

# Effet de cycles gel-dégel sur la diffusion des ions chlorure dans les bétons – Contribution expérimentale

N. TIMHADJELT, M. LION

EDF, Direction Industrielle, Département TEGG, Aix-en-Provence ;  
nassim.timhadjelt@cea.fr ; maxime.lion@edf.fr

## Résumé :

*L'étude présentée dans cette communication est destinée à évaluer en quelle mesure le coefficient de diffusion des ions chlorures des bétons peut être affecté par un endommagement induit par les cycles gel-dégel. Pour ce faire, plusieurs bétons ont été confectionnés, dont certains potentiellement sensibles aux cycles gel-dégel (ratio  $E_{eff}/Leq$  élevé, faible résistance à la compression, absence d'entraineur d'air) et d'autres réputés plus résistants (bétons ayant des résistances supérieures à 45 MPa et contenant de l'air entrainé). Certains bétons ont été confectionnés avec des laitiers de haut-fourneau en substitution du ciment ; ces constituants étant réputés interagir favorablement avec les chlorures. L'ensemble des résultats permet ainsi de contribuer à la meilleure compréhension des effets induits par les cycles gel-dégel sur le coefficient de diffusion apparent des ions chlorure en essayant de trouver de corrélations avec l'évolution des propriétés physico-mécaniques des bétons*

## Abstract :

*The study presented in this paper is intended to evaluate the effect of damage induced by freeze-thaw cycles on the chloride diffusion coefficient of concretes. Several concretes have been prepared, some of which are potentially sensitive to freeze-thaw cycles (high  $E_{eff}/Leq$  ratio, low compressive strength, no air-entrained) and others assumed to be more resistant (concretes with resistances greater than 45 MPa and containing air-entrained). Some concretes are containing Ground Granulated Blast-Furnace Slag as a substitute for cement; these constituents are known to interact favorably with chlorides. All the results thus make it possible to contribute to a better understanding of the effects of induced by freeze-thaw cycles on the apparent diffusion coefficient of chloride ions by trying to find correlations with the evolution of the physico-mechanical properties of concretes.*

**Mots clefs : béton, diffusion, chlorures, endommagement**

# 1 Introduction

Les propriétés de transport des bétons sont des paramètres importants pour appréhender la durabilité des ouvrages pouvant être soumis à des agents extérieurs agressifs (pénétration des chlorures, carbonatation,...). Le coefficient de diffusion des ions chlorure intéresse particulièrement les ouvrages soumis à des environnements marins et se conçoit comme un indicateur de durabilité pouvant servir à la fois pour la qualification de bétons dans le cadre de projets neufs ou pour l'expertise d'ouvrages existants [1]. La question du comportement des bétons sous l'effet d'expositions et/ou sollicitations couplées peut également se poser. L'effet de l'endommagement induit par les cycles gel-dégel sur la pénétration des chlorures est par exemple particulièrement étudié depuis quelques années [2, 3]. La présente communication a pour objet d'étudier l'influence de cycles gel-dégel sur le coefficient de diffusion apparent des ions chlorure de différents bétons. Cette étude fait suite à une étude préalable de la mesure de ce paramètre selon la norme XP P 18-462 [4] sur de nombreux types de matériaux cimentaires [5] : coulis, mortier, bétons ordinaires avec et sans laitier, bétons à haute performance avec et sans laitier,... L'impact des cycles gel-dégel est également appréhendé au niveau des propriétés physiques et mécaniques des bétons (vitesse sonique, module dynamique, porosité, résistance à la compression) ; dans le but de mettre en avant des corrélations entre les évolutions respectives du coefficient de diffusion et des propriétés physico-mécaniques.

## 2 Présentation de la campagne d'essais

### 2.1 Béton étudiés

Six formules de béton ont été étudiées. La formule de béton ordinaire BO avec un E/C de l'ordre de 0,5 a servi de base à la définition de plusieurs variantes dont le détail est affiché dans le Tableau 1.

Tableau 1. Désignation des bétons étudiés.

Désignation	Type de matériau étudié
BO	Béton ordinaire utilisé en formule de base
BO-EA	Formule BO avec entraîneur d'air
BO-40	Formule BO avec 40 % de laitier de haut-fourneau en substitution du ciment
BO-80	Formule BO avec 80 % de laitier de haut-fourneau en substitution du ciment
BO-40-EA	Formule BO avec 40 % de laitier de haut-fourneau en substitution du ciment et entraîneur d'air
BP	Béton poreux : formule BO avec dosages en eau et en ciment respectivement augmentés et diminués

Les caractéristiques principales concernant la composition des matériaux étudiés sont données dans le Tableau 2.

