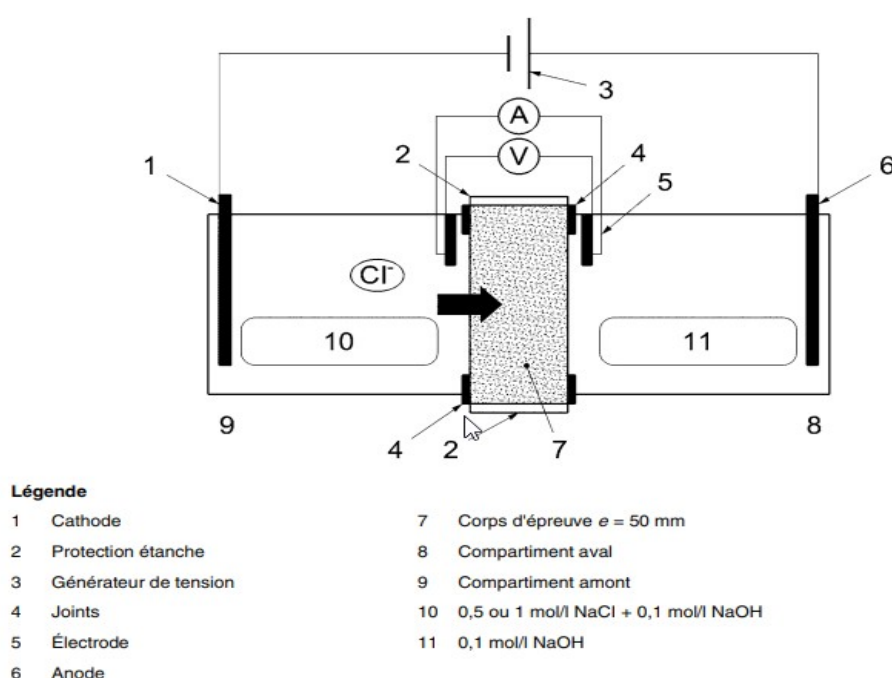
 Agence de Clermont-Fd	<b>Méthode de détermination de l'incertitude</b> <b>Essai XP P 18-462 : migration des ions chlorures</b> <b>en régime non-stationnaire</b>	Etabli par : Bruno Boulet  Date : 09/08/2022
--	--	---

## 1 – Principe de l'essai

Les différentes étapes de l'essai sont, pour un corps d'épreuve :

- Saturation sous-vide du corps d'épreuve pendant 72 heures dans une solution de NaOH à 0,1 mol/l
- Mise en place du corps épreuve dans le dispositif d'essai : le corps d'épreuve est placé entre deux compartiments remplis pour l'un, d'une solution de NaOH à 0,1 mol/l, et pour l'autre d'une solution de NaOH 0,1 mol/l + NaCl 0,5 mol/l. Le dispositif est relié à un générateur de courant.



**Figure 1 — Schéma illustrant le dispositif pour l'essai de migration sous champ électrique en régime non-stationnaire**

- Démarrage de l'essai sous champ électrique en respectant la condition de démarrage suivante pour la quantité de courant :

$$3 \cdot 10^5 \text{ A.s.m}^{-2} \leq I \times \Delta t / S \leq 9 \cdot 10^5 \text{ A.s.m}^{-2}$$

où S est la surface du corps d'épreuve en contact avec les solutions,  $\Delta t$  est la durée de l'essai, et I est l'intensité dans le circuit.

- A la fin de la durée d'essai sous champ électrique ( $\Delta t$ ), le corps d'épreuve est fendu en deux et la profondeur de pénétration des ions chlorures est révélée par aspersion d'une solution de nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$  à 0,1N. Cette profondeur est notée Xd.

## 2 – Objectif de l'essai

Cet essai permet le calcul du coefficient de diffusion des ions chlorures dans le béton durci :

Le coefficient de diffusion apparent  $D_{app}$  ( $m^2.s^{-1}$ ) est calculé par l'Équation (1) :

$$D_{app} = \frac{R \cdot T}{Z \cdot F} \cdot \frac{e}{\Delta E} \cdot \frac{x_d - \alpha \cdot \sqrt{x_d}}{\Delta t} \quad \dots (1)$$

Le terme auxiliaire  $\alpha$  est donné par l'Équation (2) :

$$\alpha = 2 \cdot \sqrt{\frac{R \cdot T}{Z \cdot F} \cdot \frac{e}{\Delta E}} \cdot \operatorname{erf}^{-1} \left( 1 - 2 \cdot \frac{c_d}{c_s} \right) \quad \dots (2)$$

où  $c_s$  est supposée égale à la concentration en chlorures de la solution du compartiment amont ( $c_0 = 0,5 \text{ mol.l}^{-1}$ ), et  $c_d$  est la concentration en chlorures libres en  $x_d$  (supposée égale à  $0,070 \text{ mol.l}^{-1}$  par Tang [7], en considérant le cas particulier des bétons de CEM I [9]).

