient en fonction du type de thermobalance et doivent être effectuées selon des procédures définies en accord avec les constructeurs des appareils.

L'étalonnage et la vérification de la masse peuvent s'effectuer soit par pesage de poids calibrés soit par analyse thermogravimétrique de produits de référence (carbonate de calcium RP, oxalate de calcium RP).

Le creuset utilisé lors des analyses est calciné et taré avant l'introduction de la prise d'essai et est manipulé ensuite avec des pinces.

### *Description de l'essai*

Selon la nature du liant entrant dans la composition du béton à analyser, l'essai se déroule soit sous atmosphère inerte soit sous air. Dans le cas d'un essai sous atmosphère inerte, la thermobalance doit être dégazée soit par mise sous vide suivie d'un remplissage par le gaz inerte soit par un long balayage par le gaz inerte avant de commencer les mesures.

L'analyse thermique est conduite suivant le programme de température suivant :

↳ départ depuis la température ambiante (proche de 25 °C),  
 ↳ un chauffage linéaire de la température jusqu'à 1150 °C avec une vitesse de 10 °C/min avec les conditions suivantes :

- soit sous balayage d'azote (80 mL/min),
- soit sous balayage d'air (80 mL/min).

*Remarque1* : Le débit du gaz de travail (azote ou air) doit rester constant tout au long de l'essai.

## Exploitation des résultats [1]

L'exploitation des courbes se fait suivant un protocole qui est fonction du logiciel de l'appareil et doit respecter les points suivants selon les possibilités de chaque appareil :

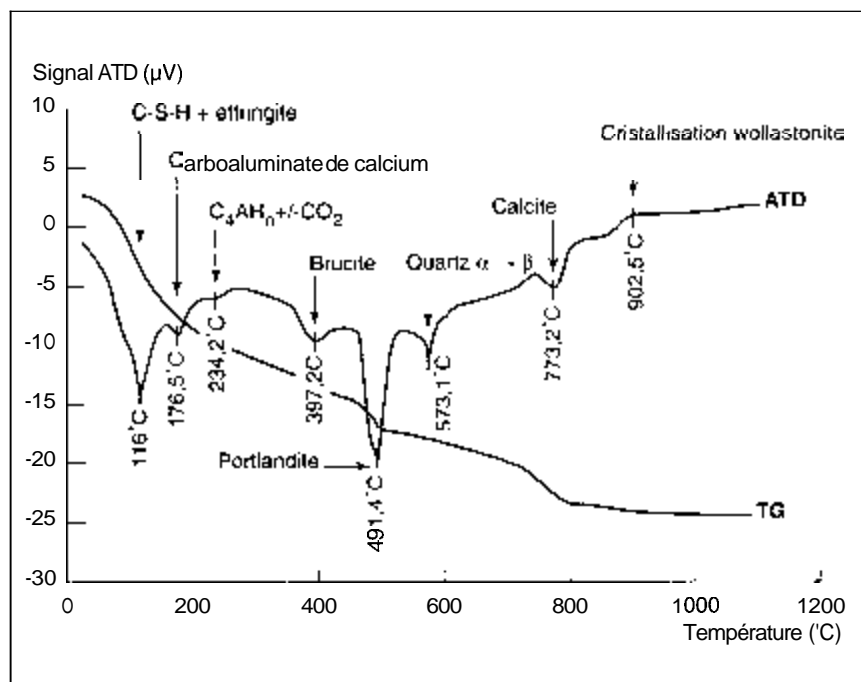
- ↳ axe des ordonnées en milligramme ou en pourcentage de variation de masse,
- axe des abscisses en température (°C) ou en temps,
- ↳ lissage de la courbe (fonction du logiciel),
- ↳ correction de la poussée d'Archimède (fonction du logiciel),
- ↳ calcul et affichage de la courbe dérivée (fonction du logiciel),
- 4 calcul des différentes variations de masse,
- calcul de la température des maximums des pics ATD.

### *Courbe thermogravimétrique (ATG) et courbe dérivée (DTG)*

La courbe DTG permet de mieux calculer les variations de masse en précisant avec netteté les températures de début et de fin de réaction donnant naissance aux divers accidents enregistrés sur la courbe ATG. Un exemple est présenté en figure 7.

**FIGURE 7**

Courbes ATG et ATD types, obtenues avec un échantillon de béton.



La thermogravimétrie permet de déterminer :

- ↘ la teneur en eau provenant de la déshydratation :
  - des C-S-H et de l'ettringite,
  - de la brucite,
  - de la portlandite,
  - de l'eau de constitution de divers minéraux rencontrés soit dans les gravillons soit dans les sables,
- ↙ la teneur en gaz carbonique CO<sub>2</sub> provenant de la décomposition
  - de la dolomite,
  - de la calcite des granulats,
  - de la calcite provenant de la carbonatation du liant,
- ↙ la perte au feu totale de l'échantillon de béton.

*Remarque 2 : Pour les ciments CPA-CEM I, la quantité de portlandite, issue de l'hydratation du C<sub>2</sub>S et du C<sub>3</sub>S, est une caractéristique du degré d'hydratation du ciment. Pour les ciments formulés avec des composés tels que fumées de silice, cendres volantes, etc., la quantité de portlandite est une caractéristique qui prend en compte à la fois l'hydratation du C<sub>2</sub>S et du C<sub>3</sub>S et la réaction pouzzolanique entre la portlandite et ces composés.*

*Remarque 3 : L'analyse thermogravimétrique, méthode dynamique, permet de différencier le carbonate de calcium provenant des granulats de celui provenant de la carbonatation de la pâte de ciment durcie [2].*

### *Courbe d'analyse thermique différentielle (ATD)*

La courbe ATD (Fig. 7) permet d'identifier les phases ayant provoqué des pics endothermiques ou exothermiques, par la température maximale de ces pics comme par exemple :

- ↙ 110-130 °C : C-S-H et ettringite,
- 175-190 °C : monocarboaluminate de calcium hydraté,
- 230-240 °C : aluminat de calcium hydraté,
- ↙ 250-270 °C : géhlénite hydratée,
- ↙ 390-400 °C : brucite,
- 460-510 °C : portlandite,
- ↙ 575-579 °C : quartz,
- ↙ 650-750 °C : calcite de carbonatation,
- 780-800 °C : partie magnésienne de la dolomite,
- ↘ 850-920 °C : calcite,
- ↙ 900-930 °C : cristallisation de la wollastonite.

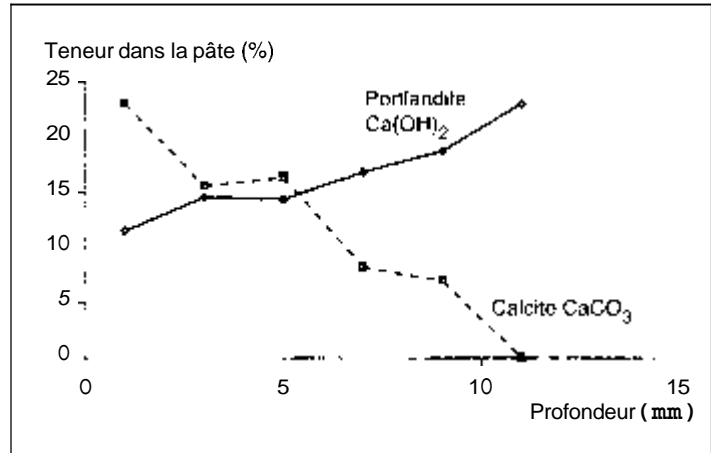
La courbe ATD permet également de déterminer quantitativement la teneur en certains minéraux comme le quartz, en calculant l'aire du pic de transformation SiO<sub>2</sub>α → SiO<sub>2</sub>β.

### Exemple d'utilisation de la méthode

La figure 8 présente l'évolution des teneurs en portlandite Ca(OH)<sub>2</sub> et en calcite CaCO<sub>3</sub> dans un échantillon de pâte de ciment durcie (CPA-CEM I, E/C = 0,45) soumis à un essai de carbonatation accélérée de sept jours. Ces résultats ont été comparés à la détermination du front de carbonatation par phénolphthaleïne. Ce dernier se situe à environ 6 mm. Cela signifie que cette dernière méthode n'est sensible qu'à partir d'une certaine teneur en portlandite.

**FIGURE 8**

Détermination des teneurs en portlandite et en calcite dans une pâte de ciment durcie (CPA-CEM I, E/C = 0,45) soumise à une carbonatation accélérée pendant 7 jours.



## Références bibliographiques

- [1] Norme NF T 01-021, Analyse thermique : Vocabulaire - Présentation des résultats, déc. 1974.
- [2] PLATRET G., DELOYE F.-X., Thermogravimétrie et carbonatation des ciments et des bétons, Actes des Journées des Sciences de l'Ingénieur, 4-7 oct. 1994, Giens, France, vol. 1, 1994, pp. 237-243.

## Contact

••••• G. Platret ☎ 01 40 43 51 47 ✉ platret@lcpc.fr  
••••• **LCPC - Service de Physico-Chimie des Matériaux**  
••••• fax : 01 40 43 65 14



# Méthode 58.3 DÉTERMINATION DE L'ÉTAT D'HYDRATATION DU CIMENT DANS LES PÂTES DE CIMENT DURCIES PAR MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE ASSOCIÉE AU TRAITEMENT D'IMAGES

## Objet de la mesure et domaine d'application

Cette procédure de caractérisation s'applique principalement aux pâtes de ciment. Elle permet d'une part, de déterminer le degré d'hydratation et, d'autre part, d'obtenir des informations sur la distribution spatiale des différentes phases de la pâte de ciment (porosité, anhydres et hydrates) [1].

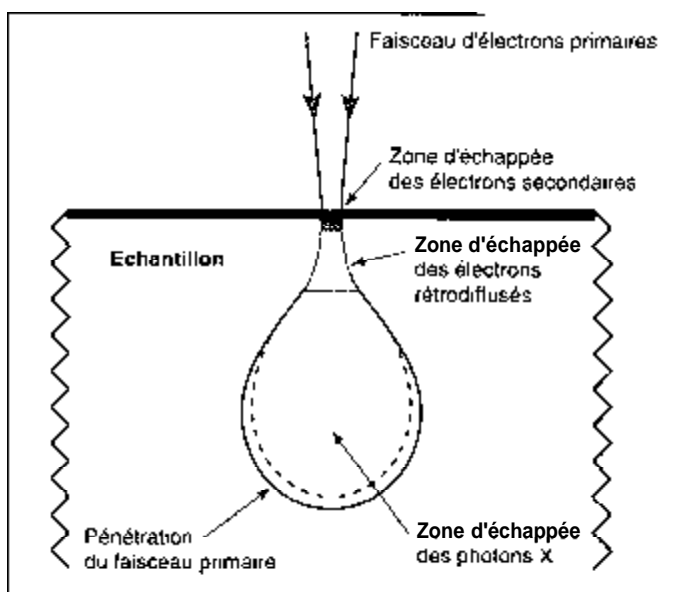
Cette procédure peut aussi être utilisée pour caractériser d'un point de vue qualitatif le matériau « béton ». Elle permet alors de visualiser de manière comparative l'état d'hydratation.

## Principe de la mesure

La détermination du degré d'hydratation se fait en deux étapes :

- ↳ obtention de l'image par microscopie électronique à balayage,
- ↳ traitement de l'image.

Le principe de la microscopie électronique à balayage (MEB) consiste à déplacer un faisceau d'électrons de haute énergie et très focalisé (environ 50 nm de diamètre) suivant une série de lignes parallèles sur la surface de l'échantillon à analyser (Fig. 9). L'interaction du faisceau d'électrons avec la surface induit différents phénomènes.



**FIGURE 9**

*Effets du bombardement électronique sur la matière (principe du MEB).*

Pour cette caractérisation, les images sont obtenues en utilisant la technique des électrons rétrodiffusés sur surfaces polies qui permet de visualiser un contraste de composition ou de numéro atomique. En effet, le taux d'émission des électrons rétrodiffusés augmente notablement en fonction du numéro atomique de la cible. Cela explique les différences de niveaux de gris dans l'image obtenue de la surface d'un échantillon poli. Les phases « lourdes » apparaissent plus claires que les phases « légères ». La discrimination entre les différentes phases de la pâte de ciment repose sur le numéro atomique. Le numéro atomique moyen d'une phase correspond à celui des éléments constitutifs pondérés par leur proportion relative. Ainsi, les taches très claires voire blanches, représentent les grains anhydres, les zones plus foncées (grises) correspondent aux hydrates et les surfaces noires caractérisent les vides.

Un traitement d'images adapté permet alors le seuillage et la mesure de la surface de chaque phase.

La fraction initiale volumique de ciment anhydre, connue théoriquement d'après les paramètres de formulation, et la mesure par analyse d'images des résidus anhydres à l'instant t dans la pâte de ciment permettent alors de déterminer le degré d'hydratation.

## Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental décrit ici est celui du LCPC (Fig. 10). Il s'agit d'un microscope électronique numérique. Les images ont pour dimensions 712 x 484 pixels et chaque pixel peut varier entre 256 niveaux de gris.

**FIGURE 10**

*Vue d'ensemble d'un microscope électronique à balayage.*



## Méthodologie

La détermination du degré d'hydratation s'effectue en trois étapes :

- ① Préparation de l'échantillon.
- ② Visualisation de l'hydratation par microscopie.
- ③ Traitement et analyse des images.

### *Préparation des échantillons*

Les essais sont généralement réalisés sur des éprouvettes de pâte de ciment. La dimension des échantillons ne doit pas dépasser 4 cm de diamètre et 10 mm d'épaisseur compte tenu de l'appareillage. Pour cela, les échantillons sont découpés par sciage en utilisant comme liquide de refroidissement une solution d'éthanol saturée en hydroxyde de calcium ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) [2]. Cette procédure permet d'éviter la dissolution des hydrates ainsi que l'hydratation des grains anhydres résiduels. L'arrêt de l'hydratation est ensuite effectué par immersion de l'échantillon dans l'azote liquide pendant 30 minutes.

L'échantillon est alors introduit dans un lyophilisateur (pression de travail = 0,1 mbar et température du plateau = - 10 °C) pendant sept jours.

À cette échéance, l'échantillon est imprégné dans une résine époxy qui permet de consolider la pâte afin d'éviter qu'elle se désagrège au cours du polissage. Le polissage à l'aide d'un abrasif diamanté adéquat est réalisé jusqu'au micromètre afin d'atteindre l'état de surface recherché. La lubrification des disques diamantés est effectuée uniquement avec la solution d'éthanol saturée en hydroxyde de calcium. Pour être observable au microscope, la surface de l'échantillon est ensuite rendue conductrice par une « métallisation » au carbone.

### *Visualisation de l'hydratation par microscopie*

L'échantillon ainsi préparé peut être observé au microscope électronique à balayage (MEB) en respectant la procédure suivante :

◀ Conditions optimales de réglage du microscope :

- Détecteur d'électrons rétrodiffusés.
- Tension d'accélération des électrons : 20 kV.
- Spot 5.
- Grossissement : x 500.

◀ Calibration de l'échelle des niveaux de gris en utilisant l'étalon titane-carbone.

4 Dix images à réaliser pour que l'on puisse être sûr à 95 % que l'erreur sur la mesure n'excédera pas 4 %.

### *Traitement et analyse des images*

Compte tenu des spécificités de chaque logiciel, le traitement et l'analyse des images ne seront pas développés ici. On rappelle seulement les principales étapes de l'analyse d'images :

- ◀ normalisation des images de 0 à 256 niveaux de gris,
- ◀ seuillage des grains anhydres,

- ↘ érosion, dilatation et reconstruction,
- ↘ mesure de la surface des grains anhydres (exprimée en pourcentage surfacique) :  $A_{(t)}$ .

## Exploitation des résultats

Le degré d'hydratation ( $\alpha$ ) s'exprime de la façon suivante :

$$\alpha = \frac{\text{masse de ciment hydraté}}{\text{masse initiale de ciment}} = \frac{\text{volume d'hydrates formés}}{\text{volume d'hydrates à } t = \infty}$$

La mesure des résidus anhydres par traitement et analyse d'images permet d'atteindre  $\alpha$  à partir de la formule suivante :

$$\alpha = 1 - \frac{A_{(t)}}{A_{(t=0)}}$$

avec

$A_{(t)}$  : Fraction surfacique des résidus anhydres à l'instant  $t$  dans la pâte de ciment déterminée par analyse d'images (en pourcentage),

$A_{(t=0)}$  : Fraction volumique initiale des grains anhydres (en pourcentage).

La fraction  $A_{(t=0)}$  est calculée à partir des paramètres de formulation de la pâte de ciment (rapport E/C) et en négligeant le phénomène de contraction Le Chatelier. Les valeurs de  $A_{(t=0)}$  peuvent alors être obtenues à partir de l'expression suivante :

$$A_{(t=0)} = \frac{1}{1 + (\rho_{\text{ciment}} \cdot E/C)}$$

En l'absence de données sur la masse volumique du ciment utilisé, le calcul sera réalisé en prenant la valeur moyenne de  $3,2 \text{ g/cm}^3$ .

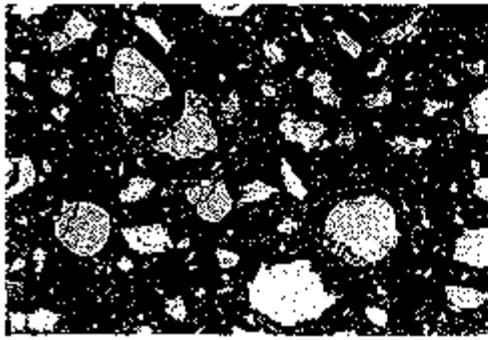
## Exemples d'utilisation de la méthode

Afin de donner un ordre d'idée sur la discrimination des différentes phases de la pâte de ciment, sont reportés sur la figure 11, les résultats d'un traitement d'images pour une pâte de ciment CPA-CEM I ayant un rapport E/C = 0,30 et âgée de 10 jours.

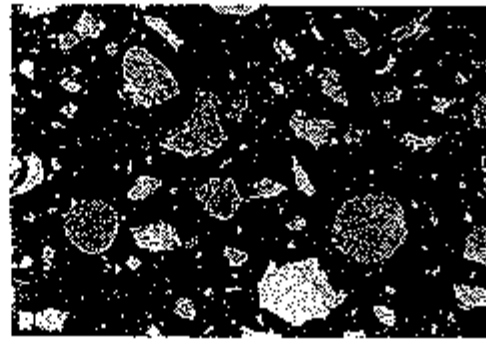
La détermination du degré d'hydratation est illustrée (Fig. 12 et 13) pour deux types de pâte de ciment (CPA-CEM I et CLK-CEM III) ayant le même rapport E/C et le même âge. Les résultats permettent de montrer l'influence de la nature du ciment sur la cinétique d'hydratation.

## Références bibliographiques

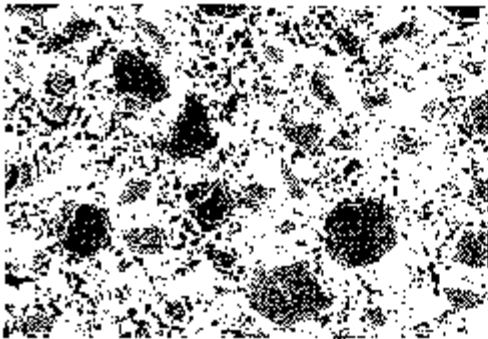
- [1] SCRIVENER K.L., PRATT P.L., Backscattered electron images of *polished* cement sections in the scanning electron microscope, Proceedings of the 6th International Conference on Cement Microscopy, New Mexico, 1984.
- [2] Mode opératoire pour la préparation d'une solution d'éthanol saturée en hydroxyde de calcium, Document interne du Service Physico-chimie des Matériaux, LCPC, 1999.



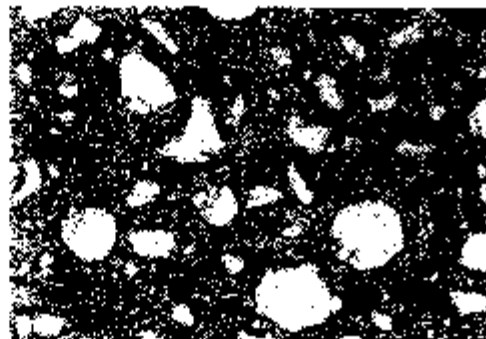
a. Image initiale non traitée.



b. Visualisation en bleu de la porosité.



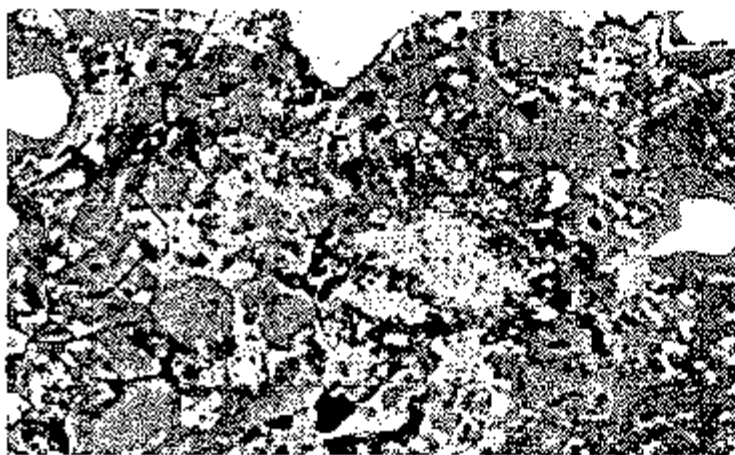
c. Visualisation en jaune des hydrates.



d. Visualisation en rouge des anhydres.

FIGURE 11

Visualisation de l'état d'hydratation du ciment par microscopie électronique à balayage, pour une pâte de ciment CPA-CEM I de rapport E/C=0,30 et âgée de 10 jours.



## VISUALISATION DE L'ÉTAT D'HYDRATATION

FIGURE 12

Échantillon de pâte de ciment CPA-CEM I, de rapport E/C = 0,35 et âgée de 6 mois ( $\alpha = 76,4 \pm 4,3$  % pour une probabilité de 0,95).

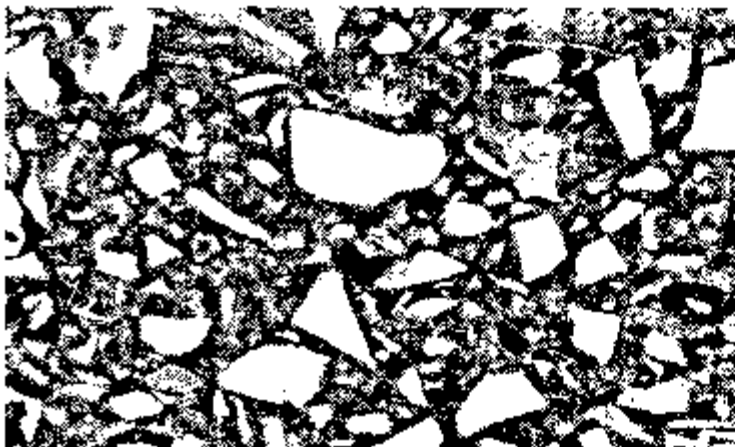








FIGURE 13

Échantillon de pâte de ciment CLK-CEM III, de rapport E/C = 0,35 et âgée de 6 mois ( $\alpha = 39,0 \pm 1,9$  % pour une probabilité de 0,95).

## Contacts

-  **L. Divet**       01 40 43 51 48       [divet@lcpc.fr](mailto:divet@lcpc.fr)
-  **J.-P. Davy**       01 40 43 53 79       [davy@lcpc.fr](mailto:davy@lcpc.fr)
- **LCPC - Service de Physico-Chimie des Matériaux**
- fax: 01 40 43 65 14

# Méthode 58.4 POROSIMÉTRIE DES BÉTONS DURCIS PAR INTRUSION DE MERCURE

## Objet de la mesure et domaine d'application

La porosimétrie par intrusion (ou injection) de mercure constitue l'un des principaux outils d'investigation de la structure mésoporeuse et macroporeuse des matériaux. Cette technique de laboratoire simple et rapide permet de quantifier notamment la porosité volumique totale (en pourcentage), le rayon moyen et la distribution des tailles de pores des matériaux (poudres et solides) dont les pores (ouverts), ou les espaces intergranulaires, sont compris dans le domaine de mesure de l'appareil allant généralement de quelques nanomètres à quelques dizaines de micromètres. La masse volumique apparente est également déterminée.

Cette mesure est praticable sur des échantillons de quelques cm<sup>3</sup> de béton, mortier ou pâte de ciment durcie, ou sur leurs constituants (par exemple les granulats).

## Principe de la mesure et exploitation des résultats

Il s'agit de mettre le matériau à étudier sous vide en présence de mercure.

On applique une pression de mercure  $P_{Hg}$  que l'on augmente de façon incrémentale. On mesure alors le volume cumulé de mercure (égal au volume poreux  $V_p$ ) entrant dans les pores (de plus en plus fins) à chaque incrément et on en tire la relation :  $V_p = V_p(P_{Hg})$ .

Le rayon moyen ( $r_p$ ) de la classe de pores envahis (classiquement supposés cylindriques) est calculé par l'équation de WASHBURN en fonction de la pression moyenne appliquée  $P_{Hg}$ , ce qui donne la relation  $r_p = r_p(P_{Hg})$  suivante :

$$r_p = - \frac{2 \cdot \sigma_{Hg} \cdot \cos \theta}{P_{Hg}}$$

avec

$\theta$  : angle de contact entre la surface solide et le mercure,

$\sigma_{Hg}$  : tension superficielle du mercure.

On obtient donc, au total, la courbe d'intrusion de mercure qui représente le volume cumulé de mercure introduit (i.e. le volume poreux) en fonction du rayon des pores directement accessibles  $V_p = V_p(r_p)$ .

Par différentiation, on obtient aussi la distribution des volumes poreux en fonction des rayons de pores ( $\Delta V_p / \Delta r_p = f(r_p)$ ) plus communément appelée distribution des tailles de pores, qui met en évidence les modes poreux caractéristiques de la microstructure du matériau testé.

La surface spécifique du matériau peut également être déterminée.

