

# Détermination du dosage en ciment des bétons et mortiers durcis

Y. Houst<sup>1</sup>, J. Pfefferkorn<sup>2</sup>, H. Wolter<sup>3</sup>

## RÉSUMÉ

La méthode d'analyse décrite a été développée par l'EMPA, Dübendorf, le TFB, Wildegg et le LMC de l'EPFL, Lausanne. Cette méthode qui a été testée de nombreuses années avec succès permet de déterminer le dosage en ciment des bétons et mortiers durcis. Le composé de référence utilisé est la silice soluble qui est déterminée par voie chimique. On admet que sa teneur moyenne dans les ciments Portland suisses est de 21%. Comme le dosage en ciment est déterminé de façon indirecte, il y a certaines limitations à l'emploi de cette méthode. Pour les ciments suisses, on peut dire que cette méthode donne des résultats satisfaisants avec une erreur relative de +10/-5%. Cette erreur est due essentiellement à l'âge de l'échantillon, aux granulats, à la teneur en silice soluble du ciment utilisé et au prélèvement de l'échantillon. Cette méthode n'est pas applicable aux bétons et mortiers confectionnés avec des ciments avec constituants secondaires, tels les ciments au laitier, à la pouzzolane, aux cendres volantes, ou contenant des fillers, ni pour les bétons ou mortiers avec adjonction de chaux hydraulique.

## ZUSAMMENFASSUNG

*Das beschriebene Analysenverfahren, das in Kooperation zwischen der EMPA, Dübendorf, der TFB, Wildegg, und dem LMC, ETH, Lausanne, erarbeitet und langfristig auf Zuverlässigkeit geprüft wurde, erlaubt es, die Zementdosierung im erhärteten Beton und Mörtel nachträglich zu bestimmen. Als Referenzverbindung (Leitverbindung) wird hierbei die lösliche Kieselsäure herangezogen, die auf chemischem Wege bestimmt wird und im Mittel im Schweizer Portlandzement zu 21% vorhanden ist. Da dieses Verfahren die Zementdosierung nur indirekt über die lösliche Kieselsäure ermittelt, ergeben sich bezüglich Einsatzmöglichkeiten gewisse Einschränkungen. Streng genommen werden nur für Schweizer Portlandzemente korrekte Resultate erhalten, wobei aber auch hier, bedingt durch das Probenalter, den Zuschlag, den geringfügig variablen löslichen SiO<sub>2</sub>-Gehalt der einzelnen Zemente und die Probenahme, mit einem relativen Fehler von +10/-5% zu rechnen ist. Nicht anwendbar ist dieses Verfahren auf Beton- und Mörtelproben, die mit verschnittenen Zementen, wie z.B. Hochofenzement, Puzzolanzement, Flugaschenzement oder fillerisierten Zementen hergestellt worden sind. Gleiches gilt für Mörtel- oder Betonproben mit einem HK-Zusatz.*

## RIASSUNTO

Il metodo d'analisi descritto, è stato sviluppato all'EMPA, Dübendorf, al TFB, Wildegg e al LMC, Losanna. Impiegato da diversi anni con successo, esso permette di determinare il dosaggio in cemento nei calcestruzzi e nelle malte indurite. L'impiego del metodo è comunque limitato per il fatto che il dosaggio viene effettuato in modo indiretto. Il composto di riferimento utilizzato è la silice solubile, determinata per via chimica. Il suo tenore medio nei cementi Portland svizzeri è del 21%. L'errore relativo del +10/-5%, considerato come risultato soddisfacente, è dovuto essenzialmente all'età del campione, al suo modo di prelievo, agli inerti e al tenore in silice solubile del cemento utilizzato. Il metodo non è applicabile né ai calcestruzzi o malte addizionate di calce idraulica, né a quelli fabbricati con dei cementi aventi costituenti secondari come, per esempio, loppe o scorie, pozzolana, cenere o contenenti dei fillers.

## 1. INTRODUCTION

### 1.1 Choix de la méthode d'analyse

Sans doute, existe-t-il depuis longtemps des méthodes d'analyse pour la détermination chimique du dosage en ciment des bétons et mortiers durcis. Cependant, ces diverses méthodes, dont la méthode à la gélatine suivie d'une évaporation [1], conduisent fréquemment à des résultats discordants entre divers laboratoires.

