

En direct du labo

## CONTRÔLE ET CARACTÉRISATION DES CONSTITUANTS DU BÉTON

La norme NF EN 197-1 définit les spécifications de 27 ciments courants et de leurs constituants, ainsi que de leurs ajouts. Ces ciments, regroupés en cinq types en fonction de leur composition, sont chacun encadrés par des normes précises, établies à partir des analyses en laboratoire.

par Jean-Pierre Commène, directeur des laboratoires du Lerm (Arles)

**C**omme défini dans la norme NF EN 206-1, le béton est un matériau formé par mélange de ciment, de sable, de gravillons et d'eau, et éventuellement d'adjuvants et d'additions, et dont les propriétés se développent par hydratation du ciment. Cette même norme précise que seuls les constituants dont l'aptitude à l'emploi pour l'usage prescrit est établie doivent être utilisés dans les bétons qui lui sont conformes. Le contrôle des constituants du béton par le laboratoire est donc encadré par un dispositif normatif cohérent. Dans un objectif de durabilité, ce contrôle s'effectue dans le cadre de la recherche de la meilleure adéquation possible du béton aux fonctions et aux conditions environnementales qui seront les siennes.

L'avant-propos de la norme NF EN 206-1 précise que cette norme ne peut être utilisée qu'en association avec les normes produits relatives aux constituants (ciments, granulats, additions, adjuvants, eau de gâchage) et aux méthodes d'essai du béton correspondantes.

C'est précisément au contrôle et à la caractérisation de quelques-uns de ces constituants que cet article va s'intéresser : le ciment, ses ajouts et les additions pour béton. Les granulats, l'eau de gâchage et les adjuvants feront l'objet d'un prochain article.

### LES CIMENTS COURANTS ET LEURS AJOUTS

C'est la norme NF EN 197-1 qui définit les spécifications de 27 ciments courants

aptes à l'emploi, et de leurs constituants. Pour chaque ciment présenté, la norme précise les proportions dans lesquelles les constituants doivent être associés pour produire ces ciments, qui sont ventilés dans six classes de résistance.

Cette norme est organisée en trois parties, qui précisent les paramètres nécessaires au contrôle du laboratoire :

- la première partie, descriptive, définit les constituants du ciment et, en fonction de leur nature et de leurs proportions, les différents types de ciments ;
- la deuxième partie spécifie les exigences mécaniques et physico-chimiques appliquées aux ciments ;
- la troisième partie définit les critères de conformité liés à la production du ciment.

Les constituants du ciment présentent, associées ou non, les propriétés suivantes :

- des propriétés hydrauliques : ils forment avec l'eau des composés hydratés stables et peu solubles dans l'eau. C'est le cas du clinker, constituant de base des ciments courants ;
- des propriétés pouzzolaniques : en combinaison avec la chaux, et en présence d'eau, ils forment des composés hydratés stables. C'est le mécanisme intervenant dans le cas des cendres volantes, la fumée de silice et les pouzzolanes ;
- des propriétés physiques qui améliorent certaines qualités du ciment.

Les constituants du ciment sont définis par la norme NF EN 197-1 comme pou-



Figure 1 – À gauche, sonde de Tusschenbroeck pour la mesure de consistance normale, à droite, prismomètre de Vicat

vant être principaux ou secondaires. Un constituant principal représente une proportion supérieure à 5 % en masse de la somme de tous les constituants principaux et secondaires. Un constituant secondaire représente une proportion inférieure ou égale à 5 % en masse de la somme de tous les constituants principaux et secondaires.

Les 27 ciments recensés sont regroupés en cinq types en fonction de leur composition, c'est-à-dire du pourcentage en masse de leurs constituants principaux et secondaires. On ne tient alors pas compte du régulateur de prise ajouté sous forme de sulfate de calcium. Le tableau 1 permet de visualiser la répartition des 27 ciments courants avec leurs constituants.

Précisons que les constituants secondaires sont des matériaux minéraux naturels, des matériaux minéraux dérivés du processus de fabrication du clinker ou des constituants décrits dans le tableau ci-dessus, qui ne sont pas déjà intégrés parmi les constituants principaux du ciment. Ils ne peuvent excéder 5 % de la masse du ciment. Les constituants secondaires améliorent les qualités physiques des ciments (ouvrabilité, rétention d'eau...). Ils peuvent être inertes ou présenter des propriétés faiblement hydrauliques ou pouzzolaniques. Ces propriétés ne font l'objet d'aucune exigence.

### CONTRÔLES MÉCANIQUES DES CIMENTS

#### Classes de résistance des ciments courants

La norme NF EN 197-1 répartit les ciments en trois classes de résistance

(32,5 - 42,5 - 52,5), qui sont définies par la valeur minimale de la résistance normale, exprimée en MPa du ciment à 28 jours.