## Dispositif expérimental

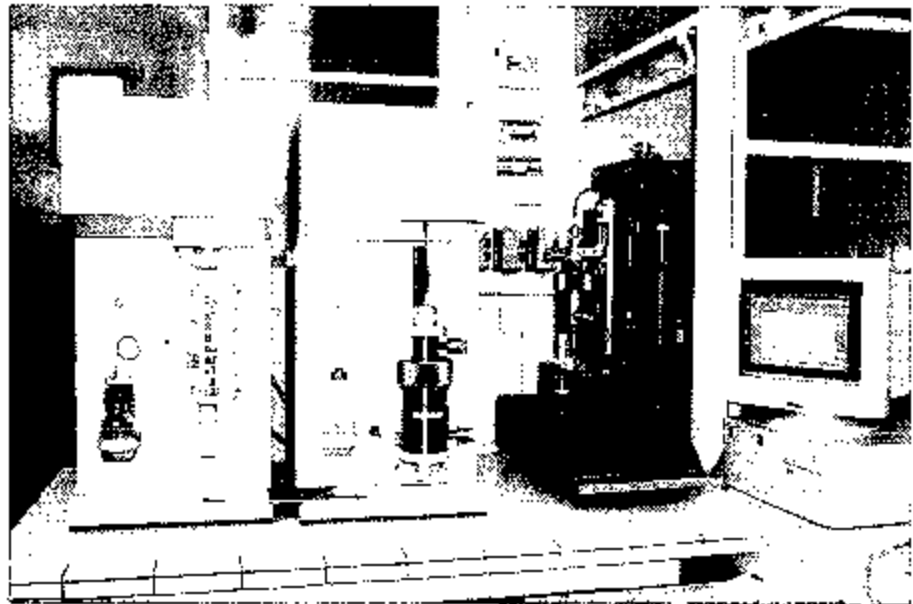
Le dispositif expérimental décrit ici (Fig. 14) est celui du LCPC. Il s'agit de deux porosimètres équipés chacun de deux postes basses et hautes pressions (le poste basses pressions est en fait commun aux deux équipements) :

◀ Pascal 140 et Porosimeter 2000 WS (où  $P_{max} = 200$  MPa), permettant d'accéder aux pores de rayon  $r_p$ , tel que  $3,7$  nm  $< r_p < 60$  μm,

↘ Pascal 140 et Pascal 440 (où  $P_{\max} = 400 \text{ MPa}$ ), permettant d'accéder aux pores de rayon  $r$  tel que  $1,8 \text{ nm} < r_p < 60 \mu\text{m}$ .

**FIGURE 14**

Vue d'ensemble du porosimètre à mercure - postes basses et hautes pressions.



## Prétraitement des échantillons

L'eau liquide ou vapeur contenue dans les pores du matériau doit être enlevée par un séchage préalable des échantillons, afin que l'ensemble du réseau poreux soit accessible au mercure.

Le prétraitement des échantillons peut être réalisé par différentes méthodes :

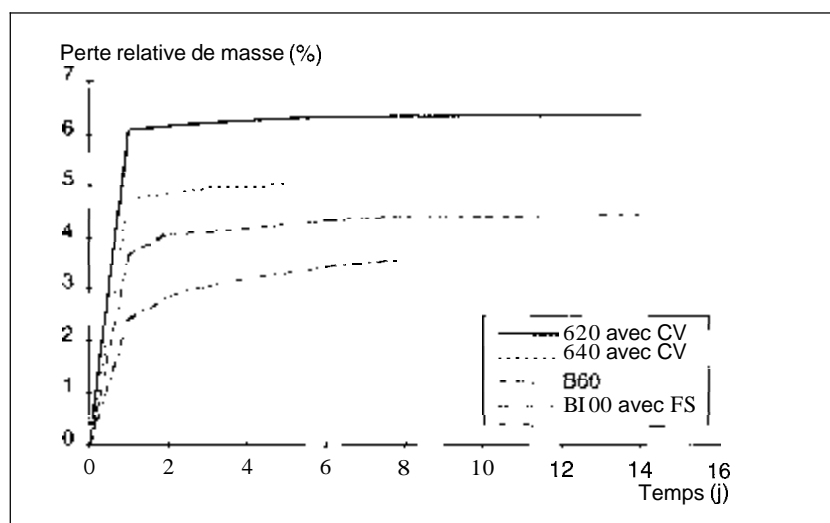
- ↘ étuvage,
- ↘ lyophilisation avec ou sans immersion dans l'azote liquide,
- ↘ échange eau-solvant.

Une des méthodes les plus couramment pratiquées au LCPC est la procédure dite « standard », qui consiste en un étuvage sous vide à  $T \approx 45 \text{ °C}$  en présence de gel de silice, pendant 14 jours. Au cours de ce prétraitement, les échantillons sont régulièrement pesés (au milligramme près), afin d'évaluer leur perte relative de masse en fonction du temps et de vérifier si la masse est stabilisée à l'issue du prétraitement (Fig. 15 [1]).

**FIGURE 15**

Perte relative de masse enregistrée au cours du prétraitement des échantillons par la procédure dite « standard », suivant le type de béton considéré [1].

CV : cendres volantes.  
FS : fumées de silice.





## Méthodologie

La mesure par intrusion de mercure s'effectue en trois phases :

- ① Le prétraitement.
- ② La montée en pression de 0 à 0,7 MPa sur le poste basses pressions.

Cette phase permet l'investigation des pores dont le rayon d'entrée est compris entre 60 et 1,8  $\mu\text{m}$ .

L'échantillon est placé dans une cellule (surmontée d'un tube capillaire) dans laquelle on fait le vide. Puis le remplissage du mercure est effectué jusqu'à un niveau programmé lors des essais à blanc. Le retour à la pression atmosphérique s'effectue très progressivement à l'aide d'une pompe péristaltique. Chaque différence de niveau dans le tube est enregistrée en même temps que la pression correspondante.

- ③ La montée en pression jusqu'à 200 MPa ou 400 MPa sur les postes hautes pressions.

Cette phase permet l'investigation des pores dont le rayon d'entrée est compris entre 7,5  $\mu\text{m}$  et 3,7 nm (200 MPa) ou 7,5  $\mu\text{m}$  et 1,8 nm (400 MPa).

La cellule est introduite dans un autoclave rempli d'huile diélectrique. Au cours de la montée en pression, la différence de niveau du mercure (relevée par mesures capacitatives) en fonction de la pression exercée permet de déterminer la répartition des tailles des pores.

**Remarque** : Le mercure est un produit classé R23 (toxique par inhalation) et R33 (danger d'effets cumulatifs). Avant toute utilisation, l'opérateur devra se reporter à la fiche toxicologique n° 55 (INRS 2000).

## Exemples d'utilisation de l'essai et remarques finales

La porosimétrie au mercure présente certes des imperfections (séchage préalable nécessaire, altération possible de la microstructure à des pressions élevées de mercure), mais c'est l'une des rares méthodes capable d'explorer, de manière reproductible, une gamme de pores aussi large et d'en fournir des informations quantitatives susceptibles d'être utilisées pour le calcul des propriétés de transfert des matériaux.

Elle permet notamment une étude comparative fine de la structure poreuse de différentes formulations de matériaux, comme l'illustre la figure 16 [2], et plus précisément l'examen de l'influence des paramètres de formulation (Fig. 17, [1]).

La porosimétrie au mercure est donc particulièrement utile et performante pour la quantification des volumes et des dimensions relatifs aux pores « capillaires », mais elle l'est beaucoup moins vis-à-vis de la surface spécifique. En effet, ce sont essentiellement les C-S-H qui contribuent aux valeurs élevées de surface spécifique généralement mesurées sur les pâtes de ciment durcies. Or ces C-S-H ne sont que très partiellement accessibles par intrusion de mercure.

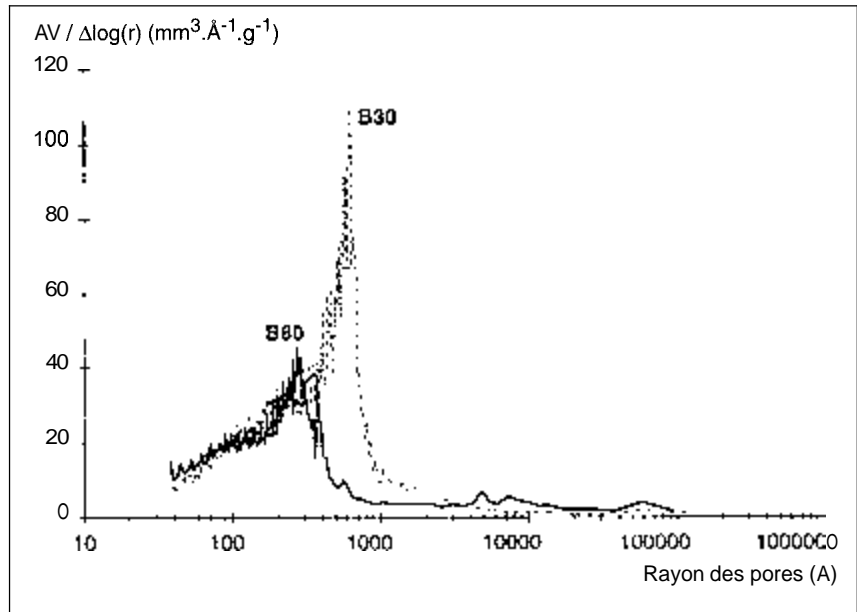
Afin de compléter la description de la structure poreuse dans les domaines mésoporeux et microporeux (ouvertures de pores inférieures à 2 nm), non complètement accessibles par intrusion de mercure, il est souvent fait appel aux mesures par adsorption-désorption de gaz (azote, le plus souvent) ou de vapeur (eau), qui vont être décrites plus loin dans ce recueil. La vapeur d'eau est particulièrement bien indiquée, notamment parce que dans ce cas la molécule-sonde a la taille adéquate pour pénétrer dans les pores des C-S-H.

Les plus gros vides, tels que bulles d'air ou zones microporeuses présentes aux interfaces pâte-granulat, ne peuvent pas non plus être correctement quantifiés par porosimétrie au mercure. Pour l'analyse de ces vides, il peut être fait appel à la microscopie optique en la couplant à l'analyse d'images.

Il est à noter qu'une base de données regroupant les résultats issus des mesures par intrusion de mercure pratiquées depuis de nombreuses années au LCPC, a pu être constituée et contient déjà plus de 500 résultats.

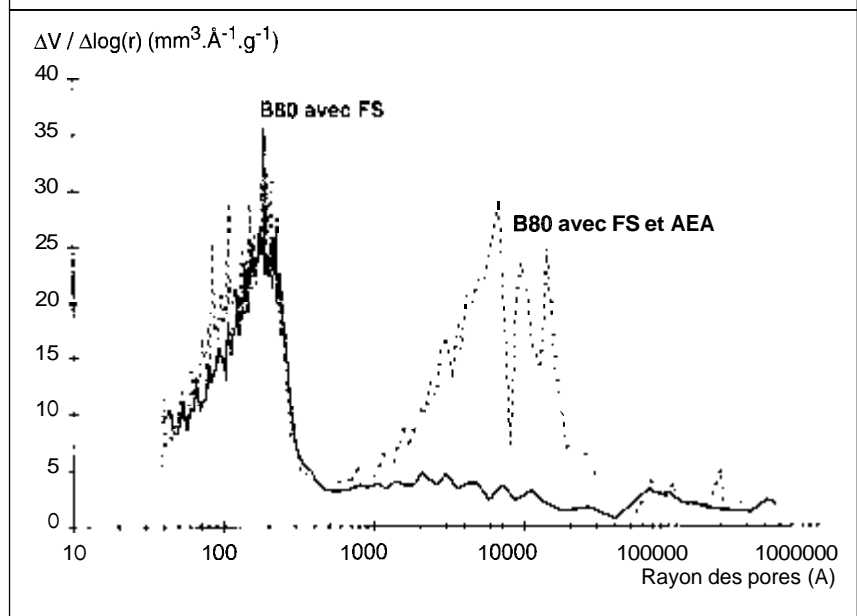
**FIGURE 16**

Comparaison des distributions de tailles de pores d'un béton ordinaire (B30) et d'un béton à hautes performances contenant des fumées de silice (B80) [2].



**FIGURE 17**

Distribution des tailles de pores de bétons à hautes performances 880 contenant des fumées de silice, avec ou sans agent entraîneur d'air [1].



## Références bibliographiques

- [1] BAROGHEL-BOUNY V., AMMOUCHE A., HORNAIN H., Gawsewitch J., Vieillissement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI<sup>e</sup> siècle. II - Caractérisation microstructurale sur éprouvettes de bétons de résistance 25 à 120 MPa, Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 228, sept.-oct. 2000, pp. 71-86.
- [2] BAROGHEL-BOUNY V., ROUGEAU P., CARÉ S., GAWSEWITCH G., Étude comparative de la durabilité des bétons B30 et B80 des Ouvrages Jumeaux de Bourges - Partie I : Microstructure, propriétés de durabilité et retrait, Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 217, sept.-oct. 1998, pp. 61-73.

## Contacts

- V. Baroghel-Bouny ☎ 01 40 43 51 32 ✉ baroghel@lcpc.fr
- J. Gawsewitch ☎ 01 40 43 53 54 ✉ gawsewitch@lcpc.fr
- LCPC - Division BCC - Section Microstructure et Durabilité des Bétons
- fax : 01 40 43 54 98

Méthode  
58.5

# DÉTERMINATION DE LA SURFACE SPÉCIFIQUE *ET* DE LA DISTRIBUTION DES TAILLES DE PORES DES PÂTES DE CIMENT DURCIES PAR SORPTION D'AZOTE

## Objet de la mesure et domaine d'application

La procédure de caractérisation décrite ici, basée sur les isothermes d'adsorption-désorption d'un gaz, s'applique essentiellement au matériau « pâte de ciment ». La mesure est réalisée sur une prise d'essai comprise entre 1 et 2 grammes de matériau.

Elle permet notamment de déterminer selon la théorie BET [1] la surface spécifique du matériau. C'est une méthode absolue qui prend en compte la surface totale du matériau accessible à l'azote. Cette méthode donne également des informations sur la distribution de la taille d'ouverture des mésopores (entre 2 et 50 nm) en appliquant la théorie BJH[2]. Cette plage de tailles de pores correspond pour les pâtes de ciment à la porosité relative aux hydrates C-S-H. Toutefois, étant donné notamment la taille des molécules d'azote, tous les pores des hydrates (accessibles à l'eau) ne sont pas accessibles à l'azote. Les surfaces spécifiques mesurées par adsorption d'azote peuvent donc être inférieures à celles mesurées par adsorption d'eau [3].

## Principe de la mesure

La méthode décrite ici porte essentiellement sur le prétraitement des échantillons. Les deux principes utilisés pour exploiter les isothermes d'adsorption-désorption sont toutefois rappelés.

### *Méthodes BET et BJH*

La détermination de la surface spécifique par la méthode BET repose sur les mesures d'adsorption physique d'un gaz chimiquement inerte tel que l'azote. La méthode consiste à relier le volume des molécules adsorbées (adsorbat) à la surface du solide (adsorbant), dans le domaine des faibles pressions relatives ( $0,05 < P/P_0 < 0,40$ ). A partir du tracé de l'isotherme d'adsorption, on détermine le volume de gaz adsorbé sous forme d'une monocouche de molécules ( $V_0$ ), puis connaissant l'aire d'encombrement d'une molécule d'adsorbat ( $A$ ), on détermine la surface spécifique ( $S_s$ ) du matériau exprimée en  $m^2/g$  par la formule suivante :

$$S_s = \frac{N_A \cdot V_0 \cdot A}{V_M}$$

avec

$A = 0,162 \text{ nm}^2$ ,

$V_M$  : volume molaire de l'adsorbat = 22 410  $\text{cm}^3$  aux conditions normales de température et de pression,

$N_A$  : nombre d'Avogadro =  $6,023.10^{23}$ ,

et où  $V_0$  est exprimé en unités de volume par gramme de solide.

La méthode BJH permet de calculer la distribution des tailles de pores du matériau. Le calcul est basé sur l'analyse itérative de la branche de désorption en admettant :

- ◀ que celle-ci représente l'équilibre de condensation capillaire et que le rayon du ménisque est donné par l'équation de Kelvin-Laplace,
- ◀ que les pores sont cylindriques de rayon  $r_p$ ,
- ◀ que les parois des pores sont tapissées d'une couche multimoléculaire d'azote dont l'épaisseur ( $t$ ) dépend de la pression relative d'équilibre.

La connaissance de la quantité désorbée, de  $t$ , et de  $r_p$  et l'hypothèse de forme des pores permettent de calculer par récurrence l'aire et le volume correspondant à chaque catégorie de pores.

### *Méthodes de prétraitement des échantillons*

La détermination des isothermes d'adsorption-désorption doit être précédée d'une préparation de la surface adsorbante. En effet, toute mesure d'adsorption précise doit être faite sur une surface propre, c'est-à-dire exempte de molécules fixées par adsorption physique ( $H_2O$ ,  $CO_2$ ) et susceptibles de « masquer » une partie de la surface. Par ailleurs, la méthode de séchage du matériau ne doit pas induire d'artefact. En effet, un séchage insuffisant ne permet pas une élimination complète de l'eau résiduelle de sorte que l'ensemble des pores n'est pas accessible. A contrario, un séchage trop poussé peut conduire à des modifications irréversibles de la texture. Cette phase de prétraitement est par conséquent très importante et conditionne la pertinence et la reproductibilité des mesures.

Le séchage s'effectue ici par échange de solvants : l'eau est éliminée par lavage de l'échantillon à l'aide d'un solvant polaire miscible, le méthanol [4].

## Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental décrit ici est celui du LCPC. Il s'agit d'un analyseur de surface spécifique et de porosité entièrement automatique comprenant notamment un poste d'analyse et deux postes de dégazage (Fig. 18).

**FIGURE 18**

***Vue d'ensemble de l'analyseur automatique de surface spécifique et de porosité.***



## Méthodologie

### *Préparation des échantillons*

Les échantillons de pâte de ciment sont découpés à l'aide d'une scie à disque diamanté en utilisant comme liquide de refroidissement une solution d'éthanol saturée en hydroxyde de calcium ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) [5]. L'épaisseur de l'échantillon ne doit pas dépasser 5 mm.

Les échantillons sont ensuite introduits dans des récipients en verre de 100 ml contenant 50 ml de méthanol (bain de solvants). Les flacons sont fermés hermétiquement. La diffusion complète du méthanol à l'intérieur du matériau s'effectue en 21 jours.

À l'échéance, les échantillons sont retirés du bain de solvant. Ils sont alors introduits dans une étuve à vide à température ambiante (25 °C) pendant 24 heures. La température est ensuite portée à 40 °C pendant 24 heures afin d'éliminer complètement le méthanol. Une fois séchés, les échantillons doivent être protégés de toute contamination ( $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}_2$ ) en les conservant dans un dessiccateur en présence de gel de silice et de chaux sodée. Il est toutefois fortement conseillé de réaliser la mesure dans les 8 heures qui suivent la fin du prétraitement.

### *Évaluation de la surface spécifique et de la distribution poreuse du matériau*

Après une fragmentation en morceaux de quelques millimètres, les échantillons sont introduits dans la cellule de mesure. Il n'est pas recommandé de broyer les échantillons. En effet, un broyage même modéré crée des surfaces supplémentaires accessibles pour une éventuelle hydratation du ciment qui risque d'entraîner une augmentation parasite de la surface spécifique du matériau.

Dans la mesure du possible, la prise d'essai sera telle que la surface de l'échantillon introduit dans la cellule soit comprise entre 20 m<sup>2</sup> et 50 m<sup>2</sup>.

Le protocole opératoire à appliquer ensuite est celui de l'analyseur de surface BET/BJH et est fourni par le constructeur.

## Exploitation des résultats

La surface spécifique ( $S_g$ ) est calculée directement par l'appareil en m<sup>2</sup>/g. La distribution des tailles de pores est représentée par un graphique donnant le volume poreux (en cm<sup>3</sup>/g) en fonction du rayon des pores.

## Exemples d'utilisation de la méthode de mesure

Les exemples présentés dans le tableau III montrent que le résultat de la détermination de la surface spécifique dépend directement du prétraitement appliqué à l'échantillon.

TABLEAU III

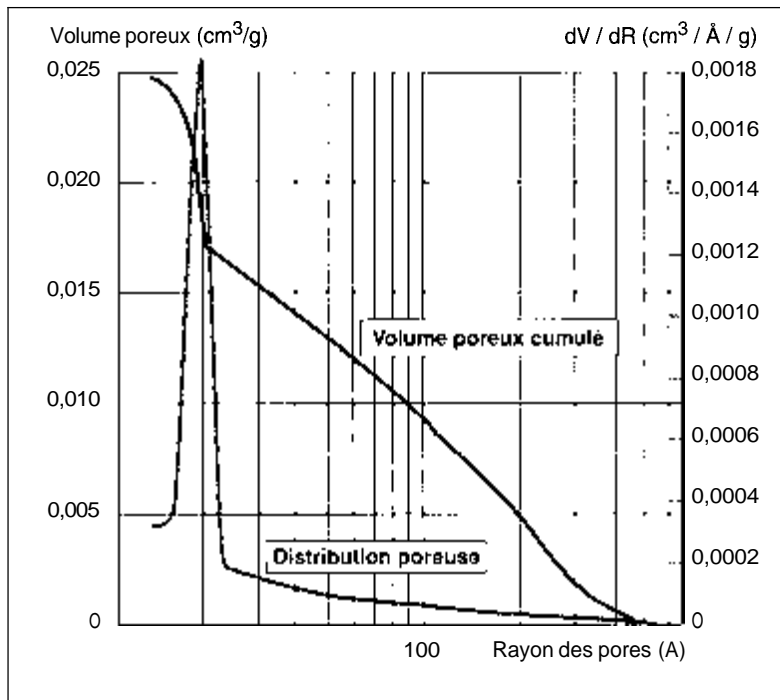
influence du prétraitement sur la surface spécifique BET mesurée par adsorption d'azote sur une pâte de ciment de type CPA-CEM I, de rapport E/C = 0,45 et âgée de 6 mois

	Étuvage sous vide à 45 °C	Étuvage à 80 °C	Lyophilisation	Échange eau/méthanol
$S_g$ BET (m <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	30	11	53	107

Enfin, un exemple de distribution des tailles de pores spécifiques aux hydrates d'une pâte de ciment CPA-CEM I est donnée en figure 19.

**FIGURE 19**

*Distribution des tailles de pores déterminée par la méthode BJH, à partir de l'isotherme de sorption d'azote pour une pâte de ciment V A - CEM I de rapport E/C = 0,25 et de 6 mois (prétraitement au méthanol).*



## Références bibliographiques

- [1] BRUNAUER S., EMMETT P.H., TELLER E.J., Adsorption of gases in multimolecular layers, *J. Amer. Chem. Soc.*, n° 60, 1938, p. 309.
- [2] BARRETT E.P., JOYNER L.G., HALLEND A P.P., The determination of pore volume and area distributions in porous substances ; I - Computations from nitrogen isotherms, *J. Amer. Chem. Soc.*, 73, 1951, pp. 373-380.
- [3] BAROGHEL-BOUNY V., Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons - Méthodes, analyse, interprétations, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 1994, 468 p.
- [4] LYHYAOUI K., *Influence du prétraitement sur la caractérisation texturale des pâtes de ciment par les méthodes BET et BJH*, Mémoire d'Ingénieur CNAM, 1999.
- [5] Mode opératoire pour la préparation d'une solution d'éthanol saturée en hydroxyde de calcium, Document interne du Service Physico-chimie des Matériaux, LCPC, 1999.

## Contacts

- ☎ **L. Divet** ☎ 01 40 43 51 48 ✉ divet@lcpc.fr
- ☎ **S. Fenouillet** ☎ 01 40 43 51 63 ✉ Fenouillet@lcpc.fr
- **LCPC - Service Physico-Chimie des Matériaux**
- fax: ☎ 40 43 65 14

# Méthode 58.6 DÉTERMINATION DES CARACTÉRISTIQUES TEXTURALES ET HYDRIQUES DES BÉTONS DURCIS PAR SORPTION DE VAPEUR D'EAU (MÉTHODE DES SOLUTIONS SALINES SATURÉES)

## Objet de la mesure et domaine d'application

Les expériences de sorption de vapeur d'eau selon la méthode des solutions salines saturées sont des mesures simples réalisables sur des échantillons de pâte, mortier ou béton durcis.

Ces expériences permettent de caractériser le matériau d'un point de vue textural : détermination de la surface spécifique BET, de la porosité, du rayon moyen des pores et de la distribution des tailles de pores. Le domaine d'investigation est compris entre un et quelques dizaines de nanomètres. Ce domaine correspond donc à la structure poreuse des silicates de calcium hydratés C-S-H, composant principal du liant des matériaux à base de ciment [1].

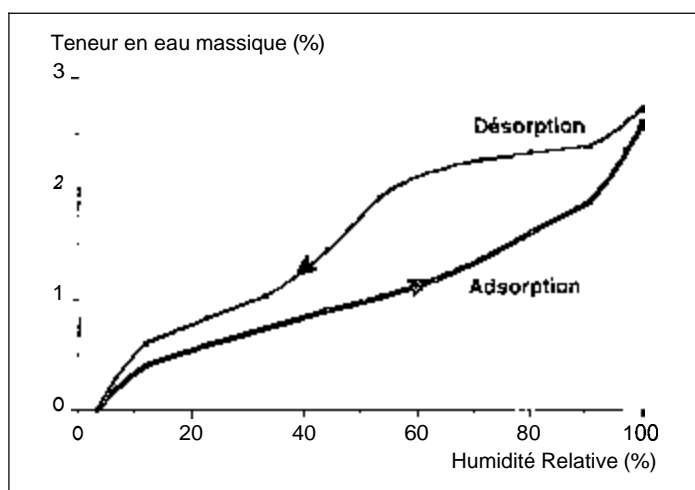
Cette méthode permet également la détermination des propriétés hydriques du matériau durci [1], notamment :

↳ les isothermes de désorption et d'adsorption de vapeur d'eau, relation entre la teneur en eau (d'équilibre) de l'échantillon de matériau et l'humidité relative régnant dans son réseau poreux à une température donnée (Fig. 20),

↳ la diffusivité hydrique, coefficient apparaissant dans la seconde loi de Fick (équation de diffusion généralisée) régissant les transferts d'humidité dans les matériaux à base de ciment.

Ces deux propriétés hydriques, d'équilibre (les isothermes) et de transport (la diffusivité hydrique), sont fondamentales vis-à-vis de la durabilité. En effet, la première permet notamment de quantifier les interactions eau-matrice et la seconde les transferts d'humidité dans le béton durci, ces phénomènes intervenant dans tout processus de dégradation du béton armé.

La description de cette méthode, qui pourrait aussi bien être classée parmi les méthodes d'évaluation des propriétés relatives à la durabilité des bétons, va donc permettre d'assurer la transition entre les deux parties de ce recueil.



**FIGURE 20**  
*Isothermes de désorption et d'adsorption de vapeur d'eau d'un béton à hautes performances (à  $T = 23 \pm 0,1$  °C [3]).*

## Principe de la mesure

Les expériences de sorption de vapeur d'eau consistent à soumettre des échantillons de matériau très minces à des ambiances dont l'humidité relative (HR) est fixée par une solution saline saturée. On procède le plus souvent par paliers d'HR (avec un écart de 10 % d'HR entre chacun), les deux points extrêmes étant obtenus avec de l'eau distillée (HR = 100 %) et du gel de silice vierge (HR ≈ 3 % à T = 23 ± 0,1 °C).

Les échantillons peuvent se présenter sous la forme de broyats (granulés) d'environ 1 ou 2 mm<sup>3</sup> chacun, ou de tranches d'environ 3 mm d'épaisseur, selon le matériau testé et le dispositif expérimental considéré.

Les sels existants permettent de couvrir aisément tout le domaine d'HR [10 % - 97 %] [2]. On choisira naturellement ceux permettant d'obtenir une solution saline saturée stable au cours du temps dans les conditions (de température) de l'essai [1]. La température de l'essai sera choisie en fonction du contexte de l'étude.

