

---

# Méthode d'évaluation quantitative de la profondeur de pénétration d'hydrofuges de surface par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Lucquiaud Vincent<sup>1</sup>,

<sup>1</sup> GeMMe Matériaux de construction, Département ArGENCo, Université de Liège, Liège, Belgique, [vincent.lucquiaud@ulg.ac.be](mailto:vincent.lucquiaud@ulg.ac.be)

Prix Jeunes Chercheurs « René Houpert »

---

*RÉSUMÉ. L'application d'hydrofuges de surface pour la protection de structures en béton armé est de plus en plus répandue. Ceux-ci présentent un très bon comportement vis-à-vis de la réduction de la pénétration de l'eau liquide et des chlorures dans les matériaux de construction poreux. Cette étude a pour objet la caractérisation quantitative de la profondeur de pénétration d'hydrofuges de surface à base de silane en solvant aqueux. La technique de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier sur des pastilles de KBr est utilisée. Cette technique est très efficace pour le contrôle-qualité de la profondeur de pénétration. Les résultats expérimentaux ont montré que la profondeur de pénétration est proportionnelle à la concentration en matières actives des produits.*

*ABSTRACT. Water-repellents are increasingly used in recent years. Those ones show an interesting behaviour regarding liquid water and chlorides penetration in porous building materials. This paper proposes a quantitative method to determine the penetration depth of several silane water based solvent water-repellents. The method is the FT-IR spectroscopy using KBr platelets. This technique is very efficient for quality-control of quantitative penetration depth. Results show that penetration depth is proportional to active content*

*MOTS-CLÉS : Hydrofuges, FTIR, Profondeur de pénétration, Contrôle qualité.*

*KEYWORDS: Water-repellents, FTIR, Penetration depth, Quality-control.*

---

## 1. Introduction

La durabilité des constructions en béton armé dépend fortement de leurs interactions avec leur environnement. Parmi les facteurs les plus critiques qui peuvent impacter la structure, la pénétration d'agents chimiques agressifs tels que les chlorures issus de projections de sels de déverglaçage sont les plus répandus. Les infiltrations d'eau sont également problématiques car elles peuvent être à l'origine de réactions expansives internes telles le gel/dégel ou des réactions sulfatiques [COU 2009]. Pour lutter contre ces dégradations, une solution intéressante est l'application d'un traitement hydrofuge sur la façade de la structure.

L'utilisation des premiers traitements hydrophobes remonte à l'antiquité. Les romains avaient déjà pris conscience des problématiques engendrées par les infiltrations d'eau dans le béton. Ceux-ci utilisaient des produits naturels organiques tels que de la cire ou de l'huile de lin [SIM 2005]. Aujourd'hui, les industriels se tournent de plus en plus vers les silanes, monomères organo-siliconés. Ceux-ci présentent une profondeur de pénétration plus importante et une meilleure résistance aux intempéries [LUC 2014]. Actuellement, les plus répandus sur le marché sont dilués dans un solvant aqueux ou à base d'alcool. Cependant, la tendance est de se diriger vers des produits de plus en plus concentrés en matières actives et d'abandonner les solvants sous forme alcool pour des raisons environnementales. On trouve également depuis peu sur le marché des produits sous forme d'émulsions crémeuse.

