

PARTIE 2

ETUDE EXPERIMENTALE

INTRODUCTION

118

Le travail réalisé durant ce mémoire s'inscrit, dans le cadre d'étude des performances de durabilité des bétons en milieu marin. Tester le matériau béton est incontournable vis-à-vis des paramètres de transfert qui tient compte des critères de durabilité mis en évidence par certaines recommandations plus particulièrement celles de l'AFPC-AFREM (AFGC, 1997). Dans l'optique de la prévention de la corrosion des armatures du béton armé.

Les indicateurs de durabilité généraux sont les suivants (Baroghel et col., 2004) :

- Porosité accessible à l'eau
- Perméabilité à l'eau liquide
- Perméabilité au gaz
- Coefficient de diffusion des ions chlorure
- Teneur en portlandite Ca(OH)_2 .

Ce panel d'indicateurs de durabilité généraux constitue un ensemble de paramètres non redondants. Néanmoins, la détermination de l'ensemble de ces paramètres n'est pas systématiquement nécessaire. Dans cette liste, les paramètres à déterminer effectivement dépendront des dégradations prévisibles, de l'environnement, du cas pratique étudié.

Au départ de cette étude, notre objectif principal est de choisir parmi différentes options d'essais de diffusion, une méthode rapide et accéléré, qui vise à déterminer le coefficient de diffusion des ions chlorures. Puis, tester des bétons à matériaux locaux, à la suite du montage d'un banc d'essai de migration sous champ électrique.

Comme la porosité accessible à l'eau ne nécessitant pas de moyens laborieux, les essais ont été entamés simultanément et en parallèle aux essais d'étude de diffusion des chlorures.

La perméabilité d'un béton est en règle générale faible, les mesures directes de perméabilité à l'eau sont délicates à mener et exigent notamment un temps de mise en œuvre important pour atteindre un régime d'écoulement permanent. Ainsi, pour les essais de perméabilité à l'eau, aucune campagne d'essais n'a été envisagée.

Par contre à partir d'un essai rapide, très utilisé actuellement, et par l'occasion qui nous a été offerte pour des essais croisés de diffusion au laboratoire du GeM de l'IUT de Saint-Nazaire, nous avons mené une mesure de perméabilité au gaz sur un béton ordinaire.

Le paramètre teneur initiale en portlandite Ca(OH)_2 non concerné par notre étude, et est recommandé seulement dans le cas d'étude d'un matériau carbonatable.

Cette partie comporte un chapitre IV où le programme expérimental est décrit, Les résultats obtenus sont présentés et analysés dans le chapitre V.

CHAPITRE IV

PROGRAMME EXPERIMENTAL

IV.1 INTRODUCTION

Le programme expérimental a été développé, en réalisant le montage d'une cellule de migration sous champ électrique inspirés de ceux déjà monté au GeM de L'IUT de Saint-Nazaire, pour pouvoir déterminer le coefficient de diffusion effectif D_{mig} des ions chlorures dans les bétons durcis en régime stationnaire. La cellule est une simulation du phénomène de transfert des ions chlorures à travers un béton en condition saturée.

Dans ce chapitre, une présentation des matériaux bétons utilisés à base de matériaux locaux est décrite. Par la suite nous présenterons les essais de détermination des indicateurs de durabilité. A cette occasion, le banc d'essai de diffusion réalisé au sein de notre laboratoire est décrit de manière détaillé.

IV. 2 LES MATERIAUX UTILISES

Rappelons que le but de notre étude n'est pas de formuler des matériaux aptes à leur utilisation dans les environnements marins, mais de rechercher une méthode permettant de caractériser rapidement leur diffusivité. Aussi, seulement trois types de bétons ont donc été retenus pour effectuer les essais : un béton ordinaire d'usage courant noté BO, un béton auto-plaçant noté BAP et un béton à haute performance contenant de la fumée de silice noté BHP. Ces bétons à matériaux locaux sont présentés dans le paragraphe suivant.

IV.2.1 Le ciment

Le ciment retenu pour la composition du béton est un ciment Portland fabriqué à la cimenterie de Béni-Saf sis à Ain-Temouchent. Il s'agit d'un ciment CPJ-CEM II 42.5. Son analyse chimique, sa composition chimique déterminée par les équations de Bogue (1952) ainsi que certaines propriétés physiques sont fournies dans le tableau IV -1.

Tableau IV-1 : Composition chimique du ciment de Béni Saf CEMII CPJ 42.5

Composition chimique	Teneur en (%)
	CEMII-CPJ 42.5 Béni Saf
SiO ₂	27.97
Al ₂ O ₃	5.43
Fe ₂ O ₃	3.05
CaO	56.37
MgO	0.71
K ₂ O	0.43
Na ₂ O	0.30
SO ₃	2.53
CaO LIBRE	0.75
R.I	9.11
Perte au feu	3.11

La composition potentielle en phases du ciment est déduite à partir de la combinaison d'analyse chimique et de formules mathématiques dont les plus largement utilisées restent celles écrites par Bogue en 1929. Les résultats du calcul de Bogue sont résumés dans le tableau IV-2.

Tableau IV-2 : Composition minéralogique de ciment de Béni Saf CEMII CPJ 42.5.

Composants minéralogiques	Teneur (%)
	CEMII 42.5 Béni Saf
C ₂ S	6.91
C ₃ S	66.89
C ₃ A	2.23
C ₄ AF	15.32

La masse volumique du ciment est de 3071,2 kg/m³ avec une surface spécifique : 3598,13 cm²/g.

IV.2.2 Les granulats

Pour la composition du béton, les granulats calcaires concassés de provenance de la carrière de l'ENG Sidi-Abdelli sis à Tlemcen sont utilisés, leur granulométrie est définie comme suit :

- Sable de granulométrie 0,0 – 4,0 mm de masse volumique apparente 1,47 g/cm³
- Gravier de granulométrie 4,0 – 8,0 mm
- Gravier de granulométrie 8,0 – 16,0 mm
- Gravier de granulométrie 16,0 – 25,0 mm

Les trois derniers graviers ont pour masse volumique apparente 1,35 g/cm³.

Les bétons ordinaires et haute performance possèdent des granulats dont le plus gros diamètre est 25 mm ($D_{Max} = 25$ mm), pour le béton auto-plaçant il est de 16.00 mm ($D_{Max} = 16$ mm).

IV.2.3 Les additions

Les fillers utilisés pour la confection d'un béton auto-plaçant sont de provenance de la carrière de L'ENG El-Maleh sis à Ain-Temouchent, sa composition est donnée dans le tableau IV-3.

Tableau IV-3 : Composition chimique des fillers ENG EL-Maleh.