Tableau 2. Principales caractéristiques des bétons testés.

	Ciment CEM I 52,5 (kg/m <sup>3</sup> )	Laitier de haut- fourneau (kg/m <sup>3</sup> )	Eau totale (kg/m <sup>3</sup> )	Entraîneur d'air
BO	350	-	185	Non
BO-EA	350	-	185	Oui (~ 5% d'air entraîné)
BO-40	210	140		Non
BO-80	70	280	185	Non
BO-40-EA	210	140	-	Oui (~ 5% d'air entraîné)
BP	221	-	194	Non

On peut noter que les bétons choisis ne respectent pas forcément les requis normatifs destinés aux bétons devant résister aux cycles gel-dégel ( $f_{ck}$  mini,  $E_{eff}/L_{eq}$  maxi,  $L_{eq}$  mini, L-barre,...). Ce choix volontaire s'explique par la volonté justement d'évaluer l'impact de l'endommagement induit par les cycles gel-dégel sur les propriétés de différents bétons. Il s'agit donc d'une étude ayant un caractère purement scientifique qui se situe en dehors du contexte normatif/prescriptif.

## 2.2 Essais réalisés

Le programme expérimental a consisté dans un premier temps à effectuer un suivi des propriétés physico-mécaniques des bétons durant leurs 3 premiers mois de maturation dans une ambiance conforme à la norme NF EN 12390-2 [6]. Ce suivi est réalisé sur des éprouvettes 11 x 22 cm : mesure de la vitesse sonique selon la norme NF EN 12504-4 [7] à partir d'un appareil Pundit 54 kHz, du module dynamique à partir d'un appareil Grindosonic selon un mode opératoire interne et de la résistance à la compression selon la norme NF EN 12390-3 [8].

A l'issue des 3 mois de maturation, des corps d'épreuve dédiés à des mesures de coefficient de diffusion apparent selon XP P 18-462 et de porosité accessible à l'eau selon NF P 18-459 [9] ont été découpés. Une partie des corps d'épreuve a alors été utilisée pour caractériser les bétons à l'état sain, et l'autre partie a été exposée jusqu'à 120 cycles de gel-dégel (gel dans l'air et dégel dans l'eau entre + 9°C et - 18°C), avec un point intermédiaire après 60 cycles. Des éprouvettes 11 x 22 cm ont également soumises aux cycles gel-dégel pour mener un suivi non destructif des propriétés dynamiques des différents bétons (vitesse sonique et module dynamique) avant d'être utilisées pour mesurer la résistance à la compression à l'issue des 120 cycles gel-dégel.

La campagne d'essai peut alors se synthétiser de la manière suivante :

- Suivi des propriétés durant les 3 premiers mois de maturation : vitesse sonique, module dynamique, résistance à la compression
- Caractérisation initiale du coefficient de diffusion et de la porosité
- Exposition aux cycles gel-dégel
  - Caractérisation du coefficient de diffusion et de la porosité après 60 et 120 cycles
  - Suivi continu de la vitesse sonique et du module dynamique
  - Mesure de la résistance à la compression à l'issue des 120 cycles gel-dégel

### 3 Suivi des propriétés en cours de maturation

La Figure 1 illustre l'évolution de la résistance à la compression des bétons pendant les 3 mois de maturation. On note que le béton BO approche 60 MPa à 90 jours, ce qui correspond donc à la plage haute des bétons ordinaires. Le béton BO-40 atteint le même niveau de résistance que le béton BO à 90 jours alors que ses résistances sont plus faibles dans les premiers 28 jours. Ce constat se vérifie avec les bétons contenant de l'air entrainé. Le béton BO-40-EA atteint le même niveau de résistance à 90 jours que le béton BO-EA ; leurs résistances étant bien entendu inférieures à celles obtenues pour ces mêmes bétons sans entraineur d'air, en cohérence avec les quantités d'air entrainées. Le béton BO-80 atteint une résistance de l'ordre de 37 MPa à 90 jours, ce qui est nettement inférieur aux valeurs atteintes par les bétons BO et BO-40. Enfin, le béton BP a la résistance la plus faible à 90 jours ; elle est de l'ordre de 28 MPa.

