



HAL
open science

Étude et modélisation des transferts hydriques et thermiques au sein des matériaux inorganiques poreux : application aux matériaux du patrimoine bâti ancien, exemple de l'Hypogée des Dunes à Poitiers et de la crypte de l'abbatiale de Saint-Savin-sur-Gartempe

Benoit Merckx

► **To cite this version:**

Benoit Merckx. Étude et modélisation des transferts hydriques et thermiques au sein des matériaux inorganiques poreux : application aux matériaux du patrimoine bâti ancien, exemple de l'Hypogée des Dunes à Poitiers et de la crypte de l'abbatiale de Saint-Savin-sur-Gartempe. Sciences de la Terre. Université de Poitiers, 2013. Français. NNT : 2013POIT2293 . tel-01577915

HAL Id: tel-01577915

<https://theses.hal.science/tel-01577915v1>

Submitted on 28 Aug 2017

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.

THÈSE



Pour l'obtention du grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE POITIERS
École nationale supérieure d'ingénieurs (Poitiers)
Institut de chimie des milieux et matériaux de Poitiers - IC2MP
(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

École doctorale : Sciences pour l'environnement - Gay Lussac (La Rochelle)
Secteur de recherche : Sciences pour l'environnement

Présentée par :
Benoit Merckx

Étude et modélisation des transferts hydriques et thermiques au sein des matériaux inorganiques poreux : application aux matériaux du patrimoine bâti ancien, exemple de l'Hypogée des Dunes à Poitiers et de la crypte de l'abbatiale de Saint-Savin-sur-Gartempe

Directeur(s) de Thèse :
Patrick Dudoignon

Soutenue le 22 novembre 2013 devant le jury

Jury :

Président	Philippe Cosenza	Professeur des Universités, Université de Poitiers
Rapporteur	Robert J. Flatt	Professor, Institute of technology of Zürich, Swiss
Rapporteur	Adriana Bernardi	Senior researcher, National research council of Padova, Italy
Membre	Patrick Dudoignon	Professeur des Universités, Université de Poitiers
Membre	Jean-Claude Parneix	Directeur, Société Étude, recherche et matériaux, Poitiers
Membre	Jean-Didier Mertz	Ingénieur de recherche, Laboratoire de recherche et monuments historiques, Champs-sur-Marne
Membre	Jean-Paul Laurent	Ingénieur de recherche, Université de Grenoble 1
Membre	Emmanuel Cailleux	Chef de projet, CSTC, Belgique

Pour citer cette thèse :

Benoit Merckx. *Étude et modélisation des transferts hydriques et thermiques au sein des matériaux inorganiques poreux : application aux matériaux du patrimoine bâti ancien, exemple de l'Hypogée des Dunes à Poitiers et de la crypte de l'abbatiale de Saint-Savin-sur-Gartempe* [En ligne]. Thèse Sciences pour l'environnement. Poitiers : Université de Poitiers, 2013. Disponible sur Internet <<http://theses.univ-poitiers.fr>>



Thèse

présentée à l'Université de Poitiers
en vue d'obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Poitiers
Spécialité : Sciences pour l'environnement

par

Benoit MERCKX

**Etude et modélisation des transferts hydriques et thermiques
au sein des matériaux inorganiques poreux : application aux
matériaux du patrimoine bâti ancien, exemple de
l'Hypogée des Dunes à Poitiers et de la crypte de l'abbatiale
de Saint-Savin-sur-Gartempe**

soutenue publiquement le 22 Novembre 2013 devant le jury composé de :

Président du Jury :

COSENZA Philippe

Professeur, Université de Poitiers

Rapporteurs :

BERNARDI Adriana

Directeur de Recherche, ISAC-CNR

FLATT Robert

Professeur, Institute of Technology of Zurich

Examineurs :

CAILLEUX Emmanuel

Chef de Projet, CSTC

COSENZA Philippe

Professeur, Université de Poitiers

DUDOIGNON Patrick

Professeur, Directeur de thèse, Université de Poitiers

LAURENT Jean-Paul

Ingénieur de Recherche, LTHE

MERTZ Jean-Didier

Ingénieur de Recherche, LRMH

PARNEIX Jean-Claude

Directeur d'entreprise, ERM

Résumé - Abstract

Dans le cadre de la conservation et de la réhabilitation des bâtis anciens, les matériaux utilisés pour leur construction doivent être caractérisés vis-à-vis de leurs propriétés de transferts thermiques et hydriques. La première étape du travail de recherche a concerné la mise au point d'un capteur de conductivité thermique et de teneur en eau des matériaux inorganiques poreux (pierres, bétons, enduits) constitutifs des monuments. Les méthodes d'investigation doivent rester non intrusives. Dans cet objectif, la voie suivie a été d'adapter la mesure de conductivité thermique par une méthode simplifiée du fil chaud, précédemment développée pour les fluides corrosifs, aux pierres de taille utilisées dans le bâti ancien. Afin de transférer cette technologie des fluides vers les solides, plusieurs étapes ont été effectuées : (1) des mesures avec le fil intégré, (2) des mesures de surface, (3) estimation de l'influence de la rugosité de la surface et (4) utilisation de la méthode pour l'estimation de la teneur en eau des matériaux tests.

La seconde étape de la recherche a consisté en deux suivis microclimatiques effectués sur deux sites historiques: l'Hypogée des Dunes et l'abbatiale de Saint-Savin-sur-Gartempe. Le travail de thèse a consisté à évaluer l'impact des travaux effectués sur les conditions climatiques dans l'hypogée, et à déterminer l'influence des variations climatiques sur la formation d'un voile biologique dans la crypte de Saint-Savin. Pour ce faire, l'analyse corrélatoire est appliquée au traitement des données climatiques.

Study and Modelling of hydric and thermal transfers within Inorganic Porous Materials: Application to the built Heritage Materials, examples of the Hypogeum of the Dunes in Poitiers and of the crypt of the Abbey-Church of Saint-Savin-sur-Gartempe.

In the framework of preservation and rehabilitation of ancient buildings, materials used for their construction must be characterized with regards to thermal and hydric transfer properties. The first stage of our research work focused on the development of a sensor of thermal conductivity and moisture content of the inorganic porous materials (stone, concrete, render) making up the monuments. The methods of investigation have to remain non-invasive. For this purpose, the path followed was to adapt the measure of thermal conductivity by a simplified transient hot-wire method, previously developed for corrosive fluids, to dressed stones used in built heritage. In order to transfer this technology from fluids to the solids, several stages were carried out: (1) measures with the integrated wire, (2) surface measures, (3) estimation of the influence of surface roughness and (4) use of this method to estimate the moisture content of several test materials.

The second stage of the research consisted in the microclimatic monitoring of two historical sites: the Hypogeum of the Dunes in Poitiers and the crypt of the abbey church of Saint-Savin-sur-Gartempe. The thesis work sought to evaluate the impact of construction work performed in the Hypogeum on the internal climatic conditions, and to determine the influence of climatic variations on the formation of a biological veil in the crypt of Saint-Savin. To this aim, correlative analysis is applied to the treatment of climatic data.

Avant-propos

"Le vice le plus désespérant est celui de l'ignorance qui croit tout savoir." Albert Camus, La peste.

Je vous remercie, lecteur dont les yeux se posent sur ces mots, de l'intérêt que vous portez à mon travail, résumé dans cet ouvrage. Je tiens tout d'abord à vous rassurer : il y a beaucoup de pages, certes, mais il y a beaucoup d'images, de graphes, qui permettent une compréhension plus aisée du texte qui l'accompagne. Je ne vous connais pas, ou peu, et j'ignore l'étendue de votre savoir. Aussi, j'espère que vous me comprendrez si parfois je donne trop de détails, ou parfois pas assez. Dans cette thèse, les sciences se mêlent, et j'aborde des domaines qui souvent sont traités séparément. J'éprouve en effet ce désir d'user toutes les sciences que je connais, et de les appliquer au domaine qui m'est cher : la conservation du patrimoine bâti. Je ne suis pas le premier à m'y intéresser, et ne serai pas le dernier. Mais comme l'écrivit Camus, la bonne volonté peut faire autant de dégâts que la méchanceté, si elle n'est pas éclairée. Il y eu en effet par le passé de trop fréquentes erreurs de restauration, le plus souvent non intentionnelles. Je ne prétends pas les résoudre ici. Je prétendssimplement apporter ma pierre à l'édifice, et offrir de nouvelles voies de compréhension, un nouvel éclairage, qui vient s'ajouter à ceux existants. Et je souhaite remercier dans cet avant-propos ceux dont l'aide m'a été précieuse pour accomplir cette tâche.

En premier lieu, j'adresse un remerciement particulier à Jean-Pierre Crémier, Ingénieur du Patrimoine à la Direction Régionale des Affaires Culturelles, pour son enthousiasme envers ce projet. Par sa passion des monuments historiques et par son ouverture vers la Recherche et le Développement, ma thèse a pu se dérouler dans les meilleures conditions. Merci à lui pour avoir pu mobiliser les fonds nécessaires, et merci également à Pierre Cazenave, Conservateur Régional des Monuments Historiques, et à Jean-Paul Godderidge, Directeur Régional des Affaires Culturelles, pour les lui avoir accordés.

J'adresse mes plus sincères remerciements à Patrick Dudoignon, mon directeur de thèse, pour avoir accepté de m'accueillir et de m'encadrer durant ces trois années, pour sa bonne humeur permanente et son optimisme débordant. Un grand merci également à Jean-Didier Mertz, cotuteur de ma thèse, pour ses grandes qualités humaines et scientifiques qu'il a accepté de me faire partager.

Je tiens également à remercier l'ensemble du jury qui a accepté avec enthousiasme de faire partie de mon jury de thèse, et notamment Adriana Bernardi et Robert Flatt, les rapporteurs de ma thèse, ainsi que Jean-Paul Laurent, Emmanuel Cailleux et Philippe Cosenza.

Je n'oublie pas non plus Jean-Claude Parneix, membre du Jury, et qui a également accepté de m'accueillir administrativement dans son entreprise et en a mis certains moyens à ma disposition. Je le remercie vivement, ainsi que toute l'équipe d'ERM : François, Susana, Arnaud, Alain, Claire, Fabrice, Charlène, Adrien, Anouck et Nathalie, merci pour votre accueil toujours cordial.

Je remercie également les Musées de Poitiers pour m'avoir facilité l'accès à l'Hypogée, et notamment Dominique Simon-Hiernard, qui m'a accompagné dès le début du projet, Anne

Benneteau-Péan, Christian Vignaud, Céline Péris, et toute l'équipe de la conciergerie. A l'abbaye de Saint-Savin-sur Gartempe, je remercie Josette Chassin, Ludovic Coudrat et Xavier Bouyer qui m'y ont accueilli, ainsi que toute l'équipe d'accueil.

Un grand merci également à tous les intervenants sur ce projet, et notamment à Claude Laforest, "mon technicien" favori, à Pascal Touvenet, Bertrand Leroux, Jean-Philippe Garnier, Sergeï Martemianov, Daniil Bograchev, Jean-Christophe Dupré, Franck Hesser et Fabrice Bremand. Merci à vous tous pour votre implication, parfois ponctuelle, parfois prenante. De même je remercie chaleureusement toute l'équipe du LRMH, et tout particulièrement David Giovannacci pour ses enseignements sur la rugosimétrie et son humour toujours débordant, Mikaël Guivarc'h pour son aide aux lames minces et pour finir, Geneviève Oriol et Faisl Boustia pour leur précieuse aide sur les comportements microbiologiques, à l'Hypogée, à Saint-Savin et ailleurs, et pour leur bonne humeur.

Des étudiants ont également participé à ce projet, de près ou de loin, dans le cadre de leur projet de fin d'études. Je remercie de la promo ENSIP 2011 Juliette Haman, Kevin Le Mao, Anne-Sophie Piguet, Rémy Brosset, Jordan Tellman, de la promo ENSIP 2012 Sabrina Lavaud, Aurélie Le Calvez, Florent Cavandoli, Pierre Goudot, David Frances, Cédric Rommens, et de la promo ENSIP 2013 Zijian Li, Murielle Kon-Sun-Tack, Kim Heang Chan et Nicolas Dos Santos.

Enfin, parce qu'il ne faut jamais rater une occasion de le faire, je remercie mes proches pour avoir été proches, justement, et pour m'avoir soutenu dans ce projet. Une pensée particulière à Mathilde, à mes parents, mon frère, ainsi qu'à mes grands parents, et tous mes oncles, tantes et cousins. Merci d'être ce que vous êtes, et d'avoir fait de moi ce que je suis. Enfin, je remercie aussi mes amis thésards Anne-Laure, Tojo, Jo, Freddy, Mélissa, Marion, Mickaël, Thomas, Valentin, Fabien, J-C pour nos discussions souvent animées des midis et des pauses café, et aussi tous mes amis qui se reconnaîtront (je ne prendrais pas le risque de faire une liste, qui risquerait de froisser quelqu'un... Mais comme ça, ça risque aussi, donc quoique je fasse... autant faire le plus simple!). Vous tous, pour ces bons moments passés ensemble, je tenais à vous remercier ici, sinon ailleurs.

Et en dernier, mais pas des moindres, je tiens tout particulièrement à remercier Damien Marchand, actuellement chef de Projet au Cluster Eco-habitat du Poitou-Charentes, pour la confiance inébranlable qu'il a placée en moi dès ma sortie des bancs de l'école. Sans son soutien, sa ténacité et ses encouragements, simplement rien de tout cela n'aurait été possible.

Je laisse là les commentaires d'avant-propos, pour commencer le sujet à proprement parlé, et il ne me reste plus qu'à vous souhaiter une bonne lecture.

Nomenclature

Sigle	Unité	Définition
Lettres romaines minuscules		
r	m	Rayon
l	m	longueur
g	$m.s^{-2}$	accélération de la pesanteur
k	-	proportion
n	-	second exposant d'Archie
d	m	diamètre
y	m	distance à la surface
n	mol	quantité de matière
h	m	hauteur
v	$m.s^{-1}$	vitesse
e	Å	épaisseur du film
m	kg	masse
d_s	-	densité des solides
t	S	temps
i	A	intensité
q	$W.m^{-1}$	puissance
Lettres romaines majuscules		
V	m^3	Volume
D	m	Diamètre
P	$N.m^{-2}$	Pression
K	m^2	Perméabilité
Cp	$m^2.s^{-2}.K^{-1}$	Capacité thermique massique
E	$kg.K^{-1}.s^{-5/2}$	Effusivité thermique
Ra	-	Nombre de Rayleigh
Gr	-	Nombre de Grashof
Pr	-	Nombre de Prandtl
T	K	Température
B	-	Facteur de forme
I_{sat}	-	Indice de saturation
Sa	μm	rugosité moyenne
Sq	μm	écart-type de rugosité
Ssk	-	Dissymétrie
Sku	-	Kurtosis
Sv	μm	Profondeur maximale
Sp	μm	Pic maximal
St	μm	Rugosité totale
Sz	μm	Rugosité moyenne

Sds	m^{-2}	totale
HR	%	Fréquence de rugosité
HA	-	Humidité relative
C	m^{-1}	Humidité absolue
Q	$m^3.s^{-1}$	Courbure
R_{GP}	$J.mol^{-1}.K^{-1}$	débit volumique
Q_d	$kg.m^{-2}.s^{-1}$	constante des gaz parfaits
Di	$m^2.s^{-1}$	Densité massique de flux
W	variable	coefficient de diffusion
S	m^2	teneur en eau
F	$m^3.s^{-1}$	Surface
R	Ω	Vitesse d'évaporation
		Résistance électrique
Lettres grecques		
ε	-	Porosité
γ	$N.m^{-1}$	Tension interfaciale
φ	-	Angle de mouillage
ξ	-	Tortuosité
ρ	$kg.m^{-3}$	Masse volumique
λ	$W.m^{-1}.K^{-1}$	Conductivité thermique
α	$m^2.s^{-1}$	Diffusivité thermique
β	K^{-1}	Coefficient de dilatation
μ	$N.s.m^{-2}$	Viscosité dynamique
ν	$m^2.s^{-1}$	viscosité cinématique
σ	variable	écart-type
Ψ	$W.m^{-2}$	Densité de flux de chaleur
β_0	K^{-1}	Coefficient de température du fil, à T_0

Table des illustrations

Figure 1 : Classification de la porosité à partir de la taille des pores (Beck, 2006)	8
Figure 2 : Exemples de fermeture de la porosité par l'eau (Bousquié, 1979)	9
Figure 3 : Représentation d'un milieu poreux (Daïan, 2010)	10
Figure 4 : Schématisations successives de l'espace poreux	10
Figure 5 : Différence entre distribution de taille de pore et volume accessible par taille de pore	11
Figure 6 : Représentation schématique de la tortuosité	12
Figure 7 : Représentation schématique de l'évolution de la porosité en fonction du volume d'échantillon considéré, d'après (Calvet, 2003)	13
Figure 8 : Modèles limites de l'organisation de l'espace poral « en parallèle » et « en série »	17
Figure 9 : Evolution de la porosité en fonction de l'éloignement de la paroi : cas de particules sphériques (Martin, 1977)	19
Figure 10 : Comparaison des profils de porosité Giese/Martin (Testu, 2005)	20
Figure 11 : Limite de l'usage de la rugosimétrie 2D	22
Figure 12 : Evolution de la pression de vapeur saturante en fonction de la température.	23
Figure 13 : Ecart en Pascals entre les P_{sat} calculées à partir des abaques et les P_{sat} calculés par polynôme de degré 4.	24
Figure 14 : Diagramme enthalpique de l'air humide.	25
Figure 15 : Schéma représentatif des forces intermoléculaires dans un liquide et à la surface du liquide (a) et à l'interface solide/liquide (b) d'après Hillel (1988)	26
Figure 16 : Représentation schématique de l'angle de mouillage à l'interface solide liquide diphasique (Daïan, 2010)	27
Figure 17 : Représentation schématique des forces au contact dans un capillaire cylindrique	28
Figure 18 : Schéma de remontée capillaire et équilibre.	29
Figure 19 : Profil de vitesse d'écoulement dans un capillaire.	31
Figure 20 : Représentation des limites de condensation capillaire pour des humidités relatives comprises entre 1 et 99%, en fonction de la température et du rayon poral.	35
Figure 21 : Représentation des deux possibilités de déséquilibre générateurs de séchage dans le diagramme de l'air humide	36
Figure 22 : Distribution de l'eau au cours d'un séchage (Rousset-Tournier, 2001).	37
Figure 23 : Caractéristiques du séchage dans les milieux poreux (Hammecker, et al., 1993)	38

Figure 24 : Influence des propriétés hygroscopiques sur les cinétiques de séchage (Shokri, et al., 2012), en fonction de la granulométrie	38
Figure 25 : Equilibre solubilité du CaCO ₃ dans l'eau pour différents pH (Roques & Ek, 1973)	39
Figure 26 : Comparatif de l'évolution du coefficient de dilatation thermique en fonction de l'angle d'analyse entre la calcite et le quartz (Mertz, et al., 2012)	42
Figure 27 : Augmentation du nombre de cycles de cristallisations (Sabbioni, et al., 2007)	46
Figure 28 : Carte géologique du seuil du Poitou, carte au 1/1 000 000e (Infoterre)	47
Figure 29 : Plan de situation de la vallée du Clain	48
Figure 30 : Contexte géologique du tuffeau de Saumur, carte au 1/1 000 000e (Infoterre)	49
Figure 31 : Contexte géologique du grès de fontainebleau, carte au 1/1 000 000e (Infoterre)	49
Figure 32 : Principe de fonctionnement d'un microscope optique polarisant	50
Figure 33 : Schéma récapitulatif des interactions causées par un faisceau électronique incident sur un échantillon de matière.	51
Figure 34 : Diffraction des rayons X	52
Figure 35 : Classification de Dunham	53
Figure 36 : Calcaire de Bonnillet (BON), photographie macroscopique, surface sciée	54
Figure 37 : Calcaire de Bonnillet (BON), microscope optique, lumière polarisée, oolithes et ciment sparitique	54
Figure 38 : Calcaire de Bonnillet (BON), détail, lumière polarisée montrant le ciment sparitique	54
Figure 39 : Calcaire de Bonnillet (BON), détail, lumière polarisée analysée montrant le ciment sparitique	54
Figure 40 : Calcaire de Bonnillet (BON), MEB, électrons secondaires	55
Figure 41 : Calcaire de Bonnillet (BON), sparite recouverte de micrite	55
Figure 42 : Calcaire de Bonnillet (BON), évidence des deux porosités	55
Figure 43 : Diffractogramme de BON (poudre <63µm désorientée)	55
Figure 44 : Calcaire de Brétigny (BRE), photographie macroscopique, surface sciée	56
Figure 45 : Calcaire de Brétigny (BRE), microscope optique, lumière polarisée et analysée,	56
Figure 46 : Calcaire de Brétigny (BRE), lumière polarisée analysée, oolithes partiellement cimentés par la sparite et macropores intergranulaires	56
Figure 47 : Calcaire de Brétigny (BRE), lumière polarisée analysée, oolithe partiellement cimentés par la sparite et macropores intergranulaires	56
Figure 48 : Calcaire de Brétigny (BRE), MEB mode électrons secondaires	57
Figure 49 : Calcaire de Brétigny (BRE), joint sparitique	57
Figure 50 : Diffractogramme de BRE (poudre <63µm désorientée)	57
Figure 51 : Calcaire de Breuil (BRL), photographie macroscopique, surface sciée	58
Figure 52 : Calcaire de Breuil (BRL), lumière polarisée	58
Figure 53 : Calcaire de Breuil (BRL), Lumière polarisée analysée	58
Figure 54 : Calcaire de Breuil (BRL), détail, lumière polarisée analysée	58
Figure 55 : Calcaire de Breuil (BRL), MEB mode électrons secondaires	59

Figure 56 : Calcaire de Breuil (BRL), détail du ciment microsparitique et de macroporosité	59
Figure 57 : Diffractogramme de BRL (poudre <63µm désorientée)	59
Figure 58 : Calcaire de Migné (CHA), photographie macroscopique, face sciée	60
Figure 59 : Calcaire de Migné (CHA), lumière polarisée	60
Figure 60 : Calcaire de Migné (CHA), lumière polarisée analysée	60
Figure 61 : Calcaire de Migné (CHA), MEB mode électrons secondaires, matrice micritique	61
Figure 62 : Calcaire de Migné (CHA), MEB mode électrons absorbés, matrice micritique	61
Figure 63 : Diffractogramme de CHA (poudre <63µm désorientée)	61
Figure 64 : Calcaire de Lavoux (LAV), photographie macroscopique	62
Figure 65 : Calcaire de Lavoux (LAV), Lumière polarisée	62
Figure 66 : Calcaire de Lavoux (LAV), Lumière polarisée	62
Figure 67 : Calcaire de Lavoux (LAV), détail, Lumière polarisée analysée	62
Figure 68 : Calcaire de Lavoux (LAV), distribution de la calcite micritique en enrobage autour des grains d'oolithe	63
Figure 69 : Calcaire de Lavoux (LAV), association des cristaux de calcite micritique et sparitique formatn la matrice	63
Figure 70 : Diffractogramme de LAV (poudre <63µm désorientée)	63
Figure 71 : Calcaire du Ricou hétérogène (RLH), photographie macroscopique	64
Figure 72 : Calcaire du Ricou hétérogène (RLH), Microscope optique, lumière polarisée	64
Figure 73 : Calcaire du Ricou hétérogène (RLH), détail, lumière polarisée	64
Figure 74 : Calcaire du Ricou hétérogène (RLH), détail, lumière polarisée analysée	64
Figure 75 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI) MEB mode électrons secondaires, micrite	65
Figure 76 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI), sparite	65
Figure 77 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI), oolithes	65
Figure 78 : Diffractogramme de RLH (poudre <63µm désorientée)	65
Figure 79 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI), photographie macroscopique	66
Figure 80 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI), Microscopie optique, lumière polarisée	66
Figure 81 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI), détail, lumière polarisée	66
Figure 82 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI),détail, lumière polarisée analysée	66
Figure 83 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI), MEB mode électrons secondaires	67
Figure 84 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI), fissure sparitique	67
Figure 85 : Diffractogramme de RLI (poudre <63µm désorientée)	67
Figure 86 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), photographie macroscopique	68
Figure 87 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), Microscope optique, lumière polarisée analysée	68
Figure 88 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), détail, lumière polarisée	68
Figure 89 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), détail, lumière polarisée analysée	68
Figure 90 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), MEB mode électrons secondaires, sparite	69

Figure 91 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), macropore entre cristaux sparitique	69
Figure 92 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), Joint inter-grain	69
Figure 93 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), Oxydes	69
Figure 94 : Diffractogramme de RSA (poudre <math><63\mu\text{m}</math> désorientée)	69
Figure 95 : Grès de Fontainebleau (GRE), photographie macroscopique	70
Figure 96 : Grès de Fontainebleau (GRE), Microscopie optique, lumière polarisée	70
Figure 97 : Grès de Fontainebleau (GRE), lumière polarisée analysée	70
Figure 98 : Grès de Fontainebleau (GRE), Vue large, lumière polarisée analysée	70
Figure 99 : Grès de Fontainebleau (GRE), MEB mode électrons secondaires	71
Figure 100 : Grès de Fontainebleau (GRE), cimentation inter-grain	71
Figure 101 : Diffractogramme de GRE (poudre <math><63\mu\text{m}</math> désorientée)	71
Figure 102 : Tuffeau de Saumur (TUF), photographie macroscopique	72
Figure 103 : Tuffeau de Saumur (TUF), Microscope optique, lumière polarisée	72
Figure 104 : Tuffeau de Saumur (TUF), lumière polarisée analysée	72
Figure 105 : Tuffeau de Saumur (TUF), Sphérules d'opale en relief (roses)	72
Figure 106 : Tuffeau de Saumur (TUF), vue large MEB mode électrons secondaires	73
Figure 107 : Tuffeau de Saumur (TUF), matrice de coccolithophoridés et argiles	73
Figure 108 : Tuffeau de Saumur (TUF), sphérules d'opale sur bioclaste	73
Figure 109 : Tuffeau de Saumur (TUF), sphérules d'opale dispersées	73
Figure 110 : Diffractogramme de TUF (poudre <math><63\mu\text{m}</math> désorientée)	73
Figure 111 : Autopore IV et système d'acquisition	77
figure 112 : Distribution de taille des pores pour la roche RLI	78
Figure 113 : Diagrammes porosimétriques comparatifs de BRE (bleu) et LAV (rouge)	79
Figure 114 : répartition de taille des pores des matériaux sélectionnés	80
Figure 115 : Illustrations de l'équipement PhaseView. a) système d'acquisition SurPhase®, b) échantillon, c) plateau micrométrique, d) système de commande et de traitement	82
Figure 116 : Evolution des paramètres de rugosité Sa, Sq, Sku, SSk, et St en fonction de la surface de la plage analysée (Echantillon BRE)	85
Figure 117 : principe de la mesure de rugosité	87
Figure 118 : évolution quantitative des paramètres Sa et Sq en fonction du polissage des cinq roches	88
Figure 119 : évolution relative des paramètres Sa et Sq en fonction du polissage des cinq roches	88
Figure 120 : évolution des paramètres Ssk et Sku en fonction du polissage des cinq roches	89
Figure 121 : évolution relative des paramètres St et Sz en fonction du polissage des cinq roches	89
Figure 122 : évolution relative du paramètre Sds en fonction du polissage des cinq roches	90
Figure 123 : schéma de principe de la méthode au fil chaud	92
Figure 124 : Détails de l'appareillage du fil chaud	95

Figure 125 : Mesures de la conductivité thermique de l'eau	98
Figure 126 : Mesures des conductivités thermiques des assemblages de billes de verre.	98
Figure 127 : Exemple de l'évolution des pentes (a_1 , a_2) des courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ pour sept assemblages successifs de billes de verres, obtenues avec un courant de 300 mA.	99
Figure 128 : Evolution des conductivités thermiques λ_1 (a) et λ_2 (b) en fonction du diamètre des billes de verres pour les trois assemblages M, S et SL.	100
Figure 129 : Evolution des courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ pour des billes de verre de diamètre moyen 3,00 mm aux états sec, saturé à l'acétone et saturé à l'eau	101
Figure 130 : Evolution de la masse, de la teneur en eau (W) et de l'indice de saturation (I_{sat}) de la brique de terre crue pendant les 110 premiers jours de dessiccation.	102
Figure 131 : Aspect de la microstructure de la brique de terre crue en microscopie électronique à balayage.	102
Figure 132 : Evolution des courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ enregistrées sur la terre crue compactée, pendant les 60 premiers jours de	103
Figure 133 : Evolution des conductivités thermiques λ_1 (losanges noirs) et λ_2 (carrés blancs) en fonction du temps.	103
Figure 134 : Evolution du λ_1 ($W.m^{-1}.K^{-1}$) en fonction de l'indice de saturation (I_{sat}) de la brique de terre crue.	104
Figure 135 : Perte de poids de la brique de chaux-chanvre.	105
Figure 136 : Evolutions des courbes $\Delta t=f(\ln(t))$ en fonction de la dessiccation (temps de séchage)	105
Figure 137 : Evolution de la conductivité thermique (λ) en fonction de la teneur en eau (W) du béton de chaux-chanvre, pendant sa prise et sa maturation.	106
Figure 138 : Evolution pour les murs et les enduits	110
Figure 139 : Evolution des conductivités thermiques des bétons Br1 et Br2 avec le temps (en fonction de la diminution de densité).	111
Figure 140 : Evolution des conductivités thermiques des bétons Cr0.75, Cr1 et CR2 avec le temps (en fonction de la diminution de densité).	111
Figure 141 : Evolution des couples densité/conductivité thermique pour les bétons de chanvre A (60 et 90 j), série 2	113
Figure 142 : Evolution des couples densité/conductivité thermique pour les bétons de chanvre B (60 et 90 j), série 2	113
Figure 143 : Evolution des couples densité/conductivité thermique pour les bétons de chanvre C (60 et 90 j), série 2	114
Figure 144 : Représentation des λ mesurés en fonction de la densité des bétons. Pour tous les bétons de la série 2, densité et conductivité à 60j (losanges bleus) et à 90j (carrés rouges).	114
Figure 145 : représentation des relations « linéaires » densités / conductivité thermique mesurées à 60 et 90jours (d_{60}) et extrapolée à « zéro jours » (d_0) par calcul de densité initiale de béton frais (augmentation de 40% des densités mesurées à 90j).	115
Figure 146 : Evolution du schéma de principe de la méthode du fil chaud	116

figure 147 : Evolution du profil d'élévation de la température $\Delta T=f(\ln(t))$ en fonction de la masse appliquée. Cas de l'élastomère expansé (EPDM)	117
figure 148 : Evolution de la valeur de la conductivité thermique mesurée sur la mousse EPDM en fonction de la charge appliquée.	118
Figure 149 : Capteur expérimental	118
Figure 150 : Evolution du profil d'élévation de la température $\Delta T=f(\ln(t))$ en fonction de la charge appliquée. Cas du plexiglas	119
Figure 151 : Courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ obtenues sur deux échantillons (1 en bleu, 2 en rouge) de brique de terre crue par la méthode de surface	120
Figure 152 : Géométrie du modèle	121
Figure 153 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la masse volumique du matériau	122
Figure 154 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la capacité thermique du matériau	123
Figure 155 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la conductivité thermique du matériau	124
Figure 156 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la conductivité thermique de l'isolant	125
figure 157 : Evolution de la température à deux pentes : zone d'influence de la zone de contact	127
Figure 158 : Géométrie du modèle d'étude de la résistance de contact	127
figure 159 : Evolution de l'élévation de température en fonction de la résistance de contact	128
figure 160 : Evolution de la pente initiale en fonction de l'épaisseur de la résistance	129
figure 161 : Evolution de l'élévation de température en fonction de l'épaisseur de la résistance	129
figure 162 : Evolution de l'ordonnée du point de brisure en fonction de l'épaisseur de la résistance	129
figure 163 : Evolution de l'abscisse du point de brisure en fonction de l'épaisseur de la résistance	129
Figure 164 : Evolution de la pente finale en fonction de l'épaisseur de la résistance	130
figure 165 : Evolution des $\lambda_2 = \lambda_{app}$ calculés en fonction des plages de temps prises en compte	131
Figure 166 : Interface graphique du paramétrage sous Labview®	132
Figure 167 : Interface graphique du suivi sous Labview®	133
Figure 168 : Interface graphique du traitement 1 : observation des cycles	133
Figure 169 : Interface graphique du traitement 2 : tableau de résultats	134
Figure 170 : Interface graphique du traitement 3 : courbes d'interprétation	134
Figure 171 : Photographie MEB (électrons absorbés) de la microstructure du calcaire de Brétigny et diagramme de Porométrie au Mercure	135
Figure 172 : Photographie MEB (électrons absorbés) de la microstructure du calcaire de Migné et diagramme de Porométrie au Mercure	135
Figure 173 : Photographie MEB (électrons absorbés) de la microstructure du calcaire lithographique du Ricou et diagramme de Porométrie au Mercure	136

Figure 174 : Photographie MEB (électrons absorbés) de la microstructure du grès de Fontainebleau et diagramme de Porométrie au Mercure	136
Figure 175 : Photographie MEB (électrons absorbés) de la microstructure du Tuffeau de Saumur et diagramme de Porométrie au Mercure.	136
Figure 176 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Sa (CHA)	137
Figure 177 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Sq (CHA)	138
Figure 178 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Ssk (CHA)	138
Figure 179 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Sku (CHA)	139
Figure 180 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du St (CHA)	139
Figure 181 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Sz (CHA)	139
Figure 182 : évolution de la conductivité thermique en fonction du Sa pour le tuffeau (TUF), le calcaire de Brétigny (BRE), le grès de Fontainebleau (GRE) et le calcaire du Ricou (RLI)	140
Figure 183 : Instrumentation de mesure	142
Figure 184 : Evolution de la conductivité thermique effective du tuffeau en fonction de son indice de saturation	142
Figure 185 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de l'indice de saturation pour les calcaires de Brétigny (BRE) et de Migné (CHA)	143
Figure 186 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de l'indice de saturation pour le calcaire du Ricou (RLI)	144
Figure 187 : Hypogée des Dunes, vue extérieure et intérieure	147
Figure 188 : battant intérieur de la porte, portant le nom "Mellebadis" en latin	147
Figure 189 : exemple de réemploi : marches d'accès aux motifs celtiques	148
Figure 190 : dégradation principale de la marche centrale. a) 2011, b) 2013	150
Figure 191 : taux de champignon dans l'air exprimé en unité formant colonie par m ³ d'air, d'après F. Bousta	150
Figure 192: schéma électrique des principaux dispositifs utilisés en tomographie électrique	151
figure 193 : exemple de pseudo-section de résistivité	152
figure 194 : Surface d'iso-résistivité, saison humide. $\rho=700 \Omega.m$	153
figure 195 : Surface d'iso-résistivité, saison sèche. $\rho=1000 \Omega.m$	153
Figure 196 : Montage des différents clichés en infrarouge : vue de l'arcosolium	155
Figure 197 : photographie de l'arcosolium, vue globale	156
figure 198 : Détail arcosolium, zones 1 et 2 (partie Est)	157
figure 199 : Détail arcosolium, zone 1	157
figure 200 : Détail arcosolium, zone 2	157
figure 201 : Photographie de l'arcosolium, partie Ouest	158
figure 202 : Zone 3 (1)	158
figure 203 : Zone 3 (2)	158
figure 204 : Bas de l'arcosolium, partie Ouest, photographie	159
figure 205 : Bas de l'arcosolium, partie Est, photographie	159

figure 206 : Bas de l'arcosolium, partie Ouest, vue infrarouge	159
figure 207 : Bas de l'arcosolium, partie Est, vue infrarouge	159
figure 208 : Mur oriental, photographie dans l'infrarouge	160
figure 209 : Mur oriental, photographie dans le visible	160
figure 210 : Panneau central	162
figure 211 : Station météorologique	163
figure 212 : Capteurs de la porte	163
Figure 213 : Exemple de relevé climatique (pluviométrie) par la station climatique	164
Figure 214 : Rosace des vents obtenue sur la totalité du suivi	164
Figure 215 : Suivi microclimatiques (Températures et Humidités Relatives) des capteurs extérieurs et de l'entrée)	166
Figure 216 : Représentation schématique des trois profils avec positionnement des capteurs T/HR	167
Figure 217 : Enregistrements microclimatiques du panneau central, semaine du 21/04/2011	168
Figure 218 : Enregistrement de l'humidité absolue, année 2011, axe vertical	169
Figure 219 : Enregistrements climatiques du panneau central, semaine du 21/05/2012	170
Figure 220 : Humidité absolue, année 2012, axe vertical	171
Figure 221 : Humidité absolue, année 2012, horizontal bas	171
Figure 222 : Humidité absolue, année 2012, horizontal haut	171
Figure 223 : enregistrements climatiques du panneau central, semaine du 07/03/2013	172
Figure 224 : Humidité absolue, 2013, axe vertical	173
Figure 225 : Humidité absolue, année 2013, horizontal bas	173
Figure 226 : Humidité absolue, année 2013, horizontal haut	173
Figure 227 : Evolution des températures T et des températures de points de rosée Td	175
Figure 228 : Exemple de fonction d'auto corrélation : capteur pH, semaine 1	177
Figure 229 : Exemple de fonctions d'auto corrélation : semaine 1, porte et extérieur	178
Figure 230 : Exemple de corrélogramme croisé	179
Figure 231 : Exemples de corrélogramme croisé	180
Figure 232 : Evolution des indices de corrélation hebdomadaire pour la température extérieure	181
Figure 233 : Exemples d'évolutions hebdomadaires pour trois semaines de mesure de Températures extérieures, et valeur d'intégrale associée.	182
Figure 234 : Evolution du $k_{0,2}$, corrélation simple, sas et extérieur.	182
Figure 235 : Evolution du $k(r_{max})$, sas et extérieur	183
Figure 236 : Evolution du r_{max} , sas et extérieur	183
Figure 237 : Evolution du $k(r_{max})$ mensuel, sas et extérieur	183
Figure 238 : Evolution des températures et humidités relatives du panneau central	184
Figure 239 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$, axe vertical, Températures	185
Figure 240 : Valeurs hebdomadaires des r_{max} , axe vertical	185

Figure 241 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$, axe horizontal bas, Températures	186
Figure 242 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$ et r_{max} , axe horizontal haut, Températures	186
Figure 243 : Sens de convection, établi à partir des corrélations de températures (Eté)	186
Figure 244 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$, axe vertical, Humidités Relatives	187
Figure 245 : Valeurs hebdomadaires des r_{max} , axe vertical, humidités relatives	187
Figure 246 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$ et r_{max} , axe horizontal bas, humidités relatives	188
Figure 247 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$ et r_{max} , axe horizontal haut, humidités relatives	188
Figure 248 : Flux d'humidité, avant travaux	188
Figure 249 : Flux d'humidité, après travaux	188
Figure 250 : Modélisation des champs de vitesse au sein de l'hypogée, Text = 0°C	189
Figure 251 : Modélisation des champs de vitesse au sein de l'hypogée, Text = 20°C	189
Figure 252 : Vitesse hydrodynamique moyenne en fonction de la température extérieure pour trois résistances thermiques différentes du toit	190
Figure 253 : Disposition des années 2011, 2012 et 2013 par rapport aux normales saisonnières	191
Figure 254 : Flux d'humidité, avant travaux (a) et après travaux (b)	191
Figure 255 : Détail de la voute de la crypte	192
Figure 256 : Corrélogrammes croisés Text_Téglise pour les différentes périodes d'acquisition	194
Figure 257 : Evolutions thermo-hygrométriques de deux périodes bimensuelles	195
Figure 258 : Relation pluviométrie/piézométrie, automne 2012	196
Figure 259 : Relation pluviométrie/piézométrie, hiver 2013	196
Figure 260 : Niveaux de la Gartempe à Montmorillon (bleu) et à Vicq-sur-Gartempe (rouge), et niveau piézométrique sous l'abbatiale (vert)	196
Figure 261 : Crues de la Gartempe et Humidité relative de la crypte	197
Figure 262 : Evolution des humidités relative et absolue de la crypte et de la pluviométrie pour les périodes du 28/10/2012 au 17/12/2012 et du 26/01/2013 au 27/03/2013.	198
Figure 263 : Courbes obtenues par l'instrumentation Atal® (de la période a à g)	200
Figure 264 : Corrélogrammes croisés des 7 périodes étudiées	201
Figure 265: Instrumentation de la fissure	202
Figure 266 : Courbes obtenues avec l'instrumentation Ahlborn® (périodes a) à d)).	203
Figure 267 : Corrélogrammes croisés des 4 périodes analysées	203

Table des tableaux

Tableau 1 : récapitulatif des différentes bornes utilisées pour la porosité	7
Tableau 2 : Valeurs du nombre de Rayleigh pour différentes tailles de pore	16
Tableau 3 : Récapitulatif des principaux paramètres calculés pour quantifier la rugosité	21
Tableau 4 : Récapitulatif des polluants atmosphériques et dommages des matériaux de conservation (Lorusso, et al., 1995)	45
Tableau 5: Classement des roches carbonatées d'après Folk	53
Tableau 6 : Densité réelle des grains mesurée par pycnométrie, norme EN-1936	74
Tableau 7 : porosité accessible à l'eau (%), conditions naturelles	75
Tableau 8 : Récapitulatif des porosités accessibles sous vide et porosité totale calculée pour les différentes roches (norme EN-1936)	76
Tableau 9 : Récapitulatif des mesures de porométrie au mercure sur les 10 roches	78
Tableau 10 : Récapitulatif des différentes méthodes de mesure par front d'onde	81
Tableau 11 : Tableau récapitulatif des résolutions et échelle d'acquisition	82
Tableau 12 : Récapitulatif des dimensions et résolutions des plages de mesure	83
Tableau 13 : Récapitulatif des inconvénients et avantages des solutions techniques adoptées.	83
Tableau 14 : Récapitulatif des valeurs de rugosités (S_a et S_q) obtenues sur les plages de 5 mm ² (Echantillon BRE)	85
Tableau 15 : Récapitulatif des conditions d'acquisition et de filtrage utilisées pour les 5 types de roches BRE, GRE, TUF, RLI et CHA	86
Tableau 16 : Gammes de diamètres (d-D), diamètre moyen, densité moyenne et porosité des assemblages de billes M, S et SL	95
Tableau 17 : Conductivités thermiques (λ) de l'air, de l'acétone et de l'eau	99
Tableau 18 : Evolution du λ_1 et du λ_2 pour différents états de saturation des assemblages de billes de verre	100
Tableau 19 : récapitulatif des 14 formulations initiales et des 9 formulations choisies pour les essais complets de 2012	108
Tableau 20 : Récapitulatif des caractéristiques visées (Construire en Chanvre, 2007)	109
Tableau 21 : Evolution et comparatif des densités des 2 séries de béton de chaux 2011 et 2012	111
Tableau 22 : Evolution de la conductivité thermique du plexiglas pour divers chargements.	118
Tableau 23 : Evolution de la conductivité apparente en fonction de la masse volumique à conductivité et capacité thermiques constantes.	121
Tableau 24 : Evolution de la conductivité apparente en fonction de la capacité thermique du matériau	122

Tableau 25 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la conductivité thermique du matériau	123
Tableau 26 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la conductivité thermique de l'isolant	124
Tableau 27 : Vérification de l'équation de détermination de la conductivité apparente.	125
Tableau 28 : Rayons des résistances de contact modélisées	127
Tableau 29 : Relation entre l'indice de saturation et la conductivité thermique effective du tuffeau de Saumur (TUF)	142
Tableau 30 : Relation entre l'indice de saturation et la conductivité thermique effective du calcaire de Migné (CHA)	143
Tableau 31 : Relation entre l'indice de saturation et la conductivité thermique effective du calcaire de Brétigny (BRE)	143
Tableau 32 : Avantages des différents dispositifs géo-électriques (d'après (Loke, 2011)).	151
Tableau 33 : Périodes d'acquisition des différentes instrumentations (en bleu)	162
Tableau 34 : Récapitulatif des couples (r_{max} , $k(r_{max})$) pour les différents capteurs et les différentes périodes	192
Tableau 35: Liste des périodes de mesure au voisinage de la fissure, première instrumentation	198
Tableau 36: Liste des périodes de mesure au voisinage de la fissure, seconde instrumentation	201

Sommaire

RESUME - ABSTRACT	I
AVANT-PROPOS	III
NOMENCLATURE	V
TABLE DES ILLUSTRATIONS	V
TABLE DES TABLEAUX	XV
SOMMAIRE	XVII
INTRODUCTION	1
PARTIE 1 : INTRODUCTION BIBLIOGRAPHIQUE : THEORIE DES MATERIAUX INORGANIQUES POREUX	5
1 CARACTERISATION DES MILIEUX POREUX.....	5
1.1 <i>Les différentes porosités</i>	5
1.1.1 Définition d'un milieu poreux.....	5
1.1.2 Définition de la porosité.....	6
1.1.3 Porosités connectée, fermée, accessible et piégée.....	8
1.2 <i>Morphologie Porale</i>	9
1.2.1 Théorie du réseau capillaire	9
1.2.2 Distribution de taille des pores.....	11
1.2.3 Tortuosité	12
1.3 <i>Théorie des milieux effectifs et volume élémentaire représentatif</i>	12
2 COMPORTEMENT THERMIQUE DES MILIEUX POLYPHASES	13
2.1 <i>Les grandeurs thermiques</i>	14
2.1.1 Capacité thermique	14
2.1.2 Conductivité thermique.....	14
2.1.3 Notions de diffusivité et d'effusivité.....	14
2.2 <i>Théorie des flux thermiques</i>	15
2.2.1 Les modes de transferts concernés	15
2.2.2 Dans un milieu monophasé	16
2.2.3 Dans un milieu polyphasé.....	17
2.3 <i>Matériaux à changement de phase</i>	18
2.4 <i>Théorie de la surface</i>	19
2.4.1 Evolution de la porosité en surface	19
2.4.2 Notion de rugosité.....	20
3 COMPORTEMENT HYDRIQUE DES MILIEUX POLYPHASES.....	22
3.1 <i>Les équilibres thermodynamiques liquide-vapeur</i>	22
3.1.1 Pression partielle de la vapeur et humidité relative.....	22
3.1.2 Influence de la température et humidité absolue.....	23
3.1.3 Diagramme de l'air humide	25
3.2 <i>Comportement du milieu poreux avec l'eau sous phase liquide</i>	26
3.2.1 Les tensions interfaciales.....	26
3.2.2 La pression capillaire	27

3.2.3	Vitesse de déplacement capillaire	31
3.3	<i>Comportement du milieu poreux avec l'eau sous phase vapeur</i>	32
3.3.1	La condensation capillaire	32
3.3.2	Surface spécifique et adsorption	33
3.3.3	Limite de comportement	34
3.4	<i>La théorie du séchage</i>	35
3.4.1	Conditions de séchage	35
3.4.2	Diffusion en milieu poreux	36
3.4.3	Cinétiques de Séchage	37
4	L'ALTERATION DES MATERIAUX INORGANIQUES POREUX	39
4.1	<i>L'altération d'origine chimique</i>	39
4.1.1	Mise en solution et hydratation	39
4.1.2	Cas particuliers des bétons	40
4.1.3	Cas particuliers des briques	40
4.2	<i>L'altération d'origine physique</i>	41
4.2.1	La thermoclastie	41
4.2.2	La dilatation hydrique et cryoclastie	42
4.2.3	L'usure par charges mécaniques	42
4.3	<i>L'altération d'origine biologique</i>	43
4.3.1	Action mécanique	43
4.3.2	Action chimique	43
4.3.3	Cas particulier des basidiomycètes	44
4.4	<i>Altération par d'autres facteurs</i>	44
4.4.1	Pression de cristallisation des sels	44
4.4.2	Compatibilité des matériaux	44
4.4.3	Pollution environnementale et changement climatique	45
	CONCLUSION PARTIELLE	46
	PARTIE 2 : CARACTERISATION DES MATERIAUX INORGANIQUES POREUX	47
5	CONTEXTE GEOLOGIQUE	47
5.1	<i>Contexte régional du seuil du Poitou</i>	47
5.2	<i>Contexte de la vallée de Saumur</i>	48
6	CARACTERISATION DE LA PHASE SOLIDE	49
6.1	<i>Matériel et Méthodes</i>	50
6.1.1	Observations en microscopie optique	50
6.1.2	Observations en microscopie électronique à balayage	50
6.1.3	Diffractionométrie par rayons X	51
6.1.4	Classifications des roches sédimentaires	52
6.2	<i>Résultats</i>	54
6.2.1	Pierre de Bonnillet (BON)	54
6.2.2	Pierre de Brétigny (BRE)	56
6.2.3	Pierre de Breuil (BRL)	58
6.2.4	Pierre de Migné-Les-Ourdines (CHA)	60
6.2.5	Pierre de Lavoux (LAV)	62
6.2.6	Pierres du Ricou (RLI, RLH et RSA)	64
6.2.7	Grès de Fontainebleau (GRE)	70
6.2.8	Tuffeau de Saumur (TUF)	72
6.3	<i>Densité « réelle » de la phase solide</i>	74
7	CARACTERISATION PORO-DENSIMETRIQUE	75
7.1	<i>Imbibition à 48 heures</i>	75
7.2	<i>Mesure de porosité accessible à l'eau</i>	75
7.3	<i>Porométrie au Mercure</i>	76
7.3.1	Descriptif	76

7.3.2	Résultats	77
7.4	<i>Interprétations et conclusions</i>	78
8	CARACTERISATION DE LA RUGOSITE DE SURFACE.....	80
8.1	<i>Principe de la mesure de rugosité</i>	80
	Appareillage utilisé sur nos échantillons	82
8.2	<i>Détermination d'un protocole expérimental</i>	83
8.2.1	Choix techniques	83
8.2.2	Détermination de la Surface Élémentaire Représentative (SER)	84
8.2.3	Définition du protocole de mesure	85
8.3	<i>Résultats des mesures</i>	87
	CONCLUSION PARTIELLE	89
PARTIE 3 : DEVELOPPEMENT D'UN NOUVEAU CAPTEUR DE TENEUR EN EAU POUR LES MATERIAUX		
INORGANIQUES POREUX..... 91		
9	LA METHODE DU FIL CHAUD NOYE	91
9.1	<i>Théorie de la méthode</i>	91
9.1.1	Approche mathématique	92
9.1.2	Mesure de la variation de température par mesure de tension	93
9.2	<i>Transfert de technologie : des fluides vers les solides</i>	94
9.2.1	Matériel et méthodes.....	94
9.2.2	Résultats	98
9.3	<i>Application de la méthode du fil chaud inséré dans le matériau à grande échelle :</i>	
	<i>Caractérisation de bétons de chanvre</i>	105
9.3.1	Constituants et formulation des bétons chaux-chanvre.....	106
9.3.2	Résultats	108
9.3.3	Interprétation - Conclusion	113
10	LA METHODE DU FIL CHAUD PAR SURFACE	115
10.1	<i>Modification du système</i>	115
10.1.1	Evolution théorique	115
10.1.2	Mise au point du protocole expérimentale : force d'appui	116
10.1.3	Validation sur matériaux connus	118
10.2	<i>Modélisation des mesures par la méthode fil chaud de surface</i>	120
10.2.1	Introduction.....	120
10.2.2	Influence des paramètres thermiques.....	120
10.2.3	Influence de la résistance de contact	125
10.2.4	Erreur due à la lecture	129
11	APPLICATION A LA MESURE SUR GEOMATERIAUX ET MAÇONNERIES.....	130
11.1	<i>Développement d'un programme d'acquisition</i>	130
11.1.1	Paramétrage	130
11.1.2	Mesure.....	131
11.1.3	Traitement	132
11.2	<i>Influence de la rugosité de la surface sur la mesure</i>	134
11.2.1	Matériaux étudiés.....	134
11.2.2	Choix du paramètre de rugosité	136
11.2.3	Résultats : évolution de la conductivité thermique en fonction de la rugosité	139
11.3	<i>Application à la mesure de teneur en eau des matériaux poreux</i>	140
11.3.1	Protocole expérimental	140
11.3.2	Résultats	141
	INTERPRETATION - CONCLUSION	144
PARTIE 4 : ETUDES MICROCLIMATIQUES DE MONUMENTS HISTORIQUES 145		
12	HYPOGEE DE MELLEBAUDE, POITIERS.....	145

12.1	<i>Contexte historique</i>	145
12.1.1	L'origine de l'hypogée	145
12.1.2	La création du Parc à fourrage : découverte du site et protection	147
12.1.3	Le XXe siècle : une renaissance du site	147
12.1.4	Etudes et conclusions du XXIe siècle	147
12.2	<i>Compréhension du site et de son évolution</i>	148
12.2.1	Evolution du site entre 2011 et 2013	148
12.2.2	Géophysique des abords	150
12.2.3	Observations de zones sensibles par thermographie infrarouge	153
12.3	<i>Mesures microclimatiques</i>	160
12.3.1	Instrumentation	160
12.3.2	Résultats	163
12.3.3	Interprétation des résultats	173
13	APPLICATION DE L'ANALYSE CORRELATOIRE AU SUIVI METEOROLOGIQUE DE L'HYPOGEE	175
13.1	<i>Méthodologie</i>	175
13.1.1	Analyse corrélatoire simple : fonction d'Auto covariance	175
13.1.2	Analyse corrélatoire croisée : fonction d'inter-covariance	177
13.2	<i>Efficacité du Sas</i>	181
13.2.1	Etude et modélisation des transferts d'humidité suivant un plan vertical	182
13.3	<i>Conclusion-interprétation de l'étude de l'Hypogée</i>	189
14	CRYPTE DE L'ABBATIALE, SAINT-SAVIN-SUR-GARTEMPE	191
14.1	<i>Etude Microclimatique extérieur/intérieur</i>	192
14.1.1	Première instrumentation	192
14.1.2	Comparaison première instrumentation - instrumentation définitive	193
14.1.3	Influence de l'extérieur sur l'intérieur : nouvelle instrumentation	194
14.2	<i>Zone fissurée</i>	198
14.2.1	Première instrumentation	198
14.2.2	Seconde instrumentation	201
14.3	<i>Conclusion de l'étude de la crypte de Saint-Savin</i>	203
	CONCLUSION	205
	BIBLIOGRAPHIE	209
	ANNEXES	217

Introduction

Dans notre société actuelle où l'information abonde, les repères s'estompent et se perdent. Pourtant, certains ont traversé les siècles, comme immuables, témoins d'une culture précise ou, plus souvent, d'une rencontre culturelle entre deux civilisations, ou encore entre deux époques. Parmi ces témoins, les plus remarquables sont certainement les monuments historiques. Ils furent bâtis pour répondre à une nécessité, qu'elle soit publique ou privée, et par conséquent ils sont la mémoire de ces nécessités associées au savoir-faire de l'époque. Ils sont également les œuvres des nombreux artisans qui y laissèrent leurs empreintes. Ils sont encore un support pour l'ensemble des artistes qui peuvent s'y exprimer : peinture, sculpture, écriture, musique, théâtre, mais aussi désormais arts graphiques, pyrotechniques et autres illuminations polychromiques depuis l'apparition des spectacles de son et lumière sur les façades. Ainsi, les monuments historiques occupent aujourd'hui une place très importante dans la vie culturelle et touristique des collectivités.

Malheureusement, une construction n'est jamais immortelle, aussi solide qu'elle soit. En témoignent les Sept Merveilles du Monde, décrites par Philon de Byzance : sur les sept, une seule persiste encore, Les pyramides de Gizeh, , grâce à leur éloignement des villes, leur structure particulièrement stable, mais surtout grâce à un environnement désertique. Si nous désirons transmettre aux générations futures ce patrimoine hérité de nos aïeux, il est important de le conserver et, si besoin, de le restaurer. Cela passe par une connaissance précise des matériaux, mais aussi par une connaissance des mécanismes et des origines des altérations, l'objectif étant de les limiter afin de pérenniser l'ouvrage en minimisant les interventions, et par conséquent les erreurs éventuelles d'interprétation et les coûts.

L'eau est le principal vecteur d'altération des maçonneries des monuments historiques, que ce soit par altération physique (cryoclastie, usure mécanique), chimique (mise en solution, hydratation, hydrolyse), ou biologique (installation de végétation, microorganismes, production d'acide). En conséquence, comprendre les transferts d'eau dans les maçonneries permet de proposer des solutions pour freiner l'altération et prolonger ainsi l'espérance de vie de nos monuments. La

Conservation Régionale des Monuments Historiques de la Direction Régionale des Affaires Cultures de Poitou-Charentes a donc financé cette thèse avec la volonté d'améliorer les connaissances dans ce domaine : d'une part, de développer un capteur d'humidité adapté à la mesure des matériaux des monuments historiques, et d'autre part de comprendre les transferts hydriques de deux monuments de la Région.

Afin de déterminer les flux hydriques, il est nécessaire de mesurer l'humidité du milieu en différents emplacements, et d'effectuer un suivi temporel. L'hygrométrie, c'est-à-dire la mesure de l'humidité sous forme gazeuse, fait l'objet d'études depuis plusieurs siècles. Depuis l'essor des sondes électroniques, les hygromètres à capteur capacitif se sont imposés comme sondes de référence. Si la teneur en eau de l'atmosphère est désormais mesurable de manière très satisfaisante, il n'en est pas de même pour la teneur en eau d'un matériau poreux, inorganique ou non. Un matériau poreux peut présenter de l'eau sous forme gazeuse et/ou liquide. Il devient alors impossible avec les méthodes hygrométriques de quantifier l'eau liquide traversant le matériau. Si la résonance magnétique nucléaire propose des résultats encourageants, les mesures effectuées sont peu précises et très coûteuses. La méthode la plus efficace est la double pesée hydrostatique, mais elle nécessite un prélèvement destructif du matériau, ce qui est souvent inenvisageable et ce qui ne permet pas un suivi *in situ* dans le temps. La méthode capacitive est elle aussi testée, mais elle nécessite souvent un usinage des échantillons et limite également l'utilisation *in-situ*. Nous proposons ici d'utiliser les propriétés thermiques de l'eau pour la quantifier grâce à la méthode du fil chaud. Cependant, les transferts thermiques et hydriques dans les matériaux sont gouvernés par leur microstructure et leur minéralogie. De manière à avoir un panel varié d'échantillons tests, neuf calcaires régionaux et un grès ont été caractérisés, de manière à sélectionner cinq matériaux tests.

De par sa nature, le bâti historique et ancien est généralement incompatible avec des instrumentations invasives et les matériaux ne peuvent être prélevés en quantité suffisante, par exemple pour la réalisation d'essais de conductivité thermique de référence telle que la plaque chaude gardée. L'objectif de ce travail est donc d'appliquer une méthode de mesure de conductivité thermique à la surface des matériaux et d'en étudier la faisabilité sur différentes surfaces de pierres de taille. La méthode de mesure par fil chaud a été largement développée depuis les années 1930. Les méthodes de mesures ont particulièrement été améliorées pour des phases pures (gazeuses, liquides et solides), des matériaux granulaires et enfin dans les sols, en particulier depuis les années 1970 grâce à l'utilisation de multicapteurs et de modélisations par éléments finis. Si pour des phases pures, qu'elles soient fluides ou solides, le terme conductivité thermique est usuellement employé, pour des matériaux polyphasés, granulaires ou pour des matériaux poreux comme c'est notre cas, le terme conductivité thermique effective est plus approprié. De manière à effectuer la transition fluides-solides, nous avons appliqué progressivement cette méthode dans des liquides, puis des milieux granulaires, puis dans des géomatériaux (éco-matériaux). Dans l'objectif d'appliquer cette technique aux édifices anciens, les mesures de conductivité thermique sont finalement effectuées directement à partir de la surface du matériau, et sont validées sur des matériaux de références, des matériaux régionaux et par modélisation. Enfin, une relation conductivité thermique/teneur en eau du matériau est étudiée dans ce travail.

Celui-ci est complété par le développement de l'analyse corrélatoire appliquée au traitement des paramètres du microclimat dans les monuments historiques. Ces études microclimatiques sont de

plus en plus nombreuses avec des suivis sur le long terme pour comprendre et modéliser les évolutions des bâtis à travers les saisons. Cependant, l'analyse des données enregistrées est presque toujours réalisée par observation directe des courbes, et par comparaison de divers segments. Bien qu'offrant des résultats intéressants, cette méthode est soumise à une vision subjective des données, et ne comprend pas l'intégralité du suivi. Les études présentées ici ont bénéficié d'analyses statistiques, issues de méthodes couramment utilisées en traitement des signaux électroniques. Nous avons travaillé à les adapter au mieux au traitement des enregistrements microclimatiques. Ces analyses ont pour finalité l'obtention de résultats objectifs, quantitatifs, permettant une prise en compte de toutes les valeurs enregistrées, et ce, afin de répondre de manière optimale aux problématiques posées.

Le premier de ces monuments historiques est l'Hypogée des Dunes, à Poitiers. Cette chapelle funéraire du VII^{ème} siècle présente de nombreuses réutilisations de pierres ouvragées plus anciennes, du Haut-Moyen-âge à l'époque Gallo-Romaine. Elle fut redécouverte à la fin du XIX^{ème} siècle, et classée au titre des Monuments Historiques. Présentant quelques peintures murales, l'Hypogée des Dunes est surtout reconnu internationalement par l'une des toutes premières représentations de Jésus en croix (sculpture déposée), et comme témoin de la christianisation des cimetières gallo-romains. Ayant subi de fortes dégradations depuis sa sortie de terre il y a un siècle, l'Hypogée est aujourd'hui fermé au public par mesure conservatoire. Des travaux ont été effectués, notamment en 2011, en vue de sa réouverture. L'étude porte sur l'influence de ces travaux sur les conditions climatiques.

Le second monument historique est l'Abbatiale de Saint-Savin-sur-Gartempe, classée au patrimoine de l'Unesco en 1983. Surnommée la Sixtine Romane par André Malraux, elle présente une nef richement peinte par des scènes de l'ancien testament. La crypte où se porte l'étude est elle aussi décorée de fresques, racontant l'histoire de Saint-Savin et de Saint-Cyprien. Egalement fermée au public, elle présente une humidité très forte, ainsi qu'un voile blanc recouvrant les peintures. L'étude porte sur l'origine de ces deux problèmes.

Partie 1 : Introduction Bibliographique : Théorie des matériaux inorganiques poreux

Par définition, un milieu poreux est un milieu hétérogène, où se rencontrent plusieurs phases : un ou plusieurs solides et un ou plusieurs fluides (liquides ou gaz). En conséquence, le comportement physique de ce type de matériau est bien plus complexe qu'un milieu monophasé. L'étude et les méthodes de caractérisation de la porosité et de sa répartition spatiale sont aujourd'hui encore en cours de développement, et font l'objet de nombreuses recherches. Nous traiterons dans cette introduction de l'état de l'art concernant l'organisation microstructurale des matériaux inorganiques poreux et de son influence sur les transferts thermiques, puis hydriques. Nous rappellerons également les principaux mécanismes impliqués dans l'altération des matériaux.

1 Caractérisation des milieux poreux

Un matériau poreux se définit par la taille, arrangement et nature de ses grains, d'une part, et par sa porosité, complémentaire à la « phase » solide, d'autre part. La problématique de ce travail est essentiellement orientée sur la conservation du patrimoine et, de fait, sur les propriétés de transferts dans les matériaux utilisés dans le bâti ancien. De ce point de vue, les grains constituant les matériaux doivent être caractérisés par des paramètres pétrophysiques (densité, forme, granulométrie, conductivité thermique) et cristallographiques (minéralogie, composition chimique). De manière complémentaire, la porosité doit être caractérisée par la taille et distribution des pores : on parle de morphologie porale. D'autre part, le changement d'échelle microstructure – propriétés macroscopiques nécessite la définition d'un volume élémentaire représentatif qui permet de considérer un milieu hétérogène comme un milieu homogène.

1.1 Les différentes porosités

1.1.1 Définition d'un milieu poreux

Un milieu poreux est un milieu constitué d'une matrice solide et de son complément géométrique : l'espace poral, pouvant être occupé par un ou plusieurs fluides. Par cette définition, un milieu poreux peut par conséquent être granulaire, lorsqu'il est constitué de particules solides indépendantes les unes des autres, ou consolidé, lorsque les particules solides sont solidaires les

unes aux autres. Cette aspect solidaire peut être causé, par un enchevêtrement mécanique des différentes particules solides, par des cristallisations inter granulaires, des forces inter granulaires, ou encore par des fluides interstitiels jouant le rôle deliant.

Dans ce mélange de phases solides et fluides, l'équilibre est complexe, qu'il soit considéré d'un point de vue mécanique, thermodynamique, chimique, thermique, ou électrique. Contrairement à la physique des ensembles homogènes, la physique des milieux poreux doit prendre en compte les interfaces omniprésentes entre solides et fluides. Ces dernières jouent un rôle capital dans les transferts, par les propriétés de capillarité, de filtration, ou encore d'osmose. C'est pourquoi l'étude des milieux poreux est aujourd'hui une branche nouvelle de la physique, visant à examiner l'influence spécifique du mélange d'une phase solide et d'une ou plusieurs phases fluides sur les phénomènes d'équilibre et de transfert, dont les premiers travaux datent de moins de cinquante ans, notamment pour répondre à des besoins d'extraction de produits pétroliers.

L'étude des matériaux poreux est d'autant plus importante qu'elle concerne la quasi-totalité des solides. Les sols, quasiment tous les matériaux rocheux et les géomatériaux sont poreux. La porosité est également une caractéristique des matières animales et végétales qui y joue un rôle vital, pour la circulation de la sève ou la transpiration par exemple. Dans le domaine de la construction, les terres crues, les briques de terre cuite, les pierres de taille, les mortiers, les enduits, les peintures murales, et même les bétons sont poreux. Cette porosité influe sur les comportements mécaniques, sur les transferts thermiques, d'humidité, de sels, ou encore sur le développement d'organismes microbiologiques tels que la mûre, *Serpula Lacrymans*, un champignon capable de traverser des murs afin d'attaquer des boiseries éloignées.

1.1.2 Définition de la porosité

La porosité, par définition, est l'ensemble du volume des vides sur le volume total du matériau. Mathématiquement et physiquement, cette définition revient à l'équation(1):

$$\varepsilon_{tot} = \frac{V_t - V_s}{V_t} \quad (1)$$

avec

ε_{tot} : porosité totale

V_s : Volume des solides (m^3)

V_t : volume total du matériau (m^3).

Cette définition très simple n'est pas suffisante pour caractériser la porosité. Une fissure dans un matériau est-elle considérée comme faisant partie intégrante de la porosité ? Le vide entre les atomes constitutifs l'est-il également ? Dès que la question se pose, il convient de reconnaître que la porosité est une question d'échelle, et qu'il convient de la borner. Dans la littérature, plusieurs échelles existent, et elles sont le plus souvent fixées en fonction de paramètres arbitraires, choisis en fonction de la résolution de l'étude et du matériau étudié. De fait, les porosités associées à différentes tailles de pores sont couramment classées en micro porosité, méso porosité et macro porosité (tableau 1).

Auteur (année)	Diamètre de pore (μm)						
(Lassin & Azaroual, 2001)			Micro	0,002	Méso	0,05	Macro
(Daïan, 2010)			Micro	0,003	Méso	0,1	Macro
Goni et al. (1968) in (Bousquié, 1979)	Infra	0,03	Micro		7,5		Macro
Pittman (1971) in (Bousquié, 1979)			Micro		0,5		Macro
Choquette et Pray (1970) in (Beck, 2006)			Micro		0,62		Macro
Bousquié (1979) in (Beck, 2006)	Infra	0.01	Micro		1-5		Macro
Chrétien (1986) in (Beck, 2006)			Micro		30		Macro
Rémy (1993) in (Beck, 2006)	Infra	1	Micro				
Verrecchia (1992) in (Beck, 2006)	Infra	1	Micro		50		Macro
Loisy (1997) in (Beck, 2006)	Infra	0,1	Micro		30		Macro
(Cardell, et al., 2003)			Micro	0,1	Méso	2500	Macro
(Beck, 2006)	Infra	0,01	Micro	1	Méso	100	Macro

tableau 1 : récapitulatif des différentes bornes utilisées entre Infra, micro, méso et macroporosité.

