



HAL
open science

Calorimétrie quasi adiabatique pour bétons : facteurs d'influence

Claude Boulay, Jean Michel Torrenti, Jean Luc Andre, Richard Saintilan

► **To cite this version:**

Claude Boulay, Jean Michel Torrenti, Jean Luc Andre, Richard Saintilan. Calorimétrie quasi adiabatique pour bétons : facteurs d'influence. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 2010, 278, pp 19-36. <hal-00562100>

HAL Id: hal-00562100

<https://hal.science/hal-00562100v1>

Submitted on 2 Feb 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons CC BY-NC-ND 4.0 - Attribution - Non-commercial use - No Derivative Works - International License

Calorimétrie quasi adiabatique pour bétons : facteurs d'influence

Claude BOULAY*
Jean-Michel TORRENTI

Université Paris-Est, Laboratoire central des
Ponts et Chaussées, Paris, France

Jean-Luc ANDRE
Richard SAINTILAN

Laboratoire régional des Ponts et Chaussées,
Saint-Brieuc, France

■ RÉSUMÉ

La calorimétrie quasi adiabatique sur éprouvettes de béton (QAB), méthode proposée au LCPC dans les années 1980, est une transposition au béton de la procédure appliquée pour la détermination normalisée de la chaleur d'hydratation des ciments (NF EN 196-9 qui remplace la NF P 15-436). Cette donnée est essentielle pour la prédiction, par simulation numérique, du comportement thermomécanique des structures. Cet article regroupe une description du matériel et de ses performances et les différents calculs permettant d'obtenir la chaleur dégagée, la cinétique de ce dégagement de chaleur si l'essai avait été adiabatique, le flux de chaleur, l'affinité chimique et le degré d'hydratation. Les principes de l'étalonnage des calorimètres QAB est rappelé et l'examen des grandeurs d'influences permet une estimation de l'incertitude sur la chaleur dégagée. Une estimation de la dispersion inhérente au matériau serait encore à faire.

Quasi-adiabatic calorimetry for concretes: Influential factors

■ ABSTRACT

Quasi-adiabatic calorimetry performed on concrete specimens (known under the French acronym QAB) is a method first proposed at the LCPC Laboratory in the 1980's; it involves transposing to concrete the same procedure applied for the standardized determination of cement hydration heat (NF EN 196-9, which replaces Standard NF P 15-436). This input is essential for predicting, by numerical simulation, the thermomechanical behavior of structures. The present article offers a description of the calorimetry equipment and its performance, along with the various calculations that yield: the amount of heat released, the kinetics of this release (if the test had been adiabatic), heat flux, chemical affinity and degree of hydration. The principles behind QAB calorimeter calibration are reviewed and the magnitudes of influences assessed in order to estimate uncertainty in the heat release calculation. On the other hand, the level of dispersion inherent in the material still needs to be estimated.

* AUTEUR À CONTACTER :

Claude BOULAY
claude.boulay@lpc.fr

INTRODUCTION

Depuis la fin des années 80, l'avènement de grands codes aux éléments finis a permis d'envisager la prédiction des champs de températures dans les pièces massives en béton au jeune âge [2]. Une des données, essentielle pour cette prédiction, est la chaleur d'hydratation du béton. C'est pourquoi, à cette époque, a été développé par une équipe projet du LCPC et du CECP d'Angers [3] un calorimètre QAB (Quasi Adiabatique pour Bétons) inspiré des calorimètres semi-adiabatique de type Langavant utilisés pour le ciment. Ce calorimètre et sa méthode d'essai ont été mis au point car les tentatives pour déduire la chaleur dégagée dans le béton à partir d'essais sur pâtes de ciment ou mortiers n'avaient pas abouti¹ à cette époque.

¹ Aujourd'hui, cela semble davantage réalisable [9].

Cet essai permet d'estimer la chaleur dégagée par l'hydratation du ciment contenu dans une éprouvette de béton. Sachant que tous les anhydres ne seront pas hydratés à la fin du processus d'hydratation, la chaleur prise en compte ne permet donc pas de déterminer la chaleur massique d'hydratation du ciment² [20]. Par contre, il intègre toutes les interactions possibles entre les éléments de la formule de béton, par exemple l'effet des adjuvants.

Le calorimètre QAB est constitué d'un caisson à double paroi (externe en PVC, interne en polyester armé de fibres de verre) remplie par un isolant (mousse de polyuréthane) d'environ 14 cm d'épaisseur (figure 1). Le logement central reçoit une enveloppe cylindrique en acier en deux parties dans laquelle l'éprouvette cylindrique de béton ($\varnothing 16 \times 32$ cm), dans son moule en carton, est déposée après sa fabrication.

figure 1
Calorimètres quasi
adiabatiques pour bétons
(QAB).



Deux calorimètres identiques sont utilisés et placés dans une salle à température constante (20 °C pour un essai calorimétrique standard). L'éprouvette de béton frais est déposée dans un premier calorimètre. Une éprouvette témoin (en béton vieux de plus de 3 mois) est déposée dans le deuxième. On suppose que la capacité thermique de l'éprouvette témoin est proche de celle de l'éprouvette testée. Mounanga a en effet montré que la variation de ce paramètre avec l'hydratation existait mais restait faible [17] (voir aussi [14, 15]). Chaque calorimètre est étalonné et ils doivent présenter des caractéristiques assez proches. La chaîne de mesure des températures est étalonnée. L'essai consiste alors à enregistrer, à intervalles réguliers (10 à 15 min), les températures internes des deux calorimètres ainsi que la température externe mesurée entre les calorimètres, pour contrôler la régulation de la salle (cf. [6]).

Nous allons passer en revue les équations permettant de transformer les enregistrements de température en chaleur dégagée par le béton, l'appareillage utilisé, les modes opératoires de l'étalonnage des calorimètres et de l'essai et estimer l'incertitude de la mesure de l'essai sans toutefois intégrer la reproductibilité.

DÉTERMINATION DE LA CHALEUR DÉGAGÉE DANS UN CALORIMÈTRE QAB

On note :

– $C_{\text{béton}}$ [J/°C] : capacité calorifique du béton seul. Elle est calculée à partir de la composition du béton et de la masse de l'éprouvette m_E mesurée après la fabrication

² La chaleur massique d'hydratation du ciment est la quantité de chaleur par unité de masse (J/g) nécessaire à l'hydratation complète.

- C_{alu} [J/°C] : capacité calorifique du cylindre étalon utilisé pour caractériser le calorimètre lors de son étalonnage
- C_{cal} [J/°C] : capacité calorifique du calorimètre, obtenue à partir de l'étalonnage
- C_{tot} [J/K] : capacité calorifique totale = $C_{\text{béton}} + C_{\text{cal}}$ lors d'un essai sur béton ou = $C_{\text{alu}} + C_{\text{cal}}$ lors de l'étalonnage du calorimètre
- E_a [J·mol⁻¹] : énergie d'activation
- R : constante des gaz parfaits [8,314 J·mol⁻¹·K⁻¹]
- t [heure] : temps lors de l'essai QAB
- t_{cor} [heure] : temps corrigé (calcul qui prend en compte la thermo-activation)
- $T_{\text{béton}}$ [K] : température de l'éprouvette de béton frais
- T_{ext} [K] : température extérieure pour contrôler la régulation de la salle d'essai
- $T_{\text{témoin}}$ [K] : température de l'éprouvette témoin en béton durci. L'éprouvette témoin est déposée dans un calorimètre QAB jumeau de celui qui reçoit l'éprouvette de béton frais. Cette température est proche de la température ambiante. Elle évolue au gré des fluctuations de la température ambiante avec quasiment la même constante de temps que pour la température de l'éprouvette de béton frais
- $q(t)$ [J] : dégagement de chaleur à l'instant t
- $\theta(t)$ [°C ou K] = $T_{\text{béton}} - T_{\text{témoin}}$: écart de température entre l'éprouvette de béton frais et l'éprouvette témoin en béton durci à l'instant t
- T_{adia} [K] : échauffement du béton en conditions adiabatiques
- α [J/h/°C] : coefficient de conduction thermique. Il est fonction de l'écart entre la température à cœur du calorimètre actif et celle du calorimètre témoin selon l'expression : $\alpha = a + b \theta$. Les coefficients a et b sont obtenus par étalonnage.

Dans le calorimètre QAB, une partie de la chaleur dégagée par l'hydratation du ciment augmente la température de l'éprouvette, une autre partie augmente la température du calorimètre et une dernière partie est évacuée vers l'extérieur. Pour le calorimètre QAB, ceci s'exprime de la façon suivante :

$$q(t) = C_{\text{tot}} (\theta(t) - \theta(0)) + \int_0^t (a + b \theta(u)) \theta(u) du \quad (1)$$

Cette équation est obtenue en écrivant le bilan thermique pour le calorimètre contenant l'échantillon et celui contenant le témoin et en combinant les deux équations obtenues. Elle permet de s'affranchir de la mesure délicate de la température ambiante. Elle suppose que les vitesses de refroidissement des deux calorimètres soient équivalentes ce qui peut se traduire par :

$$\frac{C_{\text{tot}}(\text{témoin})}{\alpha_{\text{témoin}}} = \frac{C_{\text{tot}}(\text{essai})}{\alpha_{\text{essai}}} \quad (2)$$

$C_{\text{tot}}(\text{témoin})$ et $C_{\text{tot}}(\text{essai})$ sont proches puisque le témoin est équipé d'une éprouvette du même béton déjà durci et que les calorimètres sont de même technologie (capacité calorifique à vide et coefficient de déperdition thermique proches). Néanmoins, compte tenu du fait que α dépend de la température, cette hypothèse ne peut rester vraie tout au long de l'essai. Le seul moyen de s'en affranchir est de réguler la température ambiante et de faire en sorte que la température initiale du témoin soit proche de celle de l'ambiance (cf. [10]).

L'expression de $q(t)$ est le résultat de l'essai. La **figure 16** donne un aperçu d'un tel résultat pour un béton classique dont la formulation est donnée par le **tableau 2**.

Des calculs supplémentaires sont possibles lorsque la chaleur dégagée a été déterminée. La capacité calorifique du béton étant connue, il est possible, par exemple, de calculer [3] l'élévation de température de cette même éprouvette si elle avait été placée en conditions adiabatiques :

$$T_{\text{adia}}(t) = T_{\text{béton}}(0) + \frac{q(t)}{C_{\text{béton}}} \quad (3)$$

L'association entre T_{adia} et t de cette première correction n'a pas de sens réel dans la mesure où si l'essai avait été réellement adiabatique, la thermo-activation de la réaction d'hydratation du ciment aurait accéléré le dégagement de chaleur dans le temps [3, 10]. Il faut alors appliquer une deuxième correction, sur le temps cette fois-ci, en utilisant une loi d'Arrhenius faisant intervenir l'énergie d'activation E_a .

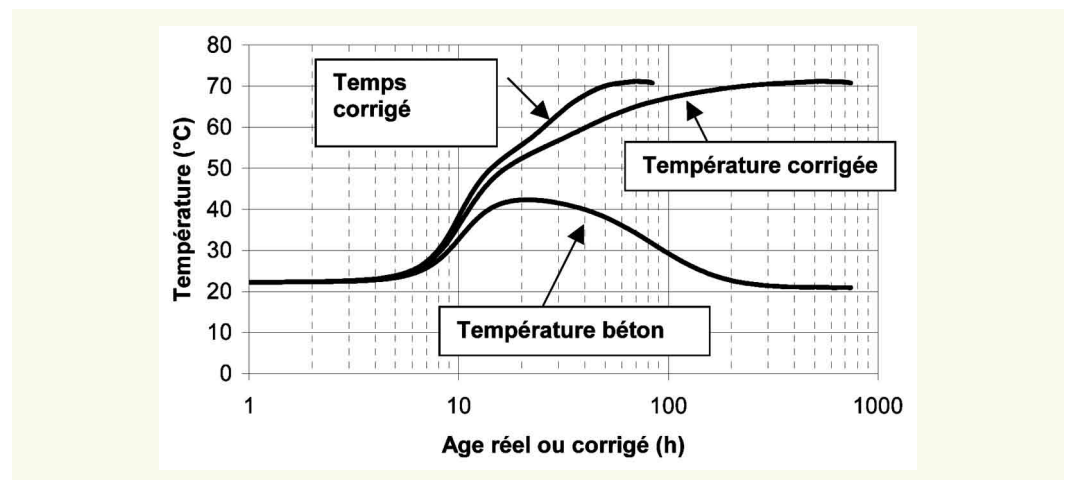
Ce temps corrigé est donné par l'expression suivante :

$$t_{\text{cor}}(t) = \int_0^t \left[e^{\left(\frac{E_a}{RT_{\text{adia}}(u)}\right)} - e^{\left(\frac{E_a}{RT_{\text{béton}}(u)}\right)} \right] du \quad (4)$$

La détermination de l'énergie d'activation E_a (en J/mol) est abordée dans le guide technique « Résistance du béton dans l'ouvrage - La maturométrie » [13]. R est la constante des gaz parfaits ($8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$).

Le calcul des deux relations précédentes, permet de tracer (figure 2) la courbe $T_{\text{adia}}(t_{\text{cor}})$ qui donne, finalement, l'évolution adiabatique de la température du béton.

figure 2
Obtention de la courbe de température en conditions adiabatiques.



