
**Détermination de la porosité et de la
perméabilité au gaz de liants hydrauliques
contenant des déchets radioactifs**

*Determination of gas porosity and gas permeability of hydraulic binders
containing embedded radioactive waste*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11599:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4189ca46-6a3a-4f44-b88d-cedb66b86976/iso-11599-1997)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4189ca46-6a3a-4f44-b88d-
cedb66b86976/iso-11599-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4189ca46-6a3a-4f44-b88d-cedb66b86976/iso-11599-1997)



Sommaire

| | Page |
|--|------|
| 1 Domaine d'application..... | 1 |
| 2 Préparation des échantillons | 1 |
| 3 Mesure de la porosité ouverte au gaz | 5 |
| 4 Mesure de la perméabilité au gaz..... | 8 |

Annexes

| | |
|-------------------------|----|
| A Pycnomètre à gaz..... | 12 |
| B Bibliographie | 16 |

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11599:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4189ca46-6a3a-4f44-b88d-cedb66b86976/iso-11599-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4189ca46-6a3a-4f44-b88d-cedb66b86976/iso-11599-1997>

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation

Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Internet central@iso.ch

X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11599 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Energie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/siv/4182c916-0a3a-4744-b08d-cdb6066976/iso-11599-1997>

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.
L'annexe B est donnée uniquement à titre d'information.

Introduction

Des composés à base de liants hydrauliques peuvent être une pâte pure de ciment, du mortier ou du béton, contenant un déchet enrobé, ce déchet pouvant être radioactif ou non radioactif.

Il a été observé que la longévité d'un composé à base de liant hydraulique ainsi que le taux de lixiviation à l'eau des radionucléides enrobés, dépendent pour une grande part de la porosité et de la perméabilité de la matrice. Aussi l'homogénéité d'une matrice à base de liant hydraulique peut être rattachée à sa perméabilité et porosité ouverte.

L'objectif de la présente Norme internationale est de proposer une méthodologie de mesure qui permette d'estimer dans un laps de temps court, la perméabilité et la porosité au gaz de composés à base de liant hydraulique. Une comparaison directe des résultats obtenus par différents laboratoires sera alors possible par comparaison de la qualité et du comportement au vieillissement du produit. La présente Norme internationale permettra de diminuer les divergences de résultats entre laboratoires.

[ISO 11599:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4189ca46-6a3a-4f44-b88d-cedb66b86976/iso-11599-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4189ca46-6a3a-4f44-b88d-cedb66b86976/iso-11599-1997>

Détermination de la porosité et de la perméabilité au gaz de liants hydrauliques contenant des déchets radioactifs

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale donne les principes et les méthodes de mesure à la fois de la porosité ouverte au gaz et de la perméabilité au gaz de composés à base de liant hydraulique qui sont utilisés pour l'immobilisation de déchets radioactifs. Les mesures peuvent être réalisées par l'utilisation de différents appareils, de construction et conception correspondant à quelques caractéristiques recommandées, sur des échantillons en provenance d'une préparation de laboratoire ou d'une production industrielle. Les échantillons peuvent provenir d'un moulage ou du carottage d'un bloc.

2 Préparation des échantillons

Les échantillons peuvent être obtenus soit par moulage soit par carottage d'un bloc. Le choix doit être déterminé en fonction de l'objectif de l'étude. En particulier, si la mesure vise à établir une valeur spécifique et massique du bloc échantillonné, 20 mm de l'extrémité externe de l'échantillon pourront être éliminés.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4189ca46-6a3a-4f44-b88d-cedb66b86976/iso-11599-1997>

2.1 Échantillons moulés

Les échantillons sont moulés lorsque la matrice ou le mélange proviennent soit d'une préparation de laboratoire, soit d'un appareillage pilote ou industriel.

2.1.1 Dimensions

Les échantillons doivent être des cylindres orthogonaux de section carrée ou des parallélépipèdes rectangulaires. La longueur acceptable des échantillons est comprise entre (40 ± 2) mm et (220 ± 5) mm. La longueur recommandée est de (110 ± 3) mm.

L'orthogonalité des côtés avec la génératrice principale de l'échantillon doit être de $(90 \pm 1)^\circ$. Le gauchissement d'un côté plan doit être au plus de 0,5 mm.

2.1.2 Moules

L'échantillon est coulé dans des moules constitués en acier, en matière plastique ou en carton revêtu intérieurement de papier sulfurisé.