Le démarrage des expériences par une désorption à partir d'un état saturé ou à une haute humidité relative permet d'éviter un séchage préalable des échantillons. Ainsi, si le matériau ne subit pas de traitement particulier avant le premier palier de l'essai, la courbe de première désorption obtenue alors est représentative du matériau à l'état vierge.

## Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental décrit ici est celui du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (Fig. 21a et b et Fig. 22) [1]. Les échantillons sont disposés dans des dessiccateurs sur un support au-dessus de la solution saline saturée qui impose l'HR voulue dans la phase gazeuse de l'enceinte une fois celle-ci fermée hermétiquement. Un même dessiccateur peut contenir plusieurs échantillons d'un même matériau, selon leur taille et les besoins de l'essai et à condition que ces échantillons puissent être suffisamment espacés pour ne pas perturber les échanges hydriques entre la solution et les échantillons. Les dessiccateurs sont partiellement immergés dans des bains thermostatés ou cryostatés permettant d'assurer la constance de la température à ± 0,1 °C (ou à défaut à ± 0,2 °C). Il est nécessaire d'installer ces bains dans une salle judicieusement climatisée pour faciliter le maintien de la température.

La perturbation des échantillons et de l'ambiance du dessiccateur lors des pesées doit être réduite au maximum. Dans le cas du dispositif décrit, les pesées sont effectuées par suspension à travers l'orifice supérieur du dessiccateur, l'échantillon restant à l'intérieur du dessiccateur (Fig. 21b). De plus, la durée de chaque pesée n'excède pas une vingtaine de secondes. Les pesées sont effectuées à la précision du milligramme.

## Méthodologie et exploitation des résultats

Le suivi de la variation relative de masse des échantillons soumis à une HR donnée, en fonction du temps, permettra d'obtenir la cinétique de désorption (ou d'adsorption) et de calculer à partir de cette courbe la diffusivité hydrique [1].

La masse obtenue à l'équilibre pour chaque humidité relative considérée, permettra de déterminer la teneur en eau massique de l'échantillon  $W(h)$  en pourcentage, selon l'expression :

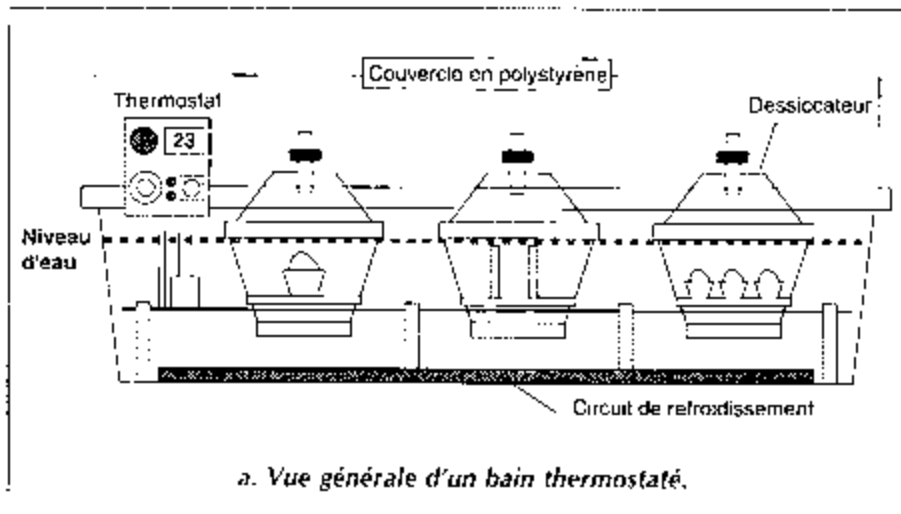
$$W(h) = \frac{m(h) - m(h_0)}{m(h_0)} \cdot 100$$

avec

$m(h)$  : masse d'équilibre à l'humidité relative  $h$ ,

$m(h_0)$  : masse d'équilibre à l'état « sec » de référence (par exemple,  $h_0 \approx 3\%$ , obtenue avec du gel de silice).





FIGURES 21a ET 21b  
Schéma du dispositif expérimental de sorption de vapeur d'eau sur échantillons de pâte de ciment et de béton durcis.

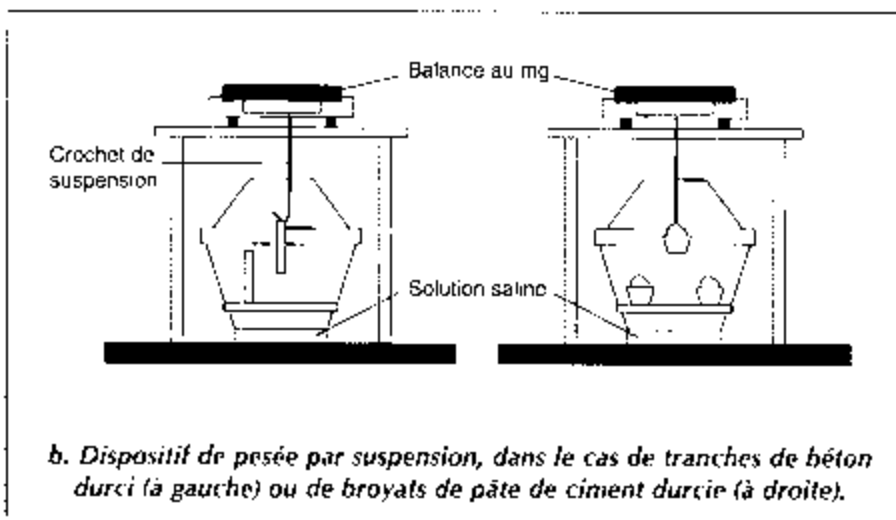


FIGURE 22  
Vue d'un bain thermostaté et des dessiccateurs contenant les échantillons de béton durci en cours d'expérience de sorption de vapeur d'eau.

La courbe  $W = W(h)$  obtenue à l'équilibre thermodynamique et à une température donnée est l'isotherme de sorption de vapeur d'eau. Expérimentalement on obtient en fait deux courbes distinctes, selon que l'on procède par humidités relatives décroissantes (isotherme de désorption) ou par humidités relatives croissantes (isotherme d'adsorption). Les cycles de désorption-adsorption font donc apparaître un phénomène d'hystérésis (Fig. 20, [3]).

À partir des isothermes de désorption et d'adsorption ainsi obtenues, la surface spécifique, les volumes poreux (et la porosité totale), le rayon moyen des pores et la distribution des tailles de pores sont calculés à partir des modèles BET [4] et BJH [5], tel que décrit dans la méthode « Détermination de la surface spécifique et de la distribution des tailles de pores des pâtes de ciment durcies par sorption d'azote » préalablement développée dans ce recueil [6].

## Exemples d'utilisation de la méthode

Un exemple de cinétique de désorption obtenue sur un béton à hautes performances est présenté en figure 23. Les résultats illustrent la longueur de l'essai pour obtenir l'équilibre (stabilisation de la masse) à l'HR considérée.

Les isothermes de désorption et d'adsorption obtenues à  $T = 23 \pm 0,1$  °C sur le même béton sont données en figure 20 [3].

La distribution des tailles de pores calculée par la méthode BJH à partir de ces isothermes est présentée en figure 24 [1]. Un seul mode poreux apparaît sur cette courbe. Il est situé dans le domaine des rayons de pores compris entre 1,5 et 2 nm et correspond donc à la porosité interne aux amas d'hydrates C-S-H [1].

## Références bibliographiques

- [1] BAROGHEL-BOUNY V., Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons - Méthodes, analyse, interprétations, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 1994, 468 p.
- [2] Norme NF X 15-119, Mesure de l'humidité de l'air - Générateur d'air humide a solutions salines pour l'étalonnage des hygromètres, juillet 1999.
- [3] BAROGHEL-BOUNY V., MAINGUY M., LASSABATÈRE T., COUSSY O., Characterization and identification of equilibrium and transfer moisture properties for ordinary and high-performance cementitious materials, *Cement and Concrete Research*, 29, 1999, pp. 1225-1238.
- [4] BRUNAUER S., EMMETT P.H., TELLER E.J., Adsorption of gases in multimolecular layers, *J. Amer. Chem. Soc.*, n° 60, 1938, p. 309.
- [5] BARRETT E.P., JOYNER L.G., HALLEND A.P.P., The determination of pore volume and area distributions in porous substances. I - Computations from nitrogen isotherms, *J. Amer. Chem. Soc.*, n° 73, 1951, pp. 373-380.
- [6] Détermination de la surface spécifique et de la distribution des tailles de pores des pâtes de ciment durcies par sorption d'azote, dans ce même recueil, pp. 33-36.

## Contacts

- ☎ V. Baroghel-Bouny ☎ 01 40 43 51 32 ✉ baroghel@lcpc.fr
- ☎ J. Gawsewitch ☎ 01 40 43 53 54 ✉ gawsewitch@lcpc.fr
- ☎ LCPC - Division BCC - Section Microstructure et Durabilité des Bétons
- ☎ fax : 01 40 43 54 98

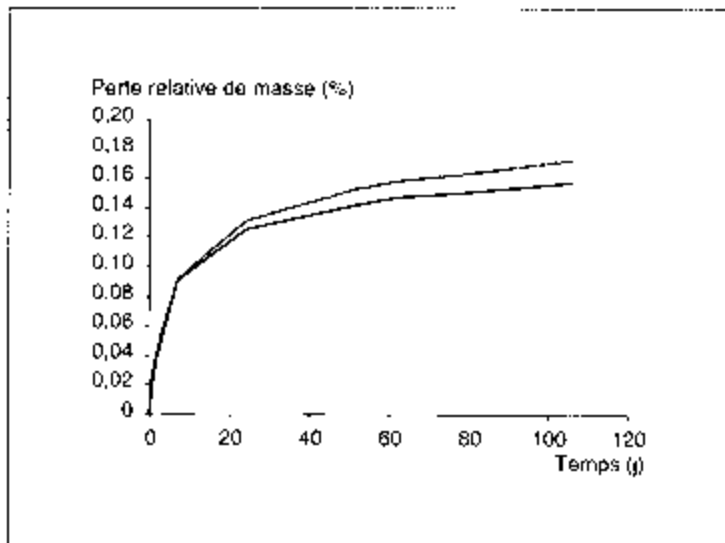


FIGURE 23

*Cinétiques de désorption de vapeur d'eau entre HR = 23 % et HR = 12 %, obtenues sur deux échantillons d'un même béton à hautes performances, à  $T = 23 \pm 0,1$  °C.*

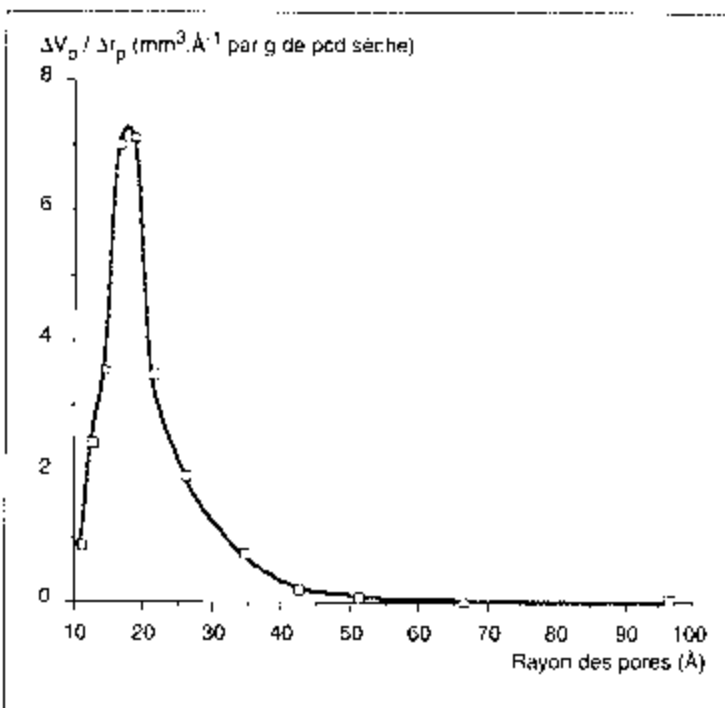


FIGURE 24

*Distribution des tailles de pores déterminée par la méthode BJH, à partir des isothermes de sorption de vapeur d'eau, pour un béton à hautes performances [1]. (pcd = pâte de ciment durcie)*

# Évaluation des propriétés relatives à la durabilité des bétons

Introduction	44
58.7 Mesure de la perméabilité aux gaz des bétons durcis par un dispositif à charge constante (CEMBUREAU)	47
58.8 Évaluation de la profondeur de pénétration des ions chlorure dans les bétons durcis par colorimétrie	53
58.9 Détermination des profils de concentration en chlorures et du coefficient de diffusion des chlorures dans les bétons durcis en régime non stationnaire à partir d'un essai de diffusion	58
58.10 Détermination du coefficient de diffusion des chlorures dans les bétons durcis en régime stationnaire à partir d'un essai de migration sous champ électrique	65
58.11 Détermination des profils de teneur en eau dans les bétons durcis par gammadensimétrie	70
58.12 Détermination des profils de teneur en eau dans les bétons par sondes capacitives	75
58.13 Évaluation de la résistance à la carbonatation à partir d'un test accéléré - Stations d'essais disponibles dans le réseau des LPC	81

# INTRODUCTION

La durabilité est dans la plupart des cas liée à l'aptitude du matériau à résister à la pénétration d'agents agressifs. De plus, tout mécanisme de dégradation, même interne au béton, fait intervenir un processus de transport au moins d'eau, et éventuellement d'ions ou de gaz.

Par exemple, la dépassivation des armatures de béton armé et de là un éventuel démarrage de leur corrosion, principale cause de dégradation des ouvrages en France (épaufures des parements, diminution de la section des aciers, etc.) [1], est initiée lorsque le front de carbonatation, abaissant le pH, a traversé l'enrobage et atteint le premier lit d'armatures. La dépassivation des armatures peut également être initiée lorsque la teneur en ions chlorure au voisinage de celles-ci atteint une valeur critique, la pénétration des chlorures dans le béton résultant d'une exposition à un milieu marin (immersion permanente, cycles d'immersion-séchage, embruns, etc.) ou à des sels de déverglaçage. En outre, sous cycles de gel-dégel, les sels de déverglaçage sont également à l'origine de l'écaillage des surfaces de béton.

Les propriétés de transfert du béton (perméabilité et coefficient de diffusion) vont donc jouer un rôle clé dans l'évaluation et la prévision de la durabilité des ouvrages. Dans le cas de la corrosion des armatures, c'est le transport de l'eau, du dioxyde de carbone, de l'oxygène, et éventuellement des ions chlorure s'ils sont présents, qui est en jeu.

## Perméabilité

La perméabilité caractérise un transfert de fluide sous gradient de pression totale, selon la loi de Darcy. La vitesse de filtration  $\vec{v}$  d'un fluide régie par cette loi s'écrit classiquement, en négligeant les effets de gravité et les effets dynamiques [2] :

$$\vec{v} = -K_a \cdot \vec{\nabla}P$$

avec

$\vec{\nabla}P$  : gradient de pression auquel est soumis l'échantillon de matériau,

$K_a$  : perméabilité apparente du matériau, dépendant du fluide, des propriétés intrinsèques du matériau et du degré de saturation en eau de l'échantillon.

La perméabilité apparente  $K_a$  peut être directement déterminée expérimentalement. Selon le processus de dégradation envisagé, c'est soit la perméabilité aux liquides, soit la perméabilité aux gaz qu'il est pertinent de déterminer. Dans ce recueil, seule la mesure de la perméabilité aux gaz par un dispositif à charge constante (CEMBUREAU) est décrite, la mesure directe de la perméabilité à l'eau faisant l'objet de normes d'essais.

## Pénétration des chlorures

Lorsque l'on souhaite évaluer l'aptitude d'un béton à résister à la pénétration des ions chlorure, des essais de diffusion ou de migration sous champ électrique peuvent être réalisés sur des échantillons prélevés *in situ* ou sur des éprouvettes gâchées en laboratoire. À partir de ces essais, les paramètres suivants peuvent alors être quantifiés à des échéances choisies judicieusement par rapport aux données du problème :

◀ la profondeur de pénétration des chlorures,

- ↖ le profil de concentration en chlorures totaux et/ou « libres »,
- ↖ le coefficient de diffusion des chlorures.

Différentes méthodes sont proposées dans ce recueil pour l'évaluation de ces paramètres. En particulier, deux méthodes sont décrites pour l'obtention du coefficient de diffusion des ions chlorure :

- ↖ en régime non stationnaire (coefficient de diffusion « apparent ») à partir d'un essai de diffusion,
- ↖ en régime stationnaire (coefficient de diffusion « effectif ») à partir d'un essai de migration sous champ électrique.

Bien qu'étant seulement le résultat d'essais conventionnels et ne constituant pas une propriété intrinsèque du matériau, le coefficient de diffusion (apparent ou effectif) des ions chlorure ainsi obtenu, de même que la perméabilité apparente aux gaz, peuvent être considérés comme des indicateurs de *durabilité* [1]. En associant la mesure du coefficient de diffusion des chlorures et de la perméabilité aux gaz avec d'autres (telles que notamment la détermination de la porosité, de la teneur en portlandite, de la résistance aux cycles de gel-dégel, etc.), on peut ainsi disposer d'une panoplie complète de méthodes permettant d'accéder aux indicateurs de durabilité et donc de se prononcer avec fiabilité sur la durabilité d'une formulation de béton [1]. Plus modestement, cette panoplie de méthodes peut également permettre de comparer les performances de différentes formulations de béton et d'étudier par exemple l'influence de paramètres de formulation tels que rapport E/C, additions minérales, etc. [3].

## Profils de teneur en eau

Une répartition non homogène de la teneur en eau dans un élément de structure en béton, résultant par exemple d'un séchage par une face, est source de déformations différentielles. Lorsque ces déformations sont gênées ou empêchées, une fissuration, préjudiciable pour la durabilité de la structure, peut apparaître. En outre, les transports d'ions ou de gaz dans le béton ont souvent lieu de façon couplée avec un transfert d'humidité induit par les gradients de teneur en eau. Il est donc très important pour évaluer correctement la durabilité du béton, de pouvoir évaluer les profils de teneur en eau. Comme de plus il est important de suivre à long terme l'évolution de ces profils, il est souhaitable que la mesure des profils soit non destructive.

La valeur des propriétés de transfert (perméabilité aux gaz, coefficient de diffusion des chlorures, etc.), paramètres-clés pour l'évaluation de la durabilité, est dépendante de l'état de saturation et plus exactement de la répartition de la teneur en eau dans l'éprouvette ou dans l'élément de structure considéré. Là encore, la détermination du profil de teneur en eau, en parallèle avec la mesure des propriétés de transfert, apparaît donc indispensable pour interpréter, et valider le cas échéant, les résultats de la mesure de perméabilité ou de diffusivité.

Deux méthodes sont proposées dans ce recueil pour la détermination des profils de teneur en eau :

- ↖ la gammadensimétrie, qui permet de quantifier les variations de densité, et donc la quantité d'eau échangée avec le milieu environnant [4],
- ↖ les sondes capacitatives, qui permettent de quantifier les variations de quantité d'eau évaporable au sein du matériau résultant des réactions d'hydratation et/ou d'un échange avec le milieu environnant [4].

## Carbonatation

Comme nous l'avons vu, la carbonatation joue un rôle fondamental vis-à-vis de la durabilité du béton armé. Ce recueil présente donc également les installations du réseau des Laboratoires des

Ponts et Chaussées permettant de réaliser des essais de carbonatation accélérée et les potentialités comparées des différents équipements. L'influence du protocole expérimental sur les résultats de ces essais est également décrite.

Bien qu'il ne soit pas envisageable de prévoir le comportement du matériau in situ directement à partir de cet essai de laboratoire conventionnel, ce dernier peut tout de même permettre de comparer plusieurs formulations de béton ou de valider des modèles prédictifs.

## Références bibliographiques

- [1] 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, Guide de l'Association Française de Génie Civil, à paraître, 100 p.
- [2] COUSSY O., BAROGHEL-BOUNY V., DANGLA P., MAINGUY M., Évaluation de la perméabilité à l'eau liquide des bétons à partir de leur perte de masse durant le séchage, dans Transferts dans les bétons et durabilité, numéro spécial de la Revue Française de Génie Civil, **vol. 5**, n° 2-3 (Ed. by V. Baroghel-Bouny, Hermès Science Publications, Paris, 2001) pp. 271-286.
- [3] BAROGHEL-BOUNY V., DE LARRARD F., In place durability assessment for the next millenium - Long-term study, Proceedings of the 5th CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete, June 4-9, 2000, Barcelona, Spain, SP-192 (Edited by V.M. MALHOTRA, ACI, 2000), **vol. I**, SP 192-20, pp. 319-338.
- [4] BAROGHEL-BOUNY V., Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons - Méthodes, analyse, interprétations, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 1994 , 468 p.

## Contact

⋮ ☎ **V. Baroghel-Bouny** ☎ 01 40 43 51 32 ✉ [baroghel@lcpc.fr](mailto:baroghel@lcpc.fr)  
⋮ **LCPC - Division BCC - Section Microstructure et Durabilité des Bétons**  
⋮ fax : 01 40 43 54 98

Méthode  
58.7

# MESURE DE LA PERMÉABILITÉ AUX GAZ DES BÉTONS DURCIS PAR UN DISPOSITIF À CHARGE CONSTANTE (CEMBUREAU)

## Objet de la mesure et domaine d'application

L'essai de perméabilité aux gaz décrit ici est réalisé avec un perméamètre à charge constante recommandé par CEMBUREAU [1].

L'essai a pour objet de mesurer la perméabilité (en  $m^2$ ) à l'azote, à l'oxygène ou à l'air (suivant l'alimentation en gaz choisie au niveau du dispositif expérimental) de corps d'épreuve en béton durci. Le gaz le plus couramment utilisé pour la mesure est l'oxygène.

Il s'agit d'une méthode de laboratoire, applicable aux éprouvettes moulées et aux carottes issues d'ouvrages, dans les limites des tolérances dimensionnelles imposées par les cellules de mesure de l'appareil.

Il est possible avec cet appareil de mesurer des valeurs de perméabilité comprises entre  $5 \cdot 10^{-19}$  et  $5 \cdot 10^{-15} m^2$ . Cette méthode s'applique donc à la plupart des bétons ordinaires et à hautes performances.

## Principe de l'essai

L'essai consiste à soumettre le corps d'épreuve à une pression constante de gaz. La perméabilité apparente  $K_a$ , en  $m^2$  (cf. § Introduction, page 44), est alors déterminée à partir de la mesure du flux de gaz  $Q$  (en  $m^3 \cdot s^{-1}$ ), en régime permanent, avec l'hypothèse d'un flux laminaire, à une pression donnée, en utilisant la loi de Hagen-Poiseuille :

$$K_a = \frac{2 \cdot Q \cdot P_{atm} \cdot L \cdot \mu}{A \cdot (P^2 - P_{atm}^2)}$$

où  $L$  (m) et  $A$  ( $m^2$ ) sont respectivement l'épaisseur et la section du corps d'épreuve,  $\mu$  (Pa.s) est la viscosité dynamique du gaz,  $P_{atm}$  (Pa) est la pression atmosphérique et  $P$  (Pa) est la pression d'entrée appliquée.

Le mode opératoire de cet essai a fait l'objet de recommandations de la part de l'AFPC-AFREM [2], à l'issue des travaux du groupe AFPC-AFREM « Durabilité des Bétons ». Quatre campagnes d'essais inter-laboratoires avaient été menées dans le cadre de ce groupe, avec huit laboratoires dont le LCPC, sur des éprouvettes de béton ordinaire et de béton à hautes performances, afin de mettre au point ce mode opératoire.

## Dispositif expérimental

Un seul dispositif expérimental existe à l'heure actuelle au sein du réseau des LPC, il se trouve au LCPC (Fig. 25a-b, 26 et 27). Le LCPC s'est équipé de ce perméamètre comportant deux

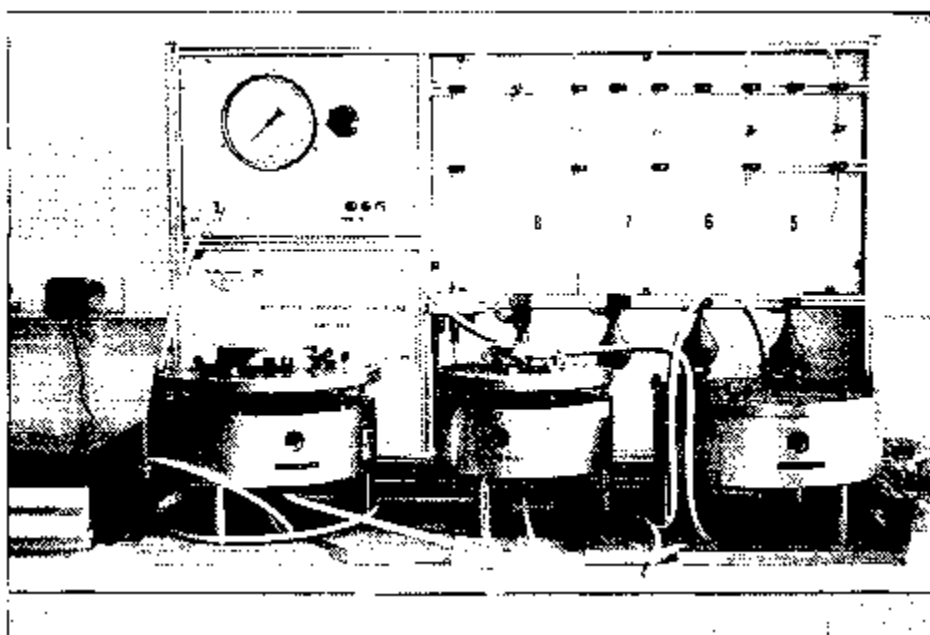


cellules  $150 \times 50$  mm en 1995 dans le cadre du Thème de Recherche (OA 9) « Transferts dans les Bétons et Durabilité des Ouvrages » et l'a complété par une cellule  $110 \times 50$  mm en 1999.