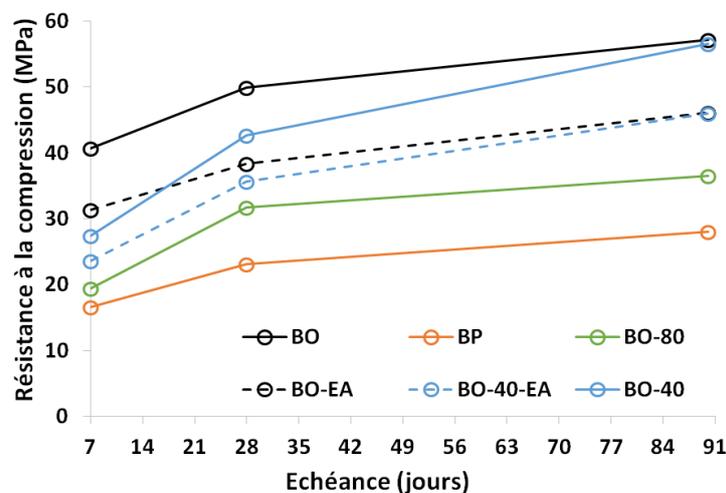


Figure 1 : Evolution de la résistance à la compression en fonction du temps de maturation.

La tendance est globalement la même pour les modules dynamiques et les vitesses soniques (Figures 2 et 3). Les modules et les vitesses soniques les plus élevés à 90 jours sont ceux des bétons BO et BO-40 qui atteignent le même niveau ; de l'ordre de 49 GPa pour les modules dynamiques et de l'ordre de 4,9 km/s pour les vitesses soniques.

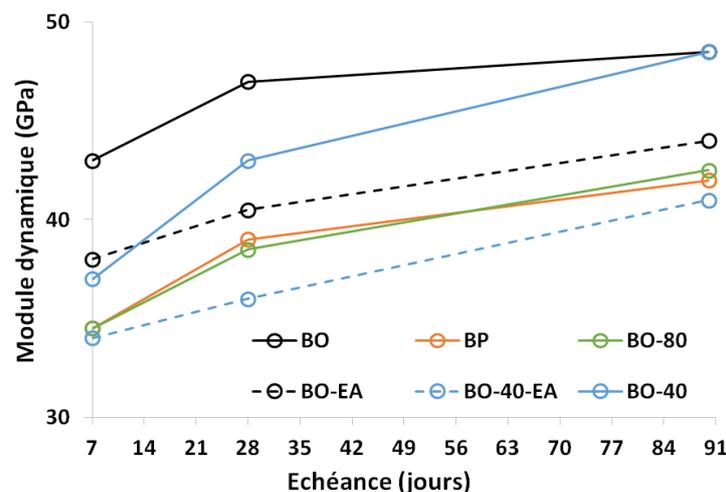


Figure 2 : Evolution du module dynamique en fonction du temps de maturation.

Les modules dynamiques et les vitesses soniques des autres bétons sont plus faibles à 90 jours, ils se situent entre 41 et 44 GPa pour les modules et entre 4,7 et 4,8 km/s pour les vitesses soniques.

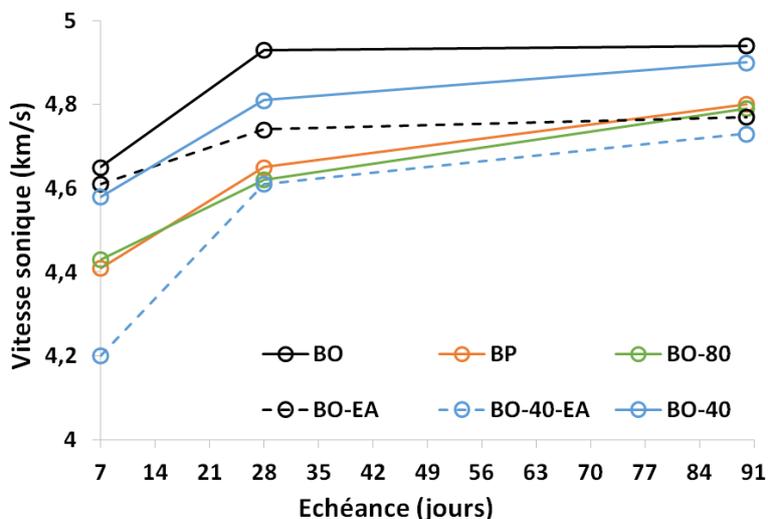


Figure 3 : Evolution de la vitesse sonique en fonction du temps de maturation.