Lassin et Azaroual (Lassin & Azaroual, 2001), ainsi que Daïan (Daïan, 2010), travaillant essentiellement sur des sols argileux, distinguent des porosités de dimensions beaucoup plus faibles. Cette différence est due en partie au vocabulaire employé (microporosité en lieu et place de l'infra-porosité), mais aussi par un choix différent des propriétés physiques prises en compte (forces de liaison de l'eau, type d'écoulement). Pour la limite inférieure (microporosité), il convient désormais de considérer l'ordre de grandeur de $0.005 \mu\text{m}$ à $0.01 \mu\text{m}$, où l'eau est dans un état structuré ("ice-like") dû aux forces de Van Der Waals: les molécules de fluides sont liées entre elles sous une forme pseudo-cristalline, et reliées à la surface des solides par les forces intermoléculaires. On parle alors d'adsorption. Les notions de transfert, de pression, ou encore de viscosité y sont problématiques. Pour tout pore inférieur à $0,01 \mu\text{m}$, nous parlerons alors d'infra-porosité.

La limite supérieure de la porosité varie davantage en fonction des auteurs. Certains fixent cette limite suivant des critères thermodynamiques : pour des pores inférieurs à $0,1 \mu\text{m}$, il n'y a pas d'équilibre vapeur-liquide: la vapeur se "liquéfie" à cause des seuls phénomènes d'adsorption. Pour des pores supérieurs à $0,1 \mu\text{m}$, la présence de liquide induit une pression de vapeur saturante à proximité du liquide, et les lois d'équilibre hydrique interviennent. C'est également cette limite de taille de pores qui différencie les matériaux hygroscopiques, qui sont capables de fixer de l'eau liquide sans saturation de l'air ambiant, des matériaux non-hygroscopiques, qui restent quasiment secs tant qu'ils ne sont pas mis en présence d'eau liquide. D'autres auteurs (Cardell, et al., 2003) préfèrent considérer la limite haute de la porosité lorsque les forces de capillarité s'amenuisent vers un diamètre de $2500 \mu\text{m}$. Dans ce cas, les transferts sont majoritairement causés par les forces de gravité. Cette approche nous paraît la plus judicieuse pour nos problématiques car elle couvre l'ensemble des porosités rencontrées dans les matériaux calcaires. Cette plage de porosité $0,01 \mu\text{m}$ - $2500 \mu\text{m}$ peut également être subdivisée en considérant la limite d'application des approximations de Rayleigh (Rayleigh, 1892) relative au rayon de courbure du ménisque (Mertz, 1991): l'écart de

sphéricité est négligeable pour les pores de rayon inférieur à 100 μm . Une subdivision arbitraire peut être rajoutée pour faciliter la description, en suivant l'exemple de Beck (Figure 1; Beck, 2006).

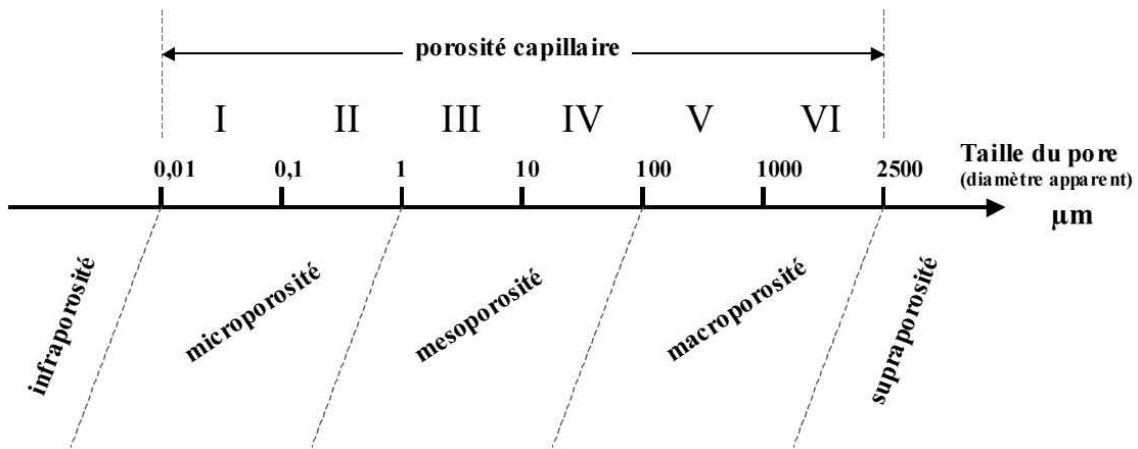


Figure 1 : Classification de la porosité à partir de la taille des pores (Beck, 2006)

1.1.3 Porosités connectée, fermée, accessible et piégée

Dans les matériaux naturels, l'essentiel des espaces du réseau poreux est connecté, permettant ainsi les transferts de fluides. La réseau poral des assemblages granulaires est un exemple de porosité entièrement connectée. Dans les matériaux consolidés, tels les roches, les bétons ou les mortiers, une partie de la porosité peut être déconnectée du réseau : elle est alors dite fermée, par opposition à celle dite connectée ou accessible. Le cas limite de porosité entièrement fermée se retrouve par exemple dans les mousses expansées. Il est important de remarquer que la porosité fermée ne l'est pas forcément pour tous les fluides. Si le pore d'accès permet le passage d'un atome d'hélium, par exemple, elle ne permettra pas forcément le passage d'une molécule d'eau ou d'un atome de mercure, plus volumineux.

Dans le cas d'un couple de fluides non miscibles comme le sont l'eau et l'air sur le court terme, la différence de comportement de ces fluides en mouvement peut être à l'origine du piégeage de bulles d'air dans le réseau, c'est-à-dire d'espaces qui ne seront pas remplis par le fluide mouillant (l'eau) (Bousquié, 1979 ; Pavone, 1982 ; Mertz, 1991). Cette saturation seulement partielle de certains pores faisant néanmoins partie du réseau connecté, a été modélisée (Bousquié, 1979) et résulte de la combinaison de deux processus distincts (figure 2). Elle caractérise la porosité piégée, fraction qui dépend des caractéristiques géométriques et de la succession tridimensionnelle des pores et de leurs accès ainsi que des propriétés de mouillabilité, viscosité et d'énergie superficielle, des fluides en présence. Cette porosité, qui reste remplie par le fluide le moins mouillant (air), ne doit pas être confondue avec la porosité fermée ou occlue, qui ne participe pas aux transferts de fluides (Figure 2).

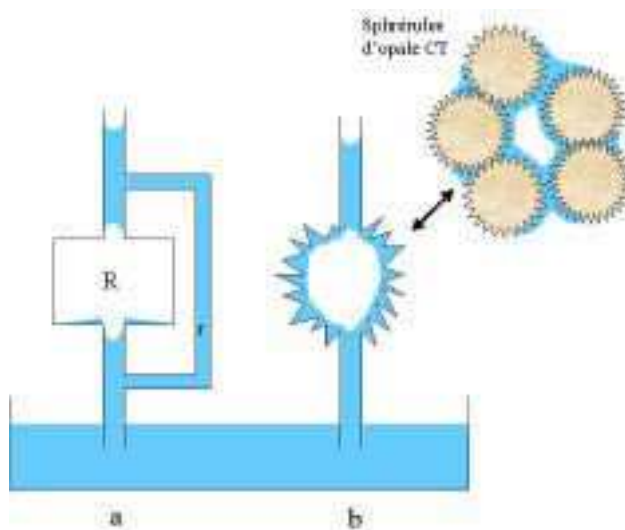


Figure 2 : Exemples de fermeture de la porosité par l'eau : par dérivation (a) et par microrugosité (b) (Bousquié, 1979)

La différence entre la porosité totale et la porosité accessible peut être très importante, et atteindre un rapport 1 pour 2, comme le mesure Colas sur six grès différents (Colas, 2011). Cette différence entre la porosité totale et porosité accessible est à prendre en compte lors de l'évaluation de l'influence de la porosité sur les transferts, qu'ils soient d'ordre thermique (porosité totale) ou hydrique (porosité accessible).

1.2 Morphologie Porale

1.2.1 Théorie du réseau capillaire

Un matériau poreux, surtout s'il est un matériau naturel, est un agencement complexe de solides et de fluides en trois dimensions. L'utilisation de moyens d'observation habituels (microscopie sur lames minces ou surfaces polies) a abouti à des représentations de la porosité et de la phase solide en deux dimensions qui minimisent la complexité des agencements. En effet, toute représentation en deux dimensions est par nature biaisée et ne rend compte qu'imparfaitement des connexions qui existent entre les différentes phases. Il se fait alors le choix de représenter l'une des deux phases (fluide ou solide) d'une manière connexe « de manière à piéger la seconde » (Daïan, 2010) ; Figure 3). Le schéma ci-dessous évoque ainsi un milieu granulaire, où même les contacts entre grains n'ont pas été représentés pour éviter toute gêne à la compréhension de la connexité de l'espace poreux.

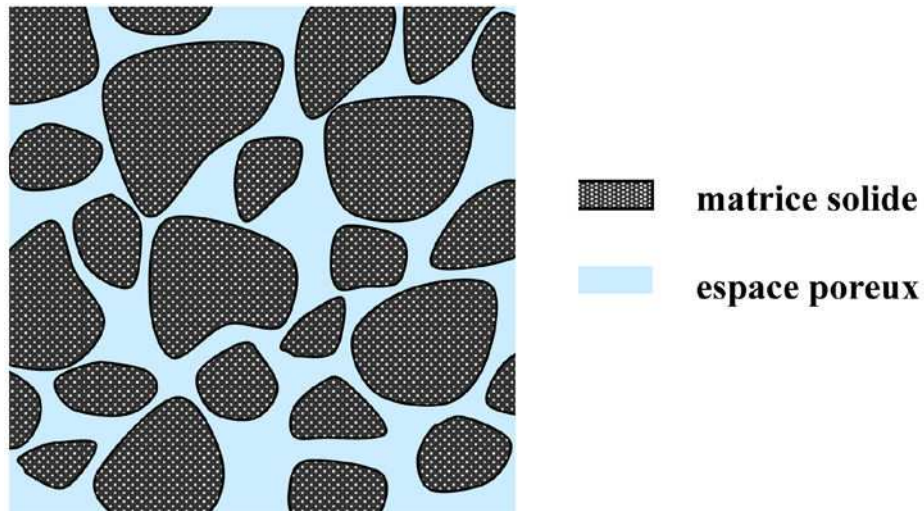


Figure 3 : Représentation d'un milieu poreux où la connexion a été privilégiée pour la porosité. (Daïan, 2010)

Dans la réalité tridimensionnelle, il en va autrement. La plupart du temps, la matrice solide et l'espace poreux sont tous deux connexes, ce qui entraîne une nuance importante pour les transferts. Les schémas sont alors créés pour une représentation symbolique permettant une compréhension facilitée, plutôt que par une coupe transversale de l'échantillon. Cette schématisation s'est simplifiée davantage pour représenter l'espace poreux sous forme de pores cylindriques reliés entre eux (Kozeny, 1927). C'est le moyen le plus simple pour représenter quantitativement l'espace poreux pour des calculs de transferts (Loi de Kozeny-Carman). Ces modèles sont ensuite complexifiés pour se rapprocher de la réalité (Figure 4) par ajustements successifs de la géométrie, soit par méthode inverse.

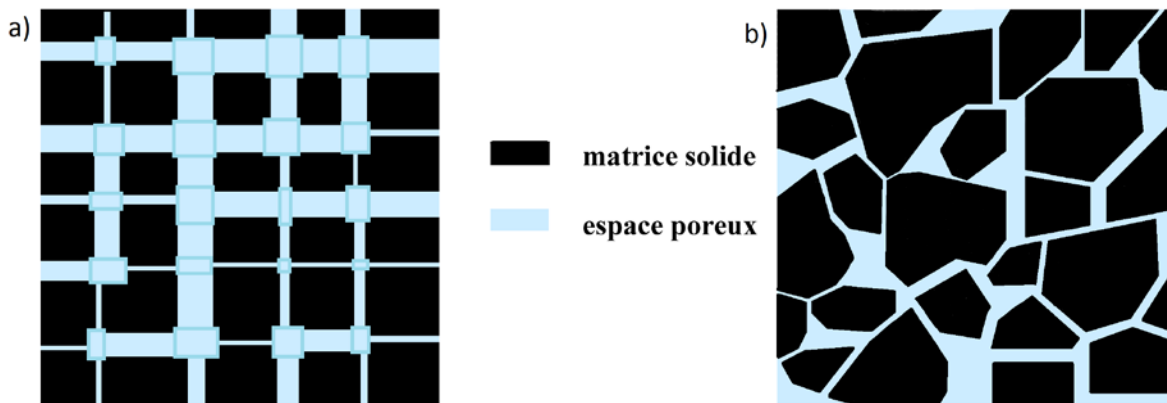


Figure 4 : Schématisations successives de l'espace poreux : a) schéma modélisé sur la base de capillaires. b) reconstruction de l'espace poral de la Figure 3

Les extrapolations de ces microstructures en trois dimensions sont restreintes à des milieux isotropes. Elles sont utilisées pour les calculs de perméabilité dans les milieux micro divisés [(Pantaloni, 1998), (Djéran-Maigre, et al., 1998), (Dudoignon, et al., 2004)]. Toutefois, c'est la méthode la plus simple et la plus claire pour représenter la porosité.

1.2.2 Distribution de taille des pores

Divers procédés d'investigation indirects (pycnométrie Hélium, porométrie au Mercure), fondés sur l'exploration de l'espace poreux par un fluide sous pression contrôlée, visent à caractériser la microstructure par la "distribution des tailles des pores", dont les premiers ont eu lieu il y a plus d'un siècle (Bell & Cameron, 1906). En réalité, ces procédés fondés sur la capillarité donnent accès au rayon de courbure des interfaces du fluide utilisé pour explorer l'espace poreux. Il est naturellement abusif d'assimiler ce rayon de courbure au rayon du pore exploré par le fluide, notion qui au demeurant, n'a pas de sens pour un pore de forme quelconque.

Cependant, par commodité, il est habituel de parler de distribution de taille de pore, ou encore distribution de rayon poral. Les dimensions porales jouant un rôle très important dans les transferts, notamment sur les cinétiques d'absorption et de désorption, il convient de déterminer la distribution porale, i. e. la répartition du volume des pores en fonction du rayon du pore, appelé rayon poral. L'injection d'un liquide dans un milieu poreux est régie par l'équation (2) (Washburn, 1921 et Purcell, 1949):

$$D = \frac{4\gamma}{P} \cos(\varphi) \quad (2)$$

Où :

D : diamètre d'ouverture du pore

P : pression appliquée au fluide (N.m^{-2})

γ : tension interfaciale (interaction liquide solide au contact) (N.m^{-1})

φ : angle entre la paroi de la goutte de liquide et la surface plane du solide.

Les propriétés de mouillabilité des couples liquide-solide (γ et ϕ) sont très diverses. Ainsi pour un matériau rocheux, une faible pression suffira pour que l'eau envahisse la plupart des pores, alors que le mercure nécessitera de très fortes pressions (jusqu'à 200 MPa) (Wardlaw & McKellar, 1981) (Wardlaw, et al., 1988). En faisant varier la pression d'injection d'un fluide non mouillant comme le mercure, il est alors possible d'estimer la distribution de taille de pore. En réalité, ce rayon poral n'est pas le rayon du "capillaire", ni le réel rayon de courbure des interfaces pour l'occupation de l'intégralité du capillaire, mais le rayon de l'accès à cette portion du capillaire, qui peut être plus petit que ce dernier (Figure 5).

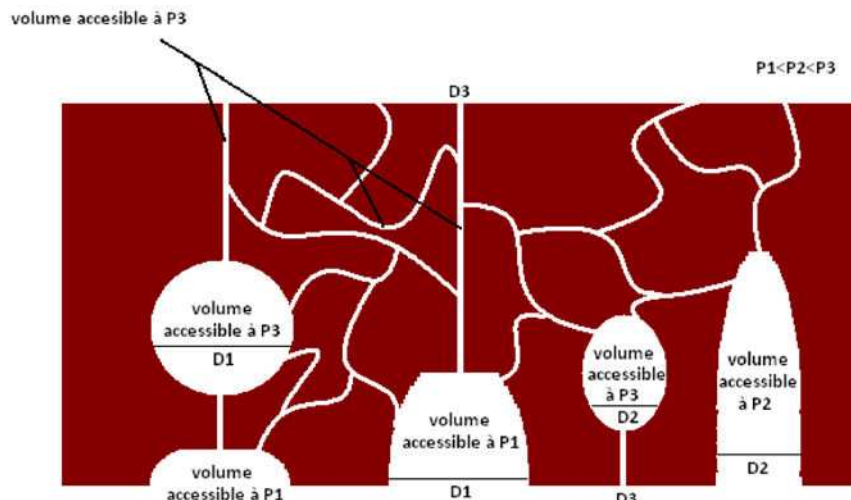


Figure 5 : Différence entre distribution de taille de pore et volume accessible par taille de pore. Ici, les pores D1 sont accessibles à la pression P1, D2 à P2 et D3 à P3. Les grandes cavités internes, bien qu'étant de diamètre D1 ou D2, ne sont accessibles qu'à P3.

1.2.3 Tortuosité

Il existe une différence notable dans les transferts entre une voie en ligne droite et un chemin sinueux présentant de nombreux méandres. La tortuosité est le paramètre qui décrit ce parcours de la porosité dans le matériau. Il influe à la fois sur les transferts hydriques et thermiques (Eptsein, 1989). Dans les faits, il correspond au rapport entre la distance réellement parcouru dans la porosité entre deux points et la distance séparant ces deux points (équation 3).

$$\xi = \frac{l_r}{l} \quad (3)$$

où :

ξ : tortuosité (sans dimension)

l : longueur entre les points A et B (m)

l_r : longueur réelle traversée par le fluide (m)

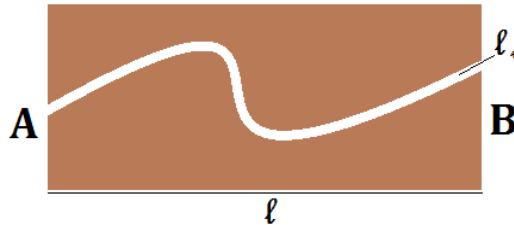


Figure 6 : Représentation schématique de la tortuosité

Grâce à la connaissance de propriétés pétrophysiques du matériau et à la distribution de taille des pores, la tortuosité peut être calculée à partir de l'équation (4) (Thompson, et al., 1987) :

$$\xi = \sqrt{\frac{\rho}{24 \cdot K \cdot (1 + \rho \cdot V_{tot})} \cdot \int_{r_c=\min(r_c)}^{r_c=\max(r_c)} r_c^2 \cdot f_v(r_c) dr_c} \quad (4)$$

Où :

ξ : tortuosité (sans dimension)

r_c : rayon du capillaire (m)

ρ : densité des grains

f_v : dérivée du volume poral en fonction du rayon capillaire :

K : perméabilité du matériau au fluide utilisé pour la mesure de distribution de taille de pore(m²)

$$-f_v(r_c) = \frac{dV(r_c)}{dr_c}$$

V_{tot} : volume total des pores (m³/kg)

Il est intéressant de noter que la courbe $f_v(r_c)$ représente la distribution de surface de capillaire en fonction du rayon poral, et son intégration permet l'obtention de la surface spécifique, c'est-à-dire la surface des grains en contact avec la porosité.

1.3 Théorie des milieux effectifs et volume élémentaire représentatif

La théorie des milieux effectifs rassemble tout modèle décrivant les propriétés macroscopiques d'un milieu basé sur les propriétés relatives à chacun de ses composants. Cela revient à considérer

que tout matériau présentant des hétérogénéités à une certaine échelle peut être considéré comme homogène à partir d'une autre échelle qui lui est supérieure. Cette dernière échelle est définie grâce au volume élémentaire représentatif (VER), i.e. le plus petit volume de matériau à partir duquel la propriété étudiée est identique pour toutes les échelles supérieures. Cette notion est importante pour fixer l'échelle d'observation des propriétés physiques, et également pour dimensionner les éprouvettes tests des capteurs à développer.

Pour les matériaux inorganiques poreux, la principale hétérogénéité est due à la porosité. Il est alors indispensable de définir le VER à partir de celle-ci. Pour des faibles volumes, la porosité mesurée va présenter une valeur comprise entre 0 (pour un échantillon uniquement composé de solide) et 1 (pour un échantillon uniquement composé de fluide). Plus les volumes considérés sont importants et plus la porosité converge vers une porosité moyenne. Le VER est le volume à partir duquel la porosité moyenne ne varie plus. Cette porosité moyenne correspond alors à la porosité totale du matériau (Figure 7).

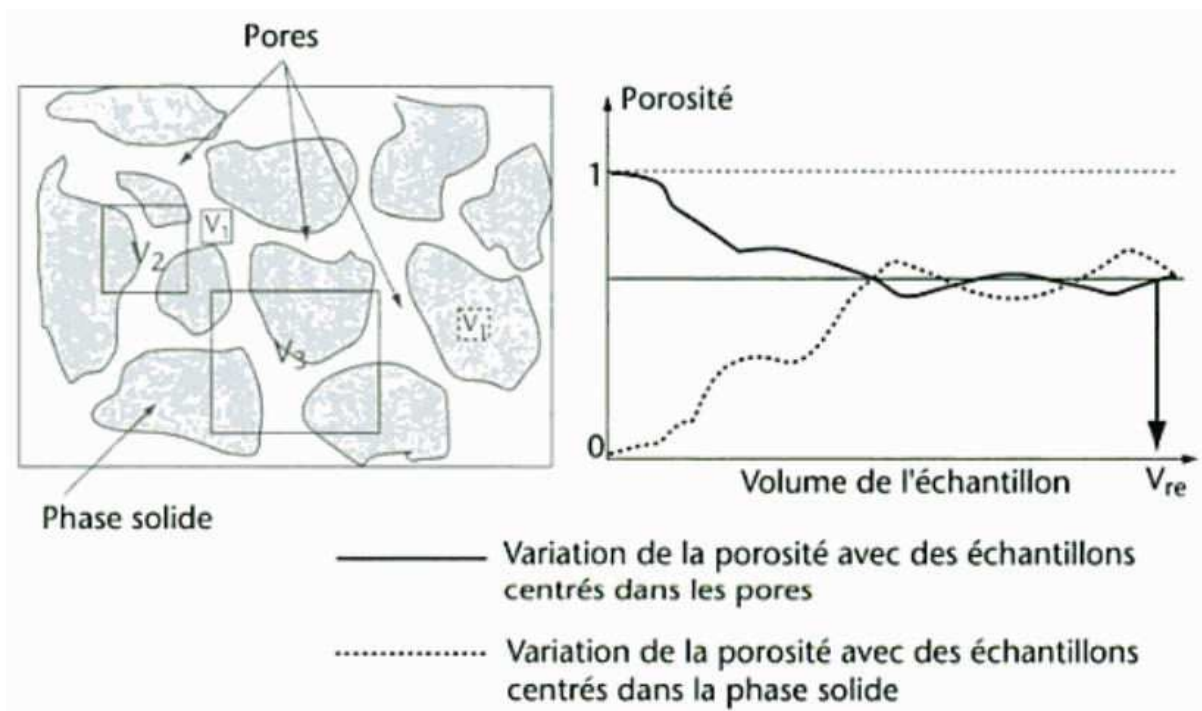


Figure 7 : Représentation schématique de l'évolution de la porosité en fonction du volume d'échantillon considéré, d'après (Calvet, 2003)

2 Comportement thermique des milieux polyphasés

Dans les matériaux poreux, les transferts hydriques ne sont gouvernés que par le réseau poreux. Pour les transferts thermiques, les paramètres à prendre en compte sont les conductivités thermiques des phases liquides et solides, les contacts solide-solide, et solide-liquide. Ces transferts peuvent être influencés par des phénomènes de conduction de phase à phase par l'intermédiaire des interfaces mais également par des phénomènes de convection et de rayonnement.

2.1 Les grandeurs thermiques

Les transferts thermiques sont régis par plusieurs grandeurs, communément décrites dans tout manuel de thermique (Bejan & Kraus, 2003, par exemple). La liste ci-dessous a pour objectif de décrire brièvement les principales grandeurs concernées par nos problématiques.

2.1.1 Capacité thermique

La capacité thermique C d'un matériau est sa capacité à emmagasiner de l'énergie thermique. Elle correspond à l'énergie nécessaire pour augmenter la température du matériau considéré d'1 Kelvin. En conséquence, il s'agit d'une propriété extensive. Il est plus courant d'utiliser la capacité thermique massique C_p , qui correspond à la capacité thermique rapportée à une masse de matériau de 1 kg, qui est elle intensive. Cette dernière s'exprime communément en $J.kg^{-1}.K^{-1}$, soit en unités du système international en $m^2.s^{-2}.K^{-1}$.

2.1.2 Conductivité thermique

La conductivité thermique λ d'un matériau est sa capacité à transmettre l'énergie thermique qu'il reçoit. Elle correspond à la quantité de chaleur transférée entre deux surfaces données, présentant une différence de température de 1 Kelvin et séparées de 1 mètre, durant une période de temps donnée. Il s'agit par conséquent d'une valeur intensive. Elle s'exprime en $W.m^{-1}.K^{-1}$ (ou encore en $kg.m.s^{-3}.K^{-1}$).

2.1.3 Notions de diffusivité et d'effusivité

La diffusivité thermique α d'un matériau caractérise la rapidité d'un transfert de température au sein de ce matériau. Elle est proportionnelle à la conductivité thermique et inversement proportionnelle à la capacité thermique. Elle s'exprime en $m^2.s^{-1}$ et se calcule à partir de l'équation suivante :

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho \cdot C_p} \quad (5)$$

où ρ est la masse volumique du matériau ($kg.m^{-3}$).

L'effusivité thermique E d'un matériau caractérise sa capacité à échanger avec son environnement de la chaleur, et à l'emmagasiner ou à la restituer. Elle est à la fois proportionnelle à la conductivité thermique, à la capacité thermique et à la diffusivité. Elle s'exprime en $J.K^{-1}.m^{-2}.s^{-1/2}$ (soit $kg.K^{-1}.s^{-5/2}$) et se calcule à partir de l'équation (6) :

$$E = \sqrt{\lambda \cdot \rho \cdot C_p} \quad (6)$$

2.2 Théorie des flux thermiques

2.2.1 Les modes de transferts concernés

Le transfert thermique peut s'effectuer par trois voies :

- La convection, c'est-à-dire lorsque le flux de chaleur est entraîné par un flux de matière sous l'influence d'un gradient de température;
- La conduction, c'est-à-dire lorsque le flux de chaleur est dû au gradient thermique, sans déplacement de matière;
- Le rayonnement, c'est-à-dire lorsque la chaleur est transmise par la lumière (onde infrarouge) émise par le corps chaud. Nos matériaux étant majoritairement opaques, ce mode de transmission est largement négligeable.

L'hypothèse de la convection dans nos matériaux poreux peut se poser. Si elle existe, il faut pouvoir la quantifier avant de mesurer la conduction thermique. Pour cela, nous considérons le nombre de Rayleigh, Ra , caractérisant le type de transfert thermique au sein d'un matériau. Si la valeur de ce nombre est inférieure à 103, alors la convection est considérée comme quasi-nulle. Le nombre de Rayleigh nécessite l'utilisation de deux autres nombres : Grashof (Gr) pour la convection, et Prandtl (Pr) pour la diffusivité qui sont directement liés à la conduction :

$$R_a = G_r \cdot P_r \quad (7)$$

Le nombre de Grashof, physicien allemand du XIXe siècle, correspond au rapport des forces de gravité sur les forces de viscosité :

$$G_r = \frac{g \cdot \beta \cdot \Delta T \cdot L_c^3 \cdot \rho^2}{\mu^2} \quad (8)$$

où

$g = 9,80665 \text{ m.s}^{-2}$: accélération de la pesanteur	L_c : longueur caractéristique en m
β : coefficient de dilatation du fluide en K^{-1}	ρ : masse volumique du fluide en kg.m^{-3}
ΔT : différence de température en $^\circ\text{K}$	μ : viscosité dynamique du fluide en N.s.m^{-2}

Prandtl, physicien allemand du début du XX^e siècle, a lui travaillé sur le rapport entre la viscosité cinématique et la diffusivité thermique :

$$P_r = \frac{\nu}{\alpha} = \frac{\mu \cdot C_p}{\lambda} \quad (9)$$

où

ν : viscosité cinématique en $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$	α : diffusivité thermique en $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$
$\nu = \mu/\rho$	λ : conductivité thermique en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
ρ : masse volumique du fluide en kg.m^{-3}	C_p : capacité thermique massique en $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
μ : viscosité dynamique du fluide en N.s.m^{-2}	

Les tableaux 2a et 2b ci-dessous rapportent les valeurs de nombre de Rayleigh pour différents diamètres de pores, respectivement dans le cas de l'air et de l'eau, et pour un gradient de 5K.

Taille de pores (μm)	Nombre de Rayleigh
0.1	5.13E-13
1	5.13E-10
10	5.13E-07
100	0.000513
1000	0.513
10000	513

tableau 2a : Valeurs du nombre de Rayleigh pour l'air et pour différentes tailles de pore, considérant un ΔT de 5K.

Taille de pores (μm)	Nombre de Rayleigh
0.1	1.02578E-11
1	1.02578E-08
10	1.02578E-05
100	0.010258
1000	10.258
10000	10258

tableau 2b : Valeurs du nombre de Rayleigh pour l'eau et pour différentes tailles de pore, considérant un ΔT de 5K.

Pour la taille de capillaire concernée par la porosité (<2.5mm), nous sommes en présence de nombres de Rayleigh très faibles (≈ 20 pour l'eau et 1 pour l'air). La convection est donc quasi-nulle et nous pouvons considérer la conduction thermique comme l'unique mode de transfert de chaleur dans nos matériaux.

2.2.2 Dans un milieu monophasé

La loi de Fourier est la loi régissant les transferts thermiques. Dans le cas d'une convection et d'un rayonnement négligeable, et dans le cas où aucune source de chaleur n'est présente dans le matériau étudié, elle se simplifie par l'équation suivante :

$$\vec{\Psi} = -\lambda \overrightarrow{grad}(T) \quad (10)$$

où

Ψ : densité de flux de chaleur (W.m⁻²)

λ : conductivité thermique (W.m⁻¹.K⁻¹)

T : température (K)

Cette équation illustre le fait qu'entre deux points de l'espace, le flux de chaleur est spontané à partir du point dont la température est la plus élevée vers le point où la température est la plus basse. Ce transfert thermique est fonction d'un paramètre intrinsèque au matériau et noté λ , appelé conductivité thermique.

2.2.3 Dans un milieu polyphasé

De même qu'en milieu monophasé, il nous est possible ici d'utiliser la loi de Fourier. La conductivité thermique utilisée alors est dite effective, ou équivalente, et correspond à un tenseur dépendant des propriétés des différentes phases (conductivités thermiques et quantités respectives). Selon Fiers (Fiers, 2009), trois façons de déterminer cette conductivité sont couramment employées :

- L'étude sur cellule élémentaire dans le cas de milieux périodiques;
- La résolution numérique de l'équation de la chaleur, avec gradient de température;
- La mesure expérimentale, mais difficile en présence de fluide, car risques de convection naturelles.

Les résolutions numériques sont les plus employées et considèrent généralement le milieu comme un assemblage régulier de solides (modèle de milieux périodiques (Kunii & Smith, 1960), modèle statistique utilisant le calcul probabiliste des points de contact inter-grains (Huang, 1971), modèle Maxwell considérant un arrangement régulier de grains dans une matrice continue (Maxwell, 1873). La conductivité effective du milieu est alors comprise entre deux valeurs : celle correspondant à un milieu en strates « en parallèle » et celle correspondant à un milieu en strates « en série » (Figure 8). Ceci se traduit par l'équation :

$$\frac{1}{\sum_i \frac{k_i}{\lambda_i}} < \lambda_{eff} < \sum_i k_i \lambda_i \quad (11)$$

où

k_i : proportion de la phase i

λ_{eff} : conductivité effective du milieu polyphasé

λ_i : conductivité thermique de la phase i

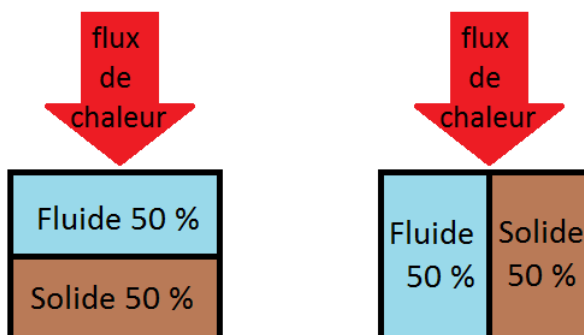


Figure 8 : Modèles limites de l'organisation de l'espace poral en strates « en parallèle » et « en série ».

Plusieurs modèles ont permis d'approcher de façon très satisfaisante la conductivité équivalente de milieux biphasés, notamment ceux de Maxwell, Rayleigh (Rayleigh, 1892), Meredith et Tobias (Meredith & Tobias, 1960). L'un des plus aboutis est le modèle développé par (Zehner & Schlunder, 1970) qui prend en compte la forme des grains constituant la phase solide. La relation issue de ce modèle est donnée par l'équation suivante :

$$\frac{\lambda_{eff}}{\lambda_f} = 1 - \sqrt{1 - \varepsilon} + \frac{2 \cdot \sqrt{1 - \varepsilon}}{1 - \frac{\lambda_f}{\lambda_s}} \left[\frac{1 - \frac{\lambda_f}{\lambda_s}}{1 - \frac{\lambda_f}{\lambda_s} B} \ln \left(\frac{\lambda_s}{B \cdot \lambda_f} \right) - \frac{B + 1}{2} - \frac{B - 1}{1 - \frac{\lambda_f}{\lambda_s} B} \right] \quad (12)$$

où :

λ_{eff} : conductivité effective

ε : porosité du milieu

λ_f : conductivité thermique de la phase fluide

B : facteur de forme ($= 1,25 \cdot \left(\frac{1-\varepsilon}{\varepsilon}\right)^{10/9}$) pour des

λ_s : conductivité thermique de la phase solide

particules sphériques)

Si cette formule est efficace pour les milieux saturés ou secs, elle n'est cependant pas adaptée aux milieux insaturés (triphases). Jougnot et Revil (Jougnot & Revil, 2010) ont alors proposé de remplacer la conductivité thermique de la phase fluide par l'utilisation de la loi d'Archie, habituellement utilisée pour déterminer la conductivité électrique (Archie, 1942):

$$\lambda_f = I_{sat}^n \cdot \lambda_w + (1 - I_{sat}^n) \lambda_a \quad (13)$$

où :

λ_f : conductivité thermique de la phase fluide

λ_w : conductivité thermique de l'eau

I_{sat} : indice de saturation du matériau

λ_a : conductivité thermique de l'air

n : second exposant d'Archie ($n=2+/-0,5$)

2.3 Matériaux à changement de phase

Dans le cas de matériaux inorganiques poreux des constructions, la porosité est « remplie » par deux fluides distincts, l'air et l'eau. Cette dernière peut être chargée d'éléments en solution. Lorsqu'un déséquilibre a lieu (gradient thermique, évolution de l'humidité relative atmosphérique), de l'eau peut s'évaporer et des sels peuvent cristalliser dans la porosité. L'évaporation de l'eau nécessite de l'énergie, appelée chaleur latente de vaporisation, notée L_v (en $J \cdot kg^{-1}$). Cette énergie ne sera alors pas utilisable pour augmenter la température globale du matériau. Par conséquent, l'évaporation, réaction endothermique, va donc permettre une diminution de l'élévation de la température. A l'inverse, la condensation exothermique va permettre de limiter la chute de température dans le matériau. Si ces propriétés sont souvent négligées pour un changement ponctuel d'état (passage d'une température T_1 à une température T_2), elles sont cependant capitales dans le cas d'évolution périodique, comme c'est le cas pour les évolutions dues aux variations climatiques.

La cristallisation est également une réaction exothermique, et la dissolution endothermique. En présence de sels en quantité dans la maçonnerie, les sels vont entraîner l'effet inverse de la consommation énergétique de l'eau : cristalliser (réaction exothermique) lorsque l'eau s'évapore (réaction endothermique) et se dissoudre (réaction endothermique) lorsque l'eau condense (réaction exothermique). Ainsi, la présence de sels peut limiter l'effet tampon de cette dernière.

2.4 Théorie de la surface

Le transfert de chaleur dans un milieu polyphasé est donc plus complexe que dans un milieu uni-phase. Cela est d'autant plus vrai à l'approche de la surface, où le matériau lui-même subit des évolutions structurales très importantes, notamment en ce qui concerne sa porosité. Plusieurs travaux ont permis de mieux qualifier cette zone transitoire.

2.4.1 Evolution de la porosité en surface

Les hétérogénéités spatiales de porosité d'un matériau peuvent être négligées par changement d'échelle. En revanche, à proximité de la surface, la proportion de vide diffère du matériau à cœur. Cette différence se justifie par les modifications engendrées lors de la fabrication, de sa taille, de sa maturation, ou encore de son vieillissement (dégradation).

S'il n'existe pas de loi décrivant cette différence pour les matériaux inorganiques poreux, il en existe pour les milieux granulaires. Benenati et Brosilow (Benenati & Brosilow, 1962) étudièrent l'évolution de la porosité en proche paroi d'un ensemble de billes de verres, supposées parfaitement sphériques, de diamètre d . Le profil de porosité en fonction de la distance à la surface, $\varepsilon=f(y)$, débute par une valeur égale à 1 (absence de solide) puis chute de façon parabolique vers une valeur minimale, ε_{min} pour $y=d/2$, et enfin remonte par oscillations convergentes vers une asymptote ε_{∞} (Figure 9). Holger Martin (Martin, 1977) proposa une première loi empirique :

$$\varepsilon(z) = \varepsilon_{min} + (1 - \varepsilon_{min}).z^2 \quad \text{pour } -1 \leq z \leq 0 \quad (14)$$

$$\varepsilon(y) = \varepsilon_{\infty} + (\varepsilon_{min} - \varepsilon_{\infty}).e^{-0,25.z} \cdot \cos \frac{\pi}{A}.z \quad \text{pour } z \geq 0 \quad (15)$$

Où :

- ε : porosité
- ε_{min} : porosité minimale
- ε_{∞} : porosité à cœur
- A : constante empirique, =0.816 pour $D/d=\infty$
- z : rapport $2(y/d)-1$ (sans unité)
- y : distance de la surface (m)
- d : diamètre des billes (m)

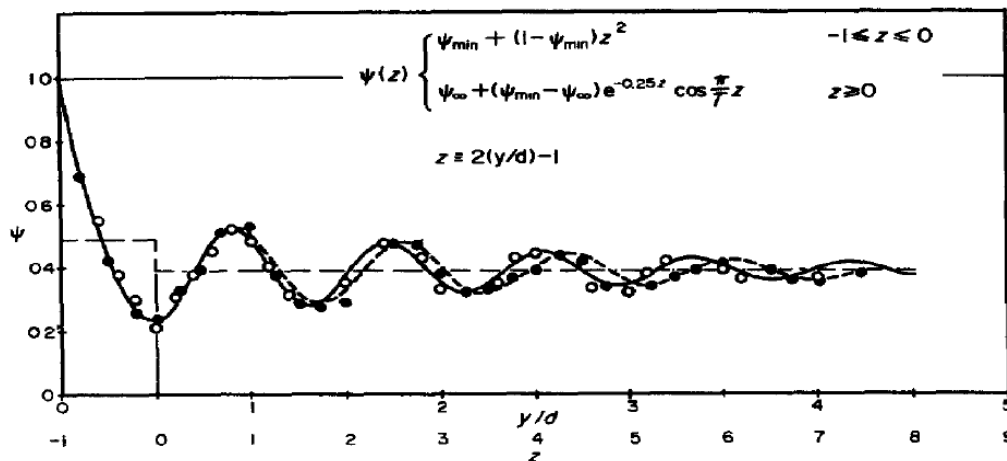


Figure 9 : Evolution de la porosité en fonction de l'éloignement de la paroi : cas de particules sphériques (Martin, 1977)

De ce fait, nous pouvons considérer deux zones de porosité distinctes : la première sur une courte distance égale au rayon des billes, et une seconde, à cœur. Ce modèle prend en compte des sphères idéales et l'arrangement idéal limitant la porosité. Dans le cas des roches, même si un arrangement idéal peut être envisagé grâce à la compaction durant la diagénèse, les sphères idéales ne sont pas envisageables, même dans le cas d'un calcaire oolithiques type α , car sa porosité est modifiée par la cimentation. Cependant, le modèle de Martin est actuellement le plus abouti (Fiers, 2009).

Un autre modèle, utilisé par Giese (Giese, 1997), consiste à considérer à partir du rayon des billes non pas la valeur minimale, mais la valeur de cœur, de façon à prendre en compte les irrégularités de formes des constituants du matériau. Le modèle de Giese suit l'équation 13. La Figure 10 compare les deux profils de porosité (Martin et Giese) et les moyennes sur les deux zones distinctes (inférieur puis supérieur au rayon de la particule élémentaire).

$$\varepsilon(y) = \varepsilon_{\infty} \cdot \left(1 + 1,36 \cdot e^{-5 \frac{y}{d}}\right) \quad (16)$$

Où

ε : porosité

ε_{∞} : porosité à cœur

y : distance de la surface (m)

d : diamètre des billes (m)

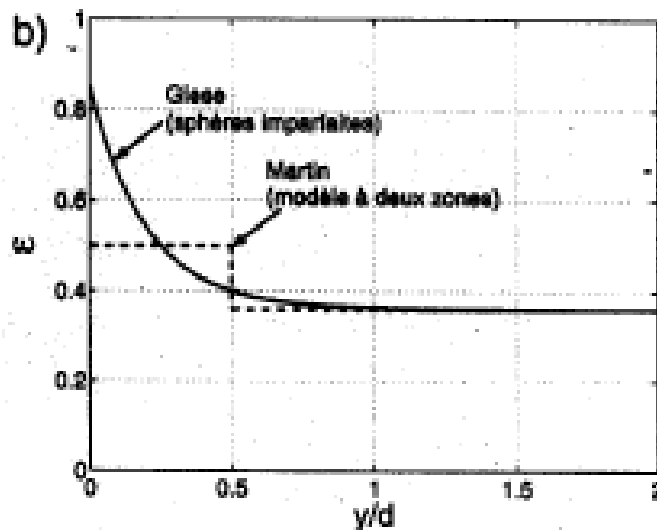


Figure 10 : Comparaison des profils de porosité Giese/Martin (Testu, 2005)

2.4.2 Notion de rugosité

Contrairement à la porosité, la rugosité n'est pas une propriété intrinsèque au matériau. Cet état de surface dépend en effet du traitement qu'a subi le matériau lors de sa mise en forme, de sa découpe, de sa maturation ou de sa restauration. Il correspond aux irrégularités de surface de l'échantillon observé, que ce soit à l'échelle micrométrique (surface polie), centimétrique (mortiers), métrique (falaises) ou décimétrique (paysages), et ce par rapport à une surface parfaite de référence. Ces irrégularités sont estimées à partir d'un certain seuil minimal, en-deçà duquel le

matériau est considéré comme lisse, et jusqu'à un seuil maximal, au-delà duquel les irrégularités sont considérées comme du relief.

S'agissant donc d'un domaine d'irrégularités comprises entre deux seuils, il reste à déterminer sur quels critères nous déterminons ces seuils, et donc indirectement comment quantifier la rugosité. Pour cela, nous considérons la surface du matériau comme un signal tridimensionnel, dont la rugosité est représentée par des ondes de très faibles longueurs d'ondes, comprises entre 30 μm et 500 μm . De ce fait, il existe un panel de paramètres rugosimétriques permettant de quantifier cette rugosité (tableau 3).

Sigle	Nom	Définition	Formule mathématique
Sa	Rugosité moyenne	$S_a = \frac{1}{XY} \sum_{x=1}^X \sum_{y=1}^Y z_{xy} - \bar{z} $	Ecart moyen entre la surface réelle et une surface idéale lisse (surface moyenne)
Sq	Ecart-type de rugosité	$S_q = \sqrt{\frac{1}{XY} \sum_{x=1}^X \sum_{y=1}^Y (z_{xy} - \bar{z})^2}$	Ecart-type de la surface réelle par rapport à la rugosité moyenne
Ssk	Dissymétrie	$S_{sk} = \frac{1}{XY S_q^3} \sum_{x=1}^X \sum_{y=1}^Y (z_{xy} - \bar{z})^3$	Dissymétrie de la distribution de rugosité. Si $S_{sk} < 0$, la surface présente des trous, si $S_{sk} > 0$, la surface présente des pics.
Sku	Kurtosis	$S_{ku} = \frac{1}{XY S_q^4} \sum_{x=1}^X \sum_{y=1}^Y (z_{xy} - \bar{z})^4$	Largeur de la distribution de rugosité. Une valeur de Sku égale à 3 correspond à une distribution gaussienne.
Sv	Profondeur maximale	$S_v = \min(z_{xy}) $	Profondeur maximale mesurée
Sp	Pic maximal	$S_p = \max(z_{xy}) $	Hauteur maximale mesurée
St	Rugosité totale	$S_t = S_v + S_p$	Distance en z entre la vallée la plus profonde et le pic le plus important, évalué sur la surface entière.
Sz	Rugosité moyenne totale	$S_z = \langle S_v + S_p \rangle_{surf. \text{éval.}}$	Distance en z entre la vallée la plus profonde et le pic le plus important, évalué sur une surface de base et moyenné.
Sds	Fréquence de rugosité	-	Quantité de pics (ou de vallées) par millimètres carrés.

tableau 3 : Récapitulatif des principaux paramètres calculés pour quantifier la rugosité

Pour simplifier les calculs, il est courant d'utiliser non pas la surface bidimensionnelle de l'échantillon à analyser, mais un profil unidimensionnel. Cette méthode, bien que très intéressante pour simplifier les calculs présente l'inconvénient majeur de réduire considérablement la précision de la mesure, et par conséquent, de la fausser de manière considérable (Figure 11).

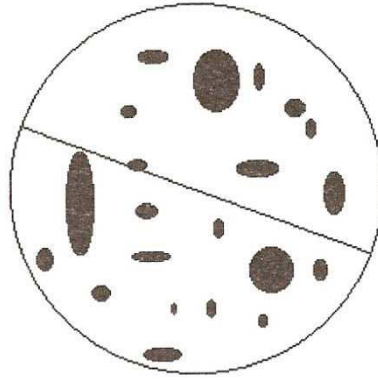


Figure 11: Limite de l'usage de la rugosimétrie 2D : le profil (trait noir) ne prend en compte aucune anomalie de surface (en noir), pourtant nombreuses.

Les défauts de surface sont classés dans la norme NF-EN-05515 en six ordres, dont deux influent sur la rugosité à l'échelle microscopique :

- les stries et sillons qui sont des défauts périodiques ou pseudopériodiques. L'écart entre les crêtes est inférieur à 0.5mm;
- les défauts localisés qui sont les fentes, piqûres, porosité, etc. et qui peuvent perturber la mesure de rugosité moyenne.

3 Comportement hydrique des milieux polyphasés

Contrairement à une surface plane, un matériau inorganique poreux présente une complexe surface d'échange avec son environnement, mettant en jeu des gradients locaux de pression, d'humidité, ou encore de température. Ainsi, le séchage et l'imbibition des matériaux inorganiques poreux suivent un comportement propre à la morphologie du milieu. Après avoir évoqué les règles d'équilibre d'un système liquide vapeur (biphasé), nous décrirons le comportement de l'eau puis de la vapeur au sein des matériaux inorganiques poreux.

3.1 Les équilibres thermodynamiques liquide-vapeur

3.1.1 Pression partielle de la vapeur et humidité relative

L'air est un mélange de plusieurs gaz en proportions variables. Pour définir ces proportions, on parle de pression partielle d'un gaz, qui correspond à la pression qu'exercerait le gaz s'il était le seul gaz de l'air. Cette définition est donnée par la loi de Dalton, utilisable uniquement pour les gaz parfaits:

$$P_i = \frac{n_i}{n_{\text{tot}}} P_{\text{tot}} \quad (17)$$

avec

P_i : pression partielle du gaz i

P_{tot} : pression total du mélange gazeux

n_i : quantité de matière du gaz i

n_{tot} : quantité totale de matière du mélange gazeux.

Pour simplifier, nous considérerons l'air comme un mélange idéal de gaz parfaits. Parmi ces gaz, nous pouvons énoncer le diazote (réellement un gaz parfait), le dioxygène, le dioxyde de carbone, ou encore la vapeur d'eau, qui nous intéresse particulièrement. Pour tous les gaz, il existe une valeur maximale de la pression partielle, au-delà de laquelle l'air ne peut plus contenir davantage de molécules de ce gaz. On parle alors de pression de vapeur saturante.

L'atmosphère n'étant pas un milieu clos, elle échange avec les différents milieux avec lesquels elle est au contact : océans, sols, êtres vivants. Il s'en suit qu'elle n'est jamais à l'équilibre, et que la pression partielle de chaque gaz dans l'atmosphère n'est pas forcément égale à la pression saturante. Dans le cas de l'eau par exemple, si pour une raison quelconque la pression partielle est supérieure à la pression de vapeur saturante, l'air reviendra à son équilibre en évacuant le surplus d'eau par condensation. C'est un phénomène que l'on retrouve dans les nuages, mais également dans la rosée, sur les surfaces de certains monuments, ou encore à l'intérieur des matrices poreuses.

A l'inverse, si la pression partielle diminue à une valeur inférieure à la pression de vapeur saturante, l'eau éventuellement présente à l'état liquide va s'évaporer jusqu'à ce que l'équilibre soit rétabli. Si l'évaporation est trop lente, ou si l'eau liquide n'est pas présente en quantité suffisante, la pression partielle restera inférieure à la pression de vapeur saturante. On appelle humidité relative le rapport entre ces deux pressions, souvent exprimée en pourcentage (Perry & Green, 1934):

$$HR (\%) = \frac{P_{\text{vap}}}{P_{\text{sat}}} \times 100 \quad (18)$$

avec

HR : Humidité relative

P_{sat} : pression de vapeur saturante (Pa).

P_{vap} : pression partielle de vapeur (Pa)

3.1.2 Influence de la température et humidité absolue

Concernant les causes de ces perturbations de l'équilibre eau liquide/vapeur, deux principales peuvent être mentionnées : les variations de température et les variations de pression atmosphérique. Ces dernières étant causées par les variations de température (une augmentation de la température entraîne une dilatation de l'air, et donc une diminution de la pression), nous pouvons simplifier en ne prenant en compte que les variations de température.

En effet, la température influe beaucoup sur la pression de vapeur saturante. Plus la température est élevée, plus les molécules sont agitées et espacées, et plus la place est disponible pour les molécules d'eau [(Clapeyron, 1834), Figure 12].

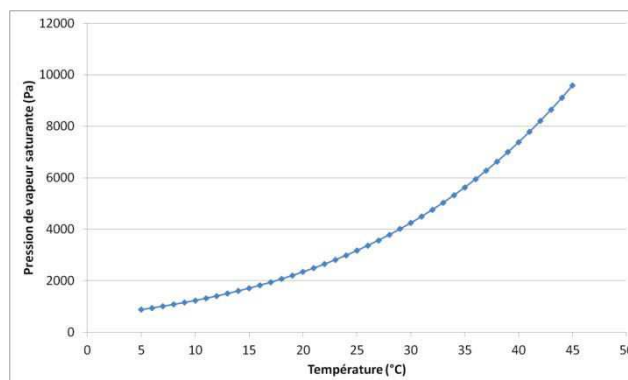


Figure 12 : Evolution de la pression de vapeur saturante en fonction de la température.

Cette évolution peut être calculée à partir de tables expérimentales, ou plus simplement par des lois empiriques en fonction du domaine d'intérêt. A température ambiante, il est habituel d'utiliser la loi de Dupré-Bertrand, valable entre 0°C et 200 °C (Jannot, 2005) :

$$P_{\text{sat}} = e^{A_1 + \frac{A_2}{T} + A_3 \cdot \ln(T)} \quad (19)$$

avec

P_{sat} : pression de vapeur saturante (Pa)
 T : température (K)

A_1, A_2, A_3 : constantes dépendant du gaz étudié
 (pour l'eau, $A_1=51,67677$; $A_2=6435$; $A_3=3,8624$).

Valable sur la totalité de cette plage de 0°C à 200°C, les constantes A, B, C doivent être corrigées dans le domaine des températures ambiantes (5-45°C) (Figure 13). afin de mieux se rapprocher des données expérimentales, cette formule peut être remplacée empiriquement par un polynôme de degré 4 sur cette plage de température :

$$P_{\text{sat}} = 6,2 \cdot 10^{-4} \cdot T^4 + 1,091 \cdot 10^{-2} \cdot T^3 + 1,76528 \cdot T^2 + 41,19205 \cdot T + 621,03582 \quad (20)$$

avec

P_{sat} : pression de vapeur saturante (Pa)

T : température (ici, en °C)

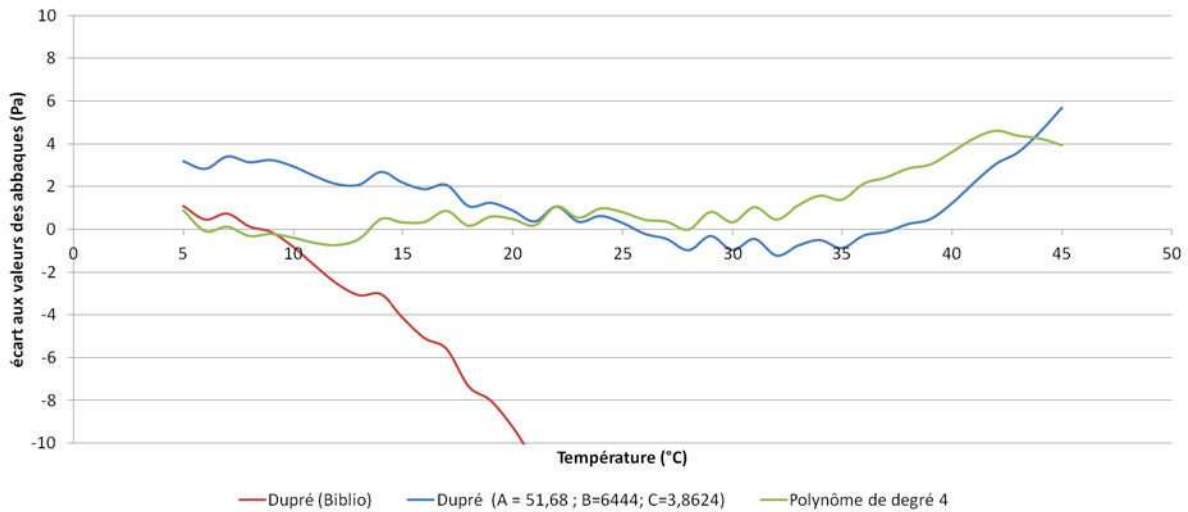


Figure 13 : Ecart en Pascals entre les P_{sat} calculées à partir des abaques et les P_{sat} calculés par polynôme de degré 4.

A cause de cet effet de la température, et des fortes variations qu'il est possible d'observer en peu de temps, l'humidité relative n'est pas suffisante pour décrire l'eau présente dans l'atmosphère pouvant entrer en jeu lors des transferts. En conséquence, il est fréquent d'utiliser, l'humidité dite absolue, qui représente la fraction massique d'eau contenue dans l'air.

Pour passer de l'un à l'autre, nous utiliserons l'équation suivante, dont la logique mathématique et physique est décrite en annexe I :

$$HA = \frac{HR}{100} \times e^{5087,52 \cdot (\frac{1}{373,15} - \frac{1}{T})} \cdot 0,6214298 \tag{21}$$

avec

HA : humidité absolue, en kg/kg d'air sec

T : température (K)

HR : humidité relative, en %

Grâce à cette équation, on remarque que pour une humidité absolue donnée, il existe une température dite de rosée, notée Td, pour laquelle l'humidité absolue est égale à la saturation de l'air en eau (humidité relative de 100%).

3.1.3 Diagramme de l'air humide

L'ensemble de ces paramètres décrivant l'état de saturation de l'air se retrouve dans le diagramme enthalpique (Figure 14). Mis au point par le physicien allemand Richard Mollier (Mollier, 1906), ce diagramme propre à chaque fluide permet de définir aisément les conditions de changement de phases pour toutes les conditions. Le diagramme le plus utilisé actuellement correspond au diagramme de l'air humide ou diagramme psychrométrique. Mis au point par Carrier en 1904 (Gatley, 2004), il diffère en réalité peu du diagramme de Mollier, si ce n'est que ce premier privilégie la relation humidité absolue-température, alors que le second privilégie la relation humidité absolue-enthalpie (quantité de chaleur contenue dans le fluide).

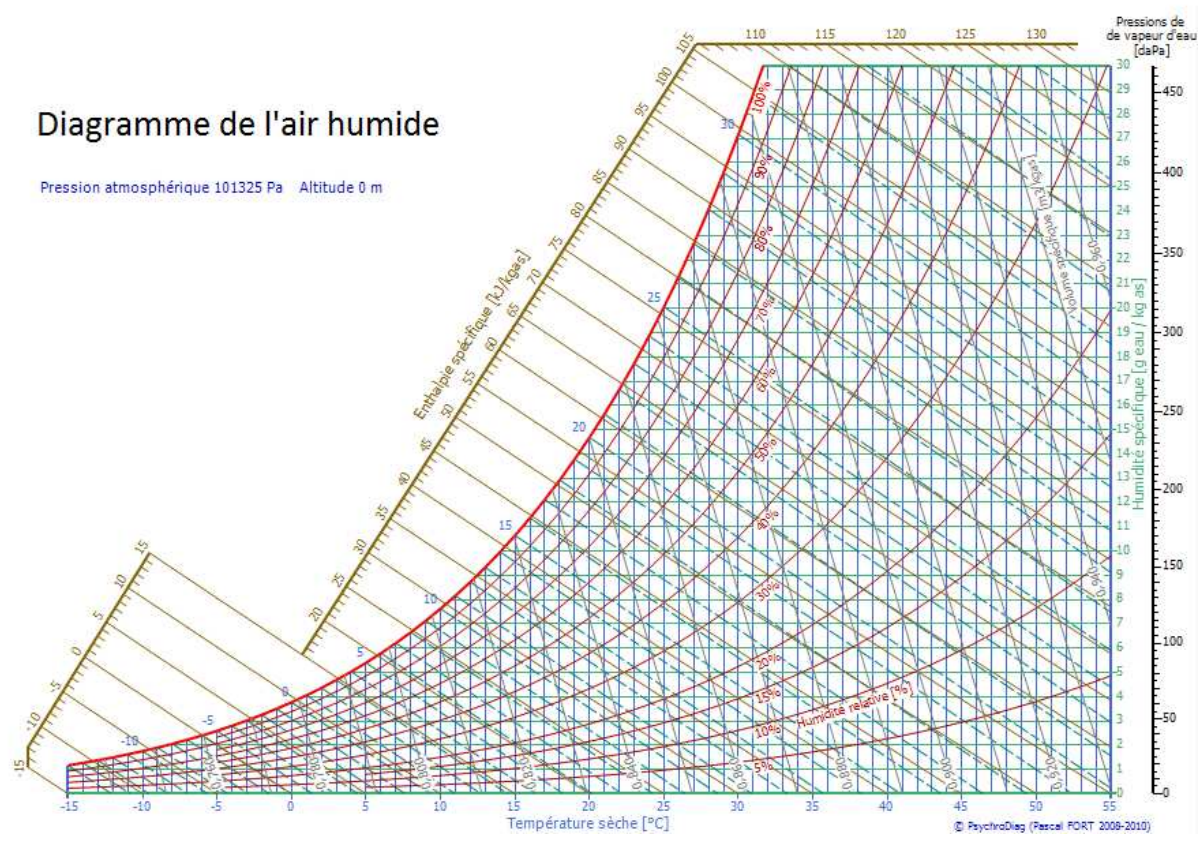


Figure 14 : Diagramme enthalpique de l'air humide.

3.2 Comportement du milieu poreux avec l'eau sous phase liquide

3.2.1 Les tensions interfaciales

A l'échelle moléculaire, deux types de forces de liaisons intermoléculaires dominent: les forces de cohésion dans une phase unique qui résultent de l'attraction de molécules similaires et les forces d'adhésion entre deux phases qui sont dues à l'attraction de molécules dissemblables. D'un point de vue macroscopique, ces liaisons se traduisent par une tension interfaciale, notée γ (N.m^{-1}). Dans le cas d'un couple liquide-gaz, et à plus forte raison, dans le cas d'un couple liquide-vide, cette tension interfaciale est pratiquement une propriété intrinsèque du liquide. En effet, dans un liquide, les forces intermoléculaires (forces électrostatiques de Van der Waals) sont très importantes, ce qui permet au liquide de présenter une cohésion et une densité qui lui sont propres. Les molécules d'un liquide sont donc fortement attirées entre elles. En revanche, dans un gaz, ces mêmes forces sont beaucoup plus faibles. Les molécules proches de la surface sont donc légèrement attirées dans la phase gazeuse (évaporation), mais bien davantage par la phase liquide (Figure 15).

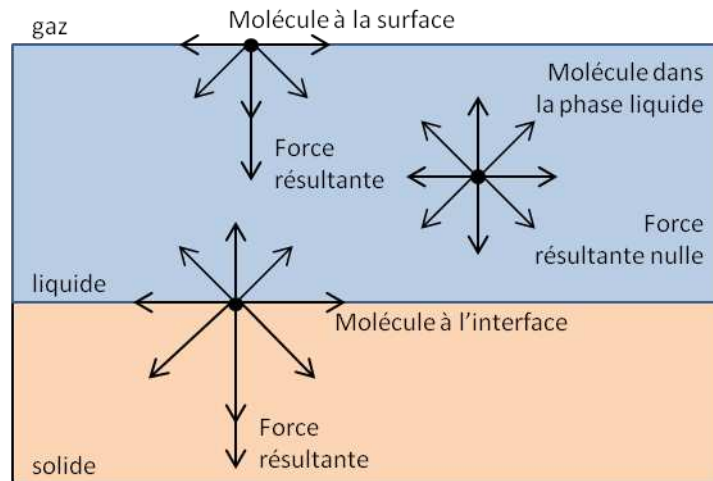


Figure 15 : Schéma représentatif des forces intermoléculaires dans un liquide et à la surface du liquide et à l'interface solide/liquide d'après Hillel (1988)

Lorsque deux phases fluides immiscibles sont en contact avec un même solide, il se trouve une zone de l'espace où les trois phases se rencontrent. La morphologie de cette zone n'est pas aléatoire, et dépend des tensions interfaciales propres à chaque couple d'espèces. L'ensemble de ces propriétés se traduit par un seul paramètre observable à la zone de contact: l'angle de mouillage (Figure 16). La relation à l'équilibre entre les tensions interfaciales et l'angle de mouillage est donnée par la loi d'Young-Dupré (Young, 1805) :

$$\gamma_{sl} + \gamma_{lg} \cdot \cos(\varphi) = \gamma_{sg} \quad (22)$$

avec

γ_{sl} : tension interfaciale solide-liquide (N.m^{-1})

γ_{sg} : tension interfaciale solide-gaz (N.m^{-1})

γ_{lg} : tension interfaciale liquide-gaz (N.m^{-1})

φ : angle de mouillage ($^\circ$).

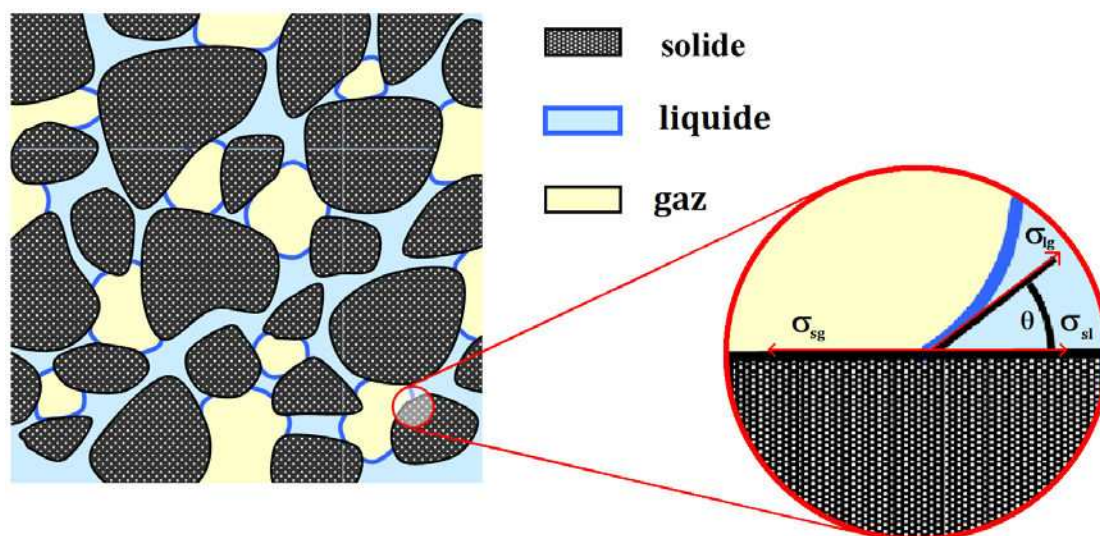


Figure 16 : Représentation schématique de l'angle de mouillage à l'interface solide liquide diphasique (Daïan, 2010)

Plus un fluide présente une affinité forte avec le solide, et plus l'angle de mouillage est aigu vers ce dernier. On parle de fluide mouillant pour le fluide présentant la plus forte affinité, et de fluide non mouillant pour celui ayant la plus faible affinité. Cette affinité dépend d'une part des propriétés intrinsèques de chaque fluide, et d'autre part des propriétés du solide. Dans le cas d'une faible affinité d'un solide avec l'eau liquide, on parle d'hydrophobicité. A l'inverse, il sera hydrophile en cas de forte affinité.

De manière générale, en présence d'un liquide et d'un gaz (et encore davantage lorsque le "gaz" est le vide), le fluide mouillant correspond à la phase liquide et le fluide non mouillant à la phase gazeuse. Des exceptions existent cependant, dont l'exemple le plus remarquable est le mercure, liquide non mouillant et pour cette raison très utilisé pour étudier la porosité.

3.2.2 La pression capillaire

La tension de surface devient une force motrice du fluide mouillant, dans le sens où elle exerce une tension sur l'ensemble du périmètre du capillaire. Dans le cas d'un capillaire cylindrique, la résultante des forces de tension s'écrit :

$$\vec{R}_t = 2\pi r_c \cdot \gamma_{lg} \cos(\varphi) \cdot \vec{i} \quad (23)$$

avec

R_t : résultante des tensions interfaciales (N)

r_c : rayon du capillaire (m)

γ_{lg} : tension superficielle ($N \cdot m^{-1}$)

φ : angle de mouillage ($^\circ$)

\vec{i} : axe du capillaire (fluide mouillant vers fluide non mouillant).