Composition chimique	Teneur en (%)
	Fillers ENG El-Maleh
SiO ₂	5.18
Fe ₂ O ₃	0.51
CaO	33.95
MgO	19.32
CO ₃	95.30
Anhydrite carbonaté	41.93
Eau de combinaison	9.11
Perte au feu	42.46

La densité du filler est de 2,72 avec une surface spécifique : 2900 cm²/g.

La fumée de silice utilisée pour la confection du béton à haute performance à une teneur en Silice amorphe $\text{SiO}_2 \geq 85\%$ en masse, perte au feu $\leq 4\%$ en masse et d'aire massique $\geq 15 \text{ m}^2/\text{g}$.

IV.2.4 L'eau

L'eau utilisée pour le gâchage des bétons est l'eau du robinet de la ville de Tlemcen, conformément à la norme NF P 18-303 et NF EN 1008 (IDC P 18-211).

IV.2.5 Superplastifiant

Pour les bétons auto-plaçant et haute performances, un superplastifiant pour améliorer l'ouvrabilité du mélange utilisé est le TEK-SUPERFLOW 2000 commercialisé par le groupe des entreprises HASNAOUI, c'est un adjuvant à faible quantité de chlorures. Sa teneur en chlorure inférieure à 0,1 %, sa densité est de 1.2, son pH est de 10.5 (conformément à la norme NF EN 934-2)

IV.3 PREPARATION DES CORPS D'EPREUVE

Les procédures de fabrication et de conservation des échantillons jouent un rôle important dans la constitution du réseau poreux ainsi que sur l'état de surface des échantillons. Les procédures utilisées doivent permettre la reproductibilité des caractéristiques physico-chimiques des échantillons. Les procédures de fabrication et de conservation des éprouvettes sont basées sur la norme EN est sont présentés dans ce qui suit.

IV.3.1 Composition et mise en œuvre

Les bétons ordinaires avec un rapport E/C = 0,5 ont été formulés selon la méthode de Dreux-Gorisse (1995). Le béton auto-plaçant (Taleb, 2009) avec un rapport E/C = 0,5, a été confectionné selon la méthode française avec 30% de fillers calcaire; le BHP comporte une composition similaire avec un rapport Eau/liant = 0,41, mais avec fumée de silice utilisée à 20 %. Le détail de chacune des compositions est reporté dans le tableau IV-4.

Tableau IV-4 : Composition des bétons étudiés.

Constituants (Kg/m ³)	BO	BAP	BHP
Gravier 15/25	741	-	-
Gravier 8/16	331	500	640
Gravier 4/8	129	250	320
Sable 0/4	638	750	800
Ciment CEM II 42.5	350	385	450
Fillers	-	165	-
Fumée de silice	-	-	90
Plastifiant	-	4.81	6.75
Eau Totale	175	275	216
Rapport E/C	0.5	0.5	0.41

IV.3.2 Confection des éprouvettes

Les constituants du béton ont été introduits dans le malaxeur par ordre décroissant de granulométrie et ont été mélangés à sec pendant 30 secondes. L'eau (pour les BAP et BHP l'eau sera introduite avec le superplastifiant) a été ensuite introduite pendant 1 minute et le malaxage poursuivi durant 3 minutes. La mise en place du béton a été réalisée conformément aux normes françaises NFP 18-404 (« Bétons - Essai d'étude, de convenance et de contrôle - Confection et conservation des corps d'épreuve »). La mise en place par aiguille vibrante (sauf le BAP) en deux couches a été respecté selon la norme NFP 18-422 (« Bétons - Mise en place par aiguille vibrante »).

Les éprouvettes ont été confectionnées pour chaque béton. Pour les essais de résistance on a utilisé des moules cylindriques métalliques ϕ 16 x 32 cm, pour les essais de diffusion Les moules sont des moules cylindriques en PVC de dimensions 110 x 220 mm.

IV.3.3 Cure appliquée

Toutes les éprouvettes de béton utilisées dans cette campagne expérimentale ont suivi la même cure et le même conditionnement conformément à la norme NFP 18-404 et aux recommandations de l'AFPC-AFREM (1997).

Après coulage, les éprouvettes ont été démoulées à 24 heures, puis plongées dans l'eau à 20 °C pendant 28 jours. Ce type de conservation est le plus favorable vis-à-vis du processus d'hydratation du ciment.

A l'issue de cette cure, les éprouvettes ϕ 16 x 32 cm de chaque composition ont été testées sur banc d'essai d'ultrason, et en compression. Ces mesures ont été faites en suivant la norme EN 196- 1.

Les caractéristiques mécaniques à 28 jours obtenues à l'issue de la cure humide sont présentées dans le tableau IV-5.

Tableau IV- 5 : Propriétés mécaniques et caractéristiques des bétons.

Béton frais		Béton durci	
Affaissement (cm)	Masse volumique (Kg/m ³)	Résistance à la Compression (Mpa)	Module D'élasticité (Gpa) 28 j
		28j	
BO : 6	2471	34,50	39
BAP ^[1] : 68	2270	30.50	39
BHP : 4	2584	58.80	44

IV.3.4 Préparation des échantillons et Extraction des disques

La nécessité d'avoir des dimensions représentatives pour identifier les phénomènes de transferts, conduit à une simulation expérimentale sur des spécimens ayant une épaisseur représentative c'est-à-dire à la peau d'un béton.

A l'issue de la cure humide 28 jours à l'eau, les éprouvettes ϕ 11 x 22 cm sont découpées à l'aide d'une lame circulaire diamantée de manière à en extraire trois disques de 50 mm d'épaisseur situé à égale distance des extrémités. Les disques issus d'une même éprouvette sont repérés par des numéros selon le niveau ou ils ont été prélevés (Figure IV-1).

Les disques sont ensuite rectifiés, et leur épaisseur est mesurée avec une précision de 0,1 mm (photos IV-1).

La surface latérale de chaque disque a été enduite de deux couches de résine époxy imperméable afin d'assurer un transfert monodirectionnel de matière traversant les disques lors des mesures de perméabilité et/ou de diffusivité, à noter que les disques servant pour la mesure de la porosité accessible à l'eau n'ont pas subit cette imperméabilisation.

[1] Dans un BAP, on mesure un étalement (> 60 cm), d'autres paramètres sont importants à qualifier un BAP tel que la stabilité qui est de l'ordre de 6.64% (< 15%).

