
Influence de la température et de l'hygrométrie sur la perméabilité à l'Azote du béton

Hatem KALLEL^{1,2*}, Hélène CARRÉ¹, Christian LABORDERIE¹, Benoit MASSON², Nhu Cuong TRAN³

¹SIAME EA-4581, University of Pau and Pays de l'Adour, France

²EDF, SEPTEN, Villeurbanne, France

³EDF R&D, MMC, avenue des Renardières - Ecuelle, 77181 Moret sur Loing Cedex, France

* Corresponding Author, hatem.kallel@univ-pau.fr

RÉSUMÉ. Les enceintes de confinement sont sollicitées lors d'un accident grave par la modification thermodynamique du milieu interne qui génère une pression pouvant monter jusqu'à 5 bars, une température évaluée au maximum à 140 °C et une humidité relative pouvant aller jusqu'à la saturation [Masson 13]. Au-delà de calculs réglementaires, la complexité de la sollicitation nécessite une bonne connaissance du comportement mécanique et thermique des matériaux et en particulier du béton dans la gamme de température et d'hygrométrie imposée afin de mener les simulations numériques les plus réalistes possibles.

Cette étude a consisté à déterminer l'évolution de la perméabilité relative à l'azote du béton en fonction de la température jusqu'à 90 °C et du pourcentage de saturation en eau du béton. Les essais de perméabilité sont réalisés sous conditions thermo-hydriques contrôlées. La température (T) est fixée à deux valeurs cibles : 30 et 90 °C. Les quatre degrés de saturation en eau liquide du béton (S_w) varient entre 0 % et 70 %. Les différents degrés de saturation en eau liquide des éprouvettes sont obtenus par le contrôle de l'humidité relative de l'ambiance entourant l'éprouvette. La perméabilité diminue avec S_w et les résultats obtenus à 30 et 90 °C sont très similaires.

ABSTRACT. The containments buildings of nuclear power plants are solicited during a severe accident by a thermodynamic modification of their internal environment. The critical scenario is represented by an increase of pressure up to 5 bars, a maximum temperature of 140°C and the relative humidity up to the saturation [Masson 13]. Beyond the regulatory calculations, the complexity of the solicitation requires a deep knowledge of the mechanical and thermal behaviour of concrete under the defined hygrothermal conditions. This study is also fundamental to enhance the representativeness of numerical simulations.

The influence of temperature (up to 90°C) and degree of saturation on relative permeability to nitrogen has been investigated. The permeability tests have been performed under hydro-thermal controlled conditions. The temperature has been kept constant at two target values: 30 and 90°C. For each temperature level, four values of degree of saturation ranging from 0% to 70% have been tested. The degree of saturation of samples has been obtained by controlling relative humidity of the surrounding environment. The permeability decreases with S_w and the results obtained at 30 and 90 °C are very similar.

MOTS-CLÉS : Béton, perméabilité, humidité relative, température

KEY WORDS: Concrete, permeability, relative humidity, temperature

1. Introduction

Des mesures de perméabilité sous température contrôlée mais sans contrôle d'humidité et des essais de perméabilité à différents degrés de saturation en eau à la température ambiante existent dans la littérature [Chen 11], [Choinska 06], [Poyet 13], mais il n'existe pas, à notre connaissance, de mesures de perméabilité sous température et humidité contrôlées.

Il est intéressant d'étudier l'évolution de la perméabilité à l'azote en fonction de la température et du degré de saturation en eau. En effet, ces deux paramètres ont une influence sur les valeurs de perméabilité, l'effet de leur combinaison doit donc être étudié.

L'objectif de l'étude expérimentale présentée dans cet article est de caractériser l'évolution de la perméabilité sous température et degré de saturation en eau contrôlés. Dans ce but, les essais de perméabilité sont réalisés sous conditions thermo-hydriques contrôlées. La température (T) est fixée à deux valeurs cibles : 30 et 90 °C. Les quatre degrés de saturation en eau liquide du béton (S_w) varient entre 0 % et 70 %. Les degrés de saturation en eau liquide des éprouvettes sont obtenus par le contrôle de l'humidité relative de l'ambiance entourant l'éprouvette [Auroy 14], [Brue 09], [Drouet 10].