Dans un même capillaire, le ménisque prend une forme de calotte sphérique dont le centre de la sphère dont cette calotte est issue est situé dans la phase non mouillante (Figure 17). Les forces de pressions d'un fluide sur l'autre sont orientées suivant le rayon de cet angle, et en conséquence la résultante est orientée de nouveau suivant l'axe du capillaire :

$$\vec{R}_p = (P_m - P_n) \cdot \pi r_c^2 \cdot \vec{i} \quad (24)$$

avec

R_p : résultante des forces de pression (N)

P_m : pression du fluide mouillant (Pa)

P_n : pression du fluide non mouillant (Pa)

r_c : rayon du capillaire (m)

\vec{i} : axe du capillaire (fluide mouillant vers fluide non mouillant).

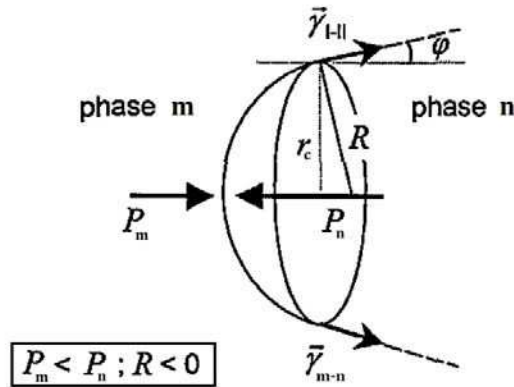


Figure 17 : Représentation schématique des forces au contact dans un capillaire cylindrique

En conséquence, si l'on considère la pression dans le liquide égale à la pression dans le gaz, la résultante des forces de pression est nulle et la somme des forces présentes n'est pas nulle. Il y a donc un déséquilibre, et on appelle la pression capillaire, notée P_c , la différence entre la pression du fluide non mouillant et le fluide mouillant. L'équation de Laplace-Young donne la valeur de la pression capillaire à l'équilibre:

$$\begin{aligned} \vec{R}_t + \vec{R}_p &= 0 \\ \vec{R}_t &= -\vec{R}_p \\ 2\pi r_c \cdot \sigma_{lg} \cos(\varphi) &= -(P_m - P_n) \cdot \pi r_c^2 \\ (P_n - P_m) &= \frac{2\pi r_c \cdot \sigma_{lg} \cos(\varphi)}{\pi r_c^2} \\ P_c = (P_n - P_m) &= \frac{2 \cdot \gamma_{lg} \cos(\varphi)}{r_c} \end{aligned} \quad (25)$$

avec

P_c : Pression capillaire (Pa)

P_n : Pression du liquide non-mouillant (Pa)

P_m : Pression du liquide mouillant (Pa)

γ_{lg} : tension superficielle liquide-gaz ($N \cdot m^{-1}$)

φ : angle de mouillage ($^\circ$)

r_c rayon du capillaire (m).

Remarquons que dans le cas précédemment évoqué, la courbure moyenne du ménisque part du principe que le capillaire est cylindrique, et uniforme sur la longueur. Or, dans les milieux naturels, la

réalité est plus complexe, avec des évasements et des rétrécissements, des croisements, des parois concaves, convexes ou planes. Le cas général de l'équation de Laplace-Young, prenant en compte cette réalité, s'écrit :

$$P_c = P_n - P_m = \gamma \cdot C \quad (26)$$

avec

P_c : Pression capillaire (Pa)	γ : tension superficielle ($\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$)
P_n : Pression du liquide non-mouillant (Pa)	C : courbure moyenne (m^{-1}). $C = \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2}\right)$
P_m : Pression du liquide mouillant (Pa)	r_1, r_2 : rayons principaux de courbure (m).

L'exemple de la remontée capillaire illustre le mieux cette pression capillaire. Du fait de cette pression, la pression dans le fluide mouillant, l'eau, est inférieure à celle du fluide non mouillant, ce qui va entraîner une force d'imbibition (ou force de succion) de l'eau à l'intérieur du capillaire, notée ψ , et égale à l'opposée de la pression capillaire (Figure 18). L'équilibre est atteint lorsque la pression au sein du capillaire au pied de la colonne d'eau est nulle, c'est-à-dire lorsque la pression capillaire égale le poids de la colonne d'eau:

$$\frac{2 \cdot \gamma_{lg} \cos(\varphi)}{r_c} - g \cdot h_c \cdot \Delta\rho = 0 \quad (27)$$

avec

g : accélération de la pesanteur ($9,81 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$)	γ_{lg} : tension superficielle liquide-gaz ($\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$)
h_c : hauteur d'ascension capillaire (m)	φ : angle de mouillage ($^\circ$)
$\Delta\rho$: différence de masse volumique entre les deux fluides ($\Delta\rho \approx \rho_{\text{eau}} = 10^3 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$)	r_c : rayon du capillaire (m).

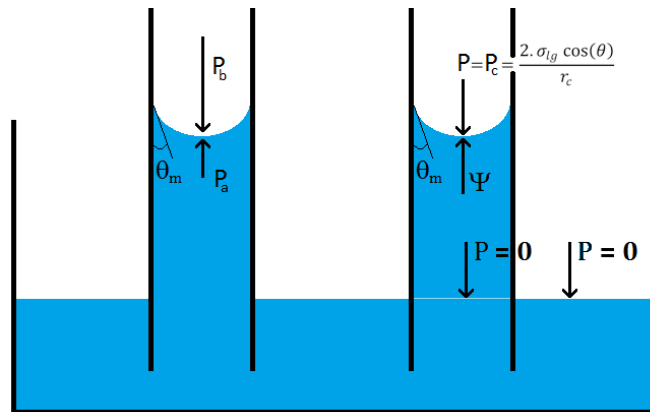


Figure 18 : Schéma de remontée capillaire et équilibre.

On en déduit alors la loi de Jurin, donnant la hauteur de la remontée capillaire :

$$h_c = \frac{2 \cdot \gamma_{lg} \cos(\varphi)}{g \cdot r_c \cdot \Delta\rho} \quad (28)$$

avec

h_c : hauteur d'ascension capillaire (m)	γ_{lg} : tension superficielle liquide-gaz ($\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$)
g : accélération de la pesanteur ($9,81 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$)	φ : angle de mouillage ($^\circ$)
$\Delta\rho$: différence de masse volumique entre les deux fluides	r_c : rayon du capillaire (m).

deux fluides ($\Delta\rho \approx \rho_{\text{eau}} = 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$)

De même que pour l'équation (28), le cas général s'écrit :

$$h_c = \frac{\gamma_{lg} \cdot C}{g \cdot \Delta\rho} \quad (29)$$

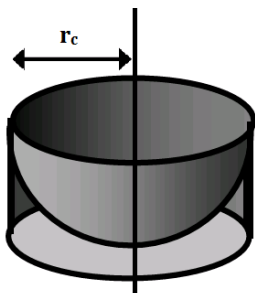
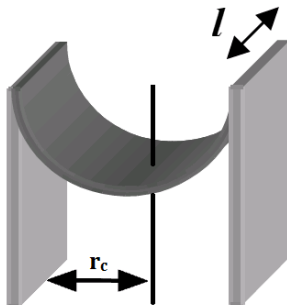
avec

h_c : hauteur d'ascension capillaire (m) γ_{lg} : tension superficielle liquide-gaz (N.m^{-1})
 g : accélération de la pesanteur ($9,81 \text{ m.s}^{-2}$) C : courbure moyenne (m^{-1}). $C = \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2}\right)$
 $\Delta\rho$: différence de masse volumique entre les deux fluides ($\Delta\rho \approx \rho_{\text{eau}} = 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$) r_1, r_2 : rayons principaux de courbure (m).

Dans un esprit de simplification, il est courant de considérer:

- Soit un capillaire cylindrique, avec une interface sphérique ($r_1=r_2=r$);
- Soit un capillaire plan, avec une interface cylindrique ($r_1=r, r_2=\infty$);
- Un angle de mouillage nul ($R=r_c; \cos(\varphi)=1$).

Cette dernière hypothèse n'est valable que pour un fluide très mouillant tel que l'eau et pour un équilibre hydrostatique donné. En réalité, la valeur de l'angle est modifiée par les propriétés du fluide, l'état et la nature de la surface, ainsi que par le sens d'écoulement du liquide [imbibition ou séchage; (de Gennes, 1985)]:

Interface capillaire	Sphérique	cylindrique
Représentation graphique		
Courbure moyenne (m^{-1})	$C = \frac{2}{r_c}$	$C = \frac{1}{r_c}$
Hauteur d'ascension (m)	$h_c = \frac{2 \cdot \gamma}{r_c \cdot g \cdot \Delta\rho}$	$h_c = \frac{\gamma}{r_c \cdot g \cdot \Delta\rho}$

avec

C : courbure moyenne (m^{-1}) de l'interface γ : tension superficielle (N.m^{-1})
 r_c : rayon du capillaire (m) g : accélération de la pesanteur ($9,81 \text{ m.s}^{-2}$)
 h_c : hauteur d'ascension capillaire (m) $\Delta\rho$: différence de masse volumique entre les deux fluides ($\Delta\rho \approx \rho_{\text{eau}} = 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$).

3.2.3 Vitesse de déplacement capillaire

Comme nous l'avons vu précédemment, l'imbibition capillaire dépend essentiellement du rayon du capillaire mais également des propriétés des fluides présents. Lorsque les forces gravitationnelles et les forces capillaires sont de même grandeur, l'imbibition capillaire est fortement perturbée. On définit alors la longueur capillaire, notée l_c , correspondant au rayon pour lequel les forces sont identiques :

$$l_c = \sqrt{\frac{\gamma}{\rho \cdot g}} \quad (30)$$

avec

l_c : longueur capillaire
 ρ : masse volumique du fluide
 γ : tension superficielle ($\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$)
 g : accélération de la gravité.

Ainsi, la loi de capillarité est valide uniquement si $r \ll l_c$. Si cette condition est remplie, les forces gravitationnelles peuvent être négligées, et la vitesse d'imbibition en régime permanent peut être calculée à partir de l'équation de Hagen-Poiseuille:

$$v_{max} = \frac{r^2 \cdot \Delta P}{4\mu L} \quad (31)$$

avec

v_{max} : Vitesse maximale au centre du tube cylindrique ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)
 r : rayon du tube cylindrique (m)
 ΔP : gradient de pression (Pa)
 μ : viscosité dynamique ($\text{Pa}\cdot\text{s}$)
 L : longueur du capillaire (m).

Cette loi s'applique normalement aux écoulements dans des conduites horizontales. Cependant, les travaux s'appliquant aux milieux poreux (Dussan & Davis, 1974) ont prouvé qu'elle pouvait s'appliquer également aux transferts par capillarité, si ce n'est que le profil de répartition des vitesses est inversé (vitesses maximales en proche paroi, vitesse minimale au centre, Figure 19).

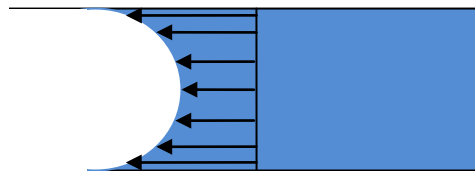


Figure 19 : Profil de vitesse d'écoulement dans un capillaire.

Par conséquent, la vitesse d'imbibition est fortement dépendante du rayon et proportionnelle au rayon d'accès du pore. De même, le débit, qui correspond au produit de la section droite du capillaire par la vitesse moyenne (égale à la moitié de la vitesse maximale), est donné par la formule de Hagen-Poiseuille (Poiseuille, 1840):

$$Q = \frac{\pi \cdot r^4 \cdot \Delta P}{8\mu L} \quad (32)$$

avec

Q : débit volumique ($\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$)

ΔP : gradient de pression (Pa)

r : rayon du tube cylindrique (m)

μ : viscosité dynamique (Pa.s)

L : longueur du capillaire (m).

De ce fait, un macropore permet un transfert hydrique plus rapide qu'un micropore. Cependant, si un macropore est alimenté par des micropores, le débit à considérer sera celui des micropores d'alimentation, alors que le volume sera celui du macropore. Le transfert est donc ralenti, par comparaison à un micropore continu. Par conséquent, l'intégralité des micropores qui assurent l'alimentation des macropores est régulièrement saturé avant la saturation complète du macropore (Bousquié, 1979). Un second mécanisme de piégeage est causé par la microporosité sur les parois du macropore (rugosité) qui est fortement influencée par les caractéristiques minéralogiques du matériau (Mertz, 1991). Pavone (Pavone, 1982) puis Mertz (Mertz, 1991) ont montré que la porosité piégée est d'autant plus importante que le rapport de taille entre les pores et leurs accès est plus grand (voir Figure 2 page 9).

3.3 Comportement du milieu poreux avec l'eau sous phase vapeur

La rugosité au sein des macropores peut entraîner la fermeture de la porosité. En réalité, le film aqueux se forme très rapidement non par imbibition mais par un autre phénomène: la condensation capillaire. Dans cette partie, nous décrivons le phénomène donnant naissance à la condensation, comment elle forme un film sur l'intégralité de la surface porale, puis nous finirons par décrire le raccordement de ce film d'eau à un ménisque de capillaire saturé.

3.3.1 La condensation capillaire

Les théories d'équilibre énoncées ci-dessus partent du principe que les fluides sont non miscibles. Or, dans la réalité, et plus particulièrement dans notre cas de couple eau-air, l'eau existe dans la phase gazeuse sous forme de vapeur. Or, lorsque la pression capillaire n'est pas nulle, il existe une différence de pression entre la phase liquide et la phase gazeuse ($P_c = P_m - P_n$). Si la pression capillaire est importante, et si la vapeur est suffisante, cette différence de pression va entraîner une condensation de la vapeur présente dans la phase gazeuse. Ce phénomène est régi par la loi de Kelvin, basée sur l'équilibre des potentiels thermodynamiques et sur la loi de Laplace précédemment citée (équation 25) :

$$\ln\left(\frac{P_{vap}}{P_{sat}}\right) = \frac{2 \cdot \gamma_{lg} \cdot \cos(\varphi)}{\rho_l \cdot R_{GP} \cdot T \cdot r_c} \quad (33)$$

avec

Pvap : pression de vapeur (Pa)	γ_{lg} : tension superficielle liquide-gaz (N.m ⁻¹)
Psat : pression de vapeur saturante (Pa)	φ : angle de mouillage (°)
R_{GP} : constante thermodynamique des gaz parfaits $R_{GP}=8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$	r_c : rayon du capillaire (m)
ρ_l : masse volumique du liquide (kg/m ³)	T : température (K).

On reconnaît ici l'influence de l'humidité relative et de la température sur cet équilibre. Il est possible d'identifier un rayon r_k , appelé rayon de Kelvin, correspondant au rayon de courbure de l'interface liquide-gaz à un couple température-humidité relative donné :

$$r_k = \frac{r_{lc}}{\cos(\varphi)} = \frac{2 \cdot \gamma_{lg} \cdot V_m}{R_{GP} \cdot T \cdot \ln\left(\frac{HR}{100}\right)} \quad (34)$$

avec

r_{lc} : rayon limite du capillaire (m)	R_{GP} : constante thermodynamique des gaz parfaits $R_{GP}=8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$
φ : angle de mouillage (°)	T : température (K)
γ_{lg} : tension superficielle liquide-gaz (N.m ⁻¹)	HR : Humidité Relative (%).
V_m : volume molaire du liquide (m ³ .mol ⁻¹)	

Ainsi, à une température et une humidité relative données, tous les capillaires dont le rayon est inférieur au rayon limite du capillaire, noté r_{lc} , sont remplis d'eau, tandis que ceux de dimensions supérieure sont vides. Ceci est sensiblement vrai lors du mouillage, mais pas nécessairement lors du séchage, car l'effet de bouteille d'encre peut alors se produire (Hillel, 1971).

3.3.2 Surface spécifique et adsorption

Nous avons vu précédemment que les forces de Van der Waals jouent un rôle prépondérant, d'une part pour la cohésion des liquides, mais également pour la mouillabilité des solides par les liquides. Les molécules d'eau, très mouillantes, ont donc fortement tendance à créer de telles liaisons avec les solides. Il en est de même avec les molécules présentes dans l'air, qui vont naturellement se lier à la surface des matériaux. On parle alors d'adsorption. Il s'en suit un équilibre thermodynamique entre ce phénomène d'adsorption et celui d'évaporation, qui dépend exclusivement de l'humidité absolue de l'air (et donc du couple température-humidité relative).

Il s'agit exclusivement d'un empilement successif de molécules qui se différencie de l'eau capillaire par sa structure très organisée semblable à celle de la glace, d'où l'appellation de cette structure "ice-like".

Se basant sur la théorie quantique des forces de Van Der Waals, Lifshitz (Lifshitz, 1956) a établi une relation entre l'épaisseur du film et l'humidité relative :

$$e_a \approx \left[-R_{GP} \cdot T \cdot \ln\left(\frac{HR}{100}\right) \right]^{-1/3} \quad (35)$$

avec

e_a : épaisseur du film par adsorption (Å) T : température (K)
 R_{GP} : constante thermodynamique des gaz parfaits $R_{GP}=8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ HR : Humidité Relative (%)

Cette relation a néanmoins été réfutée par Beaglehole et al. (Beaglehole, et al., 1991), en observant des différences non négligeables pour les humidités relatives faibles et pour différents types de micas : la nature minéralogique intervient dans ce mécanisme d'adsorption, mais n'est pas prise en compte dans cette équation.

L'adsorption a lieu sur l'intégralité de la surface interne du réseau poral, appelé surface spécifique. L'adsorption est également utilisée pour mesurer la surface spécifique de particules en suspension, par exemple en géotechnique afin de quantifier la teneur en argiles gonflantes (type smectite) d'un sol (test au bleu de méthylène, (NF P94-068, 1993)).

3.3.3 Limite de comportement

Dans le cas de l'adsorption, lorsque l'humidité relative est égale à 100%, l'épaisseur de la couche adsorbée est limitée à une valeur de 3,42 nm. Pour les capillaires de diamètre inférieur à 7nm, les transferts se font uniquement par adsorption : les molécules sont quasi-figées dans un maillage pseudo-cristallin. Pour les pores de 0,01 μm de diamètre, il existe un espace au centre du capillaire de 3 nm où une dizaine de molécules d'eau peut se déplacer de front sur une même section. Cependant, ces molécules se lient par des liaisons de Van der Waals aux molécules adsorbées, et les transferts par capillarité sont fortement perturbés. Ainsi, on peut considérer que le début des transferts capillaires intervient à partir d'une taille de pore de 0,01 μm , soit la limite infra porosité-microporosité mentionnée plus haut (Figure 1).

Dans le cas de la condensation capillaire, le rayon de Kelvin est égal au rayon limite du capillaire, en considérant un mouillage parfait ($\theta=0^\circ$). Dans les conditions ambiantes et dans le cas d'un couple eau-air, l'équation (34) nous mène à l'équation suivante :

$$r_{lc} = \frac{1,05 \cdot 10^{-9}}{T \cdot \ln\left(\frac{HR}{100}\right)} \quad (36)$$

avec :

r_{lc} : rayon limite du capillaire (m) R=8,314 J.mol⁻¹.K⁻¹
 $\gamma_{lg} = 72 \cdot 10^{-3} \text{ N.m}^{-1}$ T : température (K)
 $V_m = 1,807 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ HR : Humidité Relative (%)

La Figure 20 représente l'ensemble des solutions de cette équation, pour tout couple Température-Humidité relative (pour une température comprise entre 2°C et 45°C). Les phénomènes de condensation capillaire ont lieu uniquement dans des pores inférieurs à 0,1 μm . Pour une

saturation inférieure à 90% de l'air, on remarque que cette condensation ne concerne que les pores de l'infra porosité, où la condensation est le phénomène dominant. Au-delà de $0,1 \mu\text{m}$, ce sont les forces de capillarité qui gouvernent largement les transferts, bien que la présence initiale d'eau peut être induite par condensation sur la surface spécifique des pores.

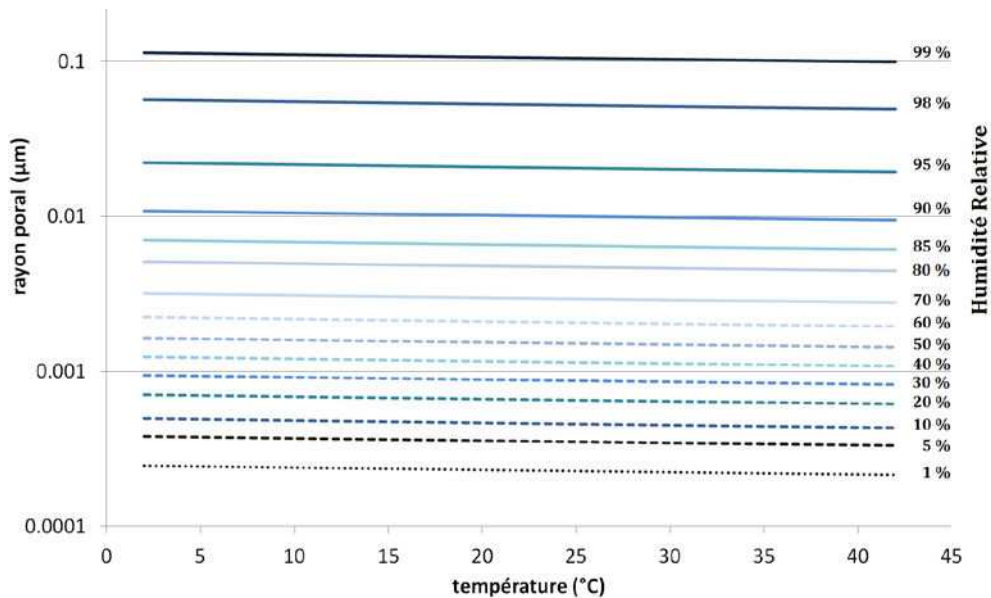


Figure 20 : Représentation des limites de condensation capillaire pour des humidités relatives comprises entre 1 et 99%, en fonction de la température et du rayon poral.

3.4 La théorie du séchage

Contrairement à l'imbibition, le séchage correspond au déplacement du fluide le plus mouillant par le fluide le moins mouillant, et nécessite par conséquent l'application d'une force externe.

3.4.1 Conditions de séchage

Pour qu'un séchage puisse se produire, il faut qu'il y ait un déséquilibre hydrique, i.e. que l'air à proximité de la surface de l'eau ne soit pas saturé en vapeur d'eau (humidité relative inférieure à 100%). En reprenant le diagramme de l'air humide (Figure 21), ce déséquilibre peut être dû :

- à une augmentation de la température;
- à une diminution de la vapeur présente dans l'air.

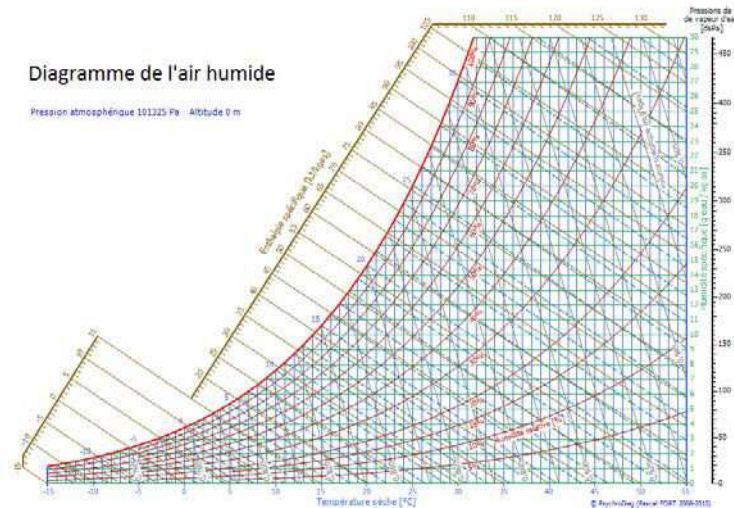


Figure 21 : Représentation des deux possibilités de déséquilibres générateurs de séchage dans le diagramme de l'air humide

Dans le premier cas, l'énergie nécessaire au changement d'état est apportée par le flux de chaleur, que l'évaporation de l'eau va limiter (voir 2.3 Matériaux à changement de phase page 18). Dans le second cas, l'évaporation va consommer l'énergie présente dans le matériau, et ainsi faire baisser sa température. Cependant, cet effet reste limité à la surface si le déséquilibre n'est pas maintenu. En surface, les phénomènes de convection vont renouveler l'air et entretenir l'évaporation. Au cœur du milieu poreux, la convection est impossible et l'entretien du changement de phase sera dépendant des phénomènes de diffusion.

3.4.2 Diffusion en milieu poreux

La diffusion est le mécanisme par lequel la matière est transportée d'une partie d'un milieu vers une autre par le biais des mouvements aléatoires des molécules (Cranck, 1975). Dans le cas général, la diffusion est décrite par les lois de Fick (Fick, 1855). La première loi de Fick exprime, sur le même modèle que la loi de Fourier explicitée précédemment (équation 10), la densité massique de flux en fonction du gradient de concentration :

$$Q_d = -D_i \cdot \overrightarrow{\text{grad}} C \quad (37)$$

avec :

Q_d : densité massique du flux ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$)
 D_i : coefficient de diffusion de vapeur d'eau dans l'air ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)
 C : concentration massique de vapeur d'eau dans l'air ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)

Cette équation est valable pour un flux de particule d'eau dans de l'air sec. Dès que l'air est humide (concentration importante de molécule d'eau), le coefficient de diffusion est perturbé et correspond à un transfert dans un milieu "air humide". Selon les travaux de De Groot et Mazur (de Groot & Mazur, 1962) et de De Vries et Kruger (De Vries & Kruger, 1967), le coefficient de diffusion D^* correspondant s'écrit :

$$D_i^* = D_i \cdot \frac{18}{R_{GP} T} \frac{P_{atm}}{P_a} \quad (38)$$

avec :

D_i^* : coefficient de diffusion de vapeur d'eau dans l'air humide ($m^2 \cdot s^{-1}$)
 D_i : coefficient de diffusion de vapeur d'eau dans l'air sec ($m^2 \cdot s^{-1}$)
 R_{GP} : constante des gaz parfaits
 T : température (K)
 P_{atm} : pression atmosphérique (Pa)
 P_a : pression partielle de l'air (Pa)

En considérant un système de pore unidirectionnel suivant x , l'expression de la densité de flux devient :

$$Q_d = -D^* \cdot \frac{dp_v}{dx} \quad (39)$$

Où :

Q_d : densité massique du flux ($kg \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$)
 D^* : coefficient de diffusion de vapeur d'eau dans l'air humide ($m^2 \cdot s^{-1}$)
 P_v : pression partielle de la vapeur d'eau (Pa)
 x : distance unitaire suivant l'axe du capillaire (m)

3.4.3 Cinétiques de Séchage

En plus des paramètres environnementaux (température, humidité relative, convection), le séchage au sein d'un matériau poreux dépend de la structure de ce matériau, et notamment de l'interaction solide/liquide/gaz et de l'angle de contact surface solide/liquide. Dans les milieux poreux insaturés, deux notions fondamentales de transport interagissent (Buckingham, 1907):

- La conductivité hydraulique (K , en $m \cdot s^{-1}$), qui exprime la capacité du matériau poreux à laisser circuler un fluide, et correspond à un transport en milieu saturé (Hillel, 1971)
- Les pressions capillaires qui s'ajoutent aux pressions partielles de vapeur d'eau, qui sont fortement dépendantes des angles de contact (et par conséquent des rayons des ménisques) qui fluctuent en fonction de l'arrangement porométrique.

De ce fait, les cinétiques de séchage varient en fonction des forces prédominantes à l'état de saturation concerné. Les mécanismes mis en jeu lors de cette désaturation en eau des roches sont le sujet de nombreuses recherches (Hammecker, et al., 1993, Rousset-Tournier, 2001, Sghaier-Ben Chiekh, 2006). La répartition de l'eau dans un réseau granulaire a pu être observée au cours du drainage. Trois états de distribution de l'eau en fonction des pressions capillaires peuvent être distingués [(Haines, 1927, Ceaglske & Hougen, 1937, Pearse, et al., 1949); Figure 22].

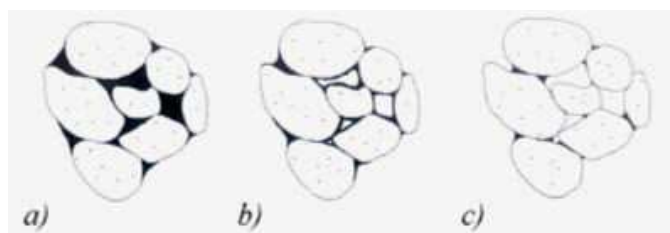


Figure 22 : Distribution de l'eau au cours d'un séchage : a) stade capillaire ; b) stade funiculaire ; c) stade pendulaire (Rousset-Tournier, 2001).

De ces trois états vont ressortir trois cinétiques de séchage :

- La première correspond à l'évaporation des macropores du stade capillaire. Le flux d'évaporation est constant tant que l'eau présente dans ces "pores réservoirs" est suffisante.
- A partir d'une saturation hydrique critique (S_c), le flux d'évaporation décroît progressivement, car l'eau s'évaporant désormais est comprise dans des capillaires de plus en plus fins, où les pressions capillaires vont en s'accroissant. A ce stade funiculaire, un film hydrique persiste sur les parois des macropores, maintenant la continuité hydraulique, mais s'amenuise au cours du temps. La diffusion est désormais le processus de transfert dominant.
- Enfin, lors du stade pendulaire, les pressions capillaires et pression de vapeur se compensent. Seules quelques zones de porosité piégée "par le fluide" s'évaporent encore, mais la cinétique est fortement réduite.

La Figure 23 représente l'évolution de la perte de masse en fonction du temps, pour une surface donnée. Si la vitesse d'évaporation F peut se calculer à partir d'une ordonnée en temps, le passage à une ordonnée en racine carrée du temps est plus efficace pour une mesure du coefficient de diffusion (D^*).

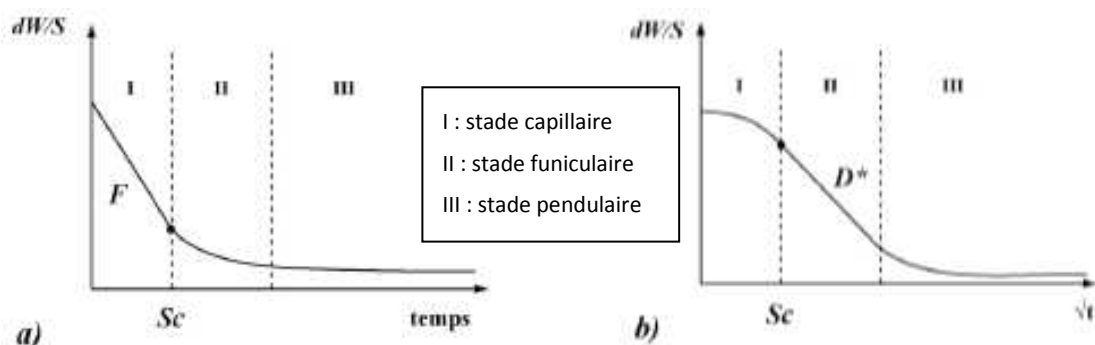


Figure 23 : Caractéristiques du séchage dans les milieux poreux : a) en fonction du temps ; b) en fonction de la racine carrée du temps (Hammecker, et al., 1993). W =teneur en eau, S =surface, F = vitesse d'évaporation, S_c = limite stade capillaire, D^* = coefficient de diffusion.

Les cinétiques, non seulement soumises aux règles de la distribution de taille de pore, sont également fortement influencées par les propriétés hygroscopiques des matériaux. Ainsi, un matériau hydrophobe présentera une phase capillaire plus lente, et des phases funiculaires et pendulaires fortement perturbées voire inexistantes (Figure 24).

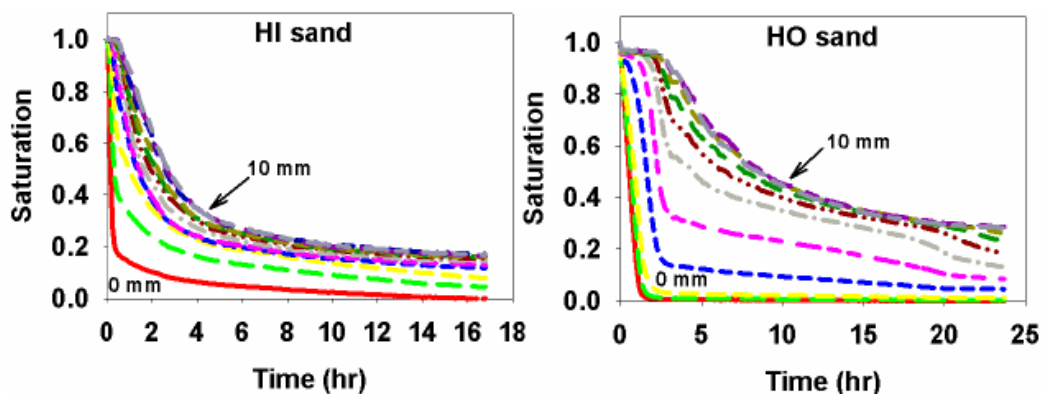


Figure 24 : Influence des propriétés hygroscopiques sur les cinétiques de séchage (Shokri, et al., 2012), en fonction de la granulométrie. A granulométrie identique, un sable hydrophobe sera plus lent à sécher que le même sable hydrophile.

4 L'altération des matériaux inorganiques poreux

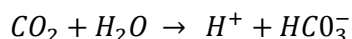
L'altération des matériaux de construction est un processus naturel, progressif et pratiquement impossible à arrêter (Lorusso, et al., 1995). Un ensemble de processus d'origine chimique, physique et biologique, dont nous présentons brièvement les cas principaux ici, entraînent une modification des matériaux, parfois en surface, parfois en profondeur, souvent en entraînant des pertes artistiques ou historiques.

4.1 L'altération d'origine chimique

Les matériaux de construction partagent avec l'atmosphère une importante surface d'échange. Par conséquent, les composés chimiques présents dans l'air peuvent entraîner diverses réactions avec les molécules constitutives des matériaux (Lorusso & Schippa, 1992).

4.1.1 Mise en solution et hydratation

L'eau est un solvant très puissant : si un solide se caractérise par des liaisons très fortes entre les molécules qui le constituent, l'eau est capable par ses propriétés intrinsèques de diminuer fortement ces liaisons sur la surface, et d'en arracher ainsi des molécules constituantes. Celles-ci vont se combiner avec des molécules d'eau permettant un équilibre de la solution. La quantité de molécules du solide mises en solution dépend de l'affinité entre les molécules du solide et celles de l'eau. Ainsi on peut compter pour le quartz (SiO_2) une solubilité de 6 ppm (parties par million), pour la calcite (CaCO_3) une solubilité de 200 ppm, ou encore pour la halite (NaCl) de près de 1000 ppm, et cela dans de l'eau pure (pH=7). Cependant, dans des conditions naturelles, l'eau est en permanence au contact d'espèces telles le dioxyde de carbone qui en augmente l'acidité :



Ainsi, la teneur actuelle de CO_2 dans l'atmosphère étant de 360 ppm, le potentiel hydrogène (pH) normal d'une pluie est de 5,63 (Loits, 2008). A cette acidité, l'eau peut contenir bien davantage de carbonate dissous (Figure 25). La dissolution, quasi-instantanée, concerne alors plus d'un gramme de CaCO_3 par litre d'eau. Dans le cas d'eau stagnante, cela n'entraîne que des dégâts négligeables, mais dans le cas d'eau renouvelée, la dissolution est permanente. De plus, l'altération causée par la dilution dépend également de la surface spécifique du matériau : plus le matériau présentera une surface d'échange carbonate/eau élevée et plus la dissolution sera importante (rapide).

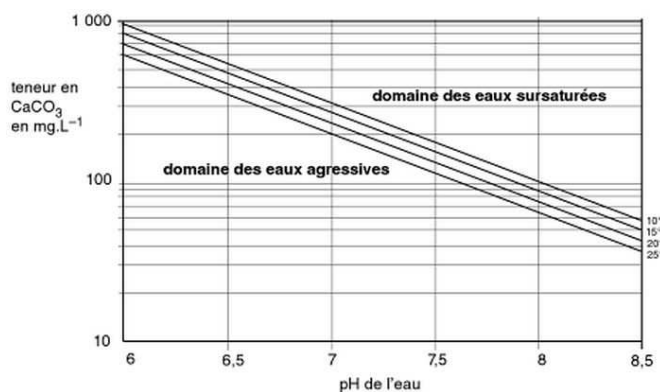


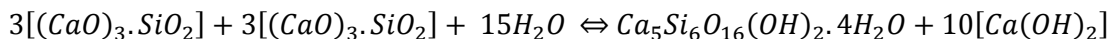
Figure 25 : Equilibre solubilité du CaCO_3 dans l'eau pour différents pH (Roques & Ek, 1973)

Ce type de mise en solution est la principale réaction qui concerne les matériaux du Poitou, essentiellement carbonatés. Cependant, nous pouvons également mentionner :

- L'altération des feldspaths et précipitation associée de kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ argile)
 - o Albite : $2 \text{NaAlSi}_3\text{O}_8 + 2 \text{H}_2\text{O} = \text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 + 4 \text{SiO}_2 + \text{Na}_2\text{O}$
 - o Orthose : $2 \text{KAlSi}_3\text{O}_8 + 2 \text{H}_2\text{O} = \text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 + 4 \text{SiO}_2 + \text{K}_2\text{O}$
 - o Anorthite : $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8 + \text{H}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O} = \text{CaCO}_3 + \text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$
- La dissolution des liants, et notamment :
 - o du plâtre (gypse : $\text{CaSO}_4(\text{H}_2\text{O})_2$) qui présente une solubilité de 2 grammes par litre
 - o de la chaux (hydroxyde de calcium : $\text{Ca}(\text{OH})_2$), qui est sensiblement identique à celle d'une roche carbonatée.

4.1.2 Cas particuliers des bétons

Du fait de leur faible porosité et de leurs composés faiblement solubles, les bétons sont peu altérés par l'eau. L'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ est présent dans les bétons, comme sous produit de la transformation des silicates bicalciques (C2S) et tricalciques (C3S) en tobermorite :



Cette chaux hydratée peut être dissoute par l'eau qui s'infiltré dans les microfissures du matériau, et ressortir en surface sous forme de calcite après évaporation. Cette réaction est combinée à la carbonatation de cette même chaux hydratée par le dioxyde de carbone qui pénètre également dans le matériau. Cette réaction de carbonatation entraîne une chute du pH dans le matériau, passant de 12 à 8, sans nuire aux propriétés mécaniques du matériau (parfois même en les améliorant ; (Houston, 1994)).

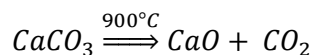
Ces réactions ont également lieu dans un béton armé. Or, dans un matériau de ce type, un fin film d'oxydes de magnétite (Fe_3O_4) et de maghémite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (Noda, et al., 1990), appelé film passif. A pH élevé, la progression de ce film est très lente, de l'ordre de quelques microns par an (Rosenberg, et al., 1989). Lors de la chute du pH due à la carbonatation, ce film d'oxydes n'est plus stable, et la corrosion s'accélère fortement (Tuutti, 1982). Les oxydes à ce pH réagissent avec l'eau interstitielle (Chitty, et al., 2005), en s'altérant en oxyhydroxydes (type Goethite, $\text{FeO}(\text{OH})$) puis en hydroxydes ($\text{Fe}(\text{OH})_3$, peu stables, qui se transforment spontanément en hématite hydratée $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). Ces différentes phases hydratées sont très expansives et entraînent une surpression, causant une fissuration et une désolidarisation du béton (Nasser, 2010), favorisant l'apport d'air et d'eau au sein de matériau, encourageant la corrosion.

4.1.3 Cas particuliers des briques

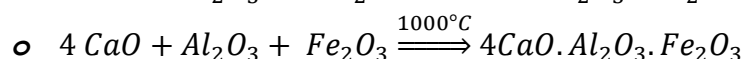
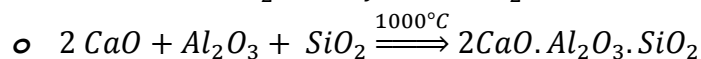
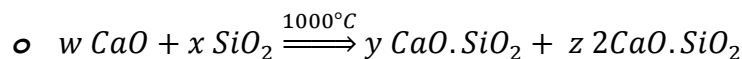
Il existe une variété importante de briques, suivant les modes de fabrication et la composition initiale du matériau. Les briques en matériau cru, de terre compactée (BTC), les briques végétales ou encore les briques de ciment ou de mâchefer sont des matériaux présentant des propriétés et qualités spécifiques mais qui sont utilisés également pour des marchés spécifiques. La brique traditionnelle en terre cuite est largement plus utilisée pour ses propriétés de résistance à la

compression, d'isolation et durabilité. Cette dernière est normalement fabriquée à partir d'une matrice argileuse qui chauffée à plus de 1050 °C. L'objectif de la cuisson est de favoriser certaines réactions amenant à des composés durables faiblement réactifs à l'eau. Notons en particulier :

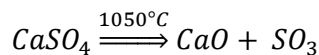
- A 900 °C : transformation de décarbonatation de la calcite en chaux vive :



- A 1000 °C : combinaison de la chaux vive avec le quartz, l'alumine et l'hématite pour former différents composés (wollastonite, bélite, géhlénite, brownmillénite)



- A 1050 °C : transformation du gypse déshydraté (anhydrite) en chaux vive



Or, il arrive fréquemment que la cuisson n'ait pas atteint cette température de 1050°C suffisamment longtemps. La présence résiduelle de gypse déshydraté (CaSO₄) ou de chaux vive (CaO) est alors possible. Ceux-ci vont pouvoir s'hydrater en présence d'eau, et créer des tensions internes dans la brique, causant son éclatement. Une autre origine possible du gypse est une infiltration dans la brique (par l'intermédiaire du mortier de jointement) d'eau pluviale contenant de l'acide sulfurique (H₂SO₄).

4.2 L'altération d'origine physique

4.2.1 La thermoclasticité

La pression, le volume et la température d'une phase sont intimement liés. Dans le cas de certains gaz, la relation entre ces paramètres est simple ($PV=nR_{GP}T$ pour les gaz parfaits). Dans les phases liquides et solides, les relations sont plus complexes mais dans tous les cas, à pression constante, l'augmentation de la température entraîne une augmentation du volume. Dans les milieux poreux, où plusieurs phases cohabitent, chaque phase va se contracter ou se dilater dans une proportion qui lui est propre, entraînant localement des tensions entre les composants (Mertz, et al., 2012). Ces tensions vont être d'autant plus importantes que les variations de température sont grandes, et d'autant plus régulières que les cycles de température sont rapprochés. Au cours du temps, ces tensions vont entraîner une désolidarisation entre les grains de nature différente, et altérer ainsi le matériau. Il est par ailleurs connu que la dilatation est anisotrope, dépendant de l'orientation des cristaux (Rozenholt & Smith, 1949). Ainsi, une dilatation différentielle peut avoir lieu entre deux grains voisins de même composition, mais orientés différemment (Figure 26).

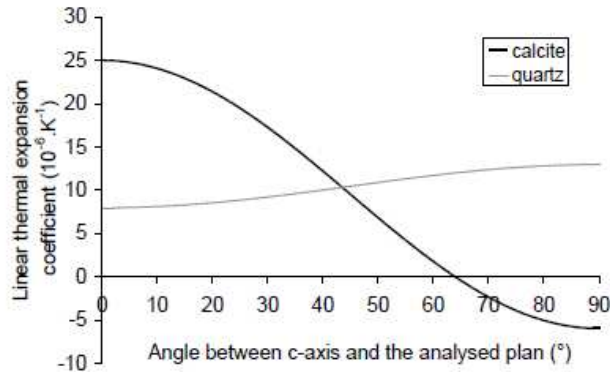


Figure 26 : Comparatif de l'évolution du coefficient de dilatation thermique en fonction de l'angle d'analyse entre la calcite et le quartz (Mertz, et al., 2012)

4.2.2 La dilatation hydrique et cryoclastie

La dilatation hydrique est causée par la teneur en argile gonflante des matériaux. Certaines matrices argileuses (smectite, bentonite) peuvent en effet présenter des propriétés de retrait-gonflement très importantes. Les variations de volume, gonflement en présence d'eau, de la matrice peut dépasser les 100% du volume initial. Les propriétés de gonflement des matrices argileuse est en général associé à la quantité de minéral gonflant, smectite ou interstartifiés, qui les constituent. Néanmoins les variations de volume dues à l'hydratation ainsi que les pressions de gonflement associées sont essentiellement gouvernées par le « piégeage » de l'eau inter-particules et les réarrangements microstructuraux. Même pour de faibles proportions de minéraux argileux au sein d'un matériau, les augmentations ponctuelles de volume et les pressions de gonflement associées peuvent endommager les matériaux de construction (Hames, et al., 1987).

De même que pour la dilatation thermique, la dilatation hydrique entraîne des microfissures et une altération d'autant plus grande que les cycles hydratation/séchage sont fréquents.

Même en l'absence d'argiles gonflantes, l'eau peut entraîner des tensions importantes lorsque la température devient suffisamment basse pour sa cristallisation. D'après Saad (Saad, 2011), ces tensions sont engendrées par :

- L'expansion volumique de 9% lors de la transformation eau-glace (Prick, 1997);
- Les relations d'interface complexes entre l'eau adsorbée (qui ne peut pas geler), les surfaces du matériau et les surfaces de la glace (Remy, et al., 1994);
- Les pressions hydrauliques entraînées par la croissance des cristaux de glace (Thomachot, 2002).

Ces différents endommagements causés par la gélivation sont regroupés dans le terme cryoclastie, c'est à dire altération par le froid.

4.2.3 L'usure par charges mécaniques

L'usure des matériaux par charge mécanique est due à la structure du bâtiment. Si la contrainte mécanique est supérieure à la résistance à la compression du matériau, ce dernier peut se fissurer, voire même rompre (Rautureau, 2001). Les causes de ce type d'endommagement, outre un défaut de structure initiale dont les conséquences sont immédiates, sont un mauvais remplissage des joints

de mortier, l'utilisation d'un mortier inadéquat, ou une perte de résistance du matériau suite à son altération ou sa teneur en eau (Mamillan, 2003).

4.3 L'altération d'origine biologique

Globalement, les organismes biologiques attaquent davantage les matériaux organiques que les matériaux inorganiques. Cela peut s'avérer redoutable sur les ossatures en bois, les charpentes ou encore les planchers. Cependant, même si l'action des organismes biologiques n'est pas directement orientée vers les matériaux inorganiques, elle peut à terme entraîner une altération importante de ceux-ci.

4.3.1 Action mécanique

La plupart des organismes pluricellulaires, tels que les mousses, les champignons, les lichens ou les algues, peuvent s'installer en surface des matériaux inorganiques poreux, si les teneurs en eau et l'intensité lumineuse sont suffisantes. Les mécanismes opèrent de manière superficielle, mais suffisante pour altérer grandement les peintures murales existantes. Cette altération peut être d'origine chimique, c'est-à-dire absorption de sels minéraux par les organismes biologiques et création d'un déséquilibre chimique permanent et accélérant la mise en solution des constituants minéralogiques. Elle peut également entraîner des tensions superficielles par la poussée racinaire ou de leurs thalles (Seaward, 1997). De plus, ces organismes entretiennent un certain degré d'humidité dans les maçonneries et favorisent le développement bactérien.

La poussée racinaire est plus importante pour les organismes biologiques supérieurs, tels que les arbres ou le lierre qui peuvent s'installer dans les joints où le mortier est parti, ou encore sur les toitures. Ceci n'est possible qu'en présence de microsols mis en place par le vent ou par d'autres microorganismes primaires préexistants. Les racines peuvent s'ancrer dans la maçonnerie et la désolidariser complètement, causant des dégâts structurels très importants.

4.3.2 Action chimique

La présence d'organismes biologiques illustre à la fois la présence d'eau et de nutriments, indispensables au développement des êtres vivants. Ces nutriments proviennent soit d'espèces dissoutes (pour les organismes autotrophes, telles les algues, les mousses et de nombreuses bactéries), soit d'autres organismes (pour les organismes hétérotrophes, telles les mousses et les lichens). Lors de leur croissance, ces organismes vont puiser dans l'eau leurs nutriments, créant ainsi un déséquilibre chimique entre l'eau et les phases minéralogiques proches. Pour revenir à l'équilibre, la dissolution des minéraux va continuer, permettant un approvisionnement constant des microorganismes.

Tout métabolisme présente des rejets, dont certains sont très agressifs pour les matériaux. Ainsi, l'acide oxalique libéré par certaines bactéries attaque directement les carbonates, pour former des oxalates, colorant par la même occasion la pierre ou le mortier d'une couleur ocre (Bromblet, et al., 2002).

4.3.3 Cas particulier des basidiomycètes

Les basidiomycètes sont des champignons, dont l'action se concentre sur les matériaux contenant de la cellulose, comme le bois et le papier pour les problématiques liées aux archives. La plus connue est la mэрule, qui consomme la structure interne du matériau, la lignine, et reste invisible tant que les ressources sont disponibles. Les dégâts sont conséquents : une perte de 5% de la masse de bois entraîne une perte de 30 % de la résistance à la flexion. Lorsque les ressources dans le bois sont épuisées, les basidiomycètes s'étalent sur la surface du matériau et y créent leurs appareils reproducteurs, libérant dans l'atmosphère des milliers de spores qui coloniseront d'autres matériaux organiques. En ce qui concerne les matériaux inorganiques poreux, les basidiomycètes ne présentent aucune agressivité envers ce type de matériau, mais ils peuvent les traverser, quelle que soit l'épaisseur, pour aller coloniser d'autres matériaux organiques de l'autre côté de la cloison. La taille des pores du matériau permettant cette communication est cependant méconnue.

4.4 Altération par d'autres facteurs

4.4.1 Pression de cristallisation des sels

Lors de l'évaporation de l'eau dans la porosité, les sels dissous cristallisent. Cette cristallisation se fait préférentiellement dans l'espace poreux, où les contraintes sont minimales, et au contact permanent de la phase liquide interstitielle sursaturée, nécessaire pour la croissance cristalline. Plusieurs recherches ont mené à la conclusion que cette croissance se fait également sous pression, dans le sens de la contrainte. Ainsi, dans un pore, le cristal en formation croît à l'intérieur du pore jusqu'aux parois, où il va continuer à croître en exerçant une pression sur les parois du pore [(Scherer, 1999), (Scherer, 2004)]. Cette pression entraînera une altération micrométrique, et, suivant la quantité de sels présents qui est fonction de la fréquence des cycles cristallisation/dissolution, elle peut induire des altérations importantes. La pression de cristallisation telle que décrite par Correns (Correns, 1949) est aujourd'hui controversée, certains travaux la corrigeant (Flatt, et al., 2007) ou la contredisant (Desarnaud, 2010). Même si les mécanismes impliqués dans la détérioration des matériaux inorganiques poreux par les sels font encore l'objet de recherches, il n'en est pas moins vrai que les sels en surface peuvent recouvrir des peintures murales, et nuire à la lecture des sites historiques.

4.4.2 Compatibilité des matériaux

Dans une maçonnerie correctement montée, le mortier devrait être plus perméable que les pierres de taille. Ce système constructif assure le drainage de l'eau et évite la rétention excessive d'humidité dans les pierres de toute humidité, qui peut le cas échéant entraîner de multiples formes d'altération. Au XX^{ème} siècle, suite à l'invention du ciment Portland, les mortiers à la chaux furent remplacés lors des restaurations par des mortiers moins perméables, à base de ciments ou de chaux fortement hydrauliques. Ceci a souvent entraîné une altération accélérée des pierres de taille, montrant des joints très résistants et saillants.

D'autre part, ce même problème de « compatibilité » s'observe dans le cas de roches à perméabilités différentes. Lorsque des pierres sont remplacées dans une maçonnerie, l'idéal est de la remplacer par une pierre identique au reste de la maçonnerie. Or, trouver une roche identique

autant d'un point de vue esthétique que d'un point de vue pétrophysique est aujourd'hui difficile, les carrières d'origine étant généralement fermées ou épuisées. C'est pourquoi des pierres présentant des perméabilités plus faibles sont régulièrement mises en place, entraînant une nouvelle fois un mauvais drainage et une usure inhabituelle des pierres originelles contigües. A l'inverse, un matériau de remplacement présentant une perméabilité plus forte s'altérera plus rapidement que les pierres originelles.

4.4.3 Pollution environnementale et changement climatique

La pollution atmosphérique, qu'elle soit d'origine naturelle (volcan, incendies) ou plus fréquemment d'origine humaine (gaz d'échappement, industrie), apporte en quantité non négligeable des agents chimiques en proportions suffisantes pour dégrader les matériaux sur le long terme. Lorusso, mariabelli et viviano dans leur ouvrage (Lorusso, et al., 1995) recensent les principaux polluants en fonction des matériaux à conserver.

Matériaux	Types de dommage	Principaux polluants	Facteurs de risques environnementaux
Métaux en extérieur	Corrosion, salissures,	Gaz acides, principales SO _x , matériaux particulaires	Humidité, sels solubles, précipitations atmosphériques
Matériau pierreux et briques en extérieur	Erosion superficielle, salissures	Gaz acides (principalement SO _x , matériaux particulaires	Humidité, précipitation atmosphériques, chocs thermiques, vibrations, agents biologiques
Peintures murales en intérieur	Erosion superficielle, salissures, décolorations,	Gaz acides (principalement SO _x), CO ₂ , matériaux particulaires	Humidité, sels solubles, chocs thermiques, vibrations, agents biologiques
Matériaux celluloseux et tissus	Fragilisation, palissement, changement des couleurs, salissures	SO _x , NO _x , O ₃ , matériaux particulaires	Humidité, lumière solaire, contrainte mécaniques, agents biologiques
Cuir	Fragilisation, décoloration, salissures, effritement superficiel	So _x , No _x , O ₃ , matériaux particulaires	Humidité, lumière solaire,

Tableau 4 : Récapitulatif des polluants atmosphériques et dommages des matériaux de conservation (Lorusso, et al., 1995)

Les études sur le changement climatique, notamment en région parisienne, montrent une globale diminution des principaux polluants, mis à part le CO₂ (Sabbioni, et al., 2007). L'actuel changement climatique, entraînant sur le territoire européen une claire diminution des précipitations et, en France, des cycles de gel-dégel, facilite de ces points de vue la conservation des monuments. En revanche, il entraîne une forte augmentation du nombre de cycles de cristallisation des sels dans toute l'Europe, avec l'influence controversée décrite en partie 4.4.1 page 44 .

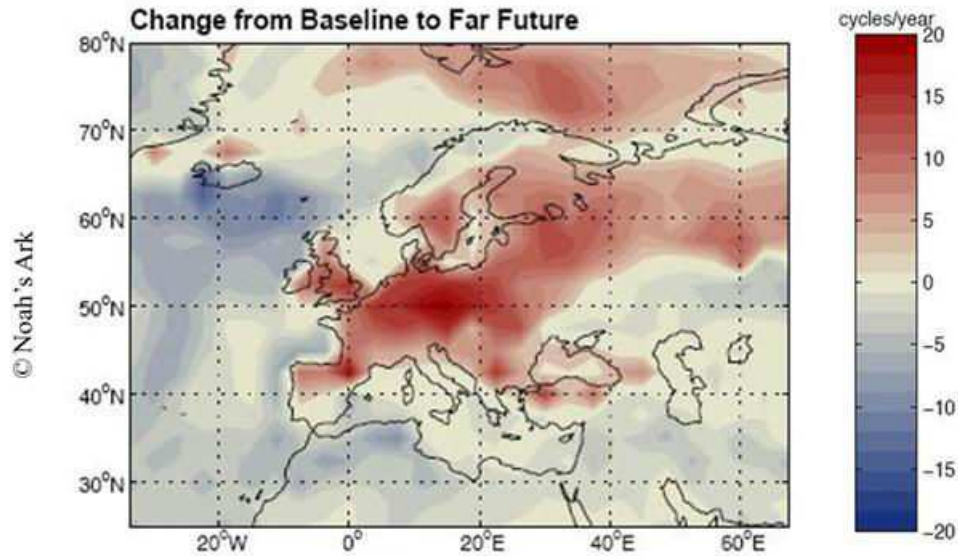


Figure 27 : Augmentation du nombre de cycles de cristallisations (Sabbioni, et al., 2007)

Conclusion partielle

Les milieux inorganiques poreux sont sujets d'importants transferts d'ordre hydrique et thermique. Ces transferts sont complexes, mettant en jeu à la fois des mécanismes habituels (conduction, diffusion) et d'autres qui lui sont propres (pression et remontées capillaires, condensation capillaire, changement d'état). Seule une connaissance précise de la microstructure et de la composition minéralogique peut permettre une explication complète des mécanismes de transferts. L'étude de ces transferts est d'autant plus importante que les variations de teneur en eau et de température sont les principaux vecteurs de dégradations des matériaux, qu'elles soient de nature biologique, physique ou chimique.

Partie 2 : Caractérisation des Matériaux Inorganiques Poreux

5 Contexte Géologique

5.1 Contexte régional du seuil du Poitou

Les deux sites expérimentaux mis à disposition par la Direction Régionale des Affaires Culturelles (DRAC) Poitou-Charentes sont situés sur le seuil du Poitou, une entité géologique localisée entre les deux massifs affleurant héritiers du massif hercynien (massifs armoricain et central), qui constituent son socle. Il se différencie de ces massifs par une transgression sur cette zone lors du jurassique moyen (de -180 à -154 millions d'années), entraînant la jonction des bassins de dépôt sédimentaires aquitain et parisien à cette époque (Figure 28).

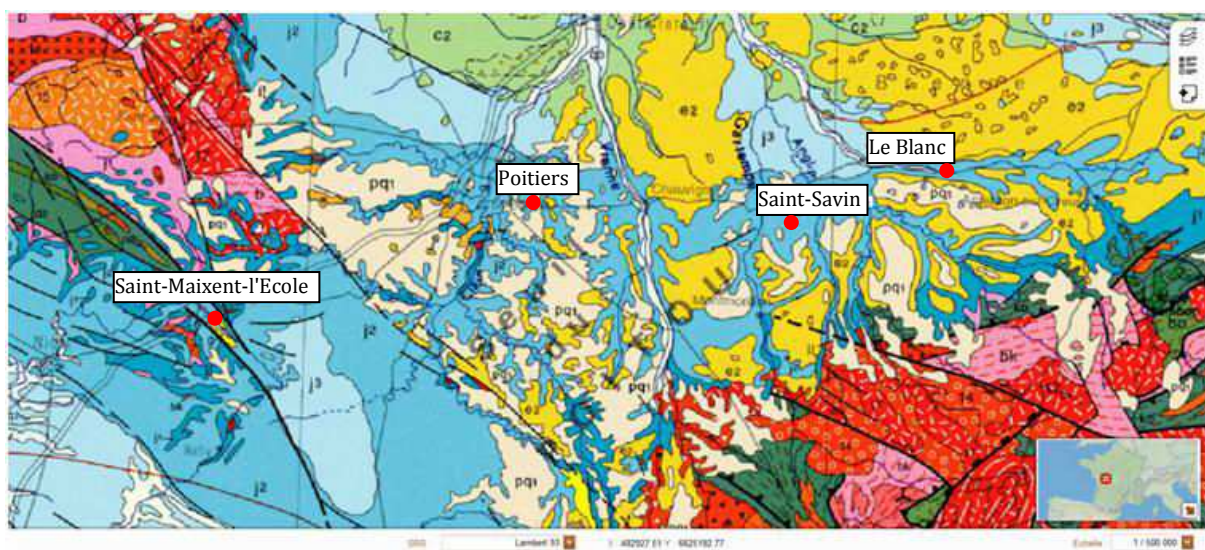


Figure 28: Carte géologique du seuil du Poitou, carte au 1/1 000 000° (Infoterre)

De fait, la quasi-totalité des pierres de construction utilisées dans cette région sont des calcaires jurassiques. De cette unité apparente ressort une très grande variété de roches calcaires. Huit roches calcaires susceptibles de correspondre aux différents monuments régionaux et caractéristiques des principaux « facies sédimentaires » régionaux ont été échantillonnées dans différentes carrières (Figure 29).

A la carrière de Bonillet (BON) située dans la vallée du Clain, au Nord de Poitiers. La pierre dite de « Bonillet clair » est un calcaire oolithique à grains ronds et fins, montrant un pointillé gris beige sur fond crème unie, déposé au Jurassique (Callovien).

A la carrière de Brétigny (BRE), à côté de Chauvigny. Le banc de Brétigny d'où est extrait ce faciès présente une puissance de 4 mètres, et est un calcaire oolithique à gros grain, très dur. Il appartient aux formations du Jurassique moyen, au Bathonien.

A la carrière du Breuil (BRL), située sur la commune de Saint-Aigny (36). Le banc échantillonné mesure au moins 5 mètres d'épaisseur, et est décrit comme un calcaire graveleux et pseudo-oolithique du Berry (Ministère des travaux Publics, 1890).

A Chasseneuil-du-Poitou (CHA), à proximité de la carrière fermée de Migné-Les-Ourdines. Les études locales parlent d'un calcaire blanc crayeux à oolithique, datant du Callovien (Jurassique moyen). L'échantillonnage correspond au banc dit royal ou marbrier.

Dans la commune de Lavoux (LAV) où l'on ne recense aujourd'hui plus qu'une seule carrière en activité. La pierre de Lavoux est décrite comme étant un calcaire oolithique, blanc jaunâtre, à grain fin, semé de points cristallins, quelquefois un peu coquillier (terrain Jurassique, oolithe moyenne) (Noël, 1970). Trois matériaux y sont extraits, dont le faciès "Lavoux à grain", auquel notre échantillon s'apparente.

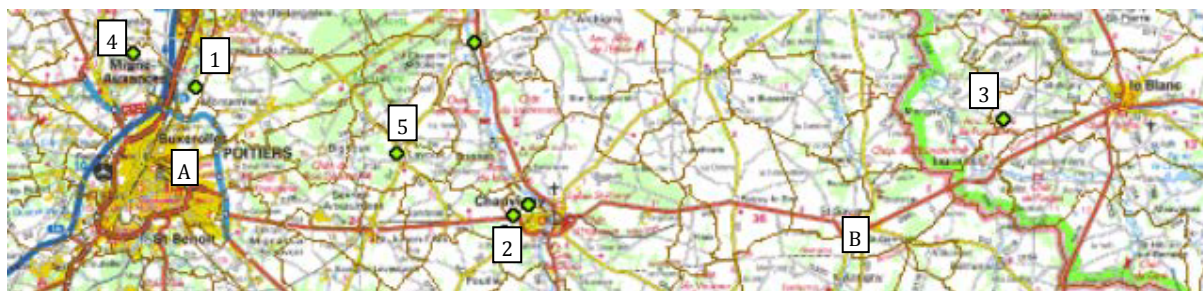


Figure 29 : Plan de situation de la vallée du Clain. 1: BON; 2: BRE; 3: BRL; 4: CHA; 5 : LAV; A: Hypogée; B: Saint-Savin-sur-Gartempe

Dans le but d'obtenir d'autres roches sédimentaires, les échantillons suivants ont été prélevés dans la carrière du Ricou, au Sud de Saint-Maixent-l'École (79). Cette carrière présente un front de taille sur une quinzaine de mètres qui a permis de prélever dans le Sinémurien (Jurassique inférieur) : les calcaires lithographiques (RLH, 5,50 m d'épaisseur), les calcaires oolithiques sublithographiques (RLI, 2 mètres d'épaisseur) et des calcaires dolomitiques d'aspect saccharoïde (RSA, 6 mètres d'épaisseur).

5.2 Contexte de la vallée de Saumur

Deux autres roches ont été utilisées afin de valider la méthode. Il s'agit de deux roches détritiques terrigènes connues et bien caractérisées, très utilisées comme pierre de construction.

La première a été prélevée à Saumur. Elle se situe également au pied du Massif Armoricaire, côté Bassin Parisien (Figure 30). Ce dernier, a connu des transgressions tardives durant le Crétacé, d'où les dépôts crayeux en eau calme et sous faible charge donnant naissance au faciès dit de tuffeau (TUF). L'érosion du massif armoricaire a complété la composition actuelle de cette roche, dans laquelle on identifie différentes formes de silice, de la glauconie, des micas, de l'opale et un cortège peu développé de minéraux argileux..

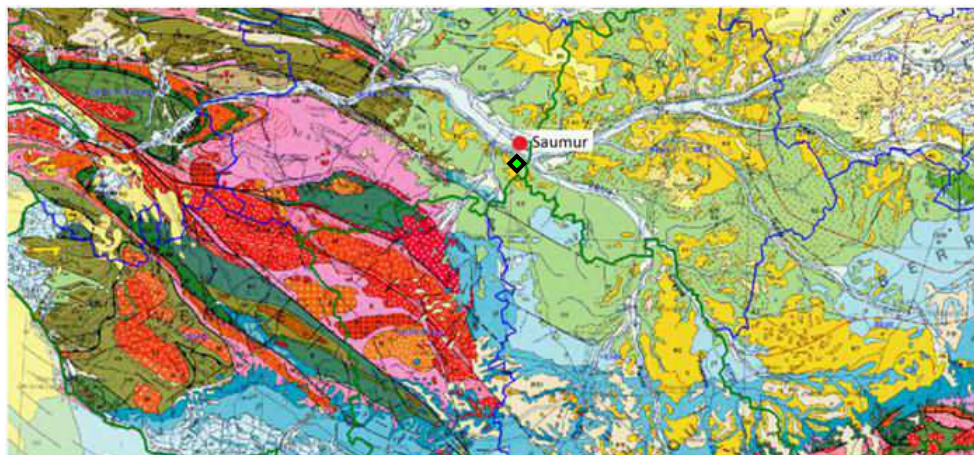


Figure 30 : Contexte géologique du tuffeau de Saumur, carte au 1/1 000 000^e (Infoterre)

La seconde roche, prélevée à Fontainebleau, est un grès (GRE) réputé pour sa finesse et sa pureté minéralogique (Figure 31). Exclusivement constitué de grains de quartz iso granulaires (300 μm), ce sable est apporté par les cours d'eau lors de l'éocène et résulte de la régression de l'océan dans le bassin parisien (Bartonien, -37 millions d'années) a été consolidé lors d'une faible diagenèse due aux dépôts postérieurs (marais, faibles transgressions) puis par cimentations successives.



Figure 31: Contexte géologique du grès de fontainebleau, carte au 1/1 000 000^e (Infoterre)

6 Caractérisation de la phase solide

La caractérisation d'un milieu poreux commence par la caractérisation de ses différentes phases. S'il s'agit d'un mélange solide-liquide-gaz, plusieurs solides peuvent coexister, dont la cristalochimie ainsi que l'agencement des phases entre elles vont être déterminantes dans les transferts. Plusieurs méthodes permettent d'observer, de qualifier et de quantifier ces différents paramètres de transfert. D'un point de vue purement physique, une mesure de la densité « réelle » de cette phase solide permet d'en quantifier ses proportions au sein du matériau.

6.1 Matériel et Méthodes

L'étude pétrographique des différentes roches s'appuie essentiellement sur 3 méthodes : l'observation en microscopie optique, l'observation au microscope électronique et la diffraction de rayons X. Les résultats permettent dans un premier temps d'identifier les différentes roches dans les classifications utilisées pour les roches sédimentaires.

