

RAPPORT DE STAGE

INFLUENCE DE LA CARBONATATION SUR LA POROSITE ET LA PERMEABILITE DES BETONS



Présenté par

Walid JAAFAR

DEA GEOMATERIAUX

Option : Génie Civil Environnemental

Encadré par

Géraldine VILLAIN

Ingénieur de recherche LCPC

Réalisé dans la Division Bétons et Composites Cimentaires

Section Microstructure et Durabilité du Béton

De mars à juin 2003

Remerciement

C'est avec beaucoup de plaisir que je vais remercier ici toutes les personnes qui m'ont permis d'effectuer mon stage en vue de l'obtention de mon Diplôme des Etudes Approfondies. Dans l'ordre de rencontre :

Ma sincère gratitude va tout d'abord à Madame Géraldine VILLAIN, Ingénieur-Chercheur des Travaux Publics de l'Etat, ma responsable de stage, pour m'avoir encadré, guidé et fait partager son expérience et ses réflexions. Sa disponibilité, sa rigueur scientifique et sa bonne humeur m'ont beaucoup aidé.

Madame BAROGHEL-BOUNY Véronique m'a accueilli dans la section Microstructure et Durabilité des Bétons dont elle a la charge. Ses conseils avisés m'ont été précieux. Qu'elle en soit remerciée.

Je tiens rendre un hommage tout particulier à Pierre ROUSSEL pour m'avoir fait partager son savoir faire sur les essais de perméabilité et de gammadensimétrie, à Patrick BELIN qui assuré une assistance technique sans faille dans les essais de résistivité électrique, à Thierry CHAUSSADENT pour ses conseils pour la reconstitution des solutions interstitielles des bétons.

Je remercie vivement François BERTHOUMIEUX, secrétaire de la section MDB, pour sa sympathie.

Enfin ces remerciement ne seraient pas complets si n'exprime pas ma gratitude envers Mickael THIERY, doctorant dans la section MDB, pour m'avoir apporté de nombreux renseignements sur mon stage. Je me souviendrai de la collaboration que nous avons menée ensemble.

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE I : MICROSTRUCTURE, PROPRIETES ET CARBONATATION DU BETON	3
I. COMPOSITION DU BETON	3
1. Les granulats	3
2. L'eau et le ciment	3
3. Les cendres volantes	6
II. LES MATERIAUX POREUX, PARAMETRES DESCRIPTIFS DE LEUR STRUCTURE	6
1. La porosité volumique totale.....	6
2. La connectivité	7
3. La tortuosité	8
4. La résistivité électrique.....	8
III. PROPRIETES DE TRANSFERT	9
1. La perméabilité	9
2. La diffusion	10
3. Influence de la teneur en eau sur les propriétés de transfert	10
IV. LA CARBONATATION DU BETON	11
1. Définition	11
2. Présentation du phénomène de la carbonatation	11
CHAPITRE II : PRESENTATION DES ESSAIS	13
I. MATERIAUX ET EPROUVETTES D'ESSAIS.....	13
1. Caractéristiques des matériaux	13
2. Préconditionnement des éprouvettes d'essais	13
3. L'essai de carbonatation accélérée	14
II. L'ESSAI AU PERMEAMETRE CEMBUREAU.....	15
1. Objet de la mesure et domaine d'application	15
2. Dispositif expérimental	15
3. Principe de l'essai	16
4. La perméabilité intrinsèque selon Klinkenberg	16
III. LA POROSITE ACCESSIBLE A L'EAU	17
1. Objet de la mesure et domaine d'application	17
2. Expression des résultats.....	17
IV. POROSIMETRIE PAR INTRUSION DE MERCURE	18
1. Objectif	18
2. Comparaison entre porosités accessibles à l'eau et au mercure	18
V. L'ESSAI DE GAMMADENSIMETRIE	18
1. Objet de la mesure et domaine d'application	18
2. Principe de la mesure.....	19
3. Dispositif expérimental	19
VI. MESURE DE LA RESISTIVITE ELECTRIQUE.....	20
1. Principe	20
2. Dispositif de la mesure	20
3. Calcul de la résistivité	21
VII. SYNTHESE DES ESSAIS REALISES	22
CHAPITRE III : ANALYSE DES RESULTATS OBTENUS ET INTERPRETATIONS.....	23
I. LA POROSITE ACCESSIBLE A L'EAU	23
1. Effet de la carbonatation sur la porosité.....	23
2. Effet du rapport E/C sur la porosité	24
3. Effet de l'ajout de la CV sur la porosité	25
II. LA POROSIMETRIE PAR GAMMADENSIMETRIE.....	25
1. Détermination de la porosité et du taux de saturation.....	25
2. Présentation des résultats de la porosité et du taux de saturation	27

3.	Influence du rapport E/C sur le taux de saturation	27
III.	LA PERMEABILITE AUX GAZ	28
1.	Influence de la carbonatation sur la perméabilité aux gaz	29
2.	Influence d'autres paramètres	33
3.	Conclusion	35
IV.	MESURE DE LA RESISTIVITE	35
1.	Introduction	35
2.	Comparaison entre les travaux du CSTB [4] et de Tumidajski [13]	35
3.	Présentation d'une nouvelle méthode	36
4.	Calcul du facteur de formation et de la tortuosité	38
V.	CALCUL DE LA PERMEABILITE A L'EAU LIQUIDE	39
1.	Présentation de la relation KATZ ET THOMPSON	39
2.	Présentation des résultats	40
3.	Influence de la carbonatation sur la perméabilité aux liquides	40
4.	Influence d'autres paramètres	40
LISTES DES FIGURES		44
LISTES DES TABLEAUX		45
BIBLIOGRAPHIE		46
ANNEXES I : MESURE DE LA PERMEABILITE INTRINSEQUE		49

INTRODUCTION

Les altérations du béton durci sont variées. Elles atteignent soit la matrice cimentaire soit les armatures, parfois les deux. Leurs origines sont très nombreuses et sont dues à des problèmes de formulation, d'hydratation ou à un processus physico-chimique où l'environnement peut être source de dégradation.

On parle communément de 5 principales causes physico-chimiques de dégradation :

- **La carbonatation,**
- L'attaque par les chlorures,
- L'attaque par les sulfates,
- Les cycles gel-dégel,
- L'alcali-réaction.

La carbonatation est un phénomène de vieillissement naturel qui concerne tous les bétons. Elle correspond à la transformation progressive d'essentiellement un des composés du béton durci, la portlandite en calcite, au contact du dioxyde de carbone contenu dans l'air et en présence d'humidité. Cette transformation s'accompagne d'une diminution du pH.

Une des conséquences principales de la carbonatation est de favoriser la corrosion des armatures, lorsque le front de carbonatation les atteint. En effet, les armatures, passivées dans le béton sain de fort pH, ne sont plus protégées dans le béton carbonaté. Quand le processus de dégradation est fort, la rouille provoque l'éclatement du béton d'enrobage et laisse apparaître, à partir d'épaufrures, les armatures oxydées.

De nombreux chercheurs se sont intéressés à l'influence des paramètres tels que la composition chimique et les caractéristiques physiques (porosité, perméabilité, résistance) du béton, les conditions climatiques (température, humidité), la durée de cure ou encore la formation des carbonates de calcium sur la vitesse de carbonatation du bétons

Nous avons fixé un objectif différent qui est de quantifier l'influence de la carbonatation sur les mécanismes de transfert et les caractéristiques microstructurales du béton.

En effet, il s'agit de mettre en évidence expérimentalement ou à partir des modèles, les effets de la carbonatation sur la perméabilité aux gaz et aux liquides, sur la porosité et sur la résistivité électrique.

L'objectif final est de fournir des éléments quantitatifs pour une meilleure maîtrise de la durée de vie des ouvrages en béton.

Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes particulièrement intéressés à mesurer ces paramètres de durabilité sur 4 bétons de résistances moyennes à la compression différentes, carbonatés et non carbonatés afin de tenter de mettre en évidence l'influence de la carbonatation sur la porosité et sur certaines propriétés de transfert du béton.

Ce travail s'insère dans l'opération de recherche du LCPC « Durabilité du béton et de ses constituants : maîtrise et approche performantielle », il a été effectué au sein de la division Béton et Composites Cimentaires et dans la section Microstructure et Durabilité du Béton durant de la période allant de début Mars à fin Juin 2003.

Le stage de DEA est intitulé « Influence de la carbonatation sur la porosité et la perméabilité du béton » que je vais présenter en 3 parties :

- Microstructure, propriétés et carbonatation du béton
- Présentation des différents essais réalisés et des modèles utilisés
- Analyse des résultats obtenus et interprétations.

Chapitre I : Microstructure, propriétés et carbonatation du béton

I. Composition du béton

Nous allons commencer cette étude par une présentation du matériau béton et des différents ingrédients nécessaires à sa fabrication.

Pour fabriquer un béton, il faut des granulats (gravillons + sables), du ciment, de l'eau et éventuellement des adjuvants (des plastifiants, des fluidifiants,..) ou des additions minérales (cendres volantes, fumées de silice, laitiers, fillers,..).

1. Les granulats

Les granulats constituent le squelette en principe inerte du béton (sauf cas pathologique, comme par exemple celui d'une réaction alcali - granulat). Ils sont agglomérés par le liant pour former une « pierre artificielle » ; ils confèrent ainsi au béton sa compacité et participent à sa résistance mécanique [1].

Pour que la squelette soit le plus compact et le plus durable possible, il est nécessaire que les granulats satisfassent à des exigences tant au niveau de leur nature (pétrographie, minéralogie), qu'au niveau des techniques de fabrication (taille, forme, rugosité).

Ainsi, la compacité (C) du mélange de granulats utilisés, définie par :

$$C = \frac{V_{\text{squelette.granulaire}}}{V_{\text{total}}} \quad (1)$$

va être conditionnée par la courbe granulométrique et, pratiquement, par l'étendue granulaire, c'est-à-dire le rapport des tailles extrêmes. La compacité sera optimisée par une courbe granulométrique étalée.

Il convient de tenir compte de l'eau absorbée par les granulats, on parle alors de l'eau efficace.

2. L'eau et le ciment

L'eau est nécessaire à l'hydratation du ciment, elle facilite aussi la mise en œuvre du béton (effet lubrifiant) dans la mesure où on n'abuse pas de cette influence par un excès d'eau qui diminue les résistances et la durabilité du béton.

Le rapport E/C est un critère important des études de béton ; c'est un paramètre essentiel de l'ouvrabilité du béton et de sa qualité : résistance mécanique à la compression, durabilité.

Pour le ciment, on va se limiter lors de notre étude au ciment Portland, son invention date du début des années 1800 (1824). Le ciment Portland et l'eau de gâchage, dont les proportions relatives en masse sont fixées par le rapport E/C, vont former, avec les ajouts éventuels, la pâte de ciment.

Le ciment Portland est un liant hydraulique, c'est-à-dire qu'il se solidifie en réagissant avec l'eau (hydratation) pour produire des composés (hydrates) qui sont stables dans l'eau.

Les principaux constituants du ciment Portland sont [2]:

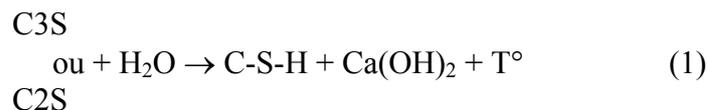
- C3S : $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (35% à 65%)
- C2S : $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (10% à 40%)
- C3A : $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$
- C4AF : $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$
- Autres (sulfates, alcalis, filler calcaire, impuretés,...)

2.1. La structure de la pâte de ciment hydraté

La pâte de ciment hydraté est le résultat de la réaction chimique entre l'eau et le ciment (la réaction d'hydratation). C'est un processus chimique complexe où les principaux composés du ciment réagissent pour former de nouveaux composés insolubles qui durcissent avec le temps.

C'est surtout l'hydratation du C3S et du C2S qui participent le plus au développement de la résistance en produisant des C-S-H [2].

Très sommairement la réaction d'hydratation du C3S et du C2S est la suivante:



Les hydrates les plus importants sont les C-S-H, un composé non stœchiométrique. Il s'agit d'un gel qui influence la plupart des propriétés de la pâte.

La réaction du C3A avec l'eau dégage beaucoup de chaleur et elle doit être contrôlée par les sulfates, la réaction du C3A forme des sulfoaluminates dont la forme la plus connue est l'ettringite ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaSO}_4 \cdot 31\text{H}_2\text{O}$).

La réaction du C4AF dégage peu de chaleur et participe peu au développement de la résistance.

La pâte de ciment hydraté est formée par :

- Les hydrates (C-S-H, Ca(OH)_2 , sulfoaluminates,...).
- Des grains de ciment anhydres.
- Des espaces capillaires.
- Des bulles d'air.

La figure 1 montre une représentation schématique d'une pâte de ciment partiellement hydratée. On y retrouve :

- Des grains de ciment (10 à 80 μm au départ) partiellement hydratés et recouverts d'une couche d'hydrates.
- Des capillaires remplis ou partiellement remplis d'eau
- Des hydrates (surtout des C-S-H et de la chaux qui remplissent graduellement les espaces entre les grains de ciment.
- Les pores de gel ne sont pas représentés (trop petits !) et les bulles d'air sont trop grandes pour apparaître sur cette figure.

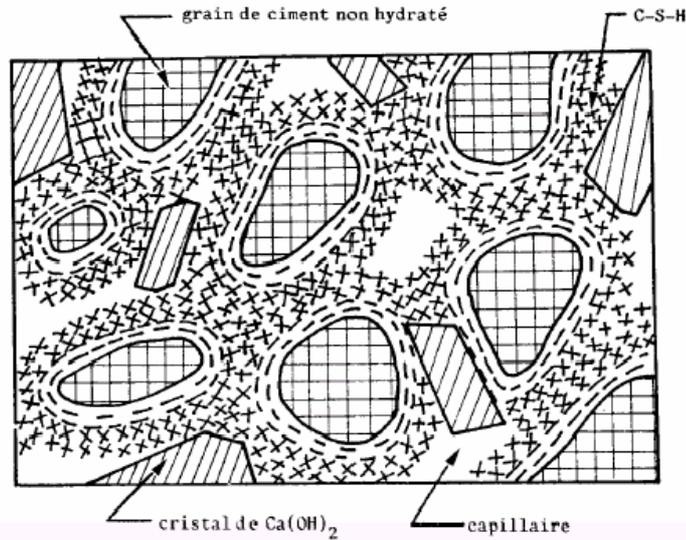


Figure 1 : Représentation schématique de la pâte de ciment hydraté [3]

2.2. Les principaux hydrates

Les hydrates (la pâte de ciment durcie) jouent le rôle de colle qui solidarise les granulats entre eux pour former un matériau rigide. La pâte de ciment représente de 25% à 40% du volume du béton. La plupart des propriétés du béton, et plusieurs aspects de la durabilité du béton, sont directement liés aux caractéristiques de la pâte de ciment durci.