$\operatorname{erf}^{-1} \left( 1 - 2 \cdot \frac{c_d}{c_s} \right)$  a pour valeur 0,764, pour  $c_0 = 0,5 \text{ mol.L}^{-1}$  et 1,044 pour  $c_0 = 1 \text{ mol.l}^{-1}$ .

Pour les valeurs de coefficient de diffusion, le résultat sera présenté sous la forme  $a.10^{-12}$ ,  $a$  étant donné avec une décimale.

$D_{app}$	coefficient de diffusion apparent des chlorures ( $m^2/s$ )
$\Delta E$	différence de potentiel aux bornes du corps d'épreuve (V)
$e$	épaisseur du corps d'épreuve (m)
$D$	diamètre correspondant à la surface exposée du corps d'épreuve (m)
$S$	surface de contact du corps d'épreuve avec la solution ( $m^2$ ). $S = \pi D^2/4$
$X_d$	profondeur moyenne de pénétration des ions chlorure mesurée par colorimétrie (m)
$\Delta t$	durée de l'essai (s)
$R$	constante des gaz parfaits égale à $8,314 \text{ J.K}^{-1}\text{mol}^{-1}$
$F$	constante de Faraday égale à $96487 \text{ J.V}^{-1}.\text{mol}^{-1}$
$T$	température de l'essai (mesurée dans la solution amont ou aval) (K)
$Z$	valence de l'ion chlorure égale à 1
$c_0$	concentration en chlorures de la solution amont ( $\text{mol.l}^{-1}$ )
$c_d$	concentration en chlorures libres limite ( $\text{mol.l}^{-1}$ ) pour laquelle le test colorimétrique indique un changement de couleur
$c_s$	concentration en chlorures libres en surface ( $\text{mol.l}^{-1}$ )
$\operatorname{Erf}^{-1}$	inverse de la fonction erreur erf
$I$	intensité moyenne circulant dans la cellule (A)

## 3 – Référentiel

L'essai s'applique sur des tranches d'éprouvettes cylindriques conformes à la norme NF EN 12390-1. L'éprouvette doit être confectionnée et conservée conformément à la norme NF EN 12390-2.

L'essai peut s'appliquer également à des tranches de carottes, prélevées conformément à la norme NF EN 12504-1.

L'essai est réalisé selon la norme XP P 18-462.

Pour la détermination de l'incertitude d'essai, nous utilisons le référentiel ci-dessous :

- **FD X 07-021** : Aide à la démarche pour l'estimation et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'essais
- **NF ISO 5725-3** : Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure Partie 3 : mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.
- **Guide pour l'estimation des incertitudes d'essais sur le matériau béton (RLPC – janvier 2004)**

#### 4 – Méthode des 5M

Le tableau ci-dessous, permet d'analyser les facteurs d'influence sur le résultat de mesure. Il s'agit de l'application de la méthode d'essai, du matériel utilisé pour réaliser l'essai, des caractéristiques du matériau, des conditions de réalisation, ainsi que de l'opérateur. Plus le degré d'influence est élevé, plus le facteur influe sur le résultat.