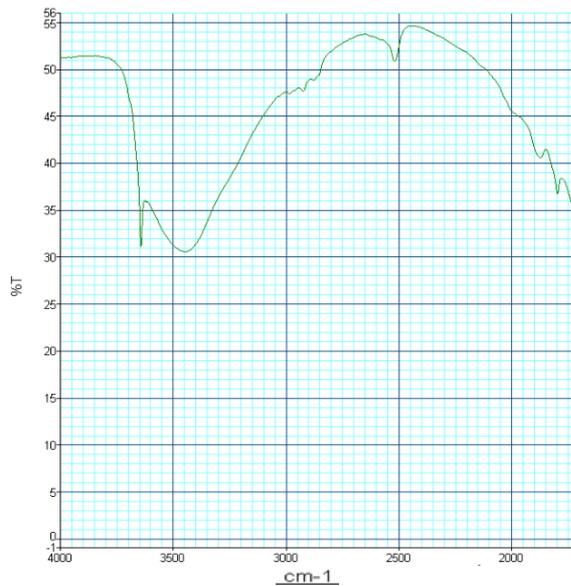
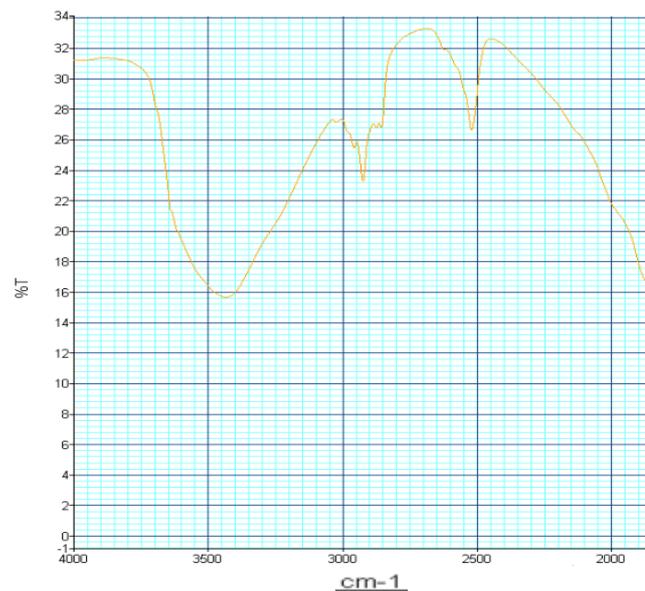
Il existe des hydrofuges de surface pour tous les types de matériaux de construction poreux (béton, briques, mortier). Le principe d'un tel traitement est d'abaisser la tension superficielle du support afin de le rendre répulsif à l'eau. Après application, l'agent hydrofuge pénètre par absorption capillaire dans la couche extérieure de béton et polymérise. La profondeur de pénétration dépend de la nature chimique du produit, du solvant, des conditions extérieures et de la composition du béton. Les produits hydrofuges présentent l'avantage de respecter l'apparence et la texture initiale de la structure, d'être relativement simples à appliquer (à la brosse, au pinceau ou au spray) et de présenter un très bon rapport qualité/prix.

Les paramètres qui caractérisent la qualité d'un hydrofuge de surface sont le taux de matières actives diluées dans un solvant et la profondeur de pénétration du produit dans le support. Cette dernière caractéristique est délicate à déterminer qualitativement et quantitativement et nécessite des techniques complexes [DEC 2008][HER 2011]. Le but de cette étude est par conséquent de mettre au point une technique de spectroscopie infrarouge permettant de quantifier la profondeur de pénétration d'agents hydrofuges à base de silane.

## 2. Spectroscopie infrarouge

### 2.1. Théorie

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une méthode utile pour déterminer les traces de matières organiques dans des matrices complexes telles que le béton. En effet, dans le cas des adjuvants ou agents hydrophobes, ceux-ci sont présents en quantité. Ils peuvent être identifiés grâce aux pics allant de  $3100 \text{ cm}^{-1}$  à  $2800 \text{ cm}^{-1}$  et sont attribués aux groupes  $\text{CH}_2\text{-CH}_3$  appartenant à la molécule de silane. Ces groupements alkyles sont situés sur le radical de la molécule et sont responsables de son caractère hydrophobe. La figure 1 présente la transmittance d'une spectroscopie infrarouge d'un béton non hydrofugé. On observe la présence d'un faible pic entre  $3100 \text{ cm}^{-1}$  à  $2800 \text{ cm}^{-1}$  correspondant à la présence de trace organique issu probablement d'une pollution extérieure. La figure 2 correspond à la spectroscopie infrarouge d'un béton saturé en hydrofuge. On remarque la présence d'un pic de plus grande intensité qui traduit la présence de matières organiques en plus grande quantité. Par conséquent, déterminer la valeur de l'aire sous le pic permet de quantifier la concentration en hydrofuge d'un béton donné.