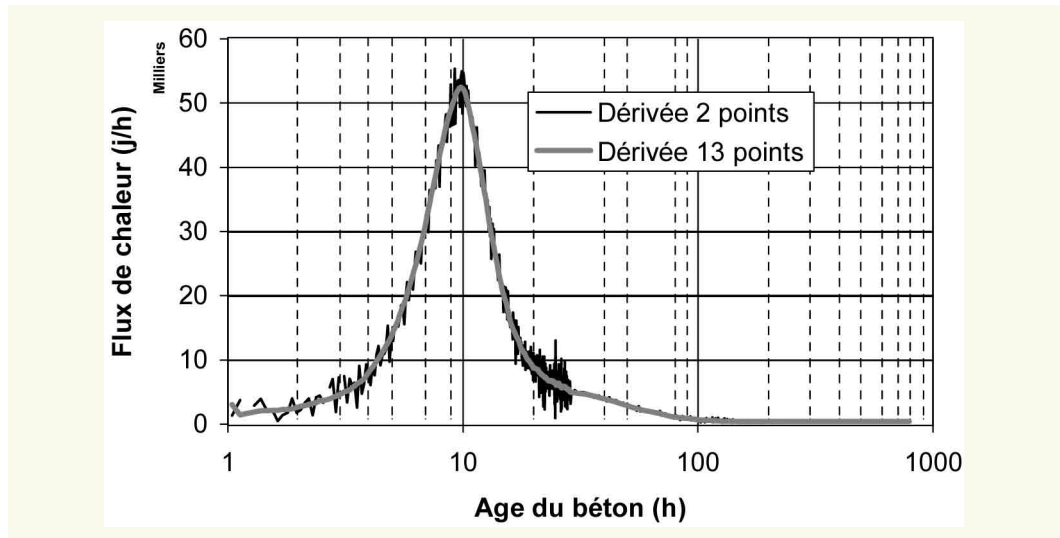
Cette analyse des résultats de l'essai semi adiabatique sur béton, ciment ou mortier, ne conduit pas à une évolution strictement identique aux résultats d'un essai réellement adiabatique [10, 12]. Tout d'abord le mode de correction introduit certainement des écarts mais il est surtout mentionné, par ces auteurs, que les espèces chimiques formées à une température donnée peuvent être différentes de celles formées à d'autres températures.

La détermination du flux de chaleur ne présente pas de difficulté excepté celles inhérentes à la détermination d'une pente sur des données expérimentales qui présentent toujours du bruit. Ce bruit peut être réduit par différents techniques classiques (filtrage analogique, numérique...).

Toujours pour la formulation donnée tableau 2, cette détermination est représentée (figure 3) sous la forme de deux calculs. Le premier calcul de la pente de la courbe $q(t)$ est effectué sur deux points successifs. Ce calcul présente un bruit. Le deuxième calcul est effectué sur 6 points de part et d'autre du point central ($\pm 30 \text{ min}$ jusqu'à 29 h et $\pm 6 \text{ h}$ au-delà). Dans ces conditions, le lissage du deuxième calcul est tout à fait satisfaisant car il ne provoque pas de modification de la hauteur du pic et de décalage temporel. Pour des bétons à cinétique rapide, il convient sans doute de revoir l'intervalle de scrutation pour réduire la fenêtre temporelle du lissage.

Pour ce traitement numérique, il est préférable d'avoir un intervalle de mesure régulier (10 à 15 min par exemple) ce qui n'était pas le cas pour l'essai présenté.

figure 3
Flux de chaleur obtenu par dérivation numérique de la courbe de dégagement de chaleur.



Un outil qui est également utilisé dans les calculs afin d'estimer l'évolution du degré d'hydratation et le taux de dégagement de chaleur en fonction de l'histoire de température est l'affinité chimique.

Le taux de variation du degré d'hydratation, appelé ici $\xi(t)$, peut s'exprimer en fonction d'une affinité chimique $\tilde{A}(\xi)$ et d'un terme exprimant la thermo-activation [18] :

$$\frac{d\xi}{dt} = \tilde{A}(\xi) \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) = \frac{dq}{dt} \frac{\xi_\infty}{q_\infty} \quad (5)$$

où ξ_∞ est le degré d'hydratation final et q_∞ la chaleur dégagée finale.

L'affinité chimique peut alors s'exprimer par :

$$\tilde{A}(\xi) = \frac{d\xi}{dt} \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) = \frac{d\xi}{dt_{eq}} \exp\left(\frac{E_a}{RT_0}\right) \quad (6)$$

Le temps t_{eq} est le temps équivalent nécessaire pour atteindre, à une température constante T_0 , le degré d'hydratation atteint, en temps réel, après une histoire de température quelconque.

Le degré d'hydratation $\xi(t)$, correspond au rapport entre la quantité de ciment ayant réagi et la quantité initiale d'anhydres. Ce degré d'hydratation n'atteint pas nécessairement 1 lorsque l'hydratation s'arrête mais une valeur ξ_∞ . Des modèles sont disponibles, dans la littérature, pour estimer cette valeur. Par exemple, Waller [20] propose, d'après une collection de résultats de la littérature et de ses travaux, une expression adaptée aux ciments de type CEMI qui est fonction du rapport e/c :

$$\xi_\infty = 1 - \exp\left(-3,25 \frac{e}{c}\right) \quad (7)$$

Le degré d'hydratation s'exprime en fonction du degré d'avancement, appelé ici $\gamma(t)$, de la façon suivante :

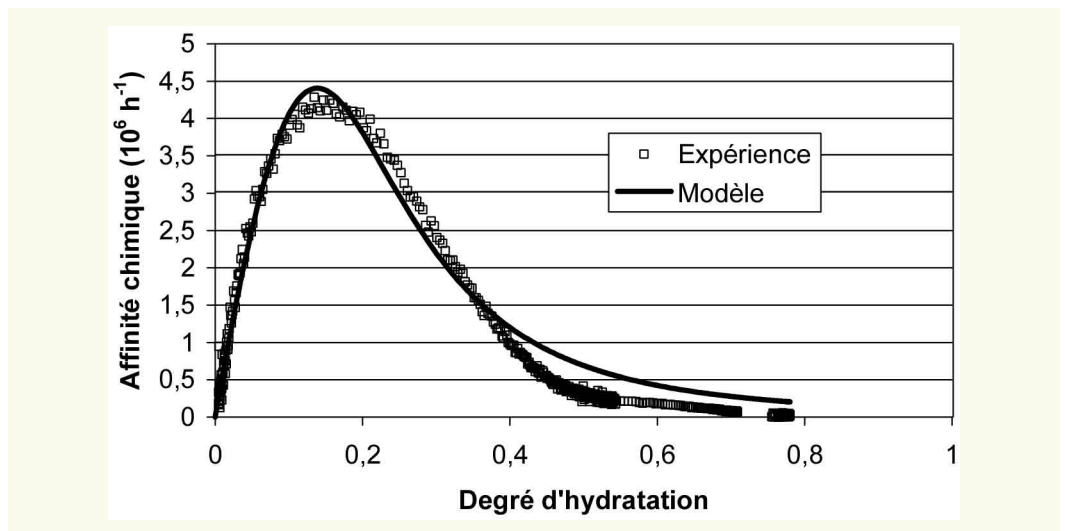
$$\xi(t) = \gamma(t) \xi_\infty \quad \text{avec} \quad \gamma(t) = \frac{q(t)}{q_\infty} \quad (8) \text{ et } (9)$$

$$\text{Il en découle que} \quad \frac{\xi(t)}{\xi_\infty} = \frac{q(t)}{q_\infty} \quad (10)$$

Une bonne estimation de la valeur finale q_∞ de $q(t)$ peut être obtenue si l'essai semi adiabatique est prolongé suffisamment longtemps (cf. [6]).

La **figure 4** donne l'affinité chimique déduite de l'essai calorimétrique du béton du **tableau 2**.

figure 4
Affinité chimique lissée par
un modèle mathématique
[16].



Ces points, issus de l'expérimentation, peuvent ensuite être représentés par une fonction mathématique pour les besoins des calculs numériques. Par exemple, le modèle $\tilde{A}(\xi) = c_1 \frac{1 - \exp(-c_2 \xi)}{1 + c_3 \xi^{c_4}}$, proposée par Lackner *et al.* [16], est adapté. Les coefficients c_1 à c_4 de ce modèle sont ajustés par la méthode des moindres carrés. On peut aussi utiliser un polynôme de degré élevé ajusté de la même manière [8].

APPAREILLAGE

■ Description du calorimètre

Le calorimètre est constitué d'un caisson en PVC, isolé par de la mousse de polyuréthane. Le logement de l'éprouvette, au centre du caisson, permet sa dépose dans un cylindre intermédiaire en acier d'épaisseur 1,5 mm. Un couvercle isolé permet le passage du câble de la sonde de température qui est placée dans un tube de cuivre étanche à la base et rempli d'huile (figure 5).

De manière à assurer une reproductibilité satisfaisante de l'essai, les épaisseurs de couche isolante de mousse de polyuréthane sont à respecter autant que possible. Pour donner un ordre de grandeur, cette épaisseur d'isolant permet de maintenir, en régime permanent, une température de 35 °C au-dessus d'une température ambiante de 20 °C, pour une source interne de chaleur de 3,5 W.

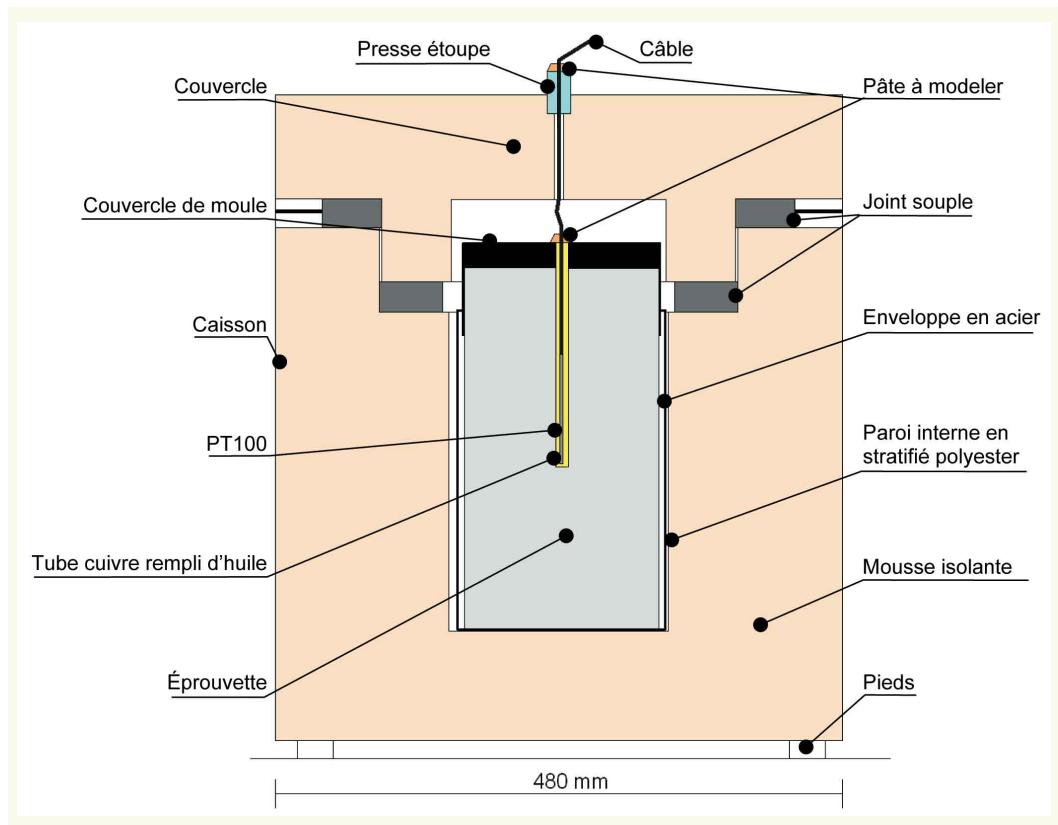
Les joints de type caoutchouc assurent une étanchéité nécessaire. Les pieds sont indispensables pour la ventilation sous le caisson de manière à ce que la température des parois soit réellement imposée par l'air ambiant. Sans cette précaution, le coefficient de déperdition thermique déterminé par étalonnage risque d'être modifié. Il est même préconisé d'installer le caisson sur une table d'une hauteur permettant le brassage en sous face et suffisamment basse pour permettre la dépose de l'éprouvette, sans difficulté, dans le caisson (soit à environ 40 cm de haut).

■ Calorimètre témoin

Pour réaliser un essai, deux calorimètres sont utilisés. Une éprouvette-témoin est déposée dans un calorimètre QAB jumeau (ici le n° 6) de celui qui reçoit l'éprouvette de béton frais (n° 5). Sa température est proche de la température ambiante. Elle évolue au gré des fluctuations de la température ambiante avec quasiment la même constante de temps que pour la température de l'éprouvette de béton frais.

L'expérience suivante permet de donner une estimation des constantes de temps des deux calorimètres jumeaux.

figure 5
Schéma en coupe du calorimètre QAB. Les proportions sont respectées.



Pour tester l'effet retard par rapport aux variations externes de température, deux cylindres de béton âgé de plus de 3 mois sont placés dans les calorimètres et leur température est enregistrée pendant l'essai. La température de la salle est d'abord réglée à 16 °C et la stabilisation de température est attendue. On impose alors une consigne de 26 °C. La montée en température de la salle de 16 à 26 °C prend 2,5 h.

On observe qu'en 2 jours, les éprouvettes de béton n'atteignent que 21,5 °C. Les enregistrements de température sont quasi identiques dans les deux calorimètres (figure 6).