2. Préparation des échantillons

Le principe de l'essai est d'injecter de l'azote à l'intérieur d'un cylindre creux en béton et de mesurer la perméabilité radiale de ce cylindre [Khaddour 14]. Pour cela, les échantillons testés sont des cylindres creux de 123 mm de diamètre extérieur et de 52 mm de diamètre intérieur et de 50 mm de hauteur. Pour la préparation des échantillons, tout d'abord, une mini poutre a été carotée pour obtenir trois échantillons de diamètres extérieurs égaux à 123 mm. Ensuite, on rectifie les deux surfaces de l'éprouvette pour avoir deux surfaces bien planes et parallèles, puis, on fait un carottage centré de diamètre égal à 52 mm et on refait de nouveau la rectification des échantillons. L'étanchéité des faces inférieure et supérieure est assurée au moyen d'un adhésif en aluminium (cf. figure 1). Cela évite le passage de gaz à travers ces surfaces.



Figure1. : *Éprouvette de l'essai de perméabilité*

Après une maturation dans l'eau pendant une durée minimale de trois mois, les échantillons sont placés dans des bidons étanches pendant une durée minimale de six mois pour réaliser leur mise en équilibre hydrique. L'humidité relative au sein des bidons est régulée au moyen de solutions salines sursaturées. Dans chaque bidon, trois éprouvettes ont été disposées. Afin d'accélérer le processus, les bidons ont été mis dans une étuve à 60 °C.

Dans cette étude, le matériau est considéré comme sec lorsque sa masse est stabilisée après chauffage à 60 °C. Le contrôle de l'équilibre se fait par un suivi régulier de l'évolution de la masse des échantillons. On suppose qu'il est atteint lorsque la masse du matériau ne varie plus de plus de 0,1% entre deux pesées successives espacées d'au moins une semaine.

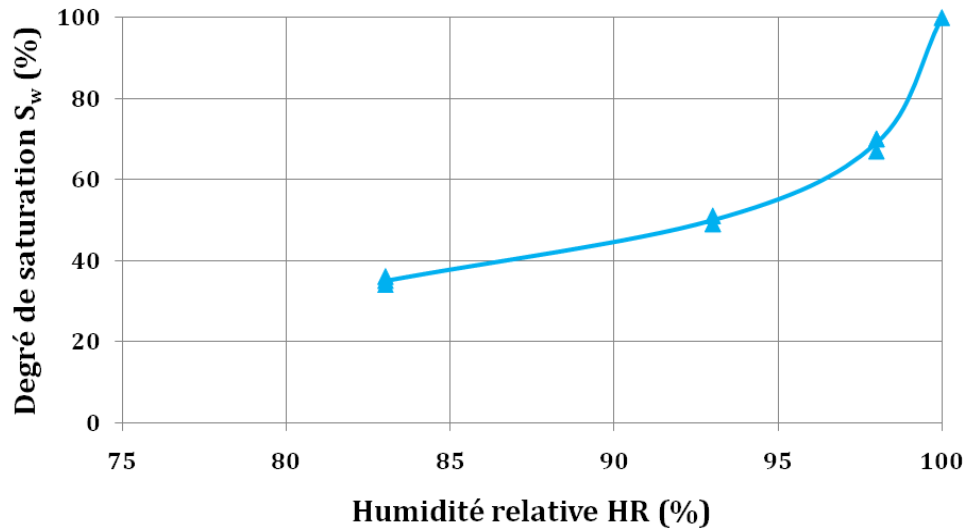


Figure 2. : Degré de saturation des matériaux en fonction de l'humidité relative à 60°C.

Le Tableau 1 donne les différents degrés de saturation en eau des éprouvettes pour les différentes ambiances c'est à dire les différentes solutions salines. Les mesures ont été faites pour 3 éprouvettes pour chaque ambiance.

Solution saline	Sec	Chlorure de potassium	Nitrate de potassium	Sulfate de potassium
Température (°C)	60	60	60	60
H _r	0	83 %	93 %	98 %
S _w	0 %	34 %	49 %	67 %
		35 %	49 %	70 %
		36 %	51 %	70 %
S _w moyen	0 %	35 -1/+1 %	50 -1/+1 %	69 -2/+1 %

Tableau 1. : Pourcentage des saturations en eau des échantillons.