#### 4 Evolution des propriétés avec les cycles gel-dégel

Jusqu'à 120 cycles gel-dégel entre + 9°C et - 18°C ont été appliqués à l'ensemble des bétons. Les conditions d'essai permettent de maintenir les corps d'épreuve dans un état saturé en eau. Les figures ci-après illustrent le suivi des propriétés dynamiques réalisé sur des éprouvettes témoins 11 x 22 cm au cours des cycles gel-dégel (Figures 4 et 5). On remarque que trois bétons voient leur module dynamique relativement peu affecté par les cycles gel-dégel ; il s'agit des bétons BO, BO-EA et BO-40-EA. Pour les autres bétons, les mesures ne sont plus réalisables ; ce qui témoigne d'une chute importante du module dynamique. D'après Bouteille [10], les mesures deviennent non réalisables lorsque les valeurs de module ont chuté de plus 30 %. On peut noter que les bétons BP et BO-80 voient leur module chuter dès les premiers cycles alors que le module du béton BO-40 chute brutalement au-delà 60 cycles, après une première phase de diminution entre 0 et 60 cycles.

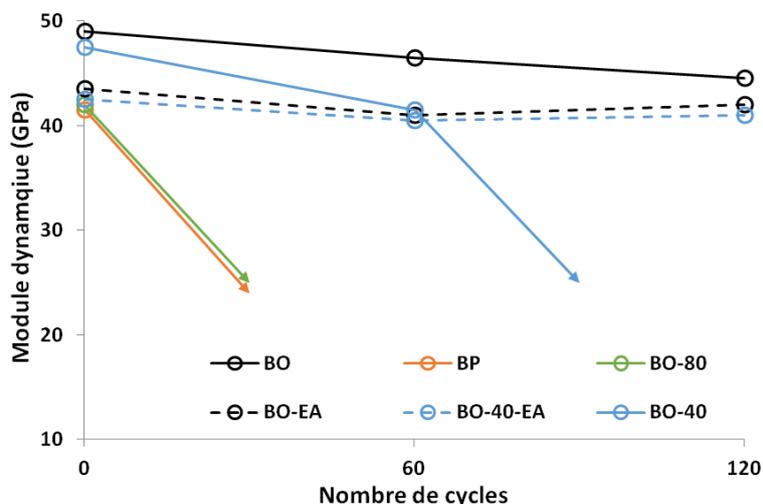


Figure 4 : Evolution du module dynamique en fonction des cycles gel-dégel sur éprouvettes témoins 11 x 22 cm.

La tendance est la même pour les vitesses soniques. Les mesures restent en revanche réalisables dans tous les cas. Ainsi, on remarque que les vitesses soniques des bétons BP et BO-80 chutent fortement pour atteindre une valeur de l'ordre de 4 km/s après 120 cycles. Les vitesses soniques du béton BO-40 ne chutent pas aussi fortement ; mais une diminution progressive est néanmoins détectée. L'analyse de ces données montre que la mesure du module dynamique n'est plus réalisable dès que la vitesse sonique a chuté de plus de 5 %. Pour les autres bétons (BO, BO-EA et BO-40-EA), les vitesses soniques évoluent peu (diminution < 5 %).

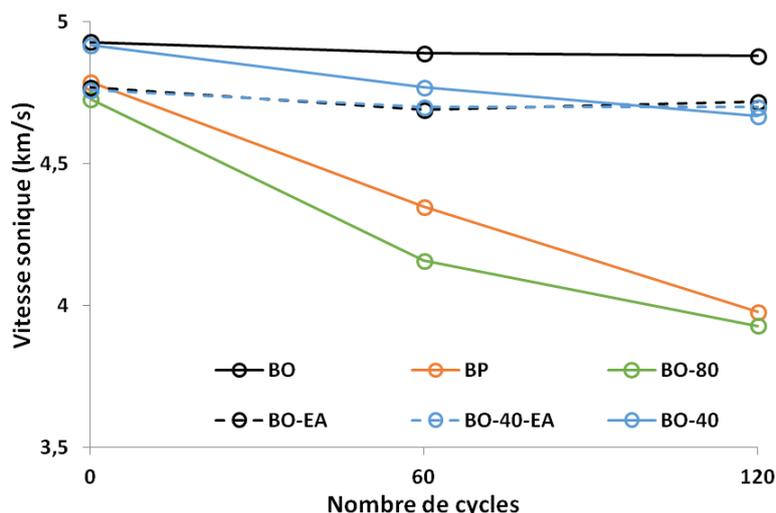


Figure 5 : Evolution de la vitesse sonique en fonction des cycles gel-dégel sur éprouvettes témoins 11 x 22 cm.