6.1.1 Observations en microscopie optique

Il y a beaucoup à apprendre d'une roche par une simple observation, macroscopique dans un premier temps, puis microscopique. Par microscope optique, il faut comprendre microscope optique polarisant, qui diffère d'un microscope classique par l'adjonction de deux dispositifs de polarisation, appelés dispositifs de Nicols : le polariseur, placé entre la source lumineuse et l'échantillon fixe, et l'analyseur (plan de polarisation perpendiculaire à celui du polariseur), amovible qui est placé entre l'échantillon et l'oculaire (Figure 32). Ces dispositifs de polarisation permettent d'identifier les différents minéraux en fonction de leurs propriétés optiques (réfringence et teinte de biréfringence) et cristallographiques (formes, clivages, macles; (Roubault, 1963))

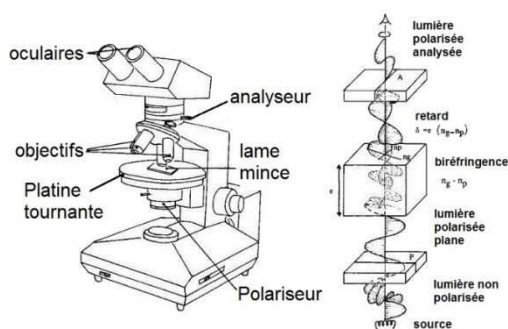


Figure 32 : Principe de fonctionnement d'un microscope optique polarisant

Les observations au microscope optique sur lames minces sont limitées à une définition de l'ordre de 5-10 μm . Elles permettent d'observer une organisation texturale en 2D de la roche sur le plan de la lame mince. Si elles permettent de reconnaître la plupart des minéraux, certaines phases du fait de leurs trop petites tailles comme les sphères d'opale dans le tuffeau sont difficiles à discerner. Le microscope électronique à balayage (MEB) permet de « zoomer », d'observer et identifier les phases à fort grossissement et également d'appréhender l'organisation tridimensionnelle de la roche, sur des cassures sèches. La limite de définition est inférieure au micromètre. Le système de microanalyse couplé au MEB permet d'effectuer des microanalyses chimiques des phases sur les lames minces. Sur des blocs de roche.

6.1.2 Observations en microscopie électronique à balayage

Un microscope électronique est un équipement d'analyse d'un échantillon suite au bombardement de la surface par un faisceau d'électrons dits primaires. Lors de la rencontre avec le solide, les électrons primaires interagissent avec les électrons du solide bombardé, apportant de multiples informations sur les propriétés du matériau : topographie, composition chimique locale, cristallographie, potentiel électrique, champ magnétique local...

Deux grands types d'interactions peuvent être distingués [Figure 33; (Goldstein, et al., 2003)]:

- Les interactions élastiques : l'électron bombardé (léger) « rebondit » sur le champ électrique de l'atome, ne transférant que peu d'énergie. Sa vitesse ne change pas sensiblement en valeur mais seulement en direction. C'est le cas des électrons rétrodiffusés.
- Les interactions inélastiques : elles s'accompagnent d'un transfert d'énergie entre le faisceau d'électrons et les atomes du solide bombardé. Ceci donne lieu à un grand nombre de produits générés, suivant la quantité d'énergie transférée : électrons (secondaires, Auger), rayons X, rayonnements électromagnétiques de grande longueur d'onde (infrarouge, visible, ultraviolet), ...

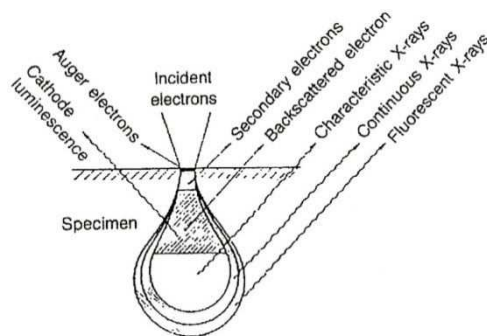


Figure 33 : Schéma récapitulatif des interactions causées par un faisceau électronique incident sur un échantillon de matière.

Parmi toutes ces interactions utilisables, les électrons secondaires seront les seuls observés ici. Ils proviennent de l'excitation d'électrons peu liés aux atomes du solide, par les électrons primaires. En conséquence, leur énergie est très faible (entre 0 et quelques dizaines d'eV), ce qui ne permet pas un grand déplacement dans la matière. En conséquence, seuls les électrons secondaires émis sous quelques nanomètres de la surface pourront être récupérés et analysés. Cette caractéristique permet de visualiser la surface de l'échantillon avec une très grande résolution.

L'utilisation en électrons secondaires est essentiellement utilisée sur des micro-blocs (quelques mm^3) pour observer de manière précise les arrangements des grains les uns par rapport aux autres et la porosité. Le microscope électronique à balayage utilisé est un MEB JEOL 5600LV, avec une tension d'accélération de 15 kV et un ampérage de 1nA.

6.1.3 Diffraction par rayons X

De même qu'avec un faisceau électronique, un faisceau de rayons X réagit avec la matière qu'il rencontre, de manière élastique (sans perte d'énergie) et inélastique. L'interaction élastique, appelée diffusion Rayleigh, se traduit par une réémission d'ondes électromagnétiques de même fréquence en chaque atome, et ce dans toutes les directions de l'espace (Figure 34). Or, la longueur d'onde des rayons X étant de l'ordre de grandeur des distances interatomiques (quelques angströms), les interférences des rayons diffusés peuvent s'ajouter (interférences constructives) soit s'annuler (interférences destructives). Selon la direction de l'espace, un flux important de photons X, ou au contraire très faible, peut être produit ; ces variations selon les directions forment le phénomène de diffraction. On parle de diffraction des rayons X.

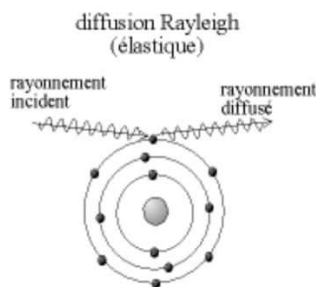


Figure 34 : Diffraction des rayons X

Les prix Nobel de physique de 1914 et 1915 (M. Von Laue et MM. Bragg père et fils) ont prouvé que, pour les phases cristallisées, les directions pour lesquelles les interférences sont constructives sont propres à chaque phase. Par conséquent, en faisant varier la position du détecteur, il est possible d'obtenir une carte d'identité d'une espèce minérale spécifique. Celle-ci se présente sous la forme d'une courbe, appelée diffractogramme, représentant l'intensité des rayons X perçus par le compteur (en nombre de coups) en fonction de l'angle rayon incident – rayon mesuré (2θ).

Deux types de préparations sont couramment utilisés :

- Les poudres désorientées qui permettent de visualiser l'ensemble des réflexions (hkl) et d'identifier l'ensemble des minéraux.
- Les lames orientées spécifiques à l'identification des minéraux argileux. Ces préparations favorisent les réflexions sur les plans (001) et (002),

Pour ce travail, Le diffractomètre utilisé est un Bruker D8 advance, équipé d'une anticathode de cuivre ($\lambda_{CuK\alpha} = 1,5418\text{\AA}$). La tension et le courant sont de 40 KV et 40 mA respectivement. Les données ont été traitées à l'aide du logiciel EVA. Les préparations de poudres ont été confectionnées après broyage à 63 μm). L'identification des phyllosilicates a été faite sur lames orientées confectionnées à partir de la fraction infra 2 μm .

6.1.4 Classifications des roches sédimentaires

Les roches sédimentaires présentent des caractéristiques très différentes, dues non seulement à leur minéralogie (source et dégradation des sédiments), mais également aux conditions de transport, de dépôt, et de diagénèse. Du fait de la grande variété de roches, une classification à la fois efficace et exhaustive est complexe et se réfère à de nombreux auteurs. Les classifications présentées ici ne concernent que les roches carbonatées et sont les classifications les plus répandues et admises pour ces roches (Folk et Dunham).

Classement des roches carbonatées selon Folk (1959)

Le classement de Folk (Folk, 1959) se base exclusivement sur la composition des roches carbonatées. La calcite se présente en effet sous de nombreuses formes en fonction de son origine, de son dépôt et de sa diagénèse. Folk parle d'allochems pour identifier tout élément figuré dans le matériau, qui est identifiable et opposable au ciment calcitique, mais de composition chimique identique. Ces principaux allochems sont (tableau 5):

- Les intraclastes : ce sont des fragments (reliques) de la roche primaire antérieure à la formation de la roche sédimentaire actuelle.

- Les ooïdes : ce sont des concrétions calcaires cristallisées autour d'une impureté d'origine biologique ou minérale, et qui l'entoure de manière plus ou moins sphérique en fonction des conditions énergétiques du dépôt et de la diagénèse,
- Les bioclastes : ce sont les restes des squelettes ou tests d'organismes biologiques,
- Les pelloïdes : ce sont des particules ovoïdes de dimensions comprises entre 100 µm et 2mm et ne présentant aucune structure (uniquement composée de matrice). Elles peuvent avoir des origines diverses (déjections, algues, intraclaste de micrite, etc...).

Une cinquième catégorie, proche des ooïdes, est constituée de concrétions d'algues autour d'un nucléus, en alternance avec des concrétions argilo-calcaires. Cette catégorie assez rare n'est pas mentionnée par Folk.

Un autre critère de classification concerne le liant qui consolide ces allochems entre eux. On parlera de micrite s'il s'agit d'une boue carbonatée (absence de phase cristalline observable) et de sparite s'il s'agit d'un ciment calcitique (calcite bien cristallisée). La différenciation entre micrite et sparite est de l'ordre de 5 µm.

			> 10% d'allochems		< 10% d'allochems		récifs en place
			Sparite>micrite	Micrite>sparite	1 à 10 %	< 1%	
> 25% d'intraclastes			Intrasparite	Intramicrite	Micrite à intraclastes	Micrite ou dismicrite (si présence de sparite)	biolithite
< 25% intraclastes	> 25% ooïdes		Oosparite	Oomicrite	Micrite à ooïdes		
	Rapport Bioclastes sur pellets (B/p)	> 3/1	Biosparite	Biomicrite	Micrite bioclastique		
		3/1 à 1/3	Biopelsparite	Biopelmicrite	Micrite à pellets		
	< 1/3	Pelsparite	pelmicrite				

tableau 5: Classement des roches carbonatées d'après Folk

Classement des roches carbonatées selon Dunham (1962)

Le classement de Dunham (Dunham, 1962) se concentre sur les différences morphologiques entre les matériaux. S'il oppose toujours la matrice et les éléments figurés, le classement ne porte plus sur la nature de ces derniers mais sur leur quantité. Par conséquent, cette classification porte uniquement sur le ratio élément figuré/liant (Figure 35).

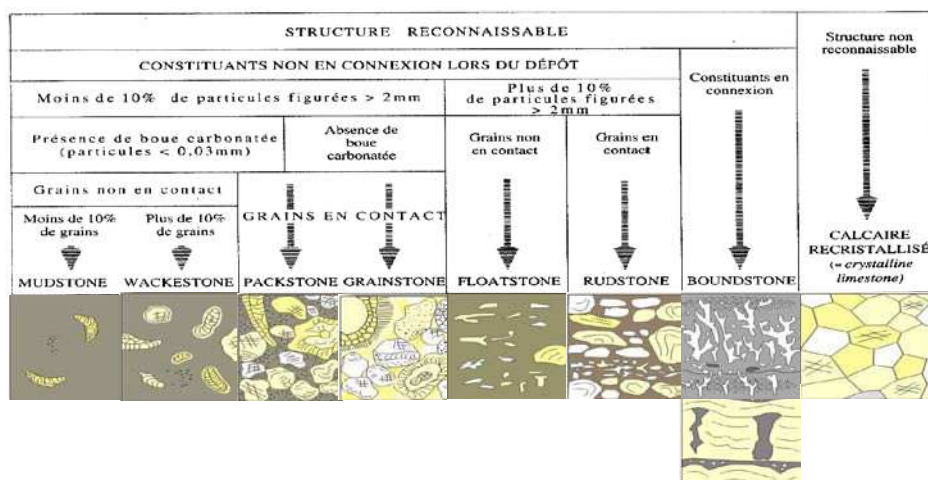


Figure 35 : Classification de Dunham

6.2 Résultats

6.2.1 Pierre de Bonnillet (BON)

D'un point de vue macroscopique, la pierre de Bonnillet (BON) présente une couleur crème, pointillée de gris et de beige conformément à la description du BRGM (Figure 36). A l'œil nu, aucun litage n'est visible. Les observations microscopiques montrent qu'il s'agit d'un calcaire oolithique (oolithes de 100 μm de diamètre environ) à ciment essentiellement sparitique (Figure 36 à Figure 39).

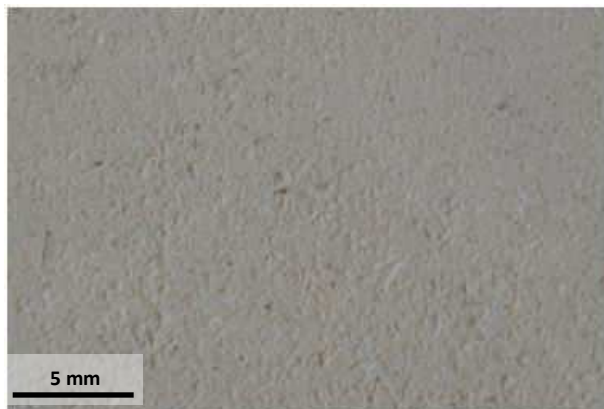


Figure 36 : Calcaire de Bonnillet (BON), photographie macroscopique, surface sciée

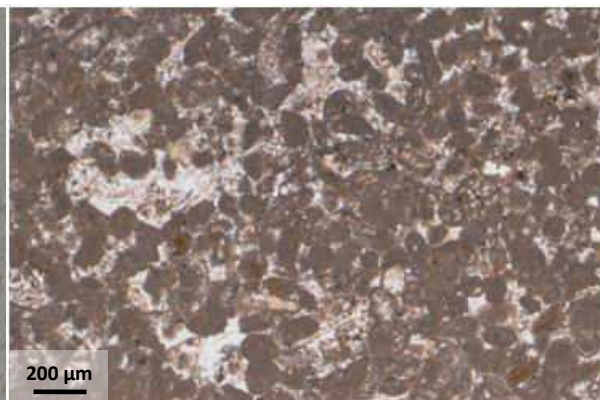


Figure 37 : Calcaire de Bonnillet (BON), microscope optique, lumière polarisée, oolithes et ciment sparitique

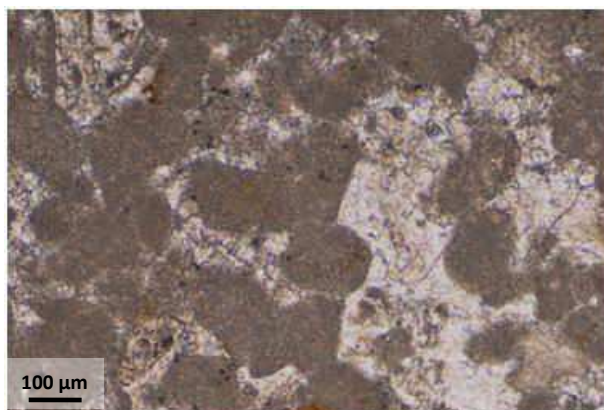


Figure 38 : Calcaire de Bonnillet (BON), détail, lumière polarisée montrant le ciment sparitique

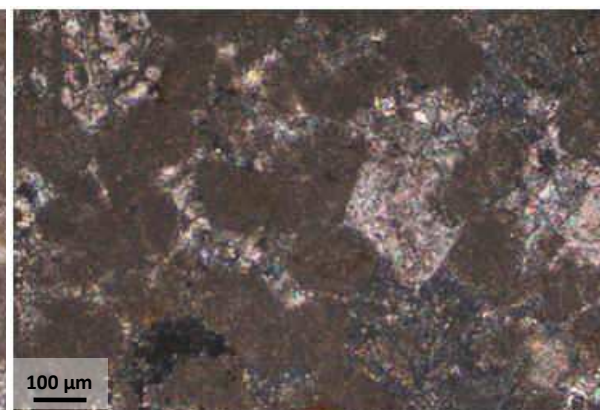


Figure 39 : Calcaire de Bonnillet (BON), détail, lumière polarisée analysée montrant le ciment sparitique

En microscopie électronique à balayage, les grains (oolithes et cristaux sparitiques) apparaissent recouverts de dépôts de calcite micritique (Figure 40 à Figure 42). Deux types de porosité peuvent y être distingués :

- Une mésoporosité inter granulaire, correspondant au colmatage incomplet par les matrices sparitique et micritique,
- Une microporosité propre à la matrice micritique.

En diffraction des rayons X sur poudre désorientée seule la calcite est identifiée (Figure 43). Par conséquent, la dénomination de cette roche est une oosparite selon la classification de Folk. Les grains étant tous en contact et assemblés dans une boue micritique, cette roche correspond à une packstone dans la classification de Dunham.

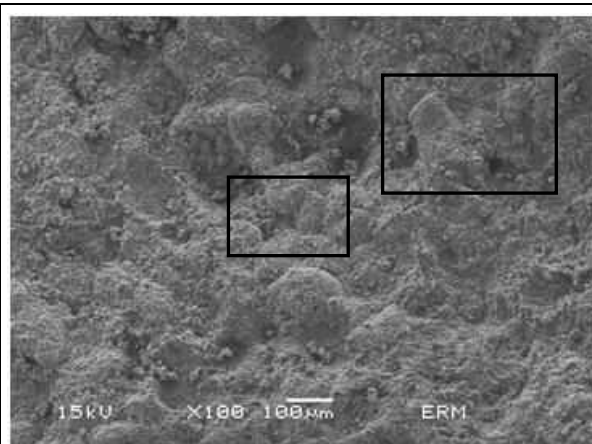


Figure 40 : Calcaire de Bonnillet (BON),
MEB, électrons secondaires

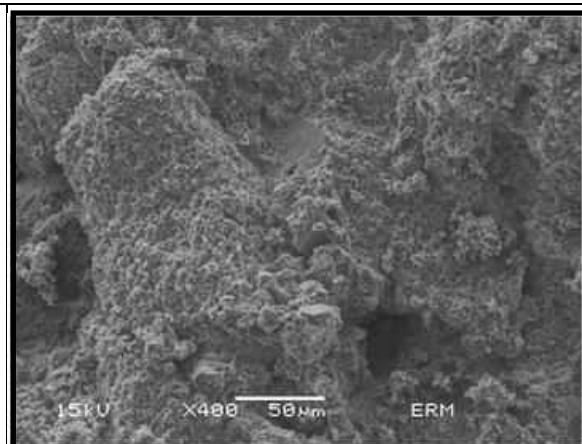


Figure 41 : Calcaire de Bonnillet (BON),
sparite recouverte de micrite

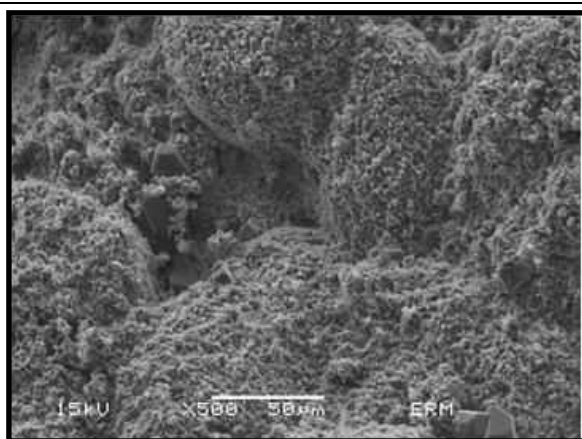


Figure 42 : Calcaire de Bonnillet (BON),
évidence des deux porosités
(intergranulaire et intramicrite)

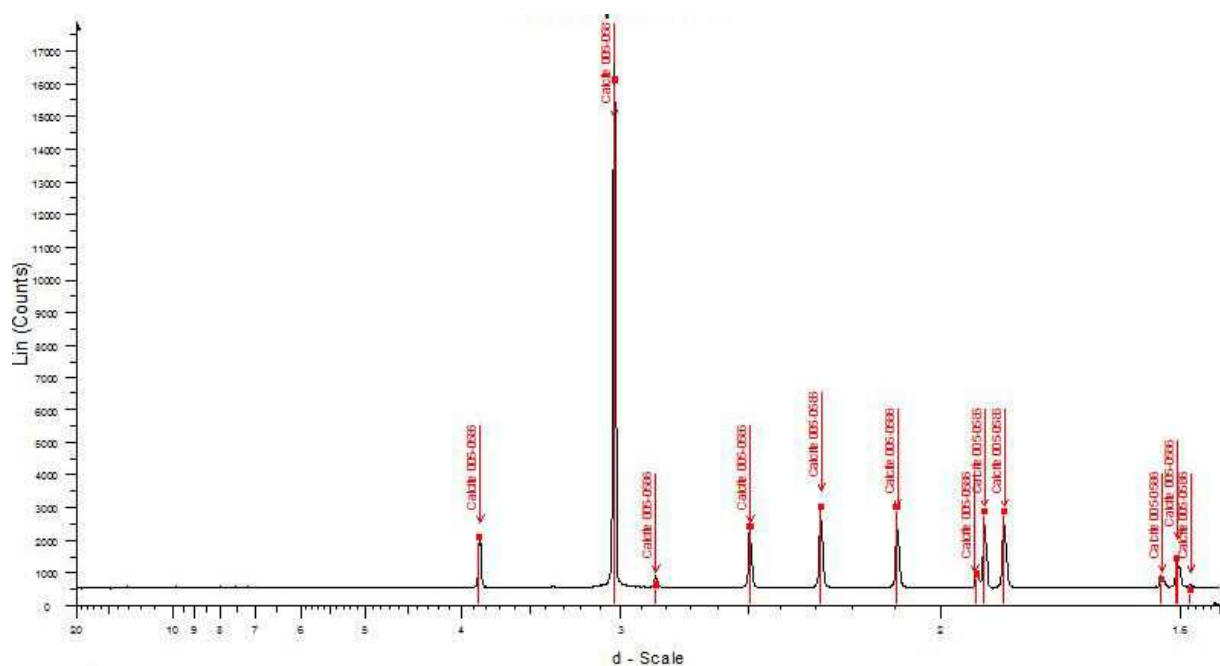
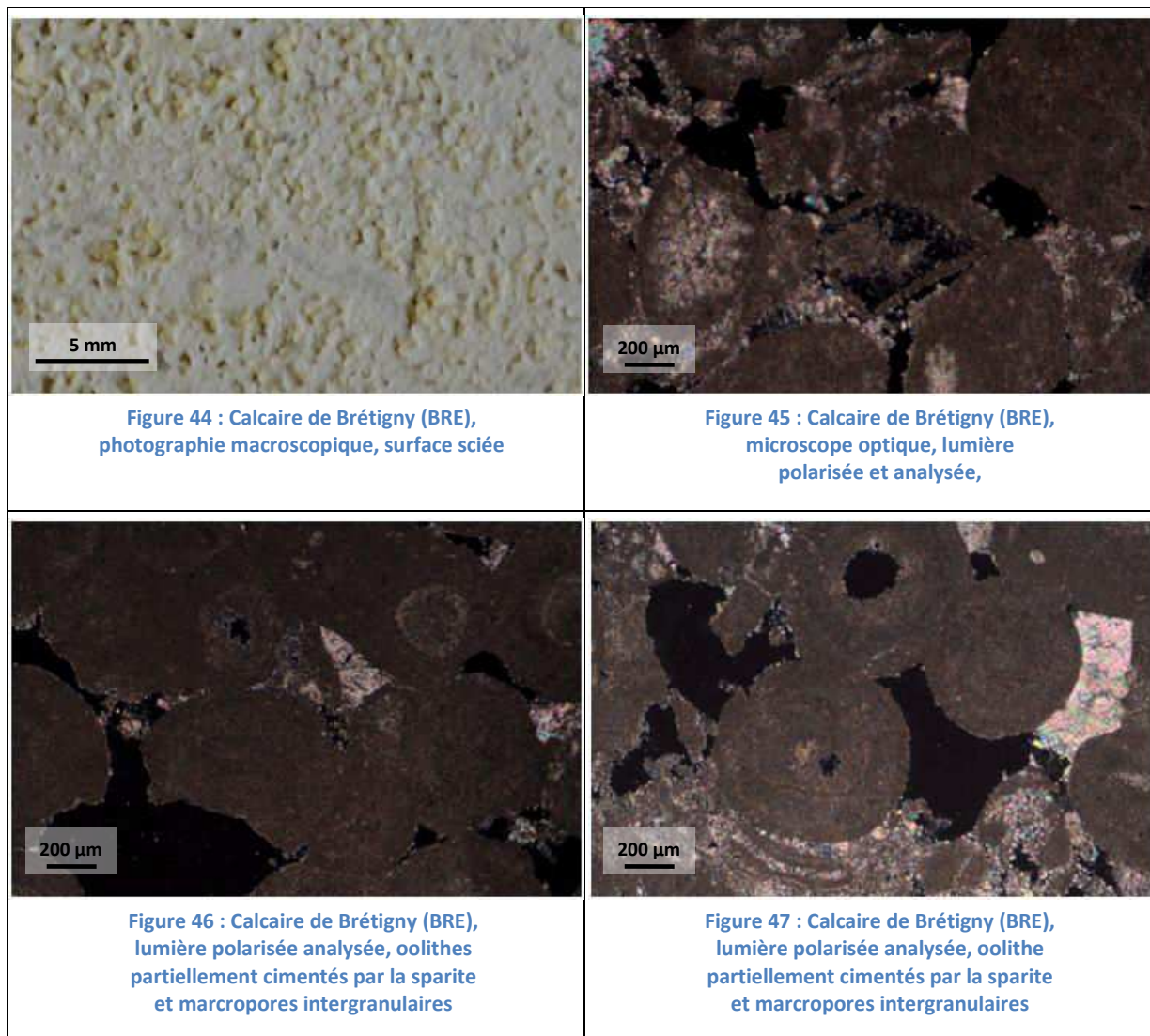


Figure 43 : Diffractogramme de BON (poudre <63µm désorientée) montrant uniquement la calcite (005-0586)

6.2.2 Pierre de Brétigny (BRE)

D'un point de vue macroscopique, la pierre de Brétigny (BRE) présente une couleur blanche à jaune très pâle, et une texture dans laquelle les macropores et les oolithes sont visibles à l'œil nu (Figure 44). Aucun litage n'est identifiable. Les observations microscopiques permettent d'identifier des oolithes ronds (type α et β) de 500 μm de diamètre, cimentées par de la sparite (Figure 45 à Figure 47). La structure oolithique et la cimentation sparitique est particulièrement mise en évidence au MEB (Figure 48 et Figure 49). Néanmoins la macroporosité inter oolithe semble dominante.



Si les oolithes sont fortement liées par des cristaux sparitiques de manière à créer un ensemble cohésif (Figure 49), certains espaces entre les oolithes n'ont pas été cimentés. Il en résulte une forte macroporosité inter-oolithes par déficit de cimentation primaire et/ou induite par dissolution secondaire. L'analyse par diffraction des rayons X sur poudre désorientée ne révèle pas d'autre phase que la calcite (Figure 50). D'après Folk, il s'agit donc d'une oosparite. Les grains étant en contact, elle se classe comme un grainstone dans la classification de Dunham.

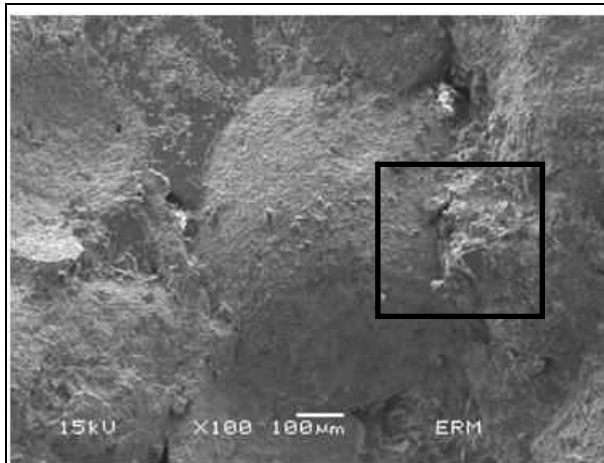


Figure 48 : Calcaire de Brétigny (BRE),
MEB mode électrons secondaires

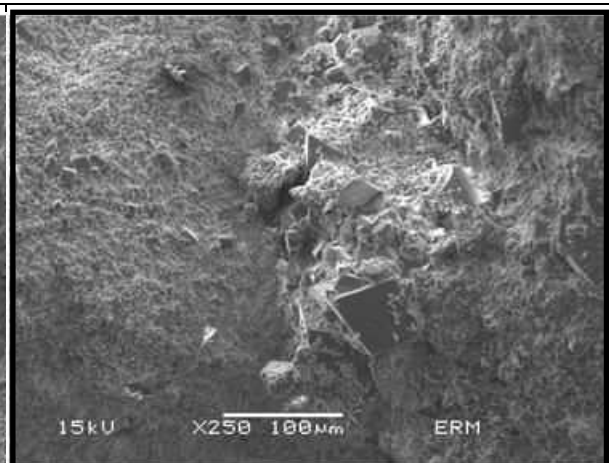


Figure 49 : Calcaire de Brétigny (BRE),
joint sparitique

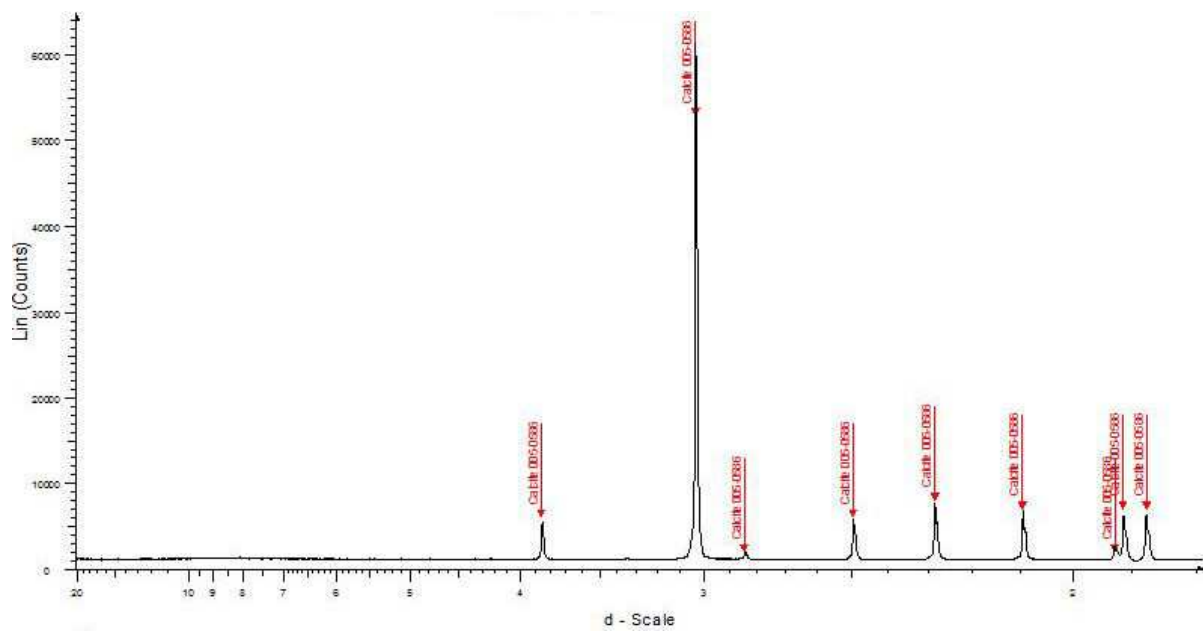
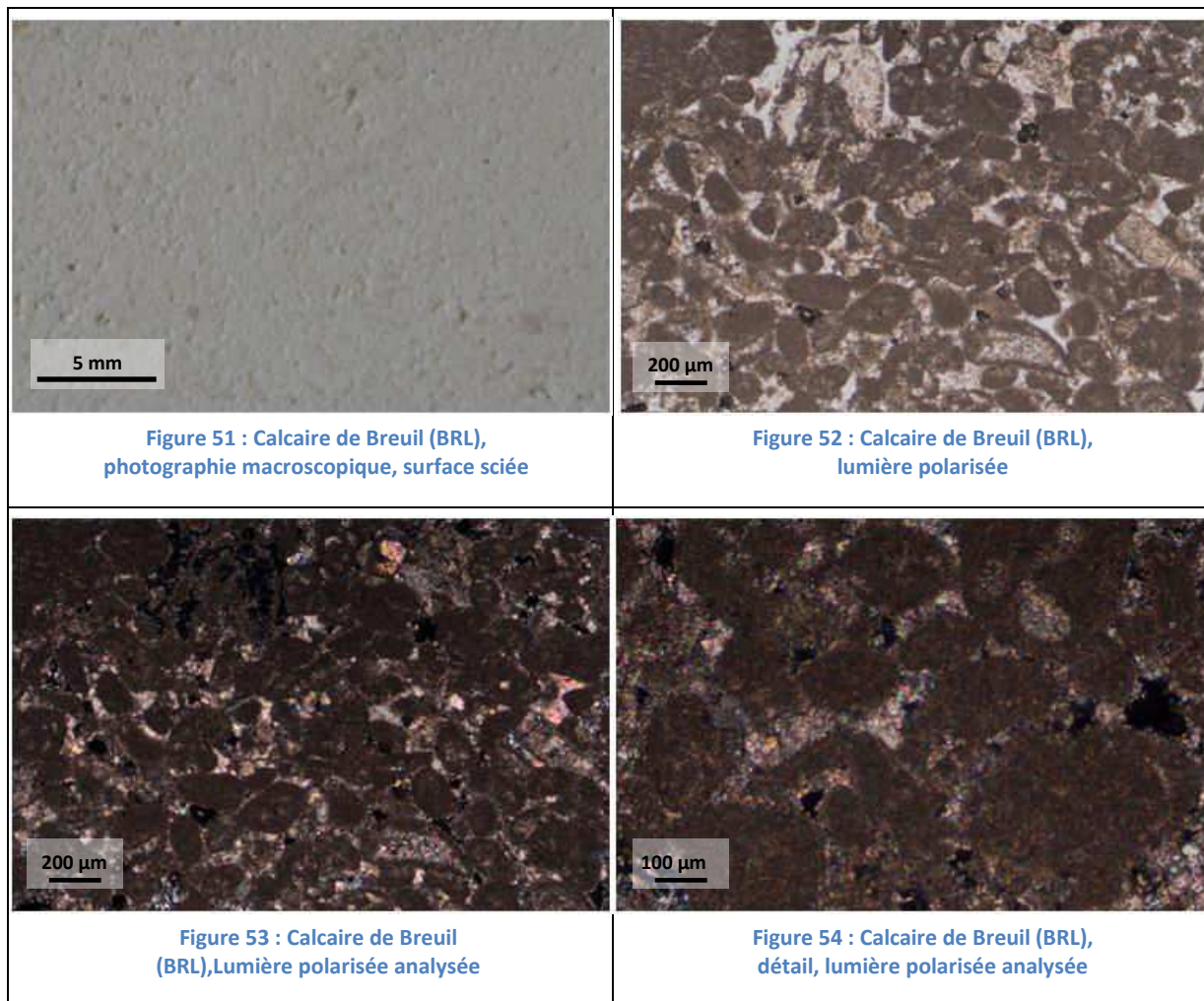


Figure 50 : Diffractogramme de BRE (poudre <math><63\mu\text{m}</math> désorientée) ne montrant que la calcite.

6.2.3 Pierre de Breuil (BRL)

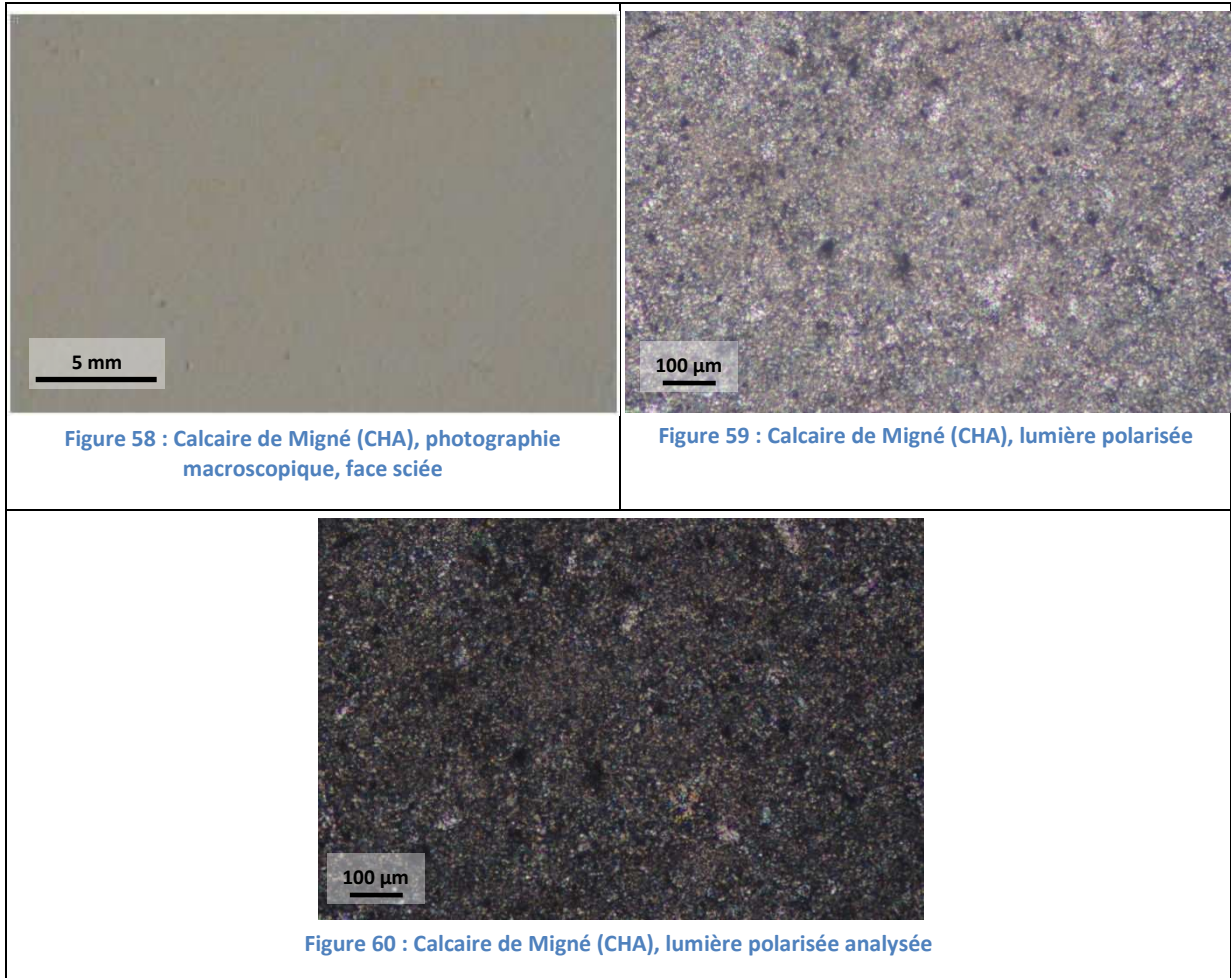
D'un point de vue macroscopique, la pierre de Breuil BRL présente une teinte blanche semblable à la roche de Brétigny, et pointillée de beige (Figure 51). Aucun litage n'est identifiable. Des cristaux sparitiques sont visibles macroscopiquement. Les observations microscopiques permettent d'identifier des oolithes de plus petite taille que dans BRE, de 200 μm de diamètre environ, consolidées par un liant microsparitique (Figure 52 à Figure 54). Les autres éléments figurés de cette roche sont des bioclastes (échinodermes).



Les observations en microscopie électronique à balayage confirment l'existence d'une porosité intergrains persistante, voire dominante (Figure 55 et Figure 57). La diffraction des rayons X sur poudre désorientée ne présente pas d'autre phase que la calcite (Figure 57). D'après Folk, il s'agit donc d'une oosparite. Les grains étant en contact, cette roche correspond à un grainstone selon la classification de Dunham

6.2.4 Pierre de Migné-Les-Lourdines (CHA)

D'un point de vue macroscopique, la pierre de Migné CHA est d'une couleur jaune pâle semblable aux précédentes (Figure 58). Aucun litage n'est identifiable. Elle est remarquablement homogène, sans aucune structure ni porosité apparente. Les observations microscopiques mettent en évidence une matrice micritique homogène (Figure 59 et Figure 60).



Au microscope électronique à balayage, le caractère très homogène de cette roche est confirmé pour différentes échelles d'observation.. La seule porosité observée est intra-matricielle, c'est à dire entre les cristallites de calcitemicritique (Figure 61 et Figure 62) dont la taille n'excède pas 5 μm .

En diffraction de rayon X, seule la calcite est identifiée. La roche est uniquement composée d'une boue micritique. D'après Folk, il s'agit par conséquent d'une micrite, et d'une mudstone selon Dunham.

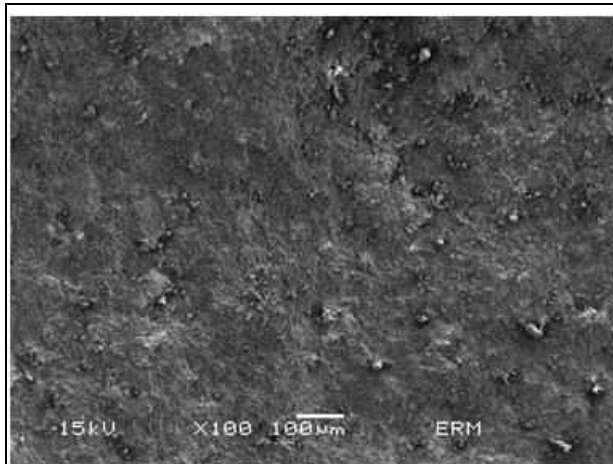


Figure 61 : Calcaire de Migné (CHA), MEB mode électrons secondaires, matrice micritique

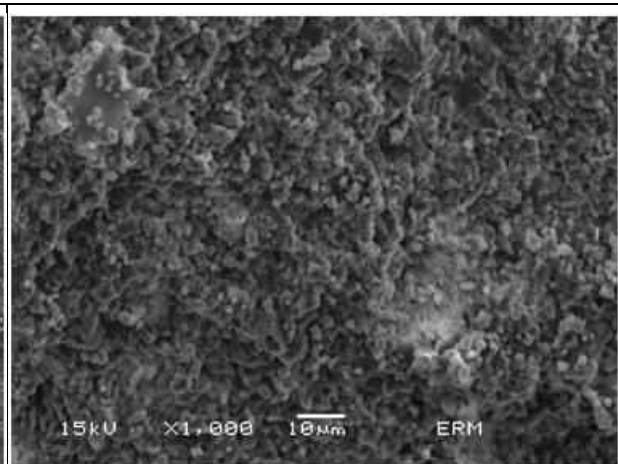


Figure 62 : Calcaire de Migné (CHA), MEB mode électrons absorbés, matrice micritique

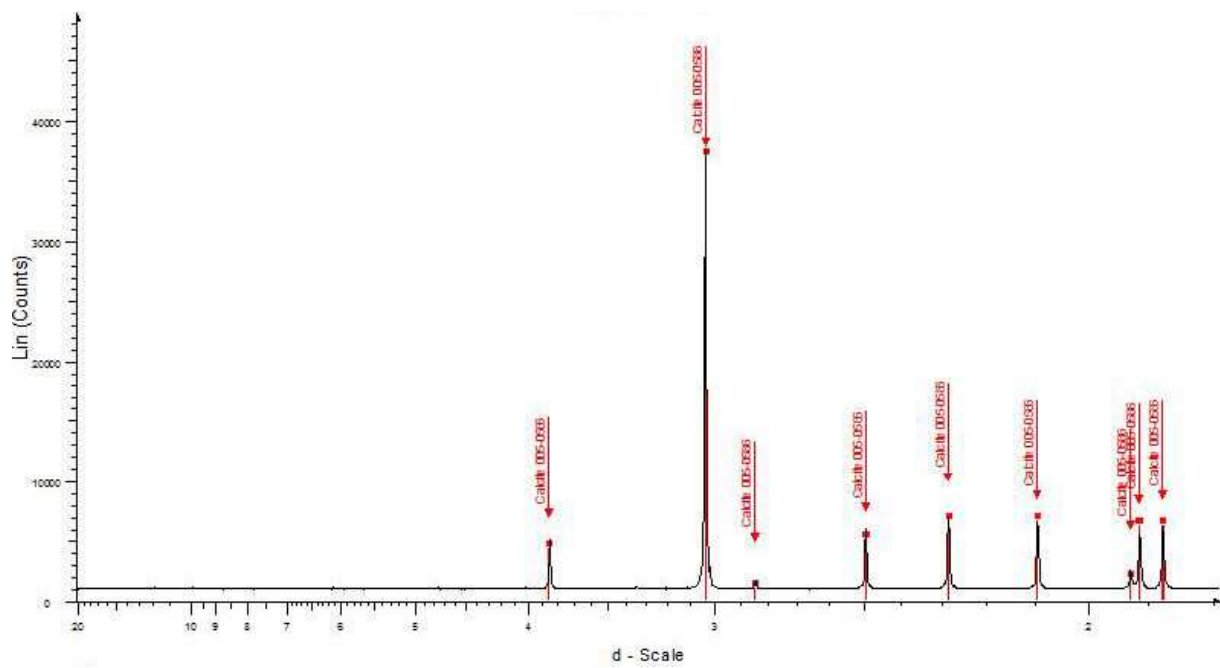
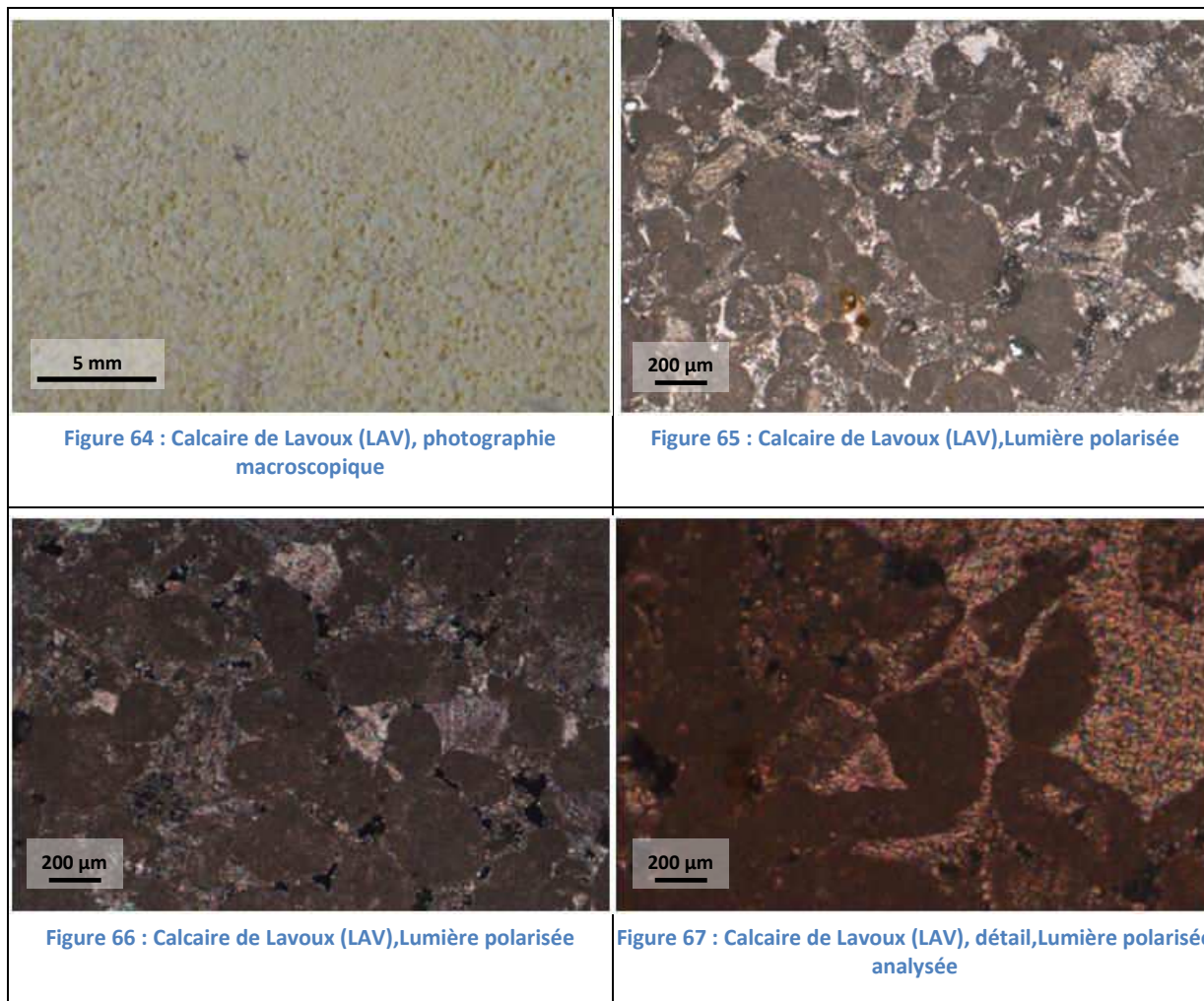


Figure 63 : Diffractogramme de CHA (poudre <math><63\mu\text{m}</math> désorientée), pics correspondant à la calcite (005-0586).

6.2.5 Pierre de Lavoux (LAV)

D'un point de vue macroscopique, la pierre de Lavoux est d'une couleur jaunâtre, légèrement grisée (figure 64). Comme pour les autres calcaires, aucun litage n'est identifiable. De structure oolithique, elle est pointillée de cristaux beiges et laisse apparaître la porosité autour des oolithes ronds fins. Les observations microscopiques permettent d'identifier un ciment sparitique bien développé qui consolide une variété d'éléments figurés, à dominance oolithique (figure 65 à figure 67).



La microscopie électronique à balayage permet de visualiser une matrice micritique tapissant les oolithes et partiellement les grains sparitiques (Figure 68 et Figure 69). En plus de la porosité mésoscopique une microporosité de matrice micritique s'ajoute à la macroporosité inter oolithe et cristaux sparitiques. La calcite paraît également pure en diffraction de rayons X (Figure 70). D'après Folk, il s'agit d'une oosparite, ou d'une grainstone selon Dunham.

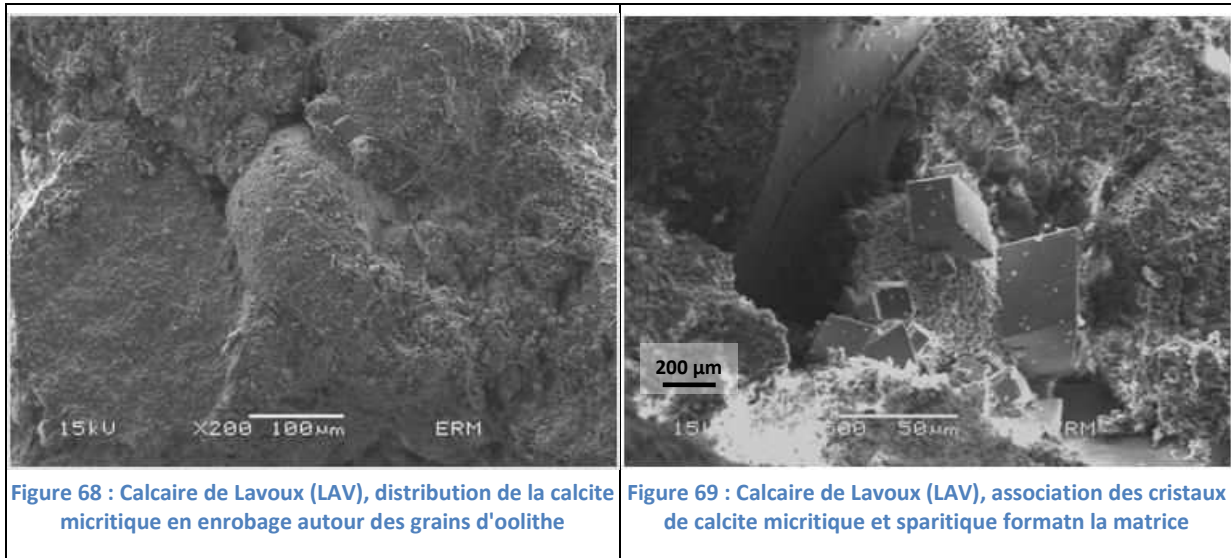


Figure 68 : Calcaire de Lavoux (LAV), distribution de la calcite micritique en enrobage autour des grains d'oolithe

Figure 69 : Calcaire de Lavoux (LAV), association des cristaux de calcite micritique et sparitique formatn la matrice

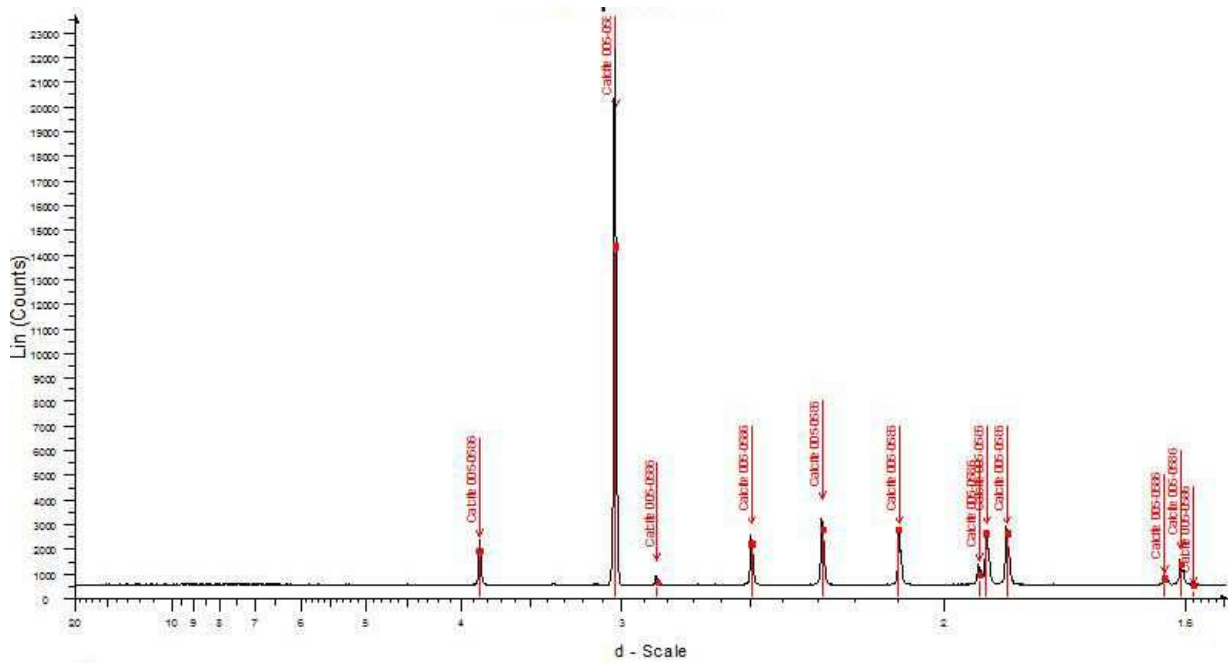
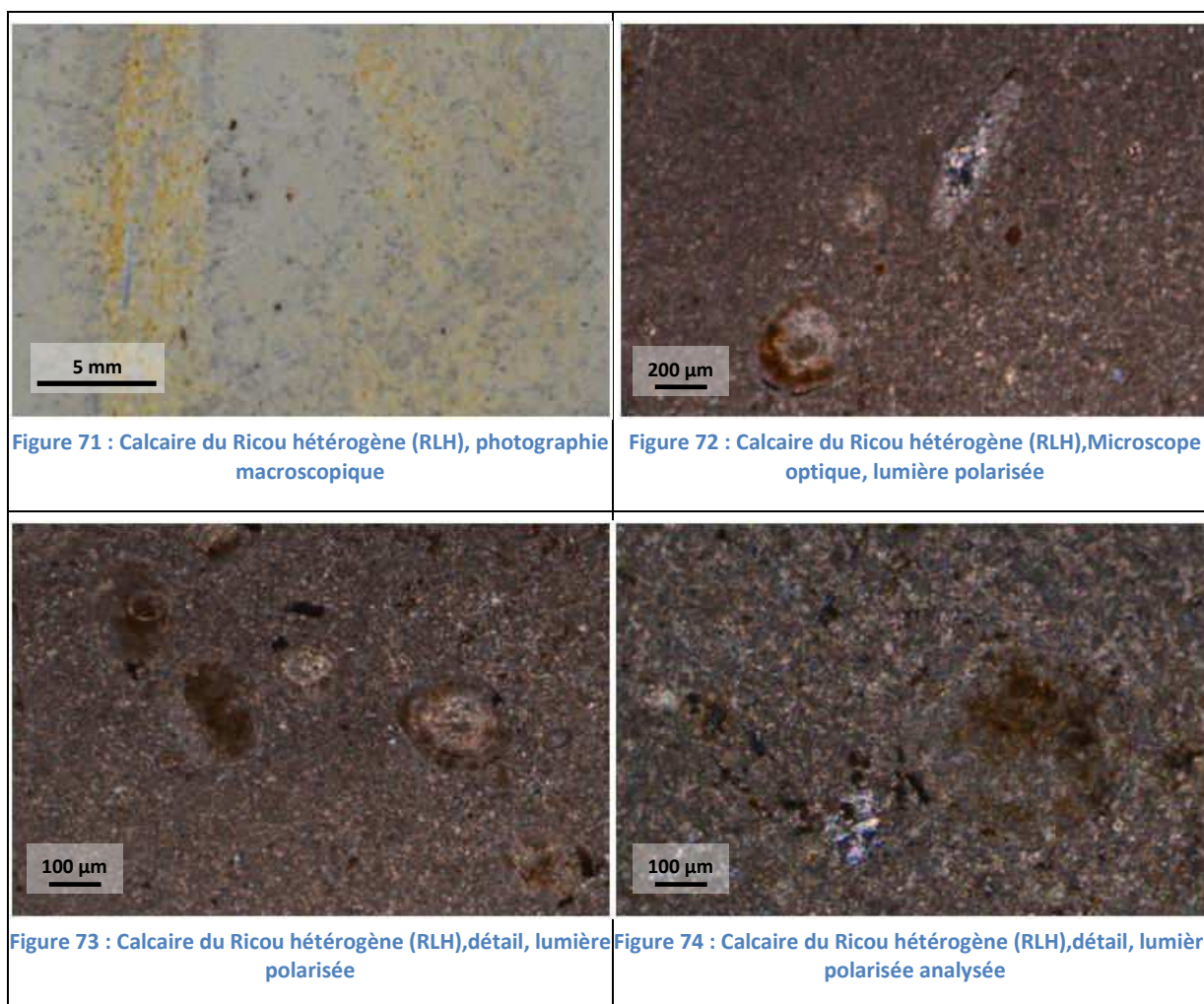


Figure 70 : Diffractogramme de LAV (poudre <63µm désorientée) ne montrant que la calcite

6.2.6 Pierres du Ricou (RLI, RLH et RSA)

D'un point de vue macroscopique, la pierre du Ricou dénommée RLH est d'une couleur gris bleutée, présentant des passées lenticulaires ocres (figure 64). Ces lentilles permettent de la reconnaissance du litage de la roche. Elle est pointillée de noir, et ne présente aucun pore macroscopique visible. La microscopie optique permet de visualiser une matrice micritique omniprésente, dans laquelle quelques allochems sont identifiables, dont notamment des oolithes qui présentent des concrétions ocres, probablement métalliques (oxydes de fer). Les colorations brunâtres diffuses proviennent de la diffusion des oxy-hydroxydes de fer au sein de la matrice micritique (type goethite).



Les observations au microscope électronique à balayage permettent d'identifier suivant les zones observées une boue micritique très dense (Figure 75), des macrocristaux de sparite (Figure 76), ou encore des oolithes en très faible quantité (Figure 77). Dans tous les cas, seule une microporosité de la matrice micritique est visible. La diffraction des rayons X sur poudre désorientée permet de n'identifier que la Calcite (Figure 78).

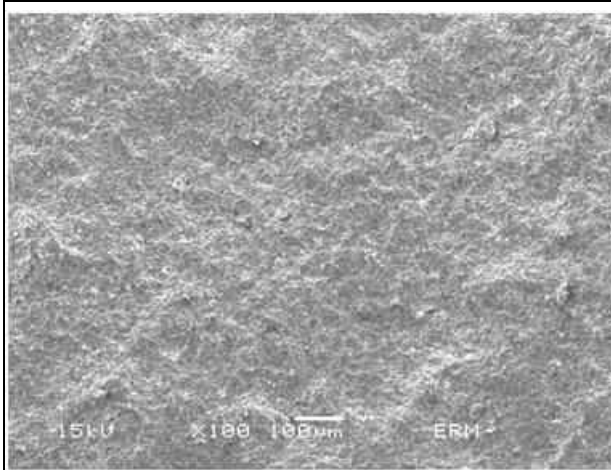


Figure 75 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI) MEB mode électrons secondaires, micrite

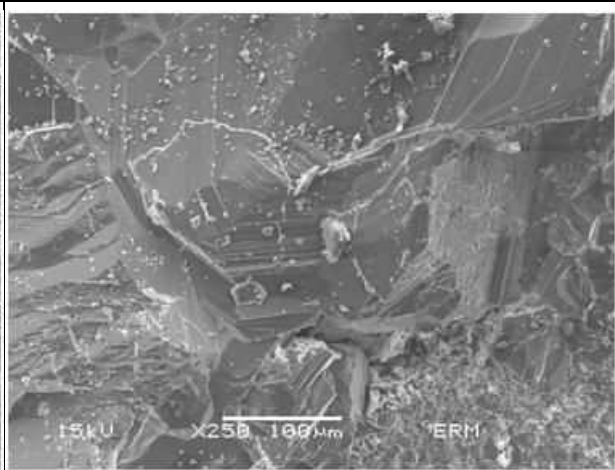


Figure 76 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI),sparite

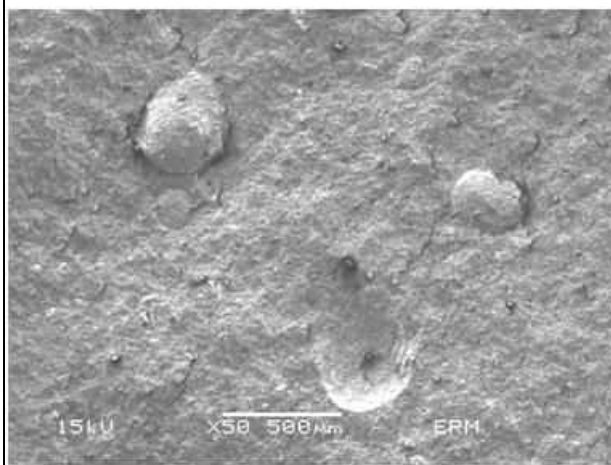


Figure 77 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI),oolithes

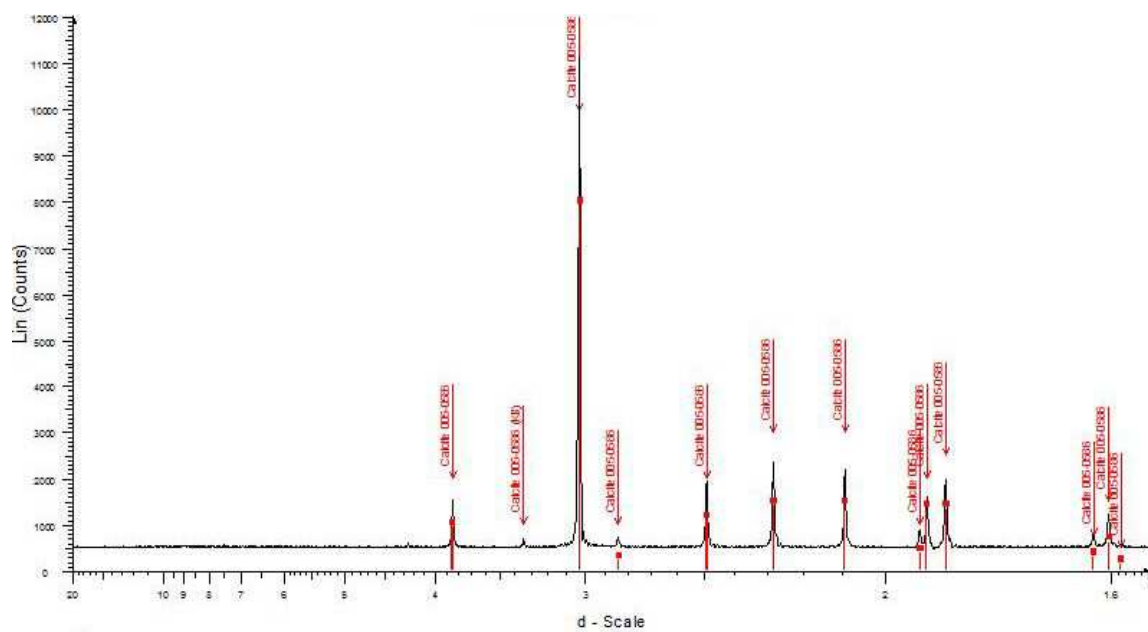
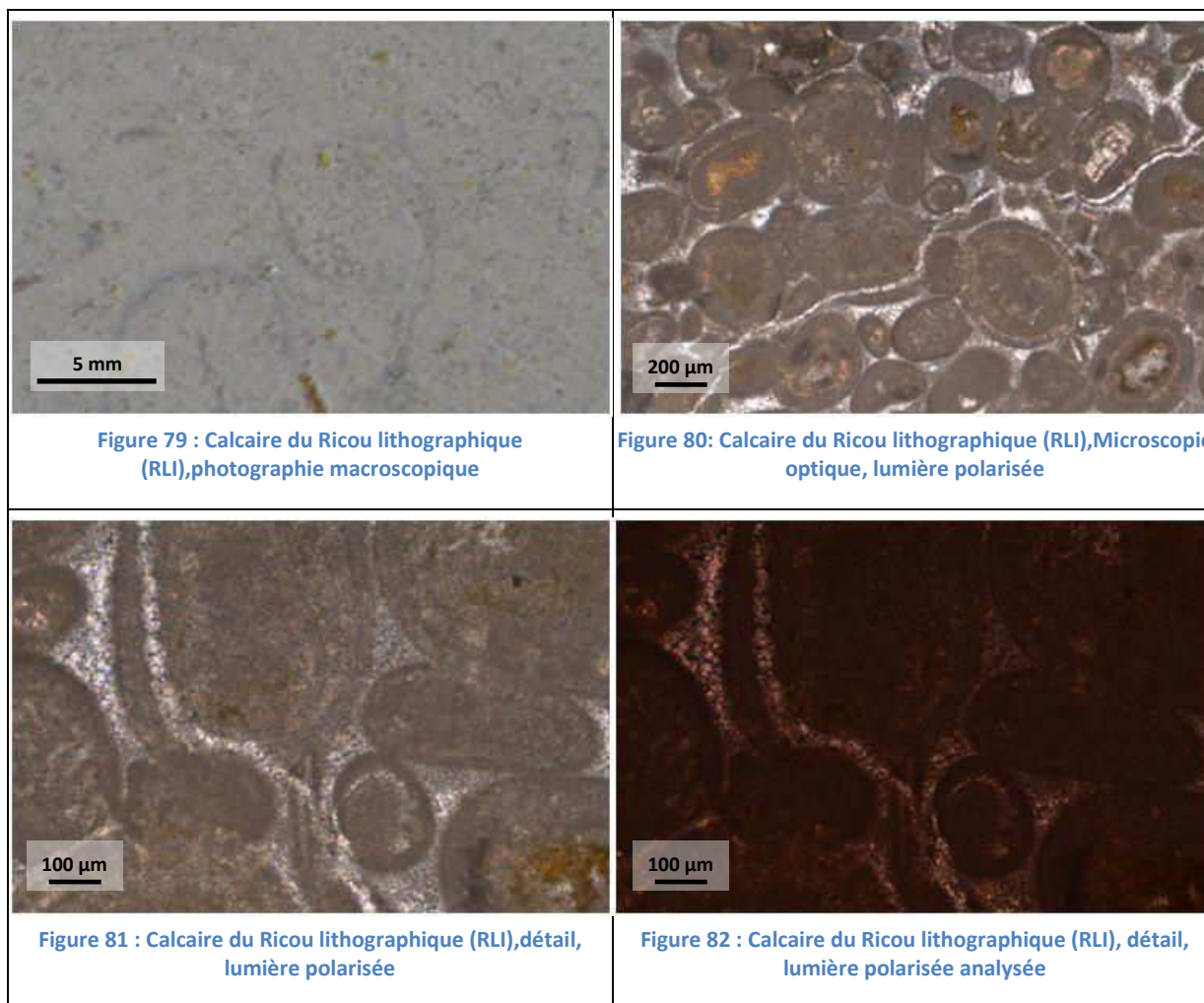


Figure 78 : Diffractogramme de RLH (poudre <63µm désorientée) ne montrant que la calcite.