Cette résistance normale d'un ciment est la résistance à la compression mesurée à 28 jours sur éprouvettes de mortier normal (selon la norme NF EN 196-1). Elle est exprimée en MégaPascal (1 MPa = 1 N/mm<sup>2</sup>). Pour chaque classe de résistance courante, deux classes de résistance à court terme sont définies (voir tableau 2).

## CONTRÔLES PHYSIQUES DES CIMENTS

### Détermination du temps de début de prise et de la stabilité

C'est la norme NF EN 196-3 qui décrit les procédures de contrôle de ces paramètres physiques du ciment : le temps de prise est déterminé par la mesure de la pénétration d'une aiguille (appareil de Vicat) dans une pâte de ciment de consistance normalisée (voir figure 1), jusqu'au moment où elle atteint une valeur spécifiée. Seul le temps de début de prise doit satisfaire à des exigences fixées par la norme EN 197 1.

La stabilité est déterminée par l'observation de l'expansion volumique d'une pâte de ciment de consistance normalisée, mise en évidence par l'écartement de deux aiguilles disposées sur un moule fendu (appareil Le Chatelier).

Le temps de début de prise et l'expansion doivent satisfaire aux exigences du tableau 3.

## CONTRÔLES CHIMIQUES DES CIMENTS

Les exigences chimiques relatives aux ciments courants sont récapitulées dans le tableau 4, ainsi que les normes d'essais qui encadrent ces contrôles. La conformité des 27 produits à la norme NF EN 197-1 doit être évaluée en continu sur la base d'essais effectués sur des échantillons ponctuels. Propriétés, méthodes d'essai et fréquences minimales d'essais applicables pour les essais d'autocontrôle du fabricant sont mentionnées dans cette norme.

## AUTRES CIMENTS ET NOTIFICATIONS

La norme NF EN 197-4 définit plus spécifiquement les exigences fixées pour les

ciments de haut fourneau à faible résistance à court terme. Aux méthodes d'essais décrites plus haut, viennent ainsi s'ajouter la mesure de chaleur d'hydratation, effectuée selon les normes NF EN 196-8 (méthode par dissolution) ou NF EN 196-9

Tableau 1 – Répartition des 27 ciments courants avec leurs constituants

Types de ciments	Notation des 27 ciments		
<b>CEM I</b> contient au moins 95 % de clinker	Ciment Portland	CEM I	
	Ciment Portland au laitier	CEM II/A-S	
	Ciment Portland à la fumée de silice	CEM II/A-D	
	Ciment Portland à la pouzzolane	CEM II/A-P	
		CEM II/B-P	
		CEM II/A-Q	
		CEM II/B-Q	
	<b>CEM II</b> contient de 65 à 94 % de clinker et de 6 à 35 % d'autres constituants	Ciment Portland aux cendres volantes	CEM II/A-V CEM II/B-V CEM II/A-W CEM II/B-W
		Ciment Portland au schiste calciné	CEM II/A-T CEM II/B-T
		Ciment Portland au calcaire	CEM II/A-L CEM II/B-L CEM II/A-LL CEM II/B-LL
			Ciment Portland composé
	<b>CEM III</b> contient de 36 à 95 % de laitier et de 5 à 64 % de clinker		Ciment de haut fourneau
		Ciment pouzzolanique	CEM IV/A CEM IV/B
			<b>CEM V</b> contient de 20 à 64 % de clinker, de 18 à 50 % de laitier (S) et de 18 à 50% de cendres volantes siliceuse (V) et/ou de pouzzolanes (P, Q)

K = clinker, S = laitier de haut fourneau, D = fumée de silice, P = pouzzolane naturelle, Q = pouzzolane calcinée, V = cendre volante siliceuse, W = cendre volante calcique, T = schiste calciné, L et LL = calcaire

Tableau 2 – Classes de résistance des ciments courants

Classe de résistance	Résistance à la compression			
	Résistance à court terme		Résistance courante à 28 jours	
	à 2 jours	à 7 jours		
32,5 N	-	≥16,0 MPa	≥32,5 MPa	≤52,5 MPa
32,5 R	≥10,0 MPa	-		
42,5 N	≥10,0 MPa	-	≥42,5 MPa	≤62,5 MPa
42,5 R	≥20,0 MPa	-		
52,5 N	≥20,0 MPa	-	≥52,5 MPa	-
52,5 R	≥30,0 MPa	-		

N = court terme ordinaire, R = court terme élevé

(méthode semi-adiabatique). Enfin, certains ciments déjà conformes à la norme NF EN 197-1 peuvent accéder à une notification de qualité d'usage en relation avec la nature et la proportion de leur constituants. Les exigences initiales de la norme NF EN 197-1 sont alors révisées ou complétées par des exigences chimiques, physiques et minéralogiques supplémentaires. Ces notations sont définies par les normes NF P 15-317, NF P 15-318 et NF P 15-319, qui les rendent respectivement aptes aux travaux à la mer ou en environnement moyennement agressif vis-à-vis des sulfates (PM), en utilisation pour béton précontraint (CP) et aux travaux en eaux à haute teneur en sulfates (ES). L'aptitude générale à l'emploi est également établie pour le ciment prompt naturel conforme à la norme NF P 15-314 et, pour le ciment alumineux fondu, conforme à la norme NF P 15-315.