**Figure 1.** Spectroscopie infrarouge d'un béton non hydrofugé**Figure 2.** Spectroscopie infrarouge saturé en hydrofuge

## 2.2. Méthode

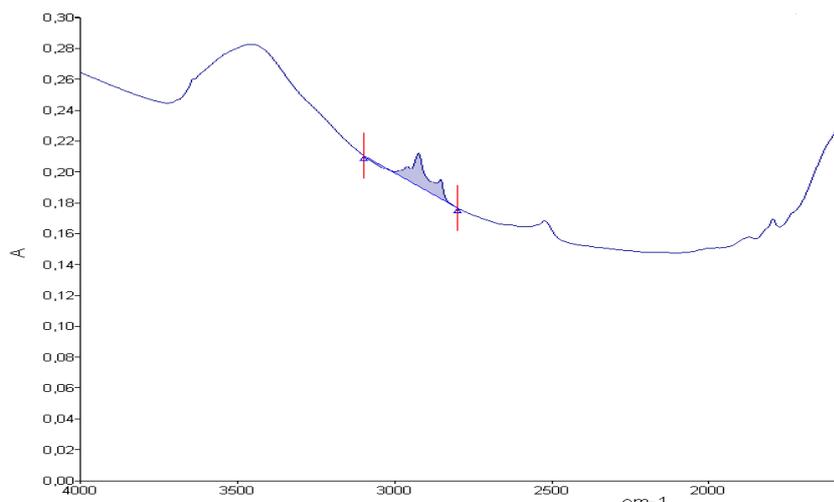
Selon la loi de Beer-Lambert, un rayonnement électromagnétique de longueur d'onde  $\lambda$  et d'intensité  $I$  traversant un milieu transparent subit une diminution exponentielle selon la distance parcourue et la densité des espèces absorbantes selon l'équation :

$$I(\lambda, X) = I_0(\lambda).e^{-\alpha X} \quad (1)$$

D'autre part, la valeur de l'absorption  $A$  d'un pic caractéristique d'une substance est proportionnel à la concentration  $c$  de cette substance ainsi qu'au coefficient d'absorption molaire  $\epsilon$  et à la largeur  $l$  de l'échantillon.

$$A = \log(I_0/I) = c.l.\epsilon \quad (2)$$

En utilisant l'équation (2), il est possible de quantifier la présence d'une substance donnée dans une matrice complexe [GUN 1996]. En effet, la présence ou non de pics pour des longueurs d'onde allant de  $3100 \text{ cm}^{-1}$  à  $2800 \text{ cm}^{-1}$  correspond à l'excitation du groupe  $\text{CH}_2\text{-CH}_3$  et traduit qualitativement la présence d'hydrofuge. Pour quantifier celui-ci, il est nécessaire de passer par une méthode graphique. Une représentation de la méthode est présentée dans la figure 1. L'aire sous le pic  $\text{CH}_2\text{-CH}_3$  est évaluée automatiquement par le logiciel. Il est important de conserver durant toute la durée de l'étude les mêmes valeurs d'abscisses. Une droite  $d$  est tracée entre les points A ( $3100 \text{ cm}^{-1}$ ) et B ( $2800 \text{ cm}^{-1}$ ), puis l'aire entre  $d$  et la courbe d'absorbance est calculée. La valeur obtenue est par la suite utilisée pour l'évaluation quantitative de la présence d'hydrofuge. Un exemple est présenté figure 3.