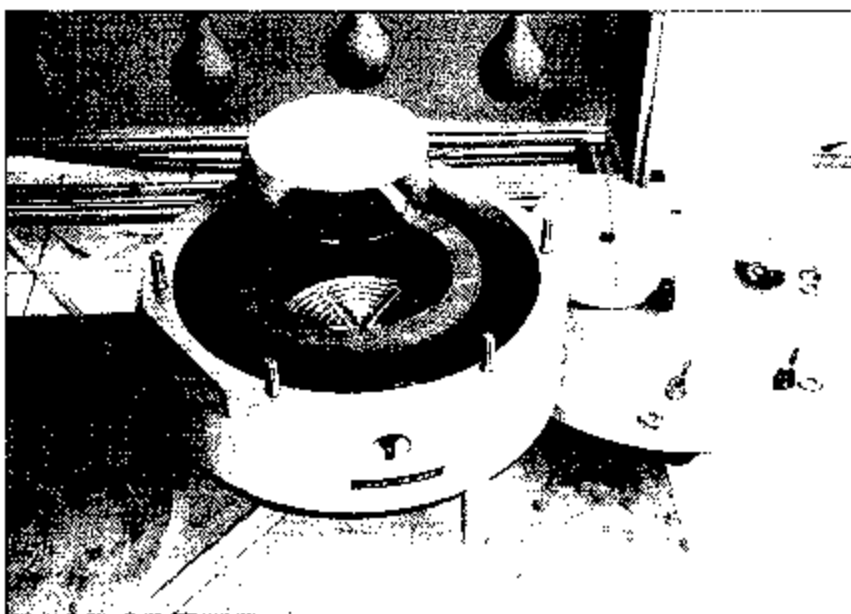
Les éprouvettes  $\phi 150 \times 50$  mm ou  $\phi 110 \times 50$  mm requises pour les mesures de perméabilité peuvent être obtenues par sciage dans des cylindres  $150 \times 300$  mm, par carottage dans des dalles, ou par moulage.

Le perméamètre doit être installé dans une salle climatisée (au LCPC :  $T = 20 \pm 1$  °C et  $HR = 65 \pm 5$  %), sans courant d'air au voisinage de l'appareil.

**FIGURE 25**  
**Perméamètre « CEMBUREAU ».**



*a. Vue d'ensemble.*



*b. Une éprouvette et une cellule  $\phi 150 \times 50$  mm.*

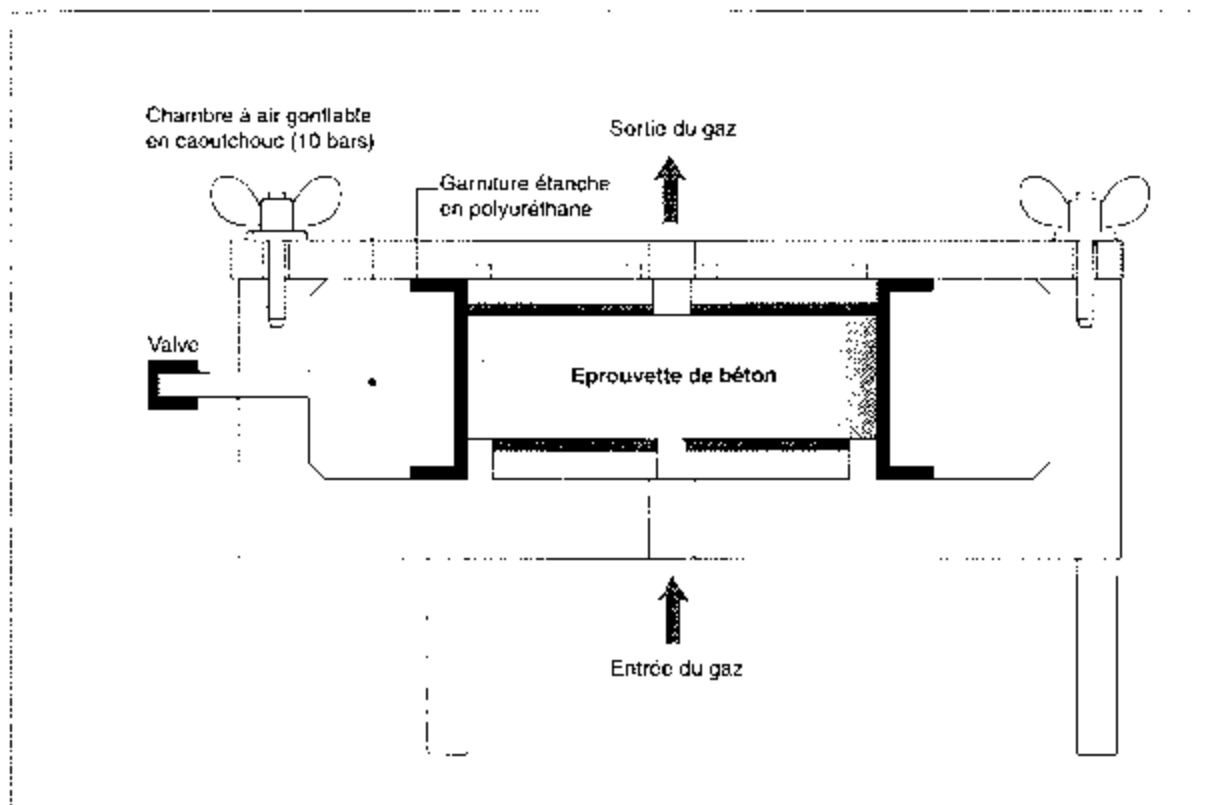


FIGURE 26

**Schéma de la cellule ( $\phi$  150 × 50 mm) du perméamètre « CEMBUREAU » [1].**

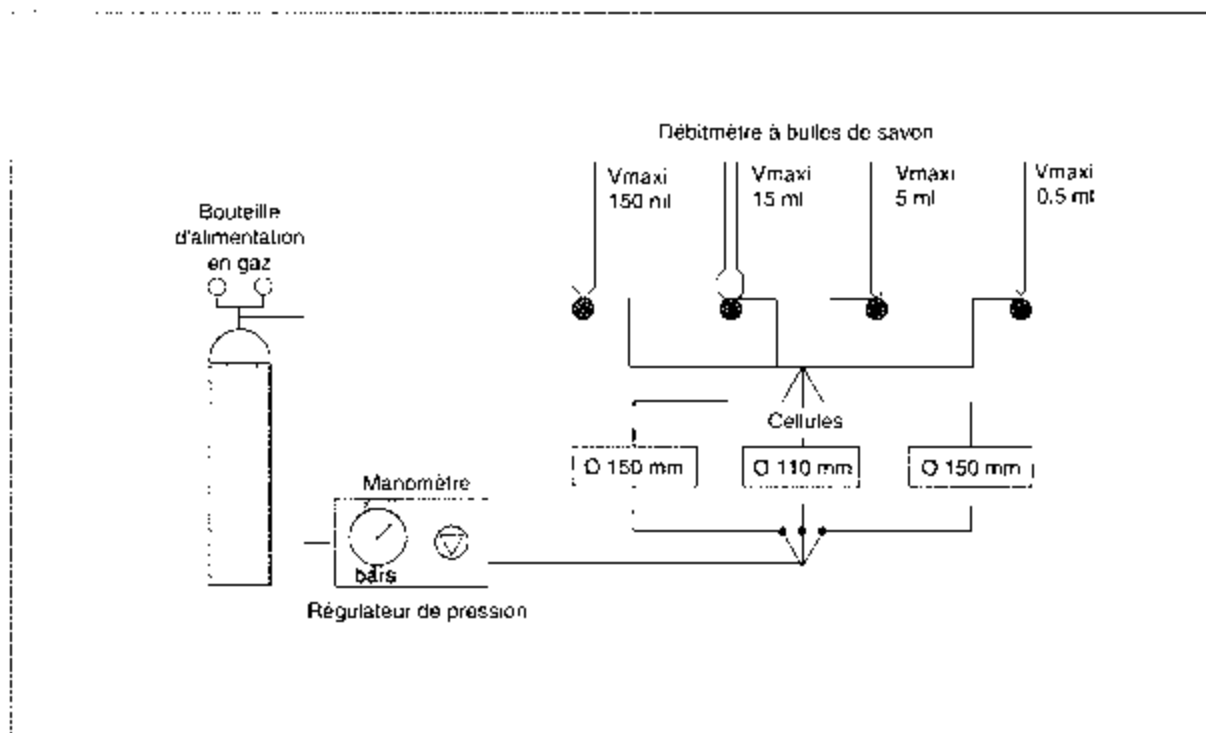


FIGURE 27

**Schéma de principe du fonctionnement du perméamètre « CEMBUREAU ».**

## Préconditionnement des éprouvettes et méthodologie

La perméabilité aux gaz d'une éprouvette de béton dépend de la structure poreuse du matériau et également de l'état hydrique de l'éprouvette. La perméabilité augmente quand le taux moyen de saturation en eau de l'éprouvette diminue. Pour déterminer la perméabilité d'un béton, il est donc nécessaire, d'une part, de sécher au moins partiellement l'éprouvette destinée à la mesure afin que le gaz puisse traverser cette éprouvette, et d'autre part, de connaître le taux de saturation moyen ou mieux, la répartition de la teneur en eau dans l'éprouvette, correspondant à la perméabilité mesurée.

Le mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM [2] préconise de preconditionner les éprouvettes de la façon suivante :

- saturation en eau sous vide pendant 24 heures,
- séchage en étuve ventilée à  $T = 80 \pm 5$  °C pendant 28 jours,
- séchage en étuve ventilée à  $T = 105 \pm 5$  °C jusqu'à stabilisation de la masse, c'est-à-dire lorsque deux pesées espacées de 24 heures ne diffèrent pas de plus de 0,05 %.

Les pesées sont réalisées à la précision de 0,01 g.

Après la saturation et avant le séchage, les corps d'épreuve sont étanchés sur leur pourtour, afin d'assurer un écoulement unidirectionnel du gaz pendant l'essai de perméabilité.

D'autres preconditionnements que celui préconisé par l'AFPC-AFREM peuvent naturellement être effectués, selon l'objectif de l'étude ou des recherches considérées (par exemple, séchage progressif à HR contrôlées [3]).

Les résultats des mesures de perméabilité ( $K_a$ ) sont alors exprimés en fonction du taux de saturation moyen ( $s$ ) de l'éprouvette correspondant à chaque étape du preconditionnement.

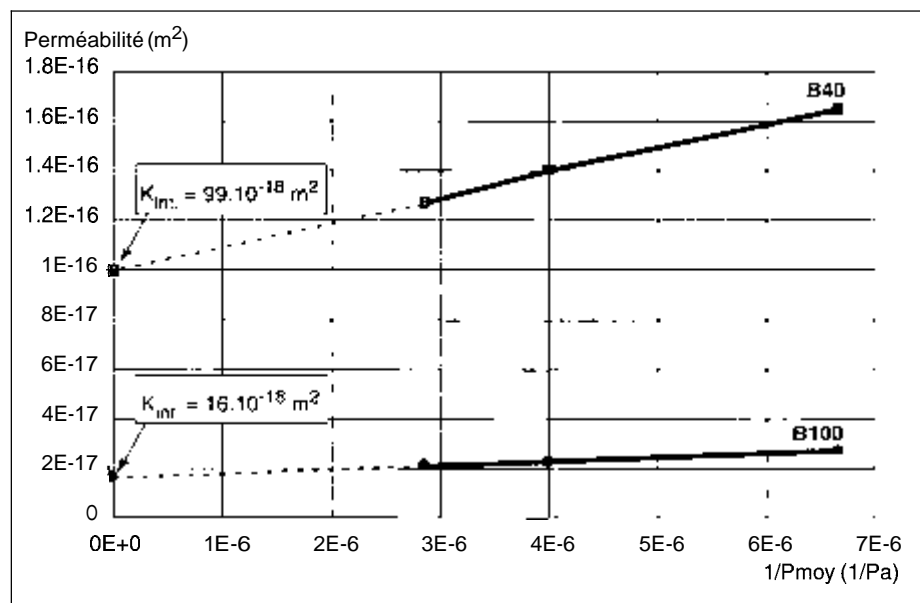
Le mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM préconise de réaliser l'essai à une pression d'entrée  $P = 0,2$  MPa.

Toutefois, si l'on souhaite déterminer la perméabilité intrinsèque du matériau, c'est-à-dire une perméabilité qui soit indépendante de la pression de gaz, il est nécessaire de réaliser des mesures à trois ou quatre pressions différentes.

L'appareil « CEMBUREAU » permet de réaliser des essais à des pressions d'entrée comprises entre 0,2 et 0,6 MPa. Le calcul de la perméabilité intrinsèque s'effectue en appliquant par exemple la méthode de Klinkenberg [3], [4]. La figure 28 illustre, pour deux bétons différents (B40 et B100), cette méthode de détermination de la perméabilité intrinsèque.

FIGURE 28

Détermination de la perméabilité intrinsèque par la méthode de Klinkenberg pour deux bétons différents après séchage à 105 °C [3].



## Exploitation des résultats et exemples d'utilisation de l'essai

Étant donné que la perméabilité aux gaz peut être considérée comme un indicateur de durabilité, l'essai décrit ici est désormais pratiqué dans le cadre de toutes les études et recherches relatives à la durabilité des bétons, ainsi que pour des expertises. Les différentes actions menées dans le cadre du Projet National BHP 2000 ont notamment fourni de nombreux résultats expérimentaux en la matière [5], [6]. Le nombre important d'essais pratiqués sur une large gamme de matériaux depuis l'acquisition du perméamètre du LCPC a également permis de constituer une base de données.

Le tableau IV présente, à titre d'exemple, quelques résultats de perméabilité ( $K_g$ ) en fonction du taux de saturation moyen(s) de l'éprouvette testée, obtenus sur différents types de béton à l'âge de 3 mois.

**TABLEAU IV**

**Perméabilité aux gaz de différents bétons âgés de 3 mois, mesurée à  $P = 0,2$  MPa, et exprimée en fonction du taux de saturation moyen de l'éprouvette**

Béton	Après 7 jours de séchage à 80 °C		Après 28 jours de séchage à 80 °C		Après séchage à $T = 105$ °C	
	$s$ (%)	$K_g$ ( $10^{-18}$ m <sup>2</sup> )	$s$ (%)	$K_g$ ( $10^{-18}$ m <sup>2</sup> )	$s$ (%)	$K_g$ ( $10^{-18}$ m <sup>2</sup> )
B20	3,7	956	1,8	1 062	0	1 264
B32	17,6	102	3,3	175	0	338
B40	22	80	3,3	113	0	165
B60	24,9	55	5,1	107	0	196
B80	58,7	0,3	26,5	6,7	0	30
B100	62	5	28,4	12	0	27

## Références bibliographiques

- [1] KOLLEK J.J., The determination of the permeability of concrete to oxygen by the Cembureau method, a Recommendation, *Materials and Structures*, vol. 22, 1989, pp. 225-230.
- [2] Essai de perméabilité aux gaz du béton durci : Mode opératoire recommandé, dans « Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité », *Compte-rendu des Journées Techniques AFPC-AFREM Durabilité des Bétons*, 11-12 décembre 1997, Toulouse, France (LMDC, 1998) pp. 125-135.
- [3] VILLAIN G., BAROGHEL-BOUNY V., KOUNKOU C., HUA C., Mesure de la perméabilité aux gaz en fonction du taux de saturation des bétons, dans *Transferts dans les bétons et durabilité*, numéro spécial de la *Revue Française de Génie Civil*, vol. 5, 2-3 (Ed. by V. Baroghel-Bouny, Hermès Science Publications, Paris, 2001) pp. 253-270.
- [4] ABBAS A., CARCASSES M., OLLIVIER J.P., Gas permeability of concrete in relation to its degree of saturation, *Materials and Structures*, vol. 32, 1999, pp. 3-8.
- [5] BAROGHEL-BOUNY V., ROUGEAU P., CARÉ S., GAWSEWITCH G., Etude comparative de la durabilité des bétons B30 et B80 des Ouvrages Jumeaux de Bourges - Partie I : Microstructure, propriétés de durabilité et retrait, *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 217, sept.-oct. 1998, pp. 61-73.
- [6] BAROGHEL-BOUNY V., CARCASSES M., QUÉNARD D., ARNAUD S., Durability of concretes ranging from 20 to 120 MPa - Mix-parameter influence, in *Proceedings of 5th International Symposium on Utilization*

of High Strength / High Performance Concrete, June 20-24, 1999, Sandefjord, Norway (Ed. by I. Holand & E.J. Sellevold, 1999) **vol. 2**, pp. 1377-1386.

## Contacts

- ☎ **V. Baroghel-Bouny**      ☎ 01 40 43 51 52      ✉ baroghel@lcp.fr
- ☎ **G. Villain**      ☎ 01 40 43 53 00      ✉ villain@lcp.fr
- ☎ **P. Roussel**      ☎ 01 40 43 53 24      ✉ roussel@lcp.fr
- **LCPC - Division BCC - Section Microstructure et Durabilité des Bétons**
- fax : 01 40 43 54 98

Méthode  
58.8

# ÉVALUATION DE LA PROFONDEUR DE PÉNÉTRATION DES IONS CHLORURE DANS LES BÉTONS DURCIS PAR COLORIMÉTRIE

## Objet de la mesure et domaine d'application

Le test décrit ici permet de déterminer la profondeur de pénétration des ions chlorure dans un matériau, à partir de la vaporisation d'un réactif, le nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$ , et éventuellement d'un révélateur, le bichromate de potassium  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ , selon la méthode développée par Maultzsch et décrite dans la référence [1].

Ce test s'applique à des échantillons de pâte de ciment, mortier ou béton ayant été exposés à des chlorures. Les échantillons de matériau à tester peuvent aussi bien être des éprouvettes de laboratoire que des carottes prélevées in situ, sans dimensions pré-requises. Il suffit seulement de pratiquer la méthode sur une surface perpendiculaire à la surface exposée aux chlorures.

Réalisée à diverses échéances, cette méthode permet de suivre l'évolution de la pénétration des ions chlorure dans le temps pour une éprouvette de laboratoire soumise à un essai de diffusion naturelle ou un échantillon prélevé sur ouvrage exposé à un environnement salin.

Ce test permet en outre d'évaluer la profondeur minimum à analyser pour déterminer le profil de concentration en chlorures, avant d'effectuer les prélèvements par grignotage ou sciage [2].

## Principe de la mesure

Après vaporisation du réactif et éventuellement du révélateur sur la surface, si des chlorures sont présents dans la phase interstitielle de l'échantillon de matériau, deux zones, de couleur différente, apparaîtront. La zone contenant des chlorures libres (c'est-à-dire solubles dans l'eau) apparaîtra de couleur claire et la zone ne contenant pas de chlorures libres, de couleur foncée. En effet, lors de la vaporisation du réactif, la réaction chimique entre les chlorures présents et l'argent se caractérise par l'apparition d'un précipité blanc. La profondeur de pénétration des chlorures est par conséquent la distance entre la surface et la ligne de séparation entre les deux zones de couleur différente.

Dans le cas d'une carotte prélevée in situ, il est nécessaire de pulvériser, avant le réactif et le révélateur, une solution de  $\text{NaOH}$  à 10 %, afin d'éviter la détection de la profondeur de carbonatation [3]. Si cette pulvérisation préalable n'est pas réalisée, les méthodes vont détecter à la fois la zone carbonatée (coloration blanche sans révélateur, et rouge avec révélateur) et la zone contenant des chlorures, zones confondues en surface.

La mesure doit être effectuée rapidement après les vaporisations car un effet photochimique peut assombrir la zone contenant les chlorures libres. Dans le cas de bétons compacts ou de faibles concentrations en chlorures, l'utilisation du révélateur est nécessaire pour visualiser les deux zones. Il est à signaler que ce produit est dangereux (cf. § Précautions nécessaires, page 54).

## Dispositif expérimental

### *Matériel*

Le matériel nécessaire pour déterminer la profondeur de pénétration des chlorures est :

- ↳ un dispositif permettant de fendre l'éprouvette perpendiculairement à la surface exposée ou de la scier,
- ↳ des vaporisateurs,
- ↳ une hotte,
- ↳ une règle ou un pied à coulisse.

Même si le fendage ne permet pas d'obtenir une surface lisse, cet essai est préférable au sciage. En effet, le fendage ne nécessite aucun liquide et n'échauffe pas l'éprouvette, alors qu'un sciage sous eau ou à sec peut perturber la distribution des chlorures dans l'échantillon.

### *Produits*

Les produits utilisés comme réactif et révélateur sont les suivants :

- ↳ une solution de nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$  (1 % dans l'eau),
- ↳ une solution de bichromate de potassium  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  (5 % dans l'eau).

### *Précautions nécessaires*

Le bichromate de potassium est un produit dangereux. Par conséquent, son utilisation doit être réservée aux bétons compacts et aux bétons dans lesquels la concentration en chlorures semble faible du fait d'un environnement extérieur pauvre en chlorures. En cas d'utilisation de ce produit, la vaporisation doit être effectuée sous hotte ou dans un lieu aéré.

### *Méthodologie*

L'éprouvette (ou le prélèvement) est fendue ou sciée perpendiculairement à la surface exposée aux chlorures et de façon centrée par rapport au bloc de béton.

Le(s) échantillon(s) ainsi obtenu(s) sont placé(s) sur un support sous une hotte. Il est souhaitable de réaliser la mesure sur deux échantillons pour une évaluation précise de la profondeur de pénétration des ions chlorure.

Si le matériau est carbonaté, il est indispensable de réalcaliniser la surface avant l'essai colorimétrique.

Dans le cas de l'utilisation du réactif uniquement, le nitrate d'argent est vaporisé une à deux fois sur la surface, en laissant un temps de séchage (moins de 15 minutes) entre ces vaporisations. La zone contenant les chlorures apparaît claire (gris ou blanc selon la couleur du béton) et celle ne contenant pas de chlorures apparaît foncée. Le contraste est plus marqué lorsque la surface a séché.

Dans le cas de l'utilisation du réactif et du révélateur, le nitrate d'argent, puis le bichromate de potassium, sont vaporisés sur la surface. Le délai entre les deux vaporisations doit être inférieur à une minute. Si les deux zones de couleur différente n'apparaissent pas, il faut laisser sécher quelques minutes la surface, puis renouveler une ou deux fois l'opération de vaporisation du nitrate d'argent et du bichromate de potassium. Après un séchage de l'échantillon d'au moins une heure à la lumière naturelle, la zone contenant des chlorures doit apparaître en jaune tandis que la zone exempte de chlorures doit apparaître en marron.

La profondeur de pénétration est mesurée et photographiée rapidement lorsque la surface est sèche, avant que les couleurs ne disparaissent. Par analyse d'image, cette photographie peut permettre d'évaluer la profondeur de pénétration des chlorures.

## Exploitation des résultats

La profondeur de pénétration des chlorures dans un échantillon est toujours déterminée dans les zones où la pâte de ciment est présente :

↙ si la ligne de séparation entre la zone contenant les chlorures et celle n'en contenant pas est linéaire, la moyenne sur deux mesures suffira pour estimer la profondeur de pénétration des chlorures,

↙ si la ligne de séparation est courbe, seul un intervalle pourra être donné pour la profondeur de pénétration des chlorures. Le minimum de l'intervalle correspond à la plus courte distance entre la ligne de séparation et la surface exposée aux chlorures et le maximum à la plus longue distance.

Si deux échantillons sont testés, la profondeur de pénétration des chlorures sera prise comme la moyenne de la mesure sur les deux échantillons.

Il est important de noter qu'à l'heure actuelle, cette méthode présente des inconvénients :

↙ la valeur de la profondeur de pénétration déterminée n'est qu'une estimation car il existe des incertitudes sur la mesure de distance. Tout d'abord le fendage de l'éprouvette ou du prélèvement, qui ne permet pas d'obtenir une surface lisse, peut rendre la mesure de la distance difficile. Ensuite, la capacité du réactif et du révélateur à détecter tous les chlorures libres pose le problème de la précision de la ligne de séparation entre la zone contenant les chlorures et celle n'en contenant pas.

↙ les spécifications donnent une couleur jaune pour la zone avec chlorures libres et une couleur marron pour la zone sans chlorures libres dans le cas de l'utilisation du bichromate de potassium. Cependant, les diverses expériences menées [4] ont montré que la couleur obtenue est fonction du matériau, même si la ligne de séparation entre les deux zones reste nettement visible. Quoi qu'il en soit, la zone contenant des chlorures libres apparaîtra plus claire.

↙ l'absence d'une zone de couleur claire (gris-blanc ou jaune) ne permet pas forcément de conclure qu'il n'y a pas de chlorures libres dans le matériau. Au stade actuel du développement des méthodes colorimétriques, la concentration en chlorures correspondant au seuil de détection (avec ou sans révélateur), n'est pas connue avec précision. Celle-ci semble être fonction du ciment et de la solution diffusante. Elle peut toutefois être déterminée par comparaison avec les profils de concentration obtenus par extraction-dosage [2].

## Exemples d'utilisation de la méthode

Dans l'exemple présenté ici [1], la profondeur de pénétration  $x_d$  des chlorures est mesurée sur un béton B30 à deux échéances, 60 et 100 jours, en appliquant la méthode avec révélateur.

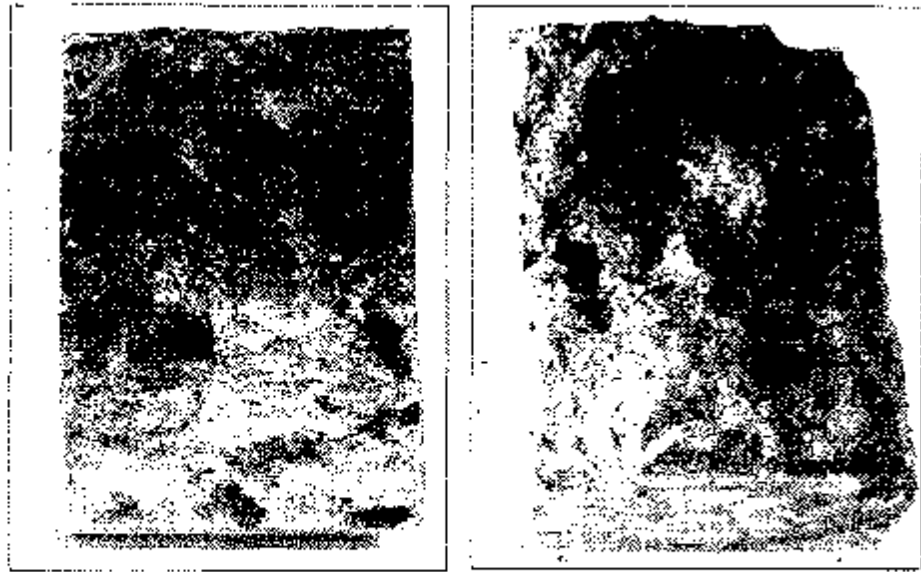
Deux éprouvettes de ce béton ont été soumises à un essai de diffusion dans une salle à  $20 \pm 2$  °C et  $85 \pm 5$  % d'humidité relative. La concentration de la solution saline était de 1 mole/L (58,443 g de NaCl par litre de solution). La mesure par colorimétrie a été réalisée à chaque échéance sur un seul échantillon avec utilisation du révélateur. Les figures 29a et b présentent la zone contenant les chlorures libres (bas de l'éprouvette) et la zone n'en contenant pas (haut de l'éprouvette). Les valeurs mesurées sont les suivantes :

↙  $x_d = 30$  mm à 60 jours,

↙  $x_d = 45$  mm à 100 jours.



FIGURE 29 a et b  
Détermination de la profondeur de pénétration  $x_d$  des ions chlorure par colorimétrie sur des échantillons de béton B30, après un essai de diffusion (utilisation du révélateur).



a.  $x_d = 30$  mm à 60 jours.

b.  $x_d = 45$  mm à 100 jours.