Les hydrates comprennent [2]:

- Les **silicates de calcium hydratés** (C-S-H)
- Les aluminates hydratés
- La **chaux hydratée** (portlandite)
- De l'eau adsorbée sur certains cristaux
- Des impuretés.

– Les C-S-H

Les C-S-H occupent entre 50% et 60% du volume solide d'une pâte de ciment complètement hydratée. C'est un gel solide qui a les propriétés d'un corps solide. Il a une structure en feuillet, formée de cristaux très petits et mal cristallisés. La surface spécifique des C-S-H est très élevée (100 à 700 m²/g). La cohésion des C-S-H est due, en partie, aux forces de Van der Waals entre les particules colloïdales des C-S-H.

Le pH de la solution interstitielle est très alcalin (voisin de 13). À des pH plus faibles, il peut y avoir lixiviation des ions Ca²⁺ des C-S-H. Ceux-ci subissent alors des transformations qui peuvent augmenter leur porosité et diminuer les propriétés mécaniques.

Le gel de C-S-H est poreux. Les pores de gel, sont en fait les espaces qui contiennent de l'eau adsorbée sur les surfaces entre les feuillets. Ils sont très petits (2nm à 3nm) et la porosité du gel de C-S-H représente environ 28% du volume total du gel.

L'eau des pores de gel n'est pas "libre" car elle est fortement retenue sur les feuillets par des forces de surface. Puisque les pores de gel sont extrêmement fins, ils contribuent très peu à la perméabilité de la pâte et du béton.

– **La chaux hydratée (CH ou portlandite)**

Elle occupe de 20 à 25% du volume des solides de la pâte de ciment complètement hydratée. La portlandite a une morphologie hexagonale prismatique (la morphologie est très variable en fonction des paramètres de composition du béton). Elle est produite à la suite de l'hydratation du C3S et C2S.

Dans la pâte de ciment hydraté, elle devient instable (lixiviation) lorsque le pH devient inférieur à environ 12,5. Elle participe peu au développement de la résistance du béton.

– **Les aluminates hydratés**

Ils occupent de 15 à 20 % du volume solide de la pâte de ciment hydraté, on les retrouve généralement sous deux formes :

- Ettringite (trisulfoaluminates) aiguilles prismatiques.
- Monosulfoaluminates (plaquettes hexagonales).

3. Les cendres volantes

Un des bétons étudiés, M30CV, contient une cendre volante silico-alumineuse EDF, qui provoque une réaction pouzzolanique avec la portlandite, ce qui diminue la quantité de portlandite présente dans la pâte. Elle a aussi un rôle de liant ce qui augmente la résistance mécanique à la compression en diminuant la porosité.

II. Les matériaux poreux, paramètres descriptifs de leur structure

Un matériau poreux est un cas particulier dans la catégorie très générale des matériaux polyphasiques. Il se caractérise par le fait qu'une de ses phases est formée d'espaces vides plutôt que d'un autre matériau et que les deux phases en présence sont continues en trois dimensions [4].

Une des phases continues constitue la matrice solide supposée indéformable ; cette phase définit les frontières d'un certain nombre d'espaces vides appelés pores, cavités, fissures, etc. espaces qui forment un réseau plus ou moins bien interconnecté.

La microstructure des matériaux poreux peut être décrite en utilisant certains paramètres qui sont la porosité, la connectivité, la tortuosité et la résistivité électrique.

1. La porosité volumique totale

1.1. Définition

La porosité volumique totale ϕ d'un matériau est définie par :

$$\phi = \frac{V_P}{V_T} * 100 \quad \text{Avec } V_T = V_P + V_S \quad (2)$$

Où V_T : volume total d'un échantillon de matériau
 V_P : volume poreux de l'échantillon
 V_S : volume solide de l'échantillon

Cette porosité gouverne de nombreuses propriétés du béton : Presque toutes les caractéristiques mécaniques, les diffusions (ions, gaz) les perméabilités (eau, gaz) et par conséquent la **durabilité**.

Ainsi, plus la porosité diminue, plus la résistance à la compression augmente et plus la perméabilité diminue. Dans la suite de notre étude, on va essayer de vérifier cette définition.

1.2. Distribution des tailles des pores

La porosité du béton est constituée de plusieurs familles de vides dont les dimensions sont comprises entre quelques mm et quelques dizaines nm. Les plus petits vides du béton sont donc 1 million de fois plus petits que les plus gros. Par ordre décroissant de diamètre on retrouve :

- Les vides d'air causés par les défauts de compaction (diamètre > 1mm), ces vides ne sont généralement pas remplis d'eau.
- Les bulles d'air entraîné ($10 \mu\text{m} < \text{diamètre} < 1 \text{ mm}$).
- Les pores capillaires ($0,01 \mu\text{m} < \text{diamètre} < 5 \mu\text{m}$). Si le béton est constamment conservé à l'humidité, on peut considérer que les pores capillaires sont pratiquement remplis d'eau. Si le béton est soumis au séchage, les pores capillaires commencent à se vider graduellement en commençant par les plus gros.
- Les pores de gel (diamètre < 4 nm)
- Les pores de gel contiennent de l'eau qui est en partie adsorbée à la surface des feuillettes des C-S-H. Cette eau est relativement stable et il est difficile de l'extraire par séchage. Les pores de gel n'ont pas une grande influence sur la perméabilité.

Bien que la perméabilité soit fort influencée par la porosité, elle dépend aussi d'autres paramètres qui régissent préférentiellement l'écoulement, parmi ces paramètres on peut citer : La connectivité et la tortuosité.

2. La connectivité

La connectivité est un paramètre topologique qui mesure le degré d'interconnexion d'un milieu poreux, en général il est préférable que le réseau de pores capillaires soit constitué de pores les plus petits possibles car le degré d'interconnexion y est plus faible [4]. La perméabilité de la pâte s'en trouve alors considérablement diminuée car il y a moins de chemins préférentiels pour le passage des liquides, des gaz ou des ions potentiellement agressifs (Figure 2).

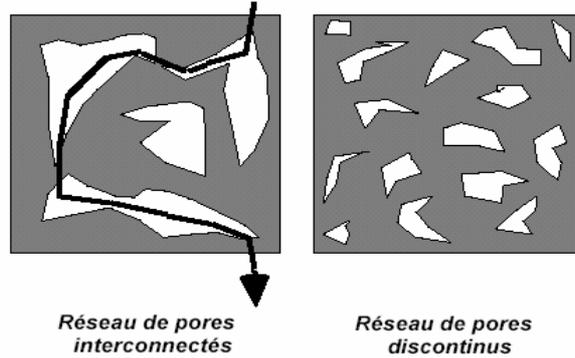


Figure 2 : Influence du degré d'interconnectivité sur la perméabilité de la pâte [3]

3. La tortuosité

Un dernier paramètre important de transfert est la tortuosité définie par la relation [4]:

$$\tau = \left(\frac{L}{L_e} \right)^2 \quad (3)$$

Dans laquelle L est la longueur moyenne des lignes traversant l'échantillon et L_e la longueur de l'échantillon. Une estimation expérimentale de ce paramètre peut être obtenue en utilisant diverses méthodes comme la porosimétrie au mercure, l'analyse d'image, la diffusion de gaz et d'ions ou les ondes acoustiques.

Un matériau poreux constitué d'un réseau de pores fortement tortueux et discontinu est généralement très imperméable aux agents agressifs.

Pour un type de configuration donné la tortuosité peut être relié à la porosité :

$$\tau = \frac{1}{\varepsilon \cdot F} \quad (4)$$

Avec τ est la tortuosité, ε la porosité totale et F présenté par les géologues sous l'appellation de facteur de formation, généralement évaluée par conduction électrique ou par diffusion des ions Cl^- [5].

4. La résistivité électrique

La résistivité électrique est probablement, parmi toutes les propriétés physiques, celle qui présente le domaine de variation le plus important [2]. Elle peut être utilisée pour mesurer la résistivité du béton permettant d'obtenir une évaluation du degré d'humidité, de la dimension et de la tortuosité des pores du béton, comme elle peut être interpréter pour évaluer le niveau d'activité de corrosion du béton armé.

La résistivité est très sensible à la qualité du béton (dosage en ciment, E/C, mûrissement, ajouts minéraux).

L'interprétation des mesures de résistivité, comme le montre la formule (4), sera utile dans le cas où elle s'associe en parallèle avec d'autres types de mesure, telles que la porosimétrie à l'eau et au mercure pour calculer la perméabilité à l'eau liquide.

III. Propriétés de transfert

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.

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.

Lors de notre étude, on ne va étudier que le paramètre de la perméabilité

1. La perméabilité

Dans de nombreux cas ce n'est pas uniquement l'étanchéité des éléments qui contrôle la durabilité des structures mais aussi la perméabilité du matériau béton. Plusieurs études et relevés sur le terrain montrent que les causes principales de la mauvaise performance du béton sont plus ou moins liées à la facilité avec laquelle un fluide ou un ion pénètre dans la porosité du béton.

⇒ La perméabilité du béton est un autre paramètre fondamental contrôlant la durabilité des structures.

La perméabilité d'un matériau se définit comme son aptitude à se laisser traverser par un fluide (eau ou gaz par exemple) sous l'effet d'un gradient de pression. Elle s'exprime au moyen de la relation de DARCY qui est valide en régime d'écoulement laminaire [2].

$$Q = -K \frac{A}{\mu} \frac{dP}{dz} \quad (5)$$

avec Q = débit volumique du fluide (m^3/s), de viscosité dynamique μ (Pa.s).

K = perméabilité du milieu (m^2).

A = aire apparente du matériau (m^2).

$\frac{dP}{dz}$ = gradient de pression.

La perméabilité K est une caractéristique intrinsèque du matériau dans la mesure où certaines conditions sont satisfaites. Elle s'exprime en m^2 . L'écoulement doit se faire dans des conditions données (température et caractéristiques constantes du matériau en fonction du temps) et il ne doit pas y avoir d'interactions physiques et chimiques entre le fluide et le matériau ce qui est rarement vrai dans le cas du béton.

La perméabilité K peut être utilisée pour estimer l'aptitude du matériau à se laisser traverser par un fluide. Plus la valeur de K est élevée, plus le matériau est perméable et, inversement, plus la valeur de K est faible, plus le matériau est imperméable.

Dans le cas du béton, on peut mesurer expérimentalement la valeur K en utilisant des appareils spécialement conçus à cet effet. En pratique, des méthodes différentes sont utilisées pour mesurer la perméabilité à l'eau et au gaz du béton.

2. La diffusion

La diffusion désigne le processus de transport d'un constituant dans un milieu donné sous l'effet de son agitation aléatoire à l'échelle moléculaire. S'il existe des différences de concentration entre deux points du milieu, il y aura un transport du constituant de la zone la plus concentrée vers la zone la moins concentrée [2].

Les transports par diffusion peuvent se produire sous deux formes :

- En phase liquide (ions chlore, sulfates)
- En phase gazeuse (oxygène, CO_2)

Le transport en phase liquide concerne la diffusion des constituants en solution dans la phase liquide (les ions chlore, les sulfates). Elle intervient, par exemple, dans l'attaque par l'eau de mer et la corrosion des aciers d'armature.

Le transport en phase gazeuse concerne, par exemple, la diffusion de la vapeur d'eau dans un béton partiellement saturé ou la diffusion de l'oxygène ou du CO_2 .

Les différents mécanismes d'attaque du béton font généralement intervenir un ou plusieurs types de transferts de masse : en phase liquide, en phase gazeuse ou par écoulement de la solution interstitielle.

3. Influence de la teneur en eau sur les propriétés de transfert

L'état hydrique des bétons conditionne les paramètres de transfert comme la perméabilité [14], ce qui a une grande influence sur la pénétration d'agents agressifs gazeux donc sur la durabilité du béton.

Les résultats expérimentaux concernent la mesure de la perméabilité aux gaz, celle du taux de saturation par pesée ou par gammadensimétrie et la porosité par intrusion de mercure. L'analyse met en évidence l'influence du mode de préconditionnement sur les gradients d'humidité dans les éprouvettes de béton, ainsi que l'influence de la microstructure des bétons étudiés sur l'évolution du taux de saturation.

En effet, l'état hydrique du béton est primordial car, selon le taux de saturation du matériau, différentes tailles de pores sont accessibles [1]. Par conséquent, le taux de saturation affecte directement la vitesse de carbonatation ou les variations dimensionnelles de l'échantillon (retrait de dessiccation).

IV. La carbonatation du béton

1. Définition

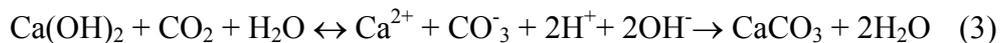
La carbonatation est un phénomène naturel de dissolution du dioxyde de carbone de l'air dans la solution interstitielle des bétons suivi d'une réaction acide-base avec les composés basiques, tels que la portlandite, pour former des carbonates de calcium. Il en résulte une diminution du pH et une corrosion des armatures. La carbonatation est une source de dégradation des ouvrages en béton armé et nuit à leur durabilité. Dans l'atmosphère, la carbonatation est très lente et pour mieux évaluer ses conséquences à long terme, des essais accélérés sont réalisés en laboratoire.