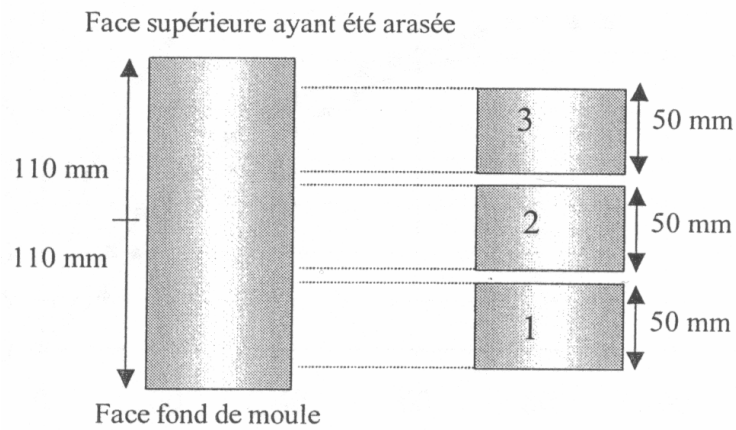


Figure IV-1 : Extraction des disques d'une éprouvette



- Béton Ordinaire

- Béton Auto-plaçant

- Béton à Haute Performance

Photos IV-1 : Disques des bétons.

Cependant, d'éventuels gradients de perméabilité des disques selon leurs niveaux d'extraction dans l'éprouvette, peuvent être mis en évidence suite à la mise en place du béton lors du coulage dans les moules cylindriques.

Les disques proches de la face « «fond de moule » (n°1) sont légèrement moins perméables. Ce fait peut s'expliquer par une compacité plus importante du béton en fond de moule. Cependant, il n'est pas observé de gradient notable du à la mise en œuvre du béton dans les moules. La perméabilité semble cependant plus homogène dans la partie médiane des éprouvettes (Picandet, 2001).

Par la suite, afin d'éviter les effets de bord modifiant la répartition des granulats, seul le disque cœur (n°2) 50 x 110 mm de l'éprouvette ϕ 11 x 22 cm est pris en compte dans cette étude.

IV.4. DESCRIPTION GENERALE DES METHODES ET DISPOSITIF DES BANCS D'ESSAIS

Les principales méthodes directes de détermination des indicateurs de durabilité généraux sont détaillées dans ce paragraphe.

Les méthodes qui vont être décrites, sont pour la plupart relatives à des essais de laboratoire conventionnels dont les conditions peuvent paraître éloignées de la réalité in situ. Cependant, ces méthodes ont l'avantage de se référer à des essais praticables par la majorité des laboratoires, dans des conditions bien définies et sur lesquels il existe un consensus à l'heure actuelle dans la communauté scientifique, notamment dans les pays européens. Ces méthodes permettent de quantifier les paramètres de manière aussi fiable, répétable et reproductible que possible avec les moyens actuellement disponibles.

IV.4.1 Porosité accessible à l'eau pour les bétons

La reconnaissance physique du béton peut s'avérer nécessaire pour des problématiques liées à la corrosion des armatures, d'évaluation des risques pathologiques ou de prédiction de la durée de vie des structures. Parmi les propriétés physiques du béton intéressantes à déterminer, la teneur en eau et la porosité apparaissent au premier plan car elles conditionnent la plupart des phénomènes physico-chimiques internes pouvant conduire à sa dégradation.

La porosité accessible à l'eau est un paramètre de premier ordre dans l'évaluation et la prévision de la durabilité. C'est en effet un indicateur de la qualité du matériau. Ce paramètre est plutôt bien corrélé avec la résistance moyenne à la compression ^[1]. De plus, sa détermination est très facile. La porosité accessible à l'eau reste toutefois un paramètre global, pas toujours suffisamment discriminant.

La méthode de caractérisation la plus utilisée est sans doute la mesure de la porosité accessible à l'eau et de la masse volumique apparente par pesée hydrostatique utilisée sur une large variété des matériaux. Elle présente l'avantage d'être largement connue et de longue date. On dispose donc d'éléments sur sa reproductibilité. Ces critères contribuent à justifier la sélection de la porosité accessible à l'eau parmi les indicateurs de durabilité. De plus, cette méthode étant certainement la plus simple parmi toutes celles permettant d'accéder aux différents indicateurs de durabilité. Compte tenu de la dimension des plus gros grains des granulats utilisés dans nos bétons, la taille de l'échantillon représentatif excède une centaine de cm³.

Le mode opératoire est brièvement décrit dans les étapes suivantes :

[1] En fait, quand la porosité diminue du fait de la diminution du rapport E/C ou de l'ajout d'ultrafines, etc..., la résistance augmente.

IV.4.1.1 Saturation sous vide

On place l'échantillon dans un dessiccateur hermétiquement fermé. A l'aide d'une pompe à vide, on procède à un dégazage jusqu'à l'on atteigne une pression constante de 25 mbars; maintenir ce vide pendant au moins 4 h. déconnecter le récipient de la pompe à vide et introduire progressivement l'eau d'immersion jusqu'à le corps soit recouvert d'environ 2 cm d'eau. Reconnecter la pompe et maintenir cette pression réduite pendant 20h+-1 h (photo IV-2).



Photo IV-2 : Saturation sous vide (Dessiccateur – Pompe à vide)

IV.4.1.2 Pesée hydrostatique

Peser le corps d'épreuve complètement immergé à l'aide d'une balance hydrostatique. On obtient ainsi la masse M_{eau} du corps d'épreuve immergé. La pesée a été effectuée à l'aide d'une balance de 0,01 g de précision.

IV.4.1.3 Pesée à l'air

Extraire le corps d'épreuve de l'eau et l'essuyer rapidement et soigneusement, avec un chiffon sec pour en ôter la solution superficielle sans toutefois retirer l'eau des pores.

Peser immédiatement le corps d'épreuve dans l'air à 0,01 g près. On obtient de cette manière, la masse M_{air} du corps d'épreuve imbibé.

IV.4.1.4 Pesée à sec

Procéder à l'étuvage de l'échantillon à une température de 105 ± 5 °C jusqu'à stabilisation de la masse, c'est-à-dire lorsque deux pesées consécutives espacées de 24 heures ne diffèrent pas de plus de 0,05 %. La masse ainsi déterminé est la masse de l'éprouvette sèche M_{sec} .

On utilise la formule suivante pour calculer la porosité accessible à l'eau p :

$$P = \frac{(M_{\text{air}} - M_{\text{sec}})}{(M_{\text{air}} - M_{\text{eau}})} \quad (\text{IV} - 1)$$

La masse volumique apparente sèche est calculée par la relation suivante :

$$\rho_d = \frac{M_{\text{sec}}}{V_{\text{app}}} = \frac{(M_{\text{sec}} \cdot \rho_{\text{eau}})}{(M_{\text{air}} - M_{\text{eau}})} \quad (\text{IV} - 2)$$

Il est possible également de déterminer le profil de porosité accessible à l'eau d'une éprouvette ou encore une évolution de la perte de masse en fonction du temps de séchage. Le principe du mode opératoire est déjà décrit, par contre la méthode de calcul de cet essai sont décrits selon la procédure AFPC-AFREM [AFGC, 1997].