La détermination de la profondeur de pénétration des chlorures  $x_d$  est également nécessaire pour le calcul du coefficient de diffusion apparent  $D_{app}$  (en  $m^2.s^{-1}$ ) à partir d'un essai de migration sous champ électrique en régime non stationnaire [5] :

$$D_{app} = 1,189 \cdot 10^{-11} \cdot \frac{(x_d - 1,061 \cdot x_d^{0,589})}{t}$$

où  $t$  est la durée de l'essai de migration (en h) et où la température et la différence de potentiel aux bornes de l'échantillon sont respectivement prises égales à 298 K et 30 V.

**Remarque :** Ce calcul manque de précision étant donné les incertitudes sur la mesure de  $x_d$  précédemment évoquées. Par conséquent, un intervalle sera souvent donné plutôt qu'une seule valeur de coefficient de diffusion apparent. Par exemple, pour un béton B30 âgé de 28 jours soumis à un essai de migration sous champ électrique en régime non stationnaire, le coefficient de diffusion apparent était compris entre  $15$  et  $20 \cdot 10^{-12} m^2.s^{-1}$  [6].

## Références bibliographiques

- [1] HENRY D., BAROGHEL-BOUNY V., CHAUSSADENT T., *Evaluation of chloride penetration into concrete by various methods*, Proceedings of the 2nd RILEM Workshop « Testing and modelling chloride ingress into concrete », sept. 11-12, 2000, Paris (Edited by C. Andrade and J. Kropp, RILEM, Paris, 2000), pp. 471-486.
- [2] Détermination des profils de concentration en chlorures et du coefficient de diffusion des chlorure dans les bétons durcis en régime non stationnaire à partir d'un essai de diffusion, dans ce même recueil, pp. 58-64.
- [3] COLLEPARDI M., *Quick method to determine free and bound chlorides in concrete*, Proceedings of the International RILEM Workshop « Chloride penetration into concrete », oct. 15-18, 1995, Saint-Rémy-lès-Chevreuse, France (Edited by L.O. Nilsson and J.-P. Ollivier, RILEM, Cachan, 1997), pp. 10-16.

- [4] HENRY D., BAROGHEL-BOUNY V., CHAUSSADENT T., Détermination des profils de pénétration et de la diffusivité apparente des ions chlorure dans les bétons en régime stationnaire, Actes des Journées « Durabilité » de clôture du Thème de Recherche OA9 du LCPC Transferts dans les bétons et *durabilité* des ouvrages, 8 et 9 mars 2000, Bordeaux, France (Edited by V. Baroghel-Bouny, LCPC, 2001) pp. 47-55.
- [5] TANG L, NILSSON L.O., Rapid determination of chloride diffusivity in concrete by applying an electrical field, *ACI Materials Journal*, **vol. 89**, 1, 1992, pp 49-53.
- [6] BAROGHEL-BOUNY V., ROUGEAU P., CHAUSSADENT T., CROQUETTE G., Étude comparative de la durabilité des bétons B30 et B80 des ouvrages jumeaux de Bourges - Partie II : Etude comparative de la pénétration des ions chlorure par différentes méthodes, *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 217, sept.-oct. 1998, pp. 75-84.

## Contacts

- ☎ **V. Baroghel-Bouny** ☎ 01 40 43 51 52 ✉ baroghel@lcpc.fr
- ☎ **P. Belin** ☎ 01 40 43 52 88 ✉ belin@lcpc.fr
- ☎ **LCPC - Division BCC - Section Microstructure et Durabilité des Bétons**
- ☎ fax : 01 40 43 54 98
  
- ☎ **T. Chaussadent** ☎ 01 40 43 52 40 ✉ chaussadent@lcpc.fr
- ☎ **LCPC - Service Physico-Chimie des Matériaux**
- ☎ fax : 01 40 43 65 14

Méthode  
58.9

# DÉTERMINATION DES PROFILS DE CONCENTRATION EN CHLORURES ET DU COEFFICIENT DE DIFFUSION DES CHLORURES DANS LES BÉTONS DURCIS EN RÉGIME NON STATIONNAIRE À PARTIR D'UN ESSAI DE DIFFUSION

## Objet de la mesure et domaine d'application

L'essai présenté ici a pour objet de déterminer en laboratoire le coefficient de diffusion (« apparent ») des ions chlorure en conditions saturées à partir des profils de concentration en chlorures. Les concentrations en chlorures sont déterminées par les méthodes d'extraction et de dosage des chlorures totaux et libres (i.e. solubles dans l'eau) recommandées par l'AFPC-AFREM[1].

Cette méthode s'applique aux bétons (ou mortiers) se trouvant dans un environnement susceptible de contenir des chlorures.

## Principe de l'essai

L'essai de diffusion consiste à soumettre une éprouvette de béton à une solution saline contenant des chlorures. L'éprouvette est placée dans une enceinte fermée de telle sorte qu'une seule face soit en contact avec la solution saline. Les autres faces sont recouvertes de résine ou de papier aluminium adhésif. La température est maintenue constante (ici  $T = 20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

À une échéance donnée, l'éprouvette est sortie de l'enceinte et des prélèvements (parallèlement à la surface exposée) sont effectués à diverses profondeurs, afin de récolter des échantillons sous forme de poudre. Les échantillons peuvent être obtenus par grignotage ou sciage-broyage. À partir de ces échantillons, les chlorures totaux et libres sont extraits puis dosés [1], afin de déterminer les concentrations. Les profils de concentration peuvent ainsi être représentés graphiquement en fonction de la profondeur.

Le coefficient de diffusion apparent  $D_{app}$  (en  $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ) est déterminé à partir de l'équation (1), solution particulière de la seconde loi de Fick [2]. Cette relation relie la « racine carrée de la concentration en chlorures libres » à la profondeur :

$$\sqrt{C_{Cl}(x,t) - C_i} - \sqrt{C_s - C_i} - x \cdot \sqrt{\frac{C_s - C_i}{12 \cdot t \cdot D_{app}}} = B - x \cdot A \quad (1)$$

avec

$C_{Cl}(x,t)$  : concentration en chlorures libres (g/100 g d'échantillon),

$C_i$  : concentration initiale en chlorures dans le matériau,

$C_s$  : concentration en chlorures à la surface d'une éprouvette de matériau,

$x$  : profondeur (m),

$t$  : durée de l'essai de diffusion (s).

Graphiquement, cela se traduit par la détermination de l'équation de la courbe de tendance linéaire reliant la racine carrée des concentrations en chlorures libres à la profondeur. Ainsi à partir de cette équation, la concentration en chlorures à la surface  $C_s$  et le coefficient de diffusion apparent  $D_{app}$  peuvent être calculés.

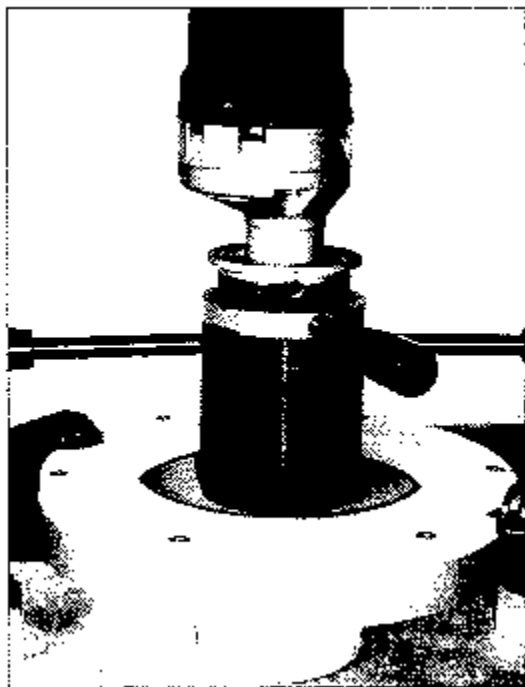
Du fait que l'équation (1) est une solution de la seconde loi de Fick qui caractérise une diffusion pure sans interaction chlorures-matrice, le coefficient de diffusion apparent  $D_{app}$  doit être préférentiellement déterminé à partir des concentrations en chlorures libres (plutôt que totaux). Le calcul de  $D_{app}$  à partir des concentrations en chlorures totaux sera réservé au cas où les chlorures libres ne pourraient être quantifiés.

## Dispositif expérimental

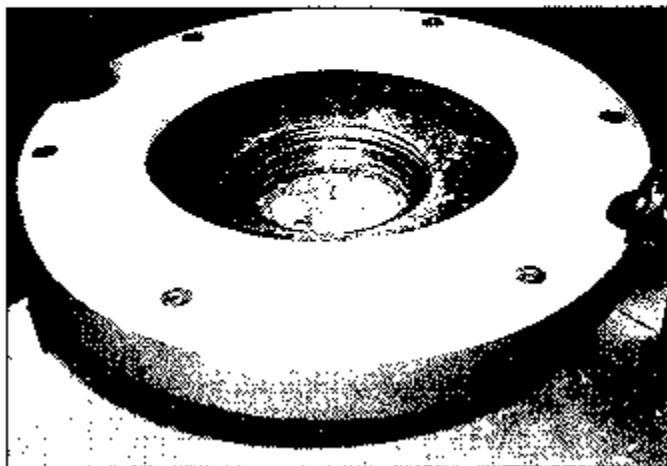
Le dispositif expérimental comprend :

- ↙ une enceinte, installée dans une salle régulée en température (ici  $T = 20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ), dans laquelle est placée une solution contenant des chlorures,
- ↙ du papier aluminium adhésif ou de la résine pour recouvrir les faces des éprouvettes qui ne seront pas en contact avec les chlorures,
- ↙ un dispositif de sciage ou de grignotage (Fig. 30) pour les prélèvements,
- ↙ des sacs ou des pots en plastique pour récolter et stocker la poudre.

Pour le dosage des chlorures, le matériel nécessaire est indiqué dans le mode opératoire AFPC-AFREM [1].



**FIGURE 30**  
*Dispositif de grignotage.*



## Méthodologie

A l'issue de l'essai de diffusion, les mesures et les calculs s'effectuent en trois phases :

- ① Prélèvements.
- ② Filtrage et dosage : détermination des profils de concentration en chlorures.
- ③ Calcul du coefficient de diffusion apparent.

## Prélèvements

Deux types de prélèvement peuvent être utilisés : par sciage ou par grignotage.

Le sciage doit être effectué préférentiellement à sec. En effet, un sciage sous liquide (eau ou alcool) peut modifier la distribution des chlorures dans le matériau. Ce mode de prélèvement a toutefois deux inconvénients : l'échauffement de l'éprouvette et l'épaisseur importante des prélèvements (tranches de 4 à 6 mm). Après sciage, les tranches de béton sont broyées afin d'obtenir la poudre destinée au dosage des chlorures.

Le grignotage (Fig. 30), qui correspond à un frottement d'une mèche en diamant sur l'éprouvette de béton, permet d'obtenir une poudre très fine qui est récoltée à partir d'une spatule ou d'un aspirateur. Ce mode de prélèvement ne nécessite aucun liquide et n'échauffe pas l'éprouvette. Le principal avantage de cette méthode est l'obtention de prélèvements d'épaisseur très fine (épaisseur minimum = 0,5 mm) permettant des profils de concentration en chlorures plus précis qu'avec les échantillons prélevés par sciage. Ce prélèvement doit être réalisé dans une pièce où la température est constante ( $20 \pm 2$  °C).

Après chaque prélèvement, la poudre doit être placée dans un sac ou dans un pot. Pour éviter tout phénomène de carbonatation de la poudre, le sac devra être scellé et le pot fermé hermétiquement après remplissage, et le dosage des chlorures libres devra être effectué le plus rapidement possible.

## Filtrage et dosage : profils de concentration

Afin d'obtenir les profils de concentration en chlorures libres et totaux, la poudre prélevée doit être dissoute dans une solution, puis filtrée. C'est ce filtrat qui permettra de quantifier les chlorures dans le matériau. Les chlorures libres sont les chlorures solubles dans l'eau, c'est-à-dire ceux présents dans le liquide interstitiel ou adsorbés sur la paroi des pores. Les chlorures totaux regroupent les chlorures libres et les chlorures liés dans la pâte de ciment.

La poudre est mise en contact avec de l'eau distillée ou de l'acide nitrique. Le volume de ces produits et la durée du mélange sont fonction du type de chlorures recherchés (chlorures libres ou chlorures totaux) [1]. Les solutions obtenues sont ensuite filtrées et le filtrat est complété jusqu'à 250 mL dans une fiole jaugée avec de l'eau distillée.

À partir de ces filtrats, obtenus pour différentes profondeurs de prélèvement, les dosages en chlorures libres et en chlorures totaux sont réalisés en utilisant du nitrate d'argent et un titrateur potentiométrique. La concentration en chlorures, libres ou totaux, est alors déterminée par la relation (2) :

$$C_{Cl} = 100 \times 35,5 \times C_{Ag} \times V_e \times 10^{-3} \times \frac{1}{M_{pe}} \times \frac{V_{fiole}}{V_{prélevé}} \quad (2)$$

avec

$C_{Cl}$  : concentration en chlorures (g/100 g d'échantillon),

$C_{Ag}$  : titre de la solution de nitrate d'argent utilisée,

$V_e$  : volume de nitrate d'argent nécessaire pour que tous les chlorures en solution aient réagi,

$M_{pe}$  : masse de poudre de béton analysé (g),

$V_{fiole}$  : volume total du filtrat (250 mL),

$V_{prélevé}$  : volume de filtrat dosé (mL).

Pour une bonne précision, au moins deux dosages sur un même filtrat sont nécessaires. La concentration en chlorures d'un filtrat sera alors la moyenne des valeurs obtenues à partir des différents dosages effectués.

Enfin, du fait qu'à chaque filtrat correspond une profondeur  $x$  et une concentration en chlorures  $C_{Cl}$ , les profils de concentration en chlorures libres et en chlorures totaux peuvent être représentés graphiquement.

## Détermination du coefficient de diffusion apparent

Pour obtenir le coefficient de diffusion apparent  $D_{app}$ , il suffit de déterminer graphiquement l'équation linéaire reliant  $\sqrt{C_{Cl} - C_i}$  à la profondeur  $x_i$  à partir des concentrations en chlorures libres.

Cette équation est de la forme :  $\sqrt{C_{Cl} - C_i} = Y = -A \cdot x + B$  (3)

avec, d'après l'équation (1) :

$$B \text{ (ordonnée à l'origine)} = \sqrt{C_s - C_i} \quad (4)$$

$$A \text{ (pente de la courbe)} = \frac{C_s - C_i}{\sqrt{12 \cdot t \cdot D_{app}}} \quad (5)$$

## Exploitation des résultats

Pour un béton donné, à partir du profil de concentration en chlorures libres, la relation reliant  $\sqrt{C_{Cl} - C_i}$  à la profondeur (cf. Equation 3) est déterminée. Ensuite en prenant en compte la durée d'exposition et les équations (4) et (5), le calcul de la concentration à la surface  $C_s$  et celui du coefficient de diffusion apparent  $D_{app}$  ( $m^2 \cdot s^{-1}$ ) sont effectués selon les équations 6 et 7 :

$$C_s = B^2 \cdot C \quad (6)$$

$$D_{app} = \frac{B^2}{12 \cdot t \cdot A^2} \quad (7)$$

Dans le but de faciliter les calculs de  $D_{app}$ , il est souhaitable de représenter l'abscisse  $x$  en mètre et d'exprimer le temps de contact avec les chlorures en seconde.

## Exemple d'utilisation de l'essai

L'exemple choisi ici présente les résultats de l'analyse des chlorures et du calcul du coefficient de diffusion apparent pour deux éprouvettes de béton (B1 avec  $E/C = 0,84$  et B2 avec  $E/C = 0,50$ ) placées en contact avec une solution de NaCl ( $1 \text{ mol} \cdot L^{-1}$ ) pendant 60 et 92 jours respectivement. Le mode de prélèvement choisi est le grignotage et chaque prélèvement avait une épaisseur de 3 mm.

### Profils de concentration en chlorures libres et totaux

Les résultats de l'analyse des chlorures libres et totaux dans les échantillons de bétons B1 et B2 sont présentés sur les figures 31 et 32, respectivement [3].

Ces profils montrent que la pénétration des chlorures est plus importante pour le béton B1 que pour le béton B2. Ceci est cohérent avec le rapport EIC des matériaux : plus EIC est élevé, plus la pénétration des ions chlorure sera profonde et les quantités de chlorures seront élevées dans le béton. Au niveau des chlorures liés, c'est-à-dire de la différence entre les chlorures totaux et les chlorures libres, il semble que l'interaction chlorures-matrice soit plus importante pour le béton B2.

La profondeur de pénétration des chlorures  $x_d$  mesurée par colorimétrie [4] à 60 jours pour le béton B1 et à 92 jours pour le béton B2 est reportée sur les profils des figures 31 et 32 [3]. Cette profondeur correspond, pour les deux bétons, à la profondeur à laquelle les profils de concentration en chlorures deviennent asymptotiques (i.e. lorsque la concentration en chlorures devient pratiquement constante). Les profils de concentration constituent donc une autre méthode que la colorimétrie pour déterminer la profondeur de pénétration des chlorures  $x_d$ .

FIGURE 31

Profils de concentration en chlorures libres et totaux du béton B1 après 60 jours de contact avec une solution de NaCl (1 mol.L<sup>-1</sup>).

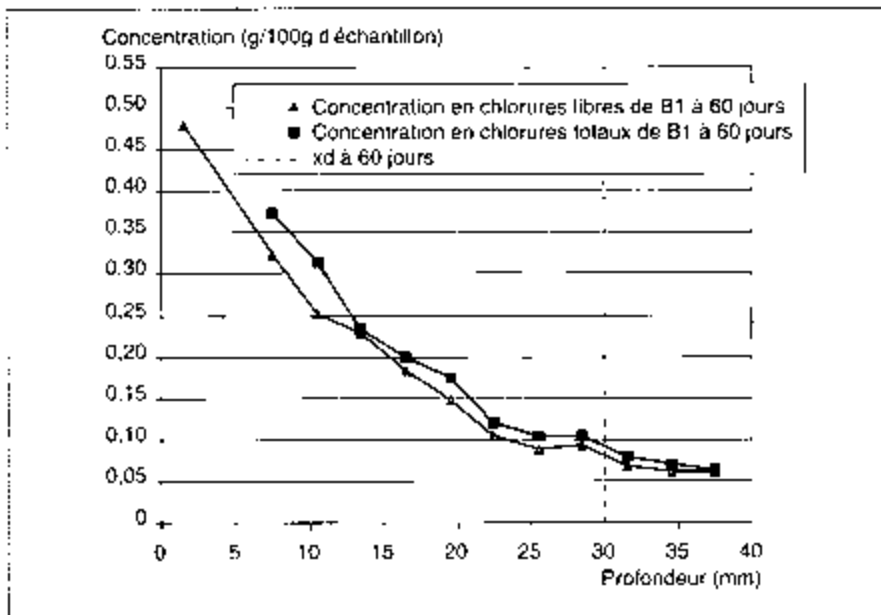


FIGURE 32

Profils de concentration en chlorures libres et totaux du béton B2 après 92 jours de contact avec une solution de NaCl (1 mol.L<sup>-1</sup>).

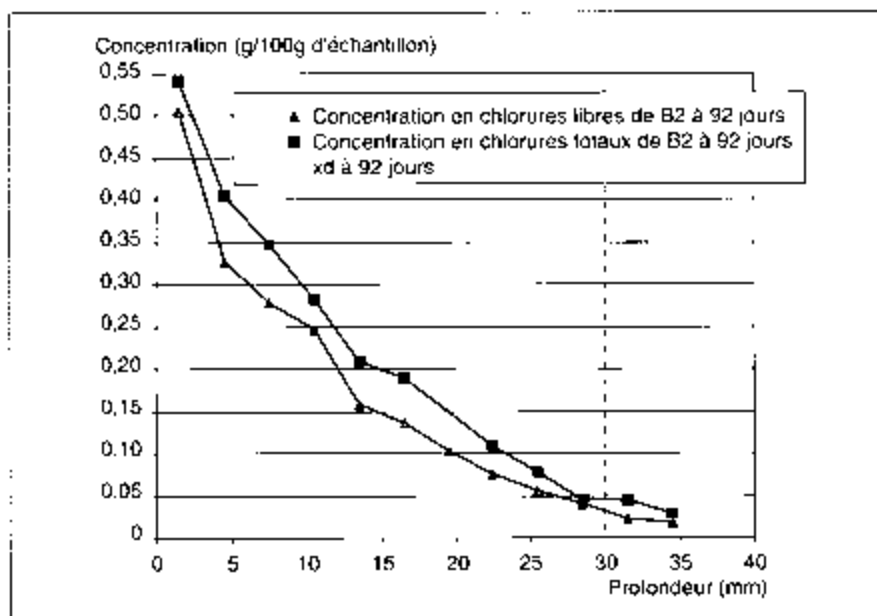
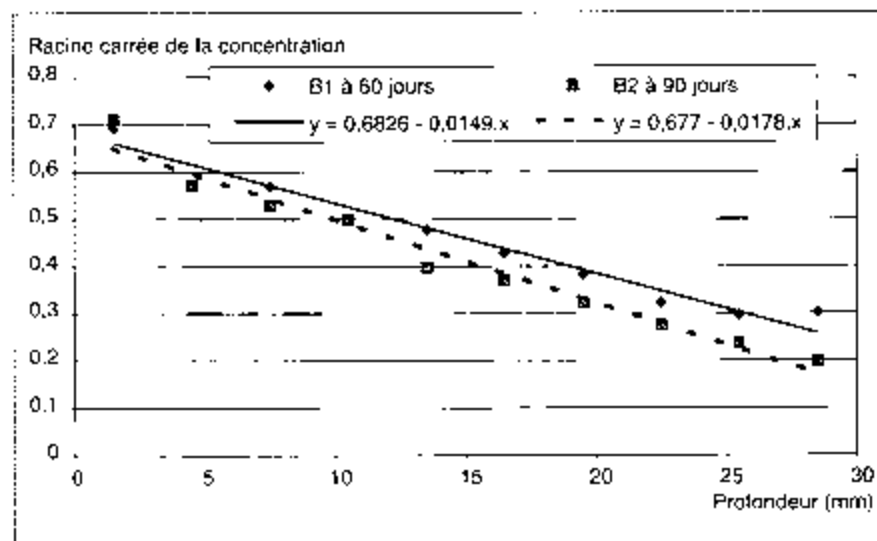


FIGURE 33

Courbes  $\sqrt{C_{Cl}}$  en fonction de la profondeur  $x$  pour les bétons B1 et B2.



## Coefficient de diffusion apparent

En supposant la concentration initiale nulle pour les deux bétons, l'équation  $\sqrt{C_{Cl}}$  en fonction de  $x$  (Fig. 33) a donc pour formule :

$$Y = 0,0149.x + 0,6826 \quad \text{pour le béton B1} \quad (8)$$

$$Y = 0,0178.x + 0,6770 \quad \text{pour le béton B2} \quad (9)$$

Les équations (8) et (9) ont été déterminées à partir d'un nombre limité de points ( $x, \sqrt{C_{Cl} - C_i}$ ). Le premier point correspond à la concentration mesurée au plus près de la surface (pour ces deux bétons 1,5 mm) et le dernier point correspond à la profondeur à laquelle le profil devient asymptotique (pour ces deux bétons 28,5 mm).

À partir des équations (6) et (7) et de la durée de contact avec les chlorures pour chaque béton (en secondes), on obtient les résultats figurant dans le tableau V.

**Remarque** : Les résultats obtenus à partir des équations (8) et (9) donnent un  $D_{app}$  en  $mm^2.s^{-1}$  et non en  $m^2.s^{-1}$ .

TABLEAU V

Concentration en chlorures à la surface  $C_s$   
et coefficient de diffusion apparent  $D_{app}$  pour les bétons B1 et B2

Béton	t (jours)	t (secondes)	$C_s$ (g/100 g d'échantillons)	$D_{app}$ ( $10^{-12} m^2.s^{-1}$ )
B1	60	5155200	0,4659	33,7
B2	92	8006400	0,4583	15,2

Le calcul du coefficient de diffusion apparent pour ces deux matériaux permet de confirmer le résultat apparu sur les profils de concentration : la pénétration des chlorures en milieu saturé est limitée par un faible rapport E/C. De plus, le calcul du coefficient de diffusion apparent sur le béton B1 à deux dates différentes montre que, malgré l'imprécision sur la détermination des chlorures par dosage, cette méthode d'analyse donne des résultats cohérents. En effet, les calculs montrent que les valeurs de coefficient de diffusion apparent sont proches [3] :

↙  $D_{app} = 33,7 \cdot 10^{-12} m^2.s^{-1}$  après 60 jours de contact avec les chlorures.

↙  $D_{app} = 49 \cdot 10^{-12} m^2.s^{-1}$  après 100 jours de contact avec les chlorures.

## Références bibliographiques

- [1] CHAUSSADENT T., ARLIGUIE G., AFREM test procedures concerning chlorides in concrete: extraction and titration methods, *Materials and structures*, vol. 32, avril 1999, pp. 230-234.
- [2] POULSEN E., The chloride diffusion characteristics of concrete, Approximative determination by linear regression analysis, *Nordic Concrete Research*, Publication n° 9, 1990, pp 124-133.
- [3] HENRY D., BAROCHEL-BOUNY V., CHAUSSADENT T., Détermination des profils de pénétration et de la diffusivité apparente des ions chlorure dans les bétons en régime stationnaire, *Actes des Journées « Durabilité » de clôture du Thème de Recherche OA9 du LCPC ((Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages*», 8 et 9 mars 2000, Bordeaux, France (Ed. by V. BAROGHEL BOUNY, LCPC, 2001) pp. 47-55.
- [4] Évaluation de la profondeur de pénétration des ions chlorure dans les bétons durcis par colorimétrie, dans ce même recueil, pp. 53-57.



## Contacts

- ⋮ ☎ **V. Baroghel-Bouny**      **4** 01 40 43 51 52      ✉ baroghel@lcpc.fr
- ⋮ ☎ **P. Belin**      ☎ 01 40 43 52 88      ✉ belin@lcpc.fr
- ⋮ **LCPC - Division BCC - Section Microstructure et Durabilité des Bétons**
- ⋮ fax : 01 40 43 54 98
- ⋮
- ⋮ ☎ **T. Chaussadent**      ☎ 01 40 43 52 40      ✉ chaussadent@lcpc.fr
- ⋮ **LCPC - Service Physico-Chimie des Matériaux**
- ⋮ fax : 01 40 43 65 14

Méthode  
58.10

# DÉTERMINATION DU COEFFICIENT DE DIFFUSION DES CHLORURES DANS LES BÉTONS DURCIS EN RÉGIME STATIONNAIRE À PARTIR D'UN ESSAI DE MIGRATION SOUS CHAMP ÉLECTRIQUE

## Objet de la mesure et domaine d'application

La méthode présentée ici a pour objet de déterminer, à partir d'un essai de migration sous champ électrique, le coefficient de diffusion (« effectif ») des chlorures dans le béton durci en régime stationnaire et en conditions saturées.