Le graphique suivant présente l'évolution de la porosité accessible à l'eau avec les cycles gel-dégel. On observe une très légère augmentation pour l'ensemble des bétons, sauf pour le béton BO-80 qui montre une augmentation plus marquée. Sa porosité passe de 15 % à l'état initial à près de 18 % après 120 cycles gel-dégel.

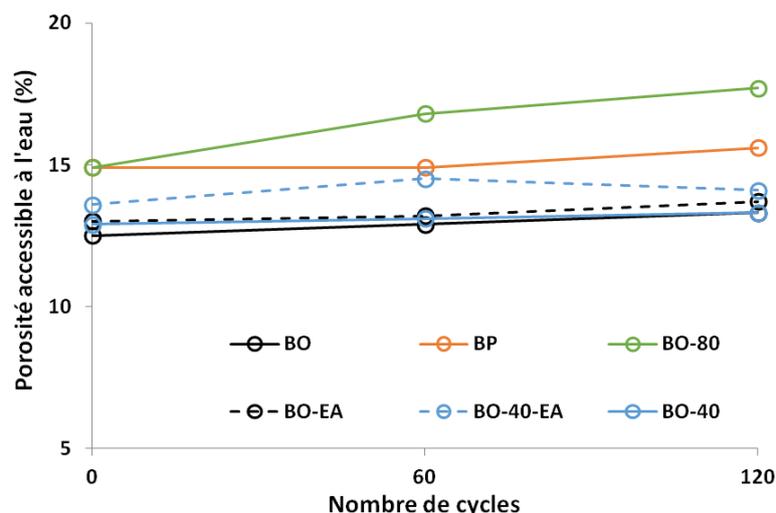


Figure 6 : Evolution de la porosité accessible à l'eau en fonction des cycles gel-dégel.

Les mesures du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure ont été réalisées avec le dispositif mis en place au sein du laboratoire béton EDF et qui est illustré dans la Figure 7 (cellules, générateurs de tension,...) [5]. Le principe de l'essai est détaillé dans la norme XP P 18-462 [4].



Figure 7 : Illustration du dispositif de mesure du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure.

L'essai consiste à mesurer la profondeur de pénétration des chlorures par aspersion de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ) sur des corps d'épreuve fendus, permettant ainsi de mettre en évidence le front de chlorures par un front argenté. Des photographies illustrent ci-dessous (Figure 8) des exemples de fronts obtenus. Le coefficient de diffusion apparent des ions chlorures peut être alors calculé sur la base de l'ensemble des données d'essais (temps, hauteur du front, tension,...).

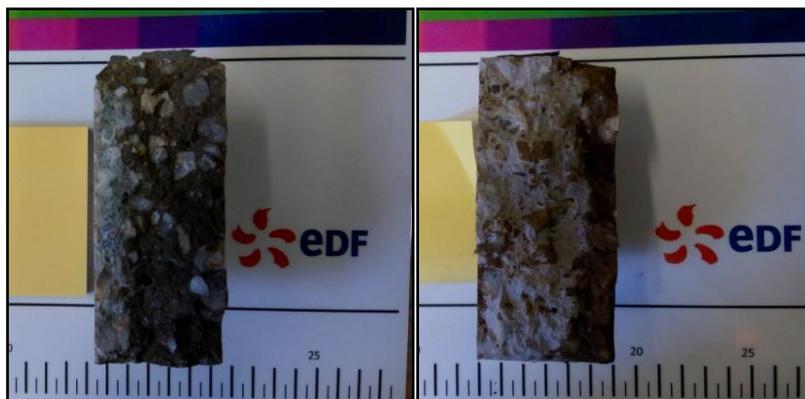


Figure 8 : Exemples de fronts de chlorures obtenus (BO-40-EA à gauche; BP à droite).