2. Présentation du phénomène de la carbonatation

Les armatures du béton armé sont passivées, c'est-à-dire recouvertes d'une couche protectrice d'oxydes, dans un milieu basique de pH environ égal à 13 comme dans la solution interstitielle du béton. La portlandite constitue une réserve importante d'ions OH^- [6] :



Le dioxyde de carbone, présent dans l'atmosphère en faible proportion, 0,035 % en volume, se dissout dans l'eau et forme l'acide H_2CO_3 . Ce dernier réagit avec la portlandite pour former des carbonates de calcium qui précipitent :



Tant que de la portlandite peut se dissocier et apporter des ions OH^- un fort pH est maintenu. Mais quand la majeure partie de la portlandite est consommée, le pH de la solution interstitielle diminue fortement, les armatures sont alors dépassivées. Le front (ou la profondeur) de carbonatation est théoriquement défini comme étant la limite entre la zone carbonatée où le pH n'est plus assez élevé pour protéger les armatures et la zone non carbonatée (ou très faiblement) où le pH est encore égal à 13. En fait, le front est défini par la méthode expérimentale utilisée, la pulvérisation de phénolphthaléine en particulier qui est un indicateur coloré pH-métrique.

La vitesse de carbonatation est fonction de nombreux paramètres dont les plus importants sont la porosité et le taux d'humidité relative du milieu ambiant. Elle est maximale pour une humidité comprise entre 40% et 80% (60% semble la valeur la plus critique) [2].

- Dans les environnements secs, la quantité d'eau est insuffisante pour dissoudre de CO_2 .
- Dans les environnements très humides, le béton est saturé, ce qui ralentit considérablement la diffusion du CO_2 .

On peut ralentir la progression de la carbonatation en :

- Augmentant le dosage en ciment
- Diminuant le rapport E/C
- Augmentant le temps de cure
- Augmentant la résistance à la compression.

Attention les fortes teneurs en cendres volantes ($> 30\%$) et en laitiers ($>50\%$) peuvent accélérer significativement la vitesse de carbonatation du béton. Dans ce cas, une cure humide prolongée est de rigueur.

Chapitre II : Présentation des essais

I. Matériaux et éprouvettes d'essais

1. Caractéristiques des matériaux

L'étude est réalisée sur quatre bétons différents, trois bétons ordinaires le M25, B35 et M50 de rapports E/C respectifs 0.84, 0.62 et 0.48 et un béton avec cendres volantes le M30CV de rapport E/C égal à 0.74 ou E/Liant égal à 0.61.

Pour éviter toutes disparités d'échantillonnage, les constituants utilisés sont identiques pour les 4 formules de béton : Du Ciment CPA-CEM I 52.5 PM ES CP2 de St Vigor (Lafarge), des gravillons calcaires concassés du Boulonnais 0/5- 4/12.5- 12.5/20 et du sable silico-calcaire de Seine 0/4, seuls les dosages varient [Tab 1]. Nous avons retenu pour la confection du M30CV une cendre volante silico-alumineuse, un super plastifiant (SP) et un retardateur Chrytard. Pour les 4 bétons, les résistances moyennes à la compression à 28 jours varient de 21.94 à 54.65 MPa. Chaque mesure est réalisée sur trois éprouvettes cylindriques de diamètre 16 cm et de hauteur 32 cm.

Caractéristiques	M25	B35	M30CV	M50
Date de fabrication (LCPC)	25/02/02	15/12/01	09/07/02	02/07/02
Rc moyenne à 28 jours (MPa)	21,94	40,67	49.40	54,65
Rc moyenne à 90 jours (MPa)	28,90	47,70	65.70	65.10
Composition				
Sable Seine 0/4 (kg/m ³)	446	445,1	436	400
Sable Boulonnais 0/5 (kg/m ³)	453	452,1	443	406
Gravillon Boulonnais 4/12,5 (kg/m ³)	388	385,6	421	428
Gravillon Boulonnais 12,5/20 (kg/m ³)	619	615,2	565	509
Ciment CPA-CEM I 52.5 PM ES CP2 (kg/m ³)	230	300	223	410
Cendres Volantes EDF (%)	-	-	2,1	-
Eau (kg/m ³)	193	187,4	166	197
Super plastifiant Résine GT (kg/m ³)	-	-	1,1	-
Retardateur chrytard (kg/m ³)	-	-	1,4	-
E/C	0,84	0,62	0,74	0,48
E/L	-	-	0,61	-
E(efficace)/C	0,80	0,59	0,70	0,45

Tableau 1 : Caractéristiques des bétons étudiés

2. Préconditionnement des éprouvettes d'essais

Les éprouvettes d'essais sont des cylindres de Ø11 cm et de h 5 cm qui ont été sciées dans des éprouvettes de Ø11 cm et de h 22cm et prélevées toutes à la même hauteur. Pour chaque béton on a pris 6 éprouvettes.

2.1. Cure humide

Après démoulage, les éprouvettes Ø11 h 22 sont conservées sous eau en salle humide à 20°C. La durée de cette cure est de 3 mois pour toutes les éprouvettes.

2.2. Modes de traitement

A la suite de leur cure, les échantillons sont séchées :

- Séchage pendant 1 mois dans une étuve à 45°C pour les bétons M25 et B35.
- Séchage pendant 1 semaines à 45°C, 2 semaines à 60°C et puis 1 semaine de retour progressive à 20°C pour les bétons les plus compacts le M30CV et le M50.

Après le séchage, les éprouvettes ont connu deux modes de traitement différents :

- Trois éprouvettes de chaque béton sont conservées jusqu'au début des essais dans une salle climatisée assurant une température moyenne de 20°C, à l'intérieur d'un dessiccateur au-dessus d'une solution saline saturée imposant une humidité relative de 53%. En plus de cette solution saline, on a mis des cristaux de chaux sodés pour éviter la carbonatation des bétons en absorbant le CO₂ présent.
- Trois éprouvettes de chaque béton subissent un essai de carbonatation accélérée.

3. L'essai de carbonatation accélérée

Le principe des essais de carbonatation accélérée est d'augmenter la teneur en CO₂ du mélange gazeux de l'enceinte de carbonatation tout en contrôlant l'humidité relative choisie entre 40 et 80 %.

Les paramètres intéressants, qu'il est possible d'étudier sont les suivants : l'humidité relative, la teneur en CO₂ et le débit d'alimentation en gaz ainsi que la température.

Les caractéristiques techniques et les spécificités de ces stations sont détaillées dans le recueil "Méthodes de mesures et d'essais de laboratoires" [7]. Le volume de l'enceinte où on a carbonaté nos éprouvettes est de 50 litres. L'humidité relative dans l'enceinte est contrôlée par une solution saline saturée de Nitrate de Magnésium (HR ≈ 55% à 20°C). La teneur en CO₂ du gaz d'alimentation est également variable. Dans le réseau des LPC, des bouteilles d'alimentation de 50% de CO₂ et de 50% d'air ont été utilisées.

Le déroulement d'un essai de carbonatation accélérée est donné dans le recueil de méthodes [7] et dans le mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM [8].

Pour mesurer la profondeur de carbonatation, la pulvérisation d'un indicateur coloré permet de visualiser les zones carbonatées sur des surfaces fendues de béton : la phénolphtaléine est incolore sur les zones carbonatées et rose sur les zones saines, elle vire pour un pH environ égal à 9.

La durée de l'essai de carbonatation est de 28 jours pour tous les bétons sauf pour le M50 due à sa faible porosité, où on a attendu presque 2 mois pour qu'il se carbonate.

II. l'essai au perméamètre Cembureau

1. 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 [8].

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.

2. Dispositif expérimental

Un seul dispositif expérimental existe à l'heure actuelle au sein du réseau des LPC, il se trouve au LCPC (Figure 3). Le LCPC s'est équipé de ce perméamètre comportant deux cellules $\varnothing 150 \times 50$ mm et une de $\varnothing 110 \times 50$ mm où tous nos essais ont été réalisés.

Les éprouvettes requises pour les mesures de perméabilité peuvent être obtenues par sciage dans des cylindres, par carottage dans des dalles ou par moulage. Le perméamètre doit être installé dans une salle climatisée (au LCPC : $T = 20 \pm 1^\circ C$ et $HR = 65 \pm 5 \%$), sans courant d'air au voisinage de l'appareil.



Figure 3 : Une vue d'ensemble du perméamètre Cembureau



Figure 4 : Une éprouvette et une cellule

3. Principe de l'essai

L'essai consiste à soumettre le corps d'épreuve à une pression constante de gaz (le schéma de principe de fonctionnement du perméamètre est présenté dans l'annexe).

La perméabilité apparente K_a , en m^2 , est alors déterminée à partir de la mesure du flux de gaz Q (en $m^3.s^{-1}$), en régime permanent, avec l'hypothèse d'un flux laminaire, à une pression donnée, en utilisant la loi de Hagen-Poiseuille :

$$K_a = \frac{2.Q.P_{atm}.L.\mu}{A.(P^2 - P_{atm}^2)} \quad (1)$$

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

Les éprouvettes testées sont protégées latéralement et confinées, ce qui assure un écoulement unidirectionnel du gaz. Le gaz utilisé lors des essais présentés est l'air. La perméabilité apparente est mesurée sous des gradients de pression compris entre 0,5 et 5 bars en régime permanent d'écoulement du gaz.

4. La perméabilité intrinsèque selon Klinkenberg

Klinkenberg a élaboré une équation permettant de dissocier la valeur du coefficient de perméabilité absolue du milieu, indépendante de la nature du fluide, de la valeur apparente qui englobe les effets combinés des écoulements visqueux (gaz et liquide) et de glissement (gaz).

Il fonde son approche sur l'observation que les écarts notables de perméabilité entre un liquide et un gaz sont de plus en plus faibles lorsque la perméabilité du milieu augmente. Compte tenu du fait que la perméabilité au gaz d'un milieu est en relation directe avec le libre

parcours moyen des molécules du gaz, Klinkenberg déduit que la valeur du coefficient de perméabilité est indépendante de la nature du fluide (liquide ou gaz) pour des niveaux de pression très élevés [9].

Klinkenberg propose alors une relation générale de l'écoulement des gaz à travers un milieu poreux, soit :

$$K = K_{int} \left(1 + \frac{\beta}{P_{moy}} \right) \quad \text{avec} \quad P_{moy} = \frac{P_o + P_{adm}}{2} \quad (2,3)$$

K_{int} définie comme étant la perméabilité intrinsèque, P_o la pression atmosphérique, β la constante de Klinkenberg et βK_{int} est la pente de la droite de Klinkenberg.

Par extrapolation, on déduit la valeur de K_{int} pour une pression d'écoulement infinie, soit lorsque $(1/P_{moy}) \rightarrow 0$. C'est la valeur de l'ordonnée à l'origine de la droite reliant la perméabilité et l'inverse de P_{moy} .

III. La porosité accessible à l'eau

1. Objet de la mesure et domaine d'application

La méthode de caractérisation la plus utilisée est sans doute la mesure de la porosité accessible à l'eau et de la masse volumique apparente par pesée hydrostatique. Cette méthode fait désormais l'objet d'un mode opératoire AFPC-AFREM [8] qui assure de ce fait une pratique homogène de cet essai et qui autorise un traitement comparatif des résultats, quel que soit le laboratoire où ils ont été obtenus.

Cette mesure simple, praticable sur une large variété de pâtes de ciment, mortiers ou bétons doit être considérée comme la base de toute caractérisation microstructurale ou d'évaluation des propriétés de durabilité d'un matériau.

Elle fournit un résultat global (porosité "totale"), indicateur de la qualité du matériau, qui est bien corrélé avec la résistance à la compression : quand la porosité diminue (du fait de diminution du rapport E/C, de l'ajout d'ultrafines,..), la résistance augmente [15].

2. Expression des résultats

On désigne par M_{eau} la masse de l'éprouvette en kg plongée dans l'eau (pesée hydrostatique) après qu'elle a été saturée sous vide pendant 24 heures. M_{air} représente sa masse saturée dans l'air après ce même préconditionnement. M_{sec} est sa masse après un séchage à 105°C.

Ainsi :

– La masse volumique apparente est donnée par :

$$\rho_{sec} = \frac{M_{sec}}{\text{Volume.de.l'éprouvette}} = \frac{M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \quad (4)$$

– La porosité accessible à l'eau, ϕ (%), est :

$$\phi = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \quad (5)$$

IV. Porosimétrie par intrusion de mercure

1. Objectif

La porosimétrie par intrusion (ou injection) de mercure constitue l'un des principaux outils d'investigation de la structure mésoporeuse (ouverture des pores comprise entre 2 et 50 nm) et macroporeuse (ouvertures > 50 nm) des pâtes de ciment, mortiers et bétons (et également de leurs constituants, tels que les granulats,...).

Cette technique de laboratoire simple et rapide permet de quantifier notamment la porosité "totale" et la distribution des tailles de pores incluses dans le domaine de mesure de l'appareil, allant généralement de quelques nanomètres à quelques dizaines de micromètres.

Le principe de la mesure, ainsi que le dispositif disponible au LCPC, sont décrits dans les références [7] et [8].

2. Comparaison entre porosités accessibles à l'eau et au mercure

De façon générale, une valeur de porosité ne constitue pas une caractéristique intrinsèque du matériau considéré. Cette valeur est en effet conditionnée à la fois par la méthode de prétraitement et par la technique de mesure.

On note que les valeurs de porosité mesurée par intrusion de mercure sont semblables aux valeurs de porosité à l'eau ou inférieures notamment dans le cas des bétons les moins poreux. Cette constatation est tout à fait classique. Elle s'explique par le fait que seuls les pores tels que $1,8\text{nm} < r_p < 60\mu\text{m}$ sont accessibles avec le porosimètre à mercure utilisé, alors qu'avec l'eau, ils sont en principe tous accessibles, aux problèmes de cinétique près. Les mesures par intrusion de mercure sous-estiment donc le volume des pores de grandes dimensions. De plus, l'important volume de pores relatifs aux C-S-H n'est que très partiellement accessible.

Par conséquent, pour les bétons faiblement poreux, la proportion de pores non accessibles par le mercure devient grande devant la porosité détectée. Ceci creuse la différence entre les volumes poreux mesurables par chacune des deux techniques et de ce fait entre les valeurs enregistrées.

V. L'essai de gammadensimétrie

1. 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, non destructif, permet de quantifier les pertes d'eau par évaporation lors de l'étude du séchage du béton.