Afin d'éliminer ces discordances, l'EMPA à Dübendorf, le TFB à Wildegg et le LMC de l'EPF de Lausanne ont entrepris une étude pour élaborer une méthode permettant de déterminer un dosage en ciment précis et indépendant du laboratoire qui exécute l'analyse. Cette nouvelle méthode permet, pour différents laboratoires, de trouver le dosage en ciment des bétons et mortiers durcis avec une erreur d'environ +10/-5%. Cette erreur tient compte de l'influence du dosage en ciment, de l'âge de l'échantillon, du type de granulats, ainsi que de la teneur en silice soluble du ciment utilisé. Après plusieurs années d'expérience, il est maintenant possible de faire connaître cette méthode aux utilisateurs potentiels, ainsi qu'aux constructeurs qui doivent interpréter les résultats et donc connaître les facteurs qui les influencent.

### 1.2 Domaine d'application de la méthode d'analyse

Par voie chimique, il n'est pas possible de déterminer directement le dosage en ciment des bétons et mortiers. On utilise donc une méthode indirecte. Il faut trouver dans le ciment un composé majeur qui soit aussi constant que possible et qui soit autant que possible absent des granulats et de l'eau de gâchage. La silice soluble dans l'acide chlorhydrique (SiO<sub>2</sub>) peut servir de composé de référence. Le ciment Portland suisse contient en moyenne 21% de silice soluble, les valeurs extrêmes sont de 19,5 et 22,6%. Du point de vue analytique, ce composé donne des résultats reproductibles avec la méthode décrite ci-dessous. Toutefois, certains facteurs tels l'âge de l'échantillon, les granulats utilisés et la variation de la teneur en silice soluble du ciment influencent les résultats dans un sens ou dans l'autre. C'est pourquoi la méthode décrite ci-dessous ne s'applique en principe qu'aux ciments suisses dont on connaît la variabilité de la teneur en silice soluble. Par contre, cette méthode ne convient absolument pas pour les ciments avec constituants secondaires (ciments de mélange) tels les ciments au laitier, à la pouzzolane, aux cendres volantes, avec adjonction de filler ou de chaux hydraulique. La quantité de silice soluble déterminée pour

ces liants est inutilisable pour le calcul du dosage en ciment.

### 1.3 Principe de la méthode d'analyse

Le principe de la méthode d'analyse est basé sur la silice soluble du ciment Portland. Ce composé de référence est considéré constant dans le ciment (21% en masse), tandis que l'on admet qu'il est pratiquement absent dans les autres constituants du béton. Il suffit donc de déterminer quantitativement la silice soluble en procédant à une mise en solution à l'acide chlorhydrique suivie d'une séparation. On calcule ensuite le dosage en ciment par une règle de trois en tenant compte de la masse volumique apparente sèche du béton ou du mortier.

On néglige les interférences décrites sous 1.4 ainsi que la teneur réelle en silice soluble du ciment utilisé.

### 1.4 Examen des facteurs influençant le résultat

Les divers facteurs examinés dans les essais effectués sont le dosage en ciment (200 à 500 kg de CP/m<sup>3</sup>), la durée

<sup>1</sup> EPFL, laboratoire des matériaux de construction.

<sup>2</sup> EMPA, Abteilung Bauchemie, Dübendorf.

<sup>3</sup> TFB, Wildegg.

de conservation (7 à 360 jours) et le type de granulat (calcaire, quartz, silico-calcaire).

Un seul ciment a été utilisé, CP Jura, dont la teneur en silice soluble est de 19,6%.

Les résultats permettent de tirer les conclusions suivantes :

- le dosage en ciment trouvé par l'analyse dépend des granulats utilisés ;
- le résultat est le moins influencé par les granulats calcaires et le plus influencé par les granulats silico-calcaires ;
- cette influence tend toujours vers un dosage trouvé plus élevé que le dosage réel ;
- la différence est pratiquement indépendante du dosage en ciment et se traduit à un âge jeune par un excédent d'environ 5 kg de ciment/m<sup>3</sup> pour les granulats calcaires et d'environ 30 kg de ciment/m<sup>3</sup> pour les granulats silico-calcaires ;
- les différences entre les dosages trouvés et les dosages réels diminuent cependant au cours du temps et sont après une année d'environ 1 kg/m<sup>3</sup> pour les granulats calcaires et d'environ 20 kg/m<sup>3</sup> pour les granulats silico-calcaires ;
- il faut donc admettre que le dosage trouvé dépend du temps et qu'il est diminué vraisemblablement par un processus de cristallisation de la silice soluble ; sans aucun doute, il faut tenir compte de cet effet pour l'interprétation du dosage en ciment de bétons et mortiers âgés (voir fig. 1 et 2).