IV.4.2 Perméabilité au gaz des bétons

IV.4.2.1 Préparation de l'échantillon

Un échantillon de béton ordinaire de ϕ 110 x 50 mm à base de matériaux locaux confectionné au laboratoire de génie civil de Tlemcen ramené au laboratoire de l'IUT Saint-Nazaire a été préparé avec un préconditionnement recommandé par l'AFPC-FREM pour mesurer la perméabilité a gaz.

L'étape de préconditionnement est essentielle pour drainer les mêmes familles de pores de toute la partie de la porosité ouverte d'un béton. Généralement, on considère que la perméabilité caractérise essentiellement le transfert d'un fluide dans la porosité capillaire interconnectée d'un béton. Il suffit donc que le préconditionnement permette le drainage de tous les pores de dimension supérieure à 10 nanomètre (c'est adire les pores capillaires) pour discriminer les bétons du point de vue de la perméabilité.

Toute fois, les résultats bibliographiques (AFGC, 1997) montrent qu'un traitement thermique de 6 jours à 50°C permet de drainer toute la porosité capillaire interconnectée d'échantillons cylindriques de bétons de 50 mm d'épaisseur et n'engendre quasiment aucuns effets secondaires sur sa microstructure ^[1].

L'objectif de ce traitement thermique est d'atteindre un état d'équilibre hydrique uniforme tout en permettant un drainage suffisant pour initier la percolation du gaz à travers l'échantillon sans modification notable de la microstructure du béton.

Finalement, une température de séchage choisi est de 60°C, le séchage est maintenu jusqu'à stabilisation de la masse (Picandet, 2001).

[1] un étuvage à une température supérieure à 20°C permet d'accélérer le drainage du réseau poreux, par contre au-delà de 80 °C à il y a risque de changement de la texture du béton tel que la microfissuration.

IV.4.2.2 Protocole de mesure

A l'issu de séchage de notre échantillon de béton, la détermination de la perméabilité intrinsèque (k_v) a été réalisée à partir de la mesure de la perméabilité à l'azote ^[1] (k_a) à l'aide d'un perméamètre à charge constante de type CEMBUREAU. Le dispositif de mesure de la perméabilité, est montré sur les photos IV-3 et comporte :

- une cellule du perméamètre
- une bouteille d'alimentation en gaz munie d'un détendeur (0-1,5 MPa)
- un régulateur (0-0,6 MPa) maintenant le niveau de pression
- un capteur de pression injectée
- un baromètre digital
- un débitmètre massique calibré.



a) Perméamètre à gaz CEMBUREAU



b) Une éprouvette et une cellule

Photos IV- 3 : Dispositif perméamètre à gaz CEMBUREAU de mesure de la perméabilité.

L'essai est réalisé dans une salle dont l'atmosphère est régulée à une température (20 ± 2)°C et (50 ± 5)% d'humidité relative, sans courant d'air au voisinage de l'appareil.

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).

[2]Le gaz utilisé est de l'azote (N_2) sec, car il reste inerte vis-à-vis des constituants du béton, contrairement à l'eau.

L'échantillon préalablement recouvert d'un ruban d'aluminium autocollant sur la face latérale, est disposé dans la cellule du perméamètre en aluminium, ses deux faces planes reposent sur une plaque striée permettant une répartition homogène de la pression, la face circulaire est entourée d'un manchon en polyuréthane souple, étanche plaqué par la pression de la chambre à air torique gonflée avec une pression minimale de 7 bar et assure ainsi l'étanchéité latérale (Figure IV-2).

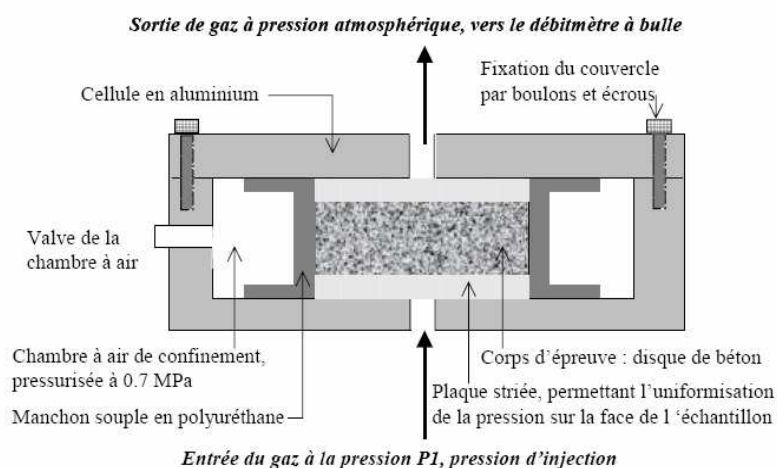


Figure IV – 2 : Schéma d'une cellule du perméamètre, vue en coupe

Le tuyau d'admission de l'azote est connecté par l'intermédiaire d'un tube en téflon qui relie la bouteille d'alimentation en gaz, munie d'un détendeur et d'un régulateur, centrée sur la partie inférieure de la cellule à l'aide de manchons étanches. Le gaz est injecté à une pression P_i (régulée par le régulateur maintenant le niveau de pression, puis mesurée par le capteur de pression). La pression atmosphérique est mesurée au cours de l'essai par un baromètre digital.

Dans ce dispositif, le débit est mesuré en amont de l'éprouvette par des débitmètres massiques (digital thermal Mass Flow Meters : MFM). Ils convertissent un débit massique en débit volumique normalisé, notamment à la pression de 0,1013 MPa et à la température de 0 °C. Ces débitmètres ont été calibrés pour différentes gammes de débits volumiques normalisés de l'azote : 10-500 ml/min, 20-1000 ml/min et 300-15000 ml/min.

Le matériel utilisé offre une précision de mesure de la perméabilité de l'ordre de 2 % (déterminée par l'adaptation de la formule du calcul d'erreur proposée par Remond (2003) citée par Choinska (2006).

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). 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 calculée par la formule suivante :

$$K_a = \frac{Q_1 2 \mu L P_{atm}}{S(P_1^2 - P_{atm}^2)} \quad (IV - 3)$$

Q_1 : débit volumique à l'entrée (m^3/s)

μ : viscosité dynamique de l'azote à 20°C est prise égale à $1,74 \cdot 10^{-5}$ (Pa.s).