D'un point de vue macroscopique, la pierre du Ricou dénommée RLI est d'une couleur gris bleutée, plus claire que RLH (Figure 79). Elle présente des pores visibles à l'œil nu, ainsi que des bioclastes pluri millimétriques et des cristaux de sparite. Cette structure ne permet pas d'identifier le litage stratigraphique. En microscopie optique, on observe une matrice micritique qui se développe autour de nombreuses oolithes d'une taille d'environ 200 μm à 400 μm . Ces oolithes sont peuvent être recoupées par des fissures colmatées par de la sparite, témoignant ainsi de transformations post-dépôt (fissuration, remplissage).



En microscopie électronique, on retrouve la matrice micritique entourant de nombreux allochems, dont localement des cristaux sparitiques (Figure 83). Les fissures colmatées par des précipitations sparitiques sont elles aussi retrouvées (Figure 84). Cependant, aucune porosité n'est identifiée à cette échelle d'observation. Comme pour les autres calcaires, l'analyse minéralogique par diffraction des rayons X sur poudre désorientée ne permet de détecter aucune autre phase que la calcite. D'après Folk, cette roche correspond à une oomicrite, et à une packstone selon Dunham.

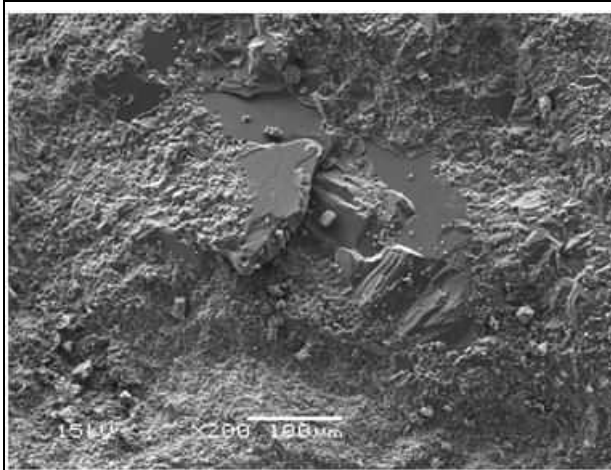


Figure 83 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI), MEB mode électrons secondaires, Sparite-micrite

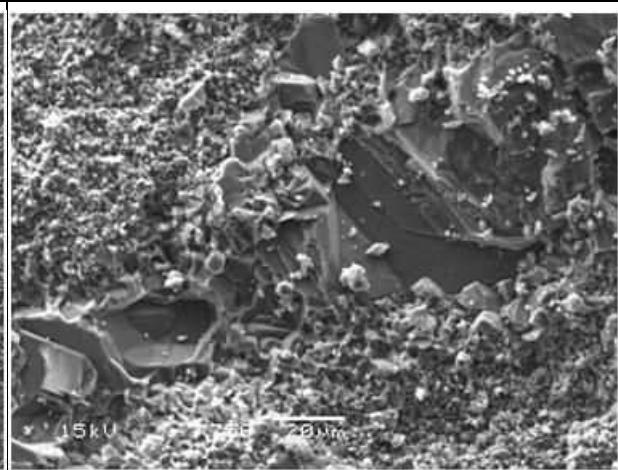


Figure 84 : Calcaire du Ricou lithographique (RLI), fissure sparitique

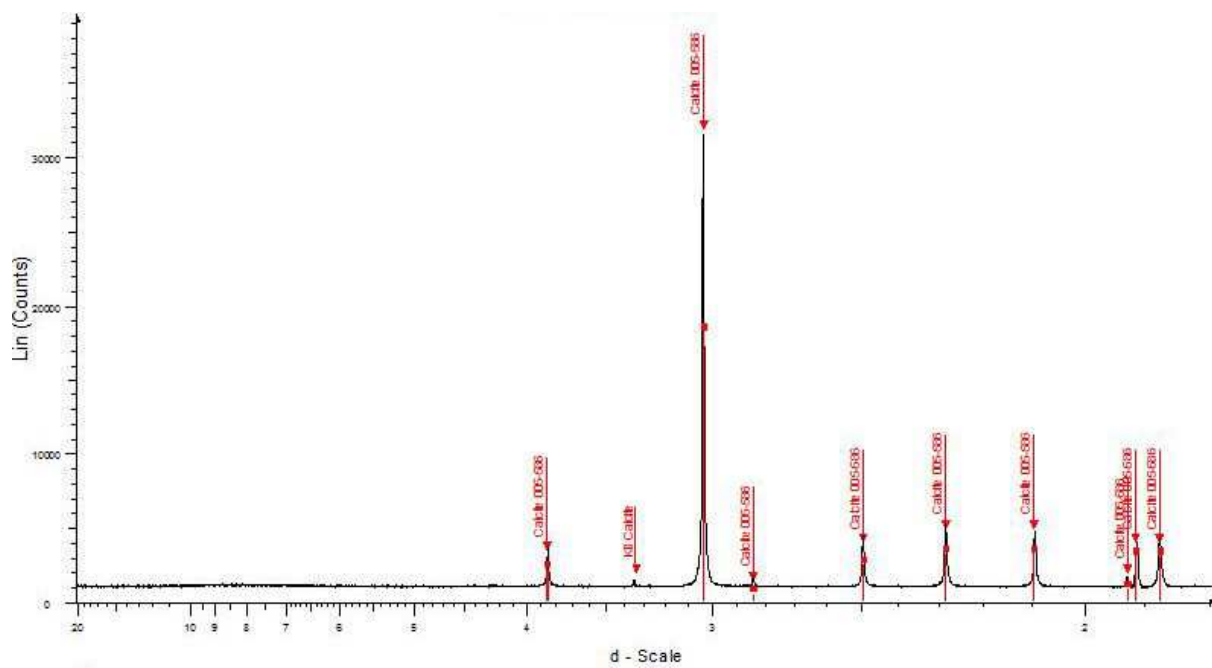


Figure 85 : Diffractogramme de RLI (poudre <63µm désorientée) ne montrant que la calcite.

D'un point de vue macroscopique, la pierre du Ricou dénommée RSA est d'une couleur rousse (Figure 86). Elle se compose de niveaux plus ou moins compactés dans lesquels on identifie des zones peu poreuses où des cristaux sont visibles, et d'autres ponctuées de macropores. En microscopie optique, on visualise la structure sparitique du ciment qui se développe autour des bioclastes type bivalves de 400 µm environ.

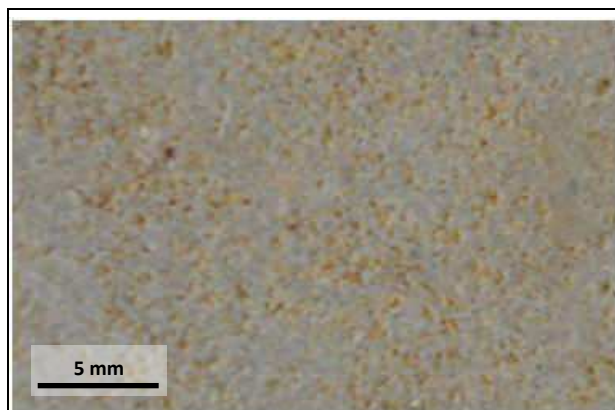


Figure 86 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), photographie macroscopique

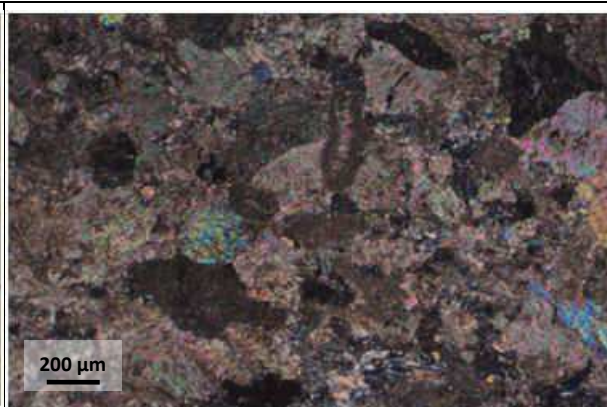


Figure 87 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), Microscopie optique, lumière polarisée analysée

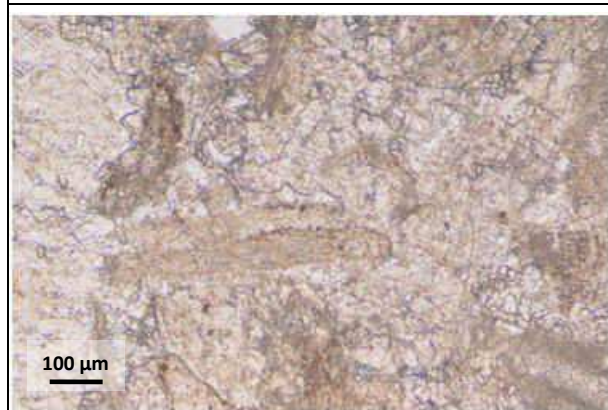


Figure 88 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), détail, lumière polarisée

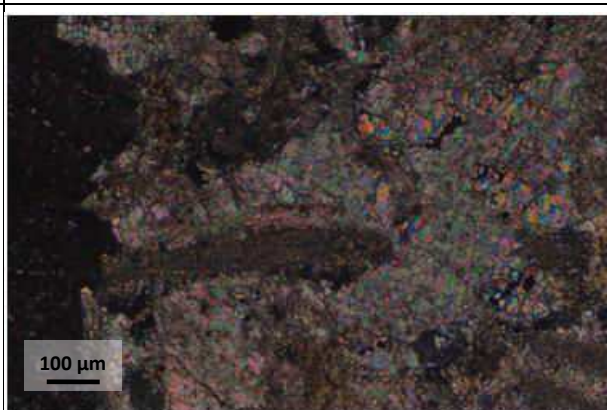


Figure 89 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), détail, lumière polarisée analysée

L'observation en microscopie électronique à balayage met en évidence une matrice micritique peu dense et diffuse sur les cristaux de sparite dans les macropores. La macroporosité inter cristaux est conservée (Figure 90 et Figure 91). La liaison entre deux cristaux voisins se fait par simple imbrication sans liant micritique (Figure 92). Quelques oxydes métalliques sont localement disséminés sur les faces des cristaux de calcite (Figure 93). En diffraction de rayons X, seule la calcite est identifiée. D'après Folk, cette roche correspond à une biosparite, et une grainstone d'après Dunham.

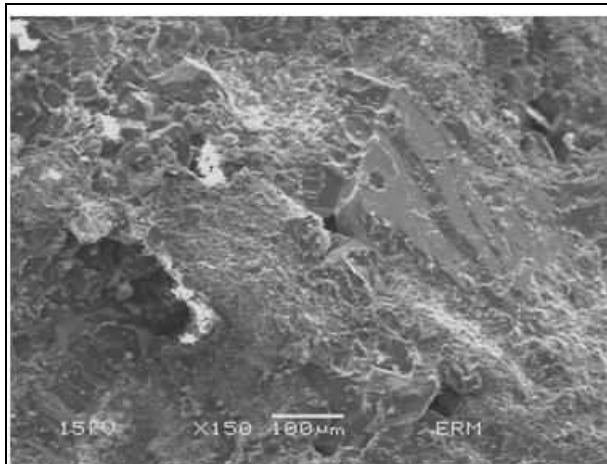


Figure 90 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), MEB mode électrons secondaires, sparite

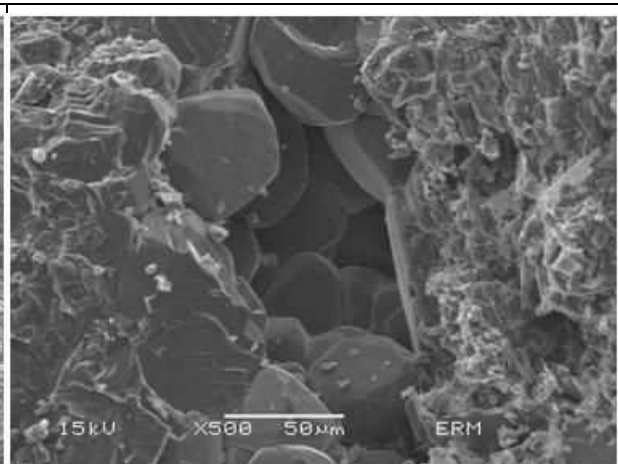


Figure 91 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), macropore entre cristaux sparitique

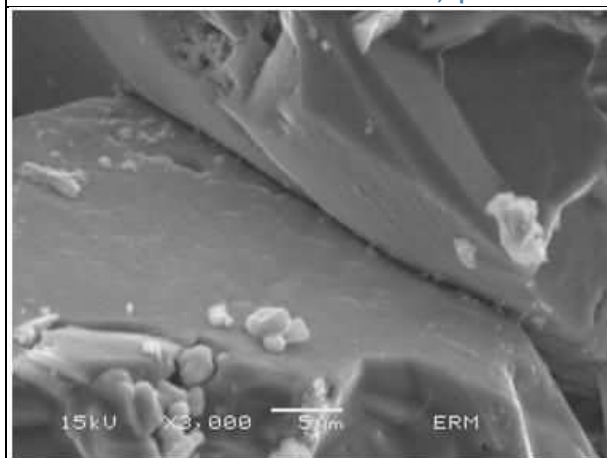


Figure 92 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), Joint inter-grain

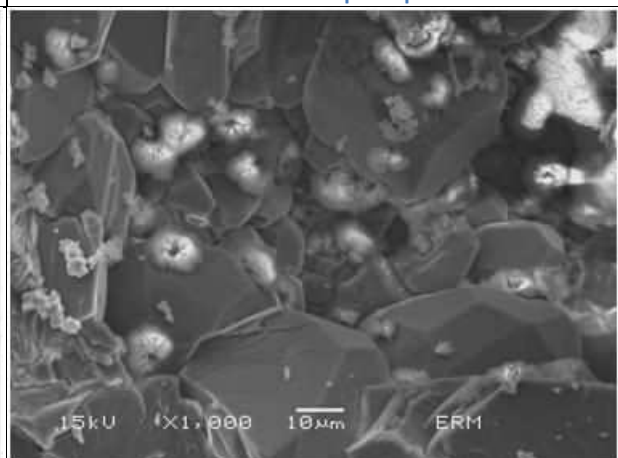


Figure 93 : Calcaire du Ricou saccharoïde (RSA), Oxydes

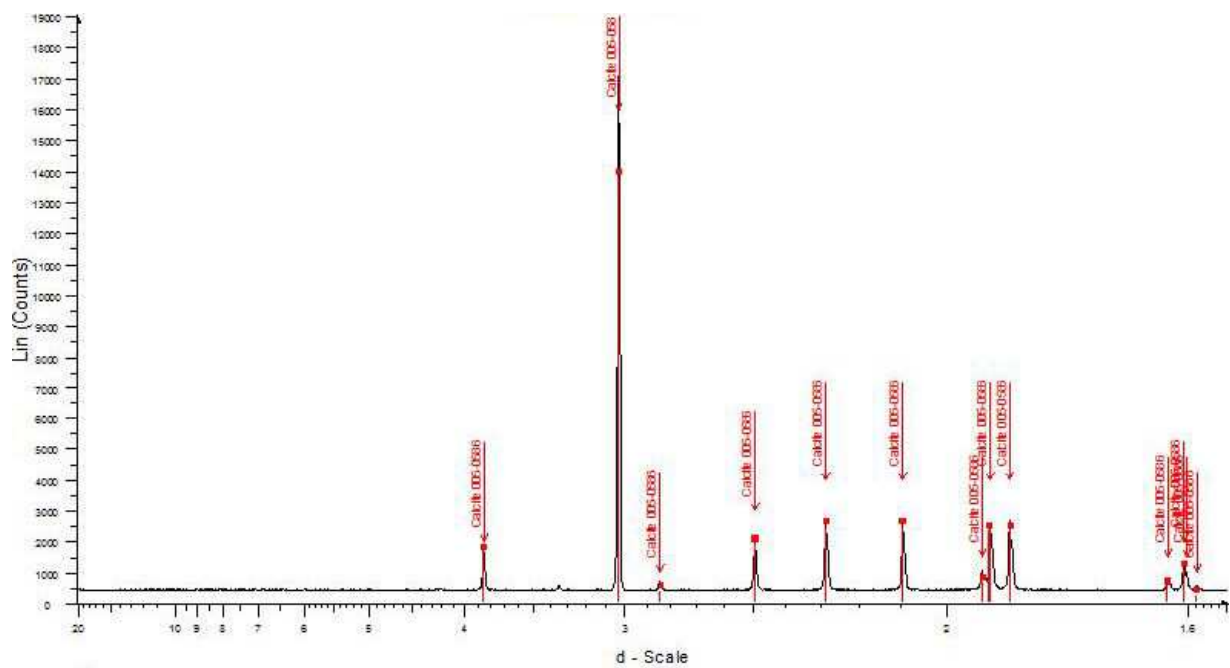
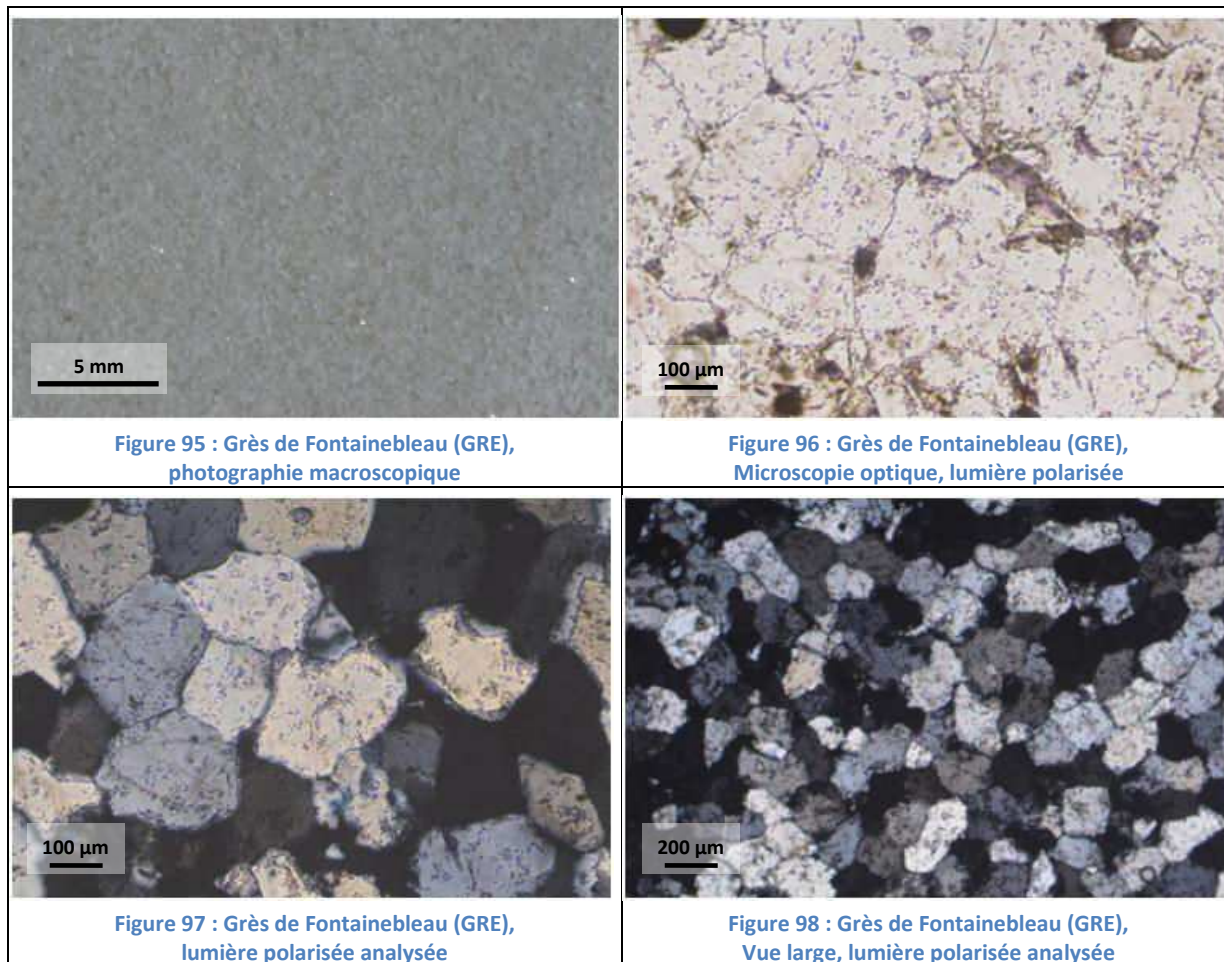


Figure 94 : Diffractogramme de RSA (poudre <63µm désorientée) ne montrant que la calcite

6.2.7 Grès de Fontainebleau (GRE)

D'un point de vue macroscopique, le grès de Fontainebleau a une teinte blanche-grise à reflet bleuté très homogène (Figure 95). A l'œil nu, ni le litage stratigraphique ni aucune porosité n'est identifiable. En microscopie optique, la roche est uniquement composée de cristaux de quartz isogranulaire de 300 μm environ, imbriqués les uns dans les autres par des contacts plats ou concavo-convexes permis par les auréoles de nourrissage (Figure 96 à Figure 98).



Les images obtenues par microscopie électronique à balayage révèlent que les grains sont directement soudés par leur faces souvent euhédriques ou par l'intermédiaire d'un ciment de micro-quartz liant les grains, à l'origine d'une porosité inter-grains. La diffraction de rayons X ne révèle que des raies propres au quartz (référence JCPDS-046-1045). D'après les classifications des roches détritiques terrigènes par Pettijohn (Pettijohn, 1957) et complétées par Folk (Folk, 1968), il s'agit donc d'une orthoquartzite.

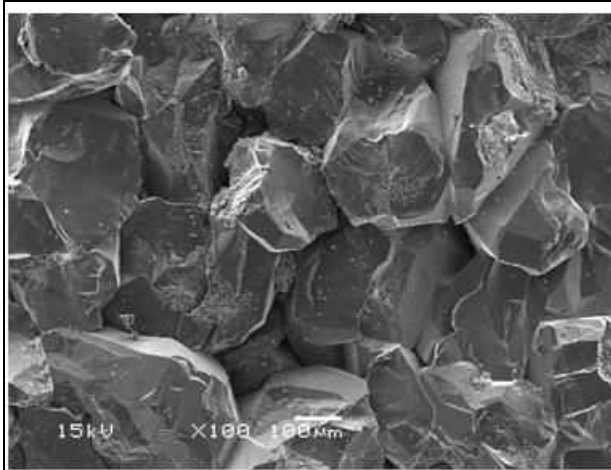


Figure 99 : Grès de Fontainebleau (GRE),
MEB mode électrons secondaires

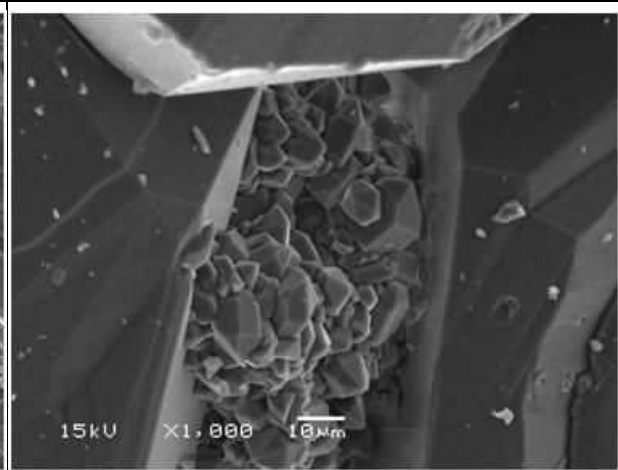


Figure 100 : Grès de Fontainebleau (GRE),
cimentation inter-grain

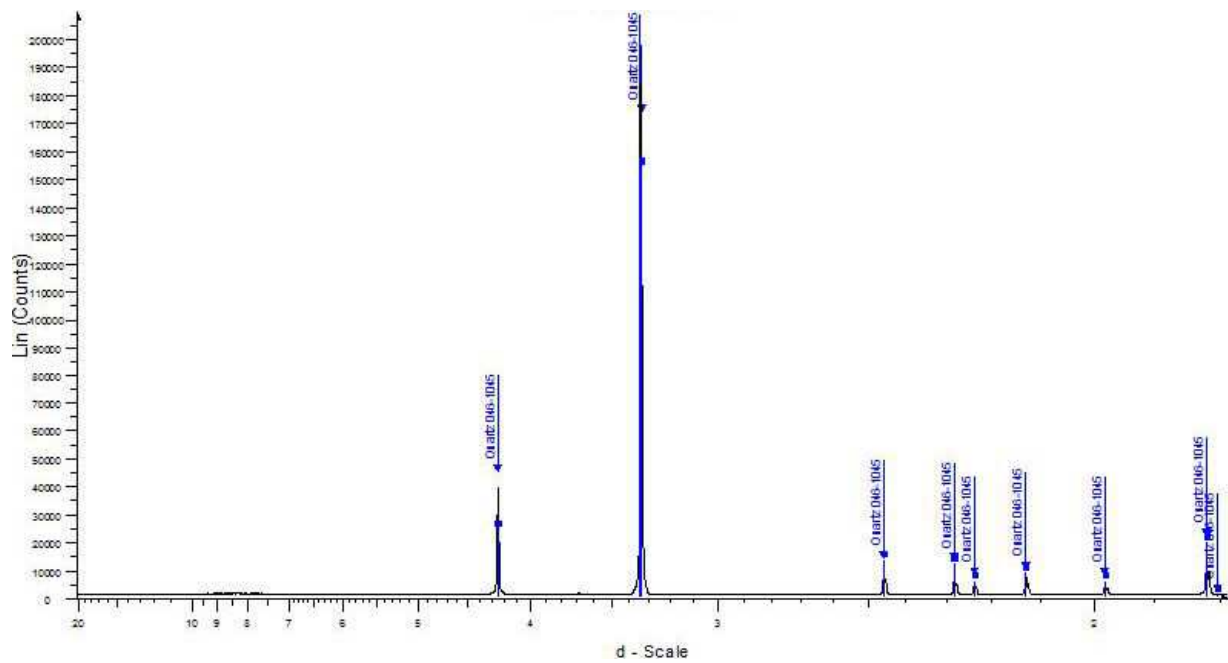
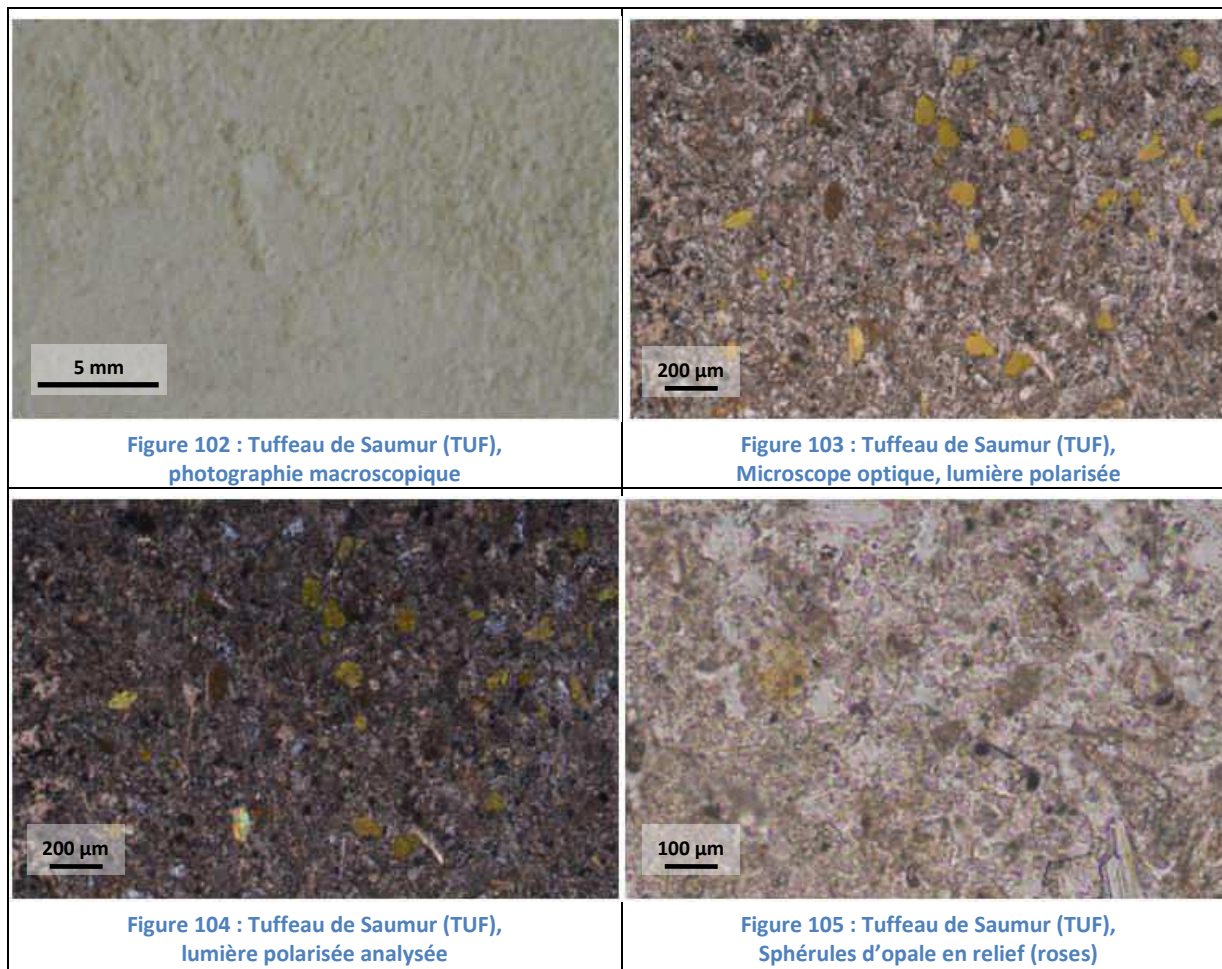


Figure 101 : Diffractogramme de GRE (poudre <63µm désorientée) n'identifiant que le quartz

6.2.8 Tuffeau de Saumur (TUF)

D'un point de vue macroscopique, le tuffeau de Saumur présente une teinte blanc crème. C'est un matériau tendre, peu consolidé, dont la faible cohésion des grains peut entraîner de nombreuses aspérités de surface (Figure 102). En microscopie optique, il témoigne d'une boue micritique qui englobe des glauconies, des micas, ou des allochems (Figure 103 et Figure 104). Aucun litage n'est identifiable, ni macropore. Enfin, des sphérules d'opale (cristobalite-Tridymite) sont disséminées au sein de la matrice (Figure 105).



La microscopie électronique à balayage permet de caractériser la matrice micritique en champ large (Figure 106). A fort grossissement, cette matrice se compose de coccolithophoridés (craie) et d'une boue calco-argileuse (Figure 107). Ce moyen d'observation permet de visualiser plus clairement les sphérules d'opale CT, omniprésentes dans ce matériau (Figure 108 et Figure 109). Celles-ci ressortent en diffraction des rayons X sous la forme d'opale, de quartz et de tridymite (Figure 110), auxquelles s'ajoute la calcite de la micrite crayeuse. Le tuffeau rentre mal dans les classifications traditionnelles du fait de son caractère transitoire entre les roches carbonatées (forte composante en débris crayeux) et détritiques (glauconies, opale). Elle se situe donc entre une micrite de type mudstone (roche carbonatée) et une lutite (roches détritiques).

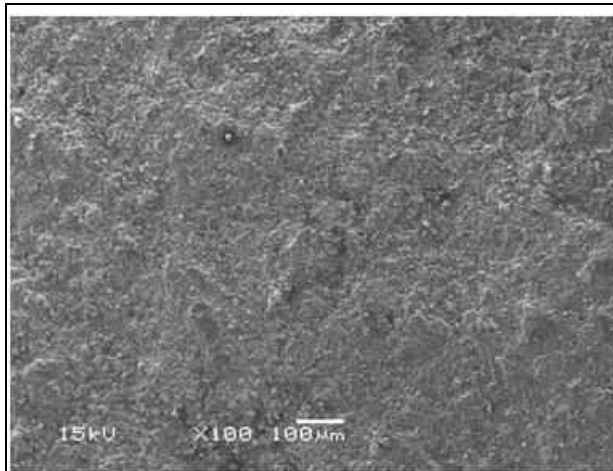


Figure 106 : Tuffeau de Saumur (TUF), vue large MEB mode électrons secondaires

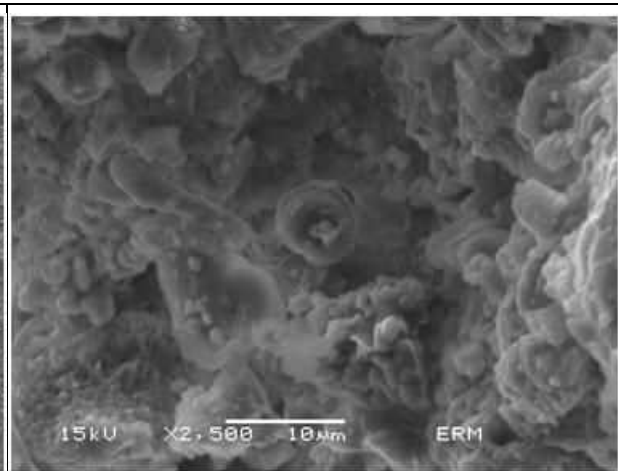


Figure 107 : Tuffeau de Saumur (TUF), matrice de coccolithophoridés et argiles

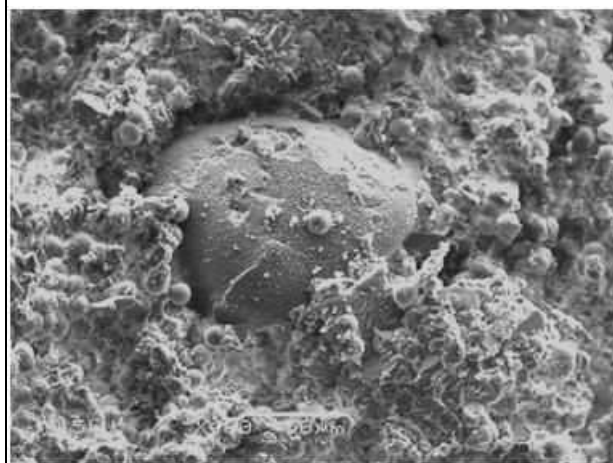


Figure 108 : Tuffeau de Saumur (TUF), sphérules d'opale sur bioclaste

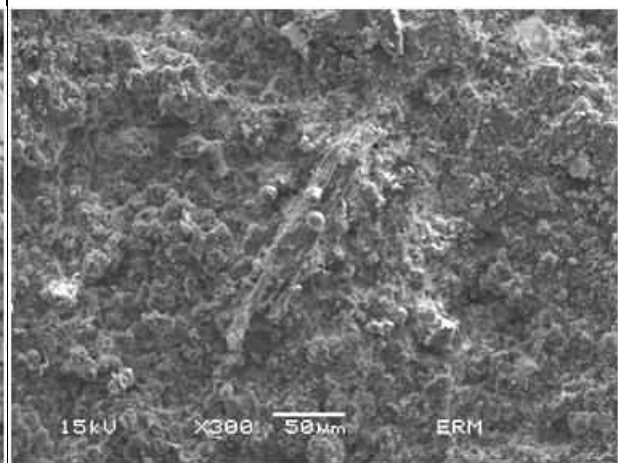


Figure 109 : Tuffeau de Saumur (TUF), sphérules d'opale dispersées

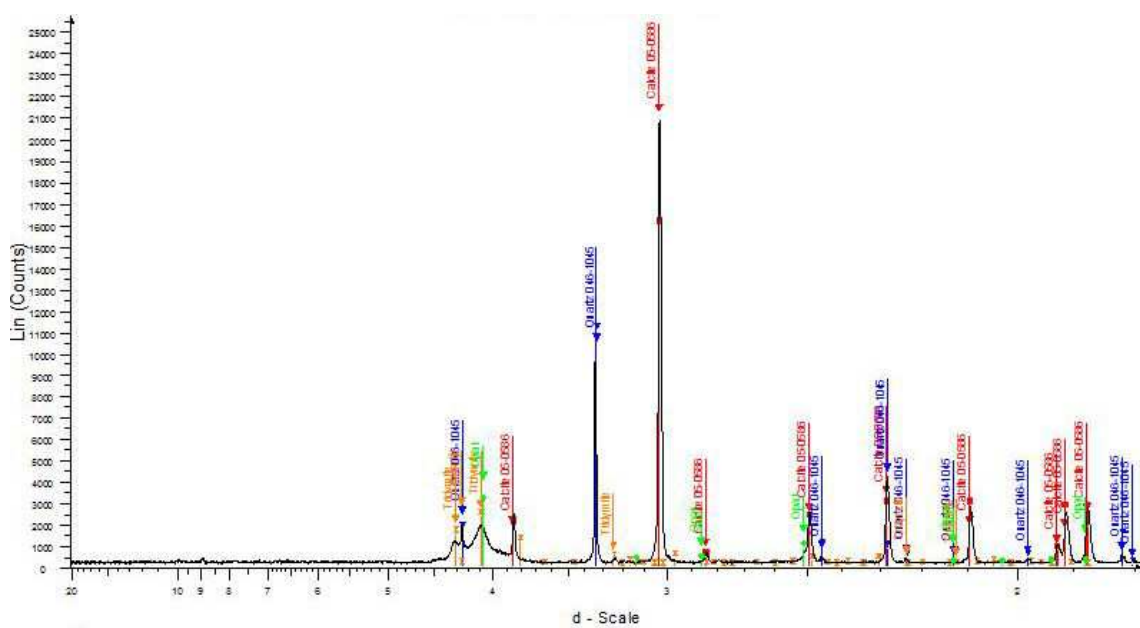


Figure 110 : Diffractogramme de TUF (poudre <63µm désorientée) identifiant la calcite, l'opale et la tridymite

6.3 Densité « réelle » de la phase solide

La densité correspond au rapport entre la masse volumique du matériau étudié et la masse volumique de l'eau, environ égale à 1000 kg.m^{-3} à température ambiante ($999,97 \text{ kg.m}^{-3}$ à 4°C , 997 kg.m^{-3} à 25°C). On obtient ainsi un nombre sans unité.

La densité de la phase solide s'obtient à l'aide d'un pycnomètre (norme EN-1936). Un échantillon de la roche est broyé afin de rendre accessible toutes les porosités, même les pores fermés. Cet échantillon est ensuite pesé (m_e), puis inséré dans une fiole au volume connu (appelé pycnomètre). Le volume est ensuite complété par de l'eau, jusqu'au débordement du pycnomètre, puis pesé (m_1). Le pycnomètre est ensuite entièrement vidé, puis est pesé rempli d'eau (m_2). On en déduit la masse d'eau ajoutée m_w par :

$$m_w = m_2 + m_e - m_1 \quad (40)$$

La densité réelle des grains est finalement déterminée par :

$$d_s = \frac{m_e}{m_w} \quad (41)$$

Les résultats pour les 10 matériaux tests sont reportés dans le tableau 6 : Densité réelle des grains mesurée par pycnométrie, norme EN-1936. La majorité des matériaux présentent une densité moyenne des grains proche de 2.7, correspondant à la densité de la calcite. Les deux exceptions notables sont le grès de Fontainebleau à 2,63 et le tuffeau à 2,44. La densité des grains du grès correspond à la densité du quartz, estimée aux alentours de 2.65. La faible densité du tuffeau s'explique par sa teneur importante en minéraux argileux. Ces derniers sont des cristaux lamellaires micrométriques précipités ou déposés dans des microsites où ils constituent des matrices argileuses microporeuses, dont les densités sont souvent comprises entre 1,3 et 1,9 (Bernard, et al., 2006). Intégrées aux différents grains obtenus par broyage, elles contribuent à diminuer les densités mesurées.

	m_e (g)	m_1 (g)	m_2 (g)	m_w (g)	d_s
BON	25.01	98.75	82.92	9.18	2,719
BRE	25.00	98.65	82.94	9.29	2,686
BRL	25.01	98.64	82.94	9.31	2,681
CHA	25.07	98.68	82.94	9.33	2,682
GRE	25.02	98.45	82.91	9.48	2,634
LAV	25.03	98.69	82.94	9.28	2,692
RLH	25.00	98.64	82.91	9.27	2,691
RLI	25.01	99.07	83.34	9.28	2,690
RSA	25.00	98.77	82.94	9.17	2,721
TUF	25.35	98.20	83.20	10.35	2,445

tableau 6 : Densité réelle des grains mesurée par pycnométrie, norme EN-1936

7 Caractérisation poro-densimétrique

7.1 Imbibition à 48 heures

Cette méthode utilise le principe de capillarité : en immergeant progressivement les échantillons pendant 48 heures dans un récipient, l'eau envahit la porosité par capillarité et remonte à un niveau supérieur à celui du récipient. En augmentant lentement le niveau d'eau de façon ce qu'il reste toujours en dessous du front de capillarité, la porosité est comblée avant l'immersion totale de l'éprouvette. Une immersion totale brutale de l'éprouvette entrainerait un piégeage de l'air présent dans les pores. Dans les deux cas, la porosité fermée ou piégée (dérivation, microporosité), n'est pas estimée. La porosité par imbibition 48h est cependant la meilleure approche pour estimer la porosité accessible à l'eau en conditions naturelles. Les résultats obtenus sur trois échantillons par matériau sont présentés dans le tableau 7 ci-dessous.

Matériau	Imbibition		
	Moyenne	σ	% err
BON	23.02	1.22	5.29
BRE	14.59	0.57	3.91
BRL	20.51	1.26	6.15
CHA	16.86	1.09	6.46
GRE	1.76	0.25	14.05
LAV	16.86	0.63	3.75
RLH	5.04	0.78	15.56
RLI	2.82	0.69	24.43
RSA	4.71	1.01	21.48
TUF	40.52	1.57	3.87

tableau 7 : porosité accessible à l'eau (%), conditions naturelles

7.2 Mesure de porosité accessible à l'eau

La norme EN-1936, applicable aux roches calcaires pour la construction, présente la méthode et les conditions de mesure de la porosité accessible à l'eau sous vide et de la mesure de densité par pycnométrie. Ces deux types de mesures permettent d'accéder aux calculs des différentes porosités qui gouvernent les mécanismes de transferts : porosité accessible pour les transferts de matière et porosité totale pour les transferts d'énergie. Les deux essais sont effectués séparément.

Pour la porosité accessible à l'eau sous vide, le principe consiste à mesurer la masse sèche de l'échantillon et la masse, après saturation à l'eau, du même échantillon. Afin d'éviter toute présence résiduelle d'air dans les pores de l'échantillon, la saturation est effectuée sous vide (0.02 bar), par ajout progressif d'eau préalablement dégazée. Les masses de l'échantillon imbibé et de l'échantillon sec permettent de calculer la masse d'eau entrée dans le matériau, et par conséquent le volume accessible. Enfin, le volume total de l'échantillon V_v , la densité apparente de l'échantillon d_{app} et la

densité « réelle » des grains d_s étant connus, il est possible de déterminer le volume total des vides de l'échantillon par la relation :

$$V_v = \frac{d_s - d_{app}}{d_s} V_t \quad (42)$$

La porosité totale p_t se calcule enfin par le ratio V_v/V_t . Les résultats moyennés sur trois échantillons de chaque roche sont consignés dans le tableau 8.

Matériau	Porosité accessible sous vide			porosité totale calculée			porosité fermée (%)
	moyenne	σ	% erreur	moyenne	σ	% erreur	
BON	25.90	0.72	2.8	27.67	0.67	2.4	6.4
BRE	17.90	0.83	4.6	19.09	0.69	3.6	6.2
BRL	24.21	1.09	4.5	25.36	1.05	4.2	4.5
CHA	21.35	0.65	3.1	21.80	0.56	2.5	2.0
GRE	4.33	0.39	8.9	6.33	0.28	4.4	31.5
LAV	20.62	0.48	2.3	21.99	0.53	2.4	6.2
RLH	8.40	0.91	10.8	10.01	1.15	11.5	16.1
RLI	4.94	0.45	9.1	5.18	0.31	6.0	4.7
RSA	7.74	1.35	17.5	10.58	1.04	9.8	26.9
TUF	47.68	0.36	0.8	48.16	0.00	0.6	0.47

tableau 8 : Récapitulatif des porosités accessibles sous vide et porosité totale calculée pour les différentes roches (norme EN-1936)

Pour la majorité des échantillons, la porosité accessible sous vide permet d'approcher correctement la porosité totale (à 6% près). La différence de 30% observée pour le grès de Fontainebleau doit être associée aux faibles porosités mesurées (4,4 et 6,33 %). Les 30% d'écart de porosité correspondent entre 1 et 2% du volume de la roche. Concernant les matériaux de la carrière du Ricou, RLH et RSA présentent de fortes différences qui sont causées par les écarts ou incertitudes de mesure des densités réelles des grains du fait de leur hétérogénéité. Elles peuvent également être associées aux hétérogénéités remarquées entre les différents échantillons. Le faciès RLI présente la meilleure homogénéité des résultats, témoignant d'un matériau plus homogène que les autres faciès du Ricou. Le tuffeau TUF présente quant à lui très peu de porosité fermée, ce qui peut s'expliquer par la très forte porosité du matériau (près de 50%).

7.3 Porométrie au Mercure

La porosité piégée peut l'être par des phénomènes de « dérivation » causés par des différences de taille de pore [(Beck, 2006); partie 1, chapitre 1.1.3.]. La porométrie au mercure permet de quantifier la distribution de porosité en fonction du rayon d'accès au pore, en suivant les modèles de porosité tubulaire. Cette méthode présente également l'intérêt de mesurer en un seul essai la porosité accessible, la tortuosité de l'échantillon et la distribution porale.

7.3.1 Descriptif

Les essais de porosité effectués consistent à déterminer le volume accessible au mercure pour des paliers de pression croissants. D'après l'équation de Washburn, à chaque pression correspond un diamètre de pore dans lequel le liquide, ici le mercure, peut circuler (équation 43).

$$D = -\left(\frac{1}{P}\right) 4\gamma \cdot \cos(\varphi) \quad (43)$$

avec D est le diamètre de pore, P la pression appliquée, γ la tension de surface et φ l'angle de contact.

L'échantillon est inséré dans une chambre fermée hermétiquement (pénétrromètre). Seul un fin capillaire en verre permet la régulation de la pression et l'insertion du mercure. Ce capillaire, recouvert à l'extérieur par un film conducteur, permet également la mesure du volume du mercure inséré.

Initialement, un vide très poussé est effectué dans l'ensemble capillaire/capsule (0.0038 MPa). L'ensemble est ensuite rempli d'un volume connu de mercure. A cette pression, le mercure ne peut pas entrer dans les pores de diamètre inférieur à 360 μm . La pression est ensuite augmentée dans cette enceinte par l'extrémité du capillaire. En fonction de l'augmentation de pression, le mercure pénètre dans les pores de plus en plus petits de l'échantillon, et par conséquent quitte une partie du capillaire, en volume équivalent. Ce volume est quantifiable par conductimétrie entre l'intérieur du capillaire et l'extérieur conducteur. Il importe donc de choisir un capillaire en fonction de l'échantillon à étudier, de manière à ce que le volume du capillaire corresponde au volume de la porosité afin d'obtenir le maximum de précision sans pour autant dépasser la capacité volumique du capillaire.

L'appareil utilisé est un système Autopore IV, constitué de deux enceintes basse pression et d'une enceinte haute pression. L'essai s'effectue en deux temps :

- Un essai basse pression (de $3,8 \cdot 10^{-3}$ MPa à 0,2 MPa), pour les pores de diamètre compris entre 360 μm à 7 μm
- Un essai haute pression (de 0,1 MPa à 228 MPa), pour les pores de diamètre compris entre 12 μm à 7 nm.

Le changement d'enceinte est source d'erreur de mesure intrinsèque au système utilisé, entraînant régulièrement une chute de volume accessible pour les valeurs de taille de pore correspondante. Néanmoins, cette erreur peut être en partie corrigée grâce à la zone de chevauchement des données entre les pressions 0,1 MPa et 0,25 MPa (diamètres entre 5,4 μm et 12 μm) (Pittman, 1992).

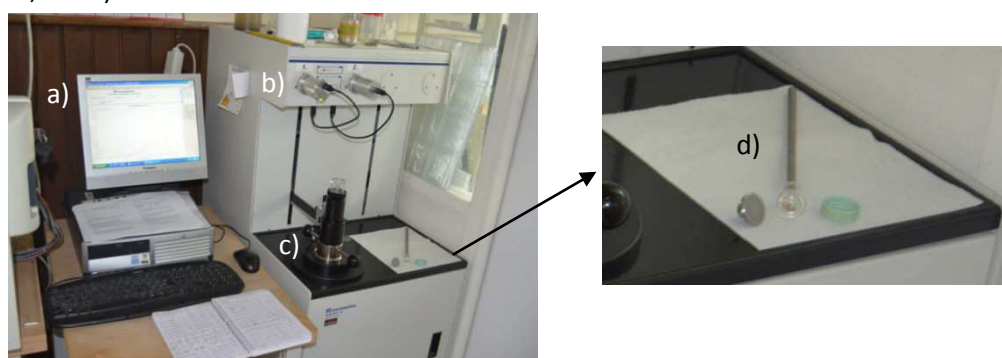


Figure 111 : Autopore IV et système d'acquisition. a) système de commande et d'acquisition. b) chambre basse pression. c) chambre haute pression. d) pénétrromètre

7.3.2 Résultats

Les essais sont effectués sur trois échantillons (au moins) d'une même roche, permettant de confirmer les résultats ou de mettre en évidence des hétérogénéités du matériau. La courbe de distribution de taille de pores présente le volume de mercure injecté en logarithme en fonction de la

taille des pores correspondant à chaque pression. La figure 112 présente l'exemple de la roche RLI. La totalité des essais est fournie en annexe II. Le tableau 9 regroupe les différentes observations pour chaque matériau.

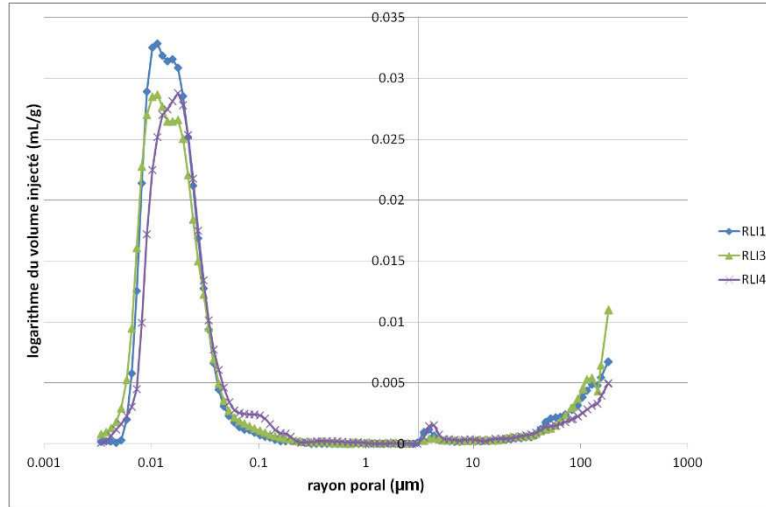


figure 112 : Distribution de taille des pores pour la roche RLI

Matériau	Pic majoritaire	Observations
BON	0.35 µm et 0.75 µm	Bimodal
BRE	0.25-0.30 µm	Unimodal, nombreux macropores
BRL	0.60 µm	Unimodal, avec distribution continue jusqu'à 6µm
CHA	0.50 µm	Unimodal, avec très faible distribution
GRE	4 µm	Unimodal
LAV	0.25-0.30 µm	Unimodal, hétérogénéité de la mésoporosité
RLH	0.06-0.14µm	Unimodal, très hétérogène
RLI	0.011-0.017 µm	Unimodal
RSA	0.17-0.48 µm	Unimodal, très hétérogène
TUF	5.3 µm	Unimodal, avec volume important accessible dans l'infraporosité

tableau 9 : Récapitulatif des mesures de porométrie au mercure sur les 10 roches

7.4 Interprétations et conclusions

L'objectif de ces caractérisations est (1) l'identification des différentes roches et (2) de pouvoir choisir les matériaux naturels tests les mieux adaptés au développement d'outils de mesure des conductivités thermiques pour ces matériaux susceptibles d'être utilisés dans le bâti ancien régional. Les qualités recherchées sont :

- Une homogénéité des propriétés physiques du matériau à l'échelle macroscopique ce qui correspond à une homogénéité minéralogique mais également structurale
- Une porosité spécifique pour chaque matériau, que ce soit en termes de quantité ou de structure
- Et, si possible, des compositions monominérales de manière à simplifier le calage des mesures par rapport à la conductivité thermique d'un seul constituant solide.

Pour les calcaires de faibles porosités (RLH, RLI, RSA), seul RLI présente une homogénéité des résultats. Ce calcaire sera donc celui utilisé pour les faibles porosités (5%).

Pour les calcaires de fortes porosités (20% environ), ils présentent tous une homogénéité des résultats, hormis pour les pores de grandes tailles. Ces derniers sont en effet influencés par la découpe de l'éprouvette d'essai (porosité en surface), et ne sont par conséquent pas représentatifs. La pierre du Lavoux (LAV) semble la moins homogène, mais uniquement pour les grandes tailles de pores, ce qui ne présume pas des hétérogénéités notables d'un point de vue macroscopique. Ces 5 calcaires présentent tous une porosité originale :

- BON : seul bimodal
- CHA : porosité très homogène et très fine ($0,5\mu\text{m}$)
- BRL : porosité hétérogène ($0,6\mu\text{m}$ à $5\mu\text{m}$)

- BRE et LAV : bien que cela ne soit pas évident au premier abord, la similitude de volume accessible par taille de pore entre ces deux roches est troublante (Figure 113). Une hypothèse serait que ces deux matériaux se sont déposés dans des conditions de diagénèse quasi identiques. La consultation de la base de données Infoterre confirme que les deux carrières ne sont distantes que de 10km, ce qui laisse cette hypothèse plausible. La macroporosité de la pierre de Brétigny (Chauvigny) BRE, se présente sous forme de pores plus larges et de diamètres plus resserrés que la pierre du Lavoux (LAV). Une dissolution plus importante du ciment sparitique qui lie les oolithes de la roche de Brétigny, comparativement à celles du Lavoux, pourrait expliquer ces différences. Le couplage des méthodes, par le biais du contrôle pétrographique en microscopie optique et électronique (figures Figure 45 à Figure 48 et Figure 65 à Figure 69) semblent confirmer cette hypothèse.

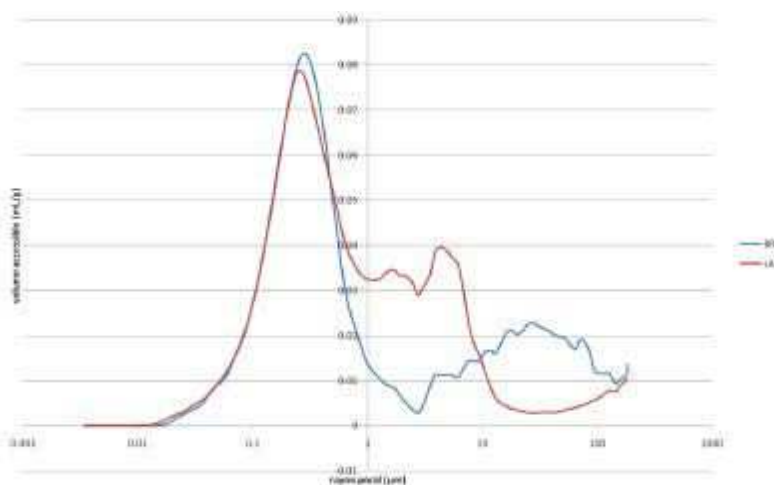


Figure 113 : Diagrammes porosimétriques comparatifs de BRE (bleu) et LAV (rouge)

Les roches TUF et GRE, présentent toutes deux une homogénéité des résultats validant leur utilisation comme matériaux tests. La pierre de Tuffeau sera utilisée comme roche à très forte porosité (50%), et le grès comme matériau siliceux à faible porosité (5%). Enfin, les essais seront également effectués sur CHA, présentant une porosité très homogène, et sur BRE, seule roche présentant une macroporosité importante.

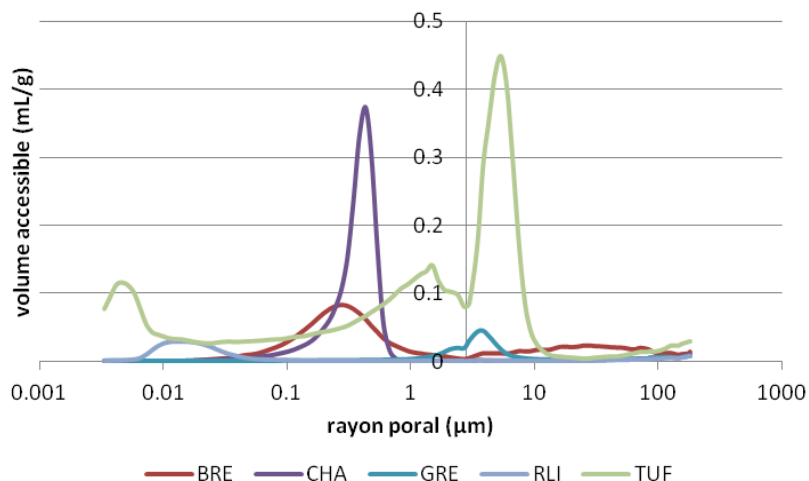


Figure 114 : Répartition de taille des pores des matériaux sélectionnés

8 Caractérisation de la rugosité de surface

Comme nous l'avons vu dans la partie 1 (chapitre 2.4), la surface d'un matériau présente une texture et donc des propriétés thermiques qui diffèrent du cœur du matériau. Il est donc nécessaire de pouvoir caractériser la surface pour le développement de capteurs non-intrusifs utilisant ces propriétés, comme nous le ferons dans le prochain chapitre. L'objectif est de quantifier la rugosité de différents états de surface du même matériau (par polissage successifs) afin d'évaluer son influence sur la mesure et de valider la méthode sur des matériaux naturels.

8.1 Principe de la mesure de rugosité

Le front d'onde est l'un des nombreux paramètres qui caractérisent un faisceau lumineux. Il est défini comme la surface à laquelle les rayons lumineux sont perpendiculaires. En projetant un faisceau lumineux sur une surface et en étudiant les rayons réfléchis suivant le même axe, les informations récupérées sont multiples : relief et rugosité, qualité optique, aberrations... Plusieurs méthodes coexistent pour ce type d'investigation, qui présente de nombreuses applications en astronomie, caractérisation de faisceaux lasers, ophtalmologie, contrôle de composants d'optique, études de surfaces (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**):

- Méthode de Shack-Hartmann : elle consiste à échantillonner le faisceau lumineux réfléchi par des microlentilles, qui le concentre sur le plan focal, permettant ainsi de mesurer des fronts d'onde de faibles intensités. Mais cet échantillonnage entraîne une faible résolution des capteurs. La tache lumineuse issue d'une microlentille occupe en effet plusieurs pixels sur la barrette du capteur numérique photosensible (CCD). Si l'on cherche à améliorer la résolution en diminuant le nombre de pixels alloués à chaque tache, le résultat conduit nécessairement à une forte diminution de la dynamique du capteur avec un faible gain en résolution. En outre, si on cherche à augmenter le nombre de microlentilles en réduisant leurs dimensions, on augmente les interférences générées par chacune d'entre elles. Les taches obtenues sur le capteur risquent de se recouper avec leurs voisines, rendant chaque tache plus difficile à identifier. Pour pallier à ce problème, les microlentilles peuvent être dotées d'une signature spécifique, entraînant un coût de fabrication élevé.

- Interférométrie à décalage multilatéral : dans ce cas, le faisceau incident ne passe pas par un réseau de microlentilles, mais à travers un réseau de diffraction. Il s'agit de partir de l'image floue et de mesurer les défauts du front d'onde afin de reconstruire mathématiquement l'image nette par déconvolution. Pour une taille de détecteur donnée, la résolution de l'interféromètre à décalage multilatéral est supérieure à celle des capteurs de Shack-Hartmann. Contrairement à cette dernière, l'interféromètre à décalage multilatéral autorise l'utilisateur à modifier la sensibilité et la dynamique de la mesure, permettant ainsi un plus grand nombre d'applications. Elle nécessite cependant d'utiliser un matériel de même complexité que la méthode Shack-Hartmann.
- Analyseur de courbures : Il consiste à mesurer la variation longitudinale de l'intensité en déplaçant le capteur le long de l'axe optique. Pour simplifier la mise en œuvre de la méthode et obtenir simultanément deux images d'intensité, il utilise une grille de diffraction spécifique, composée de motifs paraboliques, située devant le capteur. On obtient ainsi les deux images d'intensité du faisceau incident sans qu'il soit nécessaire de déplacer la caméra. La résolution des analyseurs de courbure est plus élevée que celles des deux méthodes précédentes. Chaque pixel obtenu correspond en effet à un point de mesure, et donc à une valeur de front d'onde. Mais cette méthode nécessite une fois de plus du matériel complexe, notamment des éléments de diffraction très spécifiques.

Les limites techniques de ces méthodes ainsi que les moyens informatiques désormais disponibles ont entraîné la naissance d'une nouvelle série de capteur, dits numériques. Comme les analyseurs de courbure, ils mesurent la variation de l'intensité de l'onde dans la direction de l'axe optique. Grâce aux images d'intensité obtenues sur des plans transversaux à l'axe optique, et au logiciel qui leur est associé, ils fournissent une reconstruction mathématique du front d'onde. Dans ce cas, les composants optiques utilisés sont beaucoup plus simples et peuvent se limiter à une simple lame séparatrice qui sépare le faisceau incident. Cette simplification de l'instrumentation au profit du traitement numérique permet de diminuer l'encombrement et la fragilité de l'instrument de mesure, améliorant ainsi sa portabilité.

Méthodes	Avantages principaux	Limites principales
Shack-Hartmann	<ul style="list-style-type: none"> - Grande sensibilité - Large gamme de longueurs d'onde - Insensibilité aux vibrations 	<ul style="list-style-type: none"> - Faible résolution - Compromis à trouver entre dynamique et résolution - Etalonnage précis nécessaire
Interférométrie à décalage multilatéral	<ul style="list-style-type: none"> - Meilleure résolution que méthode précédente - Possibilité de modifier au besoin la sensibilité et la dynamique 	<ul style="list-style-type: none"> - Complexité - Coût
Analyseurs de courbure	<ul style="list-style-type: none"> - Meilleure résolution que méthodes précédentes 	<ul style="list-style-type: none"> - Complexité accrue - Longueur d'onde pré-déterminée - Bande passante limitée
Capteurs « numériques » de front d'onde	<ul style="list-style-type: none"> - Meilleure résolution que méthode précédente - Simplicité - N'importe quelle longueur d'onde 	<ul style="list-style-type: none"> - Algorithmes spécifiques - Charge de calculs élevée

tableau 10 : Récapitulatif des différentes méthodes de mesure par front d'onde (d'après PhaseView®)

Appareillage utilisé sur nos échantillons

Le rugosimètre utilisé est composé d'un système d'acquisition SurPhase® et d'un logiciel de traitement GetPhase®, les deux édités par l'entreprise PhaseView®.

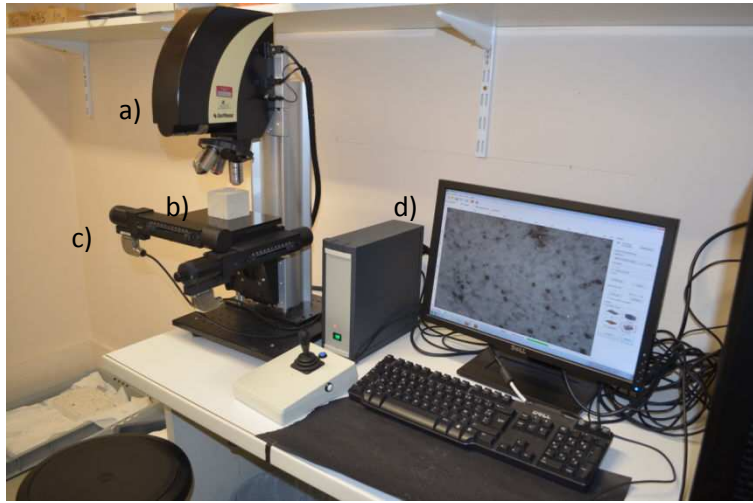


Figure 115 : Illustrations de l'équipement PhaseView. a) système d'acquisition SurPhase®, b) échantillon, c) plateau micrométrique, d) système de commande et de traitement

Le système d'acquisition SurPhase®, de type rugosimètre à front d'onde par capteurs numériques, permet de calculer la netteté de chaque point en fonction de la distance focale entre le capteur et l'échantillon testé (Figure 115). Trois paramètres sont importants pour optimiser la mesure : l'ordre de grandeur de la rugosité, la résolution de la rugosité, et la plage de surface mesurée. Ces trois paramètres conditionnent le choix de l'objectif.

Premièrement, l'ordre de grandeur de la rugosité : plus le grossissement est important, plus la profondeur de champ est faible. Si la rugosité est faible, la profondeur de champ peut être suffisante pour obtenir une image nette de l'intégralité de la surface étudiée, et permettre ainsi d'en calculer la rugosité. Dans le cas contraire, l'appareil présente l'avantage de pouvoir être réglé en « mode étendu » : il exécute une série de dix mesures en décalant entre chacune d'elles le capteur d'une certaine distance réglable par l'utilisateur. Il permet ainsi en recoupant les données d'obtenir à nouveau la rugosité sur l'intégralité de la surface. Au-delà d'une certaine rugosité, il devient impossible de décaler davantage le capteur. Le seul choix restant est donc de passer à l'objectif de grossissement inférieur, ce qui influe considérablement sur le second paramètre, la résolution en Z de la mesure (tableau 11).