La masse volumique apparente des différents mortiers augmente au cours du temps : c'est vraisemblablement la conséquence de la carbonatation, de l'hydratation et d'une certaine contraction du volume (voir fig. 3). Ce comportement a déjà été observé au TFB à Wildegg sur d'autres éprouvettes de béton.

Il ne faut pas oublier de souligner que le surplus de silice soluble trouvé n'est pas dû uniquement à la part de silice soluble des granulats d'origine, mais provient également de réaction alcaline différente des divers granulats. Ainsi, on constate que le mortier confectionné avec le « sable normal » selon SIA 215 (sable silico-calcaire) a une teneur en silice soluble supérieure à celui confectionné avec le sable de quartz, bien que la teneur en silice (SiO<sub>2</sub>) du quartz soit supérieure à celle du sable silico-calcaire (voir tableau).

## 2. MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE UTILISÉS

### 2.1 Composition et type d'éprouvette

Tous les essais ont été effectués avec des prismes de mortier. La granulométrie du sable correspond aux exigences de la norme SIA 215. Les dosages en ciment réels étaient de 200 kg/m<sup>3</sup> et 500 kg/m<sup>3</sup>. Le rapport eau/ciment (E/C) a été choisi de façon à obtenir une

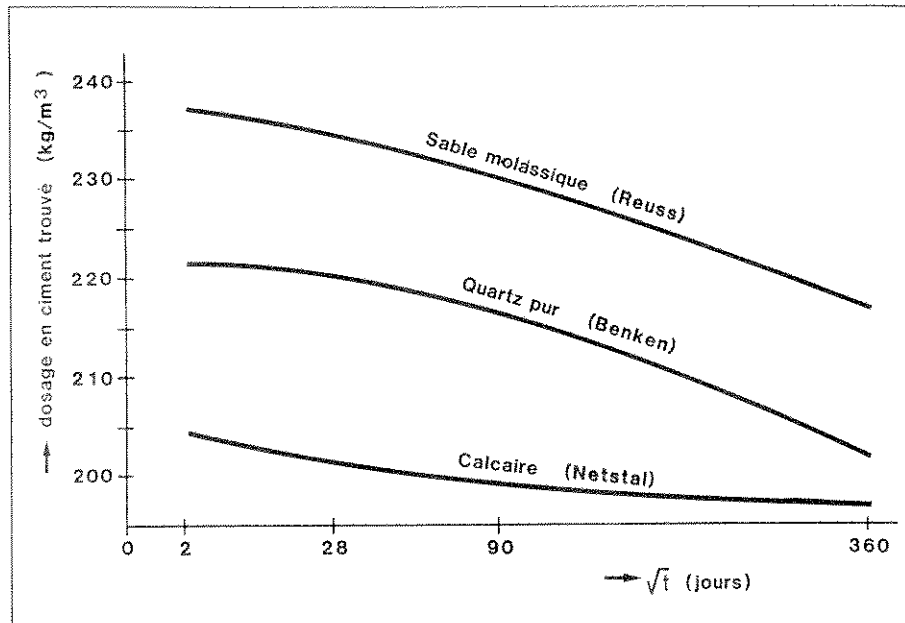


Fig. 1. Influence du temps et des granulats sur le dosage en ciment trouvé (200 kg/m<sup>3</sup> réel).

