

Caractérisation de milieux poreux déformables par la méthode de pressurisation dynamique.

Mario BOULOS, Alain SOMMIER, Wahbi JOMAA, Denis BRUNEAU

UMR TREFLE

Esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence cedex

Résumé - Une méthode expérimentale de caractérisation des milieux déformables, la pressurisation dynamique (DP) est présentée. Elle permet la mesure simultanée de modules de compressibilité des phases liquide et solide et de la perméabilité du milieu poreux. La particularité de la DP est qu'elle permet la mesure du module de compressibilité non drainé du milieu lorsqu'elle est appliquée avec un liquide différent de celui des pores et des deux modules drainé et non drainé quand on utilise le même liquide que celui des pores. Les résultats obtenus pour un gel d'agar sont présentés.

Nomenclature

b	coefficient de Biot, -	V	volume, m^3
C	module de compressibilité, Pa	<i>Symboles grecs</i>	
E	module d'Young, Pa	ϵ	déformation, -
h	hauteur, m	ν	coefficient de Poisson, -
M	module de Biot, Pa^{-1}	<i>Indices et exposants</i>	
P	pression, Pa	l	liquide ; s solide ;
		m	milieu poreux ; eq équilibre

1. Introduction

Un milieu poreux saturé en liquide placé dans un milieu liquide qui subit un changement de pression se rétrécit. Si l'espace contenant le milieu poreux contient le même liquide que dans les pores de l'échantillon, ce dernier se dilate après un laps de temps dû au déplacement du liquide du milieu à l'intérieur de ses pores. La mesure de cette cinétique de dilatation permet d'obtenir sa perméabilité. Ce principe a été appliqué par Gross et Scherer pour des aérogels. La théorie a été développée par Scherer [1] ; Grasley et al. [2] l'ont améliorée pour qu'elle soit applicable aux matériaux cimentaires.

Nous présenterons le dispositif expérimental développé ainsi que la méthode de mesure employée. Nous rappellerons le principe de la pressurisation dynamique et les bases théoriques nécessaires à l'exploitation des données obtenues et nous détaillerons les résultats obtenus sur des gels d'agar.

2. Matériel

Le dispositif expérimental présenté sur la figure 1 permet la mesure de la perméabilité et du module de compressibilité simultanément. L'expérience consiste à équilibrer un échantillon (ou le gel) dans une cuve sous pression (ou un autoclave), puis à changer la pression dans le système tout en mesurant, via un capteur de type *Linear Variable Differential Transformer* (précision de mesure de 9 μm), la déformation verticale du gel notée ϵ_z . La pression dans l'autoclave est contrôlée par l'azote qui est en contact avec le liquide à l'intérieur de la bouteille d'interface. Le contrôle se fait à l'aide d'un détendeur de gaz à membrane. Les valeurs de la hauteur, de la pression (précision 0.28 bar) et la température sont enregistrées en fonction du temps et du cycle de pression appliquée à l'échantillon.