3. Dispositif d'essai

Le dispositif expérimental permet d'effectuer des mesures de perméabilité à l'azote du béton sous température et humidité contrôlées. Une vue d'ensemble du banc expérimental est visible sur la Figure 3. Il est constitué des dispositifs permettant d'appliquer des charges mécaniques, de réguler la température et l'humidité relative, de mesurer la perméabilité à l'azote de l'éprouvette. Ces dispositifs sont présentés dans les paragraphes suivants.

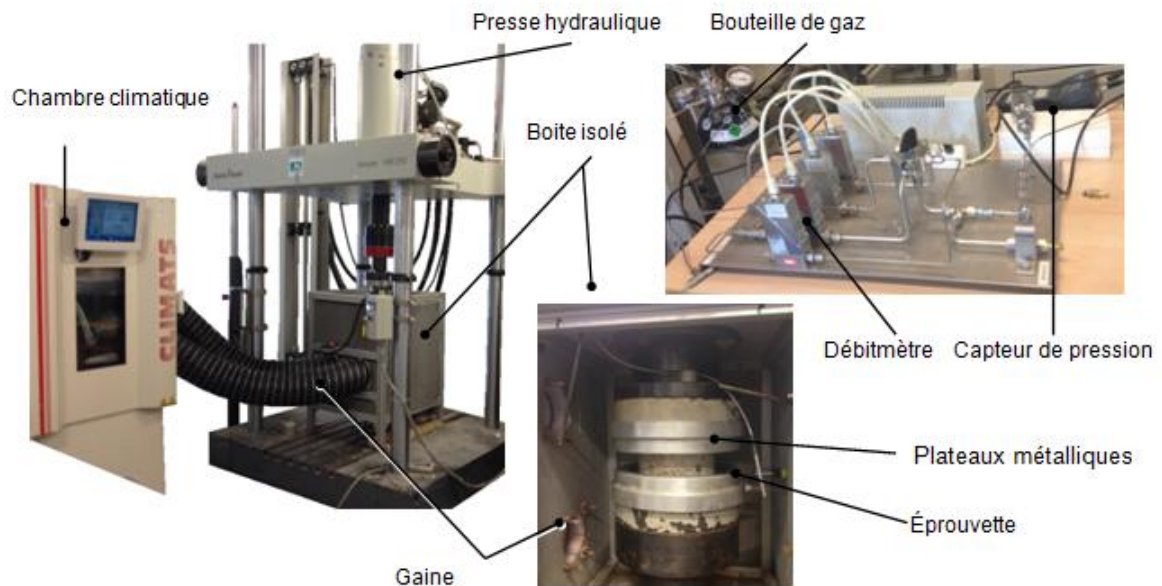


Figure 3. : Dispositif d'essai.

Le dispositif de mesure de la perméabilité, dont le schéma de principe du fonctionnement est présenté sur la Figure 4. , comprend :

- une bouteille d'alimentation en azote munie d'un détendeur
- un régulateur maintenant le niveau de pression
- un capteur de pression
- un baromètre digital
- un débitmètre massique.