P_1 : pression d'injection (Pa)

P_{atm} : pression atmosphérique (Pa)

L : épaisseur de l'échantillon (m)

S : section de l'échantillon (m^2).

Cette perméabilité apparente a besoin d'être corrigée afin d'obtenir une perméabilité intrinsèque.

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 différentielles. En fait, Chaque test de perméabilité comprend des mesures de débit relatives aux pressions. Un minimum de cinq pressions différentielles ont été utilisées lors de notre essai s'étageant autour des valeurs suivantes : 0,39 ; 0,33 ; 0,26 ; 0,2 et 0,15 MPa. Les pressions d'injection sont diminuées en fonction de la gamme de débits mesurés.

L'acquisition des mesures de débit et de pression en temps réel a permis de contrôler la stabilisation de l'écoulement. Dans la configuration de nos essais, un temps de 30 minutes est requis entre deux mesures, afin que l'écoulement du gaz atteigne le régime stationnaire.

Enfin la perméabilité intrinsèque k_v est déduite des mesures des perméabilités apparentes selon la relation déjà défini au paragraphe (§ III.3.2) :

$$K_a = K_v \left(1 + \frac{\beta}{P_m} \right) \quad (IV - 4)$$

Le coefficient β est fonction de la finesse du réseau poreux et de la nature du gaz.

K_v est déterminé à partir d'une régression linéaire des différentes mesures de perméabilité apparentes effectuées pour différentes pressions d'injection selon l'inverse de la pression moyenne. Le principe de la détermination de K_v est représenté sur la figure IV-3.

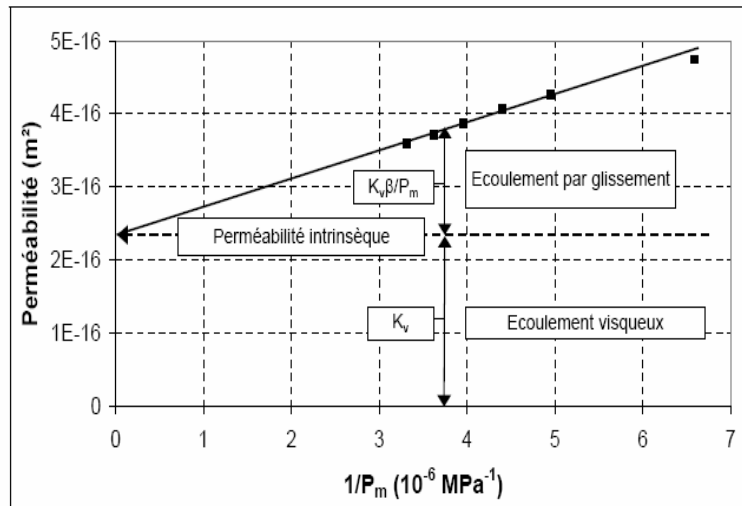


Figure IV-3 : exemple et interprétation d'un graphe $k_a = f(1/P_m)$ (Picandet, 2001)

Désormais, une précision de mesure moyenne sur au moins trois échantillons de béton ordinaire n'a pu être effectuée à cause d'impératifs de temps. Les autres bétons n'ayant pas fait l'objet d'essais de perméabilité pour pouvoir les comparer au BO; Cependant, il faut noter que la perméabilité d'un BO est toujours supérieure à celle d'un BHP.

IV.4.3 Diffusion des ions chlorure

La durabilité des ouvrages en béton armé est liée à la pénétration d'agents agressifs tels que les ions chlorures qui contribuent à la corrosion des armatures. Les ions chlorures pénètrent dans le béton selon des processus qui font intervenir la diffusion.

La diffusion est étudiée par expérimentation qui tient compte d'un ion principal dans la solution interstitielle (Cl^-) à partir d'un essai de migration sous champ électrique en régime stationnaire. Le transport de cet ion est décrit par l'équation de Nernst-Planck à l'échelle macroscopique avec des paramètres calculés à la même échelle (voir §.III.4.6.3.1).

Trois types de béton à matériaux locaux (BO, BAP, BHP) ont été soumis à l'étude de la diffusion, dont deux échantillons issus de la formulation d'un béton ordinaire (BO1 et BO2) pour la reproductibilité des essais de migration et un troisième échantillon (BO3) a été effectué au laboratoire du GeM de l'IUT de Saint-Nazaire. Dans cette optique, nous avons mené les préparations des échantillons décrites dans les paragraphes suivantes.

IV.4.3.1 Préparation des échantillons

Les trois types de bétons testés sont préalablement préparés pour l'étude de la diffusion à savoir leurs saturations sous vide selon la procédure AFPC-AFREM (AFGC, 1997). Le principe suit de très près la méthode déjà explicité au paragraphe (§ IV.4.1). Seulement cette fois ci une solution support (Djerbi, 2007) est introduite dans un dessiccateur (préalablement rincé à l'eau déminéralisée), pour la saturation du corps d'épreuve (voir figure IV-4). La

solution support est une solution basique contenant 1g/l de soude (NaOH) et 4.65g/l de potasse (KOH) préparée dans une eau déminéralisée. Cette solution support est choisie pour se rapprocher du pH de la solution interstitielle typique du béton afin de limiter les effets de lixiviation.

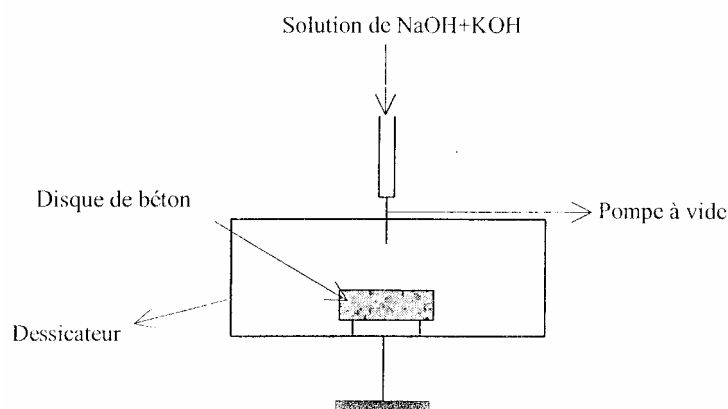


Figure IV-4 : Saturation de l'échantillon en solution basique (Djerbi, 2007)

IV.4.3.2 Dispositif expérimental et principe de l'essai

Pour réaliser des essais de diffusion sur des éprouvettes de béton au sein de notre laboratoire, on a conçu une cellule de migration originale à celle qu'a été réalisé au Laboratoire de l'école central de Nantes (Khelidj, 2004) légèrement modifié ^[1] à la cellule initié par le Laboratoire central des ponts et chaussées de Paris (Baroghel, 1994). Le montage du dispositif a été établi avec la participation du laboratoire GeM de l'IUT de Saint-Nazaire.