La conception du moule doit permettre le retrait de l'échantillon sans écaillage des angles à l'intersection de deux faces. Durant le remplissage du moule, le mélange sera aplani à l'aide d'une règle pour minimiser toute formation de bulles d'air. Si une vibration des fûts est prévue dans le procédé industriel, l'échantillon sera préparé sur une microtable vibrante.

Le nivellement de la surface supérieure, sera réalisé à l'aide d'une règle métallique. La section de cette règle est trapézoïdale avec des angles à la plus grande base de 45° .

Les dimensions de la règle sont les suivantes:

- longueur: 450 mm;
- largeur de la base principale: 60 mm;
- épaisseur: 15 mm.

Dans un premier stade, (voir figure 1, opération A), une surface brute de l'échantillon sera obtenue en utilisant le côté chanfreiné de la règle. Dans un second stade, (voir figure 1, opération B), la surface finale de l'échantillon sera obtenue en utilisant la petite base de la règle.

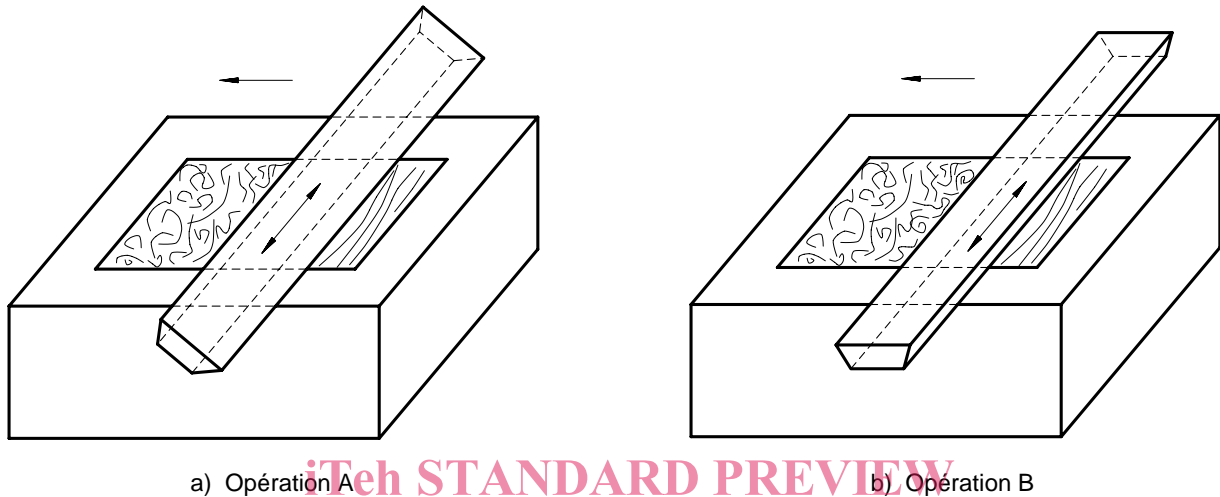


Figure 1 — Nivellement des échantillons moulés

Le nivellement grossier et final sera réalisé avec un mouvement de va-et-vient de la règle (mouvement alternatif). Pour chaque nivellement, 2 passages seront réalisés avec un changement de direction de 90°. Durant le nivellement, les trous seront comblés avec le même mélange.

Tous les détails de cette opération doivent être notés sur le rapport d'essai.

2.2 Échantillons carottés

—1 et 800 min⁻¹ sera utilisée. En général, la carotte sera tronçonnée en sections à l'aide d'un disque en carborundum afin que les échantillons soient à la bonne longueur.

Lorsqu'il faut carotter un colis, l'échantillon doit être choisi de façon qu'on puisse différencier un colis homogène d'un colis hétérogène.

2.2.2 Échantillonnage de colis homogènes

La procédure utilisée est indiquée à la figure 2. Les carottes sont exécutées dans une direction parallèle à l'axe du conteneur et à mi-distance entre le centre et la surface latérale du colis. Ensuite, la carotte est tronçonnée comme indiquée sur le schéma afin d'obtenir cinq échantillons.

2.2.3 Échantillonnage de colis hétérogènes

La figure 3 montre la procédure utilisée pour un colis cylindrique ou parallélépipédique dont le volume est égal ou inférieur à 2 m³. Une carotte verticale et trois carottes transversales peuvent être obtenues, ce qui donne cinq échantillons.