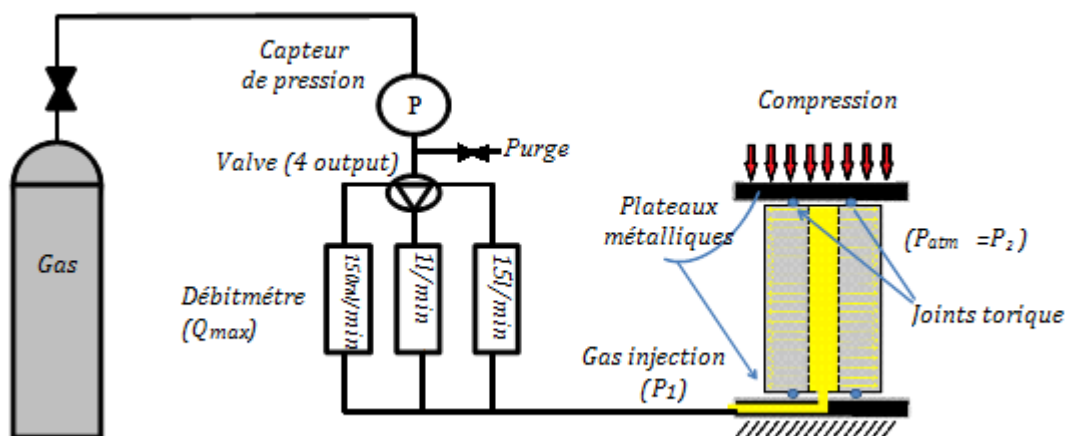


Figure 4. : Schéma global du dispositif de mesure de la perméabilité

La méthode de mesure de la perméabilité au gaz consiste à appliquer une pression relative constante du gaz ΔP (différence entre la pression injectée absolue P_i et la pression atmosphérique P_{atm}) jusqu'à la stabilisation de l'écoulement du gaz à travers le matériau (régime permanent). Le gaz utilisé est l'azote (N_2) sec, car il reste inerte vis-à-vis des constituants du béton. L'échantillon est placé dans la cellule du perméamètre constituée d'un système à deux plateaux métalliques (Figure 5). Par l'intermédiaire d'un plateau métallique percé, dont le diamètre est adapté pour le centrage de l'éprouvette cylindrique utilisée, le gaz est injecté au niveau de la surface inférieure de l'échantillon à une pression P_i réglée par le régulateur maintenant le niveau de pression, puis

mesurée par le capteur de pression. L'injection est effectuée par l'intermédiaire d'un tube en inox. Celui-ci relie la bouteille d'alimentation en gaz, munie d'un détendeur et d'un régulateur, au plateau métallique inférieur par l'intermédiaire de manchons étanches.

Afin d'obtenir un écoulement radial du gaz à travers l'éprouvette, des joints toriques en caoutchouc (Figure 5) assurent l'étanchéité de la liaison entre l'éprouvette et les plateaux de la presse. Un léger chargement mécanique imposé sur l'éprouvette permet de plaquer les plateaux métalliques sur les faces de l'éprouvette en écrasant les joints.

Dans ce dispositif, le débit est mesuré en amont de l'éprouvette par des débitmètres massiques. Ils convertissent un débit massique en débit volumique normalisé. L'acquisition des mesures de débit et de pression en temps réel permet de contrôler la stabilisation de l'écoulement. Dans la configuration de nos essais, un temps situé entre 10 et 15 minutes est nécessaire pour que l'écoulement du gaz atteigne le régime stationnaire. Grâce à la mesure de débit, la perméabilité effective est estimée par la méthode de Klinkenberg en négligeant la contribution de l'effet de glissement du gaz sur la perméabilité.

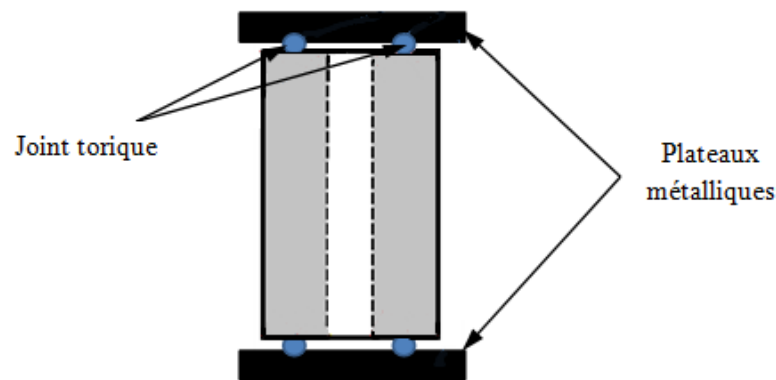


Figure 5. : Dispositif de l'essai de perméabilité

L'éprouvette en béton, instrumentée et placée entre les plateaux de la cellule du perméamètre sous la presse hydraulique, est positionnée dans une boîte isolée. Cette boîte est reliée à une enceinte climatique par deux gaines isolées pour contrôler la température et l'humidité relative à l'intérieur de cette boîte (figure 3.).

Les éprouvettes testées ont été mises en équilibre et leur degré de saturation en eau est connu (cf. tableau 1). La même humidité relative que celle présente dans les bidons et régulée par les solutions salines (cf. tableau 1) a été imposée à l'intérieur de la boîte durant l'essai pour conserver le degré de saturation en eau des éprouvettes constant durant tout l'essai.