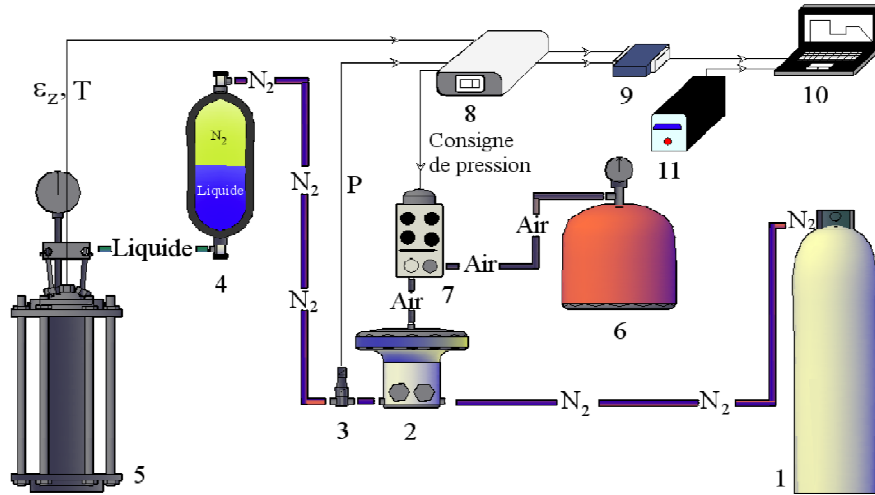


Figure 1 : Dispositif expérimental mis en place pour appliquer la DP sur les échantillons de gel : 1 - bouteille d'azote gazeux sous 200 bar, 2 - détendeur à dôme multiplicateur, 3 - capteur de pression, 4 - bouteille d'interface azote- liquide, 5 - autoclave + capteur LVDT fixé sur son couvercle, 6 - compresseur d'air, 7 - convertisseur I/P, 8 - régulateur/indicateur numérique + le conditionneur du capteur LVDT, 9 - carte d'acquisition, 10 - ordinateur, 11 - stabilisateur de courant.

3. Exploitation des mesures

3.1. Mesure dans l'huile

Afin de réaliser une mesure nous relevons les grandeurs caractéristiques de l'échantillon (hauteur, diamètre et masse) puis nous plaçons l'éprouvette dans l'autoclave sur un support fritté. Nous remplissons le dispositif d'huile et nous programmons le cycle de pression à appliquer sur l'éprouvette.

La consigne de variation de pression comporte les phases suivantes : une longue phase d'équilibrage à pression atmosphérique (20 heures), une montée de ΔP progressive de 0 à 59 bar (90 minutes), qui permet de calculer le module d'Young à chaque instant et étudier sa variation par rapport à la pression appliquée, une période de pression constante (une heure), une baisse instantanée puis un temps de maintien à la pression atmosphérique.

Dans ce cas la contraction des échantillons dans l'huile est due à une compression isostatique (la pression appliquée est la même dans toutes les directions). Ce chargement engendre des déformations dans les trois directions de l'espace. Le module d'Young est calculé à partir du module d'élasticité ou de compressibilité C , qui relie les variations de pression et de volume, pour un matériau homogène et isotrope, par la relation suivante :

$$\Delta P = -C \frac{\Delta V}{V_0} \Rightarrow E = -3V_0(1-2\nu) \frac{\Delta P}{\Delta V} \quad (1)$$

La déformation volumique est égale au cube de la seule information que nous avons en terme de variation de déplacement, ϵ_z . D'après l'équation (1), le module d'Young sera défini par :

$$E = -h_0(1-2\nu) \frac{\Delta P}{\Delta h} \quad (2)$$

Ces essais nous permettent d'obtenir le module d'Young du matériau non drainé car l'eau ne peut pas sortir de l'échantillon vers l'autoclave rempli d'huile (liquide différent et non miscible de celui présent dans les pores du milieu poreux).

3.2. Mesures dans l'eau

Pour réaliser ces mesures, l'échantillon est placé dans l'eau jusqu'à atteindre un état d'équilibre puis nous imposons une brusque variation de pression à P_A . Ainsi la pression du liquide dans les pores (P_P) ne prend pas la valeur P_A immédiatement et l'échantillon se contracte. Néanmoins, après un laps de temps, en fonction de la perméabilité de l'échantillon, le liquide se déplace de la cuve vers l'intérieur de l'échantillon, sous l'effet de la différence de pression, tout en augmentant la pression du liquide dans les pores jusqu'à P_A à $t = t_{eq}$. Le milieu poreux se dilate mais ne retrouve pas la hauteur initiale. La mesure de la cinétique de la dilatation aboutit à la perméabilité de l'échantillon.

