Abdelghafour Aït Alaïwa — Nadia Saiyouri

Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique (GeM) – Ecole Centrale de Nantes 1 rue de la noë BP 92101 F-44321 Nantes cedex 3 {abdelghafour.ait-alaiwa, nadia.saiyouri}@ec-nantes.fr

RÉSUMÉ. Des échantillons de sable de Loire injectés ont été préparés au cours d'essais d'injection de coulis de ciment ultrafin. Ils ont été étudiés afin de mettre en évidence l'effet de quelques facteurs principaux : rapport ciment/ eau, densité relative du squelette granulaire,... sur la perméabilité de ces sables injectés. Par la suite, des essais de porosimétrie par intrusion de mercure ont prouvé que la porosité et la distribution de celle-ci dans le sol sont modifiées. En outre, des mesures de perméabilité intrinsèque au gaz ont été effectuées. Enfin une évaluation de la perméabilité intrinsèque en utilisant l'équation de Katz-Thompson est proposée et comparée à la perméabilité au gaz, généralement employée dans le génie civil pour mesurer ce paramètre intrinsèque.

ABSTRACT. Specimens of grouted Loire sand were prepared in the laboratory by injection of very fine cement grouts. They were performed in order to highlight the effect of some key factors: cement-to-water ratio, relative density of the granular skeleton) on the permeability of the grouted sands. Subsequent Mercury Intrusion Porosimetry tests showed that both porosity and its distribution are modified. Besides, the intrinsic permeability was measured by gas permeability. Then, an evaluation of intrinsic permeability using the Katz-Thompson equation on theses tests is proposed and compared to gas permeability which is still commonly used in civil engineering to measure this intrinsic parameter.

MOTS-CLÉS : sable injecté, perméabilité au gaz, porosimétrie par intrusion de mercure. KEYWORDS: grouted sand, gas permeability, mecury intrusion porosimetry.

Revue. Volume X –  $n^{\circ}$  x/année, pages 1 à X

# 1. Introduction

Pour améliorer la qualité des sols de fondations d'ouvrage, un certain nombre de techniques de traitement du terrain a été mis au point. Nous entendons par cela tous les procédés permettant l'amélioration des caractéristiques mécaniques du terrain et/ou la modification des écoulements souterrains par réduction de la perméabilité en dessous de l'ouvrage. Une des techniques utilisées dans ce cadre est l'injection de coulis de ciment dans le sol. L'injection consiste en l'introduction sous pression, à travers un tube à manchettes, de différents matériaux destinés à remplir les vides dans le sol. Pour évaluer l'efficacité de cette opération, on mesure le coefficient de perméabilité intrinsèque ( $K_v$ ).

Dans le domaine de la mécanique des sols, on réalise généralement cette mesure de perméabilité à l'eau. La mesure consiste à saturer en eau une éprouvette, à appliquer une pression d'eau progressivement croissante sur l'une des faces et à mesurer la quantité d'eau ayant traversé l'éprouvette lorsque le flux est constant. Pour les sols injectés, cette méthode, également applicable, est plus délicate dans la mesure où la saturation préalable peut être difficile et une forte pression est nécessaire pour obtenir des débits mesurables, ce qui a pour effet d'altérer le sol étudié. Pour pallier cette difficulté, nous avons eu recours à la perméabilité au gaz mesurée avec des gaz tels que l'oxygène ou l'azote, lesquels sont inertes vis-à-vis des matériaux. D'autre part, nous avons mesuré la porosité par intrusion de mercure. La perméabilité au gaz peut être estimée par le coefficient de perméabilité intrinsèque K<sub>v</sub> que l'on peut également obtenir grâce à l'équation de Katz-Thompson à partir des résultats de la porosimétrie par intrusion de mercure. Ce coefficient dépend de plusieurs paramètres, dont il est question dans cet article.