La figure 4 montre la procédure utilisée pour un colis cylindrique ou parallélépipédique dont le volume est supérieur à 2 m³. Deux carottes verticales et trois carottes transversales peuvent être obtenues. Dans ce cas, le nombre d'échantillons est de sept.

Si les deux procédures précédentes risquent de détruire l'intégrité du colis, il est possible de n'effectuer les prélèvements d'échantillons que sur le haut du conteneur. Dans ce cas, la représentativité statistique de l'échantillonnage sera moins bonne.

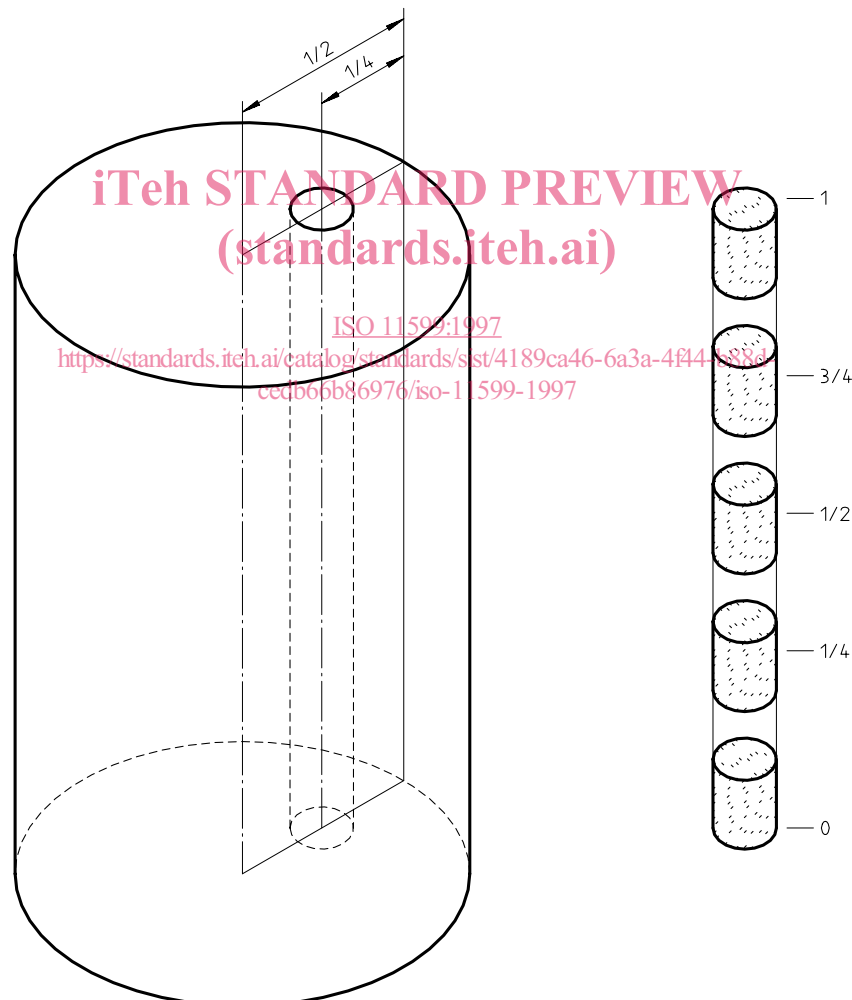


Figure 2 — Échantillonnage de colis homogènes

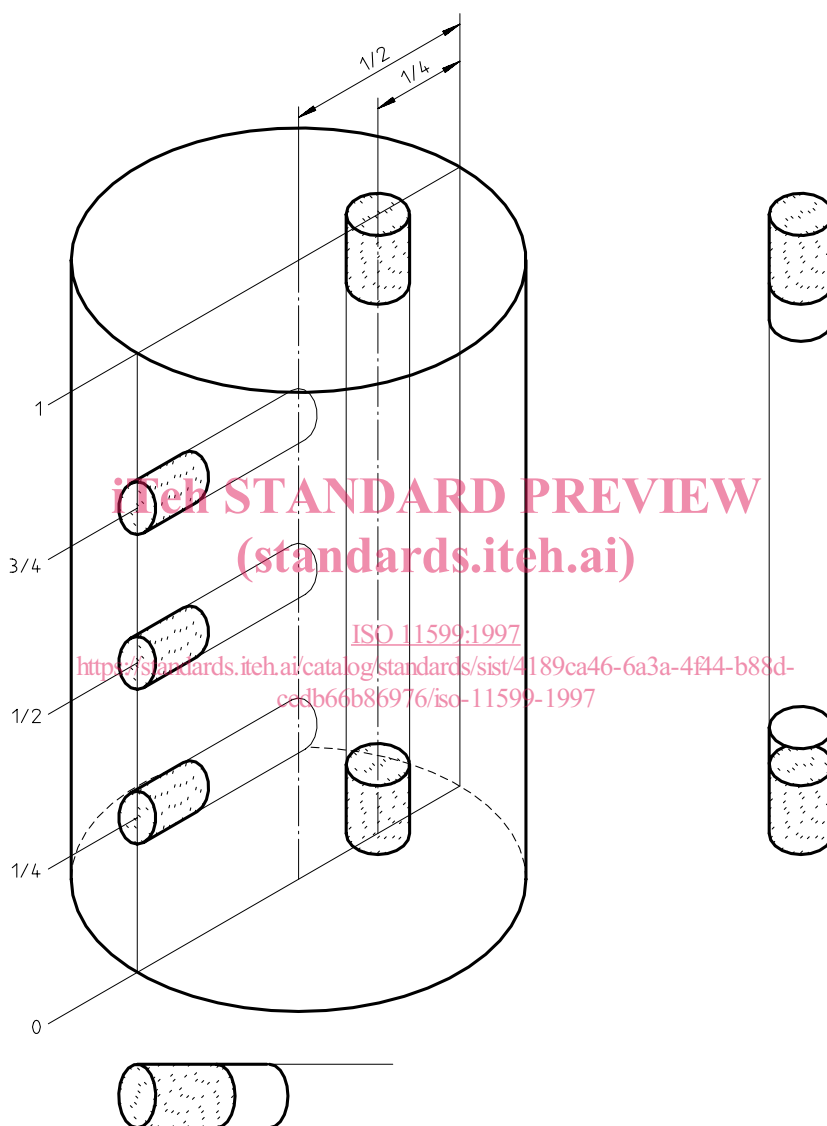


Figure 3 — Échantillonnage de colis hétérogènes, blocs de volume $\leq 2 \text{ m}^3$