## AUTRES CONTRÔLES DES CIMENTS

Les producteurs et les utilisateurs de ciment disposent d'essais complémentaires, dont les méthodes sont normalisées ou non, qui leur permettent une caractérisation encore plus complète des produits, sans que les niveaux d'exigences ne soient obligatoirement indiqués dans la norme NF EN 197-1, puisqu'il s'agit là du savoir-faire du producteur.

Ainsi, l'analyse chimique complète des matières premières de cimenterie, des crus de fabrication et du clinker Portland,

produit de cuisson à la base des ciments courants, reste un préalable essentiel à une production adaptée de ces produits en vue de leur normalisation. Par l'intermédiaire du calcul minéralogique de Bogue, on peut alors revenir à la composition potentielle des clinkers et des ciments Portland (CEM I).

Cette composition minéralogique peut être vérifiée par analyse diffractométrique aux rayons X, qui permet par ailleurs de vérifier et de quantifier l'état de vitrification des laitiers de haut fourneau. L'examen des clinkers, des ciments et de leurs constituants au microscope optique permet d'accéder à des informations sur l'aspect des minéraux présents, leur distribution, leur association et leur porosité et de renseigner ainsi sur la qualité des matériaux de production.

En ce qui concerne les mesures physiques, la connaissance de la finesse des ciments revêt un rôle majeur lors des opérations de broyage. Les laboratoires disposent alors des appareils de mesure de type Blaine (NF EN 196-6, voir figure 3) qui, couplés à la mesure de masse volumique absolue des poudres (volumétre de Le Châtelier), permettent d'évaluer ce paramètre. D'autres mesures de finesse par tamisage à la main ou sous dépression d'air (méthode Alpine : X 11-640) existent, sans oublier la mesure de granulométrie laser, qui a l'avantage de présenter la distribution des particules selon leur taille.

Le retrait en ambiance dessiccative et le gonflement en eau sont mesurés sur éprouvettes prismatiques de mortier



Figure 2 – Calorimètres de Langavant utilisés pour la mesure de chaleur d'hydratation des ciments

normal, équipées de plots à chacune de leurs extrémités. Ces essais sont régis par la norme NF P 15-436. Cette méthode de mesure est également à l'origine de nombreux essais de gonflement réalisés au laboratoire en milieux agressifs (eau sulfatique, eau de mer, solutions acides...) sur pâte de ciment ou sur mortier.

Tableau 3 – Contrôles physiques des ciments

Classe de résistance	Temps de début de prise	Stabilité
32,5 N	≥75 mn	≤10 mm
32,5 R		
42,5 N	≥60 mn	
42,5 R		
52,5 N	≥45 mn	
52,5 R		

Tableau 4 – Contrôles chimiques des ciments

Propriétés	Norme	Type de ciment	Classe de résistance	Exigences exprimées en % en masse du ciment
Perte au feu	NF EN 196-2	CEM I CEM III	Toutes classes	≤5,0 %
Résidu insoluble	NF EN 196-2	CEM I CEM III	Toutes classes	≤5,0 %
Sulfate (SO <sub>3</sub> )	NF EN 196-2	CEM I CEM II(c)	32,5 N 32,5 R 42,5 N	≤3,5 %
		CEM IV CEM V	42,5 R 52,5 N 52,5 R	
		CEM III(d)	Toutes classes	≤4,0 %
Chlorure	NF EN 196-21	Tous types(e)	Toutes classes	≤0,10 %(f)
Pouzzolanité	NF EN 196-5	CEM IV	Toutes classes	Satisfait à l'essai

(c) Le ciment de type CEM II/B-T peut contenir un maximum de 4,5% de SO<sub>3</sub>, quelle que soit la classe de résistance

(d) Le ciment de type CEM III/C peut contenir un maximum de 4,5% de SO<sub>3</sub>

(e) Le ciment de type CEM III peut contenir plus de 0,10 % de chlorure mais, dans ce cas, la teneur maximale en chlorure doit figurer sur l'emballage et/ou le bon de livraison

(f) Pour des applications en précontrainte, les ciments peuvent être produits selon une exigence plus basse.