Pour quantifier les différences de comportement thermique entre les deux calorimètres soumis à cette sollicitation de la température externe, une simulation numérique est mise en œuvre. Cette simulation consiste à calculer pas par pas la température interne en fonction du pas précédent (résolution numérique de systèmes d'équations différentielles par la méthode d'Euler). Un seul paramètre, la constante de temps, est ajusté. L'ajustement est réalisé sur les points enregistrés (figure 6 de

67

figure 6
Enregistrements des températures internes des deux calorimètres en réponse à un échelon de température dans la salle d'essai.

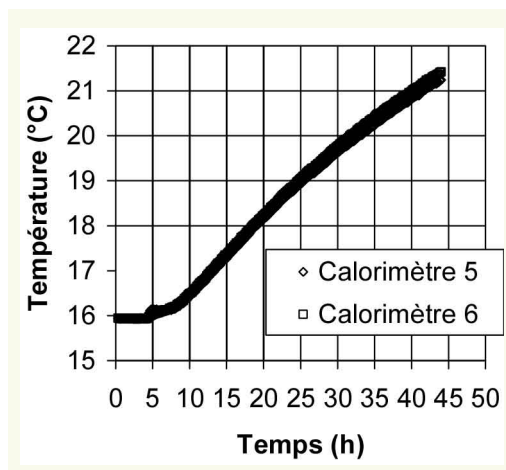
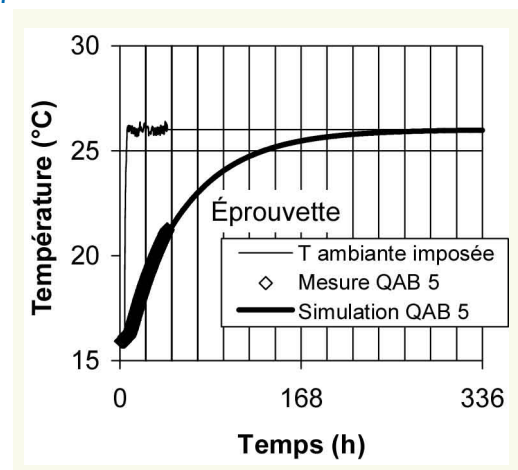


figure 7
Échelon de température imposé à l'extérieur des calorimètres, réponses internes et modèle donnant une extrapolation à long terme.



0 à 44 h). La constante de temps τ_5 du calorimètre 5 est de 55,7 h et celle du calorimètre 6 (τ_6) est de 53 h. A ce stade, on peut affirmer que, par construction, il est possible d'obtenir deux calorimètres dont les constantes de temps ne diffèrent que de 5 %.

Pour mémoire, la courbe est extrapolée ensuite jusqu'à deux semaines (figure 7). Il faut 273 h pour que la température interne augmente jusqu'à 99 % de l'échelon imposé à l'extérieur soit 5 fois la constante de temps.

Quel est l'impact, sur la mesure de θ , de cet écart entre les constantes de temps ? Cette modélisation permet de répondre à cette question si l'échelon de température externe est remplacé par des fluctuations fictives mais réalistes d'une salle d'essai sur deux semaines. On crée des fluctuations de période 20 min et de 1 °C d'amplitude supposées représenter les variations de température dues à la régulation de la salle d'essai. On leur superpose des fluctuations journalières de 1 °C supposées simuler des alternances jour/nuit qui existent souvent dans les salles d'essai. Ce scénario est répété sur deux semaines (figure 8).

figure 8

Température ambiante imposée en entrée de la simulation, sur une maille de 24 heures. Ce motif est répété 14 fois.

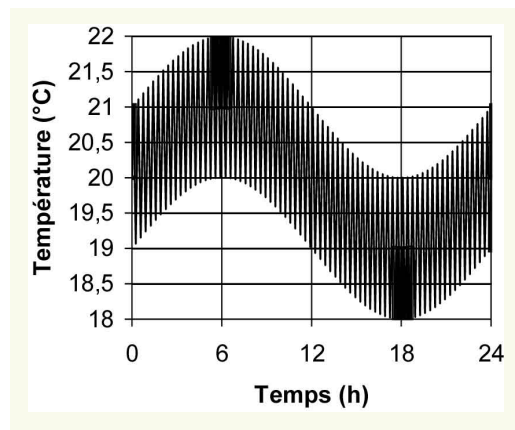
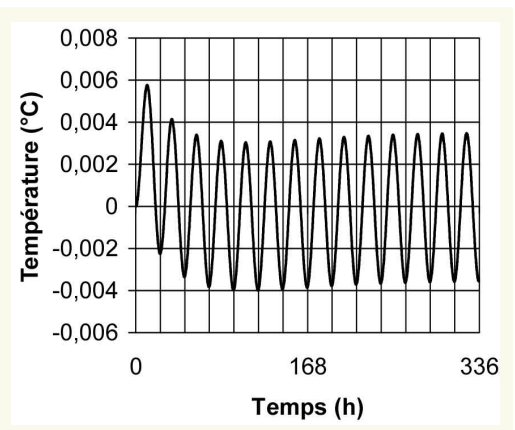


figure 9

Évolution de l'écart de température entre les deux calorimètres lorsque leurs constantes de temps sont celles des calorimètres étudiés.

89

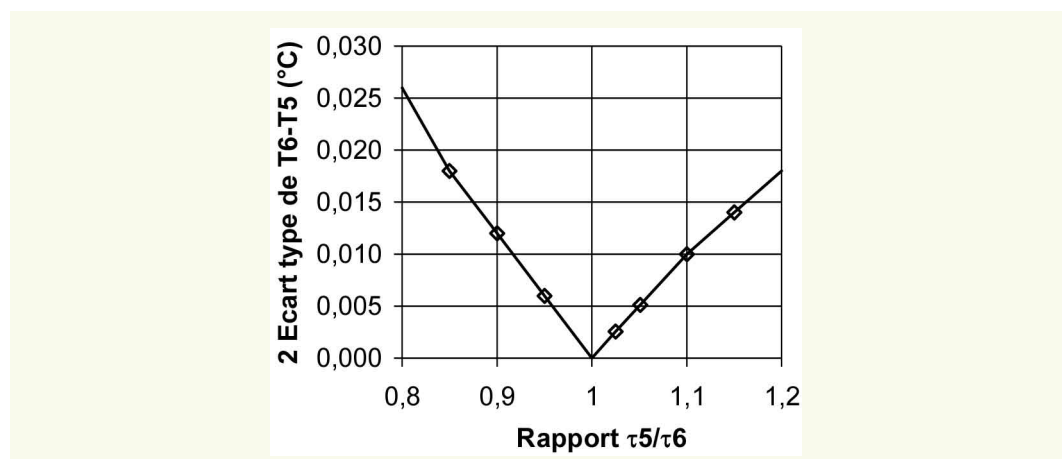


La figure 9 montre l'évolution de l'écart de température pour les constantes de temps déterminées précédemment (leur rapport τ_5/τ_6 vaut 1,051). L'ensemble de ces points est considéré comme une population des écarts de température entre les deux calorimètres lorsque la température ambiante fluctue. On peut caractériser cette population par son écart type.

On souhaite ensuite observer comment évolue cet écart type en fonction du rapport τ_5/τ_6 en ne faisant varier que τ_5 de manière à couvrir l'intervalle 0,8 à 1,2. L'évolution de 2 fois cet écart type (que l'on considère comme une incertitude type dont le facteur d'élargissement est de 2) est donnée par la figure 10.

figure 10

Incertainie élargie sur l'écart de température entre les deux calorimètres lorsque leurs constantes de temps varient l'une par rapport à l'autre. Cette estimation est réalisée pour une fluctuation de la température ambiante de plus ou moins 2 °C autour de 20 °C.

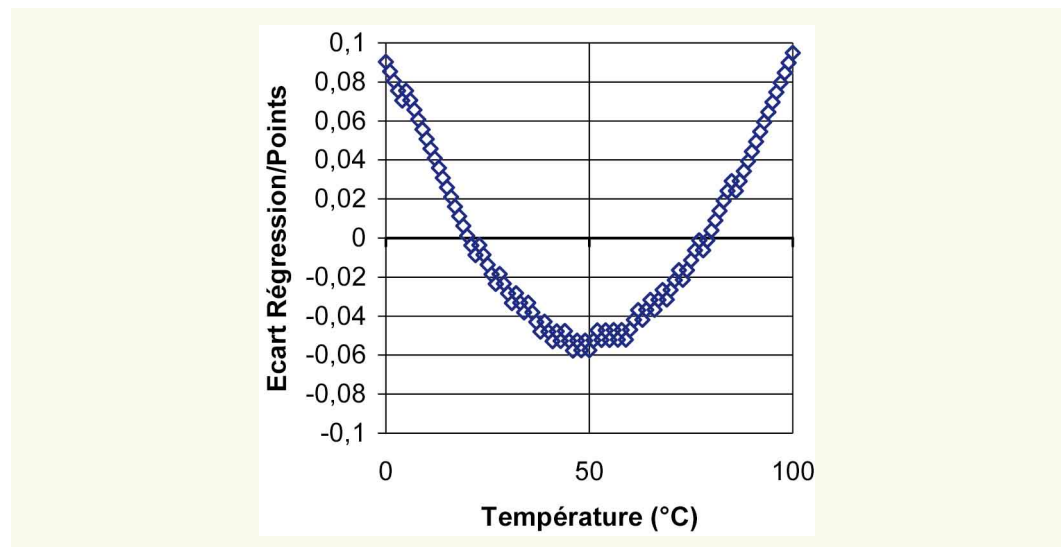


On observe que, lorsque la constante de temps de l'un des calorimètres s'écarte de plus ou moins 20 % par rapport à l'autre calorimètre, l'incertitude élargie ($k = 2$) est toujours inférieure à 0,025 °C. Pour les calorimètres étudiés ici (constantes de temps présentant 5 % de différence) l'incertitude élargie est estimée à 0,005 °C. En anticipant un peu sur le paragraphe traitant des incertitudes, on peut d'ores et déjà conclure, à l'instar des conclusions de Mounanga [17], que l'influence des variations de la température ambiante sur la précision de l'écart de température entre les deux calorimètres est négligeable dans la mesure où ces variations restent elles-mêmes modérées.

■ Sondes de température

Les sondes de température à utiliser sont les sondes à résistance de platine (100 Ω à 0 °C). Elles doivent être câblées selon la méthode de Kelvin (4 fils de liaison au conditionneur, 2 pour l'alimentation à courant constant et 2 pour la lecture de la tension aux bornes de la résistance). Si, entre 0 et 100 °C, on assimile la réponse de la sonde à une droite, l'erreur commise est celle illustrée par la **figure 11**.

figure 11
Écarts, en °C, entre les points d'une table pour sonde de platine et sa réponse linéaire entre 0 et 100 °C.



Bien que cette erreur soit faible, on peut atteindre une meilleure précision en appliquant une correction. La résistance entre 0 et 100 °C est, selon l'ITS-90 (International Temperature Standard – 90), donnée par l'équation suivante :

$$R_T = R_0 (1 + A T + B T^2) \quad (11)$$

où R_T (Ω) est la résistance de la sonde de platine pour une température T (°C).

Les coefficients A , B et R_0 sont déterminés par étalonnage. Leurs valeurs nominales sont les suivantes : $A = 3,9083 \cdot 10^{-3}$, $B = -5,775 \cdot 10^{-7}$, $R_0 = 100 \text{ Ω}$ (c'est la valeur de la résistance à 0 °C).

Le problème pratique est inverse. Il s'agit de calculer la température lorsqu'on connaît la résistance (déduite des mesures de tension et de courant). Dans ce cas, la fonction pratique est la suivante :

$$T = -245,66 + 2,3556 R_T + 0,0010115 R_T^2 \quad (12)$$

avec R_T en Ω et T en °C.

Les sondes sont placées au cœur de l'éprouvette dans un tube de cuivre de Ø 8 mm intérieur et 10 mm extérieur bouché en bas et avec un rebord (collet battu) en haut. Ce tube traverse le couvercle souple (après découpe d'un trou au centre) vendu avec les moules en carton. Après que l'éprouvette ait été déposée dans le calorimètre, la sonde est glissée dans le tube et de l'huile de paraffine est

versée dans le tube jusqu'à le remplir. La résolution de la mesure doit être au minimum de 0,01 °C. Il est possible d'atteindre une incertitude élargie de 0,17 °C de la chaîne complète d'étalonnage. L'incertitude type est, dans ce cas arrondie à 0,1 °C.

Bien qu'il soit fortement recommandé de n'alimenter les sondes de platine que pendant la mesure, afin de ne pas provoquer d'auto-échauffement conduisant à une modification préjudiciable à la précision de la sonde, il n'est pas interdit de se poser la question de savoir si une sonde alimentée en permanence conduit à un dégagement de chaleur gênant pour la précision sur la chaleur dégagée dans l'éprouvette. La chaleur dissipée par effet Joule lors d'un essai sur béton n'est pas compensée complètement lorsqu'on utilise un calorimètre actif et un calorimètre témoin. Le surplus de chaleur dans le calorimètre actif provient du fait que la valeur de sa résistance de platine ne suit pas la même évolution que celle du calorimètre témoin. Ce surplus est donné par l'expression suivante :

$$q_j(t) = I^2 \int_0^t (R_{TA}(t) - R_{TT}(t)) dt \quad (13)$$

où $R_{TA}(t)$ et $R_{TT}(t)$ sont les résistances des sondes de l'éprouvette active et de l'éprouvette témoin. Les courants qui circulent dans les deux sondes sont considérés égaux. Sur un essai réel (formulation du **tableau 2**), on effectue le calcul (**tableau 1**) pour un courant variant de 1 à 10 mA. On observe que le choix du courant n'est pas anodin.

tableau 1

Surplus de chaleur dégagée par effet joule, à 4 semaines d'essai, dans le calorimètre actif lorsque les sondes de platine sont alimentées en permanence.