## 2. Evaluation du coefficient de perméabilité K

L'objectif principal de cette recherche est d'obtenir une meilleure connaissance des mécanismes d'injection des coulis à base de ciment ultrafin dans des matrices granulaires de référence (sable de Loire à des densités prédéterminées). L'accent est mis sur la mise en évidence du phénomène de filtration lors de l'injection de coulis ultrafin. Pour cela, nous suivons un indicateur du taux de remplissage du milieu poreux par le coulis de ciment : le coefficient de perméabilité d'un sol injecté après la prise.

## 2.1. Perméabilité au gaz

La perméabilité dépend de la nature du fluide percolant et peut être liée à une perméabilité dite intrinsèque, uniquement dépendante du matériau par la relation :

$$K = \frac{\rho g}{\mu} K_{\nu}$$
[1]

3

où K,  $K_v$ ,  $\rho$ ,  $\mu$  et g sont respectivement la perméabilité du matériau poreux au fluide percolant (généralement l'eau), la perméabilité intrinsèque, la masse volumique et la viscosité du fluide percolant, enfin l'accélération de la pesanteur.

Les essais sont menés et interprétés dans le cadre de l'écoulement en régime permanent et isotherme. Une pression d'injection relative ( $P_{inj}$ - $P_{atm}$ ), qui est la différence entre la pression injectée absolue et la pression atmosphérique, est appliquée à l'échantillon et maintenue jusqu'à la stabilisation de l'écoulement à travers le matériau. Les mesures de la pression d'injection et du débit massique sont effectuées en amont de l'éprouvette. Un temps d'attente est requis afin que le régime d'écoulement stationnaire soit établi. Grâce à l'acquisition des signaux de capteurs de la pression et du débit, l'écoulement peut être contrôlé en temps réel.

Si l'on tient compte de la compressibilité du gaz traversant la matrice, il résulte de la loi de Hagen-Poiseuille pour l'écoulement de fluides gazeux au travers de corps poreux à capillaires serrés:

$$K_a = \frac{2\mu L P_0 Q}{\left(P_{inj}^2 - P_{anm}^2\right)S}$$
[2]

avec K<sub>a</sub> le coefficient de perméabilité spécifique [m<sup>2</sup>] (perméabilité au gaz), S la section de l'éprouvette [m<sup>2</sup>], Q le débit de gaz [m<sup>3</sup>/s], L la hauteur de l'éprouvette dans la direction de l'écoulement,  $\mu$  la viscosité dynamique du gaz d'essai [N·s/ m<sup>2</sup>] (azote à 20 °C:  $\mu$  = 1,76 10<sup>-5</sup> N·s/ m<sup>2</sup>), P<sub>inj</sub> la pression absolue à l'entrée [N/m<sup>2</sup>], P<sub>atm</sub> la pression absolue à la sortie [N/m<sup>2</sup>] et P<sub>0</sub> la pression à laquelle le débit est mesuré [N/m<sup>2</sup>]; habituellement: P<sub>0</sub> = P<sub>atm</sub>.

L'observation de Klinkenberg (Klinkenberg, 1939) des effets de la pression sur les perméabilités au gaz a conduit à introduire un terme tendant vers 0 quand la pression moyenne tend vers l'infini. Pour cela, nous traçons les perméabilités apparentes en fonction de l'inverse de la pression moyenne.

$$K_a = K_v \left( 1 + \frac{\beta}{P_m} \right)$$
<sup>[3]</sup>

où  $\beta$ ,  $K_v$ ,  $P_m$  sont respectivement le coefficient de Klinkenberg [Pa], la perméabilité intrinsèque  $[m^2]$  et la pression moyenne d'essai [Pa] (i.e. la moyenne de la pression absolue d'injection et de la pression absolue de sortie).



Figure 1. Interprétation des mesures de perméabilités au gaz

Ainsi à partir d'un jeu de mesures de perméabilités apparentes à différentes pressions, nous pouvons obtenir la perméabilité intrinsèque du matériau sec qui est une propriété de transfert représentative de l'écoulement visqueux au sein du matériau.