2. 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 loi de Lambert :

$$N = N_0 \exp(-z \cdot \mu' \cdot \rho \cdot x) \quad (6)$$

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

$$\rho = \frac{-1}{z \cdot \mu' \cdot x} * \ln \frac{N_0}{N} \quad (7)$$

La connaissance de z et μ' et la mesure de l'épaisseur x de matériau permettent de calculer la masse volumique ρ .

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 reliée à la variation de teneur en eau massique (w) de l'échantillon de matériau par la relation (8) :

$$w(t_0) - w(t) = [\rho(t_0) - \rho(t)] \frac{\text{Volume}}{\text{Masse.sèche}} \quad (8)$$

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

3. Dispositif expérimental

Les mesures sont réalisées à l'aide d'un banc gamma vertical. 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).

Lors de notre étude, les éprouvettes étant cylindriques, 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. 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 μ' .



Figure 5 : Vue d'ensemble d'un banc d'essai gammadensimétrique

VI. Mesure de la résistivité électrique

1. Principe

La méthode suppose l'existence d'une relation étroite entre la qualité du béton et sa résistivité électrique. En effet la résistivité dépend souvent du rapport E/C, de l'humidité, de la température, de l'âge du béton et de sa formulation. La résistivité électrique d'un béton durci peut être alors utilisée comme un paramètre d'uniformité.

Nous faisons l'hypothèse, le béton étudié est saturé en eau, non armé et qu'il ne présente aucun défaut de fabrication (fissures visibles, cavités,..).

2. Dispositif de la mesure

Le mode opératoire est encore en cours de mise au point, lors de nos mesures, on s'est basé sur les travaux déjà réalisés par d'autres auteurs notamment C.Andrade [10] et AEC Laboratory [11].

Le dispositif est présenté dans la figure suivante :

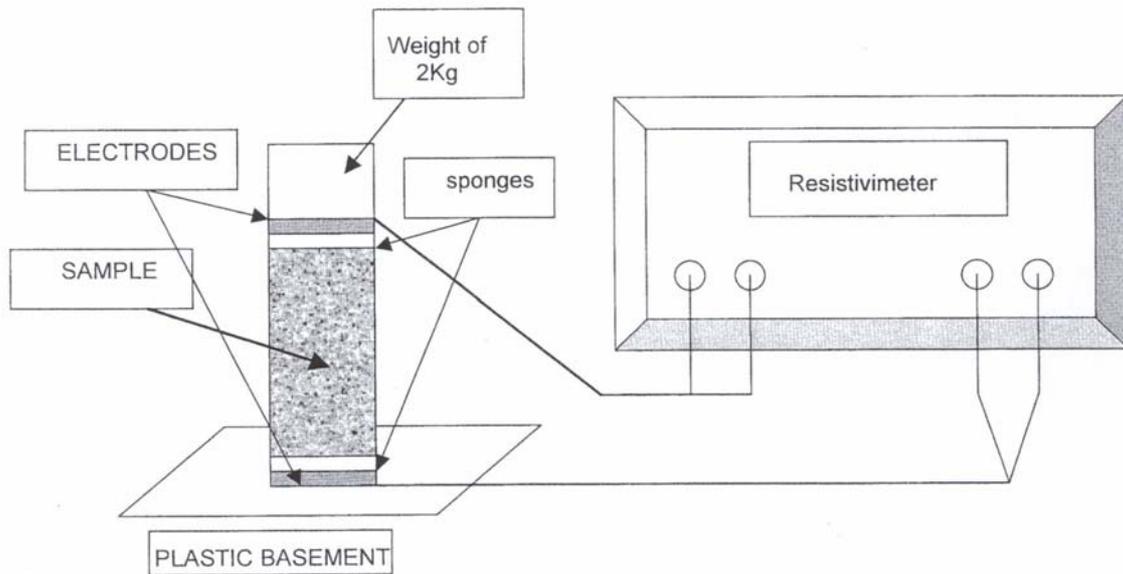


Figure 6 : Dispositif de la mesure de la résistivité

On place deux électrodes sur les faces opposées de l'échantillon et entre les faces de contact, on introduit deux éponges mouillées. Les électrodes étant connectées à un résistivimètre. Pour assurer un bon contact entre les électrodes et les éprouvettes, on applique une masse de 2kg. Les mesures sont effectuées successivement. En tout, on a fait 6 mesures de résistance pour chaque éprouvette de béton.

On commence par mesurer la résistance des éponges seules puis celle des deux éponges plus le béton. On répète la mesure après deux à trois minutes, quand la différence entre deux valeurs de résistance obtenues ne dépasse pas 5%, le test est concluant.

3. Calcul de la résistivité

La résistance est calculée à partir de l'équation (9) :

$$R_s = R_{s+sp} - R_{sp} \quad (9)$$

Où R_s : La résistance de l'échantillon [Ω]
 R_{s+sp} : La résistance de l'échantillon+l'éponge [Ω]
 R_{sp} : La résistance de l'éponge [Ω].

La résistivité électrique est calculée à partir de l'équation (10) :

$$\rho = R_s \cdot S/L \quad (10)$$

Où : ρ : La résistivité électrique [$\Omega \cdot m$]
 S : Surface de la section de l'éprouvette [m^2]
 L : Longueur de l'échantillon [m].

VII. Synthèse des essais réalisés

		γ (53%)	K (53%)	ϕ (H ₂ O)	γ (sat)	ρ	105°C	γ (sec)	K(sec)
Bétons	Nombres	2	3	3	2	3	2	1	2
M25	NC	11/03/03	11/03/03	21/03/03	01/04/03	28/03/03	08/04/03	14/04/03	14/04/03
	C	12/03/03	12/03/03	21/03/03	02/04/03	28/03/03	08/04/03	22/04/03	22/04/03
B35	NC	03/03/03	03/03/03	21/03/03	24/03/03	28/03/03	08/04/03	15/04/03	15/04/03
	C	04/03/03	04/03/03	21/03/03	25/03/03	28/03/03	08/04/03	22/04/03	22/04/03
M30CV	NC	06/03/03	06/03/03	03/04/03	07/04/03	05/04/03	08/04/03	24/04/03	24/04/03
	C	07/03/03	07/03/03	03/04/03	04/04/03	05/04/03	08/04/03	23/04/03	23/04/03
M50	NC	09/04/03	09/04/03	10/04/03	14/04/03	12/04/03	14/04/03	30/04/03	30/04/03
	C	05/05/03	05/05/03	06/05/03	12/05/03	10/05/03	14/04/03	26/05/03	26/05/03

Tableau 2 : Synthèse des essais réalisés

K (53%) : Mesure de la perméabilité aux gaz à HR= 53%

γ (53%) : Essai de gammadensimétrie à HR= 53%

ϕ (H₂O) : Essai de porosité accessible à l'eau

γ (sat) : Essai de gammadensimétrie à l'état saturé

ρ : Mesure de la résistivité électrique

105°C : Séchage des éprouvettes à 105°C

K (sec) : Mesure de la perméabilité aux gaz après séchage à 105°C

γ (sec) : Essai de gammadensimétrie après séchage à 105°C.

Chapitre III : Analyse des résultats obtenus et interprétations

I. La porosité accessible à l'eau

Bétons	E/C	Rc(28j)	Rc(90j)*	ϕ eau (%)	$\Delta\phi$ (%)
M25-NC	0,84	23,6	28,90	14,75	0,80
M25-C				13,95	
B35-NC	0,62	42,3	47,70	14,80	3,88
B35-C				10,92	
M30CV-NC	0,74 (E/L=0,61)	49,4	65,70	12,92	2,41
M30CV-C				10,51	
M50-NC	0,48	54,5	65,10	13,58	3,95
M50-C				9,63	

Tableau 3: Influence de la carbonatation sur la porosité accessible à l'eau

* Rc(90j) mesurée sur d'autres gâchés

1. Effet de la carbonatation sur la porosité

On remarque que pour tous les bétons, lorsqu'il y a carbonatation, le volume poreux diminue. Comme le montre le tableau 1, la diminution est estimée de 0.8% pour le M25, de 3.88% pour le B35, de 2.41% pour le M30CV et de 3.95% pour le M50.

Cette diminution peut être expliquée par la différence entre les volumes molaires de la portlandite ($33 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$) et de la calcite ($37 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$). Dans ce cas, la réaction relative à la transformation d'une mole de Ca(OH)_2 en une mole de CaCO_3 par action de CO_2 , induit un accroissement du volume de la phase solide, donc une diminution de l'espace poreux, de $4 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$.

Il est possible avec l'équation (1) de calculer, la variation théorique de la porosité provoquée par la carbonatation en admettant que le Ca(OH)_2 est le seul qui va se carbonater ou en lui ajoutant les C-S-H [16].

$\Delta V_{\text{Ca(OH)}_2}$ ($4 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$) et $\Delta V_{\text{C-S-H}}$ ($16 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$) sont respectivement les variations du volume molaire entre Ca(OH)_2 et CaCO_3 et entre C-S-H initial et C-S-H carbonaté.

$$\Delta\phi = [\text{Ca(OH)}_2] \Delta V_{\text{Ca(OH)}_2} + [\text{C-S-H}] \Delta V_{\text{C-S-H}} \quad (1)$$

$[\text{Ca(OH)}_2]$ et $[\text{C-S-H}]$ sont respectivement les teneurs initiales en portlandite et en C-S-H (mol/m^3) dans le béton, calculées selon la formule de Bogue [1] et sont présentées dans le tableau suivant :

Concentration en hydrates	M25	B35	M50
[Ca(OH) ₂] (mol/m ³)	996	1277	1772
[C-S-H] (mol/m ³)	412	528	733

Tableau 4 : Calcul des concentrations en hydrates carbonatables dans les bétons

	Méthodes	M25	B35	M50
$\Delta\phi$ (%)	Mesurée par porosimétrie à l'eau	0.80	3.88	3.95
$\Delta\phi_{th}$ (%)	Théorique avec la carbonatation de Ca(OH) ₂	0.27	0.34	0.31
$\Delta\phi_{th}$ (%)	Théorique avec la carbonatation de Ca(OH) ₂ et C-S-H	0.93	1.19	1.49

Tableau 5 : comparaison entre la variation de la porosité mesurée et théorique

On remarque que la réduction de porosité théorique est inférieure à celle mesurée, en effet cette différence est due à ce que le calcul sous-estime en grande partie les pertes mesurées de porosité et confirme que d'autres hydrates (l'étringite par exemple), malgré leur quantité relativement faible, sont concernés par la carbonatation et participent de manière significative à la réduction de porosité.

En plus la variation des volumes molaires des C-S-H carbonatés et non carbonatés est aussi sous évaluée à cause de la difficulté à déterminer les coefficients stœchiométriques des hydrates C-S-H.

2. Effet du rapport E/C sur la porosité

On constate que le rapport eau/ciment exerce une grande influence sur la porosité de la pâte de ciment hydraté car il gouverne directement l'espacement initial entre les grains de ciment en suspension dans l'eau de gâchage (Tableau 3).

En effet, plus le rapport E/C est faible, plus, initialement, les grains de ciment sont rapprochés les uns des autres. Les espaces à combler entre les grains de ciment sont moins grands et il y a moins de chance d'avoir un grand vide ne pouvant pas être complètement rempli par les hydrates.

La réduction du rapport E/C permet non seulement de diminuer le volume total des pores capillaires mais elle permet aussi de réduire leur diamètre.

Pour un E/C plus faible la porosité capillaire est en fait constituée d'un réseau de pores plus fin et plus discontinu [2].

3. Effet de l'ajout de la CV sur la porosité

On remarque aussi que le fait d'ajouter de la cendre volante dans la composition du ciment, cela a pour effet de diminuer nettement la porosité.

Prenons l'exemple du M30CV et du B35 (Tableau 3); pour un E/L et un E/C égal respectivement à 0.61 et 0.62, le M30CV présente par contre une moindre porosité due à l'ajout de la CV dans la formulation du béton.

La donnée de la résistance moyenne de compression à 28 jours et éventuellement à 90 jours peuvent être les seules données qui caractérisent le mieux la porosité, en effet, indépendamment de la formulation des bétons et du rapport E/C ou E/L, plus la ϕ augmente, plus que la Rc diminue.

II. La porosimétrie par gammadensimétrie

L'eau joue un rôle prépondérant dans le comportement du béton aussi bien pour l'hydratation du ciment que lors du séchage. La gammadensimétrie permet de déterminer la répartition de la teneur en eau à l'intérieur d'une éprouvette en béton d'une façon précise et locale.

1. Détermination de la porosité et du taux de saturation

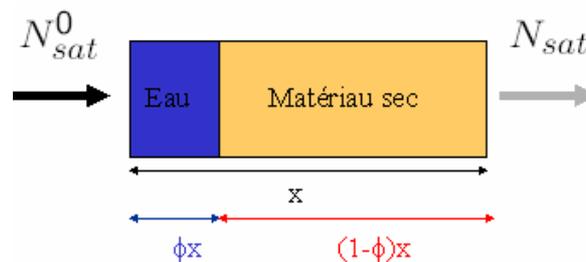
La porosité et le taux de saturation peuvent être déterminées par la loi de Lambert :

$$N = N_0 \cdot \exp(-z \cdot \mu' \cdot \rho \cdot x) \quad (2)$$

Grâce à la composition chimique du ciment, on calcule le coefficient d'absorption global du ciment (μ) et celui du béton (μ'). (Les tableaux de calcul sont donnés dans l'annexe).

Lors de notre étude, deux éprouvettes de chaque béton étudié sont passées trois fois au banc gamma à différents stades de saturation en eau :

- Pour l'état saturé, on trouve dans l'éprouvette seulement de l'eau et le matériau sec.