Le module de compressibilité du milieu poreux (C_m) contrôle la déformation initiale ε_0 , alors que la déformation finale ε_∞ dépend du module de compressibilité de la phase solide (C_s). Nous désignons par (C_l) celui de la phase liquide qui est normalement connu. Le module de compressibilité, aussi appelé module d'élasticité, mesure la résistance d'une substance à une compression uniforme. Il est défini comme l'augmentation de pression nécessaire pour réduire le volume du matériau d'une quantité connue. Son unité de base est le Pascal et est généralement noté K , mais pour le différencier de la perméabilité il est désigné par C . Il est lié au module d'Young et au coefficient de Poisson par la relation suivante :

$$C = \frac{E}{3(1 - 2\nu)} \quad (3)$$

Dans le cas d'un milieu poreux saturé ayant une phase solide élastique, la déformation axiale obéit à la loi suivante :

$$\varepsilon_z = \varepsilon_l + \frac{1}{E_m} [\sigma_z - \nu_m (\sigma_r + \sigma_\theta)] \quad (4)$$

où σ_r , σ_θ et σ_z sont les contraintes totales dans les directions principales. E_m et ν_m sont, respectivement, le module d'Young et le coefficient de Poisson du milieu poreux. La déformation libre (ε_l) est définie par :

$$\varepsilon_l = \frac{b P_l}{3C_m} \quad (5)$$

où P_l est la pression du liquide dans les pores, C_m est le module de compressibilité du milieu poreux, b est le coefficient de Biot ($b = 1 - \frac{C_m}{C_s}$) et C_s est le module de compressibilité de la phase solide.

Le transport du liquide dans les pores obéit à la loi de Darcy. En se basant sur les travaux de Biot, Scherer écrit alors l'équation de conservation de la masse sous la forme suivante :

$$\frac{\dot{P}_l}{M} + b \dot{\varepsilon} = \frac{K}{\mu_l} \nabla^2 P_l \quad (6)$$

avec $\dot{\varepsilon}$, la dérivée par rapport au temps de la déformation volumique du milieu et μ_l , la viscosité du liquide. Le module de Biot M est défini par [1] : $\frac{1}{M} = \frac{\phi_l}{C_l} + \frac{b - \phi_l}{C_s}$.

avec ϕ_l , la porosité du milieu poreux (ou la fraction volumique de la phase liquide).

Scherer a considéré un échantillon cylindrique de rayon R d'un milieu poreux dans le développement de sa théorie. En utilisant les coordonnées cylindriques et en effectuant le changement de variable $u = r/R$, l'équation (6) devient :

$$\frac{\dot{P}_l}{M} + b\dot{\epsilon} = \frac{K}{\mu_l R^2} \frac{1}{u} \frac{\partial}{\partial u} \left(u \frac{\partial P_l}{\partial u} \right) \quad (7)$$

La déformation volumique d'un échantillon cylindrique saturé entouré de fluide à pression P_A , est donnée par Scherer [1] et s'écrit :

$$\epsilon = 3\beta\epsilon_l + 3(1-\beta)\langle\epsilon_l\rangle - \frac{P_A}{3C_m} \quad (8)$$

la constante β est définie par : $\beta = \frac{1+v_m}{3(1-v_m)}$.

L'équation (7) permet d'obtenir une équation différentielle pour la pression des pores, en développant le coefficient de Biot. Cette équation a la forme suivante :

$$\frac{\partial P_l}{\partial \theta} + \left(\frac{(1-\beta)b\lambda}{1-(1-\beta)b\lambda} \right) \frac{\partial \langle P_l \rangle}{\partial \theta} - \left(\frac{\lambda}{1-(1-\beta)b\lambda} \right) \frac{\partial P_c}{\partial \theta} = \frac{1}{u} \frac{\partial}{\partial u} \left(u \frac{\partial P_l}{\partial u} \right) \quad (9)$$

avec :

$$\lambda = \frac{M b}{C_m + M b^2} \quad (10)$$

où le paramètre λ représente le rapport de la pression du liquide présent dans les pores à la pression appliquée suite à un brusque saut de pression.