#### 2.2. Porosimétrie par intrusion de mercure

Cette technique permet de déterminer la distribution de taille des pores des solides poreux. Elle emploie le mercure comme fluide non mouillant d'intrusion. Pendant l'expérimentation, la pression d'intrusion est progressivement augmentée et le volume de mercure injecté dans les pores de l'échantillon est enregistré. Ce volume est obtenu en mesurant la variation du niveau de mercure dans un tube capillaire calibré. La méthode classique d'analyse des résultats est basée sur le modèle des pores cylindriques parallèles ayant des rayons différents non interconnectés. À l'équilibre, la relation entre le diamètre équivalent de pores (D) et la pression d'intrusion (P) est donnée par l'équation de Washburn (Washburn, 1921)

$$D = \frac{-4\sigma\cos\theta}{P}$$
[4]

Où  $\theta$  est l'angle de contact entre le mercure et la phase solide et  $\sigma$  est la tension superficielle air-mercure.

Placé dans une salle climatisée à  $20 \pm 2^{\circ}$ C, le porosimètre à mercure (Autopore 9500 de Micromeritics Instruments) utilisé pour nos mesures permet de délivrer une pression maximum d'intrusion d'environ 414 MPa. Seuls les pores dont les diamètres sont compris entre 3nm et 360µm sont donc accessibles avec cet appareil.

# 2.3. Evaluation de la perméabilité intrinsèque par la théorie de Katz-Thompson

Il existe beaucoup de modèles pour relier la perméabilité d'un milieu poreux à sa microstructure. Mais peu d'entre eux ont été développés pour prévoir la perméabilité des mortiers et bétons. Tumidajski (Tumidajski *et al.*, 1998) a appliqué la théorie de Katz-Thompson (Katz et al., 1986) (Eq. 5) pour évaluer la perméabilité de ce type de matériau à partir des mesures de porosimétrie par intrusion de mercure.

$$k = \frac{1}{226} \cdot l_c^2 \cdot \frac{l_{\max}}{l_c} \cdot n \cdot S(l_{\max}) \quad \text{avec} \quad l_{\max} = 0.34 \cdot l_c$$
<sup>[5]</sup>

où  $l_c$  est le diamètre caractéristique de pore du milieu poreux déterminé comme étant le diamètre de pore le plus petit nécessairement rempli pour initier un écoulement à travers le matériau, *n* est la porosité totale et S est la fraction du volume poreux interconnecté de diamètres supérieurs à  $l_{max}$ . Ce paramètre inclut des informations sur la connectivité du réseau poreux.

#### 3. Résultats de mesure de la perméabilité et de la porosimétrie

Les échantillons de diamètre 50 mm sont extraits par carottage d'éprouvettes cylindriques d'essai  $\emptyset$ 100x300 mm puis surfacées afin d'obtenir deux sections coplanaires. Une imperméabilisation des surfaces latérales à l'aide d'une gaine thermo-rétractable empêche les fuites de gaz durant la mesure. Les échantillons ont été soumis à un séchage modéré dans un four ventilé à la température de 60°C avant que la première mesure ne soit effectuée. Nous pouvons considérer que ce type de chauffage n'engendre aucun endommagement du sol injecté et qu'il permet un séchage suffisant pour initier la percolation du gaz à travers les échantillons.

Avant l'essai, l'échantillon est sorti de l'étuve et mis durant 24 heures dans un dessiccateur placé dans une salle climatisée à 20°C. Les mesures des perméabilités apparentes pour quatre pressions d'injection relatives de 0.05, 0.1, 0.2, 0.3 et 0,4 MPa sont effectuées selon la méthode CemBureau (Kollek, 1989, Picandet, 2001). Le débit en amont est mesuré par un débitmètre digital de la gamme 0-1000 mln/min. La pression atmosphérique et la température sont mesurées au cours de l'essai à l'aide d'un baromètre et d'un thermohygromètre digitaux.