La Figure 9 ci-après fournit les résultats obtenus (valeurs moyennes issues d'essais réalisés sur 2 corps d'épreuve). On note que les bétons BO-80 et BP voient leurs coefficients de diffusion apparent des ions chlorure nettement affectés par les cycles gel-dégel. On constate même que le coefficient de diffusion du béton BO-80, qui est initialement largement inférieur aux autres, augmente fortement sous l'effet de l'endommagement induit par les cycles gel-dégel, jusqu'à dépasser les coefficients de diffusion des bétons BO-40 et BO-40-EA. Les variations observées pour les deux bétons BO-80 et BP dépassent largement les variations de reproductibilité d'essai (valeur indicative de l'ordre de 20 % dans la norme XP P 18-462 ; coefficient de variation inférieur à 10 % obtenu lors d'une étude interne avec un matériau témoin ayant un coefficient de diffusion apparent de l'ordre de  $3.10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ ) ; elles reflètent donc l'effet induit par les cycles gel-dégel. Pour les autres bétons, les variations restent négligeables. On constate que la variation du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure reste négligeable en particulier lorsque la diminution de la vitesse sonique mesurée sur les éprouvettes témoins  $11 \times 22 \text{ cm}$  reste inférieure à 5 % (soit  $V/V_0 > 95 \%$ ). En revanche, lorsque la diminution de la vitesse sonique est supérieure à 5 % ( $V/V_0 < 95 \%$ ), on observe une nette augmentation du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure (notée  $D/D_0$ ). Le Figure 10 illustre ce constat, qui s'appuie sur

un suivi des vitesses soniques réalisé sur des éprouvettes maintenues à l'état saturé. On remarque que le coefficient de diffusion est essentiellement affecté après 60 cycles, même pour les bétons qui voient leur vitesse sonique continuer à diminuer après 60 cycles. Cette tendance est certainement liée au fait que le coefficient de diffusion est mesuré sur des rondelles de 5 cm d'épaisseur soumises aux cycles gel-dégel alors que la vitesse sonique est quant à elle suivie sur des éprouvettes témoins 11 x 22 cm.

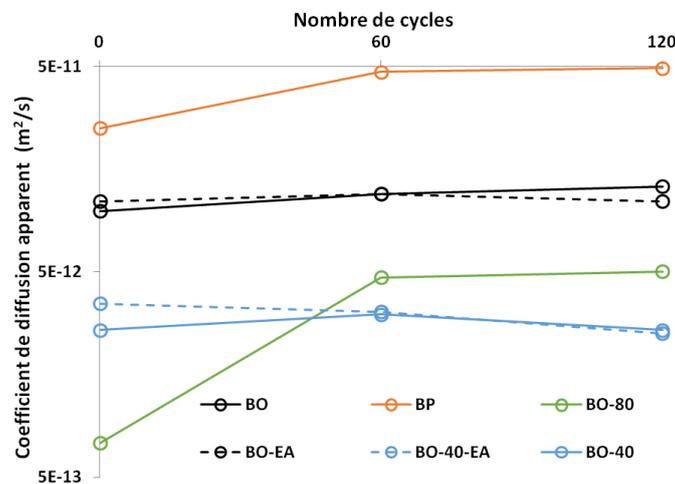


Figure 9 : Evolution du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure en fonction des cycles gel-dégel.

On peut noter que cette tendance a aussi été observée pour le coefficient de sorptivité de bétons soumis à des cycles gel-dégel [11]. Le béton BO-40 à l'issue des 120 cycles gel-dégel voit son coefficient de diffusion peu affecté alors que son module dynamique n'est plus mesurable ; il se situe juste à la frontière  $V/V_0 = 95\%$  et on peut légitimement penser qu'une poursuite des cycles gel-dégel pourrait faire basculer son comportement.

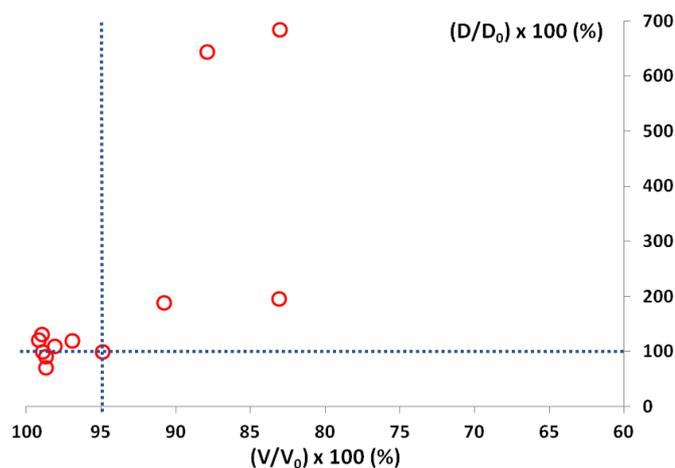


Figure 10 : Variation du coefficient de diffusion apparent ( $D/D_0$ ) en fonction de la variation de la vitesse sonique ( $V/V_0$ ) mesurée sur les éprouvettes témoins 11 x 22 cm.