Système de mesure	Surphase Mode Normal		Surphase Mode Etendu	
	Gamme en Z [µm]	Résolution en Z [µm]	Gamme en Z [µm]	Résolution en Z [µm]
2.5X	108	1.0	4000	22
5X	27	0.3	1000	6
10X	7	0.07	250	1.3
20X	3	0.03	62	0.6
50X	0.8	0.008	10	0.2
100X	0.6	0.006	2.5	0.1

tableau 11 : Tableau récapitulatif des résolutions et échelle d'acquisition

Le troisième et dernier paramètre est la taille de la surface étudiée : plus le grossissement est important, plus la fenêtre est réduite, mais meilleure est la résolution (tableau 12). Il se pose alors la question de la représentativité : quelle est la surface minimale représentative de la totalité de la surface exposée et quelle est la résolution suffisante pour être représentative de la rugosité vraie ? Pour conserver une bonne résolution tout en couvrant une plage importante, une plateforme de translation a été installée sous le rugosimètre. Commandée par GetPhase®, elle permet en théorie de mesurer, pour n'importe quelle résolution, une surface de plusieurs dizaines de centimètres carrés.

objectif	Gamme XY [μm]	résolution XY [μm]
2.5X	2662x2129	4.2
5X	1331x1064	2.1
10X	665x532	1.1
20X	332x266	0.7
50X	133x106	0.4
100X	66x53	0.3

tableau 12 : Récapitulatif des dimensions et résolutions des plages de mesure

8.2 Détermination d'un protocole expérimental

8.2.1 Choix techniques

Quatre solutions peuvent être envisagées en fonction des surfaces à analyser (tableau 13).

Solution 1	Solution 2	Solution 3	Solution 4
Plage 0,5cm*4cm Objectif x2,5	Plage 0,2*2cm Objectif variable	Plage 2662*2129μm Objectif x2,5	Plage 2662*2129 Objectif variable
Avantages : - Surface couvrant l'intégralité du contact fil/matériau	Avantages : - Surface représentative du contact fil/matériau - Temps d'acquisition réduit (10 mn)	Avantages : - Temps d'acquisition très court (20s) - Même fenêtre pour tous les échantillons	Avantages : - Temps d'acquisition très court à réduit - Même fenêtre pour tous les échantillons
Inconvénients : - Temps d'acquisition important - Mémoire software insuffisante - Précision très faible	Inconvénients : - Mémoire software parfois insuffisante - Temps long pour forte précision	Inconvénients : - Surface non représentative - Résolution trop faible suivant les échantillons	Inconvénients : - Surface non représentative - Précision variable
Résultats : impossible	Résultats : impossible		

tableau 13 : Récapitulatif des inconvénients et avantages des solutions techniques adoptées.

Pour bien évaluer la surface d'échange des échantillons sur une face, l'idéal est de mesurer l'intégralité de la zone d'échange (solution 1). Or, le logiciel sature dès qu'un grand nombre de mesures est effectué (à partir de 16 plages de mesures environ), et entraîne un arrêt complet de l'appareil. Il en est de même pour la solution 2 où la surface étudiée nécessite un grand nombre de plages de mesures.

Le choix de l'objectif dépend donc du matériau étudié et de la rugosité (ou relief) à mesurer. Dans le cas d'un calcaire de Brétigny, l'objectif x2.5 s'impose en raison des macropores qui rendent la surface très hétérogène. A l'inverse, les matériaux plus homogènes microscopiquement seront mieux étudiés à plus fort grossissement (x5 ou x10), car les hétérogénéités de surface ne seront pas visibles à l'objectif x2.5 (résolution en Z trop faible). La solution 3 est donc écartée.

Pour pouvoir comparer les matériaux entre eux, les protocoles de mesure doivent être les plus proches possibles et par conséquent la sélection de plages d'études identiques (solution 4) s'est imposée. Il faudra donc 16 photos au grossissement x10 pour RLI ou CHA, pour couvrir la même surface qu'1 image de BRE au grossissement x2.5, ou 4 de GRE ou TUF à l'objectif x5.

8.2.2 Détermination de la Surface Élémentaire Représentative (SER)

La couverture de grandes surfaces étant impossible, le choix a été fait de répéter des mesures ponctuelles, d'une surface connue, de façon aléatoire sur la surface de contact échantillon/capteur. Bien que cette solution présente l'avantage d'une acquisition de forte précision pour des temps courts, elle pose le problème de la représentativité de la surface étudiée. Cette question a été résolue par une étude de l'évolution de cinq paramètres caractéristiques de la rugosité : Sa, Sq, Sku, SSk et St (partie 1 chapitre 2.4.2, tableau 3) réalisée sur les deux matériaux BRE et GRE, présentant les plus fortes hétérogénéités (Figure 116).

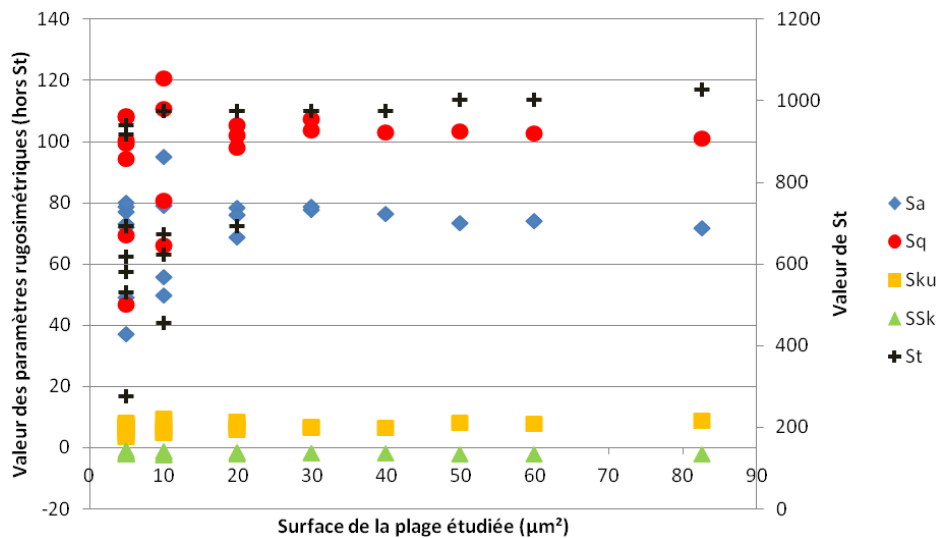


Figure 116 : Evolution des paramètres de rugosité Sa, Sq, Sku, SSk, et St en fonction de la surface de la plage analysée (Echantillon BRE)

Pour le Sa et le Sq, on remarque que la valeur finale est atteinte et stable à partir d'une surface analysée comprise entre 20 mm^2 et 30 mm^2 , à 10 % près. Nous prendrons par sécurité 30 mm^2 pour surface élémentaire représentative (SER). Or, les possibilités matérielles ne nous permettent pas l'acquisition d'une plage d'une telle surface pour les plus forts grossissements. Aussi, nous procéderons par mesures de rugosimétrie sur 6 plages contigües de 5 mm^2 , alignées sur la zone de contact fil/matériau afin d'obtenir une surface représentative équivalente à une SER de 30 mm^2 . Les mesures ont été répétées sur 5 surfaces du matériau (cas 1 à 5) avec à chaque fois 9 plages de 5

mm². En comparant aux valeurs finales Sa=73.7 et Sq=103 mesurés sur la plage de 82 μm², les moyennes des rugosités mesurées sur les plages de 5mm² sont de Sa=70,13 et Sq=95,47 (tableau 14). Les écarts types restent dans le domaine d'incertitude des valeurs de Sa et Sq mesurés sur les surfaces 30, 40, 50, 60 et 82 mm².

	moyenne sur six mesures					moyenne
	Cas 1	Cas 2	Cas 3	Cas 4	Cas 5	
moyenne Sa	69.75	65.74	70.33	71.78	73.07	70.13
écart VF	1.95	5.96	1.37	-0.07	-1.37	1.57
moyenne Sq	93.02	88.86	96.80	98.64	100.01	95.47
écart VF	8.08	12.24	4.30	2.46	1.09	5.63

tableau 14 : Récapitulatif des valeurs de rugosités (Sa et Sq) obtenues sur les plages de 5 mm² (Echantillon BRE)

Cette méthode permet donc d'obtenir des valeurs de Sa avec une incertitude inférieure à 10 %, voire inférieure à 2% dans 4 cas sur 5 étudiés, et inférieures à 8% pour Sq. Cependant, des hétérogénéités locales peuvent fortement influencer la mesure de rugosité et il est donc conseillé « d'étaler » au maximum les plages mesurées (cas 5, < 2 % d'écart).

Les mesures sur GRE sont réalisées pour un grossissement x5. En conséquence, il faut quatre images pour couvrir la même surface qu'au grossissement x2,5 sur l'échantillon BRE. La capacité du software étant atteinte pour une surface plus faible, il n'a été possible que de mesurer une surface de 29.4 mm². Cependant, les valeurs de Sa, Sq, Ssk et Sku montrent que la SER est atteinte entre 15 et 20 mm². Le protocole utilisé précédemment a donc été conservé dans un souci de comparaison. Les différences relevées sont inférieures à 5 % (Sa et Sq).

8.2.3 Définition du protocole de mesure

Le protocole choisi se base sur la solution 4 (tableau 13) qui répond convenablement aux exigences de représentativité et de précision.

Les différentes conditions d'acquisition et de traitement pour les échantillons étudiés sont résumées dans le tableau 15. Pour chaque roche, les conditions d'analyse ont été identiques pour les différentes surfaces traitées polies (Figure 117). Enfin, les données brutes sont traitées par différents filtres pour éliminer les bruits parasites :

- Spike élimination : élimine les aberrations ponctuelles (erreur de mesure, poussière) sur la surface;
- Median filter : élimine le bruit de fond sur la surface;
- Spatial Frequency filter Low Pass : lisse très légèrement la surface après élimination du bruit de fond;
- Spatial Frequency filter High Pass : élimine les mauvais raccordements d'images (dans le cas de 4 images par plage ou 16 images par plage).

Echantillon	Conditions d'acquisition	Filtres
BRE	Objectif x2.5 Plage : 2662*2129 Z résolution : 22 µm	Spike Elimination 20 Median Filter 22 pxl Spatial Frequency Filter Low Pass 50 µm
GRE	Objectif x5 Plage : < 2662*2129(4 images) Z résolution : 6 µm	Spike Elimination 20 Median Filter 22 pxl Spatial Frequency Filter Low Pass 30 µm Spatial Frequency Filter High Pass 1000 µm
TUF	Objectif x5 Plage : < 2662*2129(4 images) Z résolution : 6 µm	Spike Elimination 20 Median Filter 22 pxl Spatial Frequency Filter Low Pass 30 µm Spatial Frequency Filter High Pass 1000 µm
RLI	Objectif x10 Plage : <2662*2129 (16 images) Z résolution : 1.3 µm	Spike Elimination 20 Median Filter 22 pxl Spatial Frequency Filter Low Pass 30 µm Spatial Frequency Filter High Pass 500 µm
CHA	Objectif x10 Plage : <2662*2129 (16 images) Z résolution : 1.3 µm	Spike Elimination 20 Median Filter 22 pxl Spatial Frequency Filter Low Pass 30 µm Spatial Frequency Filter High Pass 500 µm

tableau 15 : Récapitulatif des conditions d'acquisition et de filtrage utilisées pour les 5 types de roches BRE, GRE, TUF, RLI et CHA

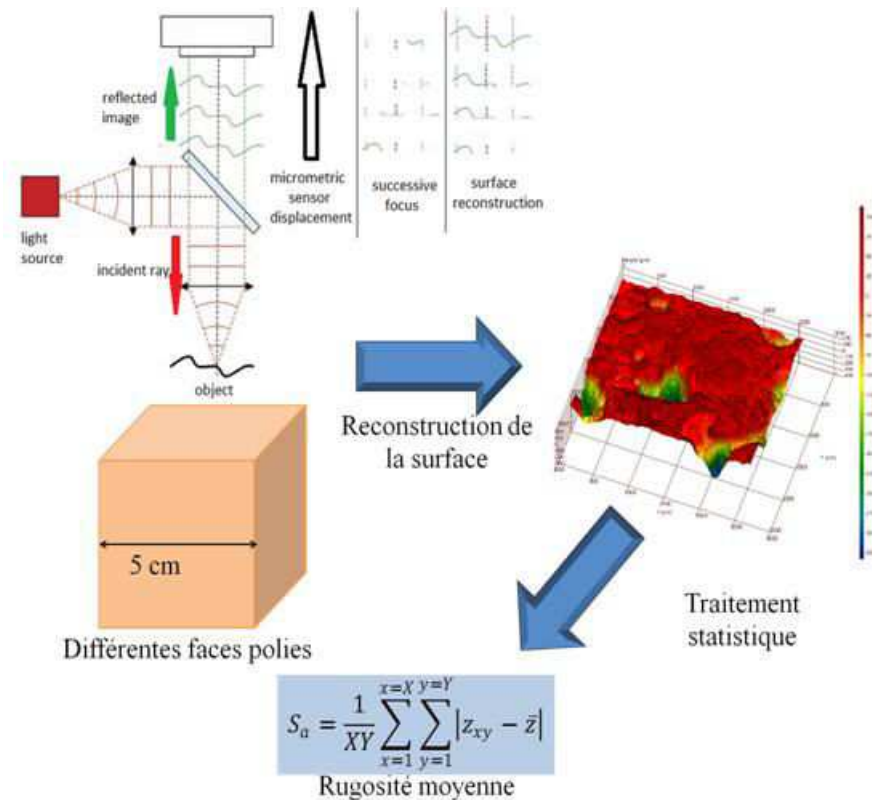


Figure 117 : principe de la mesure de rugosité

8.3 Résultats des mesures

La Figure 118 représente l'évolution de la rugosité moyenne, Sa, et de l'écart-type de la rugosité, Sq. Les matériaux ne réagissent pas de façon identique au même polissage. Les calcaires RLI et CHA, de texture microscopique, présentent une rugosité très faible, avec peu de différences quantitatives entre les différentes faces polies. La roche de Brétigny BRE, remarquable par sa macroporosité, présente des résultats largement supérieurs, et une influence quantitative accrue du polissage. La rugosité reste cependant importante en raison des macropores ouverts en surface. Le grès, GRE, nécessite un temps de polissage plus long, du fait de la dureté supérieure de ses minéraux. Si ces quatre roches prennent le poli, il n'en est pas de même pour le tuffeau (TUF). Ce dernier nécessite alors un polissage plus doux afin d'obtenir un résultat relatif identique aux autres roches (Figure 119).

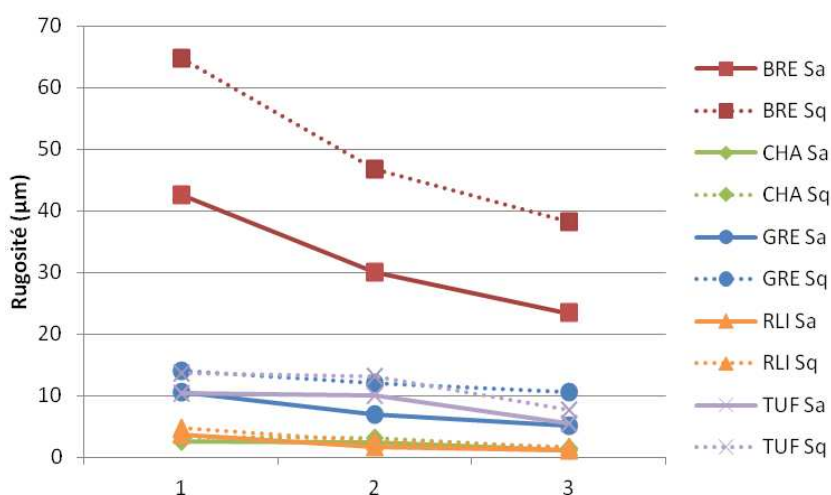


Figure 118 : évolution quantitative des paramètres Sa et Sq en fonction du polissage des cinq roches

La Figure 119 illustre l'évolution des valeurs en fonction de la valeur initiale de Sa et de Sq. De manière générale, l'évolution relative de ces deux paramètres est identique, hormis pour le grès où la valeur de Sq reste importante comparée au Sa (85% pour 65% et 76% pour 50%). Nous préférons donc le paramètre Sa où les écarts sont les plus marqués.

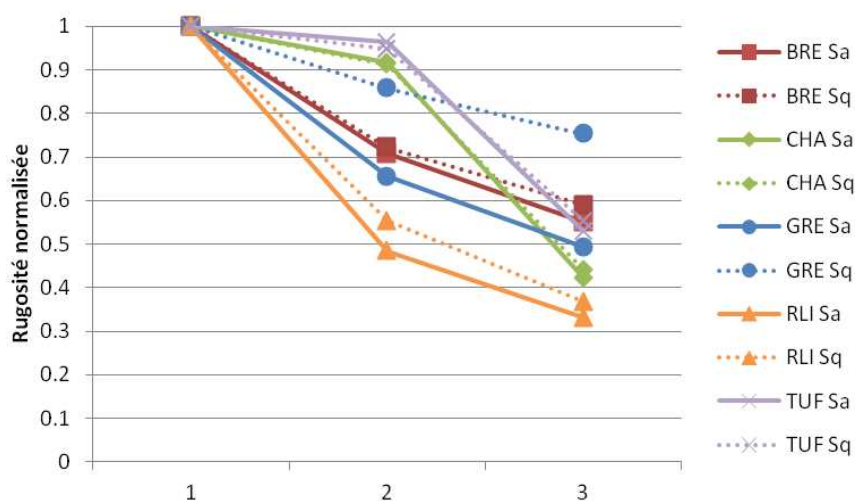


Figure 119 : évolution relative des paramètres Sa et Sq en fonction du polissage des cinq roches

Les valeurs du kurtosis, Sku , obtenues sur les faces non polies des échantillons, sont remarquablement proches quel que soit le matériau (environ 5; Figure 120). Ce kurtosis augmente avec le polissage, représentant un pic de plus en plus marqué de la distribution en z sur l'ensemble de la plage de mesure. Ceci peut s'interpréter comme un indice du poli. Le grès prend le mieux le poli, suivi du calcaire lithographique, du calcaire de Brétigny, et enfin du calcaire de Migné, CHA. Grâce aux soins particuliers lors du polissage, le tuffeau présente également une valeur final importante, mais qui se dégrade rapidement avec le temps.

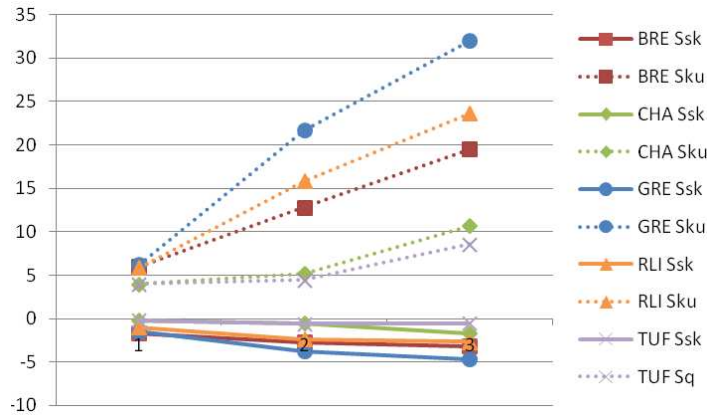


Figure 120 : évolution des paramètres Ssk et Sku en fonction du polissage des cinq roches

Les valeurs de Ssk de la Figure 120 sont toutes négatives, représentant des surfaces présentant majoritairement des cavités, et non des pics. Les valeurs les plus proches de 0 concernent les pierres les plus finement divisés, alors que celles présentant des macropores, même très localisés (RLI) sont caractérisés par un Ssk plus faible (-5 au minimum pour le Grès).

Les valeurs St et Sz sont deux calculs différents de l'écart entre le point le plus de la plage mesuré et celui le plus bas. Si on observe globalement une diminution de la valeur avec le polissage (Figure 121), elle n'est pas observée notamment pour GRE et BRE, présentant des macropores. Dans le cas de la pierre de Brétigny, cela peut s'expliquer par des variations de la valeur minimale mesurée (Sv : profondeur maximale de vallée) suivant les différences faces et plages : ce paramètre est très aléatoire et dépend de l'axe de la coupe, de la cimentation, de l'organisation des oolithes, etc. Dans le cas du grès de Fontainebleau, la dureté des grains de quartz peut entraîner localement des résidus d'anomalies positives (Sp : hauteur maximale de pics), dont l'erreur s'ajoute à l'erreur explicite pour le calcaire de Brétigny.

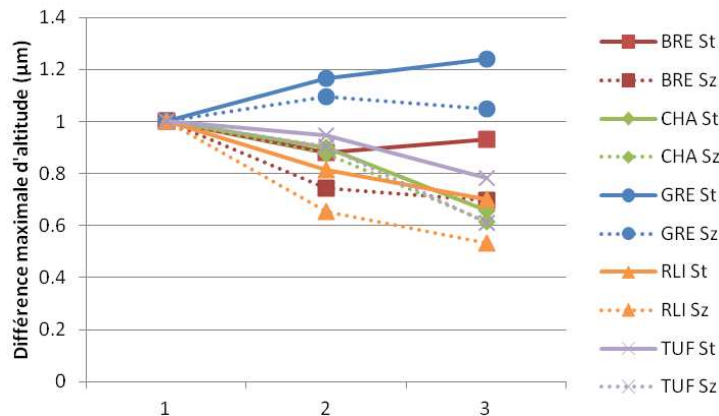


Figure 121 : évolution relative des paramètres St et Sz en fonction du polissage des cinq roches

Enfin, le Sds (densité de sommets sur une surface donnée) augmente dans un premier temps en raison de l'arrachage des grains lors du rodage. Lors du polissage à proprement parler, le traitement de surface est plus doux. Les gros grains (BRE, GRE) sont limés, entraînant une diminution du nombre de sommets par mm^2 (Sds), alors que les plus fins peuvent encore être arrachés, entraînant une nouvelle augmentation du Sds (TUF, RLI, CHA) malgré la diminution générale de la rugosité (Figure 122).

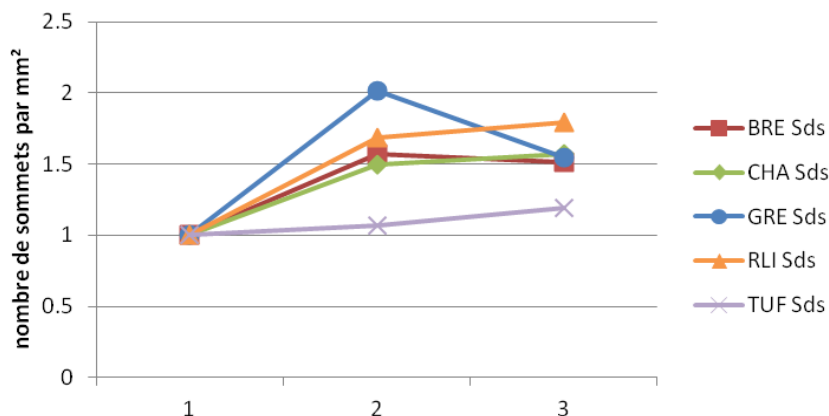


Figure 122 : évolution relative du paramètre Sds en fonction du polissage des cinq roches

Conclusion Partielle

Neuf roches du seuil du Poitou ont été caractérisées d'un point de vue pétrophysique et pétrographique. Parmi ces faciès, quatre calcaires ont été sélectionnés, d'une part pour leur homogénéité, et d'autre part pour leurs caractéristiques particulières :

- Le calcaire oolithique de Brétigny (BRE) : de porosité moyenne (19,1%), comprenant une forte composante macroscopique;
- Le calcaire micritique de Migné (CHA) : de porosité moyenne (21,8 %), uniquement microscopique;
- Le calcaire lithographique de la carrière du Ricou (RLI) : de faible porosité (5,2 %);
- Le tuffeau de Saumur (TUF) : de forte porosité (48%);
- Le grès de Fontainebleau (GRE) complète le panel d'échantillon, représentatif des matériaux détritiques siliceux employés en pierre de taille, de faible porosité (6,3%)

Des échantillons cubiques, de 5 cm de côté, ont été taillés dans ces différents faciès. Différentes faces ont été polies suivant des traitements différents, de manière à obtenir différents états de surface du même échantillon. Ces états de surface ont été quantifiés par rugosimétrie afin d'étudier la faisabilité d'une mesure non-intrusive de la conductivité thermique par la méthode du fil chaud.

Partie 3 : Développement d'un nouveau capteur de teneur en eau pour les matériaux inorganiques poreux

9 La méthode du fil chaud noyé

9.1 Théorie de la méthode

Un fil métallique supposé infini est placé à l'intérieur de l'échantillon à tester. Lors de l'injection d'un courant électrique dans le fil, celui-ci émet de la chaleur par effet Joule. Le transfert thermique au sein du matériau testé, le milieu, est dépendant de sa conductivité thermique. Plus la conductivité est élevée, plus la chaleur se dissipe rapidement et moins le fil chauffe. A l'inverse, plus la conductivité thermique du matériau est faible, plus la chaleur reste piégée auprès du fil et plus le fil voit sa température augmenter. La technique consiste donc à mesurer l'élévation de la température du fil, soit par l'intermédiaire d'un thermocouple, soit par les variations de la résistance du fil à l'aide d'un voltmètre (Figure 123).

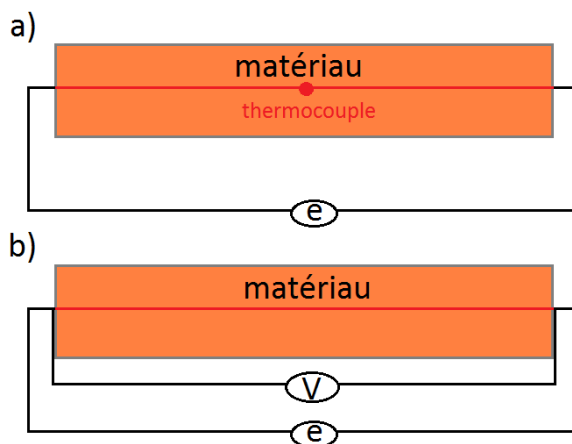


Figure 123 : schéma de principe de la méthode au fil chaud. a) avec thermocouple. b) sans thermocouple. . V = différence de potentiel aux bornes, e = intensité du courant.

L'avantage du thermocouple est de prendre en compte l'élévation de température au cœur du matériau, et de s'affranchir par conséquent d'éventuels effets de bord dus notamment aux soudures. Cependant, la soudure du thermocouple sur le fil, ainsi que les raccords électriques du thermocouple, peuvent nuire à la précision de mesure. Ainsi, nous utiliserons la méthode sans thermocouple, directement par mesure de tension (V) et courant (e) aux bornes du fil chaud. Cette méthode nécessite une mesure précise de la longueur du fil, ainsi que des mesures très précises des tensions et courants aux bornes « exactes » du contact avec le matériau.

D'autres méthodes rendent plus complexe le capteur dans le but d'obtenir la capacité thermique en plus de la conductivité thermique, et par conséquent la diffusivité et l'effusivité. Le fil chaud est alors combiné à un thermocouple déporté (dos Santos, 2002). On considère alors que les résistances

de contact matériau/fil et matériau/thermocouple sont négligeables. Cependant, ces techniques s'appliquent difficilement sur les matériaux de construction, et l'erreur en cas de méthode intrusive est de 5% pour la conductivité thermique, et pour la capacité thermique régulièrement de l'ordre de 10% à 15% (Krapez, 2007).

9.1.1 Approche mathématique

La loi de Fourier donne l'équation générale de la chaleur, qui est définie par l'équation (44) :

$$\frac{dT}{dt} = \frac{P}{\rho C_p} + \alpha \nabla^2 T \quad (44)$$

Sans source interne de chaleur, et dans un système de coordonnées cylindriques, cette loi peut être simplifiée par (45) :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \cdot \left(\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial T}{\partial r} \right) \quad (45)$$

Pour une source linéaire de chaleur, cette équation est satisfaite par l'équation (3), donnée par (Carslaw & Jaeger, 1959), en supposant que la chaleur est libérée de façon constante et homogène suivant une puissance q , par unité de temps et de longueur :

$$\Delta T(t, r) = \frac{q}{4\pi\lambda} \int_0^t e^{-\frac{r^2}{4\alpha(t-t')}} \frac{dt'}{t-t'} \quad (46)$$

En effectuant un changement de variable ($u = \frac{r^2}{4\alpha(t-t')}$), on obtient :

$$\Delta T(t, r) = \frac{q}{4\pi\lambda} \int_{\frac{r^2}{4\alpha t}}^{\infty} e^{-u} \frac{du}{u} \quad (47)$$

On retrouve ainsi l'intégrale exponentielle (Pantaloni, et al., 1977):

$$Ei(-x) = - \int_x^{\infty} e^{-u} \frac{du}{u} \quad (48)$$

Pour un x suffisamment faible (r très faible et un t relativement long), l'intégrale exponentielle admet un développement limité en 0 :

$$Ei(-x) = \gamma + \ln(x) - x + \frac{1}{4}x^2 + o(x^3) \quad (49)$$

Où γ est la constante d'Euler-Mascheroni, $\gamma \approx 0,57721$.

D'où, d'après les équations (47) et (49) :

$$\Delta T(t, r) = \frac{q}{4\pi\lambda} \left[-\gamma - \ln\left(\frac{r^2}{4\alpha t}\right) \right] \quad (50)$$

$$\Delta T(t, r) = \frac{q}{4\pi\lambda} \left[\ln\left(\frac{4\alpha t}{r^2}\right) - \ln(e^\gamma) \right] \quad (51)$$

Avec $C=e^y$, on obtient la loi que nous utiliserons par la suite :

$$\Delta T(t) = \frac{q}{4\pi\lambda} \left[\ln \left(\frac{4\alpha t}{C \cdot r^2} \right) \right] \quad (52)$$

$$\Delta T(t, r) = \frac{q}{4\pi\lambda} \left[\ln(t) + \ln \left(\frac{4\alpha}{C \cdot r^2} \right) \right] \quad (53)$$

En dérivant cette fonction, on obtient la relation suivante :

$$\frac{dT(t, r)}{d \ln(t)} = \frac{q}{4\pi\lambda} \quad (54)$$

soit :

$$\lambda = \frac{q}{4 \cdot \pi} \cdot \left(\frac{dT(t, r)}{d \ln(t)} \right)^{-1} \quad (55)$$

En considérant que :

- Le fil (métallique) présente une très bonne conduction thermique (100 fois plus que l'eau),
- Le fil est très fin (<1mm de diamètre),

Alors, nous pouvons présumer qu'au bout de quelques millisecondes, le fil est à une température homogène et que cette température du fil (au rayon r_0) est uniquement due ensuite aux échanges avec l'environnement.

9.1.2 Mesure de la variation de température par mesure de tension

En pratique, la réponse $\Delta e(t)$ du fil à la surchauffe ($\Delta T(t)$) résultant de l'effet Joule dû au passage d'un courant constant à travers celui-ci est donnée par l'équation ci-dessous :

$$R(t) = R_0(1 + \beta_0 \cdot (T - T_0))i \quad (56)$$

Soit, en introduisant la loi d'Ohm $e(t)=R(t) \cdot i$:

$$\Delta T(t) = \frac{\Delta e(t)}{\beta_0 R_0 i} \quad (57)$$

Où $R(t)$ est la résistance électrique instantanée du fil et β_0 le coefficient de température du fil, obtenu par un étalonnage expérimental.

En prenant en compte les équations (55) et (57), la conductivité thermique λ peut se calculer comme suit :

$$\lambda = \left(\frac{q \cdot R_0 \cdot \beta_0 \cdot i}{4 \cdot \pi} \right) \cdot \left(\frac{de(t)}{d(\ln t)} \right)^{-1} \quad (58)$$

Où $de(t)/d(\ln(t))$ est une constante numérique déduite des données expérimentales à partir de la partie linéaire de la courbe $e(t)=f(\ln(t))$. Nous appliquerons cependant l'équation (57) directement

sur les mesures de tension, afin de travailler directement sur des courbes $\Delta T(^{\circ}C)=f(\ln(t))$, pour une compréhension facilitée de l'analyse. Nous utiliserons donc l'équation (55) sur ces courbes.

9.2 Transfert de technologie : des fluides vers les solides

Cette partie a été publiée dans *Advances in Civil Engineering*, et est en libre accès sur internet [(Merckx, et al., 2012a), annexe III]. Les transferts thermiques ont été mesurés dans des milieux granulaires en utilisant un fil chaud noyé dans des assemblages de billes de verre, qui permettent de faire la transition entre les fluides et les solides. La technique avait été développée pour les liquides par Thevenot et al. (Thevenot, et al., 2006) puis pour les fluides corrosifs par Garnier et al. (Garnier, et al., 2008). Ensuite, nous avons appliqué cette méthode à des géomatériaux : une brique de terre crue, une brique de chaux et une brique de béton de chaux-chanvre (Figure 124).

9.2.1 Matériel et méthodes

Le fil chaud est constitué d'un fil en Nickel très pur (Ni > 99,98 %) de 0,125 mm de diamètre, inséré dans l'assemblage de billes de verre ou dans les briques lors de leur fabrication. Le choix de ce diamètre a été motivé par :

- un ratio longueur/diamètre important pour garder la théorie du fil infini ($L/D \gg 200$), pour minimiser l'influence de l'effet de bord,
- et pour assurer la résistance nécessaire au cours des procédés de fabrication des briques.

Les transferts de chaleur ont été induits par un courant constant de 100 mA ou 300 mA. Le générateur de courant est un Keithley 2400 de précision 10^{-6} A. Il est associé à un nanovoltmètre Keithley 2182 de précision de 10^{-8} V. Les expériences sont pilotées par un ordinateur équipé de connections GPIB et du logiciel Labview®.

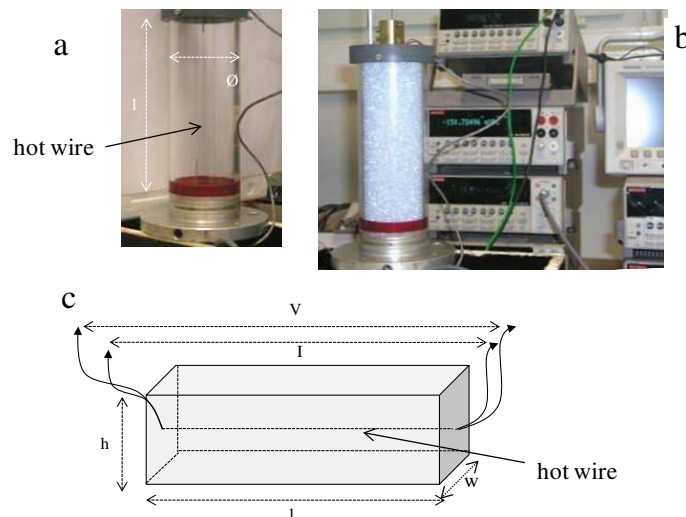


Figure 124 : Détails de l'appareillage du fil chaud. chaud, a - Cellule cylindrique utilisée pour les assemblages de billes de verre et les liquides. b - Cellule cylindrique remplie de billes de verres, générateur et nanovoltmètre Keithley à l'arrière plan. c - Représentation schématique de l'instrumentation de la brique ($l=29.5$ cm, $h=9.5$ cm, $w=14$ cm). V =différence de potentiel mesurée, I =intensité courant mesurée.

Plusieurs ensembles de billes de verre de granulométrie différentes ont été testés. Trois types de billes de verre Sili® ont été testées (M, S, SL). Elles diffèrent par de petites différences de densité

(Tableau 16). Chaque assemblage de billes est caractérisé par une granulométrie d-D évoluant de 1,50-1,70 mm à 3,80-4,10 mm pour le type M, de 0,40-0,60 mm à 3,75-4,50 mm pour le type S et de 0,50-0,80 mm à 2,50-3,20 mm pour le type SL (Tableau 16). En dépit des différences de granulométrie, la porosité des différents assemblages montre peu de différences : la porosité moyenne des assemblages de bille M, S ou SL est respectivement de 0,37, 0,39 et 0,39. Pour mettre en évidence l'effet de la saturation, les assemblages 2,80-3,40 ont également été testés à sec, saturés à l'eau puis à l'acétone. La cellule cylindrique remplie de billes de verre est longue de 19,8cm et présente un diamètre intérieur \varnothing de 7 cm (Figure 124).

	granulométrie d-D (mm)	Diamètre moyen (mm)	Densité des billes (-)	Porosité (-)
Type M	1,50- 1,70	1,50	2,54	0,38
	1,90-2,30	2,00	2,50	0,37
	2,40-2,70	2,50	2,54	0,38
	2,70-3,10	2,80	2,50	0,36
	3,80-4,10	3,90	2,52	0,37
Type S	0,40-0,60	0,45	2,51	0,40
	0,70-1,10	0,85	2,52	0,39
	1,00- 1,40	1,10	2,53	0,39
	1,70-2,20	1,80	2,52	0,39
	2,50-3,15	2,50	2,51	0,38
	2,85-3,60	3,00	2,53	0,39
	3,75-4,50	3,95	2,51	0,37
Type SL	0,50-0,80	0,71	2,61	0,40
	0,70-1,05	0,85	2,61	0,39
	0,90- 1,50	1,10	2,59	0,39
	1,60-2,20	1,80	2,61	0,39
	2,50-3,20	2,70	2,60	0,38

Tableau 16 : Gammes de diamètres (d-D), diamètre moyen, densité moyenne et porosité des assemblages de billes M, S et SL. Les densités des billes de verre ont été mesurées au pycnomètre.

La brique de terre crue est fabriquée par compression mécanique d'un mélange de terre et de sable, avec adjonction de 5% de chaux. Le pourcentage massique du mélange correspond à 62% terre, 28% sable, 5% chaux et 5% d'eau. La minéralogique du sable est à dominante de quartz, avec des feldspaths et accessoirement des oxydes de fer. La fraction argileuse est composée d'illite, kaolinite et smectite. La conductivité thermique effective est mesurée à partir de sa teneur en eau initiale (17%) jusqu'à sa teneur en eau résiduelle (3%) après 110 jours de séchage à l'air. Les 17% de teneur en eau correspondent à un indice de saturation (I_{sat}) de 90%. Les 3 % résiduels

correspondent à un indice de saturation de 15%. Les mesures ont été faites tous les jours les 60 premiers jours, puis avec un pas de temps supérieur par la suite (2-4 jours).

Le béton de chaux-chanvre est composé d'un mélange de 25 kg d'eau, 5.08 kg (60 l) de chènevotte et de 35 kg de chaux. Les proportions massiques du béton évoluent de 38.5% d'eau, 7.8% de chènevotte et 53.8% de chaux pour le béton frais. Ce pourcentage massique de la chaux croît à 76% pour un béton mature (sec). La chaux utilisée correspond au produit manufacturé Bâtichanvre® commercialisé par CESA (NHL5). Les briques (terre crue et béton de chaux-chanvre) utilisées pour cette partie mise au point technologique ont une longueur de 29,5 cm, une largeur de 14 cm et une hauteur 9,5 cm. Les mesures ont ensuite été étendues à d'autres bétons de chanvre [(Merckx, et al., 2012b), AnnexeIV].

Les mesures de transfert de chaleur sont représentées dans des graphiques $\Delta T (^{\circ}\text{C}) = \ln(t)$. Deux types de courbes peuvent être obtenus :

- les courbes à une seule pente, caractéristiques d'un contact fil-milieu continu, notamment observé pour les liquides (Figure 125 (Thevenot, et al., 2006); (Garnier, et al., 2008));
- les courbes à deux pentes, observées pour les milieux granulaires [(Merckx, et al., 2012a), Figure 126].

Pour les billes de verre et pour la brique de terre crue les courbes $\Delta T = f(\ln(t))$ sont de type "à deux pentes", caractéristiques de milieux granulaires « poreux » (Figure 126). Il est donc possible d'en extraire deux étapes successives de transfert de chaleur qui sont caractérisées par deux pentes successives α_1 et α_2 . Ces pentes sont utilisées pour calculer deux conductivités thermiques associées λ_1 and λ_2 comme explicité dans l'équation (17).

La validité de ce capteur à un seul fil chaud a, dans un premier temps, été effectuée par des mesures dans l'eau et le toluène (22°C). Pour chaque liquide, dix mesures successives ont permis d'estimer leurs conductivités thermiques respectives à $0.602 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0.1313 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, en adéquation avec les données bibliographiques (Ramires, et al., 1993). Les dix mesures successives montrent un écart-type de $0,008 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour l'eau et de $0,002 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour le toluène, ce qui équivaut respectivement à une erreur de 1.33% et de 1.5% et plaide en faveur d'une bonne répétabilité de la mesure ((Merckx, et al., 2012a). Les tests de répétabilité ont également été effectués sur les assemblages de billes de verre (type M diamètre 2mm). Les résultats donnent une conductivité thermique de $0.048 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ avec un écart-type de $0.001 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (2%) pour λ_1 , et $0.277 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ avec un écart-type de $0.004 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (1.44%) pour λ_2 (Figure 125 et Figure 126).

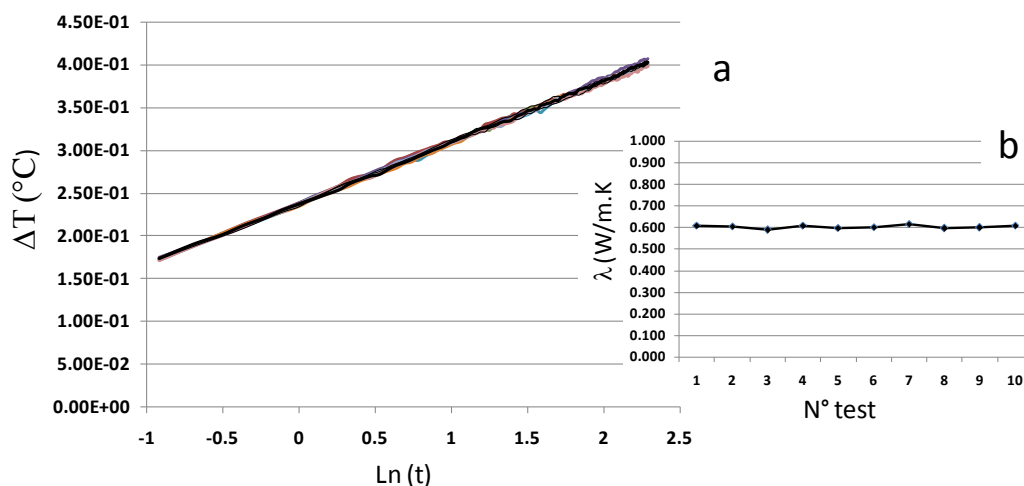


Figure 125 : Mesures de la conductivité thermique de l'eau

a - Superposition des courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ pour 10 mesures successives dans l'eau (22°C), les courbes sont de type une pente, caractéristique du contact continu milieu – fil chaud, b - Evolution de la conductivité thermique λ mesurée : $\lambda_{\text{eau}} = 0.602 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ avec un écart-type de $0.008 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$

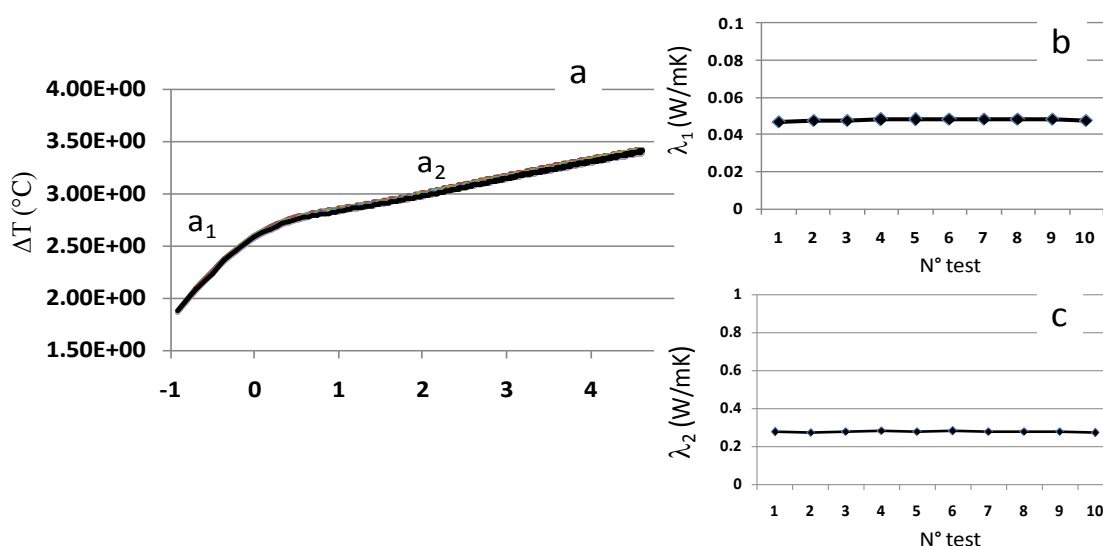


Figure 126 : Mesures des conductivités thermiques des assemblages de billes de verre.

a - Superposition des courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ pour 10 mesures successives dans un assemblage de billes de verre (M 2mm) (22°C), les courbes sont de type deux pentes, caractéristique du contact milieu granulaire– fil chaud, b et c - Evolution de la conductivité thermique λ mesurée : $\lambda_1 = 0.048 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ avec un écart-type de $0.001 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$, $\lambda_2 = 0.277 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ avec un écart-type de $0.004 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$.

La pente à court-terme a_1 est caractéristique d'un contact discontinu entre le fil et le milieu (Testu, 2005) (Martin, 1978). Pour la mesure de la conductivité thermique des solides, cet artefact de contact est souvent réduit par l'addition d'une fine couche d'un matériau de transition, comme un gel (Assael, et al., 2008). Cependant, dans ce travail, nous considérerons la pente a_1 pour tenter d'extraire des informations sur la texture et l'indice de saturation de nos matériaux granulaires. La pente a_2 sera utilisée pour calculer la conductivité dite effective des matériaux.

La précision de la mesure est influencée par de nombreux paramètres. Les précisions de mesure du générateur (10^{-6} A) et du nanovoltmètre (10^{-8} V) minimisent l'erreur cumulée sur le calcul de la conductivité thermique λ (leur erreur est inférieure à 0,01%). En estimant une erreur de mesure de la longueur du fil à 0,5 mm, l'erreur induite sur la mesure de λ est de 0,5 %. L'erreur due à l'effet de bord peut être calculée suivant l'équation de Knibbe (Knibbe, 1986) qui prend en compte le ratio rayon/longueur, les conductivités thermiques du fil et du matériau et la diffusivité du matériau. Pour les assemblages de billes de verre, la brique de terre crue et le béton de chaux chanvre, les erreurs calculées sont respectivement de 1,5 %, 0,6 % et 1,2%. En prenant en compte toutes ces sources d'erreur, l'erreur de mesure reste inférieure à 3% (Merckx, et al., 2012a).

9.2.2 Résultats

9.2.2.1 Billes de verre

Pour les assemblages de billes de verre, toutes les courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ présentent le même aspect de type deux pentes :une première augmentation rapide pour les temps courts (<1s), puis une augmentation plus lente pour les temps supérieurs à 1 seconde (Figure 127). Ces deux domaines sont donc caractérisés par deux pentes a_1 et a_2 . Dans le domaine des temps courts, a_1 croit proportionnellement au diamètre des billes étudiées. Dans les faits, la pente a_1 dépend de la densité de contact entre les billes de verre et le fil. La conductivité thermique associée λ_1 évolue de $0.11 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $0.038 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Elle peut être exprimée comme une fonction du diamètre des billes comme suit (Equ.59; Figure 128a):

$$\lambda_1 = 0.08D^{-0.5} \quad (59)$$

Pour les tests successifs effectués sur les différents matériaux, la relation entre le diamètre des billes et la valeur de conductivité effective λ_2 suit une faible évolution linéaire (Equ.60; Figure 128b):

$$\lambda_2 = 0.094 D (\text{mm}) + 0.18 \quad (60)$$

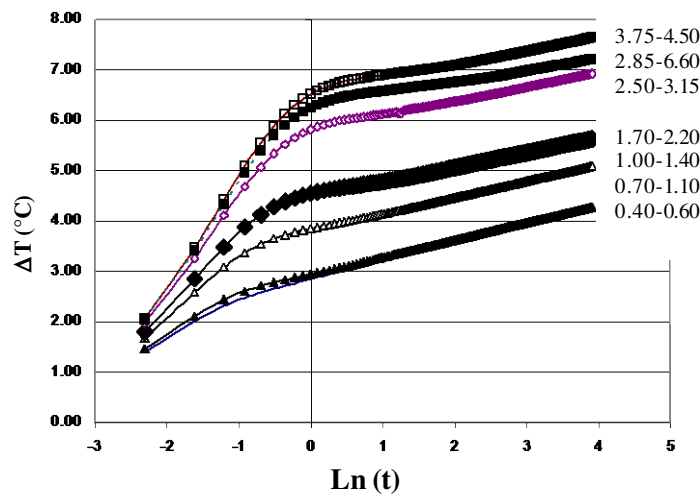


Figure 127 : Exemple de l'évolution des pentes (a_1, a_2) des courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ pour sept assemblages successifs de billes de verres, obtenues avec un courant de 300 mA.

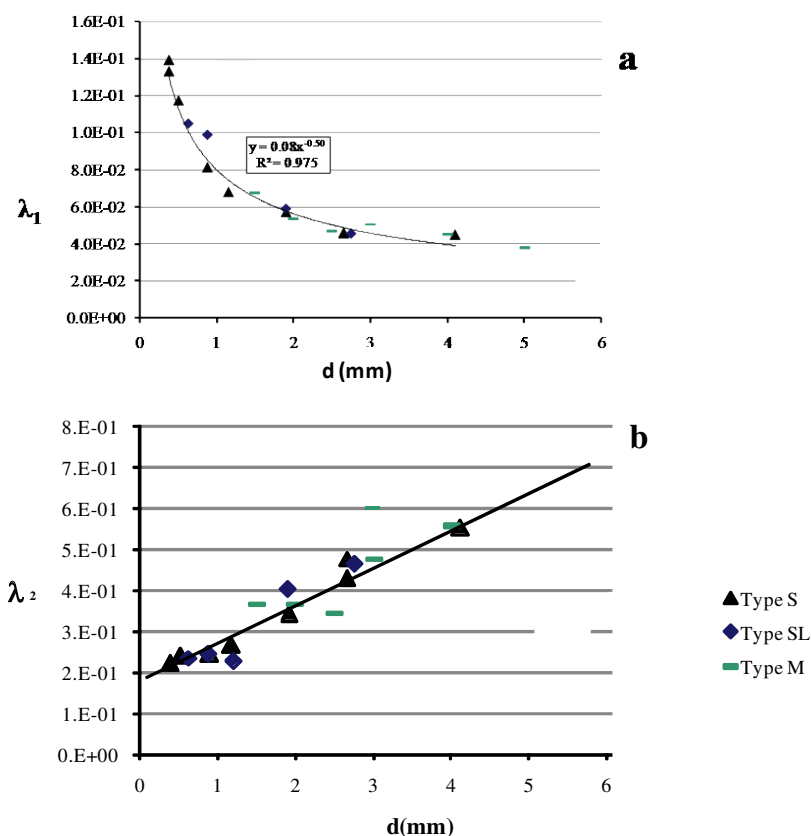


Figure 128 : Evolution des conductivités thermiques λ_1 (a) et λ_2 (b) en fonction du diamètre des billes de verres pour les trois assemblages M, S et SL.

Les conductivités thermiques λ_1 et λ_2 caractérisent respectivement la microstructure au contact du fil et la conductivité thermique effective. Pour quantifier l'influence de la phase fluide sur ces paramètres, les mesures ont été effectuées dans des assemblages de billes de verres à sec ("saturé à l'air"), saturé à l'acétone et saturé à l'eau (Tableau 17).

milieu	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
air	0.026
acétone	0.16
eau	0.60

Tableau 17 : Conductivités thermiques (λ) de l'air, de l'acétone et de l'eau

Les mesures pour les différents états de saturation ont été effectuées sur des assemblages de billes de verres de diamètre 2,80-3,40 mm. Trois types de courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ ont été obtenus (Figure 129;

Tableau 18):

- une courbe caractéristique des assemblages secs de billes, avec deux conductivités thermiques successives λ_1 et λ_2 caractéristiques de la microstructure et de l'ensemble du matériau (conductivité effective);
- une courbe très aplaniée pour les assemblages saturés à l'acétone;
- une droite pour les assemblages saturés à l'eau.

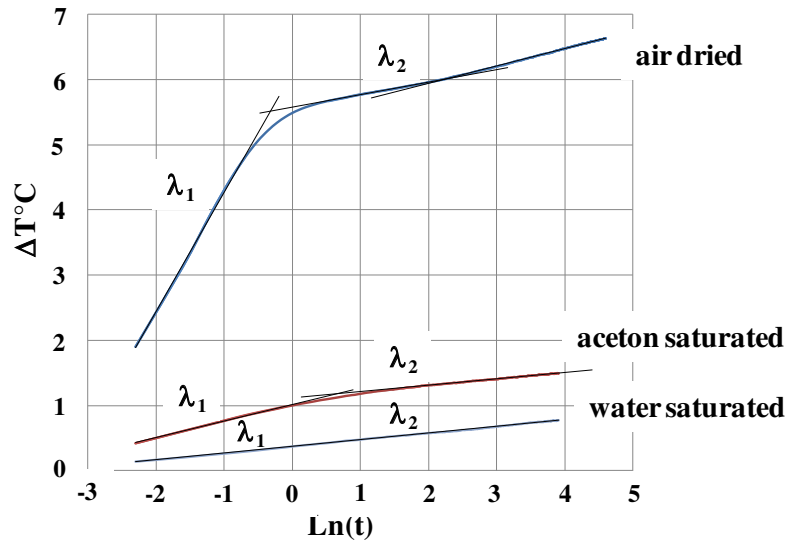


Figure 129 : Evolution des courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ pour des billes de verre de diamètre moyen 3,00 mm aux états sec, saturé à l'acétone et saturé à l'eau. La forte diminution des courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ due à la saturation est en accord avec les différences entre les conductivités thermiques des matériaux, des liquides et celle de l'air ($\lambda=0.0262\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$).

Nos évolutions de λ_2 mesurées dans nos assemblages à différents états de saturation sont en accord avec les données de Kohout (Kohout, et al., 2004) obtenues avec des billes de diamètre de 200 μm , présentant une conductivité thermique du verre de $0,80\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et une porosité globale de 0,39. Ces auteurs obtiennent une conductivité thermique effective de $0,15\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à l'état sec qui augmente à $0,73\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à l'état saturé (à l'eau).

Pour des conditions similaires, les conductivités thermiques calculées par le modèle de Maxwell (Maxwell, 1873) donnent respectivement $0.175\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $0.815\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (Tavman, 1996). Cette augmentation du λ_2 en relation avec l'indice de saturation est en accord également avec les résultats de Jougnot et Revil (Jougnot & Revil, 2010) et avec les simulations de Maxwell et Ktupiczka (Tavman, 1996).

milieu	λ_1 ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	λ_2 ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	Maxwell λ_2 ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	Ktupiczka λ_2 ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
Air saturated	0.10 - 0.04	0.20 - 0.40	0.20	0.18
Acetone saturated	0.35	0.64	0.63	0.48
Water saturated	0.85	0.85	0.98	0.87

Tableau 18: Evolution du λ_1 et du λ_2 pour différents états de saturation des assemblages de billes de verre. Valeurs mesurées à l'état sec pour des billes de diamètre moyen de 0,45 à 3,0 mm, mesurées à l'état saturé à l'acétone et à l'eau pour des billes de diamètre moyen de 3,0 mm, et comparaison avec les valeurs calculées par les équations de Maxwell and Ktupiczka (Tavman, 1996).

9.2.2.2 Brique de Terre Crue

Les conductivités thermiques de la brique de terre crue ont été mesurées pendant 110 jours à partir de la fabrication. La brique a été fabriquée par compression mécanique appliquée au matériau quasi saturé en eau, avec un indice de saturation (I_{sat}) de 90%. La dessiccation progressive entraîne

une diminution de la teneur en eau et donc de l'indice de saturation, respectivement de 17% à 3% et de 90% à 15% (Figure 130).

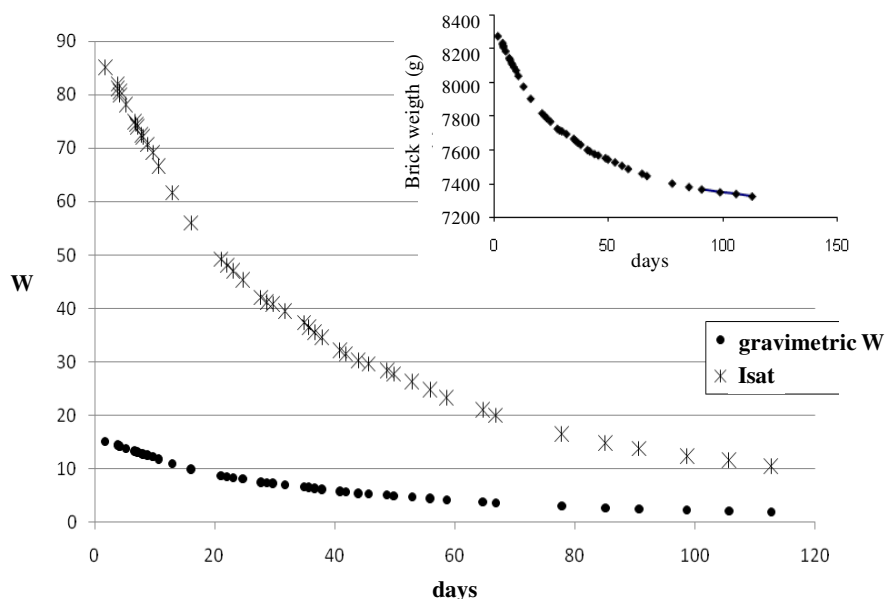


Figure 130 : Evolution de la masse, de la teneur en eau (W) et de l'indice de saturation (Isat) de la brique de terre crue pendant les 110 premiers jours de dessiccation.

Pour ce matériau, une seule brique et par conséquent une seule texture a été testée. Les grains de sables sont enrobés par les argiles de la terre crue. En réalité, le squelette argilo-sableux et la faible porosité initiale du matériau compacté limitent les phénomènes de retrait. En conséquence, cette porosité est principalement localisée dans la microporosité de la matrice argileuse et peut être considérée comme macroscopiquement stable et constante durant la dessiccation. Les observations au microscope électronique à balayage confirment cette microstructure. La matrice argileuse reste très compacte. L'essentiel de la porosité est constituée par une microporosité disséminée entre les particules argileuses dont la dimension est inférieure à 20 μm (Figure 9).

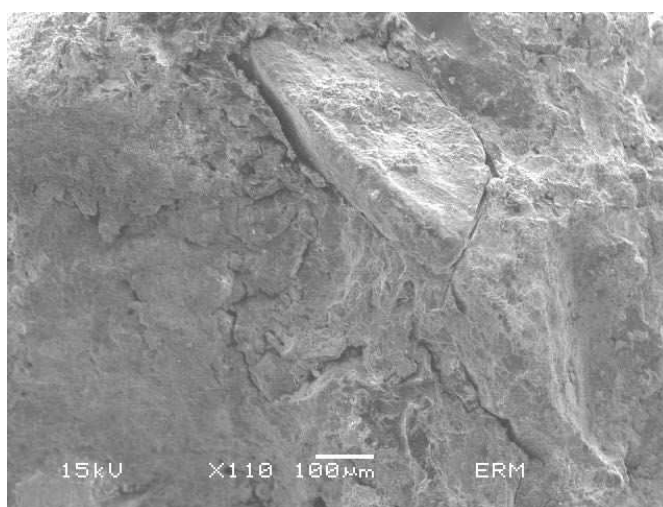


Figure 131 : Aspect de la microstructure de la brique de terre crue en microscopie électronique à balayage.

Les courbes $\Delta T = f(\ln(t))$ montrent une évolution à partir de l'état saturé jusqu'à l'état insaturé, semblable à celle des assemblages de billes de verre : on met en évidence une première pente

caractéristique d'une augmentation rapide de la température pour les temps courts (<1s) et une seconde pente caractéristique de l'augmentation plus lente de la température pour les temps supérieurs à 1s. Les différences entre les courbes successives $\Delta T=f(\ln(t))$ témoignent uniquement de la variation de la teneur en eau (indice de saturation). Dans ces conditions, pour une texture invariante du matériau, les évolutions de a_1 et a_2 pendant la période de séchage caractérisent la diminution d'humidité du matériau. Les premières courbes enregistrées pendant la première semaine montrent un profil aplani. *A contrario*, les courbes enregistrées à la fin de la période de séchage (110 jours) montrent deux pentes a_1 et a_2 très distinctes (Figure 132). L'évolution de ces courbes a des conséquences sur les calculs de conductivité thermique : alors que le λ_2 est relativement constant pour toutes les valeurs de teneurs en eau, on observe une diminution drastique de λ_1 pour les forts indices de saturation (50-90%), et une plus faible diminution de λ_1 pour les $Isat < 50\%$ (Figure 133).

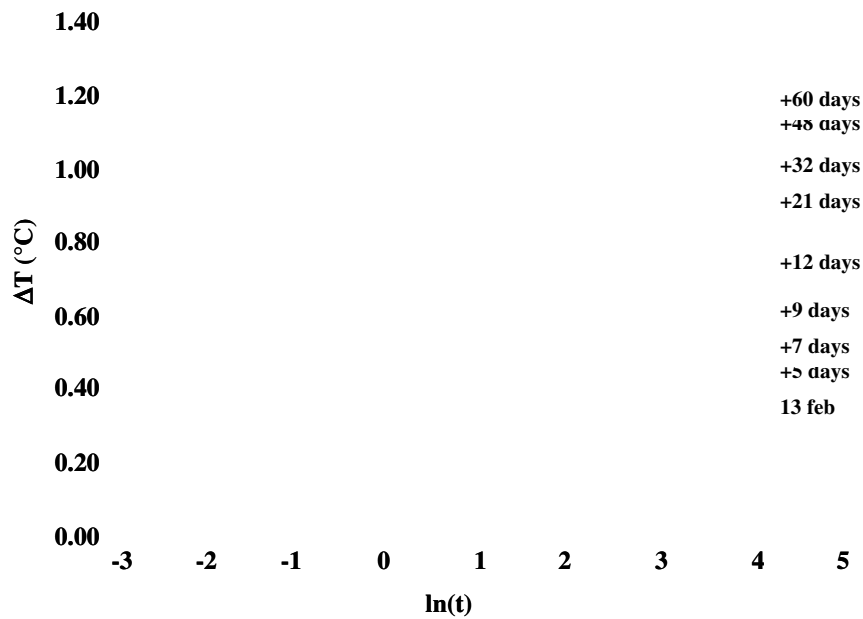


Figure 132 : Evolution des courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ enregistrées sur la terre crue compactée, pendant les 60 premiers jours de dessiccation.

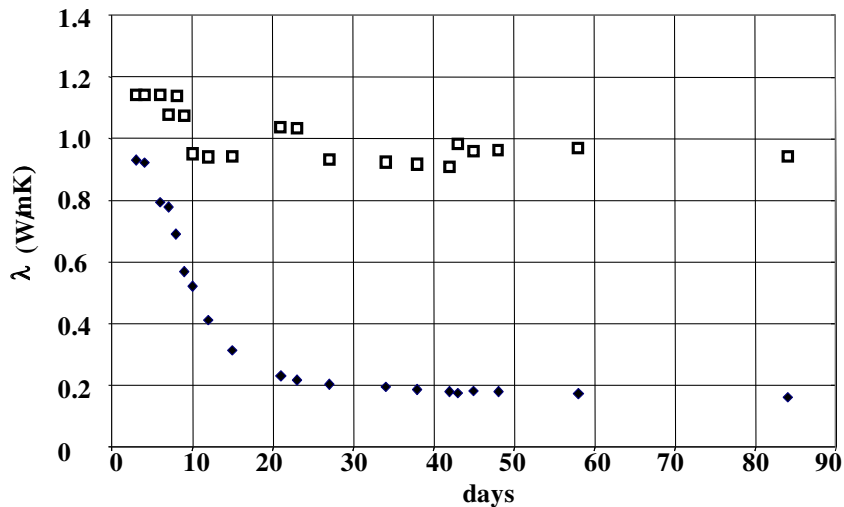


Figure 133 : Evolution des conductivités thermiques λ_1 (losanges noirs) et λ_2 (carrés blancs) en fonction du temps.

En conséquence, les évolutions des λ_1 et λ_2 calculées de la brique de terre crue montrent toutes deux une diminution de leur valeur depuis l'état initial saturé mais en deux temps :

- jusqu'à un indice de saturation de 65 % (10 jours) : i.e. respectivement de $0,94 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à $0,50 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et de $1,17 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à $0,97 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$,
- pour les indices de saturation plus faibles, λ_2 présente une dispersion autour d'une valeur moyenne de $0,97 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ avec un écart-type de $0,05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (5%); au contraire, λ_1 continue de décroître jusqu'à $0,09 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, en suivant une courbe polynomiale $\lambda_1 = 1,6.(\text{Isat})^2 - 0,4.\text{Isat} + 0,22$ ($R^2=0,985$) (Figure 134).

Cette fonction peut être utilisée comme un bon indicateur de la teneur en eau du matériau. La comparaison avec l'argilite du callovo-oxfordien (Jougnot & Revil, 2010) montre des diminutions de conductivité thermique similaires depuis l'état sec jusqu'à l'état saturé. Bien que la porosité de cette argilite de Coxsoit plus faible (0,14 à 0,16), la diminution de sa conductivité thermique de 2,0 à $1,41 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ est comparable à la diminution du λ_2 de $1,17 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à $0,95 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ mesurée pour des briques de porosité proche de 0,3.

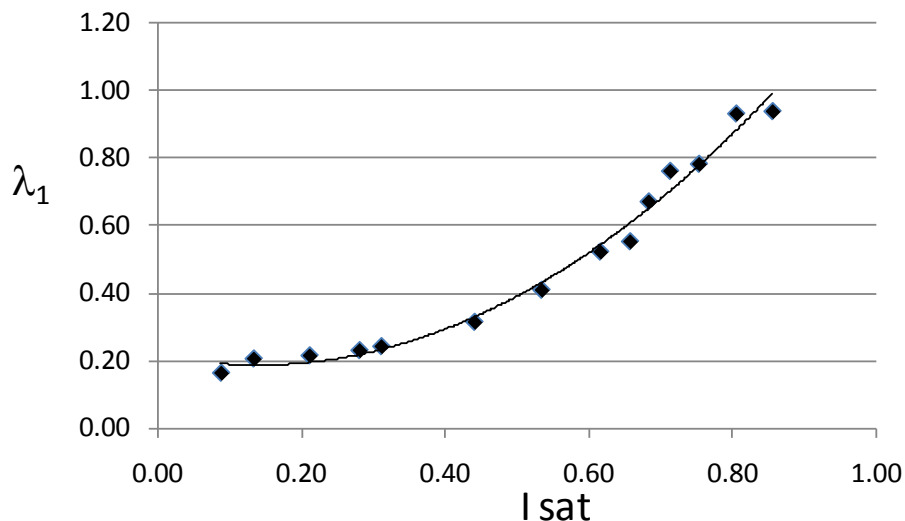


Figure 134 : Evolution du λ_1 ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) en fonction de l'indice de saturation (Isat) de la brique de terre crue.

9.2.2.3 Béton de chaux-chanvre

Deux jours sont nécessaires pour permettre le démoulage de l'échantillon test. Les mesures par la méthode du fil chaud ont donc commencé deux jours après la fabrication de l'éprouvette, et se sont déroulées pendant 108 jours. La perte relative de masse est de 42,10%, ce qui inclue la perte d'eau par dessiccation, l'hydratation et la carbonatation de la chaux. La courbe de masse en fonction du temps suit une forme hyperbolique caractérisée par (Figure 135) :

- une très forte perte de masse (170g/jour, soit 4,47%/jour), pendant les 8 premiers jours;
- une perte de masse suivant une loi exponentielle du 6^{ème} jour au 55^{ème} jour $\Delta W = 0,23.e^{-0,45t}$
- une faible diminution à partir du 55^{ème} jour jusqu'au 110^{ème} jour (2g/jour, soit 0,05%/jour).