Le tableau 1 présente, pour chaque échantillon (1 à 3) issus des colonnes K, N et C, les densités initiales ( $\gamma_d$ ), le rapport Eau /Ciment (E/C) du coulis utilisé pour l'injection, les perméabilités intrinsèques mesurées à l'eau (K) avant l'injection et au gaz ( $K_{mes}$ ) après la prise.

On constate que la perméabilité au gaz de sols injectés de densités initiales proches est d'autant plus grande que leurs rapports E/C sont faibles (Tableau 1). Cela provient de la formation de microagrégats de ciment localisés qui induisent une faible perméabilité.

| Essais                   | 1K1   | 2K2   | 3K1   | 1N   | 2N2  | 3N   | 1C1   | 2C3   | 2C2   |
|--------------------------|-------|-------|-------|------|------|------|-------|-------|-------|
| $\gamma_d^{1}(kN/m^3)$   | 17.24 | 17.24 | 17.24 | 17.3 | 17.3 | 17.3 | 18.03 | 18.03 | 18.03 |
| E/C                      | 0.42  | 0.42  | 0.42  | 0.28 | 0.28 | 0.28 | 0.42  | 0.42  | 0.42  |
| $K^{2} (10^{-11}m^{2})$  | 2.53  | 2.53  | 2.53  | 2.51 | 2.51 | 2.51 | 1.93  | 1.93  | 1.93  |
| $K_{mes} (10^{-16} m^2)$ | 1,33  | 1.47  | 6,28  | 22,7 | 104  | 310  | 140   | 181   | 490   |
| $n_0^{3}(\%)$            | 34.2  | 34.2  | 34.2  | 34.0 | 34.0 | 34.0 | 31.2  | 31.2  | 31.2  |
| $n_{f}^{4}(\%)$          | 20.6  | 21.4  | 20.1  | 26.8 | 27.2 | 25.6 | 21.7  | 21.8  | 24.5  |

Tableau 1. Caractéristiques des échantillons injectés

En ce qui concerne la porosité au mercure, on observe dans le Tableau 1que la variation relative de porosité décroît avec la densité et la concentration du coulis en ciment. En effet, le remplissage des vides du sol par le coulis est d'autant plus difficile que la densité initiale du sol est élevée. Il en est de même si la concentration en ciment du coulis est élevée.

On examine, dans ce qui suit, les spectres de porosité en fonction du diamètre équivalent de pore. Dans la figure 2, l'analyse des spectre de porosité fait apparaître deux classes de pores délimitées par les valeurs de diamètre poral  $0.4\mu m$  et  $6\mu m$  (Bruand *et al.*, 1995) :

- microporosité : pore de diamètre inférieur à 0.4µm qui correspond aux pores de la phase fine du sol dus à l'assemblage de constituants fins.
- mésoporosité : pores de 0.4µm à 6µm dus à l'assemblage des éléments grossiers et des micro-agrégats).

On observe, dans tous les cas, un spectre bimodal bien marqué caractéristique des milieux finement agrégés quand le rapport E/C est faible (figure 2a) et microagrégés pour des coulis plus chargés (figure 2b, 2c). On remarque également que, la mesoporosité disparaît au profit de la microporosité lorsque la densité initiale du sol croît.

<sup>1.</sup>  $\gamma_d$  est la densité apparente initiale du sol.

<sup>2.</sup> K est la perméabilité intrinsèque du sable non injecté.

<sup>3.</sup>  $n_0$  est la porosité totale initiale.

<sup>4.</sup> n<sub>f</sub> est la porosité totale après injection estimée par la porosimétrie par intrusion de mercure.



