

 Agence de Clermont-Fd	Méthode de détermination de l'incertitude Essai XP P 18-463 : perméabilité au gaz sur béton durci	Etabli par : Bruno Boulet Date : 09/08/2022
--	--	---

1 – Principe de l'essai

L'essai consiste à soumettre un corps d'épreuve à un gradient de pression de gaz constant. La perméabilité apparente K (m^2) est alors calculée à partir du débit de gaz Q (m^3/s) ayant traversé le corps d'épreuve en régime permanent.

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

- Saturation sous-vide du corps d'épreuve pendant 48 heures dans l'eau selon NF P 18-459,
- Mesures et pesées du corps d'épreuve dans l'air, et dans l'eau (pesée hydrostatique),
- Mise en œuvre de l'étanchéité latérale du corps d'épreuve,
- Mise en étuve à $80 \pm 5^\circ C$ pendant 6 jours et retour à l'équilibre thermique pendant $24 \pm 4h$,
- Mesure de la perméabilité à 7 jours du corps d'épreuve,
- Mise en étuve à $80 \pm 5^\circ C$ pendant 20 jours, et retour à l'équilibre thermique pendant $24 \pm 4h$,
- Mesure de la perméabilité à 28 jours du corps d'épreuve,
- Mise en étuve à $105 \pm 5^\circ C$ jusqu'à masse constante (variation de masse $< 0.05 \%$ en 24h),
- Retour à l'équilibre thermique pendant $24 \pm 4h$,
- Mesure de la perméabilité du corps d'épreuve à l'état sec.

Les étapes de mesure de la perméabilité sont réalisées avec un perméabilimètre à charge constante CEMBUREAU. Cet appareil est constitué d'une cellule de confinement du corps d'épreuve, dans laquelle le gaz est injecté à une pression définie et constante. Le gaz traversant le corps d'épreuve est acheminé en pied d'un tube en verre gradué (débitmètre), où il entre en contact avec de l'eau savonneuse. Les bulles ainsi créées, remontent le tube en verre et permettent une mesure de débit (temps de déplacement d'une bulle dans un volume connu).

Ce débit mesuré, ainsi que les autres paramètres (dimensions du corps d'épreuve, viscosité dynamique du gaz, pression), sont injectés dans la formule de calcul de la perméabilité au gaz à l'échance considérée.

2 – Objectif de l'essai

Cet essai permet la détermination de la perméabilité au gaz par le calcul suivant :

$$k_x = \frac{2 \cdot P_1 \cdot Q \cdot L \cdot \mu}{A(P_0^2 - P_1^2)}$$

Q est le débit de gaz donné par :

A	m^2	section du corps d'épreuve	$\frac{V}{t_{\text{moy}}}$
L	m	épaisseur du corps d'épreuve	

où :

V est le volume lu sur le débitmètre à bulle de savon (converti en m^3) ;

t_{moy} est la moyenne des temps de parcours, exprimée en secondes.

P_0	Pa	pression absolue à l'entrée
P_1	Pa	pression absolue à la sortie (= pression atmosphérique)
Q	$m^3 \cdot s^{-1}$	débit volumique
μ	$Pa \cdot s$	viscosité dynamique du gaz utilisé à la température d'essai

3 – Référentiel

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

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

L'essai est réalisé selon la norme XP P 18-463.

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

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

4 – Méthode des 5M

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

Catégorie des 5M	Degré d'influence (0 à 5)	Maîtrise des facteurs influents
1- METHODE		
Prélèvement de carotte sur structure	5	En réalisant l'essai sur carotte, on introduit le facteur variabilité de la mise en œuvre du béton dans la structure, qui n'est généralement pas aussi bien maîtrisée que sur une éprouvette moulée confectionnée de manière normalisée. Le carottage doit être réalisé conformément à la norme NF EN 12504-1.
Confection d'éprouvette moulée	4	Application de NF EN 12390-2 dans le cas de confection par Cerema ACF.
Conservation des échantillons	1	Application de NF EN 12390-2 avec vérification périodique de la température de conservation.
Sciage des échantillons	2	L'épaisseur du corps d'épreuve doit être la plus constante possible, car le calcul de la perméabilité est réalisée en prenant en compte une épaisseur moyenne du corps d'épreuve. La norme XP P 18-463 fixe une tolérance sur l'épaisseur de ± 1 mm.
Epaisseur du corps d'épreuve	5	L'épaisseur du corps d'épreuve est fixée par la norme XP P 18-463 à 50 ± 1 mm. Une des conclusions principales de l'étude paramétrique réalisée dans le cadre du projet national PERFDUB (ligne 1A-9) est que le paramètre influençant probablement le plus l'essai est le rapport entre l'épaisseur du corps d'épreuve et la taille des plus gros granulats.
Saturation sous-vide	1	Application de la norme NF P 18-459 : saturation sous-vide dans l'eau de 48 heures. Il s'agit d'une disposition optionnelle prévue par la norme XP P 18-463 concernant la saturation du corps d'épreuve. Nous appliquons cette disposition systématiquement, car elle nous paraît plus efficace que la disposition de base de la norme qui consiste à « saturer » le corps d'épreuve par imbibition naturelle dans l'eau à $\pm 20^\circ\text{C}$ pendant 28 jours.
Température de séchage du corps d'épreuve	5	L'étude paramétrique réalisée dans le cadre du projet national PERFDUB (ligne 1A-9), montre que la température de séchage à 105°C peut, pour certains bétons, augmenter fortement la perméabilité (jusqu'à un rapport de 5,6 dans le cadre de l'étude) par rapport à un séchage à 80°C . L'étude explique ce phénomène par une micro-fissuration du béton. La norme XP P 18-463 impose cette température de séchage à 105°C .