Enfin, l'historique ci-dessous (Figure 11) compile les résultats des essais de compression réalisés avant et après l'application des 120 cycles gel-dégel sur les éprouvettes témoins 11 x 22 cm. Les bétons qui sont apparus peu sensibles aux cycles gel-dégel appliqués (BO, BO-EA, BO-40-EA) voient leur résistance peu affectée ; la chute de résistance reste inférieure à 10%. Pour les bétons peu résistants aux cycles gel-dégel appliqués (BP, BO-80, BO-40), on constate que les deux bétons les plus

affectés (BP et BO-80) voient leur résistance chuter au-delà 10 %. Pour le béton BO-40, la chute de résistance reste inférieure à 10 % mais on peut penser que son état à l'issue des 120 cycles appliqués se situe juste à la frontière au-delà laquelle une plus forte dégradation des propriétés peut être attendue.

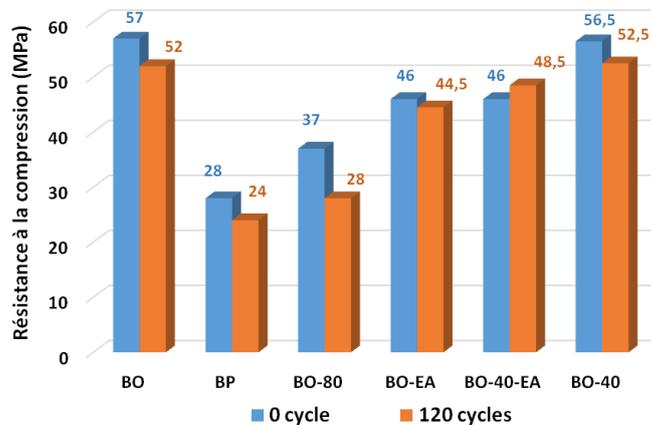


Figure 11 : Résistances à la compression avant et après l'application des 120 cycles gel-dégel.

## 5 Conclusions

L'étude expérimentale présentée a porté en particulier sur la mesure du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure de différents bétons soumis à des cycles gel-dégel. L'étude a été menée sur plusieurs bétons dont les principales différences sont la teneur en laitier de haut-fourneau et la présence d'air entrainé. La teneur en laitier de haut-fourneau influence fortement la valeur de coefficient de diffusion apparent du béton à l'état initial : le remplacement de 80 % de la masse de ciment par du laitier de haut-fourneau permet d'avoir un coefficient inférieur à  $1.10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  alors que le même béton sans laitier de haut-fourneau a un coefficient de  $1.10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ . Ces résultats permettent de mettre en avant le gain apporté par l'usage du laitier de haut-fourneau ; expliqué par le raffinement de la microstructure et l'augmentation des capacités de piégeage des ions chlorure [12]. On constate en revanche que l'effet induit par l'usage d'entraineur d'air reste négligeable.

L'endommagement induit par les cycles gel-dégel peut affecter fortement les coefficients de diffusion apparents. Ce constat a logiquement et principalement concerné les bétons exempts d'air entrainé ayant les plus faibles résistances à la compression (les deux bétons référencés BP et BO-80). La faible résistance de ces bétons aux cycles gel-dégel est mise en avant par les diminutions marquées de vitesse sonique et module dynamique au fur et à mesure de l'application des cycles. On observe que le coefficient de diffusion apparent est multiplié par 2 pour le béton BP et par 7 pour le béton BO-80 à l'issue des 120 cycles gel-dégel appliqués. Même s'il est toujours délicat de comparer avec des résultats issus d'autres campagnes expérimentales (essais en régime stationnaire ou transitoire, types de matériaux testés,...), les variations obtenues sont du même ordre de grandeur que celle observées par Jacobsen *et al.* [13]. En effet, Jacobsen *et al.* [13] font mention de facteurs compris entre 2,5 et 7,9 pour le coefficient de diffusion d'un béton – non résistant aux cycles gel-dégel- ayant subi jusqu'à 95 cycles [13]. Ann *et al.* [14] obtiennent même un facteur supérieur à 10 pour un micro-béton - non résistant aux cycles gel-dégel – dès les 60 premiers cycles appliqués. Ils observent lors des cycles suivants une atténuation de l'augmentation du coefficient de diffusion ; tendance qui a été également observée dans notre étude. Dans le cas du béton BO-80, on peut constater que le gain initial sur le coefficient de diffusion apparent se trouve finalement amoindri suite à sa variation importante sous l'effet des cycles gel-dégel. Même s'il reste inférieur au coefficient de diffusion du même béton sans