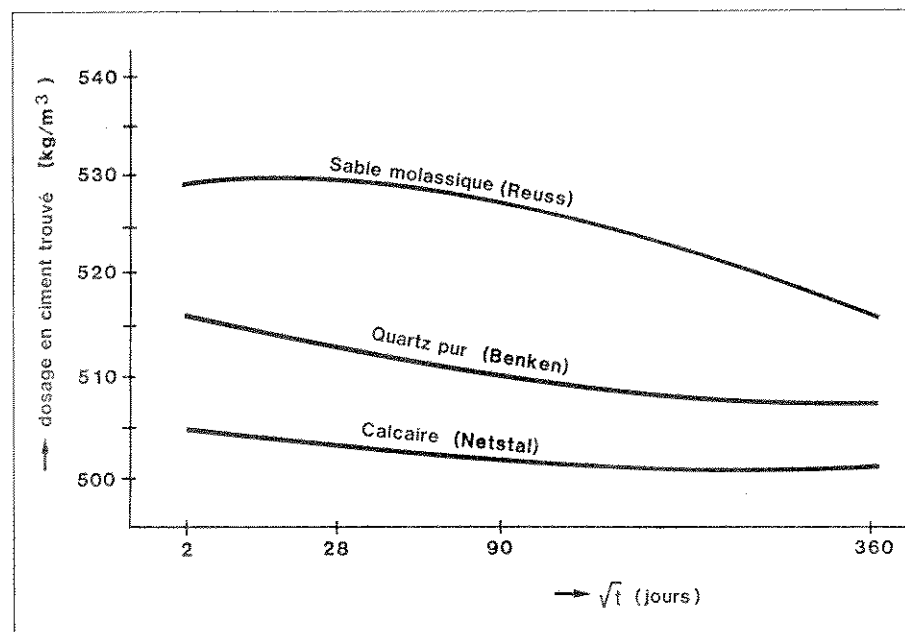


Fig. 2. Influence du temps et des granulats sur le dosage en ciment trouvé (500 kg/m<sup>3</sup> réel).

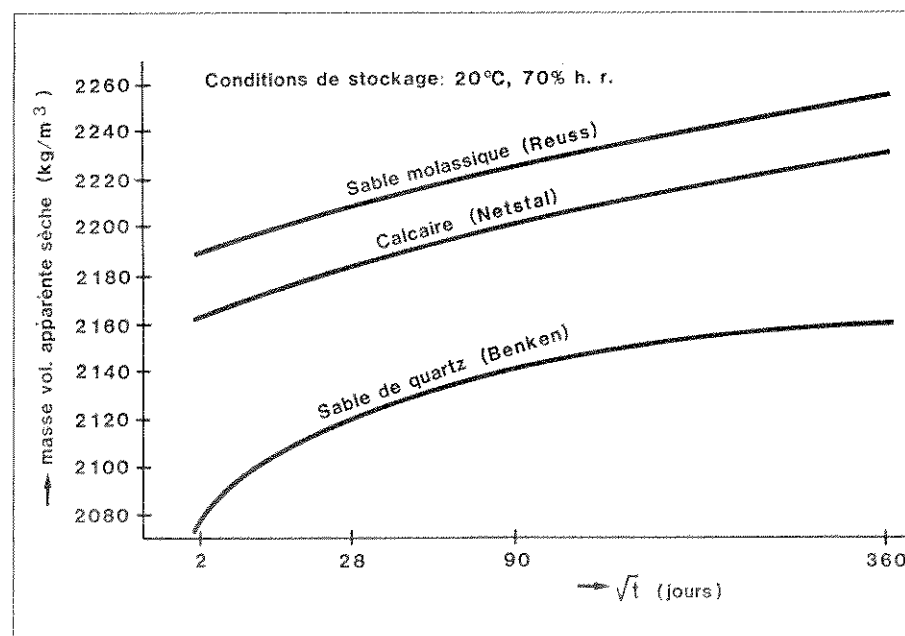


Fig. 3. Variation de la masse volumique apparente sèche en fonction du temps d'éprouvettes de mortier (CP 200) avec divers sables.

Granulats	Silice soluble			
	dans le mortier après 7 jours	écart par rapport au calcaire	dans les granulats d'origine	écart par rapport au calcaire
Calcaire	1,84%	0,00%	0,10%	0,00%
Quartz	2,05%	0,21%	0,40%	0,30%
Sable normal	2,12%	0,28%	0,28%	0,18%

Tableau: Influence du type de granulats sur la silice soluble.

consistance plastique; pour le dosage de 200 kg/m<sup>3</sup>, E/C est égal à environ 0,9 et à environ 0,45 pour le dosage de 500 kg/m<sup>3</sup>.