Le temps non-dimensionnel θ est défini par :

$$\theta = \frac{t}{\tau_v} \quad (11)$$

où le temps de relaxation hydrodynamique, τ_v , est :

$$\tau_v = \frac{\mu_l R^2}{K} \left(\frac{\beta b^2}{C_m} + \frac{1}{M} \right) \quad (12)$$

Afin de résoudre l'équation (11), les conditions initiales et aux limites sont les suivantes :

- la pression initiale dans les pores est uniforme et égale à la pression atmosphérique : $P_l(u, 0) = P_0$,
- quand la pression P_A est appliquée, la pression à la surface prend tout de suite cette valeur : $P_l(1, \theta) = P_A$.

La déformation axiale, ϵ_z peut être obtenue comme suit:

$$\varepsilon_z = \frac{b \langle P_l(\theta) \rangle - P_A}{3C_m} \quad (13)$$

où $\langle P_l(\theta) \rangle$ est la pression moyenne du liquide. Cette équation est résolue en appliquant la transformée de Laplace. Une solution approchée de ce système aboutit à une fonction de relaxation (Ω) écrite comme suit:

$$\Omega(\theta) \approx \exp \left\{ \frac{4}{\sqrt{\pi}} [1 - (1 - \beta) b \lambda] \left(\frac{\theta^{2.2} - \theta^{0.5}}{1 - \theta^c} \right) \right\} \quad (14)$$

où le coefficient c est calculé à partir de l'équation suivante :

$$c = 0.6 - 0.19 (1 - \beta) b \lambda \quad (15)$$

La façon la plus convenable pour réaliser l'expérience est d'imposer une augmentation instantanée de la pression. En d'autres termes, la pression de la cuve (P_C) passe de la pression atmosphérique (P_0) à la pression imposée (P_A) en une période de temps qui ne dépasse pas $10^{-4} \tau_v$. Dans le cas où la pression change instantanément de valeur à $\theta = 0$, l'équation (13) s'écrit :

$$\varepsilon_z = \varepsilon_\infty + (\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty) \Omega(\theta) \quad (16)$$

où les déformations initiale et finale instantanées sont données par les équations suivantes :

$$\varepsilon_0 = -(1 - b \lambda) \frac{P_A}{3C_m} ; \varepsilon_\infty = -\frac{P_A}{3C_s} \quad (17) ; (18)$$

Lorsque la pression est appliquée instantanément, le gel se contracte et subit une déformation initiale (ε_0), voir *Figure 2*. Après un laps de temps, l'eau de la cuve (ou l'autoclave) commence à entrer dans les pores grâce à la différence de pression et l'échantillon se dilate. Ainsi, la hauteur finale correspondante à ε_∞ n'atteint pas sa valeur initiale. Une fois C_s et C_m calculés, le coefficient de Biot, le module de Biot et λ peuvent être calculés. La perméabilité est calculée à partir du temps de relaxation hydrodynamique, τ_v défini dans l'équation (12) et déterminé en ajustant l'équation (16) sur la courbe expérimentale de dilatation du gel.