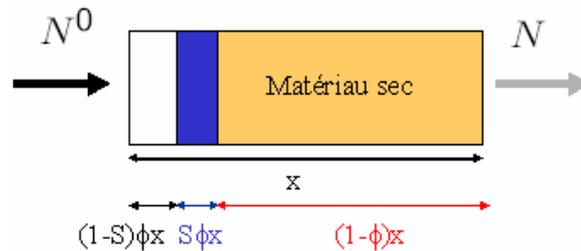
Si on développe la loi de Lambert on aura :

$$N_{sat} = N_{Osat} \exp(-x_e \mu_e \rho_e) \exp(-x_{sec} \mu_{sec} \rho_{sec})$$

$$\text{avec } \phi = \frac{V_e}{V_s + V_e} = \frac{x_e S}{(x_s + x_e) S} = \frac{x_e}{x} \quad \Rightarrow \quad \begin{cases} x_e = x \phi \\ x_s = (1 - \phi)x \end{cases}$$

$$\Rightarrow \frac{1}{x} \ln \left(\frac{N_{O_{sat}}}{N_{sat}} \right) = \phi \mu_e \rho_e + (1 - \phi) \mu_s \rho_s \quad (3)$$

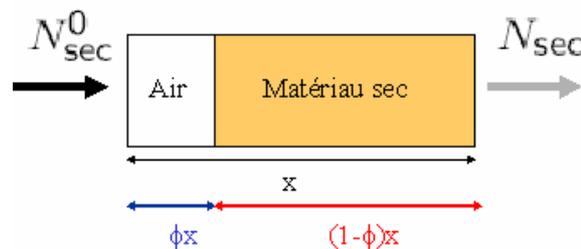
- A HR= 53%, on retrouve les trois phases, c'est-à-dire l'eau, l'air et le matériau sec.



On trouve de même :

$$\frac{1}{x} \ln \left(\frac{N_o}{N} \right) = S \phi \mu_e \rho_e + (1 - \phi) \mu_s \rho_s \quad (4)$$

- Après séchage à 105°C, tout l'eau s'est évaporé et il n'y aura dans l'éprouvette que de l'air et le matériau sec.



On aura aussi :

$$\frac{1}{x} \ln \left(\frac{N_{O_{sec}}}{N_{sec}} \right) = (1 - \phi) \mu_s \rho_s \quad (5)$$

Après la résolution du système des trois équations (3), (4) et (5), on détermine la porosité (6) et le taux de saturation (7):

$$\phi = \frac{1}{\rho_{eau} \mu_{eau} x} \ln \left(\frac{N_{sat}^o * N_{105}}{N_{sat} * N_{105}^o} \right) \quad (6)$$

$$S = \frac{\ln \left(\frac{N^o * N_{105}}{N * N_{105}^o} \right)}{\ln \left(\frac{N_{sat}^o * N_{105}}{N_{sat} * N_{105}^o} \right)} \quad (7)$$

2. Présentation des résultats de la porosité et du taux de saturation

D'après le tableau 2, on constate que les valeurs de la porosité n'ont guère changé entre les essais de porosité accessible à l'eau et par gammadensimétrie.

La comparaison est faite sur des éprouvettes qui ont passé simultanément les deux essais :

Bétons	ϕ (eau) %	ϕ (γ) %	S(%)
M25-NC	15,07	15,84	16,33
M25-C	13,69	14,05	14,40
B35-NC	14,68	15,39	20,47
B35-C	11,09	11,18	20,55
M30CV-NC	13,24	14,03	33,05
M30CV-C	10,52	10,78	23,35
M50-NC	13,58	13,94	36,57
M50-C	9,72	9,12	72,45

Tableau 6: Présentation des résultats de la porosité et du taux de saturation moyen

3. Influence du rapport E/C sur le taux de saturation

On a essayé de prolonger, le plus possible, la durée du palier de l'humidité à 53% pour se rapprocher de l'équilibre. Ce dernier ne pourra pas être facilement atteint, étant donné l'épaisseur importante des éprouvettes (5cm). Un des buts de l'essai de gammadensimétrie est de vérifier l'homogénéité des taux de saturation pour tous les bétons carbonatés et non carbonatés afin de les comparer correctement.

Cette hypothèse est vérifiée pour les bétons à faibles rapport E/C (M25, B35). On voit bien d'après les courbes de saturation du M25NC et M25C (Figure 7), que le taux de saturation est homogène entre les parois et le cœur de l'éprouvette, et qu'il est presque similaire avant et après carbonatation. Les points d'hétérogénéité correspondent à la présence des granulats dans le béton.

Tandis que pour le M50 (Figure 8), on remarque que le taux de saturation n'est pas homogène, d'une part dans la même éprouvette où on observe une forme de cloche (le cœur est plus humide que les parois), et entre les éprouvettes carbonatées et non carbonatées d'autre part. Ceci explique le fait que le M50 a mis le plus de temps pour être carbonaté.

Donc, en conclusion, plus le matériau est compact (rapport de E/C élevé) plus la saturation et le séchage sont difficiles.

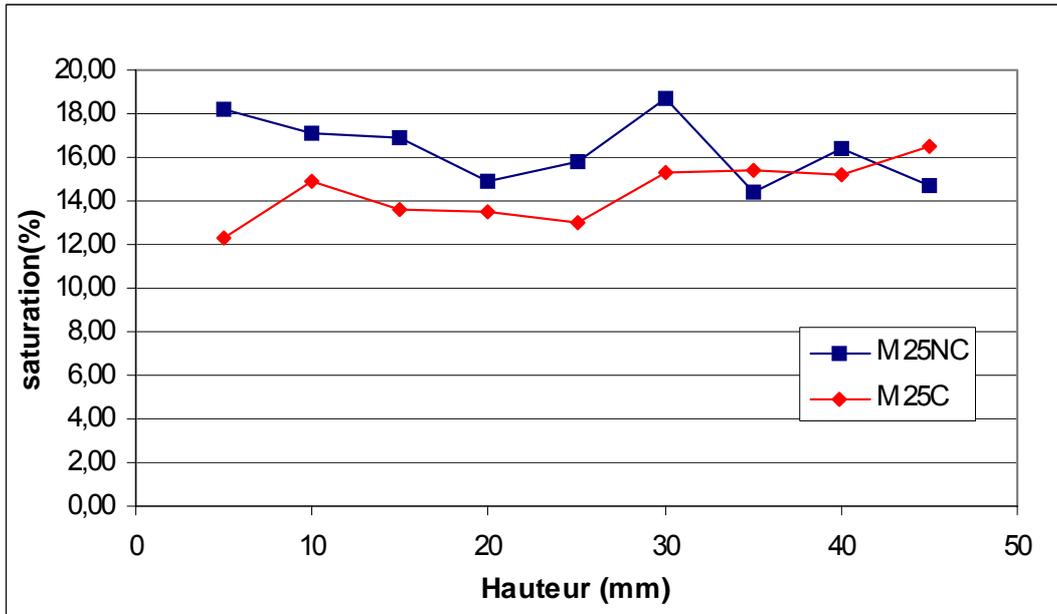


Figure 7 : Comparaison entre les taux de saturation entre M25NC et M25C

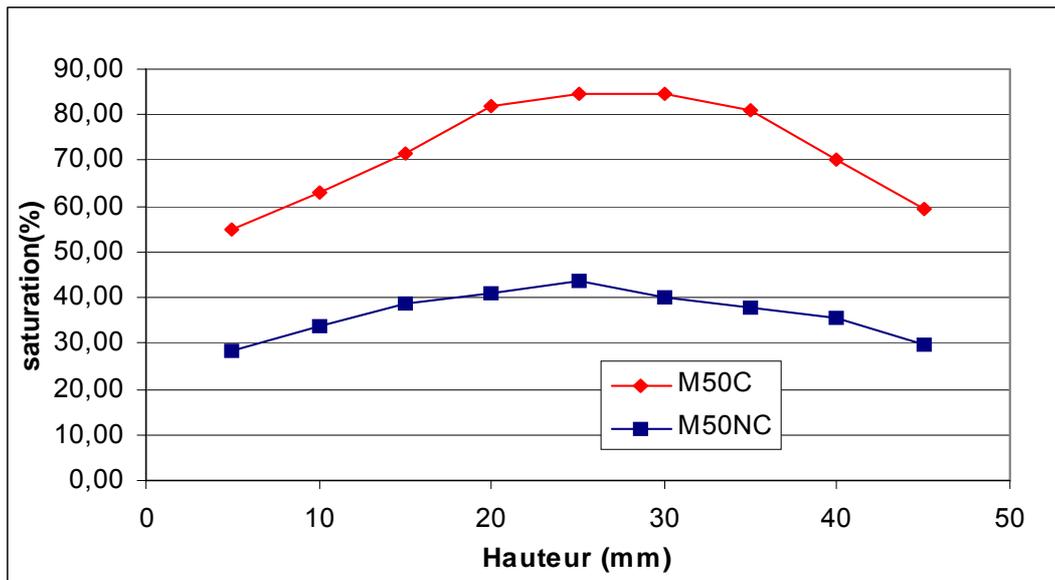


Figure 8 : Comparaison entre les taux de saturation entre M50NC et M50C

III. La perméabilité aux gaz

La perméabilité aux gaz du béton est très sensible au degré de saturation de la pâte. Les pâtes, avec un degré de saturation élevé sont pratiquement imperméables à l'air ou au gaz. Cette perméabilité est donc très sensible aux conditions de séchage qui précèdent la mesure.

Lors de la première échéance d'essai de mesure de la perméabilité aux gaz, c'est-à-dire au palier de 53% d'humidité relative, on a observé des problèmes de mesures liés à un défaut d'installation entre les différentes pièces composant le perméamètre. En effet, il avait été démonté un mois avant le début du stage pour un étalonnage du manomètre puis on a trouvé des valeurs de perméabilité trop importantes pour un béton à ce stade de saturation en les comparant à la littérature.

Par conséquent, lors de nos interprétations, on se basera uniquement sur les résultats obtenus après séchage des éprouvettes à 105°C.

1. Influence de la carbonatation sur la perméabilité aux gaz

1.1. Détermination de la perméabilité intrinsèque

Ici on a pris l'exemple du M50 pour déterminer la perméabilité intrinsèque, les autres courbes sont présentées dans l'annexe I.

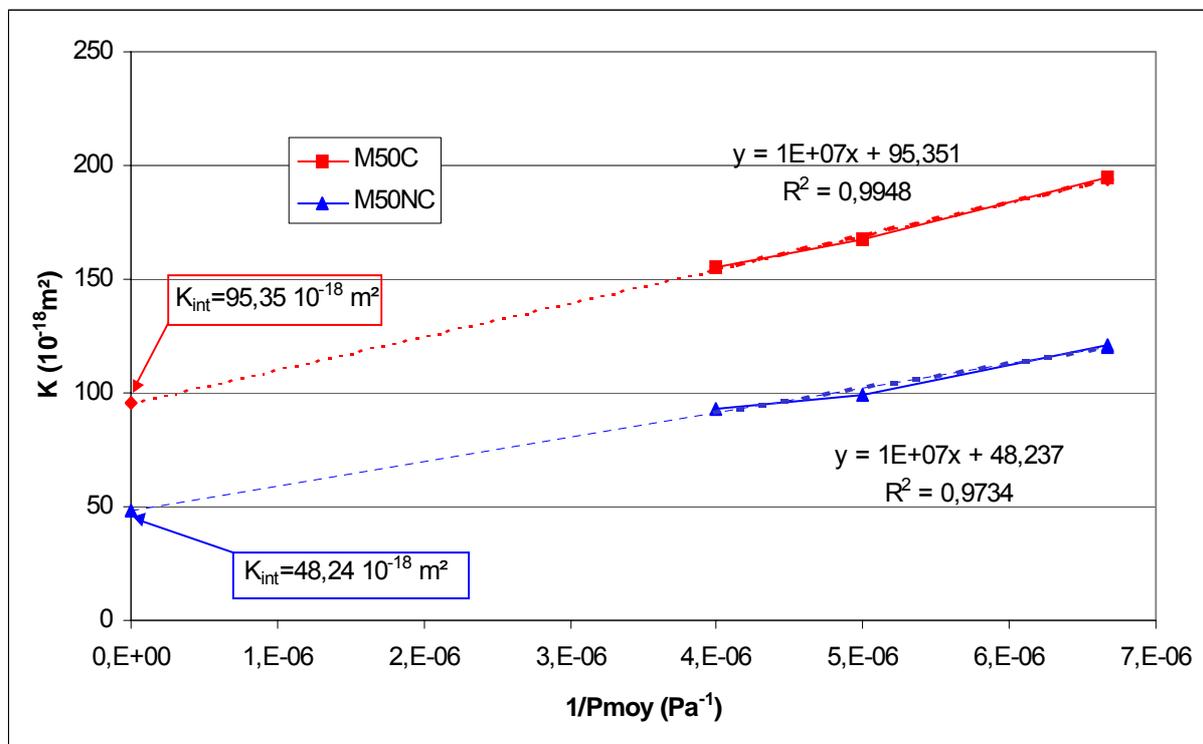


Figure 9 : Détermination de la perméabilité intrinsèque pour le M50NC et M50C

M25NC	$K_{\text{int}}(10^{-18} \text{ m}^2)$	M25C	$K_{\text{int}}(10^{-18} \text{ m}^2)$
8-NC	275	11-C	990
9-NC	471	12-C	536
Moy	373	Moy	763
+/-	98	+/-	227

Tableau 7 : détermination de la perméabilité intrinsèque du M25C et M25NC, après séchage à 105°C

B35NC	$K_{int}(10^{-18} \text{ m}^2)$	B35C	$K_{int}(10^{-18} \text{ m}^2)$
6-NC	250	9-C	34
7-NC	385	10-C	131
Moy	318	Moy	83
+/-	68	+/-	48

Tableau 8 : détermination de la perméabilité intrinsèque du B35C et B35NC, après séchage à 105°C

M30CVNC	$K_{int}(10^{-18} \text{ m}^2)$	M30CVC	$K_{int}(10^{-18} \text{ m}^2)$
5-NC	54	2-C	38
6-NC	36	3-C	67
Moy	45	Moy	53
+/-	9	+/-	15

Tableau 9 : détermination de la perméabilité intrinsèque du M30CVNC et M30CVC, après séchage à 105°C

M50NC	$K_{int}(10^{-18} \text{ m}^2)$	M50C	$K_{int}(10^{-18} \text{ m}^2)$
14NC	48	12C	19
15NC	63	13C	95
Moy	56	Moy	57
+/-	8	+/-	38

Tableau 10 : détermination de la perméabilité intrinsèque du M50NC et M50C, après séchage à 105°C

1.2. Interprétation des résultats

On constate que le sens de variation de la perméabilité intrinsèque avant et après la carbonatation est différent d'un béton à un autre.