La cellule fabriquée est une simulation du phénomène de transfert des ions chlorure à travers un béton en condition saturée. Elle est formée de deux compartiments cylindriques en PVC et du plexiglas transparent avec une capacité de 1.82 litre approximativement. Six tiges en métal avec des écrous fixent fermement les deux conteneurs contre l'éprouvette (photo IV-4).

Le diamètre des échantillons est approximativement de 11 cm et la section offerte pour la diffusion est constante de l'ordre de 78.5 cm². Un joint en silicone marin est placé entre le tube de la cellule et la périphérie de l'éprouvette. Ce joint imperméable permet d'assurer une parfaite étanchéité de part et d'autre des deux faces latérales du corps d'épreuve. Le temps de séchage du joint est d'environ 4 heures.

[1] en fait le principe reste le même, sauf qu'au niveau des compartiments de la cellule qui ont un volume plus importants afin de respecter les conditions aux limites de l'essai.

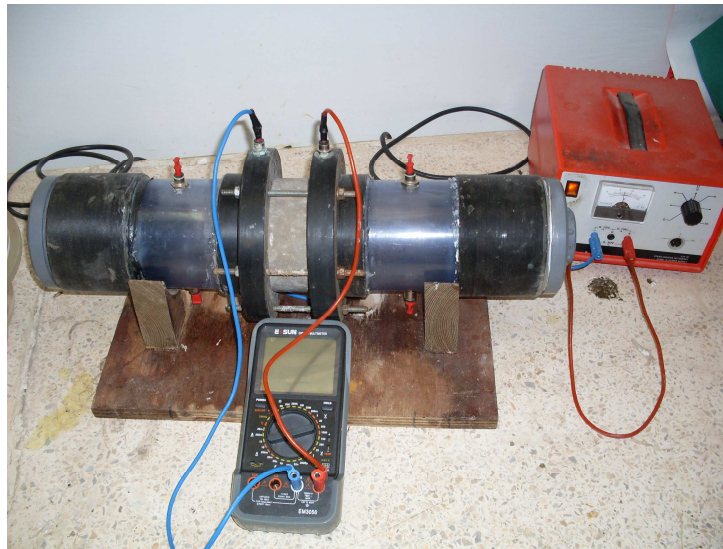


Photo IV-4 : Cellule de migration

Les deux compartiments sont remplis de solution 1g/l de NaOH et 4.65g/l de KOH, le compartiment amont contient une solution chargée en NaCl de concentration $C_{amont} = 30g/l$. La concentration en chlorures de la solution amont est choisie de telle manière qu'elle soit proche à celle de l'eau de mer. L'application du champ électrique est effectuée par l'intermédiaire de deux électrodes (photos IV-5) l'une sous forme d'un disque inoxydable (cathode) placée dans le compartiment amont, l'autre sous forme de spirale en cuivre-niobium placée dans le compartiment aval (anode). Ces électrodes sont reliées à un générateur de tension continue, dont l'électrode du compartiment amont est branchée au pôle négatif de l'alimentation et l'électrode du compartiment aval est reliée au pôle positif.



Cathode



Anode

Figure IV-5 : Electrodes d'alimentation

La tension physiquement appliquée à l'échantillon peut être assez différente de celle appliquée aux bornes de la cellule. Pour suivre complètement l'essai, la cellule est instrumentée de deux électrodes de références sous forme de tige en cuivre-niobium sont placées au plus près de l'échantillon (Figure IV-6). Ces électrodes sont ensuite reliées à un voltmètre qui nous permet de connaître la différence de potentiel au bord de l'échantillon.

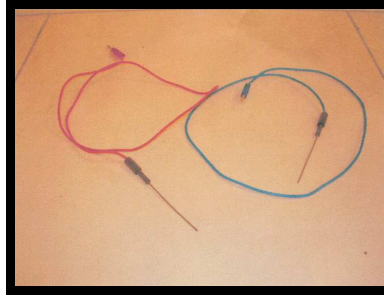


Figure IV-6 : Electrodes de références

Une tension de 12 V est appliquée entre les deux compartiments par l'intermédiaire du générateur de courant, de sorte à créer un champ électrique de 400 V/m, et à « forcer » les ions Cl^- à migrer. Pour maintenir fixe cette tension, des ajustements sont périodiquement effectués pour maintenir la tension constante au cours des essais car une variation de 1 V peut être observée.

Ce choix résulte d'un compromis entre la volonté de minimiser les phénomènes de diffusion par rapport aux phénomènes de migration, la limitation de l'échauffement des solutions par effet Joule et la durée des essais (Arsenault, 1999).

IV.4.3.3 Protocole de mesure

Les essais sont réalisés dans une salle à une température de $20^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ et 50 % d'humidité relative. L'essai commence lorsque le champ électrique est appliqué. Les ions chlorure vont se déplacer au sein du béton saturé à la fois par diffusion sous l'effet d'un gradient de concentration et par migration sous l'effet du champ électrique. Afin de maintenir des conditions aux limites constantes, les compartiments amont et aval sont régulièrement vidangés, rincés et remplis de solution initiale. Une variation de la concentration amont à 5 % est respectée.

Pour la solution aval, une variation de l'ordre de 1 % de valeur nominale de la concentration est tolérée. La fréquence de renouvellement du compartiment aval est d'une fois par jour. Le coefficient de diffusion effectif est déterminé à partir de la mesure de la concentration en chlorures dans le compartiment aval par dosage de solutions prélevées à intervalle de temps régulier.

La durée de l'essai dépend du type béton testé et une fois que le régime permanent est établi. Le temps maximum est de 15 jours pour les BO et BAP ; et de plus de 20 jours pour le BHP.

i) Titration de la solution

La détermination des concentrations en chlorure est effectuée par dosage manuel en milieu acide. La solution de titration est une solution de AgNO_3 dont la concentration est de 0,05 M. Le matériel utilisé pour ces titrations se compose d'une burette de 50 ml, un bécher de 100

ml. Balance analytique permettant de peser à 0,0001 g près; microburette graduée au 1/100^{ème} de ml.

➤Préparation des solutions

Solution de nitrate d'argent (Ag NO_3) à 0.05 M : Dissoudre 8.4935 g de nitrate d'argent dans 1 litre d'eau distillée ou déminéralisée. Homogénéiser et conserver en flacon teinté;

Chromate de Potassium (KCrO_4) à 10 % : Dissoudre 10 g de Chromate de potassium dans 100 ml d'eau distillée ou déminéralisée. Homogénéiser et conserver en flacon.