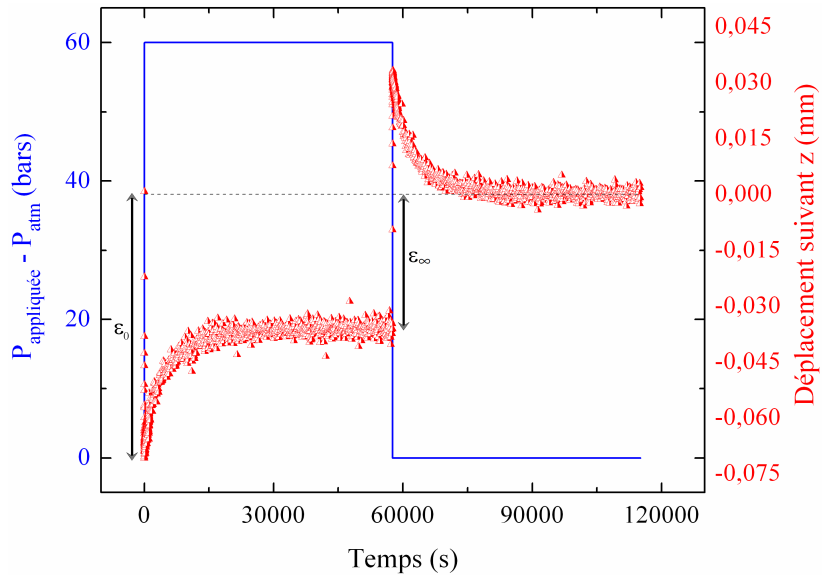


Figure 2 : Déformations initiale et finale après application de la pression sur un cylindre d'agar.

4. Résultats

A partir des mesures de pression et de variation de hauteur de l'échantillon le modèle de Biot avec les conditions aux limites de Scherer nous permet de calculer les valeurs présentées dans les tableaux ci dessous. Le tableau 1 présente les modules de compressibilité de la phase liquide C_l , solide C_s , du milieu poreux drainé C_m et le coefficient de Biot b pour chaque valeur de teneur en eau W du gel d'agar testé. Les valeurs du module de Biot M , du rapport pression cuve/ pression liquide des pores λ , le temps caractéristique τ_v et la perméabilité K en fonction de W sont présentées dans le tableau 2. λ , comme b , prend aussi une valeur très proche de 1 conformément à la théorie.

À partir des incertitudes des différents capteurs utilisés et des erreurs de mesure, nous pouvons estimer la précision des mesures à $\pm 5\%$.

Water content (-)	C_l (GPa)	C_s (GPa)	C_m (GPa)	b (-)
$W = 14.800$	0.778	1.38	0.00172	0.998
$W = 14.673$	0.945	1.69	0.00168	0.999
$W = 14.542$	0.974	1.82	0.00164	0.999
$W = 14.607$	1.001	1.86	0.00166	0.999
$W = 13.520$	0.987	1.98	0.00134	0.999

Tableau 1 : C_l , C_s , C_m et b en fonction de la teneur en eau

Water content (-)	M (GPa)	λ (-)	τ_v (s)	K (m ²)
$W = 14.800$	0.796	0.999	20719.234	3.02E - 18
$W = 14.673$	0.966	0.999	21211.887	3.06E - 18
$W = 14.542$	0.986	0.999	17109.89	3.89E - 18
$W = 14.607$	1.003	0.999	20011.135	3.17E - 18
$W = 13.520$	1.001	0.999	36211.916	2.16E - 18

Tableau 2 : M , λ , τ_v et K en fonction de la teneur en eau

5. Conclusion

Une méthode expérimentale, la pressurisation dynamique (DP) permettant la mesure simultanée de modules de compressibilité des phases liquide et solide et de la perméabilité du milieu poreux (gel d'agar) simultanément a été présentée. Si le liquide de la cuve est le même que celui présent dans les pores, il entre de la cuve vers les pores par différence de pression et l'échantillon se dilate sans revenir à la position initiale. La déformation finale dépend de la rigidité des grains solides (elle permet donc la mesure du module de compressibilité de la phase solide) et la cinétique de dilatation conduit à la perméabilité. Si les liquides sont différents, seul le module de compressibilité non drainé du milieu est mesuré.

Références

- [1] Scherer G.W., Dynamic pressurization method for measuring permeability and modulus: I. theory. *Materials and Structures* 39, 1041-1057 (2006).
- [2] Grasley Z.C., Scherer G.W., Lange D.A., Valenza J.J., Dynamic pressurization method for measuring permeability and modulus : II. cementitious materials. *Materials and Structures* 40, 711-721 (2007).