Courant (mA)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Chaleur dégagée (J)	248	991	2229	3963	6192	8916	12 136	15 851	20 061	24 767

La **figure 12** donne l'évolution de la chaleur dégagée pour les deux courants extrêmes de l'intervalle fixé.

La **figure 13** montre quelle erreur relative (pour un dégagement de chaleur total dans le béton de 725 600 joules) est commise sur le dégagement de chaleur en fonction du courant d'alimentation. En conclusion, il est préférable, si possible, de choisir un courant d'1 mA qui conduit à une erreur relative pour ce béton de seulement 0,03 %. Cette erreur relative est fonction de la chaleur totale dégagée par le ciment. Pour des ciments à faible chaleur d'hydratation, il est souhaitable de choisir un courant d'alimentation de l'ordre de 1 mA. Pour des CEM I comme celui de cette étude, le courant d'alimentation ne devrait pas dépasser 3 mA (puissance dissipée de 0,9 mW à 0 °C et 1,25 mW à 100 °C).

Une autre approche du problème consiste à tenir compte de ce dégagement de chaleur et le retrancher au décompte effectué dans l'équation 1. Dans ces conditions, seul le critère sur la précision de la température (auto échauffement de la sonde par effet Joule) est à prendre en considération.

figure 12

Surplus de chaleur dégagée par effet Joule dans les sondes de platine. L'effet différentiel des mesures à deux calorimètres ne compense pas complètement cet effet puisque les histoires de température des deux calorimètres sont différentes.

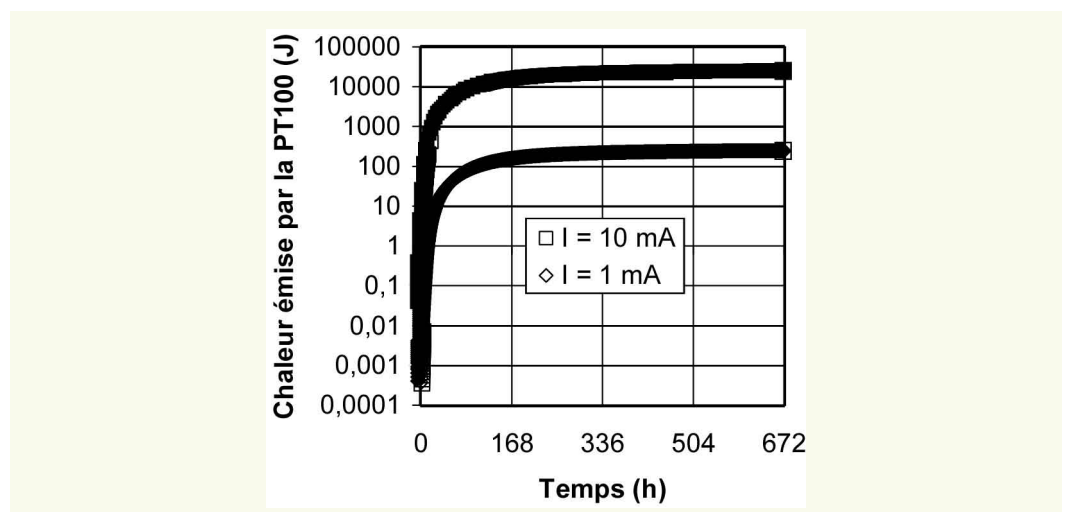
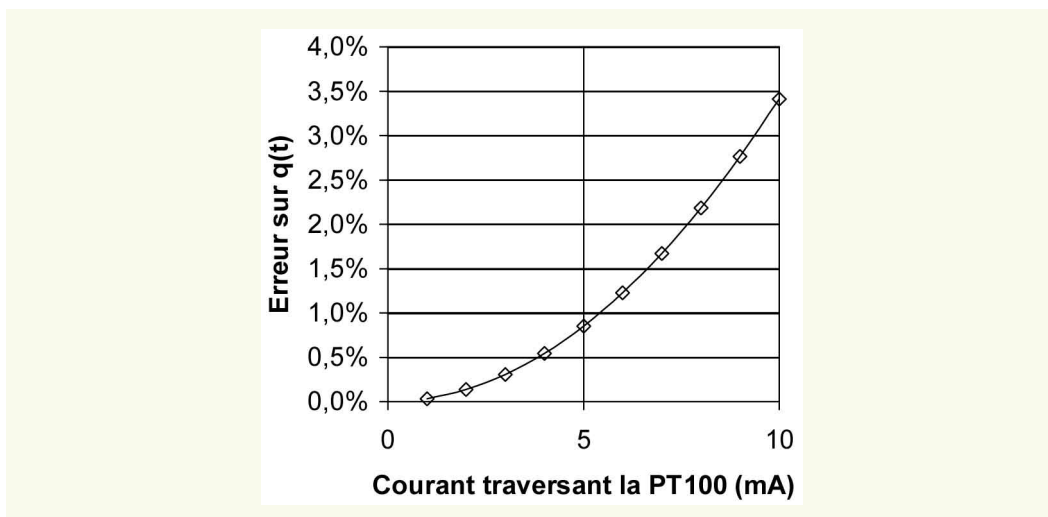


figure 13

Pourcentage d'erreur commise sur l'estimation de la chaleur dégagée par le béton en fonction du courant d'alimentation des sondes de platine appliqué de façon permanente. Calcul effectué pour le béton du tableau 2.



ÉTALONNAGE DES CALORIMÈTRES

La procédure d'étalonnage des calorimètres QAB prévoit les déterminations du coefficient de déperdition thermique α , fonction linéaire de la température θ (b et a sont les coefficients de la droite) et de la capacité calorifique C_{cal} du calorimètre [1].

■ Détermination du coefficient de déperdition thermique

La détermination du coefficient de déperdition thermique consiste à loger un cylindre en aluminium équipé d'une résistance chauffante dans le calorimètre à étalonner et un cylindre identique, mais sans résistance chauffante, dans un calorimètre témoin, jumeau du premier. Les températures sont mesurées au cœur des deux cylindres (θ est la différence de température entre les deux calorimètres). Au voisinage des calorimètres, la température moyenne doit se situer entre 19 et 21 °C (nécessité de suivre cette température avec une sonde externe) et les fluctuations autour de cette moyenne ne doivent pas excéder $\pm 0,5$ °C. L'air de la salle doit être brassé. La tension aux bornes de la résistance et le courant qui y circule sont mesurés lorsque la température atteint un palier. Lorsque la température est en palier, l'énergie dissipée par effet Joule ($P = UI = R I^2$) est entièrement évacuée vers l'extérieur.

En analysant les données d'étalonnage (4 paliers de température) d'un calorimètre, on constate (figure 14) qu'il existe, a priori, une relation linéaire entre la puissance émise par effet Joule et l'écart de température entre le cylindre étalon et le témoin. Pour un calorimètre étudié ici, la pente de cette droite vaut 369,8 J/h/°C

figure 14

Le flux (déperdition) thermique au travers des parois du calorimètre QAB semble proportionnel à l'écart de température entre le cylindre étalon et le cylindre témoin. La régression linéaire est forcée au point 0,0 (écart de température nul = flux nul).

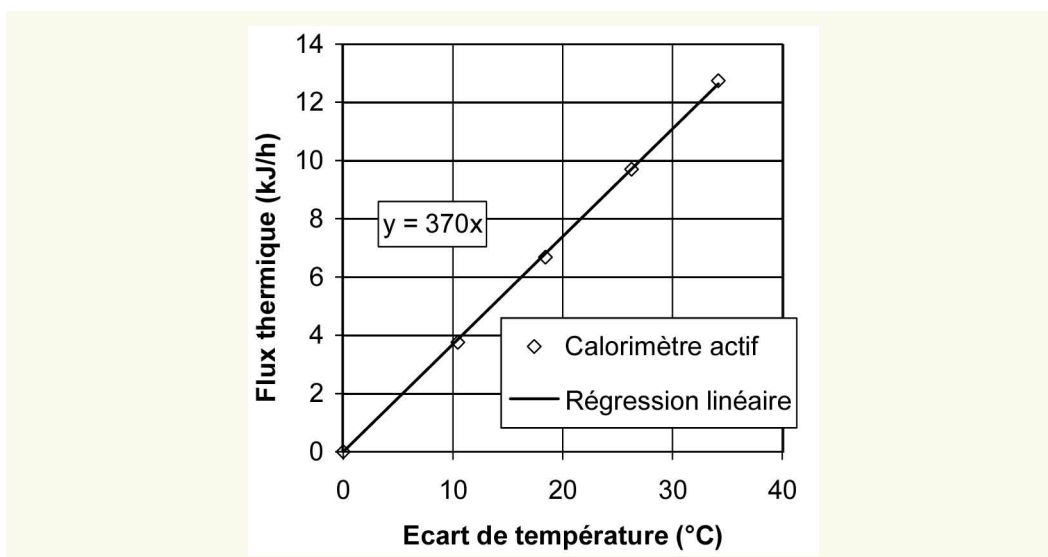
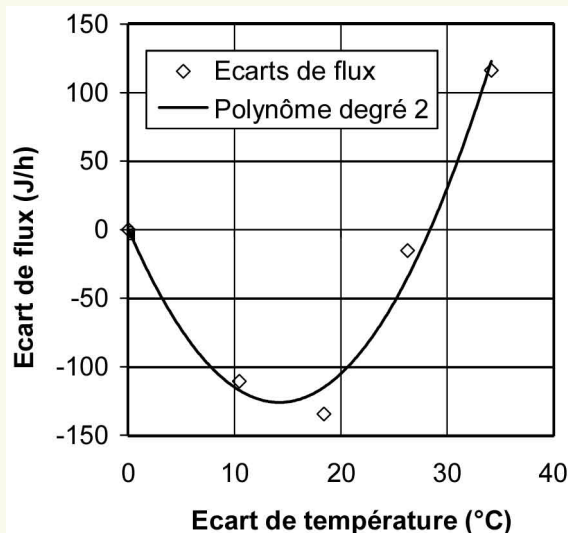


figure 15

Mise en évidence de la non linéarité du flux thermique en fonction de l'écart de température entre le cylindre étalon et le cylindre témoin. Les écarts de flux entre les points de mesure et la droite de régression linéaire sont représentés.



Ceci indique, en première approximation, que le coefficient de déperdition thermique (la pente de cette fonction) ne varie pas en fonction de la température. Il semble donc, comme cela a déjà été mentionné par Wadsö [19], que les transferts de chaleur au travers des calorimètres à paroi isolante comme le calorimètre QAB s'effectuent essentiellement par conduction alors que, pour les calorimètres de Langavant, ils s'effectuent, comme mentionné par Alègre [5], essentiellement par rayonnement et sont donc dépendants de la température.

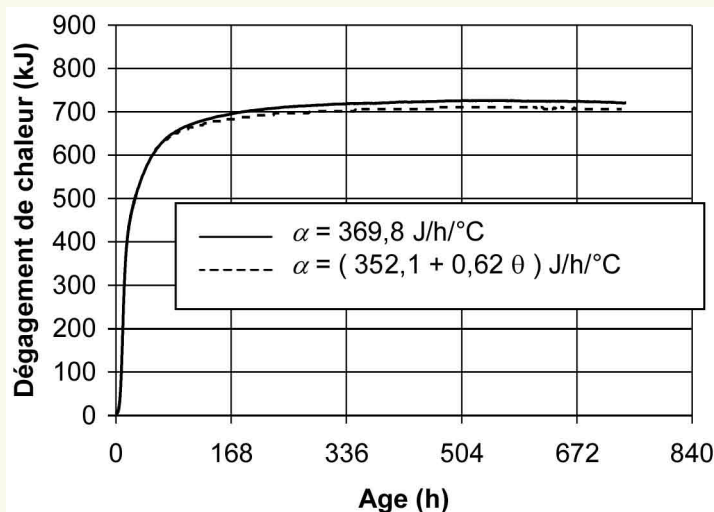
En réalité, les écarts de flux par rapport à la droite, amplifiés sur la **figure 15**, indiquent une non-linéarité dont l'allure est, sur cette figure, lissée par un polynôme du second degré. Les effets du rayonnement sur les transferts de chaleur sont donc, malgré tout, visibles à cette échelle. Une non-linéarité similaire se retrouve sur un ensemble de courbes d'étalonnage de différents calorimètres QAB.

Par souci de précision, lors de la détermination et de l'utilisation d' α , le protocole d'étalonnage des calorimètres de Langavant (norme NF EN 196-9) est conservé pour les calorimètres QAB. Le coefficient de déperdition thermique, α , est calculé pour chacun des quatre paliers de température (puissance divisée par θ). Les coefficients a et b sont obtenus par une régression linéaire α/θ .

La **figure 16** montre l'influence du coefficient de conduction thermique considéré comme dépendant de la température ou constant sur le dégagement de chaleur dans un essai au calorimètre QAB. On constate que l'écart reste faible (de l'ordre de 3 %).

figure 16

Dégagement de chaleur d'une formulation de béton classique pour ouvrages d'art. Les données sont analysées avec un coefficient de déperdition thermique soit fonction de la température soit constant (cf. figures 14 et 15). Ces deux types de coefficients de déperdition thermiques sont obtenus d'après les mêmes données d'étalonnage du calorimètre (4 paliers de température).