Catégorie des 5M	Degré d'influence (0 à 5)	Maîtrise des facteurs influents
<b>1- METHODE</b>		
Prélèvement de carotte sur structure	3	Ne pas prélever de carottes sur des parements exposés aux sels de déverglaçage (OA routier).
Confection d'éprouvette moulée	3	Application de NF EN 12390-2 dans le cas de confection par Cerema ACF.
Conservation des échantillons	1	Application de NF EN 12390-2 avec vérification périodique de la température de conservation.
Sciage des échantillons	2	Les coupes doivent présenter des bords francs, sinon cela peut affecter le positionnement des corps d'épreuve dans le dispositif (risque de fuite de solution)
Réalisation des solutions chimiques	5	Vérification de la concentration de la solution fabriquée NaOH 0,1 mol/l + NaCl 0,5 mol/l
Concentration en Chlorures de la solution amont (0,5 ou 1 mol/l)	3	L'étude paramétrique réalisée dans le cadre du projet national PERFDUB en 2018, conclue de privilégier la concentration de 0,5 mol/l car elle présente une meilleure reproductibilité.
Durée de saturation sous-vide	1	Application de la norme XP P 18-462 : 72 heures. Cf. étude paramétrique réalisée dans le cadre du projet national PERFDUB en 2018 (24, 48 et 72 heures de saturation).
Tension électrique appliquée au dispositif	1	Application de la norme XP P 18-462 (maximum 30 V). Cf. étude paramétrique réalisée dans le cadre du projet national PERFDUB en 2018 (20-30V, 40-50V).
Lecture du front de pénétration des chlorures	3	Application de la norme XP P 18-462 : 8 points de lecture et calcul de la moyenne de pénétration après extraction des deux valeurs extrêmes.
<b>2- MATERIEL</b>		
Qualité des solutions	1	La norme XP P 18-462 impose d'utiliser des

		réactifs de qualité analytique et de l'eau distillée ou déminéralisée.
Surface du corps d'épreuve en contact avec les solutions	1	Cette surface est constante pour un matériel donné.
Générateur de courant électrique	1	Influence maîtrisée par l'enregistrement en continu des paramètres électriques dans les circuits.
Mesures des intensités	1	Les shunts reliés aux voies B4, B5 et B6 de l'enregistreur SEFRAM pour les mesures d'intensités sont étalonnés. La précision est largement supérieure à la spécification de la norme XP P 18-462 (1 mA)
Mesures des tensions	1	Les voies A4, A5 et A6 de l'enregistreur SEFRAM pour les mesures de tensions, sont étalonnées. La précision est largement supérieure à la spécification de la norme XP P 18-462 (0,1 V)
Etanchéité des compartiments contenant les solutions par rapport au corps d'épreuve	0	S'il y a une fuite des solutions, le dispositif est entièrement démonté et remonté. Si la fuite persiste après remontage, l'essai sur ce corps d'épreuve est annulé.
3- MATERIAU		
Homogénéité	5	Le corps d'épreuve en béton, faisant l'objet de l'essai est fixé (non modifiable). Le béton est par nature un matériau hétérogène.
4- MILIEU AMBIANT		
Température de la salle d'essai	1	Non évalué, mais la norme d'essai ne fixe pas de conditions particulières
Humidité de la salle d'essai	1	
5- MOYENS HUMAINS		
Compétence	2	L'essai est réalisé par des chargés d'essais qualifiés et habilités. Le maintien des compétences est conditionné à la réalisation d'un certain nombre d'essai par an.
Lecture du front de pénétration des chlorures	3	Application de la norme XP P 18-462 : 8 points de lecture et calcul de la moyenne de pénétration après extraction des deux valeurs extrêmes.
Evolution de la norme d'essai	1	Une veille normative est assurée et les chargés d'essai sont informés de toute modification significative de la méthode d'essai appliquée au laboratoire.