4. Principe de détermination de la perméabilité

Les mesures de la perméabilité sont menées dans le cadre d'un écoulement radial du gaz en régime permanent. La perméabilité apparente d'une éprouvette est déterminée à partir de la loi de Darcy appliquée à un écoulement laminaire d'un fluide compressible (gaz) (cf. §1.). Ainsi, la perméabilité apparente k_a (m^2), se basant sur une mesure du débit volumique en amont Q_i (m^3/s) à pression d'injection P_i (Pa), est donnée par la relation suivante :

$$k_a = \frac{Q_i P_i \mu \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)}{\pi h (P_i^2 - P_{atm}^2)} \quad [1]$$

où μ ($Pa \cdot s$), P_{atm} (Pa), r_1 (m), r_2 (m) et H (m) sont respectivement la viscosité dynamique de l'azote, la pression atmosphérique, le rayon intérieur, le rayon extérieur et la hauteur de l'éprouvette déterminés à la température ambiante T_a de 20 °C.

Cette perméabilité apparente a besoin d'être corrigée afin d'obtenir une perméabilité effective. Dans le cas d'un écoulement laminaire (réponse k_a ($1/P_m$) linéaire), la correction s'effectue par l'application de la relation de Klinkenberg sur plusieurs mesures de perméabilité apparente, k_a à différentes pressions d'injection. Cette

approche permet de retrouver une perméabilité effective k_{eff} relative uniquement aux écoulements visqueux et non aux écoulements par glissement.

Pour déterminer la perméabilité apparente k_a à différentes températures, tous les paramètres de cette équation doivent être déterminés à la température T d'essai. Cependant, dans notre dispositif, seules l'éprouvette et la cellule de perméabilité se trouvent à la température T , alors que le circuit de gaz, le capteur de pression ainsi que le débitmètre, se trouvent à la température ambiante T_a . En conséquence, le débit volumique mesuré en amont $Q(T_a)$ est déterminé à la température ambiante T_a et il ne représente pas le débit volumique réel sous la température T de l'éprouvette.

Etant donné que les vitesses de percolation à travers le matériau se trouvant à la température T sont faibles et que le gaz a une grande capacité calorifique, nous supposons qu'il atteint quasi instantanément la température T lors de la percolation à travers le matériau. En appliquant le principe de conservation de la masse et en considérant la variation de la surface du flux avec la température comme négligeable, on obtient :

$$\rho_i(T_a) Q_i(T_a) = \rho_i(T) Q_i(T) \quad [2]$$

où ρ_i et Q_i sont respectivement la masse volumique et le débit du gaz à une température donnée.

Le gaz utilisé étant assimilé à un gaz parfait, la masse volumique peut s'écrire de la manière suivante :

$$\rho(T_a) T_a = \rho(T) T \quad [3]$$

Le débit volumique réel peut alors être déduit du débit volumique mesuré à la température ambiante T_a :

$$Q(T) = Q(T_a) \frac{T}{T_a} \quad [4]$$

5. Résultat des essais de perméabilité à 30 et 90 °C

Le Tableau (2.) donne les différents résultats obtenus par les essais de perméabilité. Les essais sont réalisés à une température constante égale à 30 et 90 °C et aux différentes humidités relatives définies plus haut

Perméabilité effective (m ²)				
30°C		90°C		
	S _w (%)	K _{ef} (m ²)	S _w (%)	K _{ef} (m ²)
	0	3,76 10 ⁻¹⁷	0	3,78 10 ⁻¹⁷
		3,96 10 ⁻¹⁷		4,23 10 ⁻¹⁷
		4,35 10 ⁻¹⁷		4,71 10 ⁻¹⁷
Average	0	4,02 10 ⁻¹⁷	0	4,24 10 ⁻¹⁷
	34	2,72 10 ⁻¹⁷	34	2,49 10 ⁻¹⁷
	35	3,84 10 ⁻¹⁷	35	4,32 10 ⁻¹⁷
	36	2,45 10 ⁻¹⁷	36	1,75 10 ⁻¹⁷
Average	35	3,00 10 ⁻¹⁷	35	2,85 10 ⁻¹⁷
	49	2,50 10 ⁻¹⁷	49	1,27 10 ⁻¹⁷
	49	2,32 10 ⁻¹⁷	49	3,07 10 ⁻¹⁷
	51	1,79 10 ⁻¹⁷	51	1,27 10 ⁻¹⁷
Average	50	2,20 10 ⁻¹⁷	50	1,87 10 ⁻¹⁷
	67	4,96 10 ⁻¹⁸	67	1,08 10 ⁻¹⁷
	70	3,90 10 ⁻¹⁸	70	8,63 10 ⁻¹⁸
	70	5,64 10 ⁻¹⁸	70	4,16 10 ⁻¹⁸
Average	69	4,83 10 ⁻¹⁸	69	7,86 10 ⁻¹⁸

Tableau 2. : Variation de perméabilité effective en fonction du pourcentage de saturation en eau des éprouvettes à 30 et 90 °C

L'évolution de perméabilité effective en fonction du degré de saturation en eau des éprouvettes testées à 30 et 90°C est représentée sur la Figures 6. On observe une diminution significative de perméabilité effective avec le degré de saturation en eau et la température, entre 30 et 90 °C, n'a pas d'influence sur la perméabilité effective pour le même degré de saturation en eau.