En conclusion, la déperdition thermique au travers des parois d'un calorimètre QAB se fait majoritairement par conduction. Le peu de rayonnement qui participe à ce transfert de chaleur rend la réponse du coefficient de conduction thermique légèrement parabolique. Le dépouillement des essais de dégagement de chaleur au calorimètre QAB n'est pas très sensible au choix d'un coefficient de déperdition thermique constant ou proportionnel à la température mais, par souci de précision, et d'homogénéité vis à vis des procédures d'étalonnage des calorimètres de Langavant, il est préférable de réaliser 4 paliers de température afin de déterminer un coefficient de déperdition thermique fonction de la température, comme proposé dans la norme NF EN 196-9.

■ Détermination de la capacité calorifique du calorimètre

La détermination de la capacité calorifique du calorimètre (C_{cal}) consiste à mesurer la chute de température lorsque le courant est arrêté après le dernier palier (la source de chaleur par effet Joule tombe à 0). Le calcul est fait en supposant que le coefficient de déperdition thermique (α) et la capacité calorifique du cylindre étalon (C_E) sont connus. C_{cal} est la différence entre la capacité thermique totale (C_{tot}) et C_E . Il s'agit alors de déterminer C_{tot} .

Après la coupure du courant, la perte de chaleur dans le calorimètre et le cylindre étalon est égale, à chaque instant, aux pertes au travers des parois du calorimètre (produit du flux $\alpha \theta$ par l'intervalle de temps dt). Ceci s'écrit :

$$-C_{tot} d\theta = (a + b \theta) \theta dt \quad (14)$$

La solution de cette équation différentielle (norme NF EN 196-9) est donnée ci-après :

$$C_{tot} = \frac{a t_d}{\text{Log} \left(\frac{\theta_0 \alpha_t}{\theta_t \alpha_0} \right)} \quad (15)$$

Avec :

t_d , le temps écoulé depuis l'arrêt de l'alimentation de la résistance du cylindre étalon

θ_0 , l'échauffement à l'instant 0

α_0 , le coefficient de déperdition thermique à l'instant 0 (pour $\theta = \theta_0$)

θ_t , l'échauffement à l'instant t_d

α_t , le coefficient de déperdition thermique à l'instant t_d (pour $\theta = \theta_t$)

NB : Le numérateur dans la version actuelle de la norme NF EN 196-9 est erroné. Il y est inscrit αt_d au lieu de $a t_d$.

Les mesures de température sont retenues pour 24, 26, 28 et 30 h. A ces échéances, la capacité totale est calculée. La moyenne des 4 valeurs obtenues est calculée. A cette moyenne est retranchée la capacité calorifique du cylindre étalon pour obtenir la capacité calorifique du calorimètre à vide.

Pour le calorimètre actif étudié (n° 5), C_{tot} est égal à 16 751 J/°C en moyenne et C_{cal} vaut 3266 J/°C ($C_{alu} = 13 485$ J/°C).

NB : En réalité, le calcul de la capacité calorifique du calorimètre est affecté d'un biais qui provient du fait que la température dans le calorimètre n'est pas homogène. Elle passe de la valeur θ à la valeur de la température externe selon un profil légèrement non linéaire [8]. Ceci n'affecte cependant pas l'estimation de la chaleur d'hydratation car le profil des températures dans le calorimètre pendant l'essai QAB est proche de celui de l'étalonnage.

INCERTITUDE DE LA DÉTERMINATION DE LA CHALEUR DÉGAGÉE

Si l'on souhaite obtenir expérimentalement q_{∞} , l'essai est arrêté lorsque θ devient inférieure à son incertitude élargie. Si u_a et u_t sont les incertitudes types des mesures de température dans le calorimètre actif et le calorimètre témoin, l'incertitude élargie sur θ , avec un facteur d'élargissement $k = 2$, est donnée par :

$$U_{\theta} = 2\sqrt{u_a^2 + u_t^2} \quad (16)$$

Par exemple, prenons une incertitude type de l'ordre de 0,1 °C. Dans ces conditions, U_{θ} est égale à 0,3 °C.

L'incertitude de la détermination de $q(t)$ d'après l'équation (1), dépend des incertitudes types élémentaires de chaque terme de cette équation. Pour atteindre ce résultat ici, des calculs numériques sont appliqués à un cas réel (béton classique, **tableau 2**).

tableau 2

Composition du béton testé au calorimètre QAB.

Constituants	Masses (kg /m ³)
CEMI 52.5 N PMES CP2	340
Sable Bernières 0/4	739,45
Gravillon Bernières 8/22	1072,1
Eau totale	184,22

Dans une première étape, un inventaire (**tableau 3**) le plus complet possible des incertitudes type élémentaires, u_{x_i} , est réalisé (l'équation (1) est détaillée jusqu'à atteindre chaque paramètre intervenant dans la détermination). Dans un deuxième temps, la sensibilité, λ_i , de $q(t)$ à des variations faibles, Δx_i , de chacun de ces paramètres est calculée numériquement :

$$\lambda_i = \frac{\Delta q(t)}{\Delta x_i} \quad (17)$$

Enfin, l'incertitude type sur la détermination de la chaleur dégagée peut être calculée selon l'expression suivante [20] :

$$u_{q(t)} = \sqrt{\sum_i (u_{x_i} \lambda_i)^2 + 2 \sum_{i \neq j} \rho_{ij} (u_{x_i} \lambda_i) (u_{x_j} \lambda_j)} \quad (18)$$

où ρ_{ij} est le coefficient de corrélation entre les variables x_i et x_j . On considère qu'il prend les valeurs 0, 1 ou -1. Si les variables sont indépendantes, $\rho = 0$, et l'incertitude sur la chaleur dégagée se réduit

$$\text{à : } u_{q(t)} = \sqrt{\sum_i (u_{x_i} \lambda_i)^2}.$$

Dans l'inventaire des incertitudes élémentaires, les masses sont considérées comme indépendantes. Les constituants de la gâchée sont pesés séparément et chaque pesée n'a aucune influence sur la pesée suivante. Les incertitudes types de ces pesées pour une gâchée (10 à 30 litres) de béton sont transposées en incertitudes type sur les quantités présentes dans l'éprouvette (6,4 litres) disposée dans le calorimètre. La pesée de la masse de béton dans l'éprouvette est également indépendante des autres pesées. Cette masse de béton coulé dans le moule permet de reconstituer les masses des constituants réellement présents dans l'éprouvette via leurs proportions massiques de la formule du béton.

Les incertitudes (**tableau 3**) sur les coefficients issus de l'étalonnage (C_{cal} , α) sont données dans le rapport d'étalonnage du calorimètre.

La capacité calorifique de l'éprouvette de béton peut être calculée comme dans la norme NF EN 196-9, de façon conventionnelle, grâce à l'expression suivante :

$$C_{\text{béton}} = 800 m_s + 3\,800 m_e \quad (19)$$

tableau 3

Incertitudes types u_{xi} des paramètres x_i , ayant une influence sur le calcul de $q(t)$.

Variable x_i	Valeur nominale	u_{xi}	Unités
Masse moule vide	0,346	0,0002	kg
Masse moule plein	15,262	0,005	kg
Masse ciment	2,171	0,005	kg
Masse d'eau	1,176	0,0002	kg
Masse de sable	4,722	0,005	kg
Masse de gravillons	6,846	0,005	kg
C_{cal}	3266	12	J/°C
α	369,8	3,2	J/°C/h
Cap. Cal. Mass. Sol.	800	40	J/°C/kg
Cap. Cal. Mass. Liqu.	3800	190	J/°C/kg
T béton	variable	0,1	°C
T témoin	variable	0,1	°C

dans laquelle 800 et 3 800 sont respectivement les capacités calorifiques massiques des solides et de l'eau en J/°C/kg.

m_s et m_e sont les masses des solides et de l'eau en kg. La masse des solides est la somme des masses de sable, des gravillons et du ciment.

Dans cette expression, les incertitudes sur les masses sont connues. Les incertitudes sur les capacités calorifiques massiques ne sont pas données dans la norme et leurs valeurs ne sont pas non plus explicitées.

Certains auteurs donnent des indications à ce sujet [4, 11, 14, 15, 20]. Lorsque le béton est frais, la capacité calorifique de l'éprouvette est la somme des capacités calorifiques de chacun des composants. Lorsque le béton durci, sa capacité calorifique a tendance à augmenter avec la température et à diminuer avec sa teneur en eau (sa maturité augmente). Les deux phénomènes se compensent presque avec une légère augmentation en moyenne (0,5 à 2,5 % suivant le type de liant). On peut admettre que le calcul de la capacité calorifique du béton frais représente correctement la valeur moyenne du béton en cours de prise et de durcissement. Pour des essais semi-adiabatiques, les élévations de température ne sont pas aussi importantes que lors des essais adiabatiques et cette approche peut conduire à surestimer la valeur de la capacité thermique moyenne du béton (l'élévation de température du béton est sous-estimée). C'est pour cela que l'AFNOR (AFN88) préconise de prendre en compte une valeur réduite de la capacité thermique massique de l'eau (3 800 au lieu de 4 180 J/°C/kg).

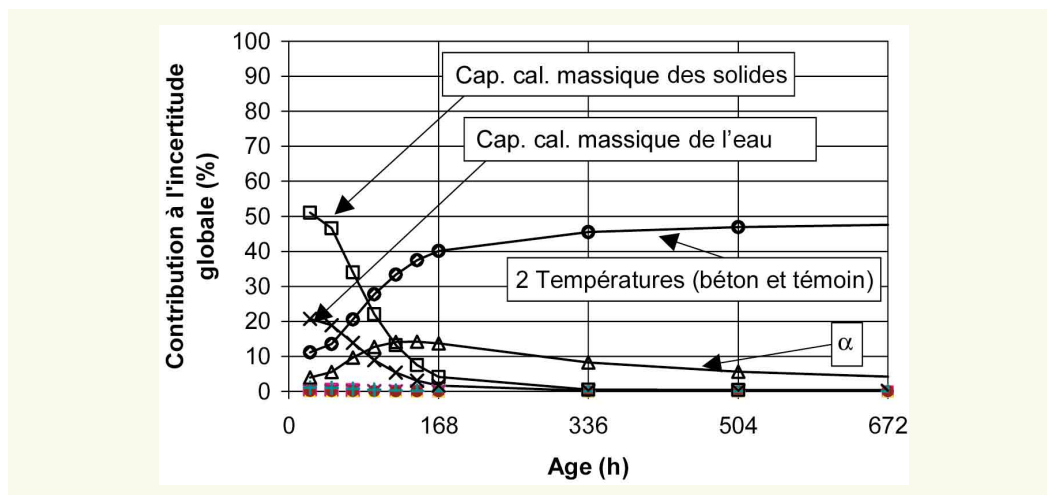
La capacité thermique massique des solides est aussi une valeur moyenne pour les granulats et le ciment. Il n'est pas facile en effet de connaître les valeurs individuelles [14]. Elles oscillent entre 710 et 890 J/°C/kg selon la nature des solides (tableau 4). On considère que cette moyenne de 800 J/°C/kg est acceptable.

tableau 4

Capacités calorifique massique des constituants du béton à 20 °C [4, 20].

Constituants	Capacité calorifique massique (J/°C/kg)
Granulats et fine siliceux	730
Granulats et fine calcaires	840
Granulats dolomitiques	890
Ciment anhydre	760
Fumée de silice	730
Cendre volante	730
Eau libre	4 190
Eau liée	3 800

figure 17
Part des incertitudes
élémentaires en fonction de
l'âge du béton.



En définitive, en l'absence de plus de précisions, l'incertitude type adoptée pour ces capacités calorifique massiques sont prise égales à 5 % de leurs valeurs nominales (**tableau 3**) soit 10 % pour l'incertitude élargie avec un facteur d'élargissement de 2.

Afin de visualiser l'importance relative de chaque paramètre sur le calcul de la chaleur dégagée, on compare les expressions $\sqrt{(u_{xi} \lambda_i)^2}$ qui sont considérées comme des indicateurs des incertitudes élémentaires (**figure 17**).

On observe que, dans la première semaine de l'essai, ce sont les incertitudes sur les valeurs des capacités calorifiques massiques qui ont le poids relatif le plus élevé. Ce sont ensuite les incertitudes sur les mesures de température suivies de celle sur le coefficient de déperdition thermique qui prennent le relais. Il est peut être possible d'améliorer la précision des capacités thermique massiques employées mais il n'est guère réaliste d'améliorer la précision sur la mesure des températures. Les autres variables n'interviennent que pour une part négligeable.

Une précision de l'ordre de 0,1 °C n'est pas impossible à atteindre mais cela justifie l'emploi de sondes de platine, du montage de Kelvin (4 fils) et d'un étalonnage rigoureux. Il faut rajouter à ces précautions l'utilisation de sondes gainées dans un doigt d'inox d'une longueur suffisante (16 à 20 cm) pour qu'aucune entrée d'eau ne puisse être suspectée, notamment lors des étalonnages.

La précision sur le coefficient de déperdition thermique n'est pas non plus facile à améliorer. Par ailleurs, il est intéressant d'observer que la détermination de la capacité calorifique du calorimètre intervient de façon négligeable dans le bilan des incertitudes ce qui peut être rapproché de la remarque relative à sa détermination en condition non homogène (cf. « Détermination de la capacité calorifique calorimètre »).