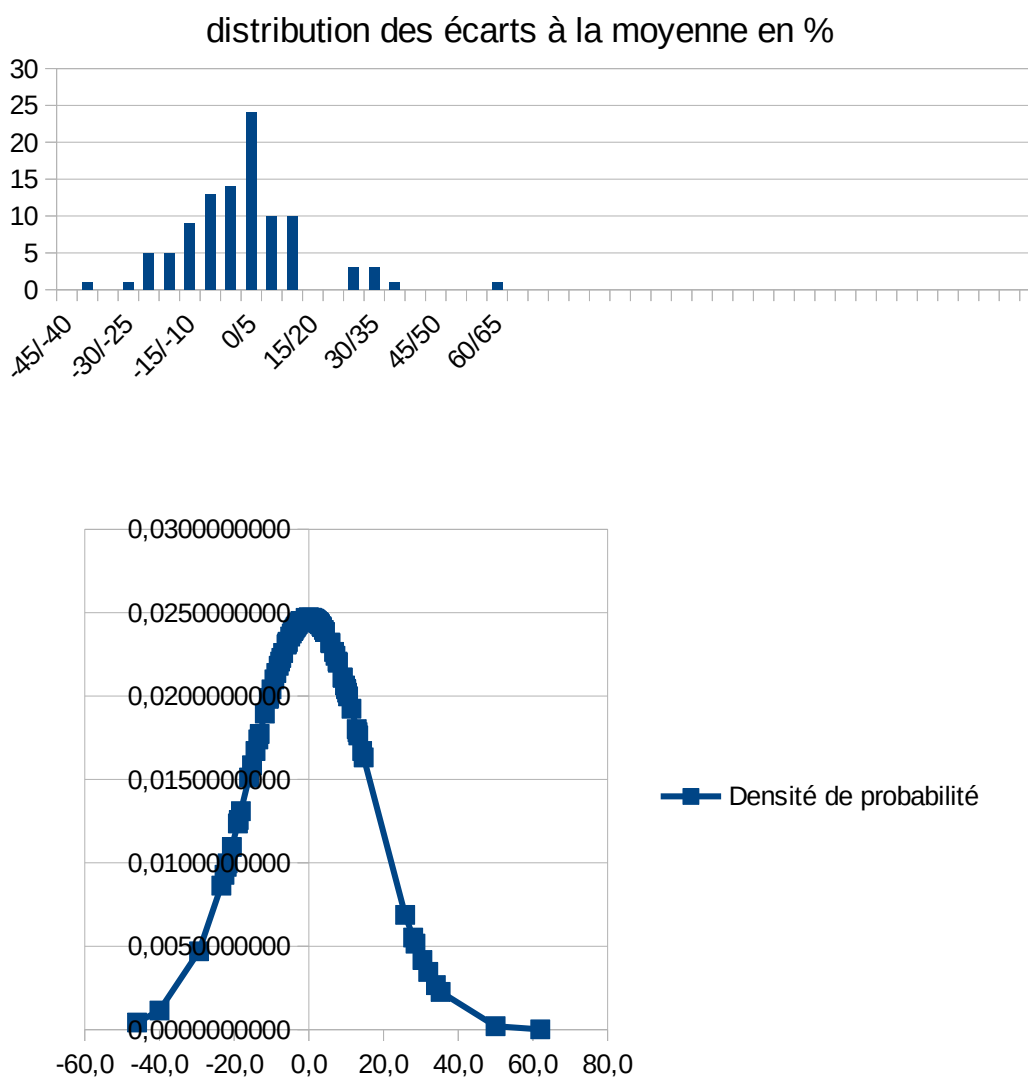
## 5 – ESTIMATION DE L'INCERTITUDE D'ESSAI

Comme l'a montré l'étude menée par le réseau des laboratoires des Ponts et Chaussées en 2004 pour la détermination des incertitudes sur les essais sur béton durci (compression, fendage, masse volumique), les incertitudes de chaque facteur d'influence sont difficiles à déterminer. Le guide issu de cette étude, recommande donc d'évaluer une incertitude globale, lorsque cela est statistiquement possible et pertinent.

La détermination de cette incertitude est donc basée sur l'analyse statistique de la distribution des écarts à la moyenne sur 34 séries d'essais Dapp, réalisée entre 2016 et 2021. Ces séries d'essais ont été réalisées sur des bétons différents, par différents chargés d'essai (4) et avec deux types de dispositifs (matériel de construction interne de 2016 à 2019, puis matériel du commerce).

Dans ces conditions, le paramètre de fidélité qui sera déterminé statistiquement s'apparente à une reproductibilité. Ce paramètre sera ensuite utilisé pour estimer l'incertitude élargie d'essai du laboratoire (§5.11 de FD X 07-021).

Distribution des écarts à la moyenne (en % de la moyenne) : comme le montre les deux représentations suivantes, la distribution suit une loi normale (Gaussienne).



L'écart type de la distribution de ces 102 écarts est  $S_R = 16,1 \%$

Cet écart-type peut être comparé à l'écart-type de reproductibilité qui sera publié dans la future révision de la norme XP P 18-462 et issu des travaux du projet national de recherche PERFDUB :  $S_R = 24 \%$

L'incertitude globale élargie (U) sur l'essai de diffusion des Chlorures (Dapp) est égale à l'écart-type des écarts pondérés, multiplié par un coefficient 2 (correspondant à un taux de confiance de 97,7 % pour une distribution gaussienne), et multiplié par la valeur du coefficient de diffusion moyen de la série.

Par conséquent l'incertitude globale élargie de l'essai Dapp du Cerema Clermont-Fd, s'écrit :

$$U = \pm 0,33.\overline{Dapp}.10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$$

avec  $\overline{Dapp}$  la moyenne des coefficients de diffusion obtenus sur les trois corps d'épreuves de la série.