Par rapport à d'autres essais relatifs à la pénétration des chlorures, tels que ceux de diffusion naturelle, l'essai décrit ici présente l'avantage de réduire considérablement la durée de l'expérience (durée de 1 à 2 semaines pour des bétons « courants », au lieu de plusieurs mois).

Cette méthode s'applique aux bétons (ou mortiers) se trouvant dans un environnement susceptible de contenir des chlorures.

## Principe de l'essai

Un échantillon cylindrique de béton d'épaisseur constante est placé au centre d'une cellule constituée de deux compartiments qui contiennent, du côté aval, une solution exempte de chlorures (eau distillée ou solution basique), et du côté amont, la même solution additionnée de chlorures.

À l'extrémité de chaque compartiment, se trouve une électrode (métallique) reliée à un générateur de tension stabilisée. Une différence de potentiel est appliquée entre ces électrodes de sorte que les ions chlorure migrent de la solution saline (du compartiment amont) vers le compartiment aval en traversant l'échantillon.

L'essai consiste à mesurer le flux de chlorures traversant l'échantillon lorsque ce flux est devenu constant, ainsi que la différence de potentiel AE entre les faces de l'échantillon. Le flux de chlorures dans le matériau est déterminé à partir des mesures de la concentration en chlorures dans les solutions.

## Dispositif expérimental (Fig. 34, 35, 36a et b [1])

### *Dispositif d'essai de migration sous champ électrique*

Le dispositif expérimental comprend :

◀ une cellule constituée de deux compartiments. Chaque compartiment comporte une face verticale sans paroi où est placé l'échantillon et des ouvertures en partie supérieure par lesquelles

sont introduits les solutions aqueuses (la solution chlorurée utilisée dans le compartiment amont et la solution non chlorurée utilisée dans le compartiment aval), les sondes de mesure de température et les dispositifs de prélèvement de solution,

↖ un échantillon cylindrique de béton de diamètre compris entre 100 et 110 mm et d'épaisseur  $20 \pm 1$  mm,

a un dispositif permettant de fixer de façon étanche et verticalement l'échantillon entre les deux compartiments,

↖ deux électrodes métalliques placées aux extrémités des compartiments de la cellule et dont la plus grande surface est parallèle à l'échantillon. Ces électrodes doivent être inertes dans le milieu considéré et ne pas perturber les mesures des concentrations en chlorure,

↖ une alimentation électrique permettant d'imposer une différence de potentiel constante de 15 V aux bornes des électrodes.

## *Appareillage de mesure*

Les éléments nécessaires à la réalisation des différentes mesures comportent pour chaque cellule :

↖ deux électrodes filiformes en matériau inerte placées le plus près possible de l'échantillon et permettant la mesure de la différence de potentiel entre les faces de l'échantillon,

4 un voltmètre numérique pour la mesure semi-continue et l'enregistrement de la différence de potentiel aux bornes de l'échantillon,

↖ deux électrodes de mesure (une électrode de référence et une électrode sélective aux ions chlorure) permettant la mesure de la concentration en ions chlorure dans les solutions,

↖ une sonde de température,

↖ un ionomètre pour la mesure des concentrations dans le compartiment aval et des températures,

↖ une pompe péristaltique et une cellule à circulation portant les couples d'électrodes.

Le matériel d'essai comprend en outre les matériels classiques de laboratoire : balances, distillateur, titrateur, ainsi que les réactifs chimiques nécessaires à la préparation des solutions et à l'étalonnage des couples d'électrodes.

## Méthodologie

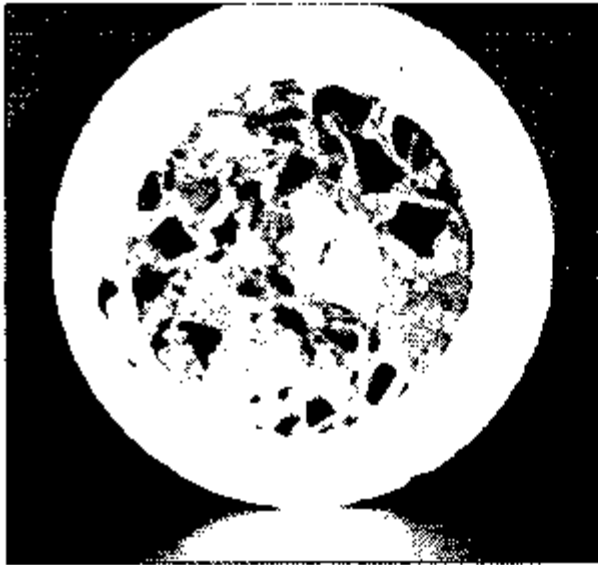
### *Installation*

Afin d'éviter la diffusion latérale, la périphérie de l'échantillon est recouverte d'une résine étanche à l'eau. L'échantillon de béton est saturé par immersion dans l'eau distillée sous vide durant au moins 24 heures avant l'installation entre les deux compartiments de la cellule et l'installation des électrodes servant à mesurer le champ électrique. Le compartiment aval est rempli d'eau bidistillée et le compartiment amont d'une solution de NaCl à 1 mol.L<sup>-1</sup>. L'alimentation est branchée aux bornes de la cellule. L'électrode dans le compartiment amont où se trouve la solution saline est branchée au pôle négatif de l'alimentation. L'autre électrode (compartiment aval exempt de chlorure) est branchée au pôle positif.

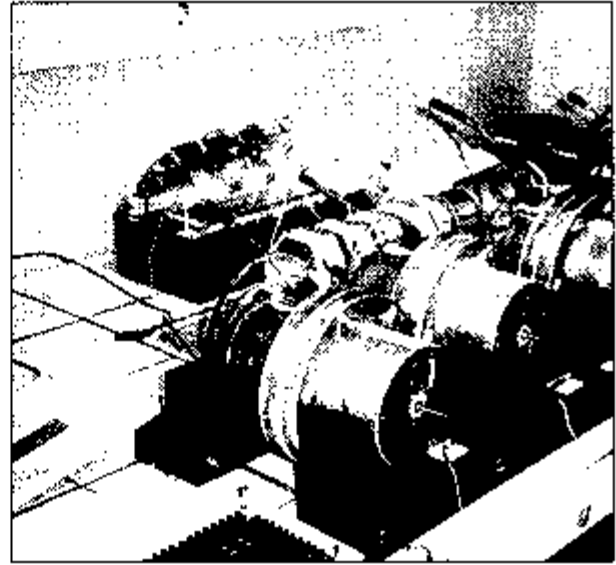
### *Mesures effectuées en cours d'essai* (Fig. 36a et b)

Les mesures effectuées sont les suivantes :

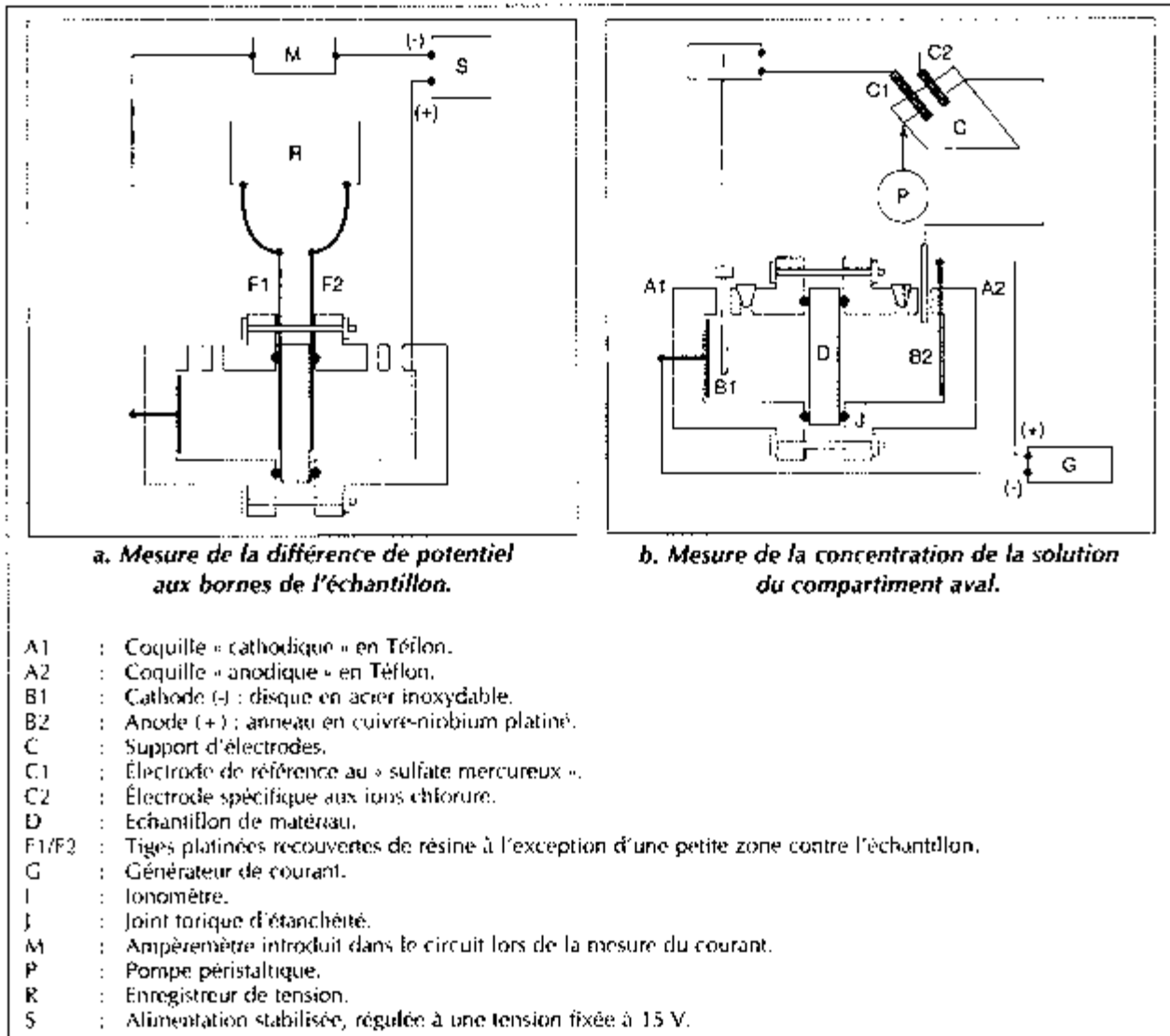
↖ mesure des concentrations des solutions aval. Cette mesure peut être effectuée en continu à l'aide d'une électrode sélective aux ions chlorure fixée sur une cellule à circulation. Néanmoins,



**FIGURE 34**  
Echantillon de béton préparé pour l'essai de migration sous champ électrique.



**FIGURE 35**  
Vue générale de l'installation de migration sous champ électrique en cours d'essai.



**FIGURE 36**  
Schéma de principe du dispositif expérimental de migration sous champ électrique.

dans le cas où cette mesure est réalisée en prélevant une partie de la solution, il est nécessaire de prendre en compte la quantité d'ions chlorure soustraite aux solutions,

- ◀ mesure de la différence de potentiel aux bornes de l'échantillon,
- ◀ mesure de la température (dans l'une des deux solutions).

L'intervalle entre les mesures est choisi de façon à être adapté au type de matériau testé. En ce qui concerne l'exemple présenté dans ce document où l'essai est réalisé avec une tension de 15 V aux bornes de la cellule, un intervalle de 30 minutes est suffisant.

### *Fin de l'essai*

L'essai est arrêté lorsque le régime stationnaire est dépassé, c'est-à-dire quand la concentration dans le compartiment aval cesse de croître en raison de réactions parasites.

## Exploitation des résultats

Le coefficient de diffusion effectif  $D_{\text{eff}}$  des ions chlorure est déterminé à partir de la relation (1) [2], [3] :

$$D_{\text{eff}} = \frac{J \cdot R \cdot T \cdot L}{Z \cdot F \cdot C_{\text{cl}} \cdot \gamma \cdot \Delta E} \quad (1)$$

avec

R : constante des gaz parfaits (= 8,3144 J.mol<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>)

F : constante de Faraday (= 9,648 x 10<sup>4</sup> J. V<sup>-1</sup>.mol<sup>-1</sup>)

Z : valence du chlore (= 1)

J : flux d'ions chlorure (mol.m<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>)

T : température (K)

L : épaisseur de l'échantillon (m)

$C_{\text{cl}}$  : concentration en chlorures de la solution « amont » (mol.m<sup>-3</sup>)

$\gamma$  : coefficient d'activité (le coefficient d'activité des ions chlorure pour la solution cathodique dépend de la concentration de celle-ci et est de 0,66 pour une solution molaire)

$\Delta E$  : différence de potentiel entre les électrodes placées de part et d'autre de l'échantillon (V).

En régime stationnaire, la concentration varie linéairement, le flux J utilisé dans la formule est alors constant. Ce flux est calculé à l'aide de la droite de régression correspondant à l'évolution de la concentration en fonction du temps.

## Exemple d'utilisation de l'essai

Dans l'exemple présenté ici [4], il s'agit de comparer deux bétons à hautes performances : un B60 sans fumée de silice et un B80 avec fumées de silice (22 kg.m<sup>-3</sup>). Les résistances à la compression de ces bétons à 28 jours sont 75,0 MPa et 85,5 MPa respectivement.

La figure 37 présente l'évolution des concentrations en chlorures dans le compartiment aval de la cellule pour les deux bétons. On remarquera que la durée de l'essai effectué sur l'échantillon de béton sans fumée de silice est beaucoup plus courte, le régime stationnaire étant atteint après environ 100 heures d'essai contre plus de 250 heures dans le cas du béton avec fumées de silice. La pente de la droite en régime stationnaire, qui intervient directement dans le calcul du coefficient de diffusion, est nettement différente entre les deux échantillons. Les deux bétons ont donc

un comportement très différent. Cette différence est confirmée par les valeurs obtenues pour le coefficient de diffusion en utilisant la relation (1) :

↖ pour le B60 testé :  $D_{\text{eff}} = 8,5 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ,

↘ pour le B80 testé :  $D_{\text{eff}} = 1,9 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ .

La valeur du coefficient de diffusion pour le béton sans fumée de silice est quatre fois supérieure à celle du béton avec fumées de silice. Dans le cadre de la comparaison des deux bétons, les essais réalisés permettent donc de mettre en évidence la performance nettement supérieure de la formulation avec fumées de silices en terme de durabilité vis-à-vis de l'exposition à un milieu contenant des chlorures.

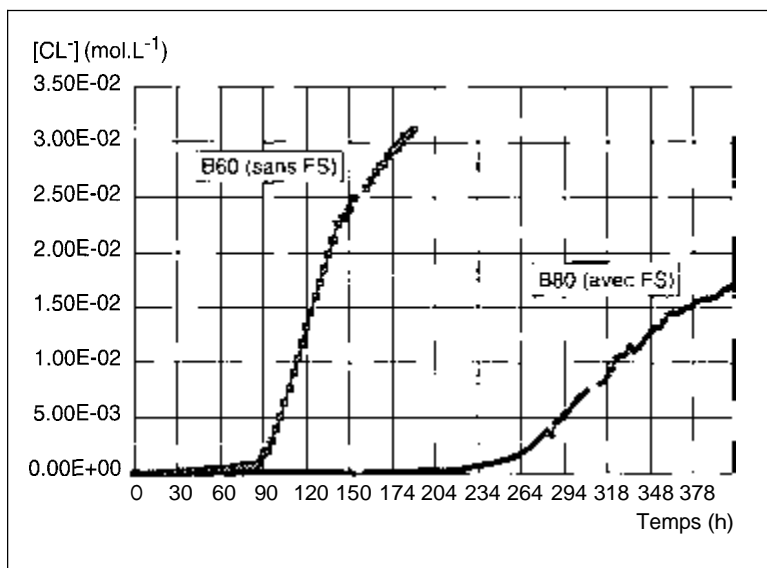


FIGURE 37

Évolution de la concentration en chlorures dans le compartiment aval de la cellule. Comparaison entre deux bétons à hautes performances avec et sans fumée de silice [4].

## Références bibliographiques

- [1] BAROGHEL-BOUNY V., ROUGEAU P., CHAUSSADENT T., CROQUETTE G., Étude comparative de la durabilité des bétons B30 et B80 des ouvrages jumeaux de Bourges - Partie II : Etude comparative de la pénétration des ions chlorure par différentes méthodes, Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 217, sept.-oct. 1998, pp. 75-84.
- [2] ANDRADE C., Calculation of chloride diffusion coefficients in concrete from ionic migration measurements, Cernent and concrete research, n° 23, 1993, pp. 724-742.
- [3] ANDRADE C., SANJUAN M.A., Experimental procedure for the calculation of chloride diffusion coefficients in concrete from migration tests, Advances in cernent research, vol. 6, 23, pp. 127-134.
- [4] RAHARINAIVO A., BAROGHEL-BOUNY V., OLIVIER G., CROQUETTE G., Détermination de la diffusivité des ions chlorure par migration sous champ électrique en régime stationnaire - Exemple d'application dans le cadre du Projet National BHP 2000, Actes des Journées « Durabilité » de clôture du Thème de Recherche OA9 du LCPC « Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages », 8 et 9 mars 2000, Bordeaux, France (Ed. by V. Baroghel Bouny, LCPC, 2001) pp. 57-63.

## Contact

☎ **G. Olivier** ☎ 01 60 56 64 00 ✉ Gerard.Olivier@equipement.gouv.fr  
 : LREP - Groupe Ouvrages d'art  
 : fax : 01 60 56 64 01

Méthode  
58.11

# DÉTERMINATION DES PROFILS DE TENEUR EN EAU DANS LES BÉTONS DURCIS PAR GAMMADENSIMÉTRIE

## Objet de la mesure et domaine d'application

Les mesures de masse volumique réalisées par gammadensimétrie permettent de suivre l'évolution de la répartition de la teneur en eau dans une éprouvette en béton. Par exemple, cet essai de laboratoire permet de quantifier les pertes d'eau par évaporation lors de l'étude du séchage du béton.

## Principe de la mesure

La méthode de mesure est basée sur l'atténuation par la matière de photons gamma émis par une source radioactive de Césium 137, d'énergie 0,662 MeV, après traversée d'une épaisseur  $x$  de matériau [1].

Le nombre  $N_0$  de photons incidents et le nombre  $N$  (en coups par seconde) de photons recueillis sont reliés par la relation :

$$N = N_0 \exp(-z \cdot \mu' \cdot \rho \cdot x)$$

avec

$\mu'$  : coefficient d'absorption massique du matériau, pour l'énergie du rayonnement considéré ( $\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ ),

$\rho$  : masse volumique du matériau ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ),

$x$  : épaisseur du matériau (cm),

$z$  : coefficient de correction défini par la géométrie de l'appareil.

La masse volumique est donc donnée par la relation :

$$\rho = \frac{-1}{z \cdot \mu' \cdot x} \cdot \ln \frac{N_c}{N}$$

La connaissance de  $z$  et  $\mu'$  et la mesure de l'épaisseur  $x$  de matériau permettent de calculer la masse volumique  $\rho$ .

Si  $\rho(t_0)$  est la masse volumique à l'instant initial  $t_0$  et  $\rho(t)$  celle à l'instant  $t$ , au même point de mesure, la variation de masse volumique est liée à la variation de teneur en eau massique ( $w$ ) de l'échantillon de matériau par la relation (1) :

$$w(t_0) - w(t) = [\rho(t_0) - \rho(t)] \frac{\text{Volume}}{\text{Masse sèche}} \quad (1)$$

avec

$w(t_0)$  : teneur en eau massique au temps  $t_0$ ,

$w(t)$  : teneur en eau massique au temps  $t$ .

## Dispositif expérimental (Fig. 38 et 39)

Les mesures sont réalisées à l'aide d'un banc gamma (vertical ou horizontal). Il est composé de l'émetteur (source radioactive de Cs 137) et du récepteur (scintillateur), placés de part et d'autre de l'éprouvette à étudier. Le scintillateur permet de convertir les photons gamma en impulsions électriques qui sont comptées pendant un temps donné, fournissant ainsi un taux de comptage en coups par seconde (cps).

L'auscultation se fait point par point ou en continu, grâce à des dispositifs de déplacement de l'échantillon (rectilignes et circulaires).

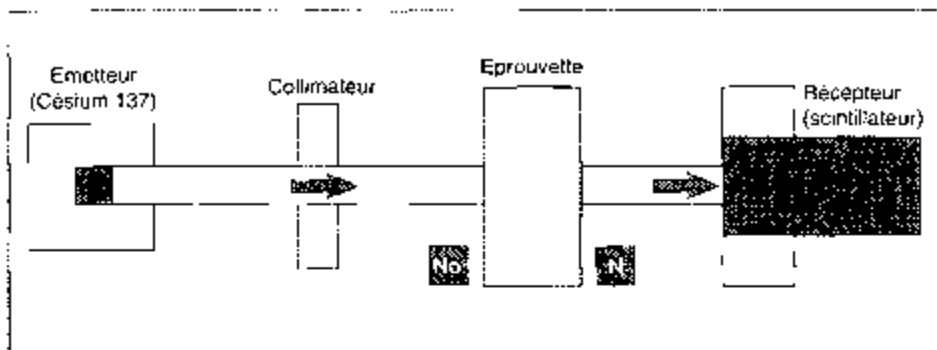


FIGURE 38

*Schéma de principe de la gammadensimétrie.*

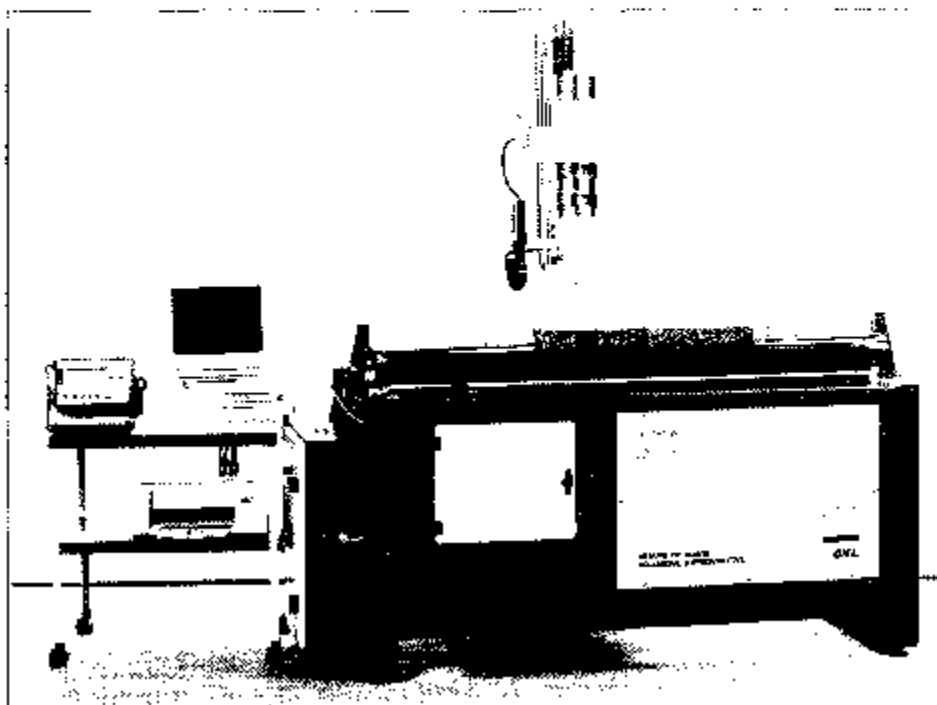


FIGURE 39

*Vue d'ensemble d'un banc d'essai gammadensimétrique vertical.*

## Méthodologie

Pour une éprouvette parallélépipédique, l'auscultation se fait point par point. Le volume de matériau intéressé par la mesure correspond à celui d'un cylindre ayant pour hauteur (ou longueur) l'épaisseur de matériau traversé et comme surface celle d'un cercle de diamètre égal à la collimation du faisceau de photons (10 ou 6 mm pour les dispositifs les plus courants).

Pour une éprouvette cylindrique, l'auscultation se fait par tranche circulaire d'épaisseur égale au diamètre de la collimation (l'éprouvette est auscultée en rotation).



Les temps de comptage nécessaires à la détermination des taux de comptage  $N_0$  et  $N$  sont choisis en fonction de la précision recherchée sur la masse volumique. Ils dépendent de l'activité de la source radioactive, de l'épaisseur du matériau traversé et sont donnés par des abaques [2]. À la fin de l'essai, la masse volumique est calculée à partir des taux de comptage  $N_0$  et  $N$  recueillis et des valeurs de  $x$ ,  $z$  et  $\mu'$ .

## Exploitation des résultats

Un second passage, effectué à un temps  $t + \Delta t$  sur la même éprouvette avec le même protocole expérimental, permet de déceler une variation éventuelle de masse volumique qui, si elle existe, traduit une variation de la teneur en eau. La variation de masse volumique au cours du temps est reliée à la variation de teneur en eau massique par la relation (1).

La précision de la mesure de masse volumique est donnée par [3] :

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta z}{z} + \frac{\Delta \mu'}{\mu'} + \frac{\Delta x}{x} + \frac{\sqrt{\left(\frac{2}{N_0 \cdot t_0} + \frac{2}{N \cdot t}\right)}}{z \cdot \mu' \cdot x}$$

Les erreurs sur  $z$  et  $\mu'$  sont négligeables devant celle faite sur  $x$ , qui reste faible : de l'ordre de 0,001 pour une épaisseur voisine de 10 cm. La plus grande partie de l'erreur provient des temps de comptage choisis pour la détermination de  $N_0$  et de  $N$ .

À titre d'exemple, pour le banc gamma horizontal équipé d'un collimateur de diamètre 10 mm et pour un échantillon de béton de 10 cm d'épaisseur, les taux de comptage  $N_0$  et  $N$  étant respectivement de 6 500 et 1 400 cps, des temps de comptage de 500 et 100 secondes donnent une précision sur la masse volumique de 0,30 %. Dans ces conditions, une variation de teneur en eau inférieure à 0,60 % ne peut pas être décelée.

Pour le banc gamma vertical avec un faisceau de 6 mm, si on mesure pendant 600 s sur une éprouvette de 15 cm d'épaisseur des taux de comptage de 8 200 cps et 500 cps, on obtient la précision de 0,1 % sur la masse volumique et de 0,2 % sur la teneur en eau.

## Exemples d'utilisation de la méthode

Un bloc de béton ordinaire (160 x 80 x 80 mm) est étanché sur cinq faces, la face libre étant soumise à une humidité relative de 54 %. Cette éprouvette est auscultée périodiquement par gammadensimétrie suivant un axe perpendiculaire à la face exposée à HR = 54 %. Les variations de masse volumique observées entre les différentes auscultations sont traduites en pertes relatives de masse. Ces mesures permettent de mettre en évidence l'évolution du profil hydrique en fonction de la durée du séchage (Fig. 40) [4]. On observe un séchage progressif de l'éprouvette principalement sur les deux premiers centimètres pendant les 100 premiers jours. Ensuite, le séchage se poursuit plus profondément au cœur de l'éprouvette. Ces variations représentent uniquement les pertes d'eau dues au séchage exogène, la gammadensimétrie ne prenant pas en compte la diminution de la quantité d'eau évaporable résultant des réactions d'hydratation.