2- MATERIEL		
Etanchéité des corps d'épreuve	1	L'étude paramétrique réalisée dans le cadre du projet national PERFDUB (ligne 1A-9) sur le type d'étanchéité, avec ou sans étanchéité, a montré l'absence d'influence significative, en recommandant toutefois d'éviter l'aluminium adhésif (dilatation différentielle à 105°C entre le béton et l'adhésif, pouvant provoquer des décollements).
Confinement du corps d'épreuve dans la cellule CEMBUREAU	3	L'étude paramétrique réalisée dans le cadre du projet national PERFDUB (ligne 1A-9) sur la pression de confinement (8, 9, 10 bars), a noté une légère diminution des valeurs de perméabilité lorsque la pression de confinement augmente.
Gaz utilisé	1	La norme autorise l'emploi de trois gaz : azote, oxygène ou air comprimé. Nous avons choisi l'azote, car il s'agit d'un gaz inerte (pas de risque de condensation comme avec l'air comprimé). La viscosité dynamique de l'azote à 20°C est prise en compte dans le calcul de la perméabilité.
3- MATERIAU		
Homogénéité	5	Le corps d'épreuve en béton, faisant l'objet de l'essai est fixé (non modifiable). Le béton est par nature un matériau hétérogène.
4- MILIEU AMBIANT		
Température de la salle d'essai	1	La température de la salle est un paramètre important qui est maîtrisé dans le cadre de l'essai. Il influence notamment la viscosité dynamique du gaz utilisé. Les conditions de température ambiante sont encadrées par la norme XP P 18-463 : $20 \pm 2^\circ\text{C}$
5- MOYENS HUMAINS		
Compétence	2	L'essai est réalisé par des chargés d'essais qualifiés et habilités. Le maintien des compétences est conditionné à la réalisation d'un certain nombre d'essai par an.
Evolution de la norme d'essai	1	Une veille normative est assurée et les chargés d'essai sont informés de toute modification significative de la méthode d'essai appliquée au laboratoire.

5 – ESTIMATION DE L'INCERTITUDE D'ESSAI

Comme l'ont montré, l'étude menée par le réseau des laboratoires des Ponts et Chaussées en 2004 pour la détermination des incertitudes sur les essais sur béton durci (compression, fendage, masse volumique), et l'étude paramétrique réalisée dans le cadre du projet national de recherche PERFDUB en 2018, il existe une multitude de facteurs d'influences, qui sont difficiles à évaluer individuellement.

La démarche pour l'estimation des incertitudes d'essai, proposée par la norme FD X 07-021 (§5.6), permet d'utiliser les paramètres de fidélité issus d'une campagne d'essais croisés, sous réserve que les résultats du laboratoire se situent dans l'intervalle de confiance des résultats de la campagne.

Essais inter-laboratoires :

Nous avons participé aux essais inter-laboratoires, organisés dans le cadre du projet national PERFDUB (rapport LC/19/PERF/186 du 29/3/2021)

- 18 Laboratoires ont participé à l'essai de perméabilité au gaz,
- Parmi ces 18 laboratoires, les résultats de 11 laboratoires ont été pris en compte (après tests statistiques),
- 3 bétons du projet national ont été testés,
- 2 échéances de mesures de la perméabilité ont été retenues : après 28 jours de séchage à 80°C, et à l'état sec après séchage à 105°C

Les résultats de perméabilité obtenus par notre laboratoire, sont dans les intervalles de confiance déterminés pour chaque échéance d'essai, et pour les 3 bétons testés.

Les données de fidélité retenues pour cette campagne sont les suivantes (exprimées en pourcentage de la moyenne m des mesures) :

Plage de mesure (10^{-18} m^2)	Coefficient de variation de l'écart-type de répétabilité S_r/m (%)	Coefficient de variation de l'écart-type de reproductibilité S_R/m (%)
Perméabilité au gaz après 28 jours de séchage et à l'état sec		
80 - 160	15	20

Incertitude-type de l'essai :

En application du §5.10 de la norme FD X 07-021, l'estimation de l'incertitude-type peut être assimilée à l'écart-type de reproductibilité de la campagne d'essai croisé :

$$U_{\text{type}} = \pm 0,2 \cdot \overline{K_{\text{gaz}}} \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$$

où $\overline{K_{\text{gaz}}}$ la moyenne des trois mesures à l'échéance donnée.

Incertitude élargie du laboratoire :

En application du §5.11 de la norme FD X 07-021, la détermination de l'incertitude élargie est calculée à partir de l'incertitude-type à laquelle est appliqué un coefficient d'élargissement $k=2$:

$$U = k \cdot U_{\text{type}}$$

L'incertitude finale de notre laboratoire pour l'essai de perméabilité au gaz, est donc :

$$U = \pm 0,4 \cdot \overline{K_{\text{gaz}}} \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$$

où $\overline{K_{\text{gaz}}}$ la moyenne des trois mesures à l'échéance donnée.