Comme la précision sur la température est le paramètre le plus important après une semaine, on peut se demander comment il est relié à l'incertitude sur la chaleur dégagée. Pour cela, différentes valeurs de l'incertitude type (0,05 à 0,3 °C) sur les mesures de température sont successivement appliquées (**figure 18**) à l'entrée du calcul de l'incertitude sur $q(t)$. Cette fourchette sur les incertitudes type correspond à une fourchette de 0,1 à 0,6 °C pour les incertitudes élargies (le coefficient d'élargissement³, k , étant de 2).

Sur ce diagramme, on observe que l'incertitude sur la chaleur dégagée n'est pas une constante. Elle débute à 5 % puis diminue pendant une semaine (imprécision sur les capacités calorifiques massiques) puis elle augmente presque linéairement après, à cause de l'imprécision sur les températures. Si on se fixe un seuil de 10 % pour l'incertitude relative sur la chaleur dégagée (facteur d'élargissement = 2), l'incertitude élargie pour les mesures de température doit être inférieure à 0,2 °C. Cette

³ Lorsque $k = 2$, la probabilité que des valeurs soient à l'extérieur de l'intervalle d'incertitude élargie est de 0,05.

figure 18

Variation des incertitudes relatives sur la chaleur dégagée lorsque l'incertitude type des mesures de température varie. L'incertitude relative est définie ici comme l'incertitude élargie de $q(t)$ divisée par la valeur $q(t)$.

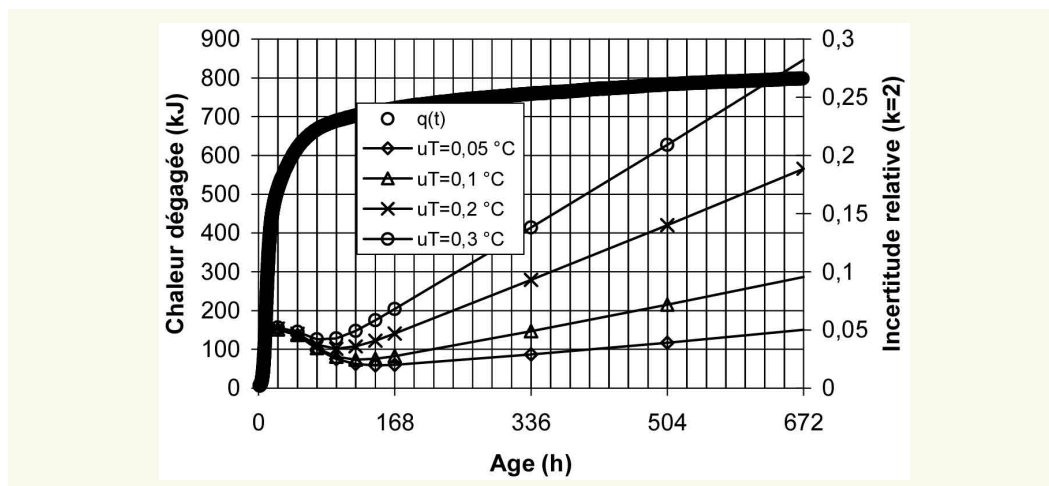
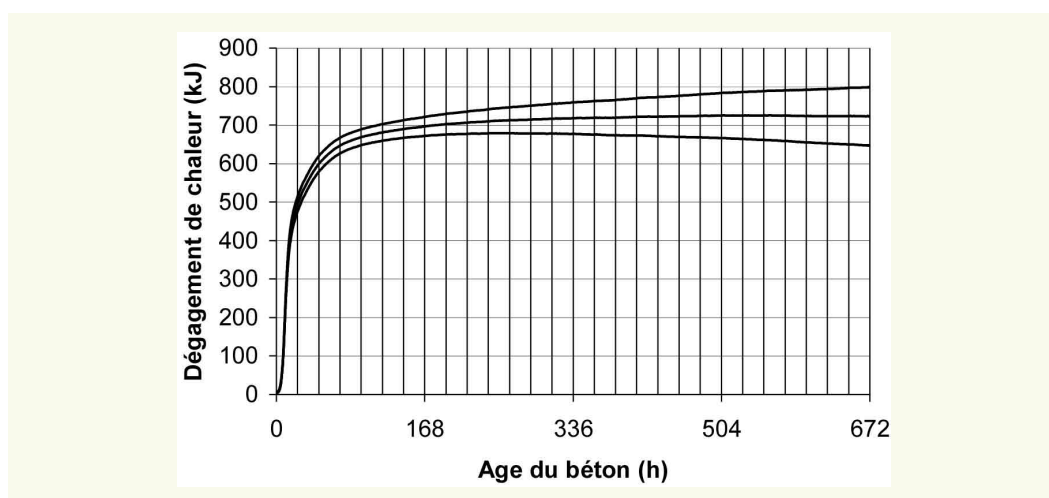


figure 19

Fourchette à l'intérieur de laquelle 95 % des valeurs calculées peuvent se situer avec le jeu de données du tableau 3.



limite conduit à un intervalle comme celui illustré par la **figure 19** qui intègre également les incertitudes sur les capacités calorifiques massiques et le coefficient de déperdition thermique. Dans le cas de cet exemple on voit qu'il n'était pas utile de prolonger les mesures au-delà de deux semaines⁴.

Cette démarche n'a pas été appliquée aux autres quantités que l'on peut déterminer (flux de chaleur, élévation adiabatique de température, affinité chimique).

CONCLUSION

L'essai de détermination de la chaleur d'hydratation d'un béton à l'aide du calorimètre QAB est analysé en détail. Cette analyse permet de conforter le projet de méthode d'essai inspiré de la norme sur la calorimétrie des ciments et mortiers.

Il apparaît que les transferts de chaleur au travers de ce type de calorimètre se font majoritairement par conduction. Une part très réduite de rayonnement conduit à traiter les données de l'étalonnage, par souci de précision, de la même façon que pour les bouteilles de Langavant pour lesquelles les pertes thermiques se font essentiellement par rayonnement.

Toujours pour ne pas dégrader la précision, les mesures de température doivent être effectuées sur une éprouvette active logée dans un premier calorimètre en même temps que sur une éprouvette de béton inerte logée dans un deuxième calorimètre, jumeau du premier. Des sondes à résistance de platine sont recommandées afin d'atteindre les précisions requises.

⁴ On peut toutefois conseiller de ne pas arrêter trop tôt les essais car il est souvent difficile de les analyser en direct.

Les incertitudes de l'étalonnage des calorimètres QAB ont une influence secondaire par rapport à la précision requise pour la mesure des températures de l'éprouvette de béton et de l'éprouvette témoin. Une autre voie d'amélioration de l'incertitude sur le dégagement de chaleur serait une meilleure connaissance de la capacité calorifique massique des constituants solide et de l'eau en fonction de l'avancement de la réaction d'hydratation.

Des fluctuations de la température ambiante dans une fourchette de ± 2 °C ne provoquent que des écarts de température négligeables entre le calorimètre actif et le calorimètre témoin.

Bien qu'il soit conseillé d'alimenter les sondes de température à résistance de platine que lorsque la mesure est prise, celles-ci peuvent être alimentées en continu si le courant d'alimentation est de l'ordre d'1 mA. Au-delà de cette valeur, la quantité de chaleur fournie à l'éprouvette devient non négligeable.

Cette estimation de l'incertitude de mesure de la chaleur dégagée dans un calorimètre QAB ne prend pas en compte la reproductibilité du mode opératoire. Le chiffrage de l'incertitude ne sera complet que si des essais croisés sont effectués.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1 **ANDRÉ J. L., SAINTILAN R.**, « Étalonnage des caissons QAB », *BLPC*, n° 278, **2010**, pp. 43-48.
- 2 **ACKER P.**, Comportement mécanique du béton : apports de l'approche physico-chimique, Thèse de l'Ecole nationale des ponts et chaussées, Paris, Rapport de Recherche LPC 152, **1988**.
- 3 **ACKER P., CHAUVIN J. J.**, Essais calorimétriques sur béton : banque de données, Paris : *LCPC*, Bordeaux : CETE du sud-ouest, rapport interne, **1990**, 63 pages.
- 4 **ACKER P., TORRENTI J. M., ULM F. J.**, Comportement du béton au jeune âge, collection Mécanique et Ingénierie des Matériaux, Hermès Sciences, **2004**, 188 p.
- 5 **ALÈGRE R.**, La calorimétrie des ciments au CERILH, *Publication technique n° 119*, **1961**, 164 pages.
- 6 **BOULAY C., ANDRÉ J. L., TORRENTI J. M.**, « Projet de mode opératoire pour la détermination de la chaleur dégagée lors de l'hydratation du ciment d'un béton placé dans un calorimètre Quasi Adiabatique pour Bétons (QAB) », *BLPC*, n° 278, **2010**, pp. 37-42.
- 7 **BRIFFAUT M., BENBOUDJEMA F., TORRENTI J. M., NAHAS G.**, « Etude expérimentale d'un béton au jeune âge et modélisation macroscopique associée », Congrès français de Mécanique, Marseille, **2009**.
- 8 **BRIFFAUT M., BENBOUDJEMA F., NAHAS G., TORRENTI J. M.**, Simulations numériques des essais semi-adiabatique QAB et Langavant et comparaison aux résultats de mesures expérimentales, *BLPC*, n° 278, **2010**, pp. 5-18.
- 9 **BUFFO-LACARRIÈRE L.**, Prédiction et évaluation de la fissuration précoce des ouvrages en béton. Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, **2007**.
- 10 **D'ALOIA L.**, Détermination de l'énergie d'activation apparente du béton dans le cadre de l'application de la méthode du temps équivalent à la prévision de la résistance en compression au jeune âge : approches expérimentales mécanique et calorimétrique, simulations numériques, thèse de l'INSA de Lyon, **2 mars 1998**, 278 p.
- 11 **DE LARRARD F.**, *Structures granulaires et formulation des bétons*, Collection Études et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, OA 34, **avril 2000**, 409 p.
- 12 **DE SCHUTTER G., TAERWE L.**, General hydration model for portland cement and blast furnace slag cement, *Cement and Concrete Research*, Vol. 25, n° 3, **1995**, pp. 593-604.
- 13 **LCPC**, Résistance du béton dans l'ouvrage – La maturométrie, Guide technique LCPC, IREX Calibé, Paris, **mars 2003**.
- 14 **HAMFLER H., RÖHLING S., VAN BREUGEL K.**, "Methods for calculating temperatures in hardening concrete structures", RILEM TC119TCE, Chapter 6, draft 4, Rilem, **1993**.
- 15 **JOLICŒUR C.**, Étude calorimétrique de l'hydratation du ciment : détermination de l'énergie d'activation, rapport interne, Université de Sherbrooke, **1994**.
- 16 **LACKNER R., PICHLER C., MANG H. A.**, Thermo-chemomechanics of cement-based materials at finer scales of observation: Application to hybrid analyses of shotcrete tunnel linings, in: *Engineering Structures under Extreme Conditions - Multi-Physics and Multi-Scale Computer Models in Non-Linear Analysis and Optimal Design*, A. Ibrahimbegovic, B. Brank (Hrg.); IOS Press, **2005**, ISBN: 1 58603 479 0, pp. 170-199.
- 17 **MOUNANGA P., KHELIDJ A., BASTIAN G.**, Experimental study and modelling approaches for the thermal conductivity evolution of hydrating cement paste, *Advances in Cement Research*, vol.16, n° 3, **2004**, pp. 95-103.
- 18 **ULM F., TORRENTI J. M.**, Modélisation du comportement du béton au jeune âge, In *Comportement du béton au jeune âge* (Traité MIM, série Matériaux de construction), sous la direction de P. ACKER, J.M. TORRENTI et F. ULM, **2004**, éditions Hermès.
- 19 **WADSÖ L.**, An experimental comparison between isothermal calorimetry, semi-adiabatic calorimetry and solution calorimetry for the study of cement hydration, Nordtest report TR522, **2003**, March, 42 p.
- 20 **WALLER V.**, Relations entre composition des bétons, exothermie en cours de prise et résistance en compression, Collection Études et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, OA35, **mai 2000**, 317 p.

Claude BOULAY*
Jean-Michel TORRENTI

Université Paris-Est, Laboratoire central des
Ponts et Chaussées, Paris, France

Jean-Luc ANDRÉ

Laboratoire régional des Ponts et Chaussées,
Saint-Brieuc, France

* AUTEUR À CONTACTER :

Claude BOULAY
claude.boulay@lcpc.fr

Projet de mode opératoire pour la détermination et la chaleur dégagée lors de l'hydratation du ciment d'un béton placé dans un calorimètre quasi adiabatique pour bétons (QAB)

GÉNÉRALITÉS

■ Objet

Le présent mode opératoire a pour objet de spécifier la méthode de détermination de la chaleur dégagée en fonction du temps (quantité de chaleur à l'instant t et cinétique), lors de l'hydratation du ciment d'un béton placé dans un calorimètre quasi adiabatique pour bétons (QAB). Ce mode opératoire permet la détermination à échéances régulières de la chaleur produite, depuis quelques instants après sa fabrication jusqu'à quelques semaines. Cette quantité de chaleur s'exprime en Joules.

■ Domaine d'application

Ce mode opératoire s'applique quelque soit le liant hydraulique excepté les ciments prompts.