➤Titration

A chaque échéance, trois prélèvements des solutions ont été effectués, lors du vidange quotidien du compartiment aval, Les prélèvements sont introduits dans des flacons en polyéthylène fermés et stockés à la température de 20 ± 5 °C avant dosage. La solution prélevée est pesée pour déterminer son volume exact.

A l'issu du prélèvement effectué de la solution chlorurée en Cl^- préalablement de couleur incolore et de concentration molaire C_{Cl^-} , (exprimé en mmol/l) on note son volume V_{pCl^-} (exprimé en ml), on ajoute 3 ou 4 gouttes de solution de chromate neutre de potassium de couleur jaunâtre servant d'indicateur de fin de réaction.

Pour doser notre solution, on commence à ajouter progressivement la solution de nitrate d'argent de couleur incolore contenant Ag^+ de concentration molaire C_{Ag} (exprimé en mmol/l). Le dosage se termine lorsque la solution à titré vire vers une couleur rouge brique (point d'équivalence), on note le volume V_{eq} (exprimé en ml) ajouté (Photos IV- 7).



Photos IV – 7 : Titration des solutions

Le calcul de concentration expérimentale en chlorures s'appuie sur l'équation suivante :

$$C_{Cl^-} = \frac{C_{Ag} \cdot V_{eq}}{V_{pCl^-}} \cdot 1000 \quad (\text{mmol/l}) \quad (\text{IV-5})$$

Où C_{Cl^-} est la concentration en chlorure de la solution, V_{eq} est le volume équivalent, C_{Ag} est la concentration de nitrate d'argent et V_{pCl^-} le volume de prélèvement de la solution à doser.

Ou encore :

$$C_{Cl^-} = \frac{N_{Ag} \cdot V_{eq}}{V_{pCl^-}} \cdot 1000 \cdot M_{Cl^-} \quad (\text{mg/l}) \quad (\text{IV-6})$$

Avec : N_{Ag} : normalité du nitrate d'argent = 0.05 M,

M_{Cl^-} : masse molaire de Cl prise égale à 35.5 mol/l.

La réalisation des dosages en chlorures par la méthode de titration manuelle peut mettre en évidence des incertitudes de mesures d'autant plus grandes que les solutions à doser étaient concentrées et les volumes prélevés petits.

Pour cela, pour chacune des solutions à doser, 3 prélèvements au moins sont effectués. Le résultat de prélèvement de la solution est obtenu en effectuant la moyenne des résultats de chacun des dosages. Si l'un des échantillons présente une variation supérieure à 5 % par rapport à la valeur moyenne des 3 échantillons, de nouveaux dosages sont effectués.

Cette expérience, nous permet de déterminer J , le flux d'ions chlorures passant à travers les échantillons de béton. Connaissant J , il est ensuite possible de calculer D_{mig} , le coefficient de diffusion des ions Cl^- .

IV.4.3.4 Calcul du coefficient de diffusion

La diffusion des ions chlorures dans le béton est en régime stationnaire lorsque la vitesse de déplacement des ions devienne constante (Figure IV-5). Le coefficient de diffusion obtenu en régime permanent est calculé à partir de l'équation (III- 75) rappeler ici :

$$D_{mig} = \left(\frac{RTL}{zFE C_0} \right) J \quad (\text{IV-7})$$

Avec J : Le flux des ions chlorures ($\text{mol/m}^2 \cdot \text{s}$)

z : Valence de l'ion chlore égale à 1

E : Champs électrique mesuré (12 ± 1) V

L : Epaisseur de l'échantillon $0,48 \pm 0,02$ m

C_0 : La concentration du compartiment amont ($0,513$ mol/m³)

D_{mig} : le coefficient de diffusion de l'espèce ionique

F la constante de Faraday (96480 J/V.mol)

R la constante des gaz parfaits ($8,314$ J/(mol.K)),

T la température thermodynamique ($293,15 \pm 2$) K

Le flux des ions chlorures est calculé à partir de l'équation (IV- 8) :

$$J = \frac{(\Delta c)V}{St} \quad (IV-8)$$

Avec, (Δc) : La différence de concentration dans le compartiment aval (mol/m³) pendant un temps t (s).

V : Le volume du compartiment aval ($1.82 \cdot 10^{-3}$ m³)

S : La section de l'échantillon ($78.5 \cdot 10^{-4}$ m²)

La figure IV-5 présente l'évolution de la concentration cumulée de la solution du compartiment aval en fonction du temps. Cette courbe présente généralement deux parties :

➤ Le régime non stationnaire comporte deux zones une phase d'initiation ou l'évolution de la concentration est très lente, et une phase de transition ou l'évolution de la concentration en fonction du temps est plus rapide mais croit de façon non linéaire,

➤ Le régime stationnaire ou l'évolution de la concentration est linéaire. C'est cette partie de la courbe qui est utilisée pour le calcul du coefficient de diffusion.

L'intersection de la droite obtenue en régime stationnaire avec l'axe des abscisses permet de déterminer le temps de retard T_{mig} . Ce dernier dépend de l'isotherme d'interaction et de la porosité du béton.

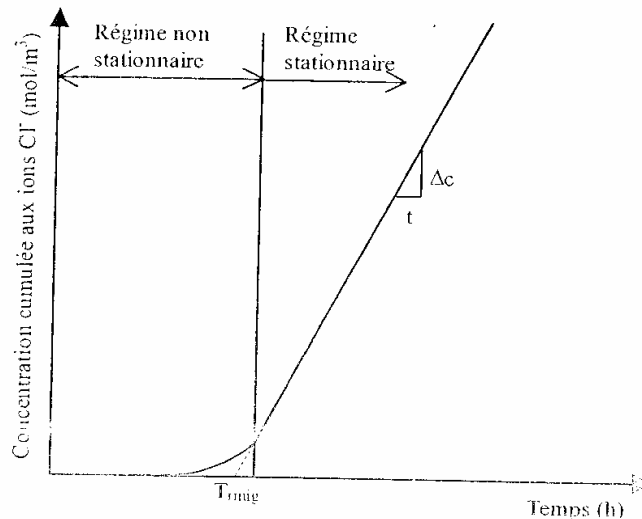


Figure IV -5 : Variation de la concentration aux ions Cl^- dans le compartiment aval en fonction du temps (Djerbi, 2007).

IV.4.4 Les essais d'interactions chlorures/matrice

L'objectif de ce mémoire n'est pas de déterminer de façon rapide les interactions qui peuvent exister entre le matériau béton et l'espèce diffusante étudiée. Cependant, afin de pouvoir convenablement analyser les essais de migration, les interactions doivent être quantifiées.