Dans un second exemple [5] illustré en figure 41, la gammadensimétrie est utilisée pour déterminer la répartition de l'humidité (exprimée sous forme de teneur en eau ou de taux de saturation) dans une éprouvette de béton, préalablement à un essai de perméabilité aux gaz, essai qui est fortement influencé par l'état hydrique du matériau poreux [5].

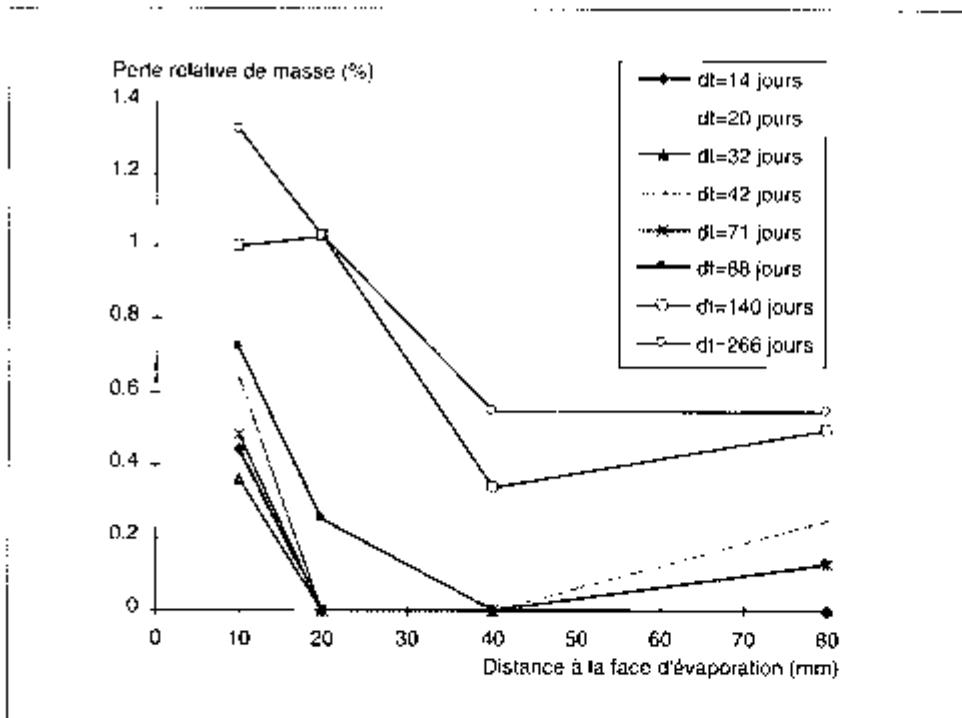


FIGURE 40)

Perte relative de masse en fonction de la distance à la face de l'éprouvette soumise à HR = 54 % (représentation des 80 premiers millimètres).

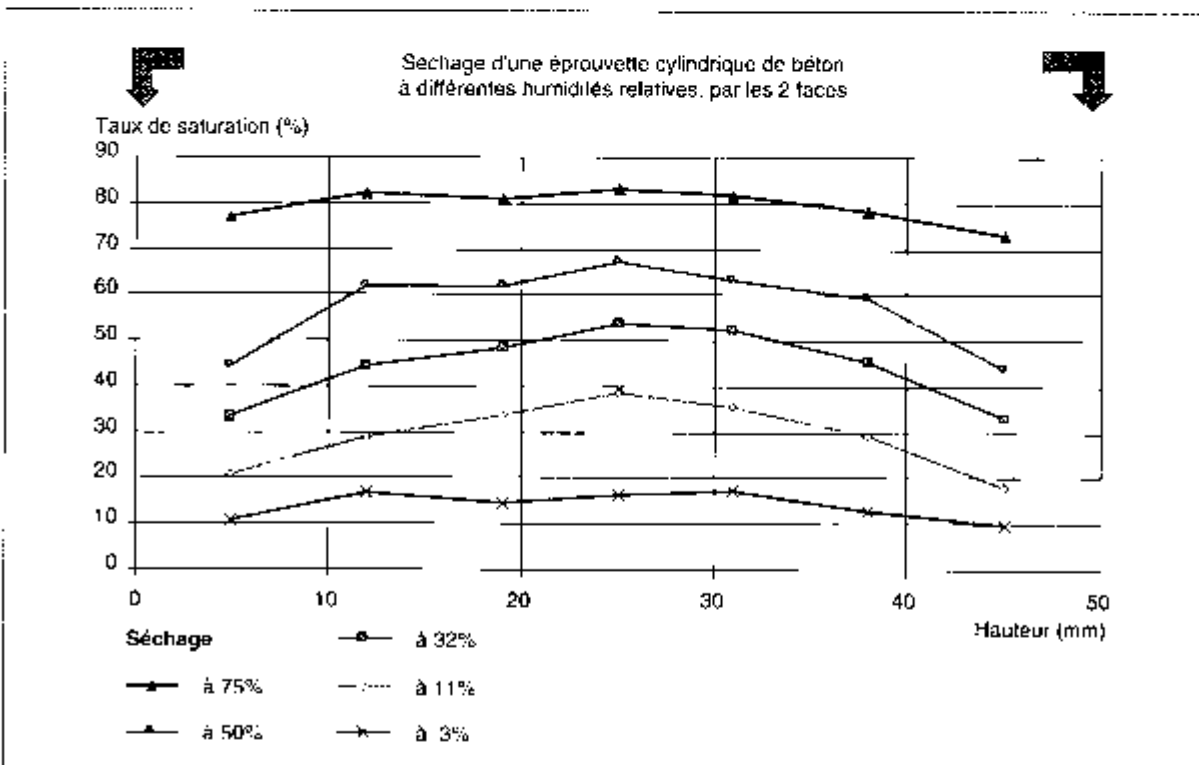

















FIGURE 41

Séchage d'une éprouvette cylindrique de béton B40 à différentes humidités relatives, par les deux faces opposées, préalablement à un essai de perméabilité aux gaz [5].

## Références bibliographiques

- [1] BAROGHEL-BOUNY V., Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons - Méthodes, analyse, interprétations, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 1994, 468 p.
- [2] MLPC : Banc gamma type vertical, notice d'utilisation, LCPC, Paris.
- [3] Mode opératoire et procédure de l'essai de gammadensimétrie de la Section MDB, LCPC, 2000, 14 p.
- [4] KHELIDJ A., BAROGHEL-BOUNY V., BASTIAN G., GODIN J., VILLAIN G., Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages - Détermination expérimentale des gradients résultant d'une interaction *hydratation-séchage* dans une dalle en béton, Études et Recherches des LPC, Série Ouvrages d'Art, 2001, 83 p.
- [5] VILLAIN G., BAROGHEL-BOUNY V., KOUNKOU C., HUA C., Mesure de la perméabilité aux gaz en fonction du taux de saturation des bétons, dans «Transferts dans les bétons et durabilité », numéro spécial de la Revue Française de *Génie Civil*, vol. 5, n° 2-3 (Ed. by V. Baroghel-Bouny, Hermès Science Publications, Paris, 2001) pp. 253-270.
- [6] Mesure de la perméabilité aux gaz des bétons durcis par un dispositif a charge constante (CEMBUREAU), dans ce même recueil, pp. 47-52.

## Contacts

- ⋮  **J. Godin**  02 41 79 13 10  [jean.godin@equipement.gouv.fr](mailto:jean.godin@equipement.gouv.fr)
- ⋮  **M. Pithon**  02 41 79 13 96  [michel.pithon@equipement.gouv.fr](mailto:michel.pithon@equipement.gouv.fr)
- ⋮ **LREP Angers - Unité Physique des Matériaux**
- ⋮ fax: 02 41 44 32 76
  
- ⋮  **V. Baroghel-Bouny**  01 40 43 51 32  [baroghel@lcpc.fr](mailto:baroghel@lcpc.fr)
- ⋮  **G. Villain**  01 40 43 53 00  [villain@lcpc.fr](mailto:villain@lcpc.fr)
- ⋮  **P. Roussel**  01 40 43 53 24  [roussel@lcpc.fr](mailto:roussel@lcpc.fr)
- ⋮ **LCPC - Division BCC - Section Microstructure et Durabilité des Bétons**
- ⋮ fax : 01 40 43 54 98

# Méthode 58.12 DÉTERMINATION DES PROFILS DE TENEUR EN EAU DANS LES BÉTONS PAR SONDES CAPACITIVES

## Objet de la mesure et domaine d'application

La teneur en eau du béton peut être déterminée par pesée ou par gammadensimétrie [1]. Dans certains cas (ouvrage de grandes dimensions, par exemple), il est impossible de mettre en oeuvre ces deux méthodes de laboratoire. Par contre, en implantant *in situ* des sondes métalliques de faible encombrement, il est possible de quantifier les variations de teneur en eau par mesure diélectrique.

Le suivi de la teneur en eau par sondes capacitatives peut donc être réalisé sur éprouvettes ou directement sur ouvrage. Cette mesure peut être effectuée sur béton, mortier ou pâte de ciment, environ douze heures après fabrication. Un ouvrage ancien peut également être instrumenté.

## Principe de la mesure

La mesure de la teneur en eau par sondes capacitatives est fondée sur la mesure de la permittivité diélectrique apparente ( $\epsilon'$ ) d'un matériau humide. Le principe utilisé met en oeuvre une technologie voisine de celle du condensateur : deux électrodes métalliques introduites dans le béton forment les armatures d'un condensateur de capacité (C) dont le diélectrique est constitué par le matériau compris entre ces deux électrodes :

$$C = \epsilon' \cdot \epsilon^{\circ} / X$$

avec

- $\epsilon'$  : permittivité diélectrique apparente du matériau,
- $\epsilon^{\circ}$  : permittivité du vide ( $\epsilon^{\circ} = 8,84 \cdot 10^{-12}$  Farad/mètre),
- X : coefficient lié à la géométrie des électrodes.

Les électrodes mises en place dans le matériau sont reliées à un oscillateur dont la fréquence nominale est 35 MHz. À cette fréquence, les pertes par conductivité et par polarisation sont faibles et les permittivités relatives des constituants du milieu ausculté ont les ordres de grandeur suivants :

$$\begin{aligned} \epsilon'_{\text{air}} &= 1 \\ \epsilon'_{\text{sol, béton}} &= 2 \text{ à } 7 \\ \epsilon'_{\text{eau}} &= 80 \\ \epsilon'_{\text{glace}} &= 4 \end{aligned}$$

Une variation de la teneur en eau (et donc de la constante diélectrique) se traduit par une variation de fréquence de l'oscillateur, déterminée par la valeur prise par la capacité. L'oscillateur est associé à un circuit diviseur de fréquence qui permet de ne pas transporter les hautes fréquences, les variations observées se situant alors autour de 5000 Hz.

Cette méthode nécessite un étalonnage. Celui-ci doit être réalisé sur le matériau étudié : un échantillon saturé est séché progressivement en étuve et la variation de fréquence est reliée à la teneur en eau obtenue par pesée. On obtient alors une loi de variation linéaire (Fig. 42) :

$$F = -a \cdot W + b$$

avec

F : fréquence électrique observée (Hz),

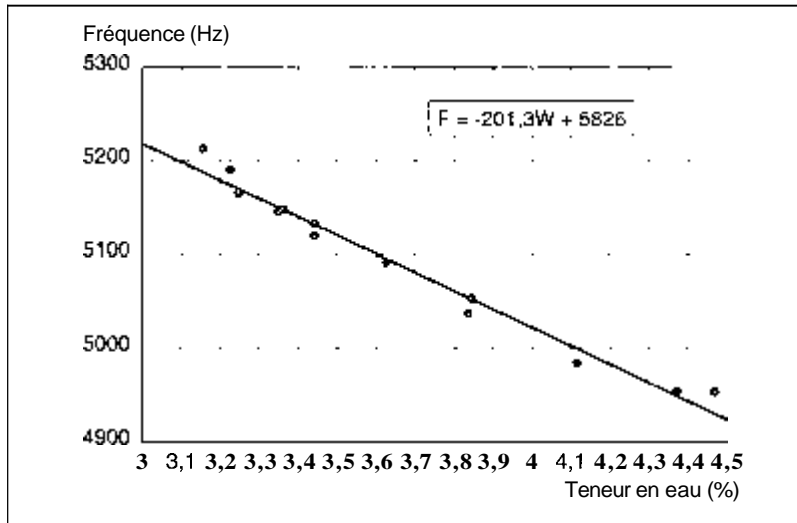
W : teneur en eau massique (%),

a : constante représentant la sensibilité de la mesure,

b : constante liée à l'oscillateur utilisé.

**FIGURE 42**

*Exemple d'étalonnage d'une sonde capacitive.*



## Dispositif expérimental [2]

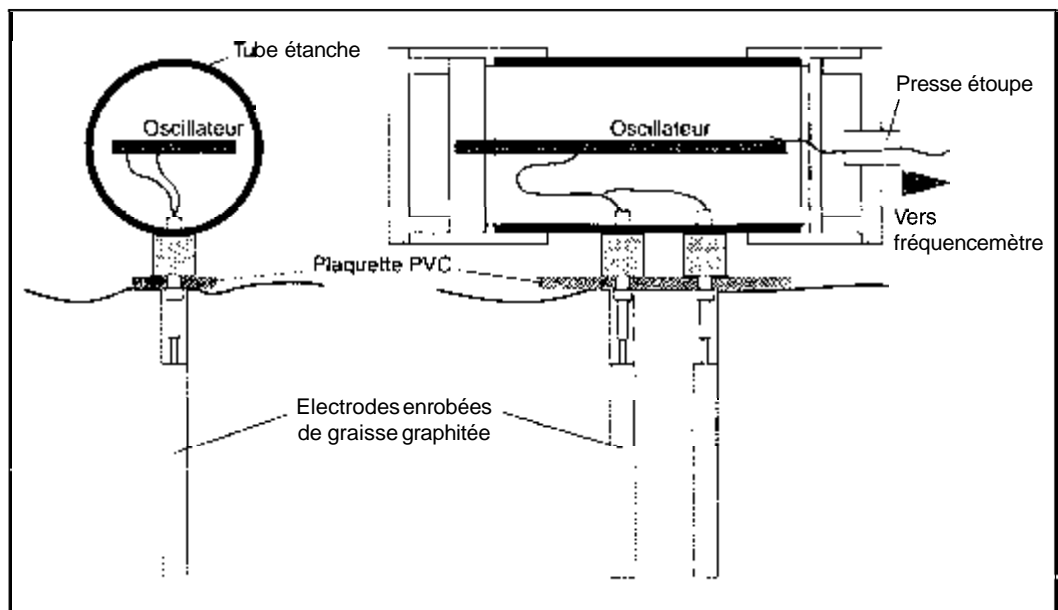
Les sondes utilisées pour la mesure de la teneur en eau dans un béton peuvent être constituées de deux électrodes cylindriques en inox de diamètre 5 mm, de longueur 60 mm et disposées avec un écartement entre axes de 20 mm.

Pour l'étude d'un béton au jeune âge, des gabarits sont disposés lors du coulage. Les sondes sont implantées dans ces réservations après prise du béton (environ douze heures après la coulée). Les électrodes sont enrobées d'une graisse conductrice afin de maintenir la continuité électrique entre celles-ci et le matériau (Fig. 43).

Pour un béton âgé, il est nécessaire de forer deux trous de diamètre légèrement supérieur à celui des électrodes, la mise en place de celles-ci étant identique au cas précédent.

**FIGURE 43**

*Implantation d'une sonde capacitive dans un matériau.*



L'oscillateur est disposé sur les électrodes, le signal pouvant être dirigé sur une centrale d'acquisition de mesures. Dans le cas d'un chantier expérimental, cette centrale, associée à un téléphone cellulaire de type GSM, peut être interrogée à distance. Dans les deux cas, il est nécessaire de prélever un échantillon de béton pour l'étalonnage  $F = F(W)$ .

## Méthodologie

La mesure consiste à relever, à l'aide d'un fréquencesmètre, la fréquence délivrée par l'oscillateur à différentes échéances. Cette fréquence est traduite soit en perte de masse, soit en teneur en eau à l'aide d'un étalonnage réalisé en laboratoire.

### *Étalonnage sur béton jeune*

Au coulage du béton, un bloc (100 x 100 x 100 mm) est réalisé et instrumenté avec une sonde capacitive de géométrie identique à celle utilisée pour les sondes de mesure de la teneur en eau. Lorsque l'évolution de l'hydratation est négligeable (à partir d'environ 100 jours), ce bloc est séché à l'étuve ( $T = 45\text{ °C}$ ) pendant 24 h puis placé dans une enceinte étanche pendant 72 h. La fréquence de l'oscillateur et la masse du bloc sont relevées. Ce processus est poursuivi jusqu'à séchage « complet » du bloc (i.e. perte relative de masse inférieure ou égale à 0,05 % entre deux pesées espacées de 24 h). Les différents points de mesure permettent de tracer une droite d'étalonnage par régression linéaire soit entre la fréquence et la perte relative de masse, soit entre la fréquence et la teneur en eau lorsque l'on connaît la masse « sèche » du bloc étalon (Fig. 42).

### *Étalonnage sur béton âgé (cas d'un ouvrage)*

Il est nécessaire dans ce cas de prélever (sur l'ouvrage) un bloc de béton 100 x 100 x 100 mm qui est ensuite équipé d'une sonde capacitive. Ce bloc est séché en étuve jusqu'à séchage « complet ». Le bloc est alors immergé dans de l'eau placée dans une enceinte permettant de réaliser un vide poussé jusqu'à saturation (reprise d'eau d'environ 3 ou 4 % pour un béton ordinaire). Ce bloc saturé est ensuite soumis au processus d'étalonnage décrit pour un béton jeune.

## Exploitation des résultats

Contrairement aux méthodes de mesure de la teneur en eau par pesée et par gammadensimétrie, la mesure à l'aide de sondes capacitatives donne les variations de quantité d'eau évaporable résultant aussi bien des réactions d'hydratation (transformation en eau chimiquement liée) que d'un échange avec le milieu environnant.

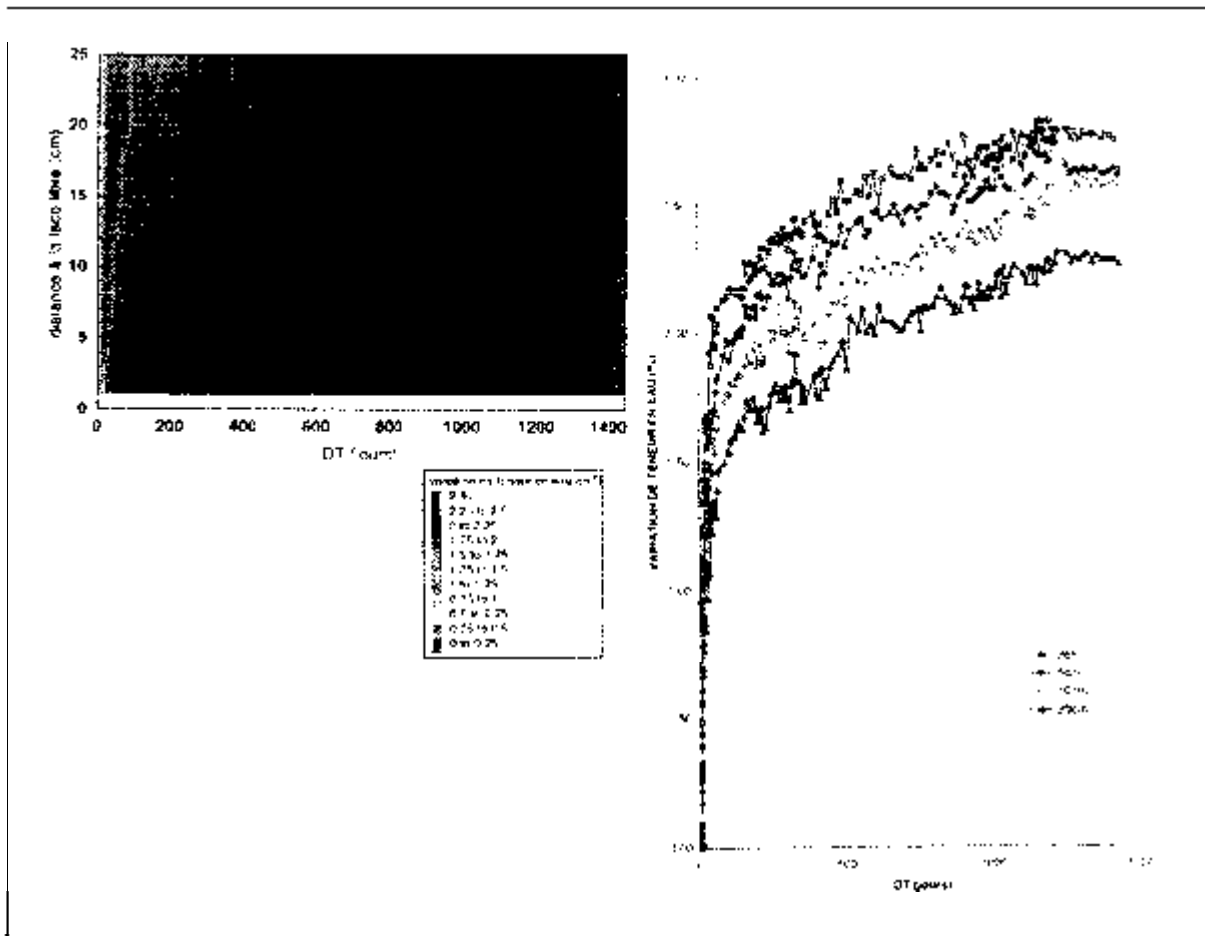
À l'aide de l'étalonnage, les fréquences observées sont converties, soit en pertes relatives de masse, soit en teneurs en eau.

## Exemples d'utilisation des sondes capacitatives

### *Étude du gradient de séchage*

Un bloc parallélépipédique (300 x 150 x 150 mm) est étanché sur cinq faces, la face libre étant soumise à une humidité relative de  $50 \pm 5\%$ . Ce bloc est équipé de sondes capacitatives placées tous les centimètres à partir de la face soumise à évaporation. Les variations de fréquence,

traduites en teneur en eau à l'aide d'un étalonnage, sont relevées pendant 4 ans et permettent d'évaluer la cinétique du séchage (Fig. 44).



**FIGURE 44**

*Cinétique de séchage à HR = 50 % d'une éprouvette de béton par une face, selon la profondeur de mesure.*

### *Étude de la reprise en eau d'un béton*

Après 4 ans de séchage à HR = 50 ± 5 %, la face libre de l'éprouvette précédente est soumise à une humidité relative de 100 %. En fonction du temps, on observe une reprise en eau progressive dans le béton. Ce front humide se propage jusqu'à 70 mm de la surface après 42 jours d'humidification (Fig. 45).

### *Étude de la phase d'hydratation*

Un bloc de béton (100 x 100 x 100 mm) est équipé d'une sonde capacitive implantée en son centre. Ce bloc est étanché sur cinq faces, la dernière étant soumise à HR = 50 ± 5 %. On suit l'évolution de la teneur en eau de cette éprouvette par pesée (perte d'eau par évaporation due au séchage exogène) et par sonde capacitive (diminution de la quantité d'eau évaporable due à l'hydratation et au séchage exogène). Pendant les cent premiers jours, on note une différence significative entre les deux méthodes de mesure car la sonde capacitive enregistre la superposition des deux phénomènes (hydratation et séchage exogène). Quand l'hydratation devient négligeable, les deux méthodes fournissent des résultats similaires, représentatifs du séchage seul (Fig. 46) [3].

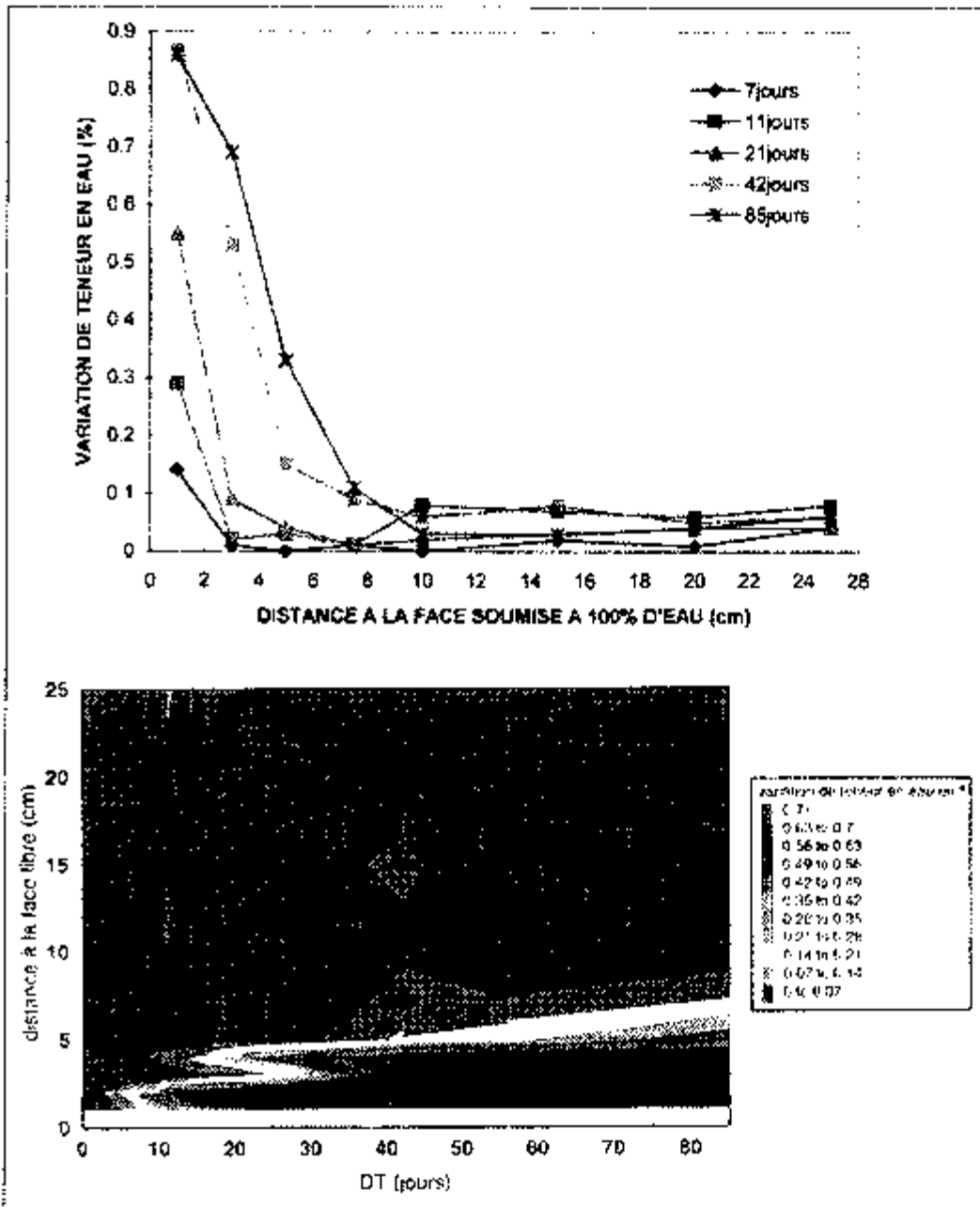


FIGURE 45

Profils d'humidification mesurés à différentes échéances sur une éprouvette de béton.