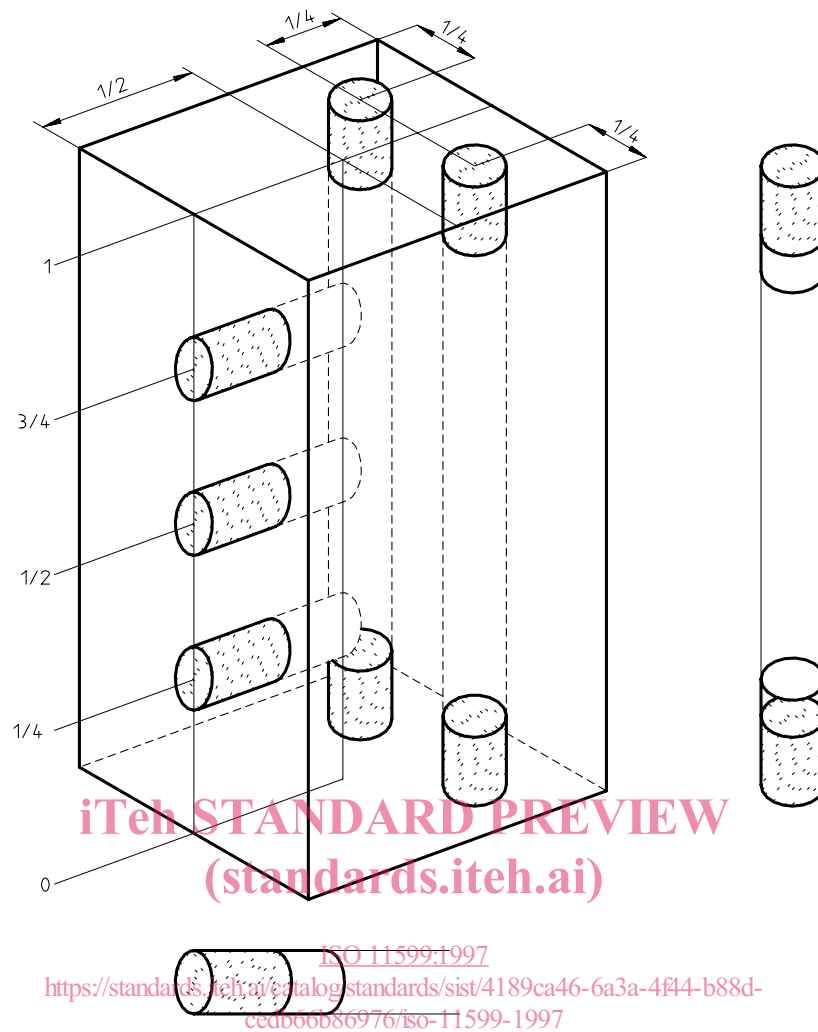


Figure 4 — Échantillonnage de colis hétérogènes, blocs de volume > 2 m³

3.1 Définition

La porosité ouverte au gaz d'un échantillon (P), exprimée en pourcentage, est le rapport du volume des pores ouverts (V_o) de l'échantillon à son volume géométrique (V_g) (appelé couramment volume apparent). Le volume des pores ouverts de l'échantillon est également égal au volume géométrique diminué de son volume réel (V_s).

$$P = \frac{V_o}{V_g} \times 100 \quad \dots(1)$$

$$V_o = V_g - V_s \quad \dots(2)$$

d'où

$$P = \frac{V - V_s}{V} \times 100 \quad \dots(3)$$

3.2 Principe

La détermination de la porosité au gaz est établie par la mesure du volume réel de l'échantillon à l'aide d'un pycnomètre à hélium.

NOTE — La théorie du pycnomètre à gaz est donnée en annexe A.

Les étapes suivantes seront exécutées:

- séchage de l'échantillon à 60 °C jusqu'à masse constante;
- mesure du volume géométrique de l'échantillon;
- mesure du volume réel de l'échantillon.

3.3 Appareillage

L'appareillage nécessaire pour la mesure de la porosité ouverte au gaz comprend les éléments suivants:

3.3.1 Étuve de laboratoire, pour séchage de l'échantillon à une température de (60 ± 2) °C.

3.3.2 Dessiccateur, pour refroidissement de l'échantillon avant pesée.

3.3.3 Balance de laboratoire, de capacité 0 à 5 kg, ayant une précision de 0,01 %.

3.3.4 Pied à coulisse, ayant une précision de 0,1 mm pour la détermination du volume géométrique de l'échantillon.

3.3.5 Pycnomètre à gaz, pour la mesure du volume réel de l'échantillon dont la précision de la mesure de la pression est au moins égale à 10 Pa.

3.4 Préparation de l'échantillon

Les échantillons doivent provenir de moulage ou de tronçonnage après carottage. Des exemples de plusieurs possibilités de préparation des échantillons sont donnés à l'article 2. Les échantillons doivent être parallélépipédiques ou cylindriques.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Séchage et pesée de l'échantillon

Sécher les échantillons dans l'étuve (3.3.1) à (60 ± 2) °C jusqu'à masse constante. Une masse constante est considérée comme atteinte lorsque la différence entre les deux dernières pesées sur la balance (3.3.3) à 24 h d'intervalle est inférieure à 0,1 % de la valeur obtenue lors de la pesée précédente. Avant toute pesée, refroidir les échantillons dans le dessiccateur (3.3.2) jusqu'à température ambiante.

3.5.2 Détermination du volume géométrique

Déterminer le volume géométrique (V_G) immédiatement après la pesée.

3.5.2.1 Mesures du diamètre du cylindre

Utiliser le pied à coulisse (3.3.4) pour la mesure du diamètre. Effectuer quatre mesures à chaque extrémité et en partie médiane de l'échantillon en tournant l'échantillon de 45° après chaque mesure. Le diamètre moyen (\bar{D}) sera la moyenne arithmétique des douze mesures.

3.5.2.2 Mesures de la longueur

Mesurer la hauteur (H) du cylindre et les côtés (H_1 , H_2 , H_3) du parallélépipède. Effectuer quatre mesures avec le pied à coulisse pour chaque côté du parallélépipède et la hauteur du cylindre, en tournant l'échantillon à 45° après chaque mesure. La valeur moyenne (\bar{H}) sera la moyenne arithmétique des quatre mesures.