Tandis que K_{int} augmente de 2 fois pour le M25, elle diminue de presque 3 fois pour le B35, pour le M50 et M30CV la carbonatation n'a pas trop influé sur la perméabilité.

Pour pouvoir expliquer ces variations, on s'est servi des courbes données par la porosimétrie au mercure obtenues avant et après carbonatation.

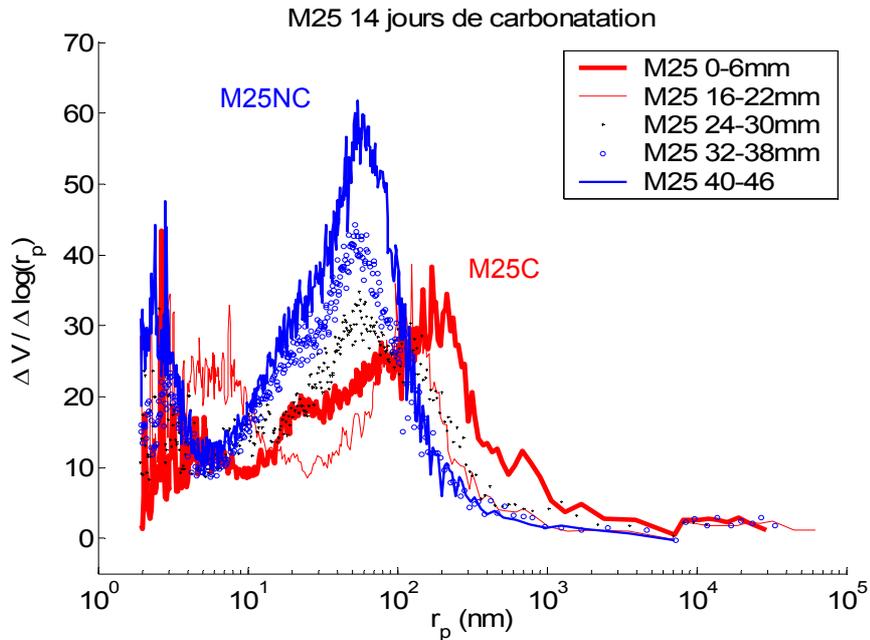


Figure 10 : Distribution des tailles de pores pour les bétons M25NC et M25C

Pour le M25, et d'après la courbe de la distribution des pores, on remarque qu'après carbonatation, on observe une atténuation et un décalage du mode poreux principal et le déplacement du diamètre critique de percolation par intrusion de mercure vers les plus gros pores (80 nm \Rightarrow 200 nm). On se pose que cela régit un écoulement préférentiel du gaz expliquant ainsi l'augmentation de la perméabilité.

Pour le B35, au contraire du M25, il n'y a pas décalage mais disparition du mode poreux principal (60nm). Ceci va dans le même sens de la diminution de la porosité du fait de la formation des carbonates de calcium qui ont bouché la grande partie de l'espace poreux et ont défavorisé en conséquence les écoulements préférentiels.

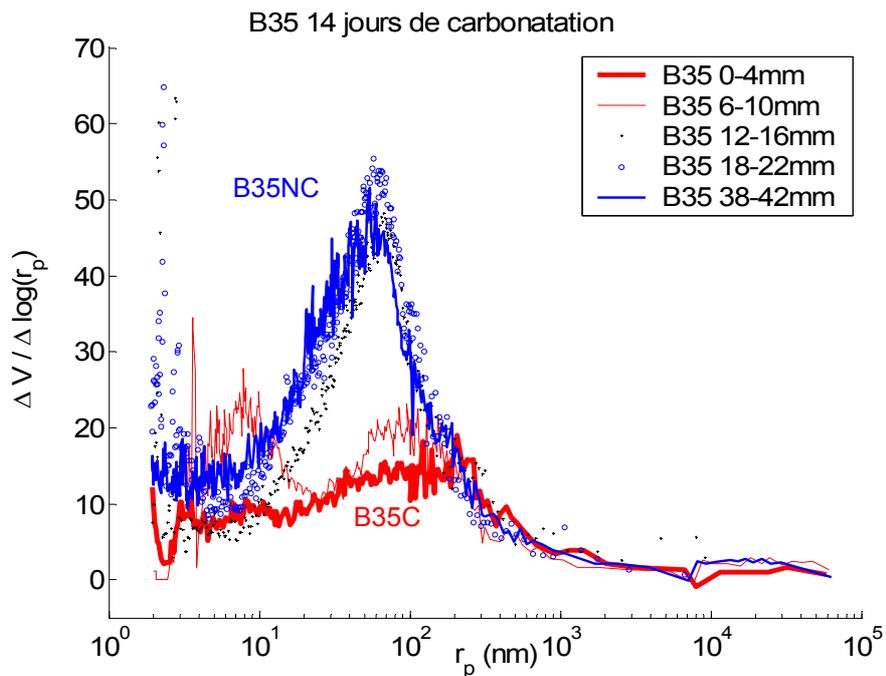


Figure 11 : Distribution des tailles de pores pour les bétons B35NC et B35C

La carbonatation peut créer des nouveaux pores après la dissolution des cristaux de portlandite, ce phénomène est d'autant plus remarquable que le béton est initialement poreux.

En effet selon T. Chaussadent [6], les cristaux de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sont plus gros dans le M25 que dans le B35, donc après leur dissolution massive, il y aura création de nouveaux pores et donc des chemins préférentiels pour le passage du gaz. Ceci peut expliquer par conséquent, l'augmentation de la perméabilité après carbonatation du M25, alors que pour le B35 il n'y aura qu'un comblement de la porosité d'où une perméabilité moindre.

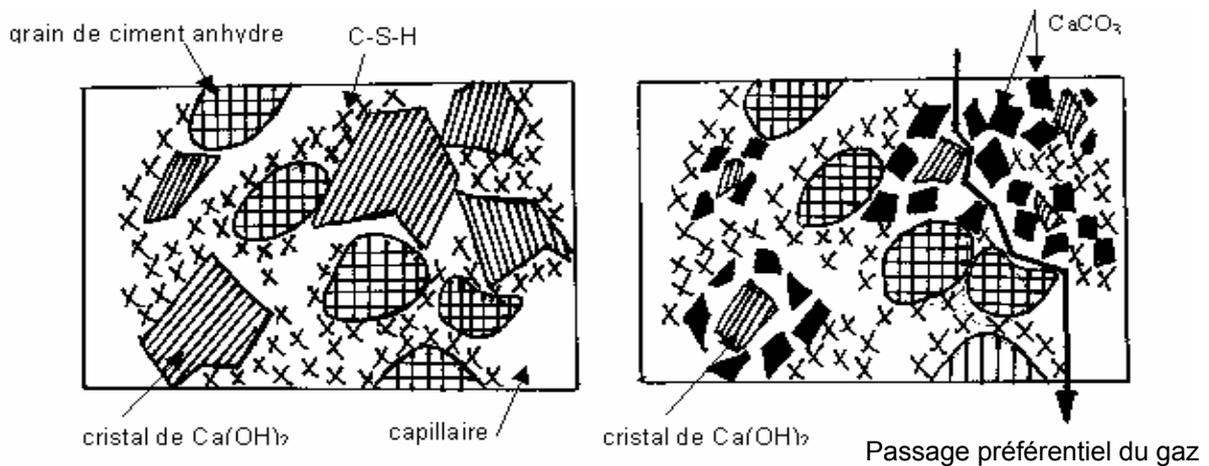


Figure 12 : Effet de la dissolution des cristaux de portlandite sur la perméabilité

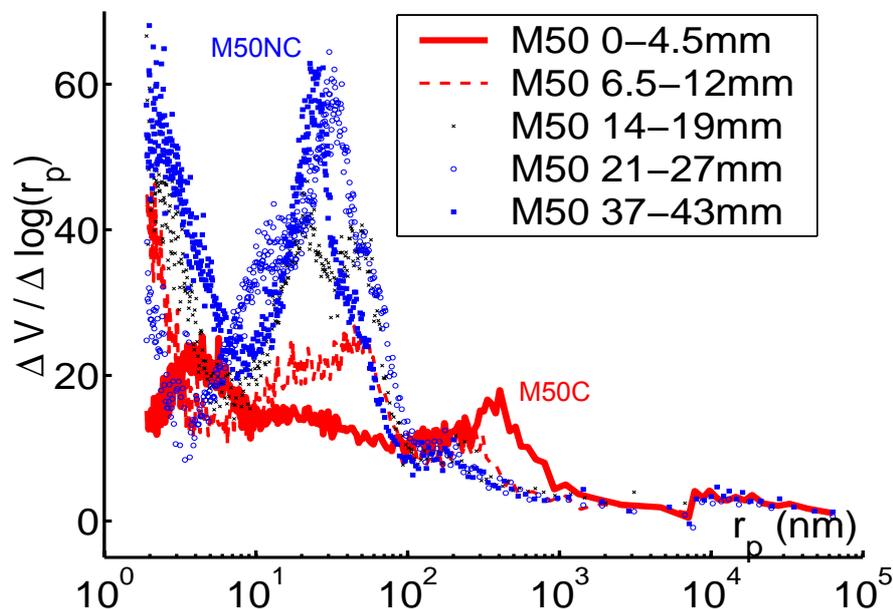


Figure 13 : Distribution des tailles de pores pour les bétons M50NC et M50C

Pour le M50, on observe une atténuation du mode poreux principal et le diamètre critique de percolation a été déplacé vers les gros pores.

Ce décalage a compensé la diminution des nombres de pores; c'est-à-dire, on observe moins de pores mais plus de gros pores, ce qui explique le fait que la variation de la perméabilité aux gaz soit insensible au phénomène de carbonatation.

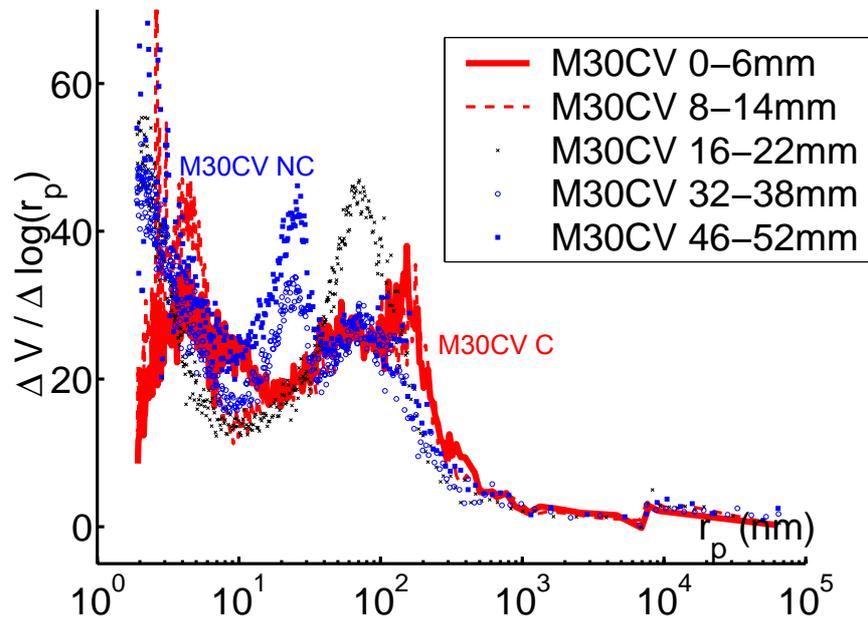


Figure 14 : Distribution des tailles de pores pour les bétons M30CVNC et M30CVC

La perméabilité intrinsèque du M30CV, comme le M50, n'a pas été trop influencée par la carbonatation, en effet elle est passée de 45.10^{-18} m^2 à 53.10^{-18} m^2 . La courbe de distribution des tailles de pores confirme ce résultat : les deux courbes correspondantes au béton carbonaté et non carbonaté ont presque les mêmes allures avec un léger déplacement du rayon critique d'intrusion de mercure vers les plus gros pores pour le M30CV carbonaté ce qui explique cette légère augmentation de la perméabilité aux gaz.

Donc l'augmentation de la compacité provoquée par les ajouts minéraux telles que les cendres volantes semblent annuler les effets de la carbonatation vis-à-vis de la perméabilité aux gaz.

2. Influence d'autres paramètres

2.1. Effet du rapport E/C sur la perméabilité aux gaz

Le rapport E/C, en raison de son influence sur la structure du réseau de pores capillaires, exerce une grande influence sur la perméabilité aux gaz.

Sur la figure 15, on remarque que la perméabilité aux gaz est particulièrement sensible à la valeur du E/C, en effet la perméabilité intrinsèque augmente avec le rapport E/C passant de 48.10^{-18} m^2 pour le M50 à 471.10^{-18} m^2 pour le M25.

On peut dire à la fin, que les bétons faiblement poreux sont en général plus durables puisque leur faible perméabilité retarde la pénétration de l'eau et des autres agents potentiellement agressifs (sulfates, CO_2 , Cl^- , etc).