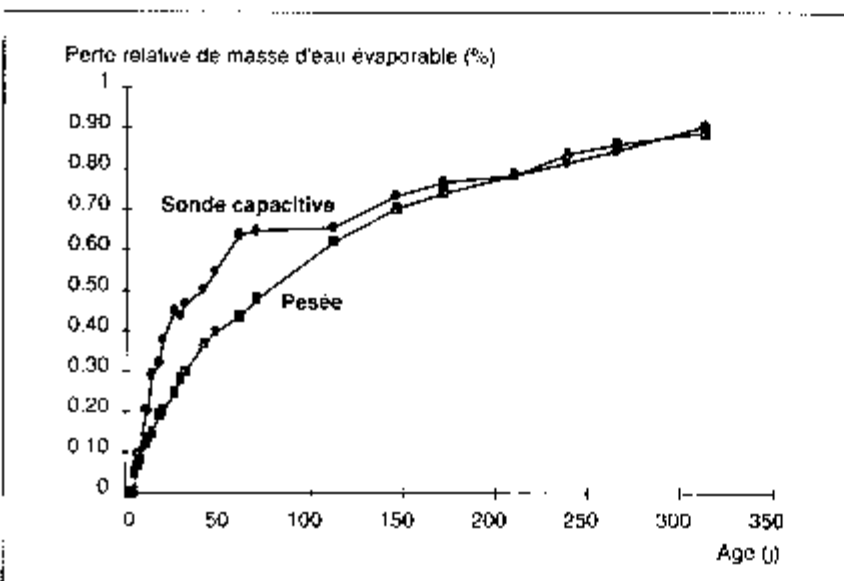


FIGURE 46

Perte relative de masse d'eau évaporable au centre d'une éprouvette de béton soumise à un séchage à HR = 50 % par une face. Comparaison des mesures effectuées par pesée et par sonde capacitive.



## Références bibliographiques

- [1] *Détermination des profils de teneur en eau dans les bétons durcis par gammadensimétrie, dans ce même recueil, pp. 70-74.*
- [2] GODIN J., *Mesure de la teneur en eau par méthode capacitive, Rapport de recherche, LRPC Angers, 1991.*
- [3] KHELIDJ A., BAROGHEL-BOUNY V., BASTIAN G., GODIN J., VILLAIN G., *Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages - Détermination expérimentale des gradients résultants d'une interaction hydratation-séchage dans une dalle en béton, Études et Recherches des LPC, Série Ouvrages d'Art, O A 39, 2001, 83 p.*

## Contacts

☎ **J. Godin**

☎ 02 41 79 13 10

✉ [Jean.Godin@equipement.gouv.fr](mailto:Jean.Godin@equipement.gouv.fr)

☎ **M. Pithon**

☎ 02 41 79 13 96

✉ [Michel.Pithon@equipement.gouv.fr](mailto:Michel.Pithon@equipement.gouv.fr)

☎ **LRPC Angers - Unité Physique des Matériaux**

☎ fax : 02 41 44 32 76

Méthode  
58.13

# ÉVALUATION DE LA RÉSISTANCE À LA CARBONATATION À PARTIR D'UN TEST ACCÉLÉRÉ - STATIONS D'ESSAIS DISPONIBLES DANS LE RÉSEAU DES LPC

## Objet et domaine d'application

Pour appréhender les mécanismes de carbonatation et surtout pour évaluer et comparer différentes formulations de béton, il est indispensable de disposer d'une méthode d'investigation rapide et discriminante.

Les connaissances sur les conditions optimales de carbonatation ont conduit les expérimentateurs à retenir un paramètre prépondérant pour les essais accélérés de carbonatation [1]. Ce paramètre, l'humidité relative, impose une teneur en eau déterminée dans le matériau. Elle doit être :

↳ suffisamment faible pour que le réseau poreux du béton possède une phase gazeuse connectée permettant la diffusion du gaz carbonique (en phase liquide, cette diffusion est 104 fois plus faible),

↳ suffisamment importante pour que la réaction de carbonatation proprement dite, qui ne peut être réalisée qu'en phase aqueuse, puisse avoir lieu.

Les nombreuses études disponibles sur ce sujet situent l'humidité relative optimale à des valeurs comprises entre 50 et 70 %. Ce domaine correspond en moyenne à quelques couches d'eau adsorbées sur la surface du solide.

Les essais accélérés de carbonatation peuvent être réalisés sur tout matériau à matrice cimentaire (béton, pâte de ciment, etc.), quelle que soit sa provenance (éprouvette coulée en laboratoire, prélèvement sur ouvrage, etc.).

## Principe de la mesure

Le principe d'un essai accéléré de carbonatation consiste à introduire du gaz carbonique dans une enceinte à humidité relative contrôlée dans laquelle sont placés les échantillons de béton qui ont préalablement été conditionnés pour une carbonatation optimale. À certaines échéances, les échantillons de béton sont retirés de l'enceinte et la profondeur de carbonatation est mesurée à l'aide d'un indicateur coloré, généralement la phénolphthaleïne, qui permet de visualiser le changement de pH résultant de la carbonatation du béton. Cette détermination est réalisée sur une fracture fraîche de l'échantillon de matériau.

## Dispositif expérimental

En ce qui concerne l'appareillage et son environnement, on se référera par exemple au mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM [2]. Dans le présent document, seules les stations de travail du réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées sont présentées.

À la date de rédaction de ce recueil, trois unités techniques du réseau des LPC (LCPC Section MDB, LRPC Bordeaux, LREP Melun) sont équipées en stations de travail permettant de réaliser les essais de carbonatation accélérée. Ces stations sont présentées sur la figure 47 et leurs caractéristiques techniques sont détaillées dans le tableau VI.

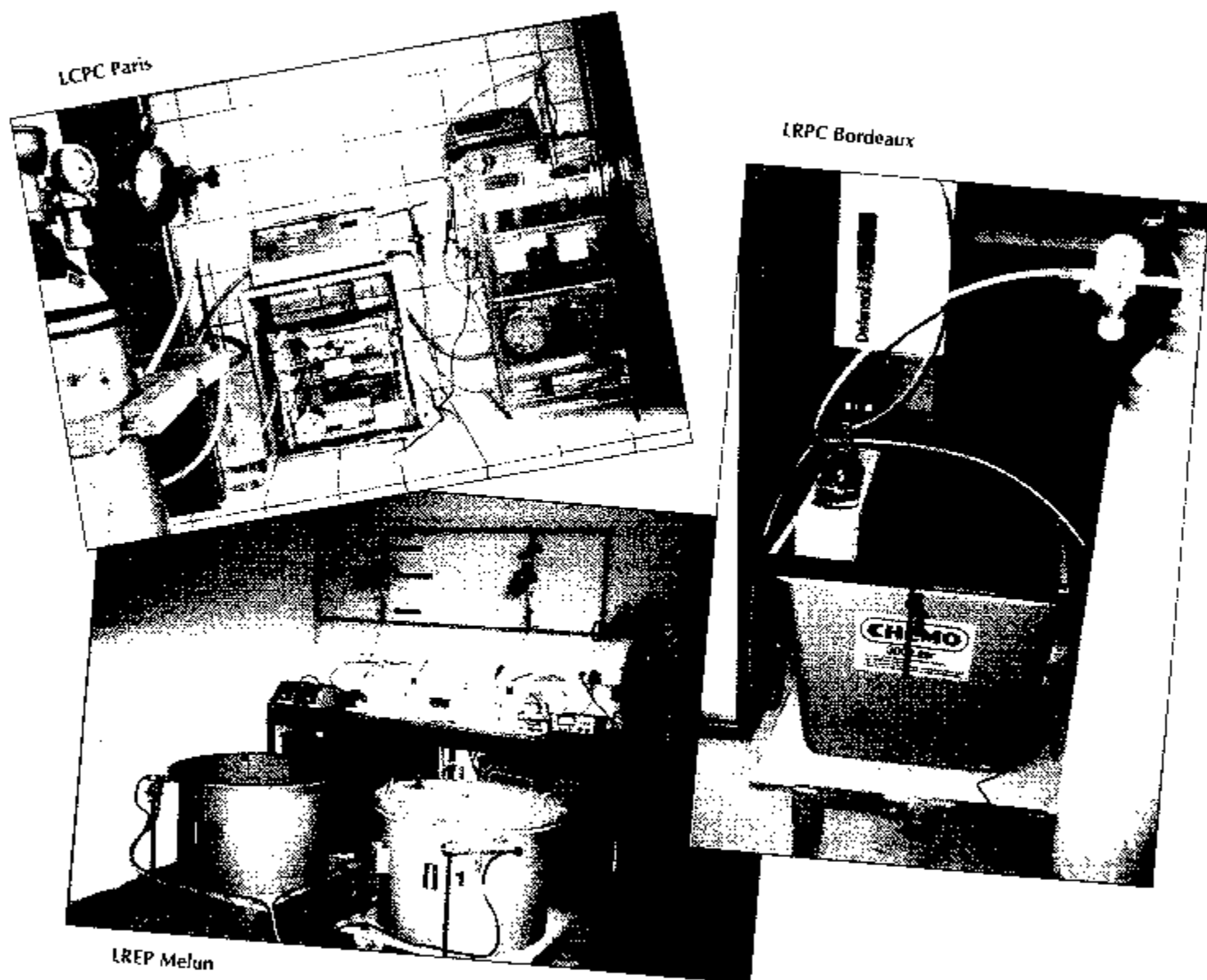


FIGURE 47  
Les stations d'essais de carbonatation accélérée du réseau des LPC.

TABLEAU VI

## Caractéristiques des stations de carbonatation accélérée du réseau des LPC

	LCPC-MDE Paris	LREP Melun	LRPC Bordeaux
Nombre de postes de travail	2	6	1
Volume utile	1 enceinte de 50 L 1 enceinte de 25 L	2 cuves de 160 L 4 cuves de 400 L	1 bac de 250 L
Température de l'essai	Fixe (salle climatisée à $20 \pm 1$ °C)	Variable (résistances chauffantes de $T_{amb}$ à 40 °C, à la précision de $\pm 1$ °C)	Fixe (salle climatisée à $20 \pm 2$ °C)
Humidité relative dans l'enceinte de carbonatation	Variable : fonction de la solution saline saturée utilisée et de la température		
Pression dans l'enceinte	Pression atmosphérique	Surpression de CO, de 0 à 50 mbar	Pression atmosphérique
Pourcentage CO <sub>2</sub> dans l'enceinte	Variable : bouteille à pourcentage en CO <sub>2</sub> , fixé (100 % ou mélange air/CO <sub>2</sub> )		
Débit de CO <sub>2</sub> ,	Variable : réglage par manomètre		
Confinement de l'enceinte par passage du CO <sub>2</sub> dans un flacon laveur d'éthylène glycol	oui	oui	oui
Contrôle de la teneur en CO <sub>2</sub> , dans l'enceinte	oui	non	non
Enregistrement en continu	Humidité relative Température	Humidité relative Température	Humidité relative Température

**Remarque 1 :** Les enceintes de carbonatation disponibles dans les LRPC de Melun et de Bordeaux permettent par leurs volumes importants de traiter un grand nombre d'éprouvettes simultanément ou des blocs de dimensions importantes.

**Remarque 2 :** La station de travail du LREP de Melun peut être utilisée dans des conditions de température (régulation par résistances chauffantes) et sous des pressions variables qui permettent, soit d'accélérer les processus réactionnels de carbonatation, soit d'étudier l'influence de l'un de ces paramètres.

## Méthodologie

Quatre étapes doivent être considérées :

- ↙ évaluation de l'état du béton avant préconditionnement,
- ↙ préconditionnement avant carbonatation,
- ↙ essai de carbonatation accélérée,
- ↙ mesure de la profondeur de carbonatation.

Ces étapes ont fait l'objet d'une étude dans le cadre d'un groupe de travail AFPC-AFREM [3] qui a conduit à des recommandations [2]. Dans ce chapitre, les grandes lignes de ces recommandations sont rappelées. Il est important de souligner que ce ne sont que des recommandations et que pour certaines études ou recherches il est nécessaire de définir des conditions particulières.

## *État du béton avant préconditionnement*

Cette étape vise avant tout à déterminer le degré de carbonatation avant l'essai accéléré, notamment lorsqu'il s'agit d'un échantillon de béton âgé prélevé sur un ouvrage.

Une certaine liberté existe quant aux dimensions des éprouvettes. Il est toutefois nécessaire, lorsque cela est possible, de choisir avec soin ces dimensions, d'une part, pour des questions d'encombrement dans les enceintes et, d'autre part, pour suivre éventuellement la cinétique de carbonatation sur une même éprouvette.

## *Préconditionnement avant carbonatation*

Le préconditionnement des éprouvettes en béton destinées aux essais de carbonatation accélérée est primordial, d'une part, pour éviter les perturbations hygrométriques au sein de l'enceinte et, d'autre part, pour pouvoir définir une origine au temps effectif de carbonatation dans les conditions d'hygrométrie optimales choisies.

Ce préconditionnement doit en outre s'effectuer sur une durée limitée afin de ne pas augmenter de façon importante la durée totale de l'essai, sachant que l'essai de carbonatation accélérée nécessite souvent une échéance d'au moins 14 jours pour être significatif. Le préconditionnement recommandé par l'AFPC-AFREM [2] consiste en une saturation en eau sous vide de 24 heures puis en un séchage de 48 heures dans une étuve ventilée à  $T = 40\text{ °C}$ .

D'autres modes de préconditionnement (humidité relative, température, etc.) que celui préconisé dans [2] peuvent être requis suivant les objectifs de recherches ou d'études particulières. En effet, un séchage à  $T = 40\text{ °C}$  pendant deux jours seulement peut ne pas suffire à sécher une éprouvette en béton relativement peu poreux [3], [4]. Le matériau ne sera donc pas dans les conditions hygrométriques optimales pour la carbonatation.

Par conséquent, s'il s'agit de comparer différentes formules de bétons poreux, le préconditionnement recommandé par l'AFPC-AFREM [2] conviendra car il sera dans ce cas rapide et efficace. Si l'objectif de l'étude consiste à déterminer des caractéristiques propres au matériau et à obtenir ainsi des éléments quantitatifs relatifs à sa durabilité, il faudra se rapprocher de l'équilibre hydrique du matériau à l'HR choisie même si la durée du préconditionnement augmente considérablement [4].

## *Essai de carbonatation accélérée*

Les échantillons sont ensuite introduits dans l'enceinte de carbonatation dans laquelle il faut s'assurer que l'humidité relative, la température et la circulation du mélange gazeux  $\text{CO}_2$ -air sont conformes aux recommandations [2].

## *Mesure de la profondeur de carbonatation*

Aux échéances définies par l'AFPC-AFREM (0, 7, 14 et 28 jours) [2] ou par les objectifs particuliers d'une étude, les échantillons de béton sont sortis de l'enceinte et les épaisseurs carbonatées sont déterminées.

Les procédures actuellement disponibles pour réaliser ces déterminations sont les suivantes :

- ◀ procédure RILEM [5] de 1984,
- ◀ procédure AFPC-AFREM [2] de 1997.

La procédure a fait l'objet d'une mise au point, afin de limiter la dispersion des résultats entre les expérimentateurs. Cette dispersion est due au degré de liberté laissé par la procédure RILEM dans l'interprétation de la profondeur de carbonatation. La procédure AFPC-AFREM retenue permet de minimiser cette dispersion [2], [3].

## Exploitation des résultats

Les profondeurs de carbonatation déterminées aux différentes échéances sont exploitées de façon à donner un paramètre unique représentatif du matériau.

En considérant le phénomène global de carbonatation géré par la diffusion du gaz carbonique au sein du matériau, la relation entre la profondeur de carbonatation,  $x_c$ , dans un échantillon de matériau et le temps,  $t$ , s'écrit :

$$x_c = k \cdot t^{0,5}$$

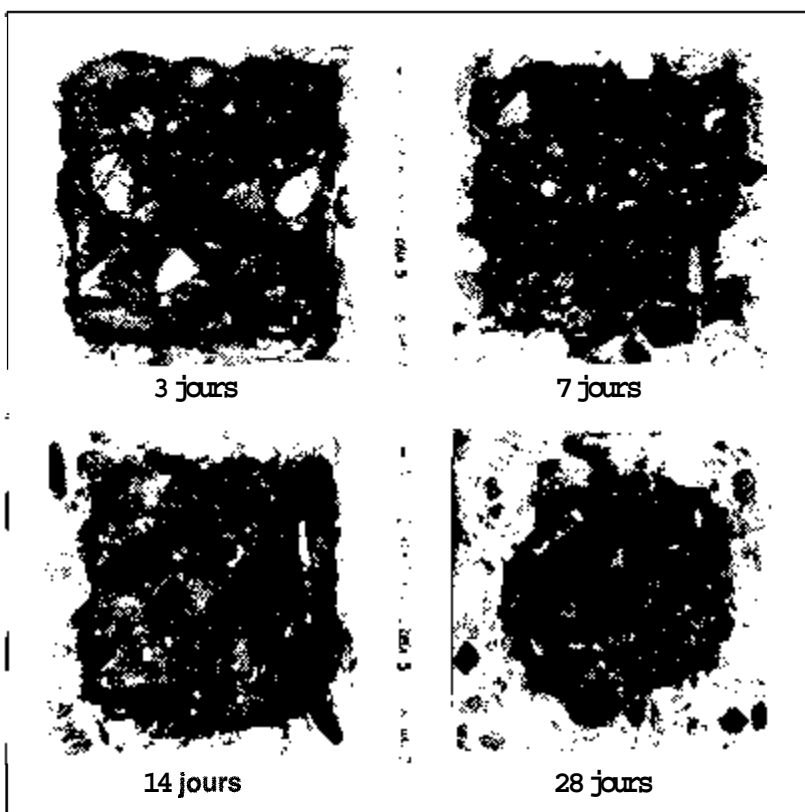
avec

$k$  : coefficient intégrant à la fois la composition du matériau (E/C, nature et dosage du liant, ...) et les conditions d'environnement (HR, T, P, ...).

## Exemples d'utilisation de l'essai

La figure 48 présente un exemple de détermination de la profondeur carbonatée sur un béton en fonction de la durée de l'essai accéléré.

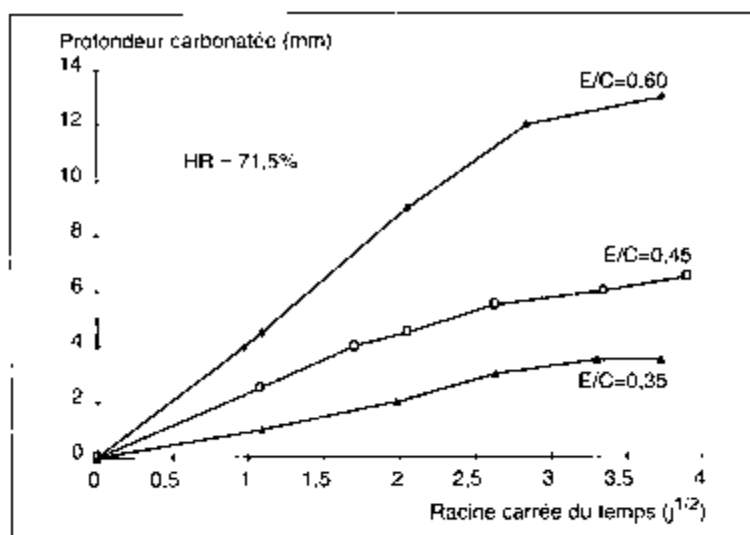
D'autres essais ont été réalisés au LCPC avec l'objectif d'étudier l'influence de la microstructure des pâtes de ciment sur la progression du front de carbonatation. Des pâtes de ciment ont été préparées à cet effet avec des rapports E/C de 0,35, 0,45 et 0,60 et à partir d'un ciment CPA-CEM I. Les valeurs de profondeur de carbonatation qui ont été mesurées sont reportées dans la figure 49. Les résultats montrent que les courbes représentant la profondeur de carbonatation en fonction de la racine carrée du temps ne sont linéaires que sur une durée limitée qui est fonction du rapport E/C. Pour les essais présentés, cette durée se situe entre 4 et 10 jours. On notera que plus le rapport E/C est élevé, plus cette durée est courte. Par ailleurs, la pente de la partie linéaire, qui correspond à la vitesse de progression du front de carbonatation, augmente avec le rapport E/C.



**FIGURE 48**

*Mise en évidence de l'évolution au cours du temps des zones carbonatée (incolore) et non carbonatée (rose) d'un béton soumis à un essai accéléré.*

**FIGURE 49**  
**Influence du rapport E/C**  
**sur la cinétique de carbonatation**  
**de pâtes de ciment durcies à**  
**HR = 71,5 %.**



## Références bibliographiques

- [1] CHAUSSADENT T., *Etat des lieux et réflexions sur la carbonatation du béton armé*, Études et Recherches des LPC, Série Ouvrages d'Art OA 29, LCPC, sept. 1999, 80 p.
- [2] Mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM « Essai de carbonatation accéléré. Mesure de l'épaisseur de béton carbonaté », Compte rendu des Journées Techniques AFPC-AFREM « Durabilité des bétons », 11 et 12 décembre 1997, Toulouse (LMDC, 1998) pp. 153-158.
- [3] ROUGLAU P., *Les résultats d'essais croisés AFREM : essai de carbonatation accéléré*, Compte rendu des Journées Techniques AFPC-AFREM « Durabilité des bétons », 11 et 12 décembre 1997, Toulouse (LMDC, 1998) pp. 87-103.
- [4] VILLAIN G., CROQUET G., OUNOUGHI K., *Optimisation des conditions d'essais pour la carbonatation accélérée des bétons*, Actes des Journées « Durabilité » de clôture du Thème de Recherche OA9 du LCPC « Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages », 8 et 9 mars 2000, Bordeaux, France (éd. by V. Baroghel Bouny, LCPC, 2001) pp. 117-126.
- [5] RILEM Draft Recommendation CPC 18 « Mesure de la profondeur de carbonatation du béton durci », *Materials and Structures*, vol. 17, n° 102, 1984, pp. 435-440.

## Contacts

- |   |                  |  |
|---|------------------|--|
| ☎ T. Chaussadent  | ☎ 01 40 43 52 40 | ✉ <a href="mailto:chaussadent@lcpc.fr">chaussadent@lcpc.fr</a>                             |
| LCPC - Service Physico-Chimie des Matériaux                           |                  |  |
| ☎ fax : 01 40 43 65 14  |                  |  |
| ☎ G. Villain  | ☎ 01 40 43 53 00 | ✉ <a href="mailto:villain@lcpc.fr">villain@lcpc.fr</a>                                     |
| ☎ V. Baroghel-Bouny   | ☎ 01 40 43 51 32 | ✉ <a href="mailto:baroghel@lcpc.fr">baroghel@lcpc.fr</a>                                   |
| ☎ P. Roussel  | ☎ 01 40 43 53 24 | ✉ <a href="mailto:roussel@lcpc.fr">roussel@lcpc.fr</a>                                     |
| LCPC - Division BCC - Section Microstructure et Durabilité des Bétons |                  |  |
| ☎ fax : 01 40 43 54 98  |                  |  |
| ☎ G. Olivier  | ☎ 01 60 56 64 00 | ✉ <a href="mailto:Gerard.Olivier@equipement.gouv.fr">Gerard.Olivier@equipement.gouv.fr</a> |
| LREP - Groupe Ouvrages d'Art  |                  |  |
| ☎ fax : 01 60 56 64 01  |                  |  |
| ☎ K. Ounoughi   | ☎ 05 56 70 63 91 | ✉ <a href="mailto:Karim.Ounoughi@equipement.gouv.fr">Karim.Ounoughi@equipement.gouv.fr</a> |
| LRPC Bordeaux   |                  |  |
| ☎ fax : 05 56 70 63 33  |                  |  |

# Conclusions et perspectives

Il est désormais possible de recourir, au sein du réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées, aux différentes méthodes proposées dans ce recueil pour toute étude ou expertise nécessitant la caractérisation microstructurale de matériaux à base de ciment ou l'évaluation de leur durabilité.

Il est à noter que les méthodes présentées dans ce recueil reflètent l'état des connaissances au moment de la parution du document et sont par conséquent susceptibles d'évoluer en fonction de nouvelles connaissances scientifiques et techniques.

Le nombre de laboratoires à même de pratiquer ces essais au sein du réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées augmentera probablement dans le futur, étant donné la préoccupation grandissante de construire des ouvrages durables et d'assurer la pérennité de ceux existants.

Dans le cadre de groupes de travail nationaux ou internationaux, le réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées travaille à l'élaboration de méthodes d'évaluation de paramètres complémentaires à ceux considérés dans ce recueil. On peut donc envisager dans un avenir proche de pouvoir encore étoffer la panoplie de méthodes de mesures et d'essais disponibles au sein du réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées.



---

Document **publié** par le **LCPC** : sous le numéro 59023406  
Conception et réalisation : LCPC-IST, Marie-Christine Pautré  
Dessins : LCPC-IST, Philippe Caquelard  
**Flashage-Impression** : Bialec, Nancy  
Dépôt **légal** : N° 55684 -1er trimestre 2002

---

Ce recueil présente les méthodes de mesure et d'essai de laboratoire disponibles dans le réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées et mises au point dans le cadre du Thème de Recherche transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages (OA 9). Ce document est structuré en deux parties :

- *Partie 1 : Caractérisation de la microstructure des bétons,*
- *Partie 2 : Evaluation des propriétés relatives à la durabilité des bétons.*

La première partie concerne les caractéristiques microstructurales des matériaux à matrice cimentaire relatives, d'une part, à l'état d'hydratation (degré d'hydratation du ciment, nature et répartition spatiale des phases anhydres et hydratées, ...), et, d'autre part, à la porosité et aux paramètres associés (surface spécifique, rayon moyen des pores, distribution poreuse, ...). Les méthodes décrites dans la seconde partie ont pour objectif d'évaluer les propriétés ayant une influence majeure sur la durabilité du béton armé, en particulier sur le processus de corrosion des armatures.

This collection presents the various laboratory measurement and test methods available throughout the LPC network of laboratories; these methods have been developed within the framework of the Research Program transferts in concrete and durability of structures (OA 9). This document is organised in two parts, as follows:

- *Part 1: Characterisation of concrete microstructure,*
- *Part 2: Assessment of properties relative to concrete durability.*

The first part examines the microstructural characteristics of cementitious materials with respect both to their state of hydration (degree of hydration of the cement, type and spatial distribution of the anhydrous and hydrated phases, etc.) and to their porosity and associated parameters (specific surface area, mean pore radius, pore size distribution, etc.). The methods described in the second part are aimed at assessing those properties influencing in a significant manner the durability of reinforced concrete and, in particular, the reinforcement-corrosion process.