Pour les échantillons avec un pourcentage de saturation en eau élevé la mesure de perméabilité est compliquée parce que les pores sont remplis d'eau ceci a par conséquence d'empêcher le passage de gaz

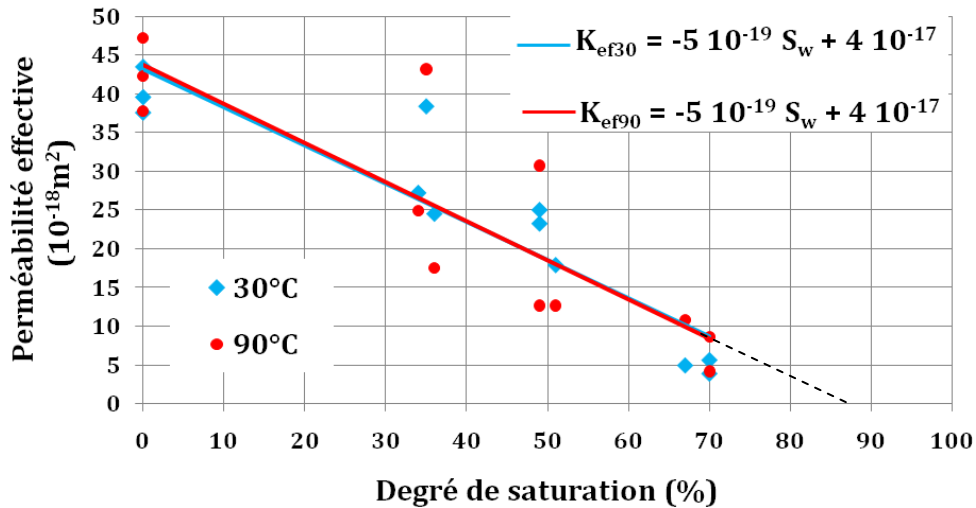


Figure 6. : Variation de perméabilité effective en fonction du degré de saturation en eau des éprouvettes à 30 et 90 °C.

Selon la physique des transferts, même pour des degrés de saturation des éprouvettes inférieurs à 100 %, la phase liquide dans le réseau poreux est continue. La perméabilité à l'eau ou au gaz du béton va fortement varier, quand la phase liquide devient continue. Dans les réseaux de pores fortement saturés, la perméabilité au gaz devient nulle. Ceci a par conséquence d'empêcher l'accessibilité d'un certain volume poreux au gaz. Nous pouvons supposer que plus le béton est perméable plus ses pores sont gros. En effet, le béton sèche d'abord par ses gros pores, puis par ses pores les plus fins (Loi de Kelvin Laplace). Ainsi, plus la saturation diminue, plus les petits pores se vident d'eau. Un réseau poreux faiblement saturé facilite donc le passage des gaz par perméation.

On peut en conclure que la saturation va principalement piloter la perméabilité effective au gaz du béton

Avec ces tests, nous avons la perméabilité à l'état sec. Pour chacun, en divisant sa perméabilité effective au gaz par cette valeur à l'état sec, nous pouvons obtenir la perméabilité relative à une saturation donnée. La figures 7 présente la perméabilité relative en fonction de la saturation en eau à 30 et 90°C.