**Figure 3.** Calcul de l'aire sous le pic d'absorption

### 2.3. Evaluation quantitative de la profondeur de pénétration

Afin de pouvoir quantifier la présence d'hydrofuges dans le béton à une profondeur donnée, il est nécessaire de connaître la valeur correspondant à une saturation de 100% du béton en hydrofuge. Pour cela, un échantillon non traité de même composition et de même gâchée est immergé pendant 24h dans un hydrofuge. On considère que la surface des échantillons immergés est saturée en hydrofuge ( $S = 100\%$ ). La valeur de l'aire sous le pic correspondant à la surface des échantillons saturés ( $A_{sat}$ ) est supposée maximale et sera utilisée comme référence. L'aire sous les pics correspondant à la surface des échantillons saturés est appelé  $A_{sat}$ . Ce protocole est reproduit pour tous les hydrofuges étudiés. Les résultats sont présentés sous la forme d'un rapport  $S$  (équation 3) entre l'aire sous les pics mesurée à une profondeur donnée  $A_{mes}$  et  $A_{sat}$  : ce facteur  $S$  représente le degré de saturation.

$$S = A_{mes} / A_{sat} \quad (3)$$

Pour la saturation de l'échantillon par l'hydrofuge sous forme de crème, une couche de plusieurs centimètres est déposée à la surface. Le spectre infrarouge des hydrofuges seuls est également analysé pour vérifier la présence des pics  $CH_2-CH_3$ . Le béton non traité est également passé au spectromètre infrarouge selon la même méthode. Conformément aux attentes, seulement une trace négligeable de matière organique est décelée.

### 2.4. Evaluation qualitative de la profondeur de pénétration par mesure de l'angle de contact

Des mesures d'angles de contact en fonction de la profondeur du béton ont également été effectuées. Une goutte d'eau de  $5\mu l$  est déposée à la surface du béton au moyen d'une seringue guidée électroniquement. L'angle de contact entre cette microgoutte est mesuré au moyen d'un goniomètre numérique. La valeur de l'angle de contact obtenue renseigne sur la présence ou non d'hydrofuge de surface. Un angle de contact inférieur à  $90^\circ$  traduit un comportement hydrophile du béton et par conséquent l'absence d'agent hydrophobes. A contrario un angle de contact supérieur à  $90^\circ$  souligne la présence d'hydrofuges. Cette méthode est précise et rapide à mettre en œuvre, mais présente le désavantage de ne fournir que des informations qualitatives sur la présence ou non d'hydrofuge.

### 3. Protocole expérimental

#### 3.1. Formulation des bétons

Pour cette étude, une seule composition de béton a été utilisée avec un ciment CEM I 52.5. La quantité de ciment par m<sup>3</sup> de béton est de 350 kg. Le rapport Eau/Ciment est de 0,6. La taille maximale des granulats est de 8 mm. Les granulats utilisés sont du sable de Rhin 0/4 et des graviers de Moselle 4/8. Deux dalles de 40x40x8cm ont été coulées : 4 cylindres de 15 cm de diamètre et de 8 cm d'épaisseur sont carottés par dalle. Une tranche de 1,5 cm est ensuite découpée à la scie électrique sur les deux extrémités des échantillons pour retirer la laitance donnant une épaisseur finale aux échantillons de 5 cm. Des échantillons cubiques de 150 mm de côté ont été également fabriqués pour la mesure de résistance en compression. La résistance en compression à 28 jours est de 50 MPa.

#### 3.2. Hydrofuges de surfaces

Quatre hydrofuges de surface commercialement disponibles sont sélectionnés dans cette étude, i.e. un silane sans solvant dont le taux de matières actives est proche de 100%, une imprégnation hydrophobe de consistance crémeuse à base de silane avec un taux en matières actives de 80%, et deux imprégnations hydrophobes de consistance liquide, à base de concentré de silane en émulsion aqueuse de matières actives en proportions de 20% et 40%, respectivement. Les compositions sont rapportées dans le tableau 1. Chaque hydrofuge est appliqué au pinceau circulaire avec une consommation 300 g/m<sup>2</sup> (+/- 5g/m<sup>2</sup>). Pour permettre une polymérisation optimale, les échantillons sont ensuite stockés pendant 14 jours à 21°C et 60% d'HR après application. Les quatre échantillons utilisés pour mesurer la valeur de saturation sont immergés pendant 24 h dans un hydrofuge puis stockés dans les mêmes conditions.