Comme sable, on a utilisé un sable de quartz pur de Benken, un sable calcaire de Netstal et le sable normal SIA (sable fluvio-glaciaire concassé du Plateau suisse: mélange de quartz et calcaire).

## 2.2 Conservation et préparation des éprouvettes

Afin de protéger les éprouvettes de l'influence de l'environnement et permettre l'hydratation avant les premières déterminations à 7 jours, les prismes ont été placés dans des sacs en plastique étanches et conservés à 20°C. Les prismes restants ont été conservés à l'air libre à 20°C et à 70% d'humidité relative. Pour les essais à 28, 90 et 360 jours, les prismes ont été traités de la façon suivante:

- détermination de la masse volumique apparente par différence de pesée après saturation dans l'eau et séchage à 110°C;
- concassage grossier dans un récipient spécial permettant d'éviter la perte de matière;
- broyage de tout l'échantillon en particules < 0,1 mm;
- après homogénéisation, remplissage de flacons en verre étanches à l'air avec environ 100 g de poudre.

## 3. MÉTHODE D'ANALYSE POUR LA DÉTERMINATION DU DOSAGE EN CIMENT

### 3.1 Préparation de l'échantillon

#### - Quantité de béton nécessaire

Il est souhaitable d'avoir un échantillon représentatif [2] et les quantités suivantes selon la granulométrie du béton ou du mortier:

taille maximum

64 mm:	environ 10	kg
32 mm:	2-5	kg
16 mm:	0,5-1	kg
8 mm:	200-500	g
4 mm:	100-200	g

#### - Détermination de la masse volumique apparente

(précède la détermination de la teneur en ciment)

Par différence entre la pesée à l'air de l'échantillon saturé d'eau et du même échantillon dans l'eau.

#### - Séchage de l'échantillon

En étuve à 105°C jusqu'à masse constante.

#### - Préparation de l'échantillon

Concassage du matériau sec en morceaux d'environ 10 mm dans un concasseur à mâchoires.

#### - Réduction de quantité d'échantillon

Réduire la quantité au moyen d'un diviseur d'échantillon ou par la méthode des quarts de façon à obtenir 200 à 250 g de matériau.

#### - Pulvérisation de l'échantillon

Broyer le matériau préparé au moyen d'un broyeur à disques vibrants en particules < 0,1 mm et conserver dans des flacons de verre étanches à l'air.

### 3.2 Appareil pour l'attaque

Comme le résultat de la détermination de la SiO<sub>2</sub> soluble dépend fortement de la température d'attaque et du traitement ultérieur du résidu dans le filtre (pertes par précipitation de SiO<sub>2</sub>), il faut suivre strictement le mode opératoire décrit ci-dessous. L'analyse devrait être exécutée seulement par du personnel entraîné.

L'écart entre les deux résultats d'une détermination faite à double ne devrait pas dépasser 0,1%.

L'appareil décrit à la figure 4 permet de contrôler la température durant l'attaque. Pour le principe, il s'agit d'un bain dont la température d'environ 15°C est obtenue au moyen d'eau courante. Ce bain possède des trous adaptés pour des béchers de 250 ml et est équipé d'un système d'agitation.

### 3.3 Solutions utilisées

- acide chlorhydrique concentré	HCl pr. anal. à 32%, densité 1,16 kg/l
- acide chlorhydrique (1:1)	une partie d'HCl concentré en volume + une partie d'eau déminéralisée
- acide chlorhydrique (1:23)	une partie d'HCl concentré en volume + 23 parties d'eau déminéralisée
- acide sulfurique (25%)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pr. anal.
- acide fluorhydrique concentré	HF à 40% pr. anal., densité 1,13 kg/l
- solution de carbonate de sodium à 5% (env. 1 n)	dissoudre 50 g de Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> pr. anal. dans 950 ml d'eau déminéralisée et conserver en flacon plastique
- solution de chlorure de sodium à 3% (env. 0,5 n)	dissoudre 30 g de NaCl pr. anal. dans 970 ml d'eau déminéralisée

### 3.4 Mode opératoire

- Faire circuler l'eau froide dans l'appareil dix minutes avant l'attaque afin de refroidir et stabiliser le système.