laitier de haut-fourneau, cela illustre bien l'importance de la prise en compte des expositions/sollicitations couplées.

Trois bétons ont montré leur résistance aux cycles gel-dégel effectués : le béton référencé BO et les deux bétons bénéficiant d'air entrainé (BO-EA et BO-40-EA). Ces bétons ont vu leurs propriétés physiques et mécaniques peu impactées par les cycles gel-dégel ; leur coefficient de diffusion apparent n'étant pas particulièrement modifié dans ce cas.

Au final, cette contribution permet d'alimenter la discussion sur le sujet du couplage chlorures/gel-dégel dans les bétons à travers la fourniture de résultats expérimentaux, et d'enrichir la base de données du laboratoire béton d'EDF qui constitue une aide à toute démarche de qualification ou d'expertise des bétons.

## Remerciements

Des remerciements sont adressés à l'ensemble des membres du laboratoire béton du département TEGG d'EDF qui ont permis de mener à bien cette étude.

## Références

- [1] AFGC, Conception des bétons pour une donnée de vie données des ouvrages Maitrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction - Etat de l'art et Guide pour la mise en œuvre d'une approche performantielle et prédictive sur la base d'indicateurs de durabilité, Guide technique, 2004
- [2] W. Jiang, X. Shen, J. Xia, L. Mao, J. Yang, Q. Liu, A numerical study on chloride diffusion in freeze-thaw affected concrete, *Construction and Building Materials* 179 (2018) 553–565
- [3] P. Zhang, F. Wittmann, M. Vogel, H. Müller, T. Zhao, Influence of freeze-thaw cycles on capillary absorption and chloride penetration into concrete, *Cement and Concrete Research* 100 (2017) 60–67
- [4] XP P 18-462, Essai sur béton durci – Essai accéléré de migration des ions chlorure en régime non-stationnaire – Détermination du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure, AFNOR
- [5] N. Timhadjelt, M. Lion, Impact de la formulation des bétons sur le coefficient de diffusion apparent des ions chlorures – Focus sur l'effet des laitiers de haut-fourneaux, NoMaD 2018
- [6] NF EN 12390-2, Essais pour béton durci - Partie 2 : confection et conservation des éprouvettes pour essais de résistance, AFNOR
- [7] NF 12504-4 -Essais pour béton dans les structures - Partie 4 : Détermination de la vitesse de propagation du son, AFNOR
- [8] NF EN 12390-3 - Essais pour béton durci - Partie 3 : Résistance à la compression des éprouvettes, AFNOR
- [9] NF P 18-459 – Béton - Essai pour béton durci - Essai de porosité et de masse volumique, AFNOR
- [10] S. Bouteille, Outil de caractérisation et analyse du comportement des matériaux cimentaires soumis à des cycles gel-dégel en présence de sels, Thèse de doctorat Paris Est, 2013
- [11] M. Lion, Etude du lien entre sorptivité et capillarité pour différents types de bétons, CFM 2019
- [12] T.S. Nguyen, Influence de la nature du liant et de la température sur le transport des chlorures dans les matériaux cimentaires, Thèse de doctorat de l'INSA Toulouse, 2006
- [13] S. Jacobsen, J. Marchand, L. Boisvert, Effect of cracking and healing on chloride transport in OPC concrete, *Cement and Concrete Research* 26 (1996) 869–881
- [14] K.Y. Ann, M.J. Kim, J.P. Hwang, C. Cho, K.H. Kim, Chloride transport in OPC concrete subjected to the freeze and thaw damage, *Advances in Materials Science and Engineering*, 2017