

## Détermination des chlorures dans le béton et organisation d'un essai interlaboratoire en deux étapes

### Résumé

L'importance technique et économique de la détermination de la teneur en chlorures dans le béton est grande. Suite à des expériences en partie décevantes, un essai interlaboratoire en deux étapes et des recherches complémentaires en laboratoire ont été réalisées, dans le but d'étudier les différentes phases de l'analyse et de fournir des indications pour la révision nécessaire de la recommandation SIA 162/2 « Détermination de la teneur en chlorures dans le béton », en vigueur depuis 1990.

Les 17 laboratoires participants à la première étape de l'essai interlaboratoire ont reçu des éprouvettes de 11 bétons (diamètre maximal du granulat: 16 mm) et d'un mortier prêt à l'emploi pour une détermination de la teneur en chlorures selon leurs propres modes opératoires. Les écarts types de reproductibilité et de répétabilité des résultats étaient très insatisfaisants. Pour la deuxième étape de l'essai interlaboratoire, deux solutions de chlorures, deux poudres (préparées à partir de bétons ayant absorbé une solution de chlorures) et trois éprouvettes de béton (chlorures ajoutés à l'eau de gâchage) ont été mises à disposition des laboratoires. Pour cette deuxième étape certaines recommandations pour la détermination devaient être respectées. Les résultats de l'essai interlaboratoire permettent les constatations suivantes :

- Toutes les combinaisons de méthode d'extraction et de méthode d'analyse ne sont pas adaptées aux analyses de routine. L'étalonnage et/ou la calibration des méthodes analytiques donnent apparemment des difficultés.
- Le marché offre des équipements de laboratoire qui ne sont pas adaptés à une analyse quantitative des chlorures.
- Les prescriptions de préparation des échantillons pour la deuxième phase de l'essai interlaboratoire étaient suffisantes.
- Le rendement est plus élevé avec l'extraction à l'acide nitrique (95%) qu'avec l'extraction à l'eau chaude (88%) (remarque: lors de la première phase de l'essai interlaboratoire, les rendements étaient nettement inférieurs: env. 65% pour l'extraction à l'eau chaude et env. 90% pour l'extraction à l'acide nitrique).
- L'écart type de reproductibilité dépend de la teneur en chlorures et augmente fortement pour les teneurs en chlorures inférieures à 0.4%poids/ciment.
- Lors de la deuxième étape de l'essai interlaboratoire, les écarts types de reproductibilité relatifs (exprimés en % par rapport à la moyenne) se situaient dans l'ensemble entre 8 et 18% selon le type de béton et la teneur en chlorures, pour les teneurs en chlorures supérieures à 0.4 %poids/ciment. Les extractions à l'eau chaude obtenaient des valeurs entre 8 et 13%, tandis que les extractions à l'acide conduisaient à des valeurs plus dispersées, pour l'instant inexplicables, entre 11 et 17%.
- L'écart type de reproductibilité est plus grand si son calcul se base sur l'ensemble des deux types d'extraction (les écarts types reproductibilité sont différents).
- L'écart type de répétabilité relatif (dispersion des résultats des différents échantillons d'un laboratoire calculée en normalisant les valeurs individuelles) se situait – lors de la deuxième phase de l'essai interlaboratoire – dans l'ensemble entre 3 % et 16%, selon le type de

béton et la teneur en chlorures. L'extraction à l'eau chaude fournissait des valeurs entre 3 % et 10% et l'extraction à l'acide des valeurs entre 5 % et 14%.

- Lors de l'analyse des éprouvettes de béton, chargées en chlorures aussi régulièrement que possible, il fallait tenir compte d'une teneur en chlorures légèrement variable sur la longueur des carottes. Pour les bétons avec un grain maximal de 16 mm ces différences se montaient à environ 2 à 3% pour les rondelles prise au milieu de la carotte.

L'observation déjà mentionnée ci-dessus soulignant que les méthodes d'extraction et d'analyse ne se prêtent pas à toutes les combinaisons possibles est particulièrement importante. Certaines méthodes analytiques sont probablement responsables des résultats insatisfaisants car elles

- nécessitent un personnel bien formé et expérimenté
- utilisent des équipement inadaptés, disponibles sur le marché
- se basent sur des courbes d'étalonnage faites avec des solutions inadaptées (présence d'autres ions).

Le **tableau Z.1** résume ces constatations. A cet endroit il faut clairement souligner que plusieurs laboratoires ont obtenu des résultats tout à fait corrects même avec les combinaisons d'extraction et d'analyse qualifiées de sensibles dans ce tableau. Ces laboratoires doivent dans ce cas remplir les conditions suivantes: disposer d'un système de gestion de qualité adapté et d'un personnel de laboratoire ayant de la routine et de l'expérience, connaissant en détail les difficultés de l'ensemble de l'analyse.

Méthode analytique	Méthode d'extraction		Remarques
	à l'eau chaude	à l'acide	
Titration	adaptée	adaptée	
Photométrie	(adaptée)	sensible	Courbes d'étalonnage, artefacts, expérience
Electrode ionique	sensible	sensible	Courbes d'étalonnage, expérience, interférences
Chromatographie ionique	??	inadaptée	Interférences
XRF	adaptée		Courbes d'étalonnage

**Tableau Z.1:** Evaluation qualitative des différentes méthodes d'extraction et d'analyse pour la détermination des chlorures

Le fait que la dispersion des résultats de l'extraction à l'acide soit plus grande que la dispersion des résultats de l'extraction à l'eau chaude est remarquable. Des investigations supplémentaires seraient éventuellement nécessaires pour en expliquer les raisons.

Les essais interlaboratoires et les recherches complémentaires au laboratoire du TFB conduisent en outre aux conclusions suivantes :

- Les plus importantes sources d'erreur se trouvent dans l'étalonnage, dans la calibration des méthodes analytiques et en partie probablement dans le manque de routine du personnel de laboratoire.
- Les teneurs en chlorures mesurées après extraction à l'eau chaude sont nettement inférieures à celles obtenues après extraction à l'acide (rapport environ 0.9).
- Le mode de contamination en chlorures des bétons (dans l'eau de gâchage ou par absorption d'une solution de chlorures), le type de ciment, le facteur e/c, le type de sel utilisé (CaCl<sub>2</sub>, NaCl) n'ont qu'une influence de seconde importance.

- Une finesse de broyage <0.5mm est suffisante à la vue des autres dispersions tant pour l'extraction à l'eau chaude que pour l'extraction à l'acide.
- L'extraction à l'acide devrait se faire avec une concentration d'acide moyenne. La température et la durée de l'extraction n'ont qu'une faible importance.
- La durée de l'extraction à l'eau chaude a peu d'influence.
- L'analyse des mortier et bétons contenant des additifs synthétiques nécessite des mesures spécifiques afin de garantir que la totalité des chlorures soit déterminée et que la dispersion reste faible.

Le **chap. 8** contient quelques indications pour la révision de la recommandation SIA 162/2 ainsi que sur la question d'un matériau de référence.

Les laboratoires devraient participer régulièrement à des essais interlaboratoire afin de contrôler et, le cas échéant, d'améliorer leur système d'assurance de qualité.

**Dr. F. Hunkeler, H. Ungricht und F. Deillon, TFB, Wildegg**

#### **Rapport VSS Nr. 546, Juillet 2000**

Le rapport complet peut être commandé au VSS, Seefeldstrasse 9, 8008 Zürich.