Dans ce cas, la valeur de 0,10 % doit être remplacée par cette valeur plus basse qui doit être mentionnée sur le bon de livraison

Tableau 5 – Additions pour béton

Propriété Référentiel	Référence d'essai	Additions calcaires NF P 18-508	Additions siliceuses NF P 18-509	Cendres volantes NF EN 450-1	Fumée de silice NF EN 13263-1	Laitier granulé de haut fourneau NF EN 15167-1
<b>Chimie</b>						
Perte au feu	EN 196-2	-	Vss : 0,15 %	A < 5,0 % 2,0 % < B < 7,0 % 4,0 % < C < 9,0 %	≤ 4,0 %	≤ 3,0 %
Chlorures	EN 196-2	Vss : 0,1 %	Vss : 0,10 %	≤ 0,10 %	≤ 0,3 %	≤ 0,10 % Commentaires normatifs pour dérogation
Sulfures	EN 196-2	-	-	-	-	≤ 0,2 %
Sulfates	EN 196-2	Vss : 0,15 %	-	≤ 3,0 %	≤ 2 %	≤ 2,5 %
Soufre total	NF P 18-582	Vss : 0,40 %	Vss : 0,15 %	-	-	-
Alcalins	EN 196-2	À déclarer	À déclarer	Na <sub>2</sub> O éq* ≤ 5,0 %	À déclarer	-
Oxyde de calcium libre	EN 451-1	-	-	-	≤ 1,0 %	≤ 2,5 %
Oxyde de calcium réactif	EN 197-1 § 3.1	-	-	≤ 10,0 %	-	-
Oxyde de magnésium	EN 196-2	-	-	≤ 4,0 %*	-	≤ 18 %
Carbonates	Annexe A	Vsi (calc. + dol.) : 90 % Vsi CaCO <sub>3</sub> : 65 %	-	-	-	-
Matière organique	Annexe B	Vss : 0,2 %	-	≥ 25 %*	-	-
Silice réactive	EN 197-1 § 3.2	-	-	-	≤ 0,2 %	-
Silice élémentaire	ISO 6286	-	-	-	Classe 1 ≥ 85 % Classe 2 ≥ 80 %	-
Silice	EN 196-2	-	Vsi : 96,0 %	(SiO <sub>2</sub> + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	-	-
Alumine	EN 196-2	-	-	-	-	-
Oxyde de fer	EN 196-2	-	-	≥ 70 %*	-	-
Phosphate soluble	Annexe C	-	-	< 100 mg/kg	-	-
<b>Physique</b>						
Teneur en eau	NF P18-555 Annexe A	≤ 1,0 %	Sèche < 0,5 %	-	-	≤ 1,0 %
Valeur de bleu	EN 933-9	Vss : 1,0 g bleu /100g	Vss : 1,0 g bleu /100g	-	-	-
Extrait sec de suspensions		-	-	-	-	-
Masse volumique	NF P18-558	À déterminer	Vsi < kg/m <sup>3</sup> < Vss 2600 < A < 2700 2250 < B < 2450	-	-	-
	EN 196-6	-	-	Pas à plus de ± 200 kg/m <sup>3</sup> de la valeur déclarée	-	-
Finesse	EN 196-6	Vsi : 220 m <sup>2</sup> /kg	Vsi : 150 m <sup>2</sup> /kg (Ht finesse : 550)	Catégorie N ≤ 40 % Catégorie S ≤ 12 %	-	≥ 275 m <sup>2</sup> /g
	EN 451-2	-	-	-	15,0 ≤ BET ≤ 35,0 m <sup>2</sup> /g	-
	ISO 9277	-	-	-	-	-
Granularité	X 11-640 / 667	Passant à 63 µm Vsi : 70 %	Passant à : (Vsi) 160 µm : 95 % 63 µm : 55 % (ht finesse) 12 µm : 95 %	-	-	-
Temps de prise initial	EN 196-3	-	-	Mélange 25/75 ≤ 2 x le début de prise du ciment référent	-	Mélange 50/50 ≤ 2 x le début de prise du ciment référent
Stabilité	EN 196-3	-	-	Mélange 30/70 ≤ 10 mm (pour CaO libre ≤ 1,0 %)	-	-
Eau nécessaire au gâchage	Annexe B	-	-	Catégorie S ≤ 95 % (du ciment référent)	-	-
Réactivité aux alcalins	FD P 18-542 XP P 18-585	≤ 0,05 % (à 6 mois)	-	-	-	-
Indice d'activité	EN 196-1	Mélange 25/75 Vsi à 28 jours : 0,71	Mélange 25/75 Vsi à 28 jours : 0,70 ht finesse : 0,80	Mélange 25/75 à 28 jours ≥ 75 % à 90 jours ≥ 85 %	Mélange 90/10 à 28 jours ≥ 100 %	Mélange 50/50 à 7 jours ≥ 45 % à 28 jours ≥ 70 %

\* Seulement pour les cendres volantes de combustion de charbon pulvérisé