Les essais d'isotherme d'interaction ont été effectués sur des broyats issus d'un béton ordinaire suivant la méthode de L. Tang et L.O. Nilsson (1993).

La démarche adoptée sera tout d'abord explicitée, puis quelques résultats seront présentés par la suite en dernier chapitre.

IV.4.4.1 Principe de l'essai

Cette méthode consiste à immerger une quantité de matériau dans une solution de chlorures avec une concentration déterminée. Des prélèvements sont effectués jusqu'à obtention de l'équilibre (quand la concentration de la solution en $[\text{Cl}^-]$ est devenue constante avec le temps). Dès que l'équilibre s'établit, on analyse la solution par titration potentiométrique. La concentration des ions chlorures fixés est déterminée en faisant la différence entre la concentration initiale et celle obtenue à l'équilibre dans le matériau saturé (photo IV-8).

Cependant deux hypothèses peuvent être énoncées pour cet essai :

A l'équilibre la concentration en chlorures libres dans le matériau est égale à la concentration en chlorures dans la solution saline.

La diminution de la concentration en chlorures dans la solution d'immersion est seulement le résultat de l'interaction chlorure/matrice.



Photo IV – 8 : l'essai d'isotherme

IV.4.4.2 Préparation des matériaux

La zone centrale des disques de 5 cm est broyée à l'aide d'un concasseur en diminuant au fur et à mesure la dimension des grains. Les grains ne doivent pas être trop gros afin de réduire le temps d'expérimentation. Quant à la limite inférieure, il s'agit d'un compromis entre la représentativité de l'échantillon et la qualité des prélèvements de solution qui sont perturbés par la présence de trop de suspension. Le tamisage a été effectué dans l'eau, la dimension des grains de poudres est comprise entre 0,25 et 2 mm (photo IV-9). Les broyats sont ensuite séchés à l'étuve à 40°C jusqu'à stabilisation de la masse.

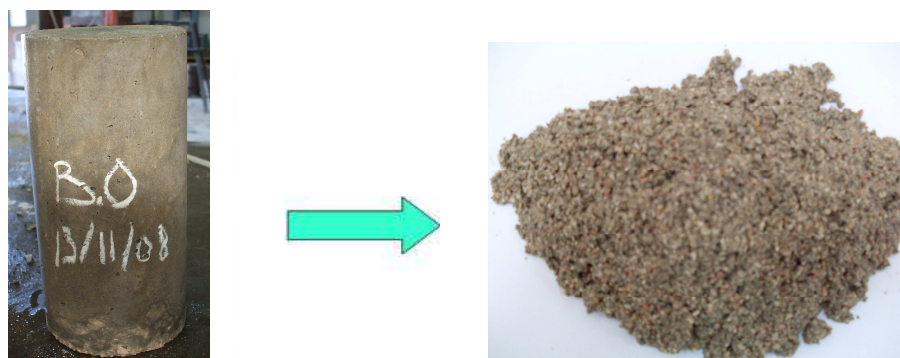


Photo IV - 9 : Préparation des broyats de l'essai d'isotherme

IV.4.4.3 Préparation des solutions

Les poudres homogénéisées sont alors divisées en six échantillons de masse 100 g dans des récipients en verre étiquetés et pesés.

On ajoute 400 ml de solution support préalablement préparée contenant 1g/l de NaOH et 4.65g/l de KOH avec de l'eau distillée dans chaque récipient.

Les concentrations C_0 testées sont : 0,05 M ; 0,25 M ; 0,5 M ; 1M ; 1,5 M ; 2 M.

Après homogénéisation par agitation, Les récipients sont placés à la température ambiante pendant deux mois en attente de l'équilibre.

Les couvercles des récipients ont été hermétiquement fermés pour éviter l'évaporation d'eau. Les récipients ont été pesés régulièrement afin de s'assurer qu'il n'y avait pas d'évaporation.

IV.4.4.4 Dosage des chlorures

A l'obtention de l'équilibre chimique, le dosage des solutions permet de connaître la nouvelle concentration et d'en déduire par différence la concentration en chlorures fixés. On effectue leur dosage par précipitation à l'aide d'une solution de nitrate d'argent à 0,01 M (voir paragraphe IV.4.9). La mesure est faite par titration manuelle.

La masse d'ions chlorures fixés c_b par unité de masse solide de matériau est donnée par l'équation (IV-5) (Tang, 1993) :

$$c_b = \frac{35,453 V (c_0 - c_f)}{M} \quad (IV-9)$$

avec : c_0 : la concentration initiale en chlorure de la solution d'immersion (mol/l)

c_f : la concentration obtenue à l'équilibre (mol/l)

V : le volume de solution (ml)

M : la masse sèche d'échantillon (g)

L'isotherme d'interaction obtenue à partir de ces différentes concentrations a ensuite permis de déterminer des paramètres α et β de l'expression de l'isotherme de Freundlich :

$$c_b = \alpha c_f^{\beta} \quad (IV-10)$$

La description des moyens offerts pour réaliser les essais expérimentaux ayant été faite, le paragraphe suivant présente le plan d'expérience établi à l'occasion de cette étude.

IV.4.5 Protocole d'essai

Pour chacun des trois bétons étudiés, BO, BAP, BHP, 7 éprouvettes Ø 16x32 cm ont été confectionnées pour la détermination des propriétés physiques et mécaniques, et 13 éprouvettes Ø 11x22 cm ont été confectionnées pour les essais de durabilité.

Après, démoulage à 24 heures et Conservation dans l'eau à 20°C; les mesures de paramètres de transfert exposés précédemment sont donc déterminés selon le plan exposé dans le tableau (IV-6) :

Tableau IV- 6 : Présentation de l'utilisation des éprouvettes dans l'élaboration des résultats expérimentaux.

Essais réalisés	Bétons étudiés			Echéances (j)	Référence
	BO	BAP	BHP		
Compression Ø 16x32 cm	3	3	1	28	NORME EN-206
Porosité accessible à l'eau Ø11x5cm	3	3	3	28	AFPC-AFREM (1997)
Perméabilité aux gaz Ø 11x5 cm	1			40	AFPC-AFREM (1997)
Cellule de migration Ø 11x5 cm	3	1	1	40	AFPC-AFREM (1997)
Isotherme d'interaction Ø 11x22 cm	1			28	AFPC-AFREM (1997)

La méthode du plan d'expérience répond à certains objectifs, différents essais en laboratoire ont été entrepris selon des conditions recommandées des échantillons étudiés, puisqu'elles jouent un rôle primordial, Afin de reproduire le plus fidèlement possible les conditions d'exposition des structures existantes.