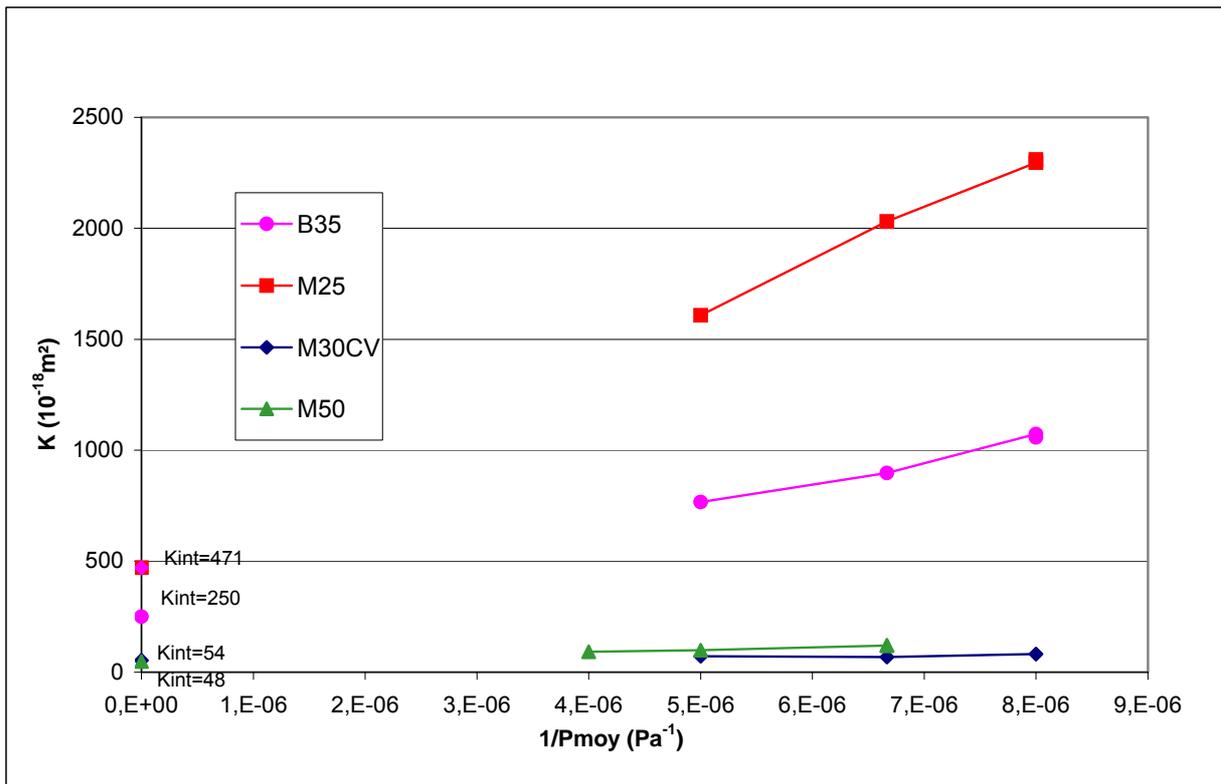


Figure 15 : Comparaison des perméabilités intrinsèques des 4 bétons secs et non carbonatés

2.2. Effet de la CV sur la perméabilité aux gaz

La cendre volante, utilisée en remplacement du ciment lors de la formulation du M30CV, a permis de diminuer sa perméabilité aux gaz bien qu'il a un rapport E/L comparable à celui du B35, il présente une moindre perméabilité intrinsèque.

On peut conclure alors, que le fait d'ajouter de la cendre volante associée à une durée de mûrissement plus longue (la R_c augmente avec l'âge surtout pour un béton avec CV) contrebalance le fort rapport E/C.

Selon Nagataki et Ujike [12], les cendres volantes diminuaient la perméabilité aux gaz si le taux de remplacement du ciment est inférieur à 10% ou 20%. Pour des taux de remplacement plus élevés (30% et 50%), les cendres volantes ont plutôt pour effet d'augmenter la perméabilité aux gaz. Dans notre cas, pour le M30CV, ce problème ne se présente pas puisque le taux de remplacement du ciment par les cendres volantes ne dépasse pas les 3%.

Autre raison pour expliquer la forte perméabilité aux gaz du B35 par rapport au M30CV c'est que le B35 a été moins bien optimisé du point de vue de l'empilement granulaire ce qui a provoqué une grande porosité et une résistance à la compression plus faible.

3. Conclusion

Se basant sur les valeurs de résistances à la compression après 28 jours ou éventuellement à 90 jours des différents bétons étudiés (Tableau 11), comme c'est le cas pour la porosité, on remarque que quelque soit la composition ou la caractéristique du béton (rapport E/C, cendres volantes,..) la résistance à la compression semble un bon indicateur du niveau de perméabilité aux gaz. En effet plus la Rc augmente plus que la perméabilité aux gaz diminue.

Bétons	E/C	Rc(28j)	Rc(90j)	K _{int} (10 ⁻¹⁸ m ²)
M25-NC	0,84	23,6	28,90	373
M25-C				763
B35-NC	0,62	42,3	47,70	318
B35-C				83
M30CV-NC	0,74 (E/L=0,61)	49,4	65,70	45
M30CV-C				53
M50-NC	0,48	54,5	65,10	56
M50-C				57

Tableau 11 : Influence de la résistance à la compression sur la perméabilité intrinsèque

IV. Mesure de la résistivité

1. Introduction

L'essai consiste à une mesure directe de la résistivité électrique des bétons carbonatés et non carbonatés et de la conductivité de leurs solutions interstitielles.

Tandis que des travaux similaires ont été effectués par d'autres auteurs notamment par le CSTB [4] et Tumidajski [13] sur la mesure de la conductivité des pâtes de ciment et celle de la solution interstitielle d'un béton sain, aucun résultat n'a été donné dans le cas d'un béton carbonaté.

Par conséquent, et dans le but de déterminer le facteur de formation et la perméabilité à l'eau liquide, nous avons été amenés à formuler nos propres solutions interstitielles et à les carbonater afin de mesurer la conductivité de la solution carbonatée.

2. Comparaison entre les travaux du CSTB [4] et de Tumidajski [13]

Pour le CSTB, deux pâtes de ciment ont été testées : les pâtes CO et CN fabriquées par le LCPC. Elles ont un rapport E/C de 0,35 et 0,45 respectivement. Les éprouvettes ont été moulées dans des tubes PVC de diamètre intérieur 33 mm et de hauteur 70 mm environ.

Après leur fabrication, les éprouvettes ont subi une cure d'un mois environ dans leur moule et sous enveloppe étanche, puis elles ont été immergées ensemble dans le même bain d'eau.

Ils ont remarqué que la conductivité de la solution du bain augmente avec le temps jusqu'à atteindre après une longue période, un état d'équilibre entre la solution et les éprouvettes. A cet état d'équilibre correspond la valeur finale de la conductivité.

Dans le cas de l'étude de Tumidajski, les auteurs ont étudié des pâtes de ciment très anciennes : elles ont entre 18 et 30 ans. Par ailleurs, la solution a été obtenue par compression et par extraction du jus de ciment ; c'est pourquoi la conductivité de la solution varie avec le rapport E/C.

La comparaison des résultats expérimentaux sont présentés dans le tableau suivant :

	E/C	σ pâte (mS/cm)	σ solution (mS/cm)	F	ε (%)
Tumidajski	0,25	0,054	52,36	965	10,4
	0,3	0,144	38,91	269	11,9
	0,4	0,653	32,05	49,1	26,1
	0,5	0,76	31,45	41,4	31,3
	0,8	2,264	21,60	9,5	57,5
	1	2,7	18,00	6,7	57,5
CSTB					
CO	0,35	0,474	24,90	53	13,7
CN	0,45	0,867	24,90	29	18,4

Tableau 12 : Comparaison entre les travaux du CSTB [4] et de Tumidajski [13]

On remarque que dans les deux cas, la conductivité de la pâte de ciment varie avec le rapport E/C, pour les pâtes CO et CN du CSTB, les facteurs de formation sont 2 à 4 fois inférieurs à ceux de Tumidajski, mais la relation $F(\varepsilon)$ suit la même tendance. Cela est dû à ce que la solution réalisée par le CSTB est moins chargée d'ions et que sa conductivité varie avec le temps.

Par ailleurs, le CSTB [4] donne une composition type de solution interstitielle :

- Chaux Ca(OH)_2 : 1,52 g/l,
- Soude NaOH : 1,10 g/l,
- Potasse KOH : 12,5 g/l.

de conductivité électrique égale à 59,9 mS/cm et de pH égal à 13,5.

3. Présentation d'une nouvelle méthode

On s'est inspiré par ces travaux pour présenter une autre méthode qui consistait à une mesure directe de la résistivité électrique des éprouvettes carbonatées et non carbonatées, et par la suite à partir de la composition chimique de la solution donnée par le CSTB, on a essayé de reformuler les solutions interstitielles respectives des bétons carbonatés et non carbonatés.

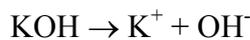
L'analyse chimique et les références bibliographiques ont montré que les éléments les plus importants constituant la solution interstitielle du béton sont : la chaux, la soude et le potasse.

La conductivité varie selon la composition de la solution qui est fixée par la concentration de chaque un de ces éléments.

Donc à partir de la donnée de la concentration des ions OH^- c'est-à-dire de la valeur du pH on détermine la composition des solutions interstitielles relatives à chaque béton, de manière approchée.

En présence de bases alcalines (NaOH, KOH) la solubilité de la chaux est relativement faible :

⇒ Ce sont NaOH et KOH qui fixeront le pH de la solution.



Les ions OH^- présents dans la solution proviennent soit de NaOH soit de KOH, si tous les ions viennent de NaOH on aura :

$$[\text{Na}_2\text{O}]_{eq} = \frac{\text{Na}_2\text{O}}{M_{\text{Na}_2\text{O}}} + \frac{\text{K}_2\text{O}}{M_{\text{K}_2\text{O}}}$$

D'après la réaction de l'hydratation de Na_2O : $\text{Na}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2 \text{Na}^+ + 2\text{OH}^-$

La quantité de OH^- formée dans le volume des pores du béton est égale 2 fois à celui de Na_2O initialement présent dans la solution.

Plus précisément :

$$\begin{aligned} \frac{n_{\text{OH}^-}}{V_l} &= \frac{2n_{\text{Na}_2\text{O}}}{V_l} = \frac{2n_{\text{Na}_2\text{O}}}{M_{\text{Na}_2\text{O}} * m_{\text{Ciment}}} * \frac{m_{\text{Ciment}}}{V_l} \\ &= \frac{2n_{\text{Na}_2\text{O}}}{\underbrace{M_{\text{Na}_2\text{O}} * m_{\text{Ciment}}}_{\text{AC}}} * \frac{m_{\text{Ciment}}}{\underbrace{V_{\text{beton}}}_{\text{FOR}}} * \frac{V_{\text{beton}}}{\underbrace{V_l}_{1/\phi}} \end{aligned}$$

AC correspond à l'analyse chimique du ciment utilisé, FOR à la formulation du béton et ϕ à la porosité.

A la fin, en utilisant la recette donnée par le CSTB, on fixe la quantité de l'un des alcalins NaOH par exemple et on détermine pour chaque béton la quantité de KOH correspondante. Tous les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Béton	pH	[OH ⁻] (mol/l)	NaOH (mol/l)	KOH (mol/l)	NaOH (g/l)	KOH (g/l)	CaO (g/l)
M25	13,205	0,160	0,028	0,133	1,100	7,435	1.52
B35	13,450	0,282	0,028	0,254	1,100	14,235	1.52
M50	13,491	0,309	0,028	0,282	1,100	15,790	1.52
M30CV	12,600	0,040	0,028	0,012	1,100	0,689	1.52

Tableau 13 : Composition chimique de la solution interstitielle

Pour chaque béton, on a reconstitué la solution interstitielle idéale et on a pu mesurer directement la conductivité électrique en plongeant l'électrolyte dans la solution.

Les valeurs des conductivités électriques des solutions interstitielles obtenues au cours de nos essais, peuvent être comparées à celles oubliées par Tumidajski [13] et présentées dans le tableau suivant :

Béton	E/C	σ (mS/cm) Tumidajski [13]	σ (mS/cm) Jaafar (LCPC)
M25	0,84	21	36
B35	0,62	30	59,5
M30CV	0,74	28	12,5
M50	0,48	32	59,5

Tableau 14 : Comparaison des conductivités des solutions interstitielles avec ceux de Tumidajski

La comparaison n'est pas valable pour le M30CV parce que Tumidajski n'a pas tenu compte de la présence de la CV mais il a déterminé la conductivité seulement en fonction du rapport E/C, pour les autres bétons on observe une légère augmentation de la conductivité due, peut être, à la forte concentration en ions de nos solutions interstitielles.

Puis on a procédé à la carbonatation de cette solution en faisant barboter du CO₂ pendant un certain moment et on mesure plusieurs fois la conductivité jusqu'à on arrive à une valeur stable.

4. Calcul du facteur de formation et de la tortuosité

Le facteur de formation, F , est lié à la porosité et à la tortuosité par cette relation :

$$F = \frac{1}{\varepsilon\tau}$$

Il peut être aussi évalué à partir de la diffusion de soluté en phase liquide saturante ou de vapeur en phase gazeuse saturante. Dans ce cas on utilise l'inverse du facteur de formation, $1/F$, et qui est appelé conductivité relative ou coefficient de diffusion relative.

Généralement, le facteur de formation est évalué par conduction électrique, il s'agit du rapport de la conductivité électrique de la solution interstitielle par celle du béton (mesurée à partir de l'essai de résistivité électrique) :

$$F = \frac{\sigma_o}{\sigma}$$

le tableau suivant, présente les paramètres nécessaires pour le calcul du facteur de formation pour tous les bétons carbonatés et non carbonatés :

Béton	σ (mS/cm)	σ_o (mS/cm)	F	τ
M25-NC	0,087	36,00	411,5	1,61E-06
M25-C	0,027	13,00	485,9	1,50E-06
B35-NC	0,105	59,50	564,2	1,21E-06
B35-C	0,022	25,00	1111,3	8,11E-07
M30CV-NC	0,018	12,50	157,9	2,15E-05
M30CV-C	0,079	3,50	193,1	1,10E-06
M50-NC	0,070	59,50	849,1	8,67E-07
M50-C	0,005	25,00	4598,3	2,24E-07

Tableau 15 : Calcul du facteur de formation et de la tortuosité

On a remarqué, qu'après carbonatation de la solution interstitielle, la conductivité électrique diminue de presque trois fois pour tous les bétons.

Le tortuosité diminue alors avec la carbonatation pour tous les bétons. Mais nous émettons beaucoup de réserve sur le résultat, pour le M30CV, car la solution interstitielle est sans doute très différentes à celle contenant les CV.