**Tableau 1.** *Hydrofuges de surfaces*

Hydrofuge	Molécule	% massique de matières actives	Solvant	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Consommation (g/m <sup>2</sup> )	Profondeur de pénétration attendue (fabricant)
A	silane	99%	/	0.9	298,3	>10mm
B	silane	80%	crème	0.9	301,6	>10 mm
C	silane	40%	aqueux	0.95	297,0	<10mm
D	silane	8,5%	aqueux	1.01	304,8	2-3mm

#### 3.3. Préparation des échantillons

La surface des échantillons traités est grignotée au moyen d'un profile grinder jusqu'à 20 mm de profondeur. A chaque millimètre, la poudre de béton issue du grignotage est récupérée. Pour chaque profondeur, 5 mg de la poudre récoltée sont mélangés et broyés avec 20 mg de KBr. Le mélange obtenu est ensuite pressé à 8 bars jusqu'à obtention d'une pastille de 1 cm de diamètre et quelques dixième de millimètre d'épaisseur d'environ avant d'être analysé par spectroscopie infrarouge.

L'utilisation d'échantillons en pastilles de KBr présente un éparpillement non reproductible des radiations infrarouges sur la surface d'un échantillon transparent. De plus, une répartition inhomogène de la poudre dans l'échantillon ainsi qu'une variation d'épaisseur ne peuvent être évités. Ces problèmes peuvent mener à une erreur relative d'approximativement 10% [SCH 1992]. Cependant, cette préparation est la seule méthode disponible pour la spectroscopie infrarouge des bétons et pour cette application la précision est satisfaisante.

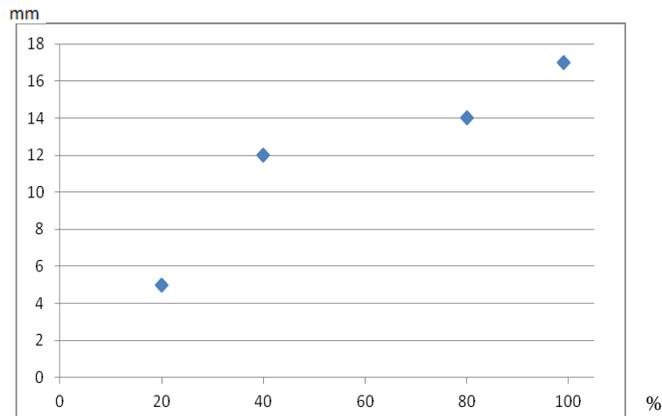
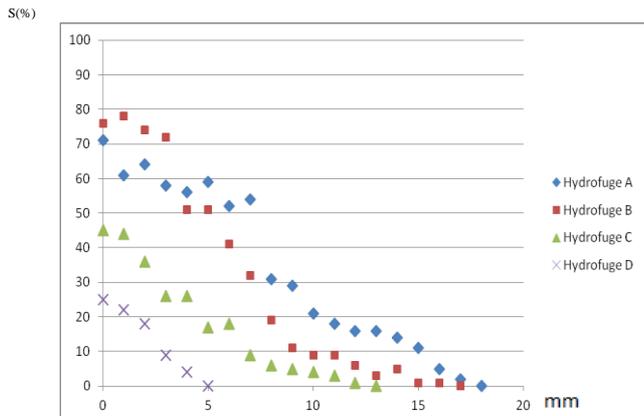
### 4. Résultats et discussions

Une évaluation quantitative de la profondeur de pénétration des hydrofuges de surfaces est présentée sur la figure 2. A la surface, le degré de saturation dépend de la concentration en matières actives. En effet, les produits présentant de fortes concentrations en matières actives ont des degrés de saturation en hydrofuges bien supérieurs au produit intermédiaire et d'entrée de gamme. Les produits haut de gamme (produits A et B) ont un degré de

saturation compris entre 70 et 75%, tandis que le produit de milieu de gamme (produit C) a un degré de saturation de 44% et que le produit bas de gamme (D) a un degré de saturation de 25%.