- Peser 5 g pour un béton CP 300, 3 g pour un dosage plus élevé ou 1 g pour un ciment Portland dans un bécher en verre de forme haute, placer un barreau d'agitation dans le bécher et mettre le bécher dans l'appareil d'attaque.

- Après dix minutes démarrer l'agitation et ajouter avec précaution 60 ml d'acide chlorhydrique (1:1) préalablement refroidi à 5-8°C.

- Après un temps de réaction de dix minutes, retirer le bécher, enlever le barreau d'agitation et rincer.

- Porter quantitativement le résidu (partie insoluble) sur un filtre de 11 cm à bande blanche avec de l'eau froide, laver une fois à l'eau froide. Le filtrat qui contient la silice soluble est récupéré dans un bécher de verre de 400 ml ou dans une capsule en porcelaine de 12,5 cm de diamètre.

- Laver le résidu du filtre trois fois avec une solution bouillante de chlorure de sodium à 3%.

- Afin de dissoudre la silice qui aurait pu éventuellement précipiter, laver le résidu cinq fois avec une solution bouillante de carbonate de sodium à 5%. Le résidu doit être chaque fois décollé du filtre et on ne procédera à un nouveau lavage qu'après que le liquide du lavage précédent se soit écoulé.

- Agiter le filtrat durant les lavages afin d'éviter un trop fort dégagement de CO<sub>2</sub>.

- Finalement, évaporer à sec le filtrat sur bain-marie ou bain d'air.

- Humidifier le résidu avec 5 ml d'acide chlorhydrique concentré, puis après deux minutes ajouter 100 ml d'eau déminéralisée chaude, agiter de temps en temps et laisser reposer quinze minutes au bain-marie.

- Filtrer la silice qui a précipité sur un filtre à bande blanche de 11 cm et laver cinq fois avec une solution chaude d'acide chlorhydrique 1:23.