3.5.2.3 Volume géométrique, V_g

Déterminer le volume géométrique de l'échantillon à l'aide des expressions mathématiques suivantes:

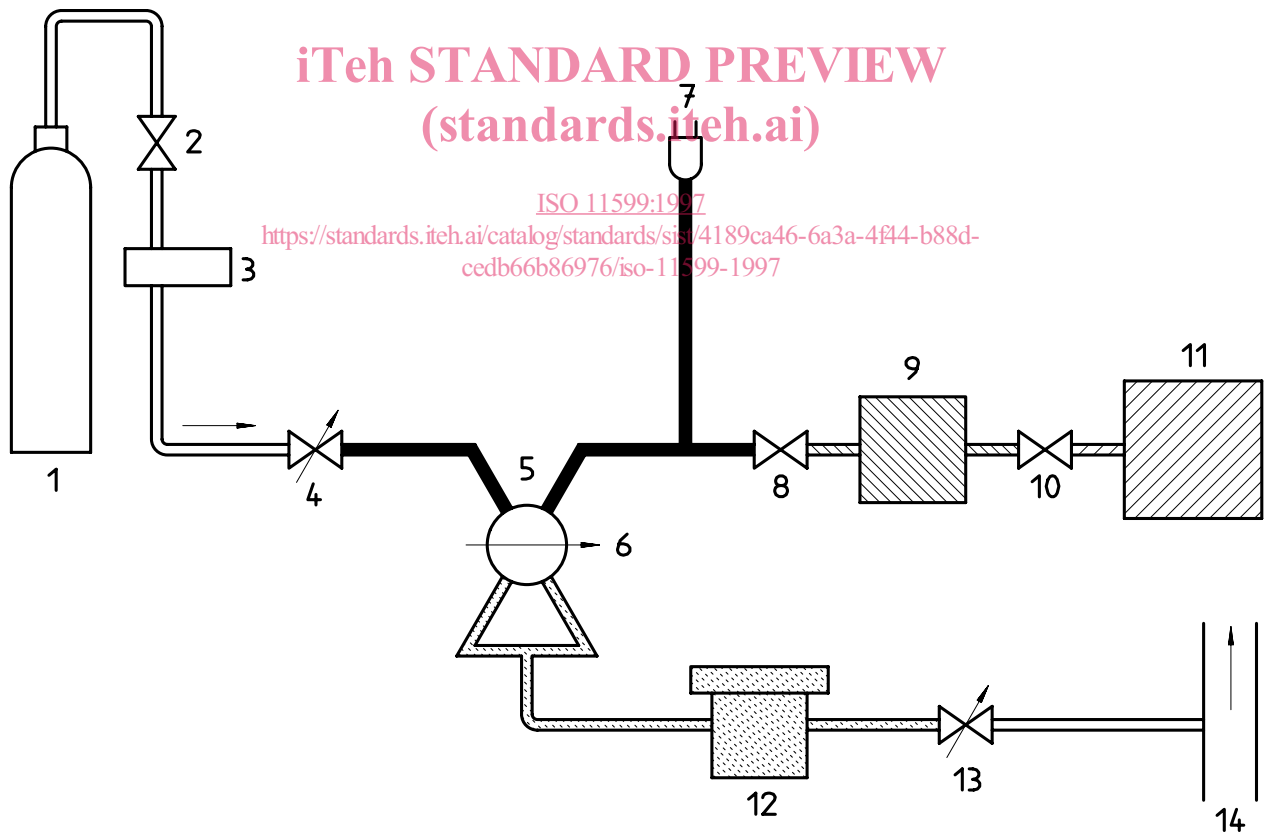
$$\text{Volume du cylindre: } V_g = \frac{\pi \cdot \bar{D}^2 \cdot \bar{H}}{4} \quad \dots(4)$$

$$\text{Volume du parallélépipède rectangle: } V_g = \bar{H}_1 \cdot \bar{H}_2 \cdot \bar{H}_3 \quad \dots(5)$$

3.5.3 Détermination du volume réel

Déterminer le volume réel (V_s) à l'aide du pycnomètre à gaz (3.3.5) immédiatement après la détermination du volume géométrique.

Le schéma du pycnomètre à gaz est représenté à la figure 5; l'explication théorique d'emploi ainsi que la procédure d'étalonnage sont données en annexe A.



Légende

- | | | |
|---|--------------------------------------|---|
| 1 Bouteille de gaz haute pression (He ou N ₂) équipée d'un manomètre détenteur | 5 Microcellule de référence V_{rm} | 10 Vanne 2 |
| 2 Vanne de connexion et d'isolement | | 11 Grande cellule de référence V_{rg} |
| 3 Manomètre détenteur 0 à 117,2 kPa | | 12 Cellule porte-échantillon V_c |
| 4 Vanne à rotule pour l'entrée du gaz | | 13 Vanne à rotule pour la sortie du gaz |
| | | 14 Ventilation |

Figure 5 — Pycnomètre à gaz