■ Principe

La méthode du calorimètre QAB consiste à déposer une éprouvette Ø 16 cm × hauteur 32 cm au centre d'un caisson isolé thermiquement afin de déterminer la quantité de chaleur dégagée. A un instant donné, la chaleur dégagée par l'hydratation est la somme de la chaleur ayant échauffé le calorimètre et l'éprouvette et celle ayant été dissipée vers l'extérieur depuis l'instant initial.

RÉFÉRENCES

Les calorimètres semi adiabatiques sont étalonnés selon un protocole défini au sein du réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées qui porte le code Pro Q-E (calorimètres de Langavant, vérification). Ce document fait référence aux documents suivants :

- Pro Q-S1 (fonction métrologique)
- Pro Q. S2 (calorimètres de Langavant, Moyens de vérification)
- Norme NF EN 196-9 (Méthodes d'essais des ciments - Partie 9 : Chaleur d'hydratation - méthode semi-adiabatique)
- MET E2-1-4-3. (Métrologie des thermomètres numériques : Étalonnage)

Les calorimètres QAB sont étalonnés selon une procédure analogue à celle des calorimètres de Langavant [1].

APPAREILLAGE ET LEUR CARACTÉRISTIQUES

■ Calorimètre

Le calorimètre est constitué d'un caisson en PVC, isolé par de la mousse de polyuréthane. Le logement de l'éprouvette au centre du caisson permet sa dépose dans un cylindre intermédiaire en acier. Un couvercle isolé permet le passage du câble de la sonde de température.

Le schéma du calorimètre est donné en annexe 1. De manière à assurer une reproductibilité satisfaisante de l'essai, les épaisseurs de couche isolante de mousse de polyuréthane sont à respecter autant que possible. Les joints type caoutchouc assurent une étanchéité nécessaire. Les pieds sous le caisson sont indispensables pour la ventilation sous le caisson de manière à ce que la température des parois soit réellement imposée par l'air ambiant. Sans cette précaution, le coefficient de déperdition thermique déterminé par étalonnage risque d'être modifié. Il est préconisé d'installer le caisson sur une table d'une hauteur permettant le brassage en sous face et suffisamment basse pour permettre la dépose de l'éprouvette, sans difficulté, dans le caisson (40 ± 5 cm).

Pour réaliser un essai, deux calorimètres sont utilisés. Une éprouvette-témoin est déposée dans un calorimètre QAB jumeau de celui qui reçoit l'éprouvette de béton frais. Sa température interne est proche de la température ambiante. Elle varie au gré des fluctuations de la température ambiante avec quasiment la même constante de temps que pour la température de l'éprouvette de béton frais.

■ Instruments de mesure de la température

Les sondes de température préconisées sont les sondes de platine (100Ω à 0°C). Ces sondes nécessitent un étalonnage préalable selon les procédures habituelles. Les sondes sont reliées à leur boîtier de conditionnement qui est relié à un système de stockage des données.

La puissance dissipée par effet Joule de la sonde de platine ne doit pas excéder 1 mW (courant maximum de 1,5 mA). Il est recommandé de n'appliquer ce courant que lors des mesures.

La section maximale des fils au travers du couvercle ne doit pas excéder $0,2 \text{ mm}^2$ par conducteur pour les thermocouples et $0,25 \text{ mm}^2$ par conducteur pour les sondes de platine.

L'incertitude élargie (facteur d'élargissement $k = 2$), qui s'applique à l'ensemble de la chaîne des mesures de température doit être inférieure à $0,2^\circ\text{C}$.

Les sondes de température sont étalonnées selon la procédure citée au paragraphe « Références ».

EXPÉRIMENTATION

Au voisinage des calorimètres, la température de l'air doit se situer à $\pm 1^\circ\text{C}$ de la température initiale de l'essai. La sonde de température de l'air ambiant est utilisée pour contrôler la régulation de la salle. Cette sonde doit être logée au centre d'un bloc d'aluminium limitant les fluctuations rapides de la température de l'air (par exemple $\text{Ø } 20 \text{ mm} \times \text{hauteur } 80 \text{ mm}$). Un caisson actif reçoit l'éprouvette à tester et un caisson identique est utilisé comme témoin. Une éprouvette de béton, inerte chimiquement (plus de 3 mois), est placée dans le caisson témoin.

Pour effectuer l'essai il faut :

- 2 calorimètres QAB ayant des coefficients de déperdition thermique et des capacités calorifiques identiques à 5 % près ;
- une éprouvette de compensation réalisée dans un béton similaire au béton testé (capacité calorifique massique semblable) toujours dans son moule en carton ;

- trois sondes de température étalonnées ;
- un système d'acquisition de données ;
- un moule en carton avec son couvercle en plastique.

Avant l'essai, la régulation de température de la salle d'essai est réglée à la valeur de la température initiale de l'essai. Les calorimètres sont disposés dans la salle d'essai, ouverts et l'éprouvette témoin sortie de son calorimètre. Cette disposition permet la mise en température des calorimètres et de l'éprouvette témoin.

NB : L'utilisateur peut se constituer une collection d'éprouvettes témoins (2 à 5) sensée répondre à toutes les situations). Par exemple, une formulation contenant des granulats calcaires et contenant beaucoup d'eau possède une capacité calorifique massique plus grande qu'une formulation contenant des granulats siliceux avec peu d'eau. Cet aspect du protocole d'essai est laissé à l'initiative de l'opérateur.

Les sondes de température sont passées au travers des presse-étoupes des couvercles des 2 caissons puis au travers du trou des couvercles de moule en acier. Le couvercle de moule en plastique de l'éprouvette témoin est percé précisément en son centre au diamètre 8 mm. Un tube de cuivre (longueur 170 mm, diamètre extérieur 10 mm, épaisseur 1 mm) équipé d'un collet battu (ou d'un collier en plastique à serrage rapide) à une extrémité et fermé hermétiquement de l'autre est passé au travers du trou du couvercle de moule (on suppose que les mêmes dispositions ont été prises pour l'éprouvette témoin).

Le moule est pesé, au gramme près, avec le couvercle et le tube en cuivre.

Le béton est malaxé. La date et l'heure de l'ajout de l'eau sont notées. A la sortie du malaxeur, la température du béton ($T_{\text{béton}}(0)$) est mesurée et notée. Le béton est mis en place dans le moule selon les règles de l'art. Lorsque le moule est quasiment plein, le tube de cuivre est enfoncé, sous vibration (interne ou externe au moule), jusqu'à l'ajustement du couvercle en tête de l'éprouvette. L'ensemble est pesé de manière à connaître la masse de béton (m_b) mis en œuvre. Un ruban adhésif est appliqué autour du couvercle pour minimiser l'évaporation et les condensations dans le calorimètre. L'éprouvette est transportée dans la salle d'essai.

Les calorimètres sont posés sur la table basse prévue dans le paragraphe « Calorimètre ». Les éprouvettes sont déposées dans l'enveloppe en acier du calorimètre. Elles sont coiffées du couvercle acier. Les sondes de température sont déposées dans les tubes de cuivre. De l'huile est versé dans les tubes de cuivre jusqu'au bord. De la pâte à modeler est appliquée au niveau du trou de passage du couvercle acier. Les couvercles des caissons sont posés et attachés. De la pâte à modeler est appliquée au passage du presse-étoupe.

L'acquisition de données est mise en service. L'intervalle de mesure est fixé entre 10 et 15 min (96 à 144 mesures/jour). Un affichage de l'écart de température entre l'éprouvette en test et l'éprouvette témoin est souhaitable. Les données enregistrées sont la date et l'heure de chaque scrutation (format : jj/mm/aa hh:mm:ss), les températures $T_{\text{béton}}$, $T_{\text{témoin}}$ et T_{amb} .

La cinétique de l'hydratation et la durée de l'hydratation complète du béton sont très variables. Il n'y a donc pas de règle pour l'arrêt des mesures. Il arrive un moment où, selon les performances des mesures de température, le dégagement de chaleur n'est plus détectable. Dans ce cas, on peut estimer que l'essentiel de la réaction d'hydratation a eu lieu. Il n'y a aucun intérêt à continuer d'enregistrer les températures après cet instant. Si l'essai est arrêté avant, le résultat de l'essai est la valeur de la chaleur dégagée à cet instant. Le choix de l'instant pour arrêter les mesures est donc du ressort de l'opérateur. L'indication de l'écart de température par la chaîne d'acquisition de données est un témoin utile dans ce cas. On peut, par exemple, déterminer l'arrêt lorsque cet écart passe sous deux fois l'incertitude élargie de la mesure de température.

DÉTERMINATION DE LA CHALEUR D'HYDRATATION

■ Notations

On note :

- $C_{\text{béton}}$ [J/°C] : capacité thermique du béton seul (produit de la masse par la capacité thermique spécifique)
- C_{cal} [J/°C] : capacité thermique du calorimètre, obtenue à partir de l'étalonnage
- C_{tot} [J/°C] : capacité thermique totale = $C_{\text{béton}} + C_{\text{cal}}$
- t [heure] : temps lors de l'essai QAB
- $T_{\text{béton}}$ [°C] : température de l'éprouvette de béton frais
- T_{ext} [°C] : température extérieure
- $T_{\text{témoin}}$: température de l'éprouvette témoin en béton durci
- $q(t)$ [J] : dégagement de chaleur à l'instant t
- $\theta(t)$ [°C ou K] = $T_{\text{béton}} - T_{\text{témoin}}$: écart de température entre l'éprouvette de béton frais et l'éprouvette témoin à l'instant t
- α [J/h/°C] : coefficient de conduction thermique. Il est fonction de θ ($\alpha = a + b \theta$), a et b étant obtenus par étalonnage
- m_b : masse de béton coulée dans le moule en carton.

■ Calcul de la chaleur dégagée dans un tableur

Dans le calorimètre QAB, une partie de la chaleur dégagée par l'hydratation du ciment augmente la température de l'éprouvette, une autre partie augmente la température du calorimètre et une dernière partie est évacuée vers l'extérieur. Ceci s'exprime de la façon suivante :

$$q(t) = C_{\text{tot}} \left(T_{\text{béton}}(t) - T_{\text{béton}}(0) \right) + \alpha \int_0^t \theta(t) dt \quad (1)$$

La manière d'utiliser cette expression dans un tableur sur des données discrètes est décrite ci-après.

Dans un premier temps, une ligne comportant la date et l'heure du coulage, la température en sortie de malaxeur $T_{\text{béton}}(0)$, une température de l'éprouvette témoin égale à la première température mesurée sur cette éprouvette et une température ambiante traitée de la même façon, est rajoutée en tête des mesures effectuées.

Une colonne « âge du béton » ou temps t est aussi rajoutée. Ce temps est calculé en heures. C'est la date et l'heure de chaque mesure moins la date et l'heure relevées au moment du coulage.

C_{tot} est la somme des capacités thermiques du béton $C_{\text{béton}}$ et du calorimètre C_{cal} . La capacité thermique du calorimètre est donnée dans le rapport d'étalonnage. Son ordre de grandeur pour les dimensions de la **figure** en annexe 1 est de 3400 J/°C. La capacité thermique du béton est calculée d'après l'expression suivante :

$$C_{\text{béton}} = \mu_s (m_c + m_s + m_g) + \mu_l m_e \quad (3)$$

- μ_s est la capacité thermique spécifique pour les solides du mélange (ciment, sable et granulats) et vaut environ 800 J °C⁻¹ kg⁻¹.
- μ_l est la capacité thermique spécifique moyenne¹ pour l'eau du mélange et vaut 3 800 J °C⁻¹ kg⁻¹.
- m_c , m_s , m_g et m_e sont respectivement les masses de ciment, de sable, de granulats et d'eau de l'éprouvette elle-même.

¹ La capacité thermique spécifique de l'eau vaut 4 180 J °C⁻¹ kg⁻¹ mais sa valeur est différente pour l'eau combinée aux hydrates.

Ces masses sont obtenues à partir de la composition du béton et de la masse de l'éprouvette. A cet effet, on détermine d'abord la proportion massique de chaque constituant du béton (masse du constituant par m³ de béton divisée par la masse totale des constituants par m³ de béton). Pour connaître les masses des constituants dans l'éprouvette, il suffit ensuite de multiplier les proportions massiques de chaque constituant par la masse de l'éprouvette.

Le dernier terme de l'équation (1) est calculé à partir de l'instant 0. A cet instant, on considère que la chaleur dégagée est nulle (on néglige l'échauffement dû à la dissolution des anhydres dans les premiers instants). Pour chaque pas suivant de rang k , on calcule la déperdition d'énergie élémentaire :

$$\Delta q(k) = \alpha \frac{T_{\text{béton}}(k) - T_{\text{témoin}}(k) + T_{\text{béton}}(k-1) - T_{\text{témoin}}(k-1)}{2} \Delta t, \text{ qui est rajouté à la valeur}$$

atteinte au rang $k - 1$.

La courbe $q(t)$ est le résultat escompté.

D'autres informations tirées de cette courbe sont possibles [2, 3, 4].

INCERTITUDES DE LA DÉTERMINATION DE LA CHALEUR DÉGAGÉE

Les paramètres qui ont une influence importante sur le résultat sont les mesures de la température de l'éprouvette et du témoin et le coefficient de déperdition thermique des calorimètres.

Avec un jeu d'incertitudes élémentaires u_{xi} tel que celui listé dans le tableau ci-dessous, l'incertitude type sur le dégagement de chaleur est de l'ordre de 5 % de la chaleur dégagée jusqu'à quatre semaines d'essai [2].