## Appareil pour l'attaque de béton/mortier

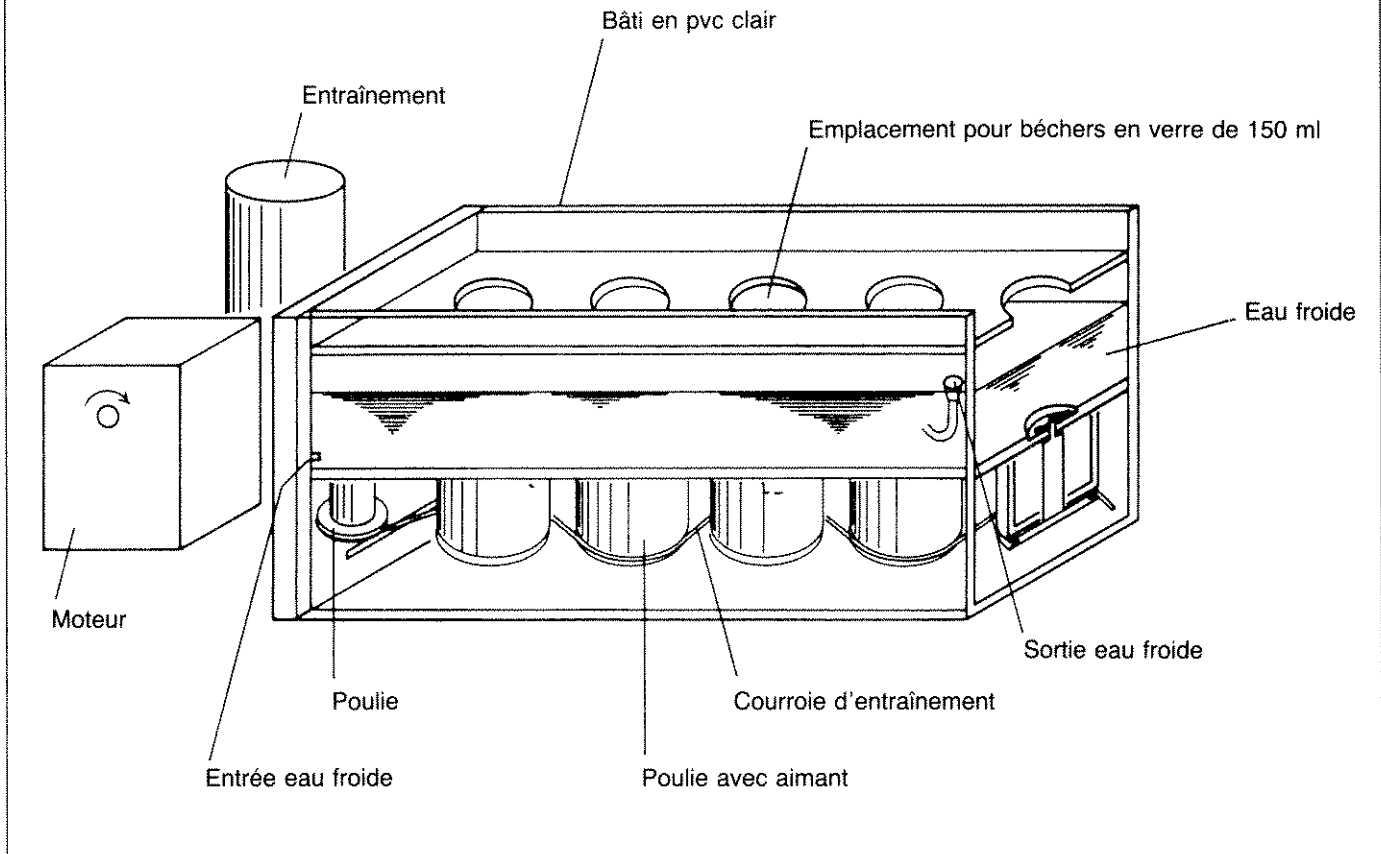


Fig. 4. Appareil pour l'attaque des bétons et mortiers.

- Sécher le filtre et le précipiter dans un creuset de platine en augmentant lentement la température, puis incinérer. Calciner encore trente minutes à 1000°C au four électrique. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser (=  $m_1$ ).
- Afin de déterminer la pureté de la silice, ajouter vingt gouttes d'acide sulfurique à 25% et environ 10 ml d'acide fluorhydrique, évaporer sur une plaque électrique ou à la flamme et finalement calciner cinq minutes au four électrique à 1000°C, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser (=  $m_2$ ).

### BIBLIOGRAPHIE

- [1] P. Esenwein: Über die nachträgliche Bestimmung des Zementgehaltes von Betonproben; Schweizer Archiv, September 1953, S. 279-283.
- [2] W. Studer: Die nachträgliche Bestimmung des Zementgehaltes im Beton; Schweiz. Bauzeitung Heft 43, 26. Oktober 1978, S. 809 ff.

**Note:** Cet article est la version française de « Zementdosierung Bestimmung im erhärteten Beton und Mörtel » qui paraîtra en mars dans le numéro 13 de « Schweizer Ingenieur und Architekt ».

### 3.5 Calcul de la masse volumique apparente, de la teneur et du dosage en ciment

#### a) Masse volumique apparente du béton sec

$$\rho = \frac{m_s}{m_a - m_e} \cdot 1000 \text{ (kg/m}^3\text{)}$$

$m_s$ : masse de l'échantillon sec (g)

$m_a$ : masse à l'air de l'échantillon saturé d'eau (g)

$m_e$ : masse à l'eau de l'échantillon saturé d'eau (g), volume =  $m_a - m_e$

#### b) Silice soluble

$$\text{SiO}_2 \text{ dans le béton} = \frac{m_1 - m_2}{\text{pesée du béton}} \cdot 100 \text{ (\% masse)}$$

$m_1$  = creuset + résidu avant pureté (g)

$m_2$  = creuset + résidu après pureté (g)

#### c) Teneur en ciment

$$\text{teneur en ciment du béton} = \frac{\text{SiO}_2 \text{ béton (\% masse)}}{21^* \text{ (\% masse)}} \cdot 100 \text{ (\% masse)}$$

\* Moyenne de la teneur en  $\text{SiO}_2$  soluble (% masse) des ciments suisses; au cas où la teneur effective est connue, on utilisera cette dernière valeur.

#### d) Dosage en ciment

$$\text{dosage (kg/m}^3\text{)} = \frac{\text{SiO}_2 \text{ dans béton (\% masse)}}{21^* \text{ (\% masse)}} \cdot \rho \text{ (kg/m}^3\text{)}$$

\* Voir remarque sous point c)

Remarque: la teneur en silice soluble des granulats est négligée.