V. Calcul de la perméabilité à l'eau liquide

1. Présentation de la relation KATZ ET THOMPSON

Le modèle de Katz et Thompson [5] consiste à évaluer un diamètre hydraulique sur la base de la théorie de la percolation, en considérant que pour les matériaux dont la distribution des diamètres de pores est très étalée, un sous-réseau des pores de plus grand diamètre détermine la conductivité effective et la perméabilité intrinsèque. Ce sous réseau possède une concentration voisine du seuil de percolation. Le seuil de percolation est repérable en porosimétrie mercure par un diamètre de pore critique de et il est lié au diamètre hydraulique par les relations fondamentales de la percolation :

$$k = \varepsilon \tau \frac{(0,376d_c)^2}{32} \quad \text{soit } d_h = 0,376d_c$$

Où, dans la présentation plus classique:

$$k = \frac{d_c^2}{226F}$$

Le modèle de Katz et Thompson, à la base développé pour les roches et applicable pour les matériaux à base de ciment consiste à évaluer la perméabilité intrinsèque à l'eau liquide au moyen d'une mesure du facteur de formation F par le biais de la conductivité électrique, et de l'évaluation du diamètre critique d'injection du mercure.

Le principe d'évaluation du diamètre hydraulique repose sur une analyse assez fine de la partie de l'espace poreux qui participe de façon prépondérante à la filtration. L'idée fondamentale est que la partie du réseau poreux qui participe à la percolation du mercure est aussi le lieu de passage de la plus grande part du débit fluide au cours de la filtration

2. Présentation des résultats

Béton	ρ (ohm.m)	ρ_0 (ohm.m)	F	d_c (nm)	k (m ²)
M25-NC	114,29	0,278	411,459	60	1,55E-19
M25-C	373,75	0,769	485,873	200	1,46E-18
B35-NC	94,83	0,168	564,239	60	1,13E-19
B35-C	444,50	0,400	1111,250	100	1,59E-19
M30CV-NC	126,35	0,800	157,9	60	4,03E-19
M30CV-C	551,68	2,857	193,1	360	1,19E-17
M50-NC	142,71	0,168	849,143	30	1,88E-20
M50-C	1839,32	0,400	4598,306	400	6,16E-19
M50-C	1839,32	0,400	4598,306	4	6,16E-23

Tableau 16 : Calcul de la perméabilité à l'eau liquide

3. Influence de la carbonatation sur la perméabilité aux liquides

Le tableau précédent illustre bien l'effet de la carbonatation sur la perméabilité à l'eau liquide, en effet, cette attaque chimique des hydrates du béton va créer des carbonates de calcium qui viennent combler une partie de l'espace poreux et donc diminuer la porosité, utilisant les courbes des distributions des pores avant et après carbonatation donnée par la porosimétrie au mercure, on remarque que la morphologie des pores est modifiée pour les quatre bétons.

En effet, on observe que pour les bétons M25, M30CV et M50, le rayon critique de percolation du mercure est déplacé vers les plus gros pores, ce qui régit un écoulement préférentiel à travers ces pores et contrebalance l'effet de diminution de la porosité, expliquant ainsi l'augmentation de perméabilité à l'eau liquide observée.

Pour le B35, la carbonatation n'a quasiment pas changé sa perméabilité aux liquides.

Nous émettons aussi ici beaucoup de réserve sur ce résultat pour la raison qu'il n'y a pas une méthode précise pour la détermination du diamètre critique de percolation à partir des courbes de distribution des tailles des pores, en particulier pour le M50C où la courbe de distribution présente 2 pics, on n'a pas su lequel qu'il faut prendre pour déterminer le rayon critique.

4. Influence d'autres paramètres

- Le rapport E/C

Le rapport E/C exerce une très grande influence sur la perméabilité à l'eau de la pâte de ciment hydraté, plus le E/C est faible, plus la perméabilité de la pâte diminue.

Comme pour la perméabilité à l'air, la perméabilité à l'eau diminue rapidement avec l'augmentation de la résistance. Cependant pour des résistances proches de 55Mpa (M50), la perméabilité évolue très peu et atteint un niveau très faible.

- La cendre volante CV

On distingue, aussi que pour la perméabilité aux gaz, la CV permet de réduire considérablement la perméabilité à l'eau, mais il faut s'attendre aussi à ce que l'efficacité des CV soit très variable en fonction du taux de remplacement, de l'origine et du type de cendres.

Conclusion

La carbonatation du béton est une des causes de dégradation des ouvrages en béton armé dans la mesure où elle conduit à la dépassivation des armatures et à leur oxydation. Dans le cadre du thème de recherche du LCPC : « Durabilité du béton et de ses constituants : maîtrise et approche performantielle », la caractérisation des effets néfastes de la carbonatation sur la microstructure et les propriétés de transfert du béton, constitue une étape clé pour l'étude de sa durabilité.

L'objectif de ce stage est de quantifier l'influence de la carbonatation sur la perméabilité et la porosité sur des bétons de différentes résistances et caractéristiques microstructurales. Ceci implique d'une part de mesurer ces paramètres sur éprouvettes carbonatées et non carbonatées et d'autre part d'exploiter les résultats à l'aide de modèles existants pour mener une analyse approfondie de la relation entre la carbonatation et les paramètres de transfert et de microstructure.

Les principaux résultats obtenus sont les suivants :

- L'analyse des mesures de la porosimétrie accessible à l'eau et par gammadensimétrie a montré que la porosité diminue nettement avec la carbonatation, cette diminution peut être expliquée par la formation de carbonates de calcium qui ont bouché la grande partie de l'espace poreux et par la différence entre les volumes molaires des réactifs et des produits de la réaction de la carbonatation.
- La mesure de la perméabilité aux gaz apparente par le perméamètre Cembureau et la détermination de la perméabilité intrinsèque selon Klinkenberg, ont montré que le sens de variation de la perméabilité aux gaz, avant et après carbonatation, est différent d'un béton à un autre. En effet, en comparant ces résultats avec ceux donnés par la porosimétrie au mercure, on a constaté que pour le M25, le rayon critique de percolation de mercure est déplacé vers les plus gros pores après carbonatation, ce qui explique que la perméabilité aux gaz a augmenté bien que la porosité globale a diminué dans le M25 carbonaté. Par contre pour le B35, il y a disparition du mode poreux principal par comblement des pores ce qui explique la diminution de la perméabilité.
- La mesure de la résistivité électrique nous a servi de base pour le calcul du facteur de formation et on est arrivé à la conclusion que la conductivité électrique et la tortuosité sont diminuées par la carbonatation.
- Le calcul de la perméabilité à l'eau liquide selon le modèle Katz-Thompson a montré que ce paramètre a augmenté après la carbonatation pour tous les bétons étudiés au dépend de la diminution de la porosité. On suppose que ce phénomène serait dû au changement morphologique de la taille des pores après la carbonatation.

Tous les résultats recueillis lors de cette étude sont utiles, d'une part, à mieux caractériser la carbonatation comme une cause d'altération physico-chimique et, d'autre part, à avoir une

idée sur l'amélioration des propriétés microstructurales et de transfert du béton vis-à-vis de la durabilité et la durée de vie des ouvrages.

Le bilan de cette confrontation des modèles aux données expérimentales doit être jugé de façon nuancée et au regard de la difficulté de la tâche. Par ailleurs, dans l'état actuel des choses, il serait imprudent d'utiliser sans précaution les modèles disponibles, surtout celui de Katz-Thompson, comme des outils opérationnels capables de produire des estimations suffisamment fiables pour se substituer à une mesure de la perméabilité aux liquides elle-même très difficile.

En outre le modèle K-T pour le calcul de la perméabilité aux liquides se base sur 2 mesures très délicates pour lesquelles nous avons rencontré des difficultés :

- Pour la formulation des solutions interstitielle réalistes afin de mesurer leur conductivité électrique, essai en cours de mise au point.
- Pour la détermination du rayon critique de percolation après carbonatation.

En résumé, on dira que si aucun modèle n'est pleinement opérationnel et fiable en son état actuel, pour les matériaux cimentaires tout au moins, nous avons progressé dans la compréhension du problème à l'issue de cette étude. C'est-à-dire, comme la plupart des modèles sont perfectibles, que nous disposons d'éléments nouveaux pour orienter la recherche de leur amélioration.

Enfin, ce travail a permis d'avancer significativement dans l'analyse des processus de dégradation du béton notamment la carbonatation. Malgré les problèmes de fiabilité de quelques modèles, on a pu dans la plupart des cas faire ressortir les effets de la carbonatation sur la microstructure et quelques propriétés de transfert du béton.

Listes des Figures

Figure 1 : Représentation schématique de la pâte de ciment hydraté [3].....	5
Figure 2 : Influence du degré d'interconnectivité sur la perméabilité de la pâte [3].....	8
Figure 3 : Une vue d'ensemble du perméamètre Cembureau	15
Figure 4 : Une éprouvette et une cellule	16
Figure 5 : Vue d'ensemble d'un banc d'essai gammadensimétrique.....	20
Figure 6 : Dispositif de la mesure de la résistivité	21
Figure 7 : Comparaison entre les taux de saturation entre M25NC et M25C.....	28
Figure 8 : Comparaison entre les taux de saturation entre M50NC et M50C.....	28
Figure 9 : Détermination de la perméabilité intrinsèque pour le M50NC et M50C	29
Figure 10 : Distribution des tailles de pores pour les bétons M25NC et M25C	31
Figure 11 : Distribution des tailles de pores pour les bétons B35NC et B35C	31
Figure 12 : Effet de la dissolution des cristaux de portlandite sur la perméabilité	32
Figure 13 : Distribution des tailles de pores pour les bétons M50NC et M50C	32
Figure 14 : Distribution des tailles de pores pour les bétons M30CVNC et M30CVC	33
Figure 15 : Comparaison des perméabilités intrinsèques des 4 bétons secs et non carbonatés	34

Listes des tableaux

Tableau 1 : Caractéristiques des bétons étudiés	13
Tableau 2 : Synthèse des essais réalisés	22
Tableau 3: Influence de la carbonatation sur la porosité accessible à l'eau	23
Tableau 4 : Calcul des concentrations en hydrates carbonatés dans les bétons	24
Tableau 5 : comparaison entre la variation de la porosité mesurée et théorique	24
Tableau 6: Présentation des résultats de la porosité et du taux de saturation moyen.....	27
Tableau 7 : détermination de la perméabilité intrinsèque du M25C et M25NC, après séchage à 105°C.....	29
Tableau 8 : détermination de la perméabilité intrinsèque du B35C et B35NC, après séchage à 105°C.....	30
Tableau 9 : détermination de la perméabilité intrinsèque du M30CVNC et M30CVC, après séchage à 105°C	30
Tableau 10 : détermination de la perméabilité intrinsèque du M50NC et M50C, après séchage à 105°C.....	30
Tableau 11 : Influence de la résistance à la compression sur la perméabilité intrinsèque.....	35
Tableau 12 : Comparaison entre les travaux du CSTB [4] et de Tumidajski [13].....	36
Tableau 13 : Composition chimique de la solution interstitielle.....	38
Tableau 14 : Comparaison des conductivités des solutions interstitielles avec ceux de Tumidajski.....	38
Tableau 15 : Calcul du facteur de formation et de la tortuosité	39
Tableau 16 : Calcul de la perméabilité à l'eau liquide.....	40

BIBLIOGRAPHIE

- [1] BAROGHEL BOUNY V., *Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons – Méthodes, Analyse, interprétations*, Thèse de l'E.N.P.C., L.C.P.C., Paris, 1994, 468 p.
- [2] GAGNÉ R., GCI 714 - *Durabilité et réparations du béton*, Université de Sherbrooke - Centre de Longueuil, Québec, 2000, 338 p.
- [3] PIGEON, *Composition et hydratation du ciment Portland*, Séminaire progrès dans le domaine du béton, Québec, septembre 1981, p. 36-72.
- [4] QUENARD D., KALIFA P., PARDO., *Mesure du facteur de formation et de la perméabilité dans des pâtes de ciment*, Thème de recherche OA9 du L.C.P.C, CSTB, Paris, février 1999, 24p.
- [5] DAIAN J.-F., *Coefficients de transfert : application des modèles et comparaison avec les mesures*, Rapport de fin de contrat, Thème de recherche OA9 du L.C.P.C. : Transfert dans les bétons et durabilité des ouvrages, décembre 1999, L.T.H.E. de Grenoble, 30 p.
- [6] CHAUSSADENT, T., *Etat des lieux et réflexions sur la carbonatation du béton armé*. Etudes et recherches des LPC, série ouvrages d'Art OA29, Edité par LCPC Paris, 80p.
- [7] *Méthodes de mesure et d'essai de laboratoire, Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons*, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, Février 2002.
- [8] AFPC-AFREM, *Compte rendu des journées techniques du 11 et 12 décembre 1997, Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité*, Toulouse, 238p.
- [9] PERRATON D., « *La perméabilité aux gaz des bétons hydrauliques* », Thèse de l'INSA de Toulouse, décembre 1992, 283 p.
- [10] ANDRADE C., CASTELLOTE M., ALONSO C., *Measurement of the resistivity*, Institute of Construction Science "Eduardo Torroja", CSIC, Madrid, Spain.
- [11] BUILD NT 201, 2. ed., *Concrete : Making and curing of moulded test specimens for strenght test*, AEC Laboratory, May 1996, Sweden.
- [12] NAGATAKI et UJIKE, *Air permeability of concrete mixed with fly ash and condensed silica fume*, ACI SP-91, 1986, p. 1049-1068.
- [13] TUMIDAJSKI P.J., SCHAUMACHER A.S., PERRON S., *Relationship between porosity and electrical resistivity in cementitious systems*, Cement and Concret Res. Vol. 26. n°4, pp. 539-544, 1996.

- [14] VILLAIN G., BAROGHEL BOUNY V., KOUNKOU C., HUA C., *Mesure de la perméabilité aux gaz en fonction du taux de saturation des bétons*, Revue française de génie civil. Vol. 5. N°2, pp.251-269, mars 2001.
- [15] Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées n°225, Vieillessement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI^e siècle. Généralités et caractéristiques mécaniques initiales des bétons. p. 51-65.
- [16] THIERY M., VILLAIN G., PLATRET G., JAAFAR Walid, *Effect of carbonation on density, microstructure and liquid water saturation of concrete*, conference proceedings Denver August 2003. 10p.

ANNEXES

Annexes I : Mesure de la perméabilité intrinsèque