L'évolution de la perméabilité relative au gaz à une saturation donnée peut être comparée au modèle proposé par [Mualem 76] dans le modèle de capillarité de Van-Genuchten

$$K_r^{gz} = \sqrt{(1 - S_w)} \left(1 - (S_w)^{1/m} \right)^{2m} \quad [5]$$

Avec S_w le degré de saturation en eau et m le paramètre du modèle de Van-Genuchten ($m=0,6$)

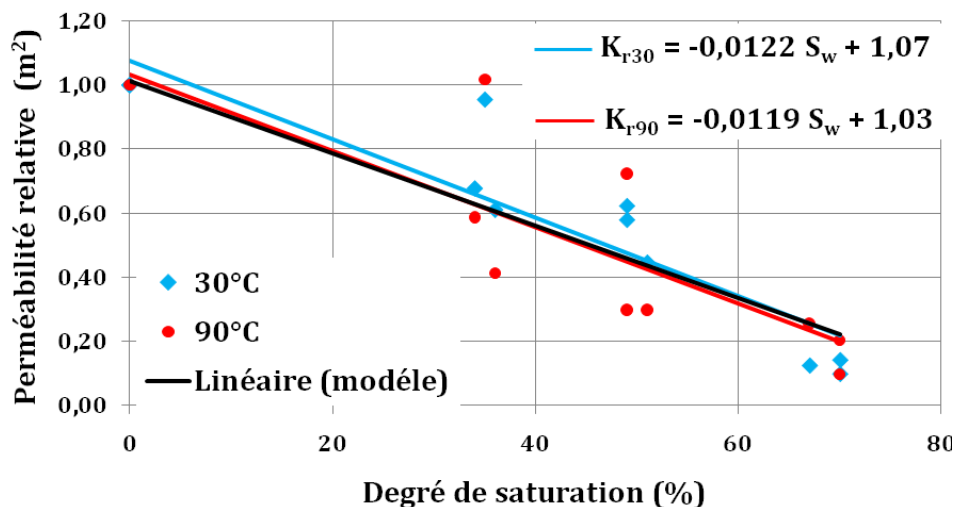


Figure 7. : Variation de perméabilité relative en fonction du pourcentage de saturation en eau des éprouvettes à 30 et 90 °C.

6. Conclusion.

Cette étude a permis de déterminer l'évolution de la perméabilité à l'azote du béton en fonction de la température et du degré de saturation en eau liquide du béton (S_w). La température (T) est fixée à deux valeurs cibles : 30 et 90 °C et quatre degrés de saturation varient entre 0 et 70 %. Une diminution significative de perméabilité effective avec le degré de saturation en eau a pu être mise en évidence et la température, entre 30 et 90 °C, n'a pas d'influence sur la perméabilité effective pour le même degré de saturation en eau.

7. Bibliographie

- [Auroy 14] Martin Auroy, Impact de la carbonatation sur les propriétés de transport d'eau des matériaux cimentaires, thèse de l'Université Paris - Est, 2014.
- [Baroghel-Bouny 94] Baroghel-Bouny V., Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons ; méthodes, analyse, interprétations, Edition du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 1994.
- [Brue 09] Flore BRUE, rôles de la température et de la composition sur le couplage thermo-hydro-mécanique des bétons, thèse de l'Ecole Centrale de Lille, 2009.
- [Chen 11] Wei Chen, Etude expérimentale de la perméabilité du béton sous conditions thermiques et hydriques variables, thèse de l'Ecole Centrale de Lille, 2011.
- [Choinska 06] Marta Choinska, Effets de la température, du chargement mécanique et de leurs interactions sur la perméabilité du béton de structure, Ecole Centrale de Nantes, 2006.
- [Drouet 10] Emeline Drouet, Impact de la température sur la carbonatation des matériaux cimentaires – prise en compte des transferts hydriques, thèse de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2010.
- [Khaddour 14] Fadi Khaddour, Amélioration de la production de gaz des « Tight Gas Reservoirs », thèse de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2011.
- [Klinkenberg 41] Klinkenberg L.J., The permeability of porous media to liquid and gas, *American Petroleum Institute, Drilling and Production Practice*, 1941, p. 200-213.
- [Lion 04] Lion M., Influence de la température sur le comportement poromécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier. Etudes expérimentales, thèse de l'Ecole Centrale de Lille, 2004
- [Mualem 76] Mualem, Y.. A new model for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated porous media. *Water Resource Reserch.* vol. 12, n° 3, 1976, p. 513-522.
- [Masson 13] Benoit Masson, Démarche industrielle de compréhension des phénomènes de transferts dans les parois béton, 31ème rencontre de l'AUGC, E.N.S. Cachan, 29 au 31 mai 2013.

[Poyet 13] S. Poyet, Determination of the intrinsic permeability to water of cementitious materials: Influence of the water retention curve, *Cement and Concrete Composites*, vol. 35, no 1, p. 127-135, janv. 2013.