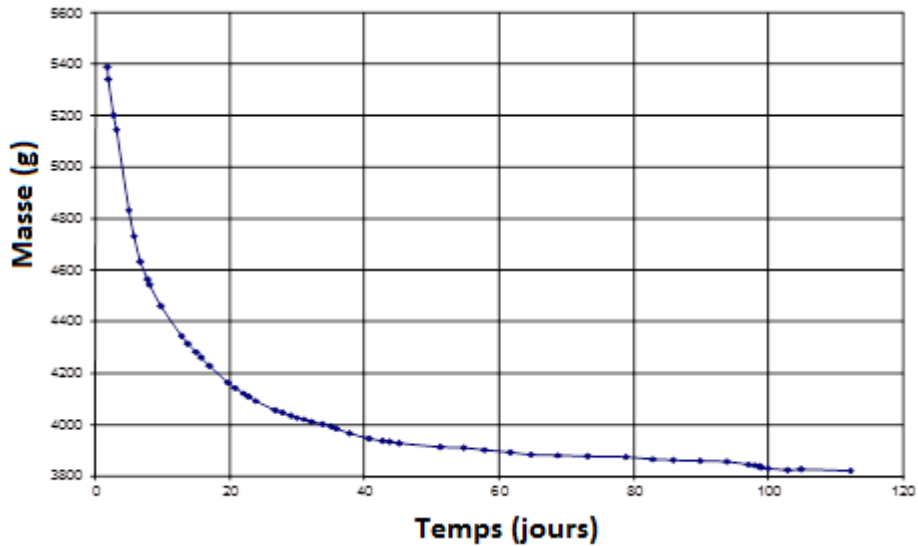


Figure 135 : Perte de poids de la brique de chaux-chanvre.

Les courbes successives $\Delta t=f(\ln(t))$ enregistrées aux différentes échéances diffèrent des assemblages de billes de verre et de la brique de terre par leur forme très linéaire. Seules les mesures entre 0 et 0,3 secondes ne sont pas dans l'alignement du reste des données. Cependant les pentes augmentent avec la perte en eau, suivant la même tendance que la brique de terre crue lors de sa dessiccation (Figure 136).

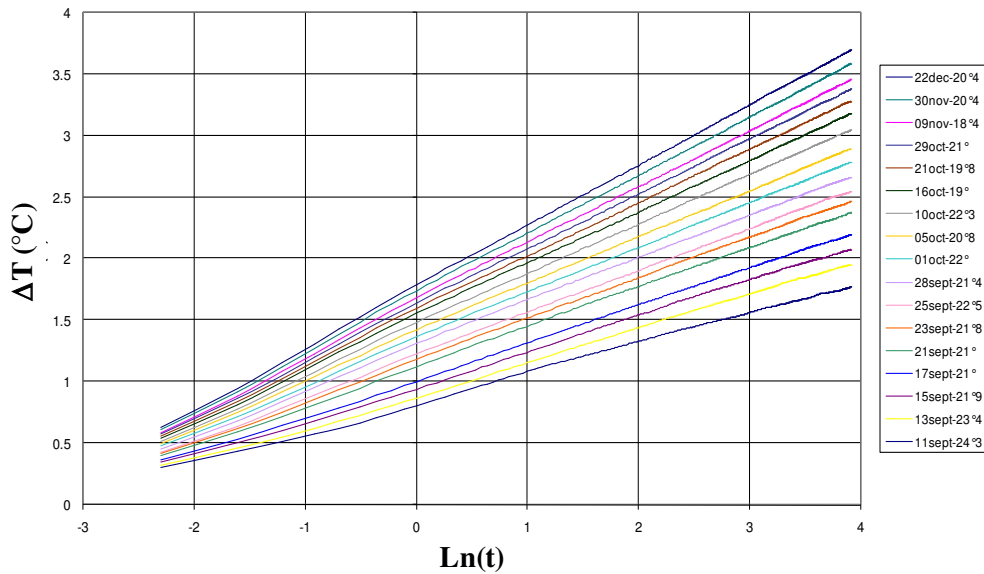


Figure 136 : Evolutions des courbes $\Delta t=f(\ln(t))$ en fonction de la dessiccation (temps de séchage)

Ce type de courbe unilinéaire suggère un contact fil chaud-pâte de chaux continue, et en conséquence seule une valeur de λ peut être calculée.

L'évolution de λ avec le temps en accord avec la perte de masse peut se résumer à une diminution de la teneur en eau. Deux étapes sont évidentes sur le diagramme $\lambda=f(W)$. Elles se caractérisent par les deux relations linéaires suivantes (Figure 137) :

- de 0 à 20 jours : $\lambda=0.74W+0.36$
- de 20 à 110 jours : $\lambda=1.50W+0.29$.

La conductivité thermique finale est estimée à $0,29 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

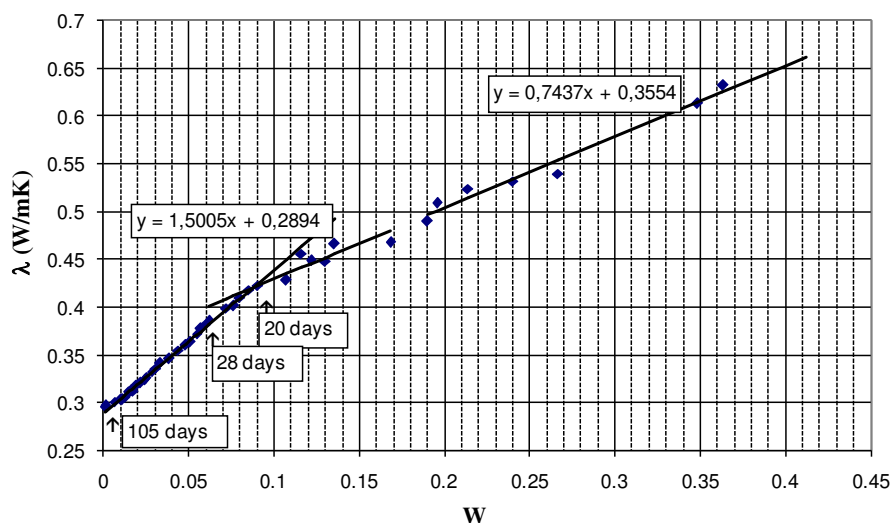


Figure 137 : Evolution de la conductivité thermique (λ) en fonction de la teneur en eau (W) du béton de chaux-chanvre, pendant sa prise et sa maturation.

9.3 Application de la méthode du fil chaud inséré dans le matériau à grande échelle : Caractérisation de bétons de chanvre

Les premiers ouvrages réalisés en France en béton de chaux-chanvre datent de plus de 20 ans. Les avantages mis en avant sont ceux de matériaux naturels, non polluants, économiques, avec des caractéristiques d'isolation thermique, d'isolation acoustique et de transferts hydriques intéressants. Le développement de ce marché, basé sur des techniques empiriques, a conduit à la mise en place de groupes d'experts dans l'objectif d'apporter des recommandations d'utilisation de ces matériaux. Celles-ci concernent le choix des matériaux (convenance), les formulations, la fabrication et la mise en œuvre des bétons de chanvre puis les contrôles. Dans le travail mené ici, deux objectifs majeurs sont visés, (1) la valorisation et l'optimisation des qualités des matériaux par rapport à des propriétés mécaniques et isolantes préconisées et (2) l'aide à la certification des produits.

Ces travaux présentés ci-dessous s'appuient sur le projet de valorisation de la filière chanvre, piloté par le Cluster Eco-Habitat, qui fédère les producteurs de chanvre régionaux Écochanvre 86, Chanvre Mellois et Poitou-Chanvre mais également les applicateurs. L'étude est orientée sur les relations entre la composition et les propriétés mécaniques et thermiques des bétons de chaux-chanvre. Elle associe la société Etudes Recherche Matériaux (ERM), l'équipe HydrASA de l'institut IC2MP (UMR CNRS 7285), l'équipe électro-fluidique de l'institut PPRIMME (UPR CNRS 3346) et l'ENSIP.

Les actions spécifiques menées dans cette étude concernent les mesures des propriétés mécaniques et thermiques des bétons de chaux-chanvre. Elles comprennent :

- la caractérisation granulométrique des chanvres
- la fabrication et la conservation d'éprouvettes de béton
- les mesures de densités des bétons et leurs évolutions dans le temps

- les mesures des résistances à la compression et du module d'Young à différentes échéances
- les mesures de conductivités thermiques (méthode du fil chaud) aux mêmes échéances
- les mesures de perméabilité à la vapeur d'eau.

Dans un premier temps (année 2011), 14 formulations différentes de béton de chaux-chanvre ont été fabriquées et ont été testés à 28, 60, 90, 120 et 180 jours du point de vue mécanique et thermique. A partir des résultats obtenus, 9 formulations ont été choisies d'un commun accord entre les différents partenaires pour des mesures mécaniques et thermiques définitives effectuées en 2012, ainsi que les essais de tenue au feu. Ce travail a fait l'objet d'une communication scientifique au congrès international francophone d'énergétique et de mécanique de Ouagadougou en 2012 (Merckx, et al., 2012b).

9.3.1 Constituants et formulation des bétons chaux-chanvre

9.3.1.1 Les chanvres

Les bétons de chaux-chanvre sont confectionnés à partir de granulats constitués par le chanvre (chènevotte et fibres), de liant hydraulique (chaux) et d'eau.

Trois « chanvres » ont été fournis par les trois producteurs, ils sont répertoriés sous l'appellation :

- Chanvre A : producteur Écochanvre 86
- Chanvre B : producteur Chanvre-Mellois
- Chanvre C : producteur Poitou-chanvre

Les « chanvres » fournis sont constitués de chènevotte additionné de 0, 10 ou 30 % de fibres en fonction des choix des producteurs. Finalement 6 chanvres ont été testés :

- le Chanvre A à 10% et 30% de fibres
- le Chanvre B à 10% et 30% de fibres
- le Chanvre C à 0% et 10% de fibres

9.3.1.2 Les chaux

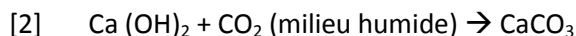
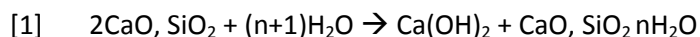
Les liants actuellement utilisés ou en cours de développement pour confectionner des bétons de chanvre sont des liants minéraux à base de chaux aérienne, de chaux hydraulique naturelle ou de ciment naturel prompt. Ils sont utilisés en l'état ou pré-formulés en mélange avec d'autres liants hydrauliques et éventuellement des adjuvants.

Les caractéristiques minéralogiques de ces différents liants dépendent des matières premières utilisées pour leur fabrication et des températures de cuisson.

La chaux aérienne Ca(OH)_2 obtenue par calcination du calcaire pur à plus de 900°C, effectue sa prise (dite prise aérienne) par carbonatation de la chaux vive CaO avec le CO_2 de l'air en milieu humide. En effet, la vapeur d'eau et le CO_2 forment de l'acide carbonique. La chaux fixe ensuite le CO_2 contenu dans cet acide pour permettre l'apparition de carbonate. Cette prise démarre rapidement mais le phénomène ralentit par la suite et peut s'étendre sur plusieurs années.



La chaux hydraulique est obtenue par calcination d'un calcaire riche en silice et oxyde de fer. Cette chaux présente un phénomène de double prise. Dans un premier temps, [1] il se produit une hydratation, une prise et un durcissement de la chaux hydraulique à l'eau, relativement rapide (1 mois environ). Puis dans un second temps, [2] un durcissement à l'air (dû au CO_2), beaucoup plus lent et qui s'étend sur plusieurs années.



Deux chaux ont été utilisées pour nos formulations:

Une chaux Tradéco (HL) et une chaux Bâtichanvre(NHL), les deux sont fournies par Les Chaux et Enduits de Saint Astier (CESA). La chaux Tradéco (de teinte blanche) est utilisée pour les formulations des bétons ou mortiers d'enduits, la chaux Bâtichanvre (de teinte grise) est utilisée pour les formulations de béton dallage ou banchage.

9.3.1.3 Les formulations

Elles sont calculées par rapport à 100 litres de chanvre. Les trois variables sont la quantité de liant, la quantité d'eau, et le type de chanvre : Écochanvre 86 (A), Chanvre Mellois (B) et Poitou Chanvre (C). Les ratios liant/chanvre mis en œuvre sont $r = 0,75$, $r=1$ et $r=2$. Ils correspondent respectivement à 0,75 sac de chaux /100 l de chanvre, 1 puis 2 sacs de chaux /100 l de chanvre, pour des sacs de chaux de 25 Kg, soit respectivement 18,75, 25 et 50 kg de chaux/100l de chanvre. La nomenclature retenue est la suivante :

- Ar1= 1 sac de chaux/100 l chanvre Ecochanvre ;
- Br1= 1 sac de chaux/100 l chanvre Chanvre Mellois ;
- Cr1 = 1 sac de chaux/100 l chanvre Poitou Chanvre.

Les pourcentages de fibres « ajoutées » à la chènevotte sont 10% ou 30% pour les chanvres Ecochanvre et Chanvre Mellois. Ils sont 0% ou 10% pour le chanvre de Poitou chanvre. La nomenclature retenue est la suivante :

- Ar1 f0,1ou Ar1 f0,3 = 1 sac de chaux/100 l Ecochanvre à 10% ou 30% de fibres ;
- Br1 f0,1ou Br1 f0,3 = 1 sac de chaux/100 l Chanvre Mellois à 10% ou 30% de fibres ;
- Cr1 f0 ou Cr1 f0,1 = 1 sac de chaux/100 l Poitou Chanvre à 0% ou 10% de fibres.

Les éprouvettes sont confectionnées pour des essais en compression (R_c) et mesure du module d'Young (ER_c) aux échéances 28, 60, 90, 120 et 180 jours. La nomenclature retenue est la suivante :

- Ar1 f0,1 **Rc**28 = 1 sac de chaux/100 l Ecochanvre à 10% fibres, pour essais en compression à 28 jours;
- Ar1 f0,1 **ERc**28 = 1 sac de chaux/100 l Ecochanvre à 10% fibres, pour mesure du module d'Young à 28 jours.

Lors des séries de tests effectués en 2011 trois éprouvettes (a, b et c) ont été écrasées pour la résistance à la compression à chaque essais et pour chaque échéance : la valeur retenue de résistance est la moyenne des trois essais. De la même manière, trois éprouvettes (a, b et c) ont été écrasées pour la mesure du module d'Young à chaque échéance. Dans cette première série d'essais 14 formulations ont ainsi été préparées (Tableau 19).

Les dosages à 1sac (25kg) et 0,75 sac (18,75 hg) pour 100l de chanvre sont associés à la chaux Bâtichanvre, les dosages à 2 sacs (50kg) sont associés à la chaux Tradéco. L'ensemble des essais prévus comprend la résistance à la compression (Rc), la mesure du module d'Young (E), la mesure de conductivité thermique (λ), en fonction du vieillissement du matériau et de l'évolution de sa densité. L'évolution de la cinétique de la carbonatation est également suivie.

		RC, E, λ		R feu		Ac.
		1ère série 2011	2ème série 2012	1er test	2ème série	
Ecochanvre 86 (A)	Batichanvre	Ar1f0.1	Ar1f0.1	Ar1f0.1	Ar1f0.1	Ar1f0.1
		Ar1f0.3	Ar1f0.3	Ar1f0.3	Ar1f0.3	Ar1f0.3
	Tradeco	Ar2f0.1	Ar2f0.1	Ar2f0.1	Ar2f0.1	Ar2f0.1
		Ar2f0.3	Ar2f0.3	Ar2f0.3	Ar2f0.3	Ar2f0.3
Chanvre Mellois (B)	Batichanvre	Br1f0.1	Br1f0.1	Br1f0.1	Br1f0.1	Br1f0.1
		Br1f0.3	Br1f0.3	Br1f0.3	Br1f0.3	Br1f0.3
	Tradeco	Br2f0.1	Br2f0.1	Br2f0.1	Br2f0.1	Br2f0.1
		Br2f0.3	Br2f0.3	Br2f0.3	Br2f0.3	Br2f0.3
Poitou Chanvre (C)	Batichanvre	Cr1f0	Cr1f0	Cr1f0	Cr1f0	Cr1f0
		Cr1f0.1	Cr1f0.1	Cr1f0.1	Cr1f0.1	Cr1f0.1
	Tradeco	Cr2f0	Cr2f0	Cr2f0	Cr2f0	Cr2f0
		Cr2f0.1	Cr2f0.1	Cr2f0.1	Cr2f0.1	Cr2f0.1
	Batichanvre	Cr0.75f0	Cr0.75f0	Cr0.75f0	Cr0.75f0	Cr0.75f0
		Cr0.75f0.1	Cr0.75f0.1	Cr0.75f0.1	Cr0.75f0.1	Cr0.75f0.1

Tableau 19 : Récapitulatif des 14 formulations initiales et des 9 formulations choisies pour les essais complets de 2012 (encadrés en rouge). Les trois formulations encadrées en 2011 ont fait l'objet d'une seconde série de fabrication et tests pour vérification. Rc : résistance à la compression; E : Module d'Young; λ : conductivité thermique; Rfeu : résistance au feu; Ac : essais acoustiques

Les éprouvettes pour essais mécaniques sont fabriquées par compactage du béton frais dans des moules cylindriques 16*32 (5 couches de compactage / éprouvette). Les éprouvettes pour mesures de conductivités thermiques sont constituées par le béton frais compacté dans des moules prismatiques incluant le fil chaud en partie centrale (Figure 124).

9.3.2 Résultats

Les règles professionnelles "construire en chanvre" imposent des valeurs cibles en termes de résistance à la compression et de module d'élasticité. En revanche, elles ne proposent qu'une valeur de conductivité thermique de référence (Tableau 20), sans préciser l'échéance nécessaire pour atteindre cette valeur.

Partie ouvrage	Densité (t/m ³)	E (MPa)	Rc (MPa)	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
Toiture	0,25	3 (3)	0,1 (0,05)	0,06
Sol	0,5	20 (15)	0,3 (0,3)	0,10
Mur	0,42	20 (15)	0,3 (0,2)	0,10
Enduit	0,8	25 (20)	0,4 (0,3)	0,17

Tableau 20 : Récapitulatif des caractéristiques visées (Construire en Chanvre, 2007), E = module d'Young, RC = résistance en compression simple, λ = conductivité thermique effective.

9.3.2.1 Série 2011

Du point de vue mesure de conductivité thermique, le dispositif développé qui « interface » le générateur, le nanovoltmètre, la balance ainsi que le système informatique (logiciel LabView® et ordinateur) permet des acquisitions rapides (moins de 2 mn) et complètes des courbes $\Delta t=f(\ln(t))$ par éprouvette et pour chaque échéance. La méthode permet ainsi de suivre dans le temps les évolutions de conductivité thermique d'un nombre important d'éprouvettes en fonction de leur perte de masse [(Merckx, et al., 2012a); (Merckx, et al., 2012b)]. Les éprouvettes prismatiques de cette première série destinées aux mesures de conductivité thermique ont toutes été démoulées à 28 jours et ont été conservées dans les conditions climatiques du laboratoire de mesure : température ambiante voisine de 20°C et hygrométrie voisine de 60 % . Représentée dans un diagramme densité-conductivité thermique, la diminution dans le temps des conductivités thermiques apparaît clairement associée à la diminution de densité consécutive au phénomène de « dessiccation+prise » (Figure 138 à Figure 140).

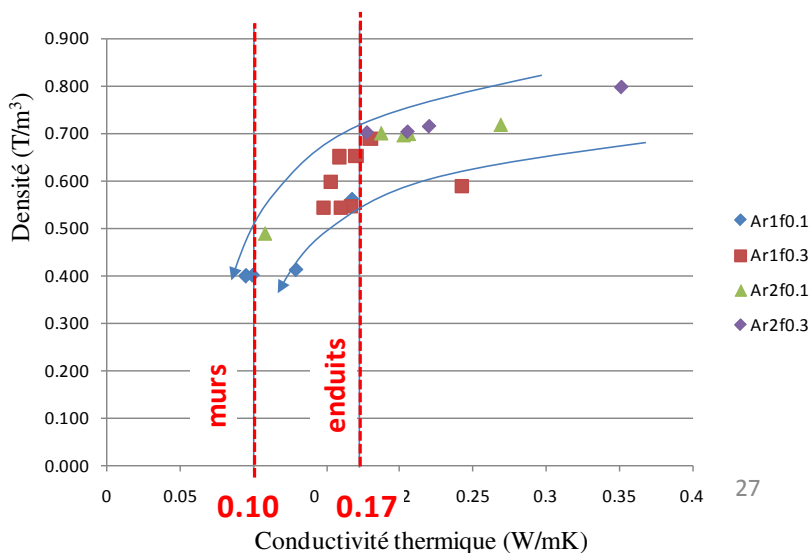


Figure 138 : Evolution pour les murs et les enduits. A 120 jours, tous les bétons présentent des couples densité-conductivité conformes au couple densité-conductivité souhaité ($d < 0.8$ et $\lambda < 0.17$). Seul le béton Ar1f0.1 (plus faibles dosages en chaux et fibres) atteint le domaine densité-conductivité souhaité des murs ($d < 0.4$ et $\lambda < 0.1$).

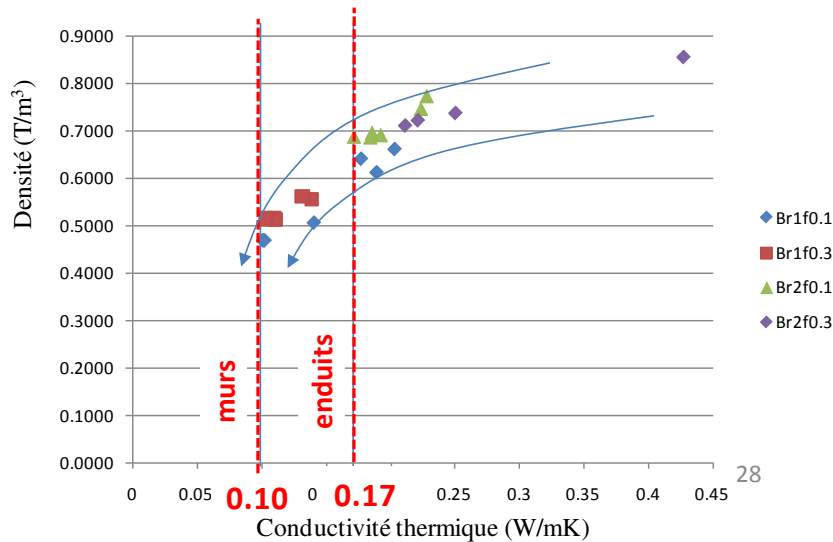


Figure 139 : Evolution des conductivités thermiques des bétons Br1 et Br2 avec le temps (en fonction de la diminution de densité). Les limites de conductivités souhaitées pour les murs et les enduits. A 120 jours, tous les bétons (excepté le BR2f0.3) présentent des couples densité-conductivité conformes au couple (<0.8-<0.17) souhaité. Seul le béton Br1f0.1 (plus faibles dosages en chaux et fibres) atteint le domaine souhaité des murs (0.4-0.1).

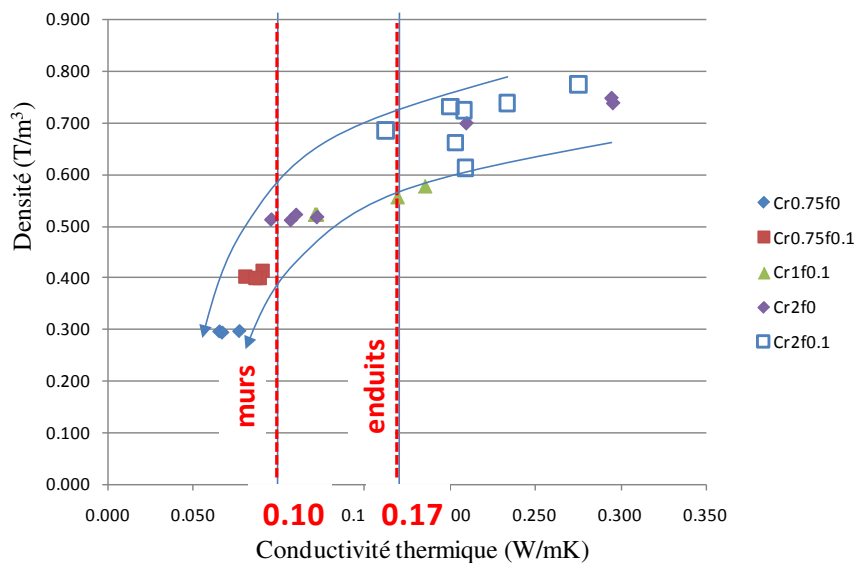


Figure 140 : Evolution des conductivités thermiques des bétons Cr0.75, Cr1 et CR2 avec le temps (en fonction de la diminution de densité). A 120 jours tous les bétons présentent des couples densité-conductivité conformes au couple (<0.8-<0.17) souhaité. Les bétons Cr0.75f0, Cr0.75f0.1 et Cr2f0 atteignent et « pénètrent » le domaine souhaité des murs (0.4-0.1).

9.3.2.2 Série 2012

Suite à la première série, plusieurs révisions ont été effectuées face à des problèmes de conservation d'environ 450 éprouvettes (d*I=16*32) de béton, notamment :

- la confection des éprouvettes 16*32 par petites séries et l'utilisation d'une bétonnière de faible contenance adaptée au petit nombre d'éprouvette à confectionner à chaque échéance

- l'augmentation des pressions de compactage (10 à 100 Kg / couche) lors de la confection des éprouvettes de béton frais
- le contrôle des conditions microclimatiques de conservation,
- le démoulage intégral des éprouvettes à 7 jours au lieu de 28 jours.

L'utilisation d'une bétonnière en lieu et place du malaxeur facilite la confection des petites séries d'éprouvettes mais elle a pour conséquence une augmentation du nombre de gâchées et par conséquent de l'écart-type des résultats. La charge de compression a permis d'obtenir des éprouvettes plus homogènes et sans hétérogénéité entre les couches. Dans tous les cas, l'augmentation de pression de compactage augmente bien la densité initiale, de 2% seulement pour le béton Cr2f0.1 à 45% pour le béton Ar1f0.1 (tableau 21, ligne Gain initial t_0). Si l'effet du compactage sur l'augmentation de la densité était prévisible, les différences de formulations et surtout le pourcentage variable de fibre expliquent mal les variations de gain en densité. Par ailleurs, la modification des conditions de conservation des éprouvettes, encartonnées puis décartonnées à 7 jours, a bien entraîné l'effet escompté, c'est-à-dire une nette accélération de la dessiccation et de la maturation des éprouvettes. La diminution de densité de 0 à 90 jours pour les éprouvettes décartonnées à 7 j est comprise entre 31% et 48% (Perte s2) alors qu'elle n'est que de 11 à 32 % (Perte s1) pour les éprouvettes encartonnées (tableau 21).

Formulation	Ar1f0.1	Ar1f0.3	Ar2f0.1	Br1f0.1	Br1f0.3	Br2f0.1	Cr1f0.1	Cr2f0	Cr2f0.1
2011 t0	0.674	0.915	0.995	0.706	0.817	1.084	0.753	0.797	1.103
2011 t90	0.547	0.624	0.88	0.58	0.681	0.965	0.54	0.552	0.971
2011 t120	0.396	0.579	0.656	0.426	0.492	0.698	0.453	0.522	0.73
2012 t0	0.976	0.989	1.112	0.856	0.883	1.185	0.899	1.137	1.123
2012 t90	0.512	0.59	0.672	0.59	0.521	0.709	0.53	0.672	0.648
Gain initial (t0)	0.45	0.08	0.12	0.21	0.08	0.09	0.19	0.43	0.02
Gain final (t120 et t90)	0.23	0.02	0.02	0.28	0.06	0.02	0.15	0.22	-0.13
Perte s1	0.19	0.32	0.12	0.18	0.17	0.11	0.28	0.31	0.12
Perte s2	0.48	0.4	0.4	0.31	0.41	0.4	0.41	0.41	0.42

tableau 21 : Evolution et comparatif des densités des 2 séries de béton de chaux 2011 et 2012, t0 = moyenne densités béton frais, t90=moyenne densités à 90j, t120 = moyenne densité à 120j, gain initial (t0) = gain de densité obtenu par passage de 10 à 100 kg/couche entre les deux séries à t0, Perte s1 = diminution de densité par dessiccation entre t0 et 90j (série 1), Perte s2 = diminution de densité par dessiccation entre t0 et 90j (série 2).

Les règles professionnelles ne préconisent aucune valeur de conductivité thermique. Toutefois, il est possible d'utiliser les valeurs seuils de $0.1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour les applications "sol et mur", et de $0.17 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour les applications enduit, visées par les recommandations (Construire en Chanvre, 2007).

Les bétons Ar1f0.1 et Br1f0.3 de cette deuxième série présentent les plus faibles valeurs de densité à 60 jours, voisines de 0.5. Ils présentent également les conductivités thermiques les plus faibles (voisines de $0.095 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Ces valeurs sont cohérentes avec celles obtenues pour la série 1 (Figure 141 et Figure 142).

Les bétons Ar2f0.1, Br2f0.1, Cr2f0 et Cr2f0.1 présentent des densités comprises entre 0.6 et 0.7. Les conductivités associées sont comprises entre $0.17 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0.21 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, et sont donc acceptables. Ces résultats de cette deuxième série sont encore cohérents avec ceux de la série 1 (Figure 141 et Figure 142). Les éprouvettes pour mesures de conductivité thermiques ont été fabriquées et conservées dans les mêmes conditions.

Les bétons à 25kg de chaux présentent donc les densités et les conductivités thermiques les plus faibles. Cette diminution de la conductivité thermique inversement proportionnelle au dosage en chaux avait déjà été mis en évidence avec la série 1, et en particulier par les très faibles valeurs de λ des bétons Cr0.75 (18.5 Kg de chaux pour 100l de chanvre ; Figure 143).

Malgré cette tendance, le béton Cr1f0.1 fabriqué pour cette série 2 présente une densité de 0.58, et une conductivité de l'ordre de $0.13 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, légèrement élevée pour une application "sol ou mur".

Les bétons Ar1f0.3 et Br1f0.1 présentent des densités relativement importantes, entre 0.6 et 0.7, semblables à celles des formulations d'enduit. De ce fait, les conductivités associées sont élevées et du même ordre de grandeur que les bétons d'enduit. Ces différences sont à rapprocher des densités des bétons et notamment aux densités de fabrication. On note en effet que les éprouvettes 16*32 de béton Ar1f0.1 ont une masse initiale de 4.4 kg, contre 5.1 kg pour Ar1f0.3.

Si tous les bétons « sols ou murs » testés ne descendent pas sous les $0.1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ils s'en approchent. Par contre, tous les bétons d'« enduits » présentent des conductivités voisines ou inférieures à $0.2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (Figure 141 à Figure 143).

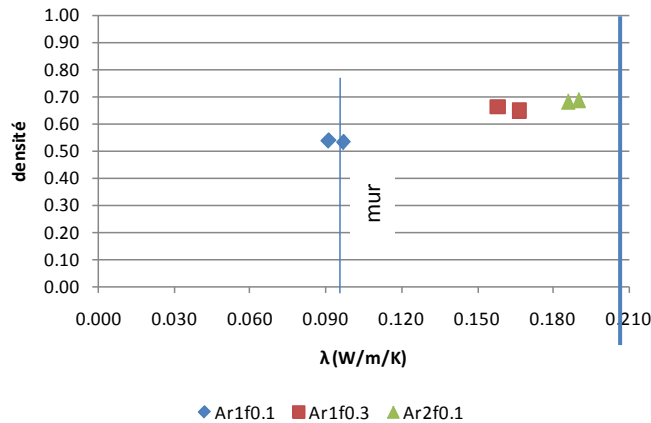


Figure 141 : Evolution des couples densité/conductivité thermique pour les bétons de chanvre A (60 et 90 j), série 2

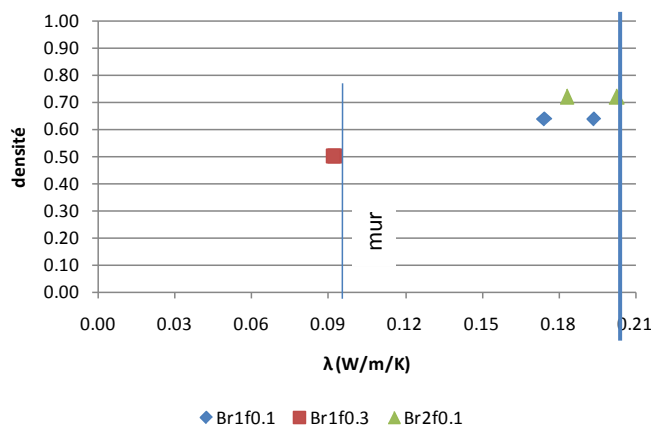


Figure 142 : Evolution des couples densité/conductivité thermique pour les bétons de chanvre B (60 et 90 j), série 2

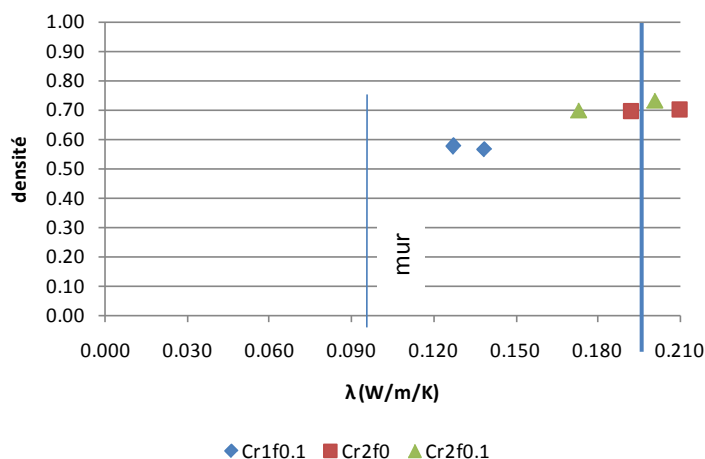


Figure 143 : Evolution des couples densité/conductivité thermique pour les bétons de chanvre C (60 et 90 j), série 2

Finalement, l'ensemble des valeurs de λ mesurées montrent une relation linéaire avec les densités des bétons (Figure 144).

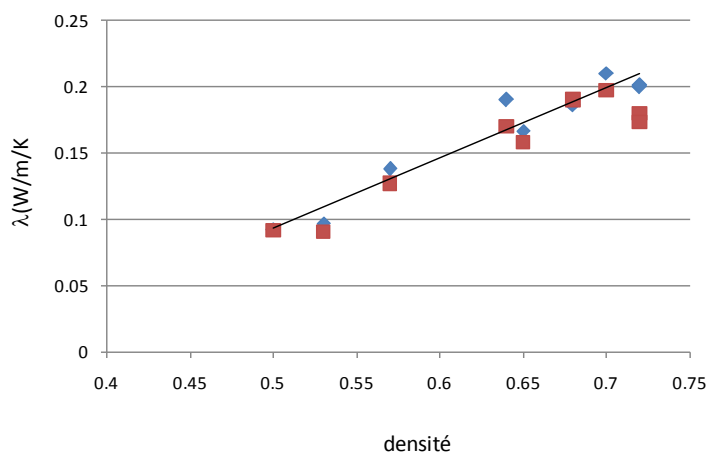


Figure 144 : Représentation des λ mesurés en fonction de la densité des bétons. Pour tous les bétons de la série 2, densité et conductivité à 60j (losanges bleus) et à 90j (carrés rouges).

9.3.3 Interprétation - Conclusion

Si la nouvelle méthodologie de confection des éprouvettes conduit à une augmentation de la densité des bétons frais (éprouvettes 16*32) entre 8 et 45%, l'amélioration des conditions de stockage avec démoulage des éprouvettes à 7 jours a permis de diminuer la densité des éprouvettes entre 0 et 90 jours de 31 à 48 %, soit une moyenne de 40%. Il est ainsi possible, en se basant sur cette perte de densité de 40%, de remonter à une densité équivalente du béton frais (t_0 de mise en œuvre) : les densités de mise en œuvre doivent être 40% supérieures aux densités mesurées à 90j. Cette extrapolation des densités au t_0 permet de viser des densités de mise en œuvre cohérentes avec les conductivités thermiques souhaitées (Figure 145). Viser une conductivité thermique (λ) inférieure à $0.10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ nécessite une densité de béton frais voisine ou inférieure à 0.9.

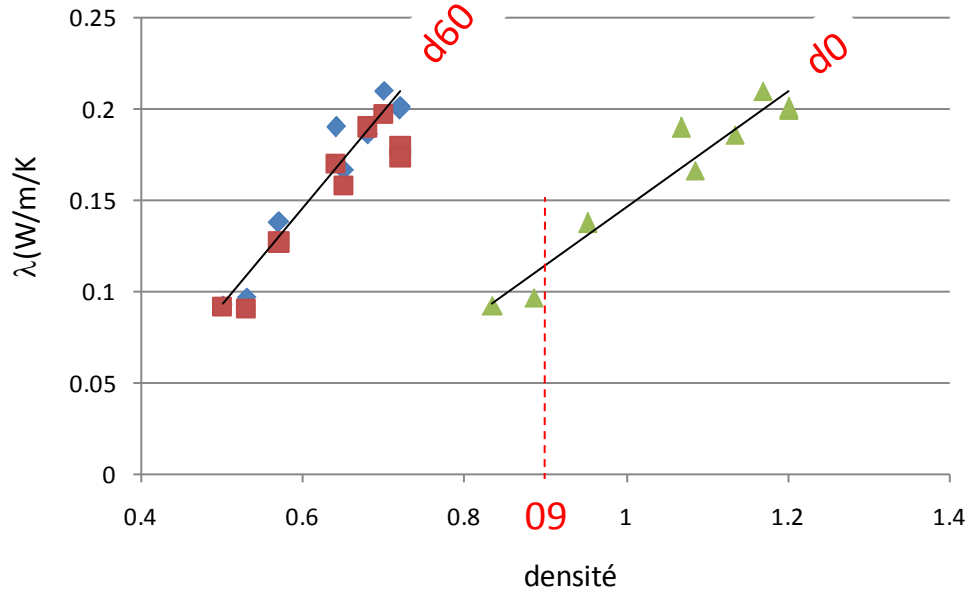


Figure 145 : représentation des relations « linéaires » densités / conductivité thermique mesurées à 60 et 90 jours (d60) et extrapolée à « zéro jours » (d0) par calcul de densité initiale de béton frais (augmentation de 40% des densités mesurées à 90j).

La relation quasi linéaire entre conductivité et densité est conforme à ce qui a déjà été montré dans l'intervalle $200-800 \text{ kg.m}^{-3} / 0.06-0.18 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. La densité voisine de 500 Kg/m^3 qui correspond à une conductivité de $0.1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ est par ailleurs conforme aux données bibliographiques (Cerezo, 2008). La conductivité thermique du granulat en chanvre est également fonction de sa masse volumique. Le couple conductivité-densité évolue dans l'intervalle $[0.045 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}-100 \text{ kg/m}^3; 0.060 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}-180 \text{ kg.m}^{-3}]$.

A une conductivité thermique visée voisine de $0.1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ doit correspondre une densité du béton « sec » voisine ou inférieure à 0.5 donc à un béton frais de densité voisine ou inférieure à 0.9. L'idéal serait de vérifier cette densité de béton frais *in situ* lors de la mise en œuvre du béton. Cette densité peut être encadrée à la fois par la formulation du béton mais également par un contrôle du « tassement » lors de la pose. De la même manière, la densité du béton projeté devrait être contrôlée lors de sa mise en œuvre par projection (pression, distance de projection, etc.).

L'humidité relative (HR) est également un paramètre influant sur la conductivité thermique d'un béton et qu'il conviendrait par conséquent de contrôler. Par exemple, pour une densité de béton « sec » de 0.5, la conductivité thermique évolue de $0.1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à $HR=0\%$, $0.12 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 50% et $0.15 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 75%. L'effet est également constaté sur les bétons et sur les enduits : augmentation de λ de $0.1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à $0.12 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ entre 0 et 5% de teneur en eau pour un béton et augmentation de λ de $0.19 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à $0.21 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour un enduit.

L'utilisation de la mesure de conductivité thermique effective des matériaux apparaît particulièrement efficace et adaptée à des matériaux fabriqués tels que les bétons. La méthode de mesure est suffisamment rapide et fiable pour envisager des contrôles sur une production importante avec de nombreuses échéances dans le temps. La seule condition est de pouvoir insérer le fil chaud à l'intérieur du matériau lors de sa confection.

10 La méthode du fil chaud par surface

Dans le cadre de diagnostic et/ou de surveillance de bâtiments construits et tout particulièrement du Bâti Ancien, l'objectif est l'utilisation de capteurs le moins intrusif possible. Dans cette optique l'objectif de ce travail est d'adapter la méthode de mesure par fil chaud pour une mesure de surface. Cette partie explique la transition de la technique du fil inséré à celle d'un fil de surface. Elle a été partiellement publiée dans un article de l'International Review of Mechanical Engineering, dans un numéro spécial dédié au transfert de chaleur [(Merckx, et al., 2012c), annexe V].

10.1 Modification du système

10.1.1 Evolution théorique

La méthode du fil chaud consiste, rappelons-le, à placer un fil électrique à l'intérieur de l'échantillon testé. Lors de l'injection d'un courant électrique dans le fil, celui-ci émet de la chaleur par effet Joule. Le transfert thermique au sein du matériau testé, est dépendant de sa conductivité thermique. L'idée de la méthode de contact est de remplacer une partie du matériau de test (en pratique, la moitié) par un matériau aux propriétés thermiques connues (Figure 146). La réponse obtenue sera due en partie par le transfert dans le matériau connu, et en autre partie dans le matériau à tester. Afin de favoriser le transfert dans le matériau testé, il est préférable de choisir comme matériau connu un bon isolant, ce qui permettra également d'en limiter l'épaisseur. Enfin, si les propriétés de l'isolant sont suffisamment connues, alors la seule inconnue après la mesure sera la conductivité thermique du matériau à étudier.

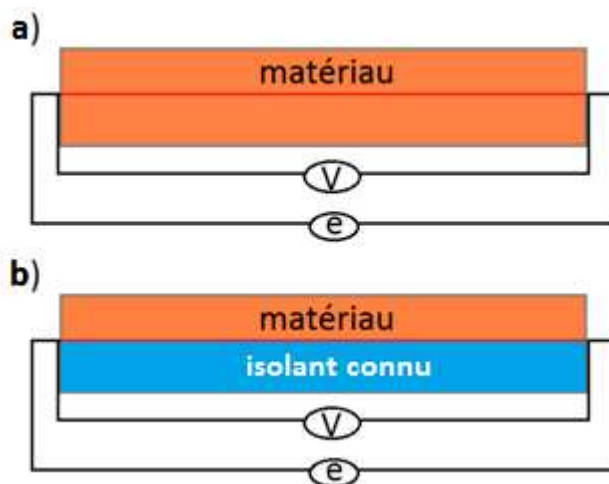


Figure 146 : Evolution du schéma de principe de la méthode du fil chaud a- fil inséré à b-fil de surface

Le développement a donc consisté à créer un couple isolant-fil chaud applicable aux maçonneries. Les dimensions ont donc été revues afin d'être plus facilement applicables à des mesures de surfaces (pierres, moellons,...): la longueur du fil n'excède pas 5 centimètres. Pour conserver un fort ratio longueur/diamètre, le fil utilisé, toujours en Nickel, est plus fin, d'un diamètre de 0,025 mm. Afin d'éviter les effets de bords, les soudures doivent être les plus fines possibles. Elles ont été effectuées sous loupe binoculaire tandis que le fil a été maintenu le plus tendu possible.

10.1.2 Mise au point du protocole expérimentale : force d'appui

Un capteur posé à la surface d'un matériau peut engendrer des erreurs ou artéfacts de mesures dues à une « résistance de contact », c'est à dire le contact imparfait entre le capteur (fil chaud) et le matériau plus ou moins rugueux peut localement piéger des fluides (air, eau). Une mousse isolante, déformable, peut atténuer cette « résistance de contact » à condition d'y appliquer une force d'appui suffisante. Les essais ultérieurs ont donc consisté à déterminer l'influence d'une force de contact sur la mesure, par augmentation de pression (adjonction de masse).

10.1.2.1 Essais sur l'isolant

La mousse, déformable, est le principal matériau susceptible de modifier la résistance de contact lors d'une variation de force d'appui. Les premiers essais ont donc été réalisés sur le matériau isolant choisi (élastomère de type éthylène-propylène-diène monomère expansé), de part et d'autre du fil. Sur la partie supérieure, des masses successives ont été rajoutées, de façon à faire varier le poids des matériaux au dessus du fil, et donc la force d'appui (figure 147).

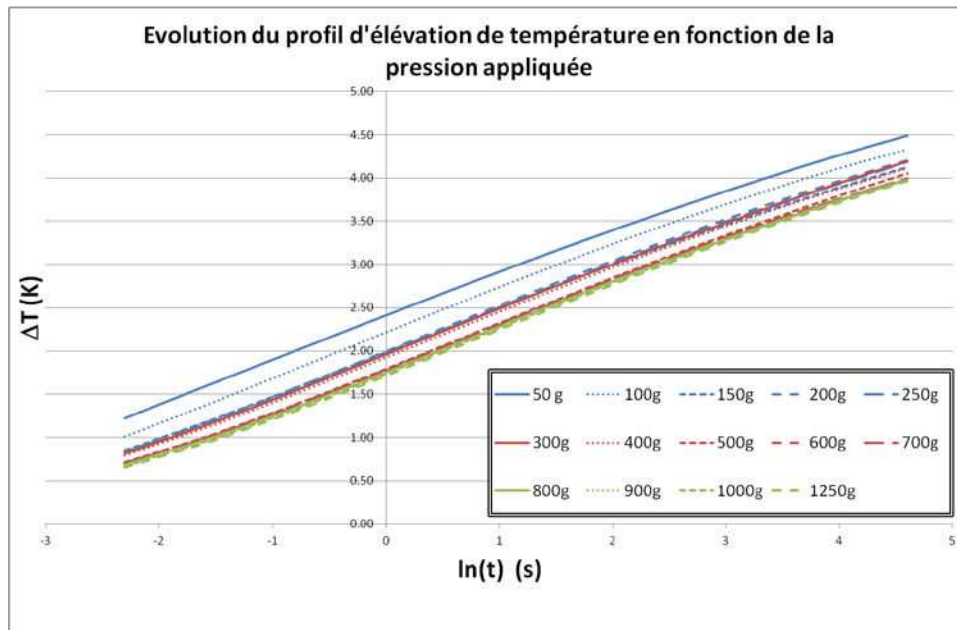


figure 147 : Evolution du profil d'élévation de la température $\Delta T=f(\ln(t))$ en fonction de la masse appliquée. Cas de l'élastomère expansé (EPDM)

On démontre qu'une masse de 150g, correspondant à une pression de 600 Pa dans le dispositif, suffit à réduire une partie significative de la résistance de contact. Un second palier est observé entre 500 et 600g. Cette différence est due à la mise en place de la masse 12h avant la mesure. Ce laps de temps semble avoir permis à l'isolant de mieux se plaquer sur le fil et diminuer encore davantage la résistance de contact. Pour tous les essais, la valeur de conductivité thermique évolue avec la pression pour se « stabiliser » autour de $0.045 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (figure 148).

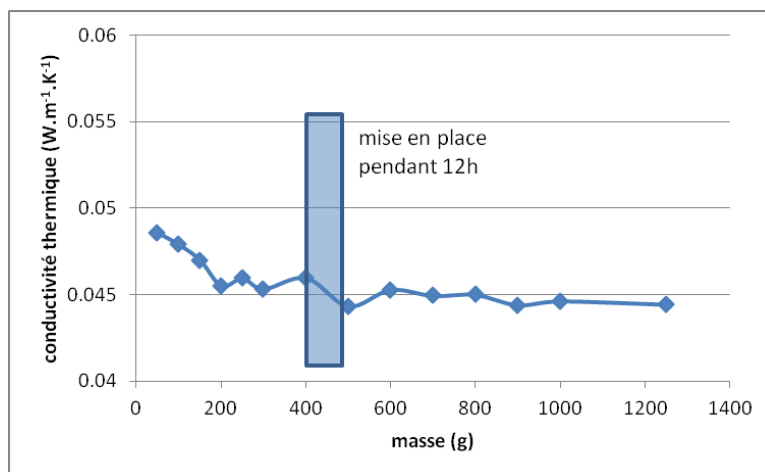


figure 148: Evolution de la valeur de la conductivité thermique mesurée sur la mousse EPDM en fonction de la charge appliquée.

En conséquence, nous avons retenu que l'appareillage de laboratoire destiné aux mesures de la conductivité thermique sur surface est équipé d'une masse accolée de 700 g appliquée juste derrière l'isolant. Les câbles reliés au générateur et au voltmètre traversent l'isolant et sont soudés au fil tendu sur l'élastomère (Figure 149).

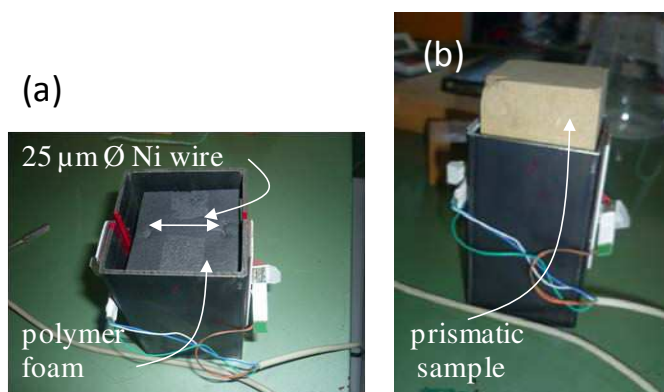


Figure 149 : Capteur expérimental

10.1.2.2 Essais sur plexiglas

Dans le cas précédent, nous pouvons suspecter que les deux épaisseurs d'isolants ont réagi à l'ajout de masse. Des essais sur un autre matériau non déformable (à cette échelle) ont été nécessaires pour évaluer le comportement de la résistance de contact avec une seule couche d'isolant.

Bien que le plexiglas ne rentre pas dans le cadre de l'étude des matériaux de construction, nous avons mesuré sa conductivité thermique en imposant une contrainte sur l'échantillon avec différentes charges. Le plexiglas représente un « milieu idéal », s'opposant à la mousse EPDM car il ne présente aucun relief ni aucune déformation. Des essais ont été effectués pour six charges successives (Figure 150).

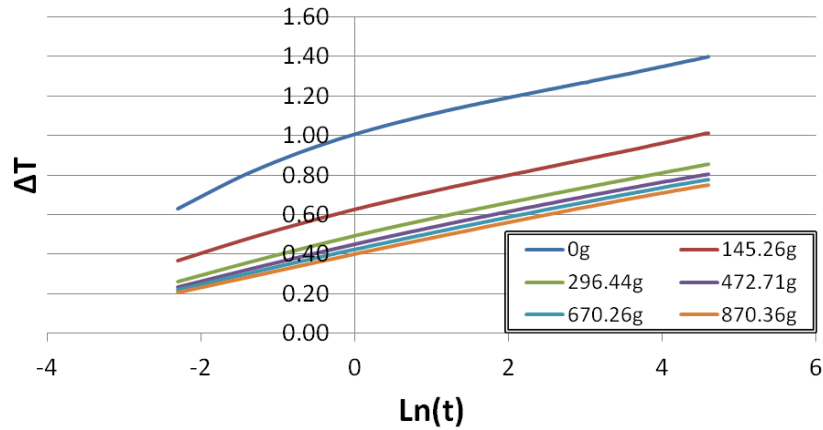


Figure 150 : Evolution du profil d'élévation de la température $\Delta T=f(\ln(t))$ en fonction de la charge appliquée. Cas du plexiglas

Le Tableau 22 résume les différentes valeurs de pente finale et de conductivité thermique déterminées pour chaque essai en fonction de différentes contraintes appliquées sur l'échantillon.

Charge (g)	Pente	λ ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
0	0,077	0,157
145,26	0,077	0,158
296,44	0,077	0,158
472,71	0,077	0,156
670,26	0,079	0,152
870,36	0,079	0,153

Tableau 22 : Evolution de la conductivité thermique du plexiglas pour divers chargements.

Par rapport au test sur la mousse d'élastomère, les valeurs de conductivité thermique apparente ne diminuent que très légèrement avec la charge pour se stabiliser autour d'une valeur limite de $0.153 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. On observe donc toujours des valeurs plus élevées pour les faibles charges, mais il faut cette fois attendre un chargement supérieur à 600 g (2 400 Pa) pour atteindre ce palier. Par la suite, les essais seront effectués avec un chargement d'environ 700g (2 800 Pa), afin de s'affranchir d'éventuelles erreurs.

10.1.3 Validation sur matériaux connus

Par modélisation, nous avons pu définir que la conductivité thermique effective mesurée dans ces conditions correspondait à la moyenne des conductivités effectives de l'isolant et du matériau testé (voir partie 10.2.2.5, page 124). Cela nous permet de comparer les valeurs obtenues par cette méthode avec les valeurs obtenues avec le fil noyé, sur la brique de terre crue et la brique de chaux pure.

Les mesures de conductivité thermique sur des matériaux hétérogènes par la méthode de surface donnent des courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ caractérisées par deux pentes qui entraînent le calcul de deux conductivités distinctes, λ_1 et λ_2 (Figure 151).

Calculée sur deux échantillons de brique de terre crue, la conductivité thermique effective moyenne λ_2 est égale à $0.495 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, avec un écart-type de $6.10^{-2} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (4 mesures successives par échantillon). La conductivité thermique effective du matériau terre crue, calculée à partir de l'équation (65) est égale à $0.95 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, ce qui est en accord avec la mesure par la méthode noyée ($0.97 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

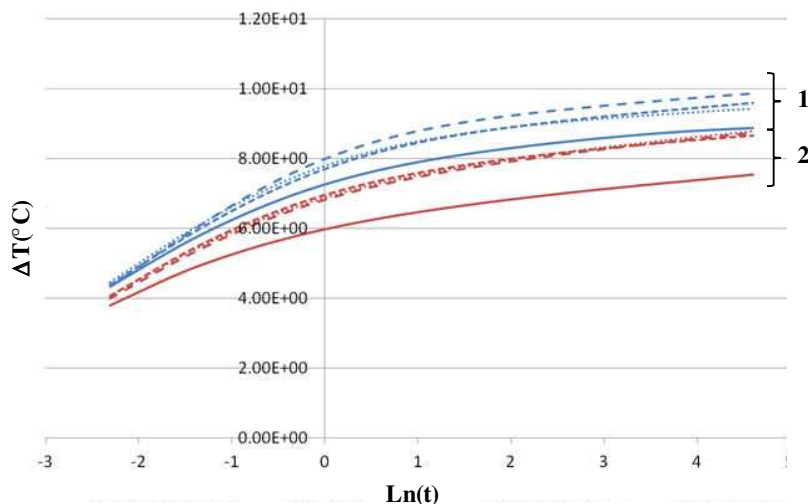


Figure 151 : Courbes $\Delta T=f(\ln(t))$ obtenues sur deux échantillons (1 en bleu, 2 en rouge) de brique de terre crue par la méthode de surface

Les mesures sur la brique de chaux par la méthode de surface donne une moyenne apparente de $0.200 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ avec un écart-type de $2.10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour huit mesures successives. La conductivité effective déduite λ_2 du matériau est ainsi de $0.36 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, proche de la valeur obtenue par la méthode noyée ($0.387 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Pour les billes de verre, à diamètre de bille équivalent, nous obtenons $0.27 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ contre $0.30 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ mesuré par la méthode noyée.

Les conductivités thermiques (λ_2) obtenues sur des surfaces polies d'agate, de quartz et de calcite sont respectivement égales à 6.8, 8.8, 3.5 $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Ces valeurs sont en accord avec les données bibliographiques [entre 6 et 14 $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour le quartz et environ 3,5 $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour la calcite; (Robertson, 1988), (Midttomme, et al., 1998)].

Pour s'assurer de la validation expérimentale de notre protocole, nous avons cherché à confronter nos résultats de mesures avec ceux menés et reconnus par d'autres auteurs. Enfin, Bourret de l'université de Limoges a recoupé différentes méthodes de mesures sur des matériaux isolants à base de kaolin fritté à 1100°C (Bourret, 2012). Les essais que nous avons menés par la méthode du fil chaud de surface sont concordants avec les données obtenues par fluxmètre ($0,054 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et par hot disk ($0,051 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Nos valeurs, comprises entre $0,045 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0,051 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, sont légèrement inférieures ce que Bourret peut expliquer par des différences de porosité entre échantillons. Il est également possible que la faible charge appliquée sur ces matériaux (400g), du fait de leur fragilité, ait entraîné une légère sous-estimation de la valeur de conductivité.

10.2 Modélisation des mesures par la méthode fil chaud de surface

10.2.1 Introduction

Le logiciel de modélisation utilisé, Comsol Multiphysics®, permet de visualiser la réponse théorique des matériaux lors du passage du courant énergétique au sein du fil, suivant la technique du fil chaud par contact. Le modèle utilisé correspond à la moitié du système, symétrique suivant l'axe des ordonnées. Le recours à cette simplification permet d'alléger le modèle, et par conséquent les calculs. La géométrie est représentée en Figure 152.

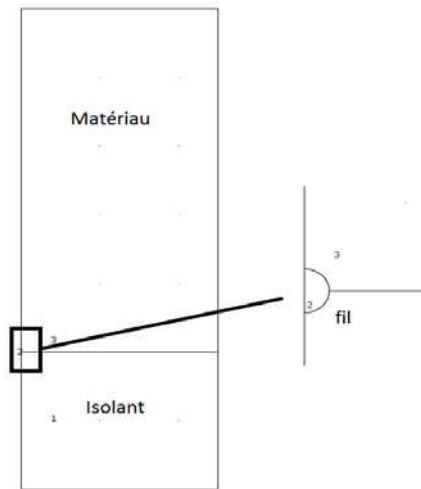


Figure 152 : Géométrie du modèle, 1=isolant, 2=fil chaud, 3= matériau.

Pour déterminer le comportement thermique de chaque matériau, il est nécessaire de définir trois paramètres :

- la masse volumique (densité);
- la capacité thermique (capacité à stocker de l'énergie thermique);
- la conductivité thermique (capacité à transmettre de l'énergie thermique).

Les calculs qui suivent ont consisté à modifier les valeurs de chaque paramètre isolément, afin de vérifier l'influence (ou non) de ce paramètre sur la mesure. L'énergie dégagée par le fil correspond à ce qui est dégagé par un fil traversé par un courant de 0,1 A sous une tension de 1 V.

10.2.2 Influence des paramètres thermiques

Les calculs sont effectués avec une conductivité thermique de la mousse de $0,04 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, en faisant varier successivement un seul des trois paramètres caractéristiques du matériau en commençant par sa masse volumique, sa capacité thermique et enfin sa conductivité thermique. Un dernier test est effectué en faisant varier uniquement la conductivité thermique de l'isolant.

10.2.2.1 la masse volumique du matériau

La plage de densité considérée (0.5-3) couvre largement les densités de tous les matériaux tests à notre disposition (roches sédimentaires), mesurées grâce à la norme EN-1936 : la densité la plus

basse est obtenue pour le tuffeau (1,2), la plus importante pour le grès de fontainebleau (2,5). De plus, la plage considérée couvre également la masse volumique de l'eau (1000 kg.m^{-3}).

Masse volumique (kg.m^{-3})	$\lambda_{\text{matériau}}$ ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	Capacité thermique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	$\lambda_{\text{apparent modélisé}}$ ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)
750	1	800	0.51496695
1000	1	800	0.51880193
1500	1	800	0.51462526
2000	1	800	0.51989156
2500	1	800	0.52014724
3000	1	800	0.51496695

Tableau 23 : Evolution de la conductivité apparente en fonction de la masse volumique à conductivité et capacités thermiques constantes.

L'ensemble des valeurs obtenues présente un écart-type de $7,5.10^{-4} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ autour d'une valeur moyenne de $0.5166 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. L'ensemble des résultats présente donc un pourcentage d'écart-type de $\pm 0.25\%$. L'ensemble des valeurs obtenues est reporté Figure 153.

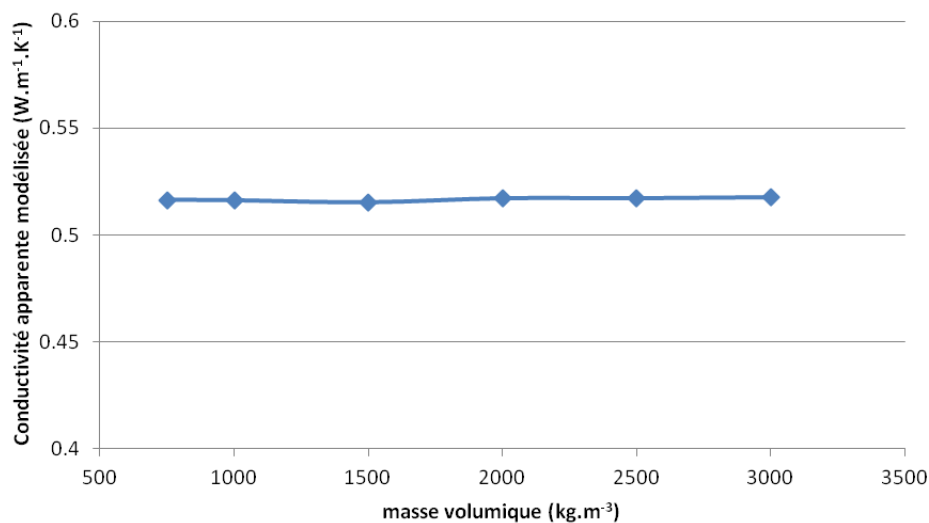


Figure 153 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la masse volumique du matériau

10.2.2.2 Influence de la capacité thermique

La plage de capacité thermique considérée ($700\text{-}4500 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$) couvre l'étendue des matériaux inorganiques naturels (verre $700 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$, granite et calcaires $800 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$, béton $900 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$), mais aussi les bois ($1000\text{-}3000 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$), l'air ($1000 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$); ainsi que l'eau liquide ($4180 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et solide ($2000 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

Masse volumique (kg.m ⁻³)	$\lambda_{\text{matériau}}$ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Capacité thermique (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	$\lambda_{\text{apparent modélisé}}$ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
2000	1	700	0.51709557
2000	1	800	0.51709557
2000	1	900	0.51709557
2000	1	1000	0.51627157
2000	1	1100	0.51748658
2000	1	1200	0.51748658
2000	1	1300	0.51617788
2000	1	1400	0.51617788
2000	1	1500	0.51688881
2000	1	2000	0.51652163
2000	1	2500	0.51670515
2000	1	3000	0.51737152
2000	1	3500	0.51681992
2000	1	4000	0.51702663
2000	1	4500	0.51663632

Tableau 24 : Evolution de la conductivité apparente en fonction de la capacité thermique du matériau

L'ensemble des valeurs obtenues présente un écart-type de 4.10^{-4} W.m⁻¹.K⁻¹ autour d'une valeur moyenne de 0.5169 W.m⁻¹.K⁻¹. Ces différents essais présentent un pourcentage d'erreur correspondant à +/-0.15% de la moyenne. L'ensemble des valeurs obtenues est reporté Figure 154.

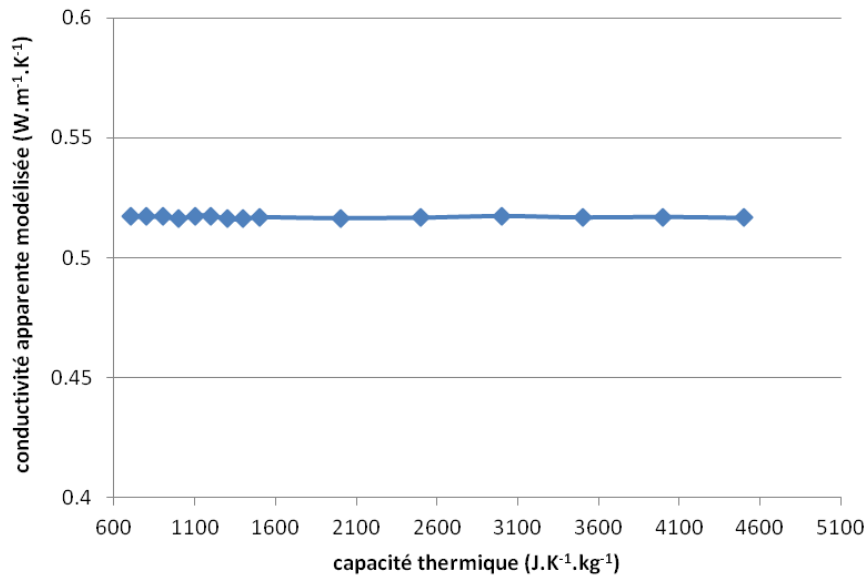


Figure 154 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la capacité thermique du matériau

10.2.2.3 Influence de la conductivité thermique du matériau

La plage de conductivité thermique considérée (0.1-3 J.kg-1.K-1) couvre les matériaux naturels type bois (0.1 à 0.4W.m-1.K-1), l'eau (0.6W.m-1.K-1), l'étendue des matériaux inorganiques poreux (calcaire 1W.m-1.K-1, grès 1.3W.m-1.K-1, mortier de chaux 0.9W.m-1.K-1), mais aussi les roches plus conductrices (granites 2.2 W.m-1.K-1). Les résultats sont reportés dans le Tableau 25 suivant :

Masse volumique (kg.m ⁻³)	$\lambda_{\text{matériau}}$ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	λ_{isolant} (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Capacité thermique (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	$\lambda_{\text{apparent modélisé}}$ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
2000	0.1	0.04	800	0.06932424
2000	0.3	0.04	800	0.16859108
2000	0.5	0.04	800	0.26787625
2000	0.7	0.04	800	0.36689162
2000	0.9	0.04	800	0.46648489
2000	1.1	0.04	800	0.56721434
2000	1.3	0.04	800	0.665416
2000	1.5	0.04	800	0.76530281
2000	2	0.04	800	1.01448668
2000	2.5	0.04	800	1.26005992
2000	3	0.04	800	1.50506252

Tableau 25 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la conductivité thermique du matériau

Les valeurs obtenues suivent une courbe linéaire, avec un indice de corrélation très satisfaisant pour une dizaine de points ($R^2=1$). Cette évolution se traduit par l'équation (1), et l'ensemble des valeurs obtenues est reporté Figure 155:

$$\lambda_{\text{apparente}} = 0.496 * \lambda_{\text{matériau}} + 0.02 \quad (61)$$

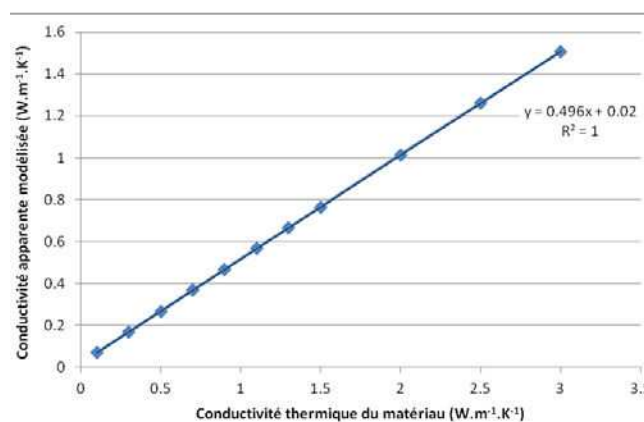


Figure 155 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la conductivité thermique du matériau

10.2.2.4 Influence de la conductivité thermique de l'isolant

La plage de conductivité thermique considérée ($0.02-0.15 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) commence aux meilleurs isolants connus (polyuréthane $0.02-0.03 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, air $0.0262 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), l'isolant actuellement utilisé (EPDM $0.04 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), jusqu'aux isolants naturels (liège $0.04 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, amiante $0.15 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

Masse volumique (kg.m^{-3})	$\lambda_{\text{matériau}}$ ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	λ_{isolant} ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	Capacité thermique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	$\lambda_{\text{apparent modélisé}}$ ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)
2000	1	0.02	800	0.507177
2000	1	0.04	800	0.51709557
2000	1	0.06	800	0.52702755
2000	1	0.08	800	0.53672879
2000	1	0.1	800	0.54730833
2000	1	0.11	800	0.55161601
2000	1	0.12	800	0.55641749
2000	1	0.15	800	0.5713369

Tableau 26 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la conductivité thermique de l'isolant

Les valeurs obtenues suivent une courbe linéaire, avec un indice de corrélation très satisfaisant pour une dizaine de points ($R^2=0.9997$). Cette évolution se traduit par l'équation (2), et l'ensemble des valeurs obtenues est reporté Figure 156:

$$\lambda_{\text{apparente}} = 0.5 * \lambda_{\text{isolant}} + 0.4967 \quad (62)$$

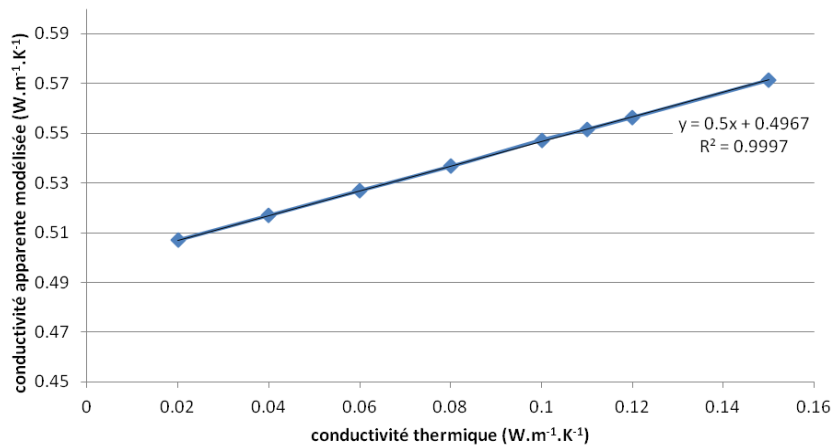


Figure 156 : Evolution de la conductivité apparente modélisée en fonction de la conductivité thermique de l'isolant

10.2.2.5 Interprétation

Influence de la capacité thermique et de la densité :

L'évolution de la conductivité en fonction de ces deux paramètres est trop faible pour être significative : la valeur mesurée oscille très faiblement autour d'une valeur moyenne, d'une variation inférieure à 2,5% pour la masse volumique, et inférieure à 1,5% pour la capacité thermique, ce qui est très inférieur aux erreurs possibles de lecture de la courbe (cf. chapitre 9.2.1).