**Figure 4.** Degré de saturation en hydrofuge du béton en fonction de la profondeur.

**Figure 5.** Profondeur de pénétration des hydrofuges en fonction de la concentration en matière actives

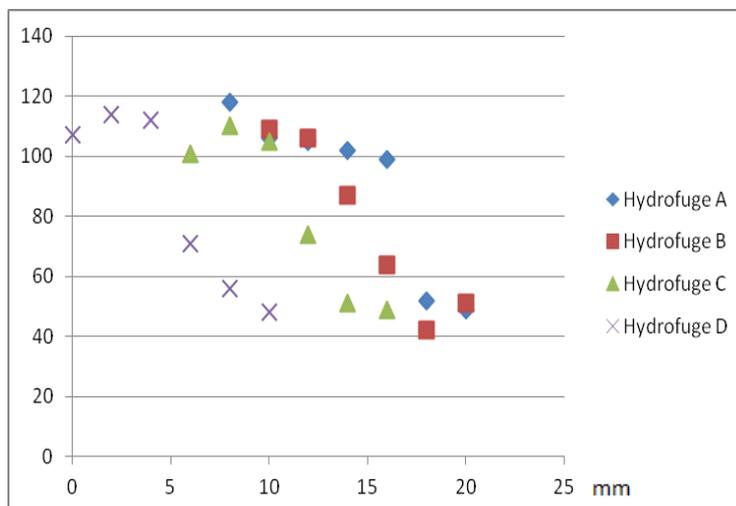


Pour de faibles profondeurs (entre 0 et 5mm), le produit B sous forme de crème présente un degré de saturation supérieur au produit A (silane pur). Pour des profondeurs plus grandes, le produit A présente une saturation en hydrofuge plus importante. Ce résultat peut être expliqué par la nature du solvant du produit B. En effet, un produit sous forme d'émulsion aqueuse présente l'avantage, par rapport à un silane pur, de fournir la quantité d'eau nécessaire à la polymérisation complète du produit tout en maintenant une concentration en matière active. Un tel solvant présente également l'avantage d'avoir une évaporation très lente et prolonge la durée de polymérisation de l'agent hydrofuge [JOH 2010]. Cependant celui-ci, de part sa forme, diffuse moins dans le support qu'un produit sous forme liquide ce qui explique que le produit A possède des degrés de saturation plus grand pour des profondeurs plus importantes.

La figure 3 montre qu'il semble exister une relation linéaire entre la profondeur de pénétration et la concentration. Les produits C et D ont une profondeur de pénétration supérieure à celle attendue (fiche technique). Ceci peut être expliqué par le fait que la consommation en hydrofuge appliquée sur l'échantillon est supérieure à celle recommandée par le fabricant (200 g/m<sup>2</sup> et 50 à 200 g/m<sup>2</sup>, respectivement, pour les produits C et D). Les autres produits ont des profondeurs de pénétration également supérieures aux attentes.

La profondeur de pénétration des agents hydrofuges à une profondeur donnée a également été évaluée par mesure de l'angle de contact. Les échantillons ont également été grignotés au moyen du profile grinder jusqu'à la profondeur souhaitée. L'angle de contact est ensuite mesuré. Les résultats sont présentés dans la figure 6. Les valeurs des profondeurs de pénétrations obtenues des deux méthodes sont comparées dans le tableau 2.

**Figure 6.** Angle de contact en fonction de la profondeur



**Tableau 2.** Comparaison des profondeurs de pénétration obtenues par spectroscopie infrarouge et mesure de l'angle de contact.