**Figure 2.** Spectre de porosité d'échantillons de sable injecté : (a)  $\gamma_d = 17,3kN/m^3$ , E/C = 0,28, (b)  $\gamma_d = 17,24kN/m^3$ , E/C = 0,42 et (c)  $\gamma_d = 18,03kN/m^3$ , E/C = 0,42

Plusieurs auteurs (Bruand *et al.*, 1995; Katz *et al.*, 1986) ont indiqué que de tels échantillons, montrant ce type de spectre de porosité, représentent un système complexe de réseau poreux. Par conséquent, l'interprétation des distributions calculées par le modèle de Washburn modélisant les différents pores comme des cylindres ne permet de retrouver les résultats issus des mesures de la perméabilité au gaz. Cela signifie que la porosité totale est sous-estimée par la mesure.

Le tableau 2 présente les résultats du calcul de la perméabilité par le modèle de Katz-thompson ( $K_{calc}$ ) ainsi que celles mesurées par la perméabilité au gaz ( $K_{mes}$ ).

Nous notons enfin que la perméabilité au gaz ( $K_{mes}$ ) est trois ordres de grandeur plus élevée que la perméabilité calculée ( $K_{calc}$ ) à partir de la porosimétrie (Tableau 2). Les perméabilités calculées à partir de l'équation de Katz-Thompson (Eq. 5) ne correspondent pas aux données expérimentales pour ce type de matériau.

| Essais                   | 1K1  | 2K2  | 3K1  | 1N   | 2N2 | 3N  | 1C1  | 2C3  | 2C2  |
|--------------------------|------|------|------|------|-----|-----|------|------|------|
| l <sub>c</sub> (nm)      | 40   | 40   | 40   | 337  | 393 | 364 | 40   | 40   | 40   |
| $K_{mes} (10^{-16} m^2)$ | 1,33 | 1.47 | 6,28 | 22,7 | 104 | 310 | 140  | 181  | 490  |
| $K_{cal} (10^{-19} m^2)$ | 4,81 | 4,93 | 4,61 | 316  | 469 | 385 | 5,11 | 5,11 | 5,46 |

**Tableau 2.** Perméabilités intrinsèques mesurées K<sub>mes</sub> et calculées K<sub>cal</sub>

## Conclusion

Dans ce papier, nous avons présenté les résultats de mesure de la perméabilité intrinsèque et de la porosité de sols injectés. La variation de porosité est inversement proportionnelle à la densité initiale du sol en place. La réduction de perméabilité du milieu injecté croît avec la densité et avec le rapport E/C. La théorie de Katz-Thompson sous-estime, à première vue, la perméabilité intrinsèque et nécessite donc une étude plus approfondie des paramètres caractéristiques de la formulation pour ce type de sol. Enfin, les résultats de la perméabilité au gaz sont cohérents et satisfaisants. La méthode de mesure, initialement expérimentée sur les bétons, semble s'adapter complètement à ce type de matériau.

## 4. Bibliographie

Bruand, A, Cousin, I., « Variation of textural porosity of a clay-loam soil during compaction ». European journal of soil science, Vol. 46, P.377-385, 1995.

Katz A.J., Thompson A. H., « Quantitative prediction of permeability in porous rock »: Physical Review, Series B, Vol. 34, pp. 8179-8191, 1986.

Klinkenberg, L. J., « The permeability of porous media to liquids and gases ». Production Practice. Bataafsche Petroleum Maatschappij (Amsterdam – The Netherlands) and Shell Development Company (Emeryville – California). p. 200-213. 1939.

Kollek, J.J., « The determination of the permeability of concrete to oxygen by the Cembureau method – a recommendation ». Materials and Structures. Vol 22. p.225-230. 1989.

Picandet, V., Influence d'un endommagement mécanique sur la perméabilité et sur la diffusivité hydrique des bétons. Thèse de doctorat. Génie Civil. Ecole doctorale de Mécanique, Thermique, et Génie Civil de Nantes. Ecole Centrale de Nantes. Décembre 2001.

Tumidajski, P. J. and Lin, B., « On the validity of the Katz-Thompson equation for permeabilities in concrete », Cement and Concrete Research, 28 (5), 1998, 643-647.

Washburn E. W., « The dynamics of capillary flows », Physical Review, p.273-283, 1921.