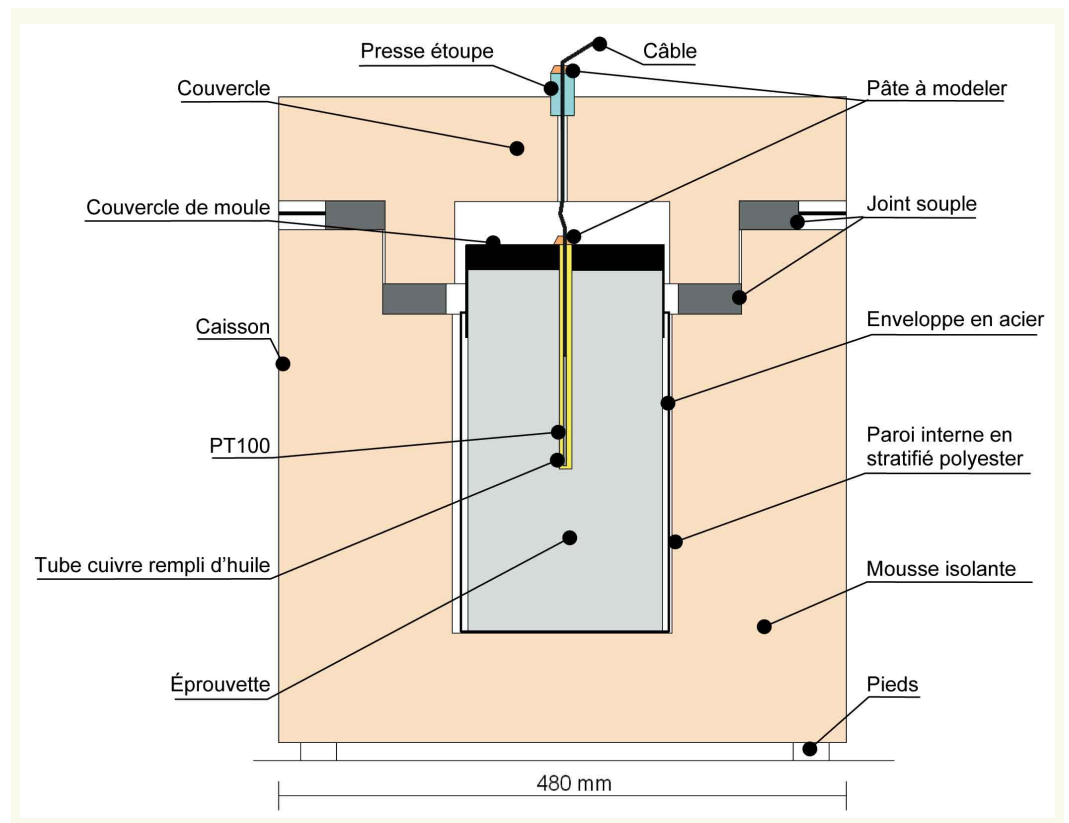
Paramètre	Valeur nominale	u_{xi}	Unités
Masse moule vide	0,346	0,0002	kg
Masse moule plein	15,262	0,005	kg
Masse ciment	2,171	0,005	kg
Masse d'eau	1,176	0,0002	kg
Masse de sable	4,722	0,005	kg
Masse de gravillons	6,846	0,005	kg
C_{cal}	3266	32,66	J/°C
α	369,8	3,2	J/°C/h
Cap. Cal. Mass. Sol.	750	7,5	J/°C/kg
Cap. Cal. Mass. Liqu.	3760	37,6	J/°C/kg
$T_{\text{béton}}$	$T_{\text{béton}}(t)$	0,1	°C
$T_{\text{témoin}}$	$T_{\text{témoin}}(t)$	0,1	°C

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1 ANDRÉ J.L., SAINTILAN R., « Étalonnage des caissons QAB », *BLPC* n° 278, 2010, pp. 43-45.
- 2 BOULAY C., TORRENTI J.M., ANDRÉ J.L., SAINTILAN R., « Calorimétrie quasi adiabatique pour bétons : facteurs d'influence », *BLPC* n° 278, 2010, pp. 18-36.
- 3 BRIFFAUT M., BENBOUDJEMA F., TORRENTI J. M., NAHAS G., *BLPC* n° 278, 2010, pp. 5-18.
- 4 MARTIN R. P., TOUTLEMONDE F., « Mise au point d'une cure thermique représentative de l'échauffement d'une pièce massive de béton », *BLPC* n° 278, 2010, pp. 49-63.

ANNEXE 1

*Schéma, à l'échelle,
d'un calorimètre QAB*



Jean-Luc ANDRE*
Richard SAINTILAN

Laboratoire régional des Ponts et Chaussées,
Saint-Brieuc, France

* AUTEUR À CONTACTER :

Jean-Luc ANDRE
jean-luc.andre@developpement-
durable.gouv.fr

Étalonnage des caissons QAB

PRINCIPE

La pratique de l'essai quasi-adiabatique sur béton (essai QAB) nécessite de connaître avec précision le coefficient de déperdition thermique totale α et la capacité thermique μ des calorimètres employés, paramètres qui peuvent être déterminés par étalonnage.

La méthode, adaptée de la norme NF EN 196-9 « Méthodes d'essais des ciments – Partie 9 : chaleur d'hydratation – méthode semi-adiabatique » consiste à remplacer l'échantillon d'essai dans le calorimètre à étalonner par un cylindre d'étalonnage de dimensions équivalentes et muni d'une résistance électrique. En appliquant à la résistance électrique, une différence de potentiel connue pour provoquer son échauffement, la quantité d'énergie électrique appliquée correspond à l'échauffement dans le calorimètre et à la chaleur dissipée vers l'atmosphère. La déperdition thermique est alors calculée à partir de l'énergie électrique nécessaire au maintien d'une température constante.

La capacité thermique est ensuite déterminée par la mesure de la vitesse de baisse de température dans le calorimètre suite à la déconnexion de la source électrique.

APPAREILLAGE

Pour appliquer la méthode, l'appareillage suivant est nécessaire :

- un multimètre numérique, utilisé pour mesurer la résistance du cylindre d'étalonnage et les tensions d'essai ;
- une chaîne de mesure des températures à base de sondes Pt100 4 fils ;
- une alimentation stabilisée ;
- un cylindre d'étalonnage (**figure 2b**) constitué d'une éprouvette d'aluminium de forme identique à celle de l'éprouvette d'essai ($\varnothing 16 - H 32$ cm), munie d'une résistance chauffante d'environ 2 500 ohms à très faible coefficient de résistivité électrique (fil de constantan ou de manganin). Les fils de connexion de la résistance ont une petite section ($0,05 \text{ mm}^2$ au maximum) pour éviter les fuites thermiques ;
- un calorimètre utilisé comme témoin pourvu d'un cylindre inerte de conception identique au cylindre d'étalonnage mais sans résistance chauffante ;
- une salle climatisée dont la température est comprise entre 19 et 21 °C et qui doit rester stable à $\pm 0,5$ °C.

MODE OPÉRATOIRE

■ Conditions préalables

Le calorimètre à étalonner est placé à proximité immédiate du calorimètre témoin, dans la salle climatisée (**figure 1**). Ils sont posés sur une table pour éviter l'influence des conditions d'échange thermique au ras du sol qui peuvent être très différentes d'une salle d'essai à l'autre.

figure 1
Vue des deux calorimètres.

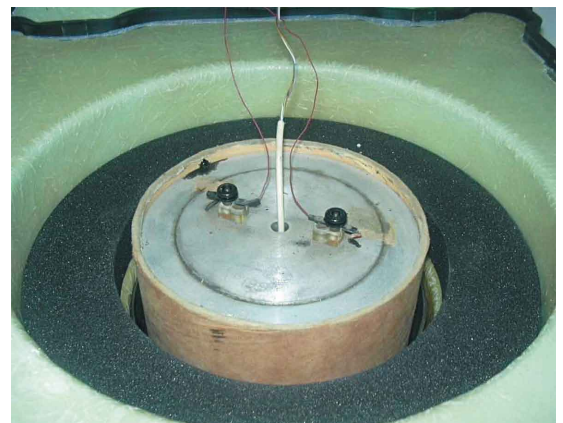


Un cylindre d'étalonnage, relié à l'alimentation, est placé dans le calorimètre à vérifier, tandis qu'un cylindre inerte est placé dans le calorimètre témoin. Une sonde à résistance de platine est placée au centre de chaque cylindre.

figure 2
a) vue du calorimètre à étalonner avec sa résistance chauffante ;
b) vue agrandie.



a | b



L'orifice du couvercle du calorimètre (presse étoupe) (**figures 1 et 2a**), permettant le passage des fils de connexion du cylindre d'étalonnage et de la sonde à résistance, est calfeutré hermétiquement afin d'éviter les courants de convection entre l'intérieur du calorimètre et le milieu ambiant.

■ Détermination du coefficient de déperdition thermique totale α

L'application d'une différence de potentiel aux bornes de la résistance du cylindre d'étalonnage provoque un échauffement de ce cylindre par effet Joule.

Le coefficient de déperdition thermique totale α du calorimètre s'obtient par la mesure, en régime permanent établi, de :

- la quantité de chaleur dégagée par effet Joule dans le cylindre d'étalonnage ;
- l'échauffement de ce cylindre par rapport à la température du cylindre inerte placé dans le calorimètre témoin.

Lorsque le régime permanent est atteint (le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre thermique est d'environ 14 jours), la chaleur fournie est entièrement dissipée vers le milieu extérieur.

L'équation des déperditions s'écrit alors :

$$P = V^2 \cdot R^{-1} = \alpha \cdot \theta$$

d'où $\alpha = V^2 \cdot R^{-1} \cdot \theta^{-1}$ (en $W \cdot ^\circ C^{-1}$)

ou encore $\alpha = 3600 V^2 \cdot R^{-1} \cdot \theta^{-1}$ (en $J \cdot h^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}$)

avec :

V (V) = tension d'alimentation aux bornes de la résistance

R (Ω) = résistance de l'enroulement chauffant

P (W) = puissance dissipée

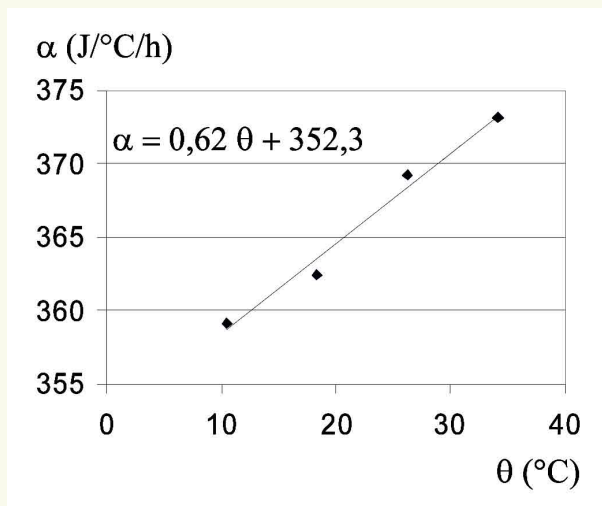
θ ($^\circ C$) = différence de température entre le cylindre d'étalonnage et le cylindre inerte

α ($J \cdot h^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}$) = coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre à la température θ .

Le coefficient α est déterminé pour quatre valeurs d'échauffements θ couvrant l'étendue des températures observées lors des essais. On obtient alors une variation linéaire de α avec θ (droite d'étalonnage) : $\alpha = a + b \cdot \theta$.

Les termes constants a et b sont calculés par la méthode des moindres carrés, le coefficient de corrélation linéaire devant être supérieur à 0,97. La **figure 3** présente un exemple de résultat.

figure 3
Exemple de droite
d'étalonnage.



Détermination de la capacité thermique μ

La mesure de la capacité thermique μ du calorimètre s'effectue par la méthode du refroidissement spontané lorsque l'on connaît l'expression du coefficient de déperdition thermique totale α .

Après avoir déterminé la capacité thermique C_T du calorimètre contenant un cylindre de capacité thermique C_E connue (cylindre d'étalonnage), on en déduit la capacité thermique du calorimètre vide μ .

Au cours du refroidissement (après avoir coupé l'alimentation), l'équation d'échange de chaleur s'écrit :

$$-C_T d\theta = \alpha \theta \cdot dt = (a + b\theta) \theta \cdot dt$$

$$\text{d'où } C_T = \frac{a \cdot t}{\log_e \frac{\theta_0 \alpha_t}{\theta_t \alpha_0}}$$

avec : t (heure) = temps de refroidissement à partir de l'instant initial

θ_0, α_0 = échauffement et coefficient de déperdition thermique totale au temps initial

θ_t, α_t = échauffement et coefficient de déperdition thermique totale au temps t

Quatre mesures de θt sont effectuées pour des durées de refroidissement de 24, 26, 28 et 30 heures.

Après avoir déterminé les valeurs de C_T correspondantes, la capacité thermique du calorimètre vide a pour valeur :

$$\mu = 1/4 \sum_{i=1}^4 \mu_i$$

avec : $\mu_i = C_{Ti} - C_E$

μ est exprimé en joules par degré Celsius.

PÉRIODICITÉ

Pour tenir compte de la dégradation des caractéristiques isolantes des calorimètres, leur vérification doit être renouvelée tous les 4 ans. Elle s'impose dans tous les cas si le calorimètre a été modifié ou remis à neuf.

EXEMPLE

La [figure 4](#) présente un exemple de PV d'étalonnage d'un calorimètre QAB.