Hydrofuges	Spectroscopie infrarouge (mm)	Angle de contact (mm)
A	18	17
B	17	15
C	13	12
D	5	5

Comme pour les mesures effectuées par spectroscopie infrarouge les hydrofuges A et B présentent les profondeurs de pénétration les plus importantes (respectivement 18 et 17 mm). L'hydrofuge C pénètre dans le béton à une profondeur de 12 mm. Le produit D présente une profondeur de pénétration identique pour les deux méthodes (5 mm). Dans l'ensemble, les valeurs obtenues par mesure de l'angle de contact sont légèrement inférieures à celles obtenues par spectroscopie infrarouge. Cela peut se justifier par le fait que pour des profondeurs proches de la profondeur de pénétration, les concentrations en hydrofuges sont très faibles. Par conséquent, à de telles profondeurs, on trouve une trace d'agents hydrophobes mais pas en quantité suffisante pour modifier significativement l'angle de contact.

## 5. Conclusions

L'utilisation de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une technique intéressante pour la caractérisation de la profondeur de pénétration des hydrofuges de surface. Celle-ci permet d'identifier et d'évaluer quantitativement la présence d'hydrofuge de surface dans le béton et dans tous les matériaux de construction poreux en général. Cette méthode est une solide base pour un contrôle-qualité efficace et permet de vérifier si les profondeurs de pénétration requises ont été atteintes.

Les résultats ont montré que les produits avec de fortes concentrations en matières actives sont les plus performants vis-à-vis du degré de saturation et de la profondeur de pénétration. La profondeur de pénétration semble être proportionnelle à la concentration en matières actives.

L'étude de la caractérisation de la tension superficielle du béton et des essais de thermogravimétrie en fonction de la profondeur du béton seront réalisés dans l'année en cours. De plus l'influence de la consommation en hydrofuges sur la profondeur de pénétration pourra être prise en compte.

## 6. Remerciements

Cette étude a été financée par la région wallonne par le biais du service public de programmation politique scientifique (BELSPO) dans le cadre du projet REDMONEST. Les partenaires industriels SIKA, MAPEI et BASF ont fourni les produits étudiés. L'auteur remercie Luc Courard, Frédéric Michel et l'ensemble du personnel du Laboratoire des Matériaux de Construction de l'Université de Liège pour l'aide et les conseils apportés.

## 7. Références

- [COU 2009] COURARD L., VAN DER WIELEN A., DARIMONT A., « From defects to causes: pathology of concrete and investigation methods». *17th Slovenski kolokvij o betonih*, Ljubljana, 19 May 2009, Ljubljana, IRMA, J. Sustercic, p29- 48.
- [SIM 2005] SIMONNET C., *Le béton : histoire d'un matériau*, Marseille, Ed Hermès, 1997.
- [LUC 2014] LUCQUIAUD V., COURARD L., MICHEL F., GERARD O., HANDY M., HAGGOUN S., COUSTURE A., « Evaluation of the durability of hydrophobic treatments on concrete architectural heritage », *7th International Conference on Water-Repellent Treatments on Protective Surface Technology for Building Materials*, Lisbonne, 11-12 Septembre 2014, Aedificatio publisher , p. 14-23.
- [HER 2011] HERB H., BRENNER-WEISS G., GERDES A., « Characterization of degradation of silicon-based water repellent by MALDI-TOF/MS », *6th International Conference on Water-Repellent Treatments on Protective Surface Technology for Building Materials*, Rome, 2011, Aedificatio publisher, p. 61-68.
- [DEC 2008] DE CLERQ H., « Function of silanes type on its reactivity for surface and in depth application to different substrates», *5th International Conference on Water-Repellent Treatments on Protective Surface Technology for Building Materials*, Bruxelles , 2008, Aedificatio publisher, p. 17-30.
- [SCH 1992] SCHWEDT G., *Atlas de l'analyse*, Stugart, Ed Georg Thiem, 1992.
- [GUN 1996] GUNZLER H., HEISE H.M., *Spectroscopie IR : une introduction*, , Ed Chemie, 1992.
- [JOH 2010] JOHANSSON A., JANZ M., SILFWERBRAND J., TRAGARDH., J« Penetration profiles of water repellent agents in concrete as a function of the time – determined with FTIR-spectrometer», *NCR*, vol. 41, n° 4, 2010, p. 51-60.