Ces résultats confirment la théorie mathématique et l'absence d'influence de la capacité thermique et de la densité sur la mesure, sur les plages considérées.

Influence des conductivités thermiques du matériau et de l'isolant :

Les deux études montrent des résultats très similaires, pouvant être interprétés tels que :

$$\lambda_{\text{apparente}} \approx 0.5 * \lambda_{\text{matériau}} + 0.02 \quad (63)$$

$$\lambda_{\text{apparente}} = 0.5 * \lambda_{\text{isolant}} + 0.5 \quad (64)$$

Sachant que dans le premier cas, $\lambda_{\text{isolant}} = 0.04 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$; dans le second : $\lambda_{\text{matériau}} = 1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Dans ces conditions $\lambda_{\text{apparente}}$ peut être exprimée comme la moyenne des deux conductivités entrées :

$$\lambda_{\text{apparente}} = \frac{\lambda_{\text{matériau}} + \lambda_{\text{isolant}}}{2} \quad (65)$$

Le tableau 27 reprend les essais du

Tableau 25, et vérifie la validité de l'équation 5. En effet, pour les 11 tests modélisés, la valeur obtenue par cette équation est égale à la valeur modélisée (à 1% près).

Masse volumique (kg.m ⁻³)	$\lambda_{\text{matériau}}$ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	λ_{isolant} (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	$\lambda_{\text{apparent}}$ calculée (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	$\lambda_{\text{apparent}}$ modélisée (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Différence relative (%)
2000	0.1	0.04	0.07	0.0693	0.96
2000	0.3	0.04	0.17	0.1685	0.83
2000	0.5	0.04	0.27	0.2678	0.79
2000	0.7	0.04	0.37	0.3668	0.84
2000	0.9	0.04	0.47	0.4664	0.74
2000	1.1	0.04	0.57	0.5672	0.49
2000	1.3	0.04	0.67	0.6654	0.68
2000	1.5	0.04	0.77	0.7653	0.61
2000	2	0.04	1.02	1.0144	0.54
2000	2.5	0.04	1.27	1.2600	0.78
2000	3	0.04	1.52	1.5050	0.98

tableau 27 : Vérification de l'équation de détermination de la conductivité apparente.

10.2.3 Influence de la résistance de contact

Lors du passage du modèle à l'expérimentation s'ajoute un nouveau facteur pouvant influencer grandement la mesure : le contact.

Entre le fil et le matériau, tout comme entre le fil et l'isolant, le contact n'est pas parfait en tous points. Il existe localement des endroits où le fil et le matériau sont séparés par une fine couche d'air, dont la conductivité est beaucoup plus faible que celle du matériau. Cette couche d'air dépend de la pression d'application mousse/matériau, mais aussi -voire surtout- de la microstructure des matériaux en présence, et notamment de leur porosité et rugosité.

Cette résistance au transfert de l'énergie thermique au contact nous oblige à « retarder » la zone de calcul de λ , en considérant suivant les cas les mesures uniquement après 1 seconde, 20 secondes, ou encore 40 secondes (Figure 157).

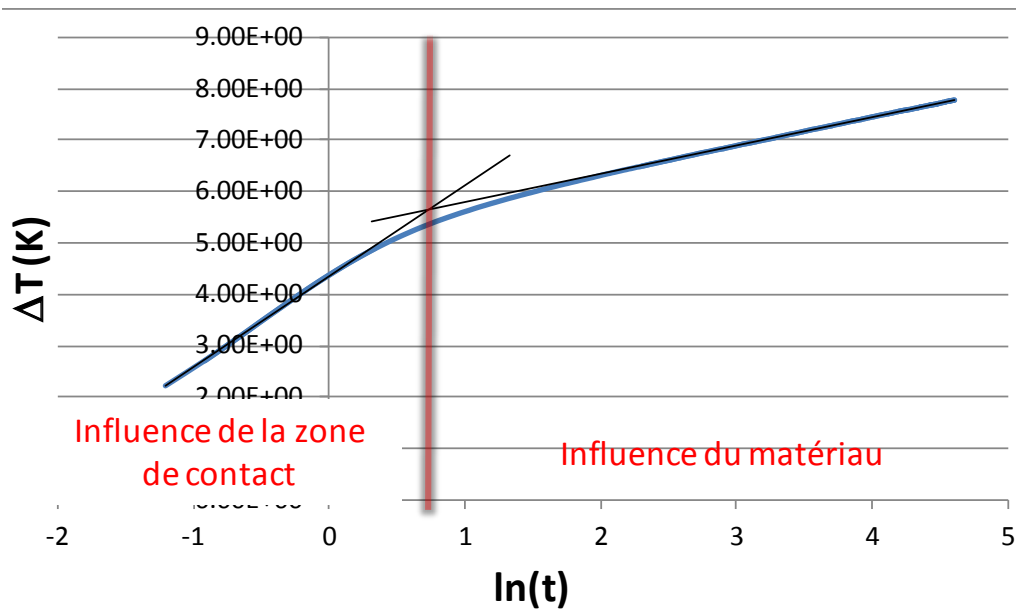


Figure 157 : Evolution de la température à deux pentes : zone d'influence de la zone de contact

10.2.3.1 Prise en compte de la résistance de contact dans le modèle

La résistance de contact est modélisée par une couche d'air homogène, d'épaisseur variable, intercalée entre le matériau/isolant et le fil. Ce modèle n'a aucune réalité physique et l'approche du contact serait plus exacte avec les modèles dressés par Martin (1978) ou Giese (1997). Cependant, la couche d'air homogène est une première approche qui permet une interprétation simplifiée et une modélisation facilitée.

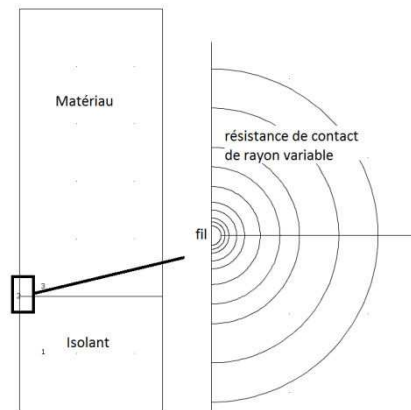


Figure 158 : Géométrie du modèle d'étude de la résistance de contact

L'énergie dégagée par le fil correspond à ce qui est dégagé par un fil traversé par un courant électrique de 0,1 A et de tension de 1V. L'épaisseur de la résistance de contact varie entre une valeur nulle ($e=0$ m pour R1), représentatif des milieux fluides ou des contacts parfaits, jusqu'à une épaisseur de 0.2 mm, représentant la zone de proche paroi de Martin pour des matériaux dont les particules ont un diamètre de 0.4 mm. Le détail des essais effectués est reporté dans le tableau suivant :

essai	Rayon de la résistance (m)
R1	0
R2	5.00E-06
R3	1.00E-05
R4	2.00E-05
R5	3.00E-05
R6	5.00E-05
R7	7.50E-05
R8	1.00E-04
R9	1.50E-04
R10	2.00E-04

Tableau 28: Rayons des résistances de contact modélisées

10.2.3.2 Résultats

Les courbes $\Delta T/\ln(t)$ déduites des calculs à partir de la température du fil montrent un accroissement de la pente initiale (courbe $\Delta T/\ln(t)$) avec l'accroissement de l'épaisseur de la résistance (R1 à R10) qui correspond à l'élévation de la température au cœur du fil qui augmente (figure 159). L'évolution de la pente initiale (a_1) en fonction de l'épaisseur d'isolant suit une loi puissance d'ordre 3 (figure 160). Cependant cette série d'essais ne permet pas de définir avec suffisamment de recul les facteurs de cette loi.

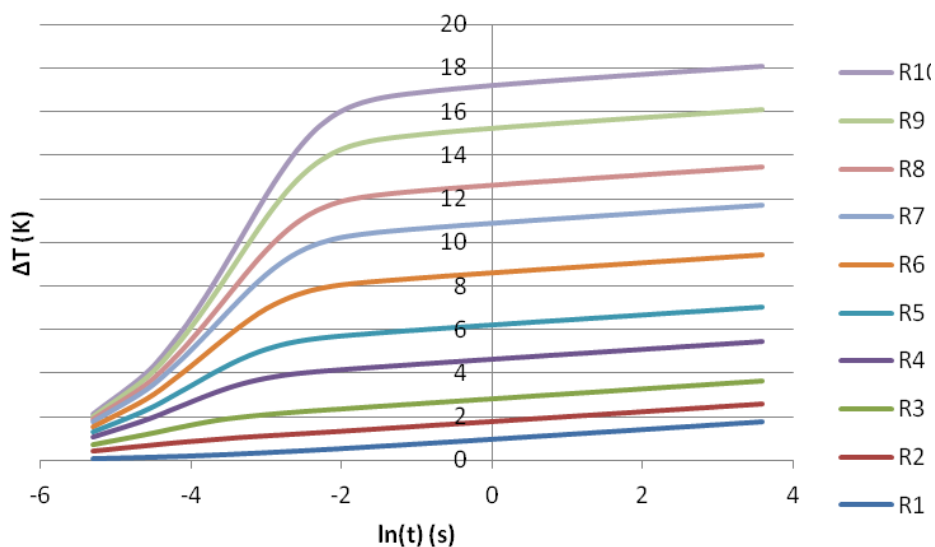


figure 159: évolution de l'élévation de température en fonction de la résistance de contact

En plus de la vitesse d'échauffement, cette élévation de température, due à l'air qui fait obstacle à l'évacuation de la chaleur dans les matériaux, se traduit par une augmentation des températures maximum et des coordonnées du point de brisure. Les relations températures maximales et les coordonnées y du point de brisure suivent également des lois polynomiales de puissance 3 en fonction du rayons équivalent (figure 161 et figure 162). A l'inverse les coordonnées x du point de brisure suit une loi logarithmique (figure 163).

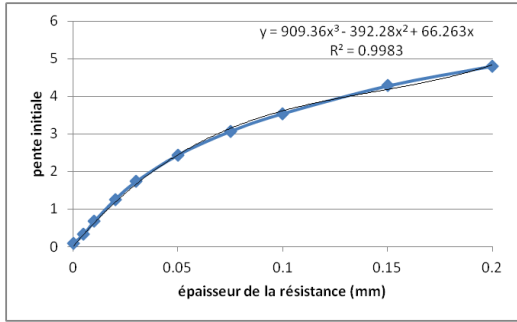


figure 160 : Evolution de la pente initiale en fonction de l'épaisseur de la résistance

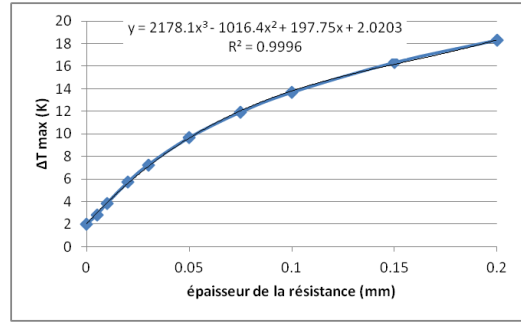


figure 161 : Evolution de l'élévation de température en fonction de l'épaisseur de la résistance

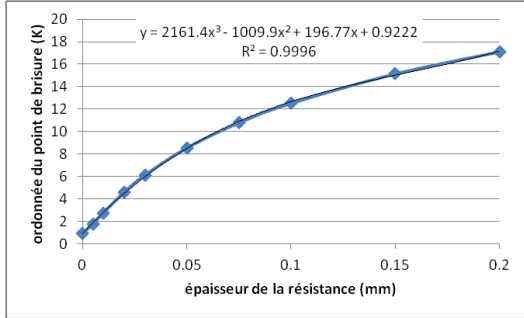


figure 162 : Evolution de l'ordonnée du point de brisure en fonction de l'épaisseur de la résistance

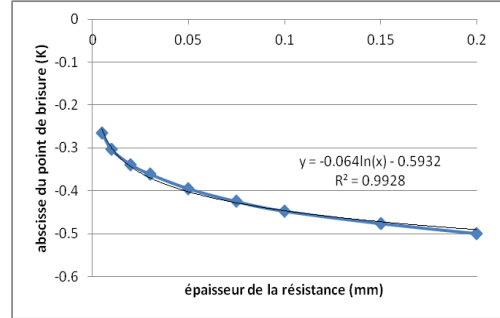


figure 163 : Evolution de l'abscisse du point de brisure en fonction de l'épaisseur de la résistance

10.2.3.3 Interprétations

Sur ces dix essais, la pente finale (a_2) permet de mesurer une conductivité thermique globalement constante, même si une légère diminution de la conductivité est observable lorsque le rayon de la résistance de contact devient important (Figure 164). L'évolution de cette valeur suit une équation linéaire, avec un indice de corrélation relativement satisfaisant ($R^2 \approx 0.9$) :

$$\lambda_{apparente} = -33.767 * r_{rc} + 0.52 \quad (66)$$

Où r_{rc} est le rayon de la résistance de contact, et $\lambda_{apparente}$ la conductivité apparente modélisée.

La pente s'exprime en $W.m^{-2}.K^{-1}$. Nous pouvons suspecter une influence de la conductivité de l'air ou encore du coefficient de transfert thermique propre à l'instrumentation, mais cela reste encore à déterminer. Cependant, l'ordonnée à l'origine peut être clairement identifiée comme la moyenne des matériaux en présence, conformément à l'équation (65).

$$\lambda_{apparente} = -33.767 * r_{rc} + \frac{\lambda_{matériau} + \lambda_{isolant}}{2} \quad (67)$$

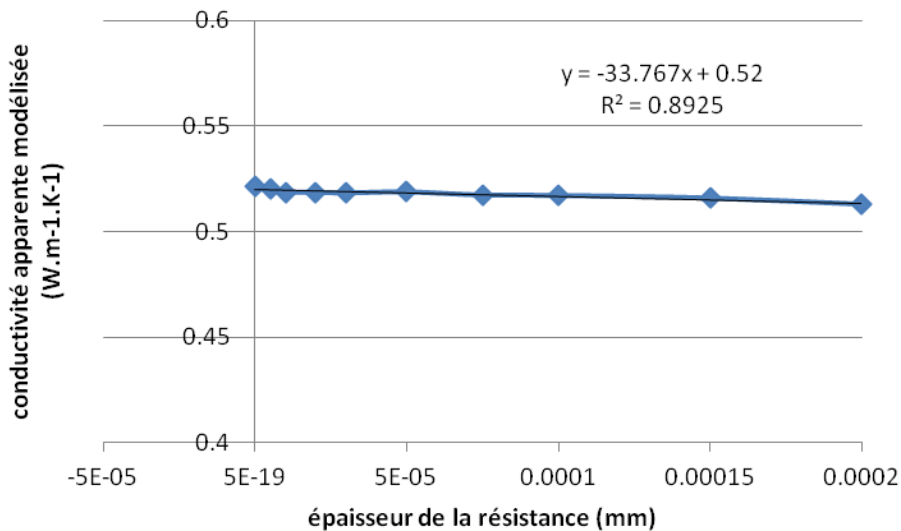


Figure 164 : Evolution de la pente finale en fonction de l'épaisseur de la résistance

10.2.4 Erreur due à la lecture

Il est apparu, lors de ces essais, une difficulté de lecture relative à la détermination de la pente finale (a_2). En effet, même si la partie considérée de la courbe $\Delta T / \ln(t)$ peut paraître linéaire, une légère courbure peut exister, entraînant des variations dans les calculs de λ_{app} à partir de la pente a_2 . Ces variations ou « erreur expérimentale », bien qu'existant lors d'essais expérimentaux, a été étudiée à partir des modèles pour s'affranchir de tout signal parasite. Les calculs "avec résistance de contact" (Figure 158) ont été utilisés car ils sont les plus représentatifs de la réalité.

Les valeurs obtenues pour différentes portions de courbe sont reportées dans la figure 165.

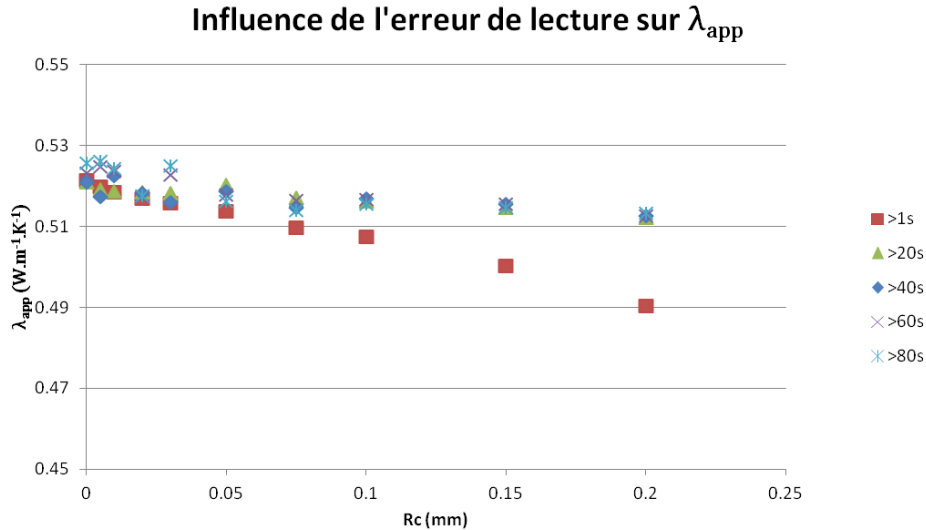


figure 165 : Evolution des $\lambda_2 = \lambda_{app}$ calculés en fonction des plages de temps prises en compte

Toutes les courbes semblent linéaires à partir de 0,4s ($\ln(t)=-1$) ; cf. figure 159). On remarque que si l'on considère la pente finale à partir de 1s, la valeur de conductivité apparente est largement sous-estimée par rapport aux conductivités extrapolées à partir de 20, 40, 60 ou 80 s : la valeur décroît proportionnellement à l'augmentation de la résistance de contact. Cela s'explique par une résistance de contact qui impacte franchement les courbes $\Delta T/\ln(t)$ dans les temps courts. La diminution de conductivité est due au matériau de remplacement (air) dans la zone proximale du fil.

Les pentes calculées à partir de 20, 40, 60 ou 80 s sont quant à elles remarquablement similaires, notamment pour des résistances de contact R_c importantes. Cependant, pour un contact quasi-parfait, on remarque une distribution plus large des valeurs, sans toutefois que l'écart-type ne dépasse $5.10^{-3} W.m^{-1}.K^{-1}$.

Par conséquent, afin d'éviter les erreurs de mesures, nous considérerons par la suite les pentes finales mesurées pour les valeurs supérieures à 20s, et supérieures à 40s.

11 Application à la mesure sur géomatériaux et maçonneries

11.1 Développement d'un programme d'acquisition

Un travail de programmation sous le logiciel Labview® a été effectué en collaboration avec Bertrand Leroux, ingénieur programmeur de l'IC2MP. Ce programme a pour objectif d'automatiser la mesure, pour permettre d'une part de gagner du temps de traitement, et d'autre part pour s'affranchir d'éventuelles erreurs humaines. Comme il s'agit d'un programme expérimental, il offre à l'utilisateur une flexibilité très importante en manière de paramétrage et d'interprétation. Il est composé des trois étapes classiques (paramétrage, mesure et traitement), brièvement décrites ci-après.

11.1.1 Paramétrage

La partie paramétrage permet de préciser tous les paramètres des mesures à suivre. Un essai se déroule en deux étapes : la mesure de la résistance du fil et la mesure de conductivité thermique. Les deux étapes sont chacune personnalisables, afin de s'adapter à différentes éprouvettes. L'exécution de ces deux étapes est considérée comme étant un cycle.

L'intérêt de ce programme est d'automatiser les mesures à pas de temps régulier. Le nombre de cycles et le pas de temps sont à préciser. Pour un suivi pour lequel deux cinétiques sont attendues, comme par exemple lors du séchage d'un échantillon, il est possible de programmer deux pas de temps différents.

Enfin, le dernier encadré est uniquement destiné aux calculs. Il propose à l'utilisateur d'entrer des données prédéfinies afin de permettre un calcul automatique de la conductivité thermique et de l'état hydrique du matériau testé (Figure 166).

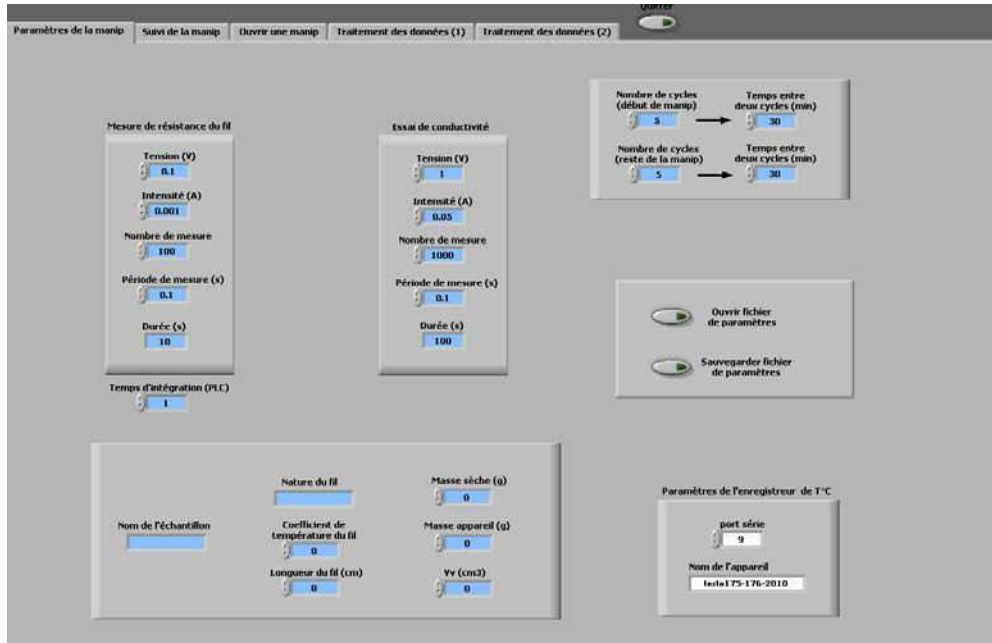


Figure 166 : Interface graphique du paramétrage sous Labview®

11.1.2 Mesure

Une fois les paramètres entrés, l'enregistrement peut commencer. Le programme enregistre dans un dossier à préciser tous les fichiers créés, un par cycle et un pour les paramètres de la série. L'interface présentée ci-dessous permet à l'utilisateur d'observer le bon déroulement des mesures, par l'intermédiaire de quatre graphes (Figure 167):

- Dernière mesure de la résistance du fil : si les variations restent faibles (inférieures à $1 \mu\text{V}$), les conditions de mesures sont stables;
- Dernière mesure de la conductivité : permet d'observer si l'allure correspond aux attentes;
- Suivi de la masse : permet d'observer la cinétique de la variation de masse;
- Suivi de la température : permet d'observer la stabilité de la température au contact matériau/isolant.

Ces quatre graphes sont complétés avec une présentation des mesures enregistrées par 4 capteurs de température, installés selon la liberté de l'utilisateur.

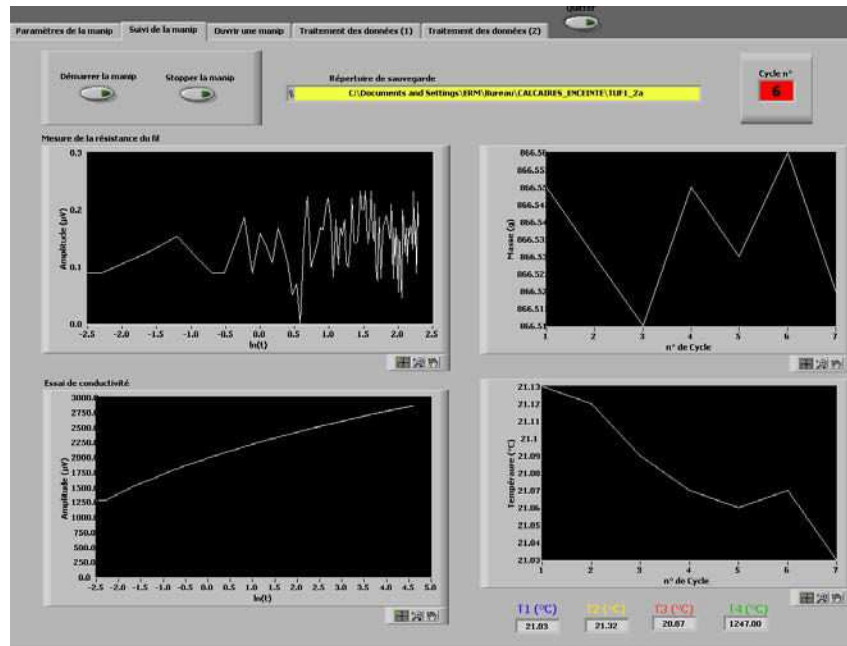


Figure 167 : Interface graphique du suivi sous Labview®

11.1.3 Traitement

Une fois l'enregistrement terminé, il est possible de traiter les données directement avec ce programme. Trois interfaces graphiques y sont consacrées. La première permet une visualisation des cycles un par un, ainsi que la tendance générale de variation de la masse et des valeurs enregistrées par les capteurs de température (Figure 168). Les derniers paramétrages de calcul sont également présents sur cette page.

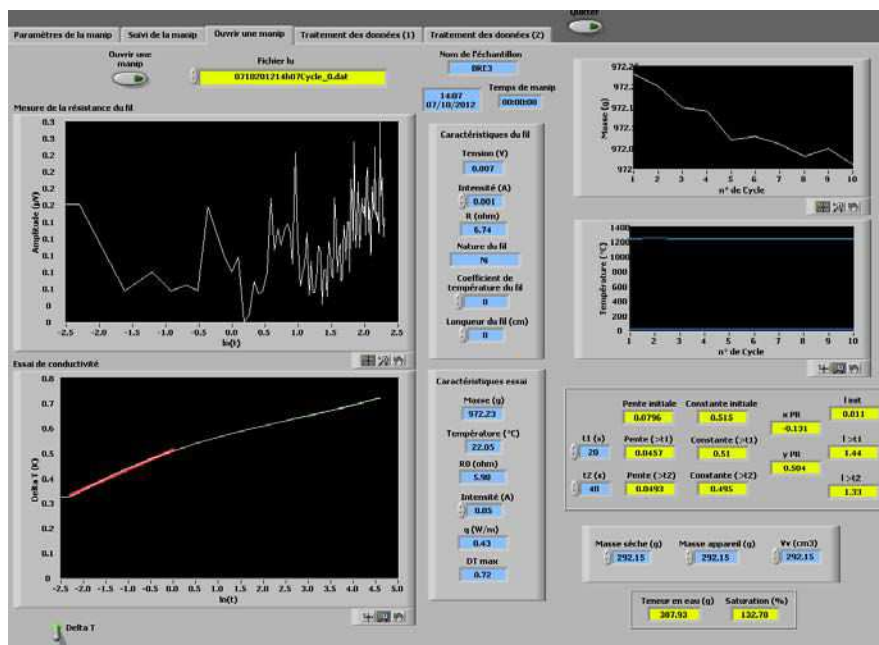


Figure 168 : Interface graphique du traitement 1 : observation des cycles

La deuxième interface propose un tableau de résultats exportable en fichier texte, et donc directement utilisable par un logiciel classique de calcul (exemple : Microsoft Excel), ainsi que le

graphe de toutes les courbes d'essai superposées (Figure 169). La dernière enfin, propose différentes courbes d'interprétation (Figure 170), dont :

- l'évolution des coordonnées en X ($\ln(t)$) et en Y (ΔT) du point d'intersection entre les pentes a_1 et a_2 ;
- l'évolution de l'indice de saturation en fonction du temps;
- l'évolution de la conductivité thermique en fonction du temps;
- l'évolution de la conductivité thermique en fonction de l'indice de saturation.

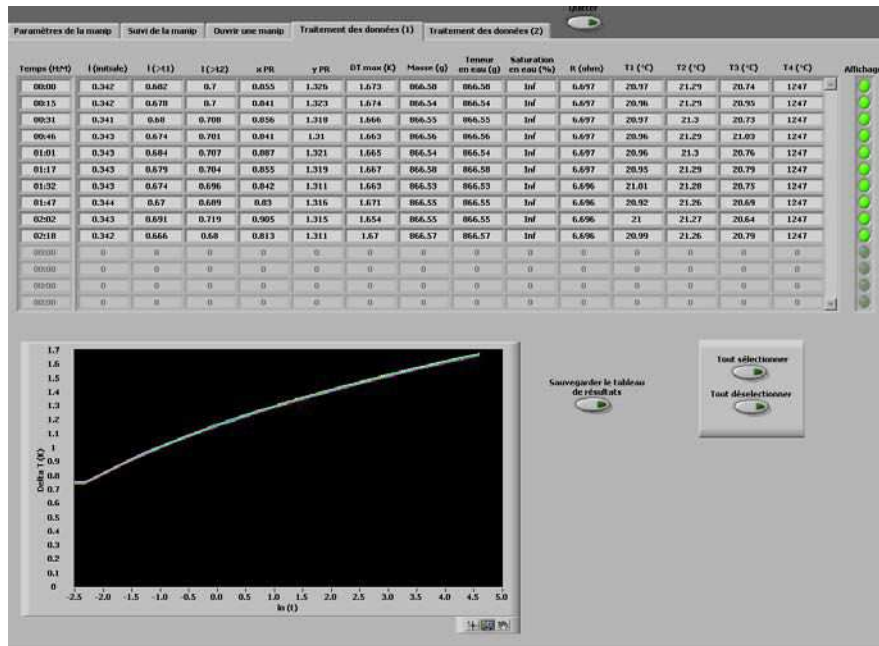


Figure 169 : Interface graphique du traitement 2 : tableau de résultats

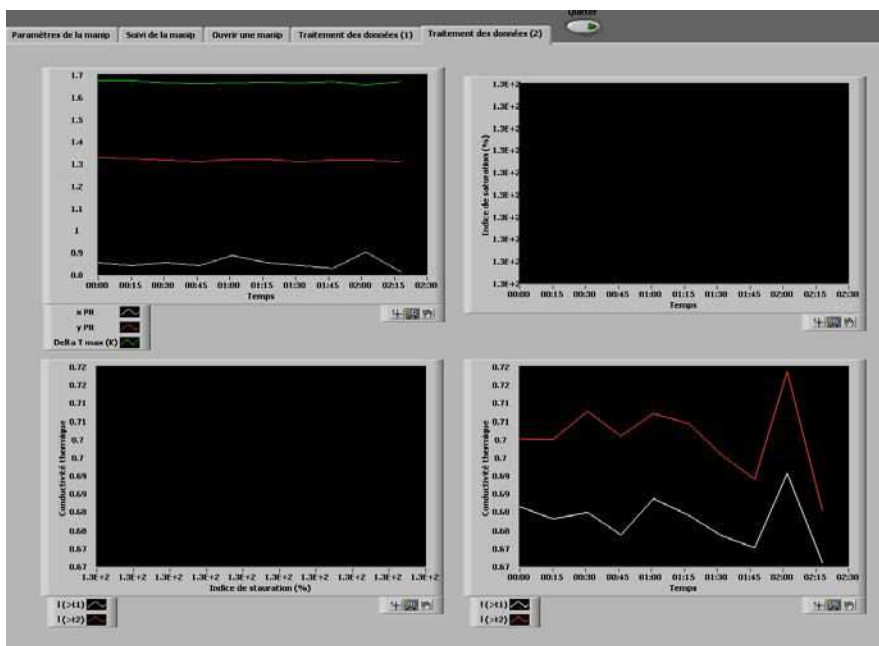


Figure 170 : Interface graphique du traitement 3 : courbes d'interprétation

11.2 Influence de la rugosité de la surface sur la mesure

Cette partie a été présentée auprès d'une communauté scientifique internationale spécialisée dans les méthodes non-invasives appliquées aux sites historiques et archéologiques (Merckx, et al., 2013a), et devant une communauté internationale de scientifiques spécialisés dans les techniques de mesures et calculs thermiques (Merckx, et al., 2013b) (annexe VI).

11.2.1 Matériaux étudiés

La méthode utilisée est présentée dans la seconde partie (chapitre 5). En accord avec la conclusion de ce chapitre, nous avons travaillé sur 5 roches connues présentant chacune ses propres particularités minéralogiques et microstructurales :

- Le calcaire de Brétigny (BRE) : oosparite avec oolithes de grande taille ($d = 500 \mu\text{m}$), présentant une mésoporosité et une macroporosité importante et un pic de microporosité à $0,3 \mu\text{m}$. Porosité totale de l'ordre de 20%.

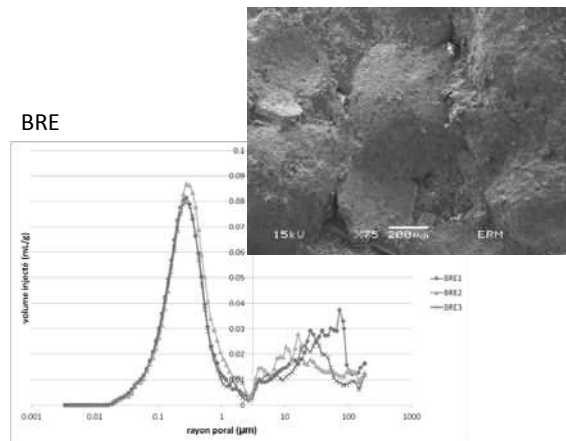


Figure 171 : Photographie MEB (électrons absorbés) de la microstructure du calcaire de Brétigny et diagramme de Porométrie au Mercure

- Le calcaire de Migné (CHA) : micrite avec une distribution très nette de microporosité centrée sur $0,5 \mu\text{m}$. Porosité totale de l'ordre de 20%.

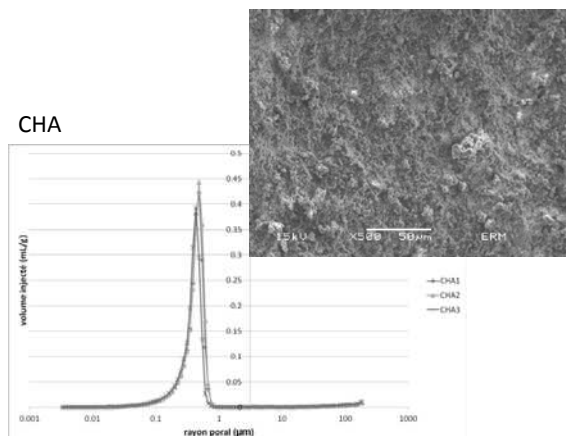


Figure 172 : Photographie MEB (électrons absorbés) de la microstructure du calcaire de Migné et diagramme de Porométrie au Mercure

- Calcaire du Ricou, lithographique (RLI): dismicrite à très faible microporosité centrée en $0,02 \mu\text{m}$ et une légère mésoporosité. Porosité totale de l'ordre de 5%.

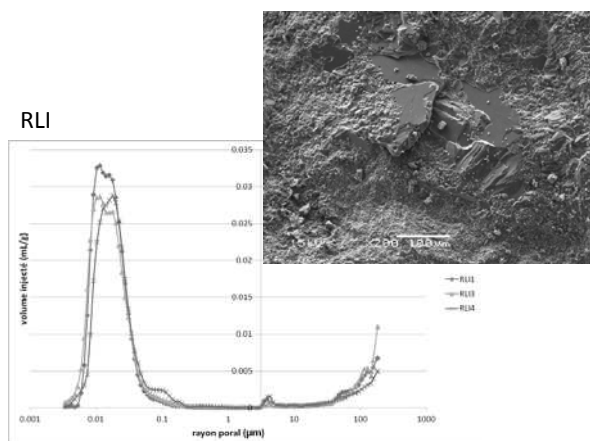


Figure 173 : Photographie MEB (électrons absorbés) de la microstructure du calcaire lithographique du Ricou et diagramme de Porométrie au Mercure

- Grès de Fontainebleau (GRE) : quartz-arénite ($d = 300 \mu\text{m}$), présentant une faible mésoporosité centrée en $4 \mu\text{m}$ avec une très faible macroporosité. Porosité moyenne voisine de 5%.

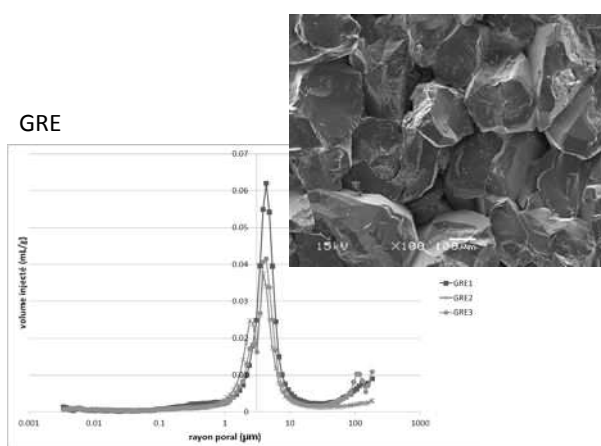


Figure 174 : Photographie MEB (électrons absorbés) de la microstructure du grès de Fontainebleau et diagramme de Porométrie au Mercure

- tuffeau de Saumur (TUF) : Biomicrite à opales, présentant une mésoporosité et une microporosité continue de $5 \mu\text{m}$ à l'infroporosité témoignant de la présence de minéraux argileux. Porosité totale proche de 50%.

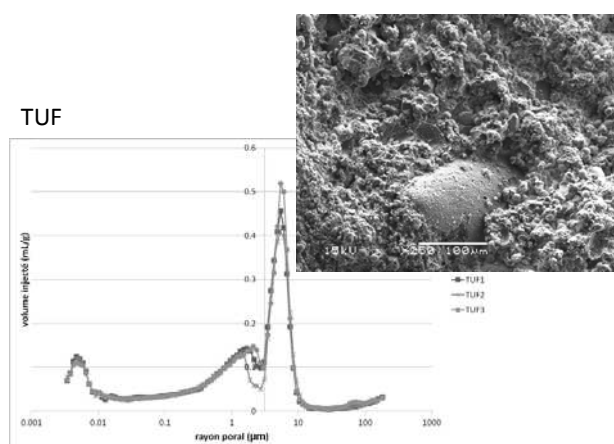


Figure 175 : Photographie MEB (électrons absorbés) de la microstructure du Tuffeau de Saumur et diagramme de Porométrie au Mercure.

Les échantillons sont cubiques, de 5 cm de côté. Différentes faces de l'échantillon (au moins trois) sont polies plus ou moins finement, de manière à obtenir un panel de rugosité. Les valeurs de rugosité mesurées sur la même face polie présentent des variations importantes, et l'on considère l'erreur de mesure égale à 10%.

11.2.2 Choix du paramètre de rugosité

Comme nous l'avons vu précédemment (partie 1, chapitre 2.4.2), la qualification de la rugosité passe par plusieurs paramètres statistiques. Nous commencerons par étudier sur le calcaire de Migné (CHA) l'évolution de tous ces paramètres en fonction de la finesse de polissage, de façon à choisir le plus judicieux et applicable aux autres matériaux.

L'évolution du λ_1 en fonction du Sa est linéaire, avec une forte corrélation ($R^2 = 0.9999$). La valeur à l'origine est cependant non expliquée (1.3351). Cependant, d'après cette équation, le λ_1 est nul pour $Sa=10 \mu\text{m}$, ce qui est impossible. Il serait plus logique que la conductivité suive une fonction inverse. La loi puissance se rapprochant de ce comportement envisagé est égal à $y = 1.2156x^{-0.203}$, avec un $R^2 = 0.9961$ (Figure 176).

Concernant le λ_2 , la corrélation est faible (R^2 maximum à 0.1484). L'évolution positive liée à cette valeur de corrélation n'a cependant aucun sens physique. Une modification de la valeur à l'origine (1.90 au lieu de 1.82), en accord avec les erreurs de mesure, permet de proposer une constante pour la valeur de λ_2 .

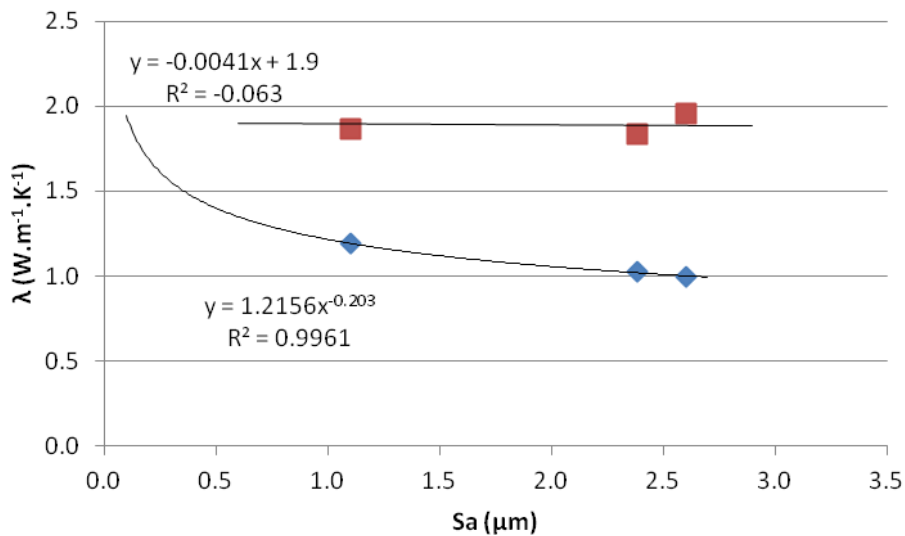


Figure 176 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Sa (CHA). Bleu : λ_1 ; Rouge : λ_2

Un raisonnement identique peut être appliqué avec le paramètre Sq : l'évolution du λ_1 linéaire avec un coefficient de corrélation égal à 1 ($y = -0.1035x + 1.3466$), peut être remplacée par une fonction puissance $y = 1.3008x^{-0.215}$ présentant un fort coefficient de corrélation ($R^2 = 0.9974$). En fixant l'origine à 1.9, le λ_2 est constant pour toutes les valeurs de Sq (Figure 177).

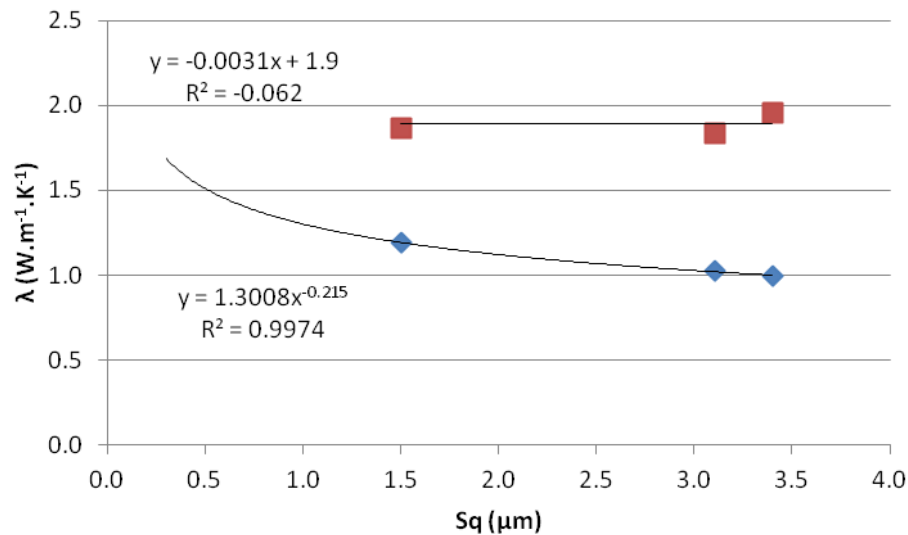


Figure 177 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Sq (CHA). Bleu : λ_1 ; Rouge : λ_2

Le paramètre Ssk , rappelons-le, représente la dissymétrie de la surface (Figure 178). Si elle est positive, la surface présente majoritairement des pics, si au contraire elle est négative, elle présente majoritairement des cavités. Plus une surface est polie, et plus les pics sont effacés, au profit des cavités. Par conséquent, plus la valeur de Ssk est faible, et plus l'échantillon est poli. Cependant, une valeur éloignée de 0 peut traduire le fait que les contacts avec la surface sont moins nombreux, mais aussi qu'ils sont moins compensés par les pics. A l'inverse, une valeur négative proche de 0 peut signifier qu'il y a peu de trous, mais peut également signifier que les nombreux trous sont compensés par de nombreux pics. Si ce paramètre peut s'avérer utile pour des études d'homogénéité de la surface, il est d'intérêt limité pour notre problématique (Figure 178).

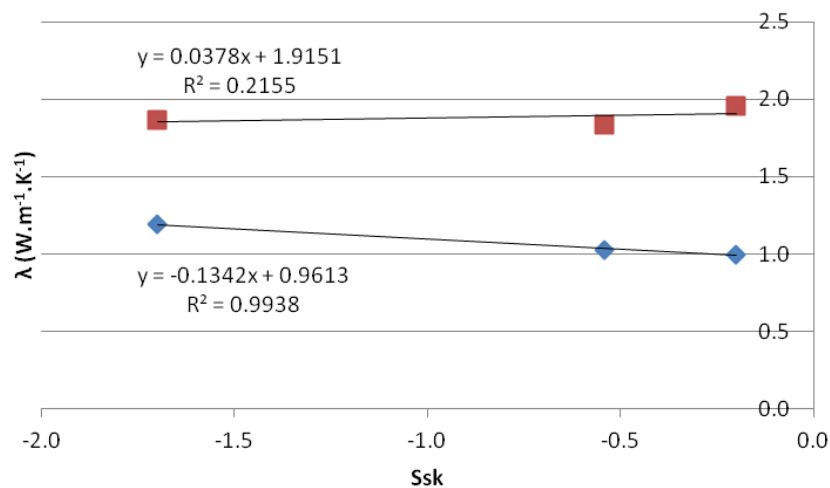


Figure 178 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Ssk(CHA). Bleu : λ_1 ; Rouge : λ_2

Le paramètre Sku (Figure 179) correspond au kurtosis de la surface, c'est-à-dire au coefficient d'aplatissement de la distribution d'altitude. Comme le polissage consiste à rendre une surface plus lisse caractérisée par la même altitude en tout point, plus un polissage est important, plus la distribution est centrée, et donc le kurtosis fort. Pour une surface complètement lisse, la distribution est semblable à une impulsion de Dirac, et donc hypothétiquement peut prendre une valeur infinie. A titre de comparaison, une distribution d'altitude correspondant à une loi normale présente un kurtosis de 3.

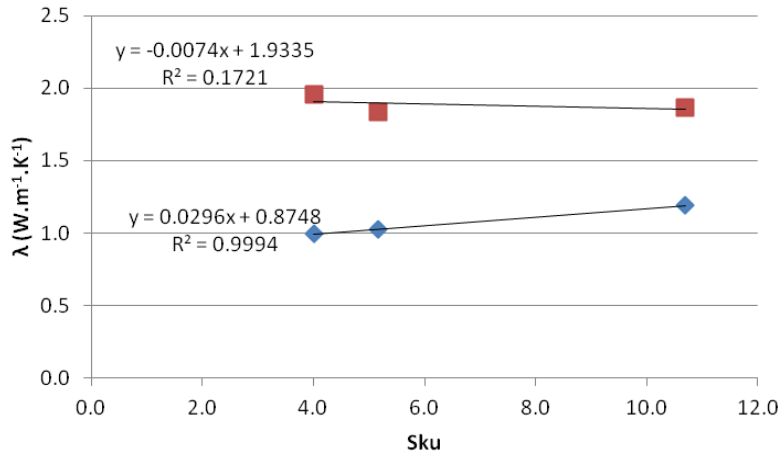


Figure 179 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Sku (CHA). Bleu : λ_1 ; Rouge : λ_2

Le St (écart entre le plus haut pic et la vallée la plus profonde, Figure 180) et le Sz (idem, sur une surface normalisée puis moyennée sur la surface de mesure, Figure 181) présentent tous les deux une diminution de la valeur de λ_1 avec un fort indice de corrélation. Pour le λ_2 , cette corrélation est très faible et présente une légère augmentation sans sens physique. Une modification en accord avec les erreurs de mesure permet à nouveau de mettre en évidence une évolution nulle du λ_2 en fonction du paramètre de rugosité (Figure 180 et Figure 181).

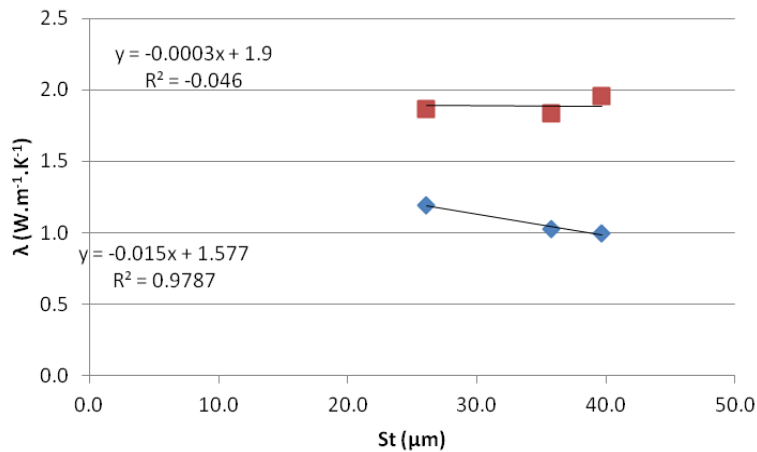


Figure 180 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du St (CHA). Bleu : λ_1 ; Rouge : λ_2

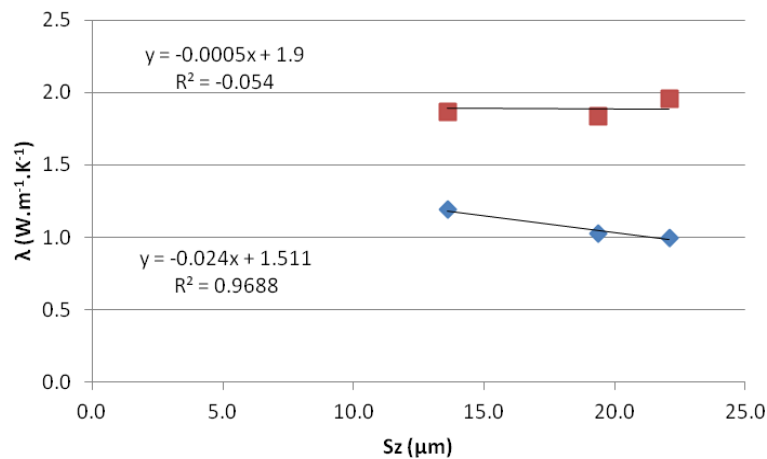


Figure 181 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Sz (CHA). Bleu : λ_1 ; Rouge : λ_2

Les valeurs de Sds, nombre de sommets par surface, ne suivent pas pour tous les matériaux une tendance en fonction du polissage, et sont par conséquent inexploitable pour notre étude. Il apparaît ainsi que Sa, Sq, St et Sp sont les seuls paramètres pertinents pour notre problématique. L'évolution de ces quatre paramètres étant identiques, il est possible de n'utiliser que Sa, paramètre significatif le plus utilisé actuellement, pour les autres matériaux.

11.2.3 Résultats : évolution de la conductivité thermique en fonction de la rugosité

Pour les cinq faciès de roche, on remarque une forte diminution du λ_1 en fonction du Sa, et un λ_2 constant quelque soit le polissage effectué (en accord avec la marge d'erreur). L'évolution du λ_1 est plus faible pour les roches où la plage de rugosité obtenue est restreinte et la surface plus fortement polie.

Pour les matériaux à très forte porosité (tuffeau), le λ_1 représente environ la moitié de la valeur de λ_2 . Les valeurs de conductivité thermique (λ) du tuffeau sont remarquablement faibles, en raison de la forte porosité de ce matériau (Figure 182, TUF). Concernant la roche de Brétigny (Figure 182, BRE), dont la porosité est du même ordre de grandeur que celle de la pierre de Migné (19-21%), on remarque une différence de valeur de conductivité non négligeable, respectivement 2,2 W.m⁻¹.K⁻¹ contre 1,9 W.m⁻¹.K⁻¹ (Figure 176, CHA et Figure 182, BRE). Cette différence traduit l'effet de la microstructure : les oolithes du calcaire de Brétigny constituent un continuum de forte conductivité thermique tandis que la boue micritique de la pierre de Migné freine le transfert solide-solide. Le calcaire de Brétigny, sur lequel davantage de points de mesure ont été effectués, met en évidence une meilleure adéquation de l'élévation du λ_1 avec la rugosité mesurée par une loi puissance (en bleu) que par une loi linéaire (en violet).

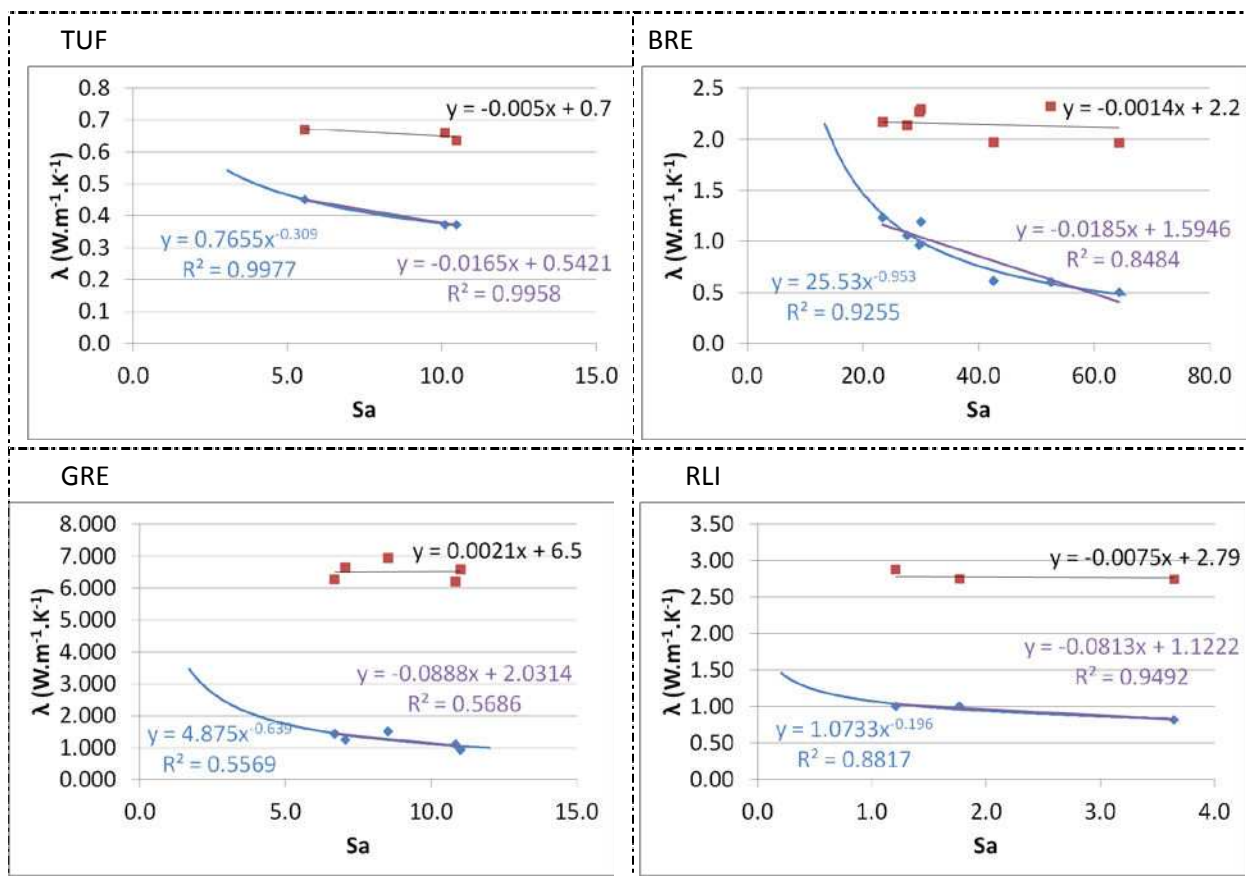


Figure 182 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du Sa pour le tuffeau (TUF), le calcaire de Brétigny (BRE), le grès de Fontainebleau (GRE) et le calcaire du Ricou (RLI). Bleu : λ_1 ; Rouge : λ_2

Pour les roches plus denses à faible porosité (5%), on observe également une forte différence entre le λ_1 et le λ_2 (environ x3 pour RLI et GRE). Là encore, les valeurs de λ_1 diminuent en fonction de la rugosité, alors que les valeurs de λ_2 restent constantes. La valeur enregistrée pour le grès de Fontainebleau ($6,4 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) est conforme aux données de la littérature avec une valeur comprise entre 6 et $14 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (Midttomme, et al., 1998) (Robertson, 1988)]. La valeur de λ_2 mesurée pour le calcaire du Ricou (RLI) se rapproche de celle mentionnée dans la littérature pour la calcite (respectivement 2,8 et $3,5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

Bien que la méthode de mesure de la conductivité par fil chaud au contact soit déjà validée (Merckx, et al., 2012c), l'influence de l'état des surfaces n'avait pas été évaluée. En effet, celui-ci joue un rôle important dans les transferts thermiques, par l'intermédiaire d'une résistance thermique de contact, qui aurait pu influencer les mesures. Or, les résultats présentés ici démontrent que, dans les conditions de précision de notre instrumentation, cette influence se limite aux temps courts (λ_1), et que l'état de surface des matériaux n'influence pas la mesure de la conductivité effective (λ_2). Ces essais permettent donc de valider la mesure de conductivité thermique effective par la méthode du fil chaud appliqué en surface. Transposée au domaine des pierres en oeuvre des monuments historiques, la méthode montre la même efficacité sur les surfaces de pierre présentant différents degrés ou niveaux de polissage.

11.3 Application à la mesure de teneur en eau des matériaux poreux

11.3.1 Protocole expérimental

Le suivi de la teneur en eau d'un matériau est effectué par un suivi de la masse de l'échantillon posé sur une balance, le capteur étant situé sur la face supérieure de l'échantillon. L'évaporation se fait alors préférentiellement par les faces latérales, impliquant les pores de plus grand diamètre ouverts sur l'extérieur (partie 1 chapitre 3.2.3).

La force d'appui (chapitre 10.1.2 page 116) est assurée par un bâti métallique reposant sur l'arrière de l'isolant. De manière à assurer la stabilité de la cellule de test, les bords du bâti entourent le haut de l'éprouvette sur plusieurs centimètres, limitant les transferts directs avec l'atmosphère environnante par la même occasion. Ainsi, l'évaporation s'effectue principalement par la partie basse de l'échantillon.

Des gradients de teneur en eau peuvent se former entre le cœur du matériau et les zones d'échange avec l'air, pouvant influencer les mesures de conductivité effective. Pour limiter ces gradients, le dispositif expérimental mis au point permet de minimiser l'évaporation en plaçant tout le système de mesure (balance, capteur, échantillon) dans une enceinte climatique réglée à 90% (à 20°C) (Figure 183). En raison de cette forte humidité ambiante, un suivi complet de séchage dure plusieurs jours (entre 100 et 200 heures suivant les matériaux).

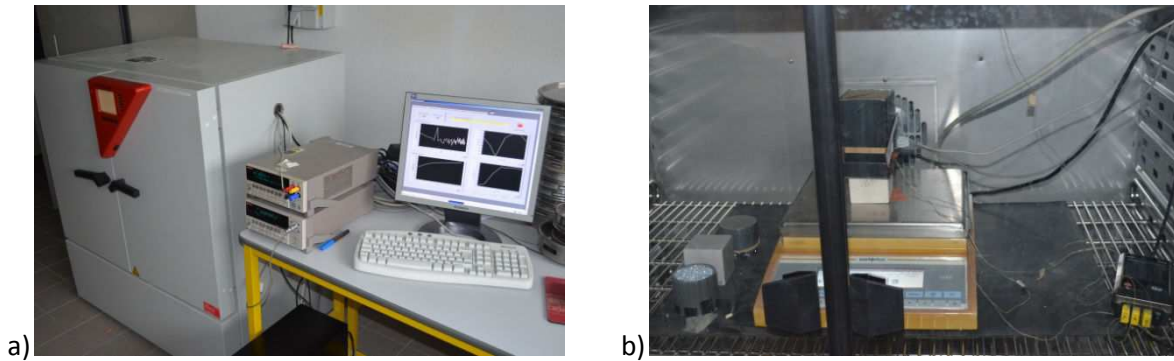


Figure 183 : Instrumentation de mesure. a) appareils de commande et enceinte climatique. b) mesures en conditions climatiques contrôlées.

11.3.2 Résultats

La pierre de tuffeau est un calcaire fortement poreux (environ 50% de porosité), largement employé dans la vallée de la Loire pour la construction des Châteaux. Ceux-ci souffrent particulièrement des dégradations causées par l'humidité (cf. Partie 1).

Le séchage de ce matériau a duré 144h, soit 6 jours, à une humidité relative ambiante contrôlée à 90%, pour une température fixée à 20°C. Pendant 48h, les mesures sont effectuées toutes les 20 minutes, puis toutes les 40 minutes, pour un total de 288 mesures. Les pentes utilisées pour la mesure de la conductivité thermique sont prises entre 20 secondes et 60 secondes. L'ensemble des points de mesure (λ_2 - Indice de saturation) est représenté Figure 184 ci-dessous.

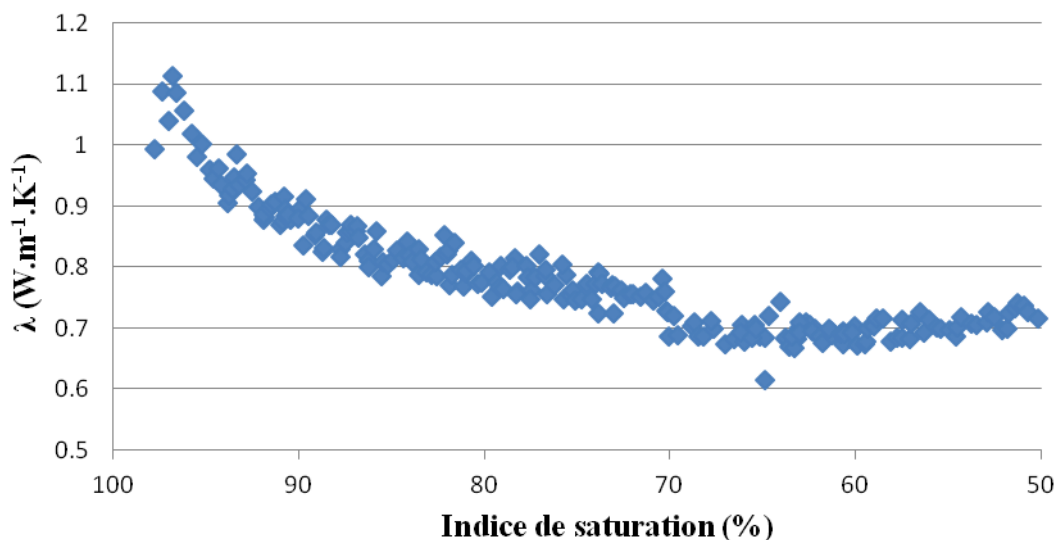


Figure 184 : Evolution de la conductivité thermique effective du tuffeau en fonction de son indice de saturation

L'évolution de la conductivité thermique décroît en fonction de l'indice de saturation, de manière logarithmique (Figure 185). Pour les fortes teneurs en eau, les conductivités thermiques mesurées sont importantes, pouvant dépasser $1,1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour les indices de saturations proches de 100 %, puis décroît jusqu'à un palier à $0,7 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à partir de 70%. Une correspondance entre la conductivité thermique et l'indice de saturation peut être proposée (tableau 29).

Conductivité thermique effective	Indice de saturation
$>1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	$>95\%$
>0.9	$>90\%$
>0.8	$>80\%$
>0.75	$>70\%$

tableau 29 : Relation entre l'indice de saturation et la conductivité thermique effective du tuffeau de Saumur (TUF)

La désaturation des roches de Brétigny (BRE) et de Migné (CHA) présentent également une forme de décroissance logarithmique. On remarque une faible dispersion des mesures pour le calcaire de Brétigny, permettant d'établir une échelle relativement précise pour les fortes teneurs en eau (Tableau 31). Les données obtenues sur la roche de Migné (CHA) présentent une dispersion accrue, autour d'une tendance semblable (Figure 185). A très forte humidité, la conductivité thermique du calcaire de Migné décroît très rapidement pour un même indice de saturation (94%), de $2,9 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à $2,3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Elle est quasiment confondue entre 75% et 90% avec la courbe de Brétigny, puis reste constamment en dessous et fini par rejoindre un palier à $1,9 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ dès un indice de saturation de 45% (Tableau 30), tandis que le calcaire de Brétigny montre un palier aux alentours de $2,1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (Tableau 31).

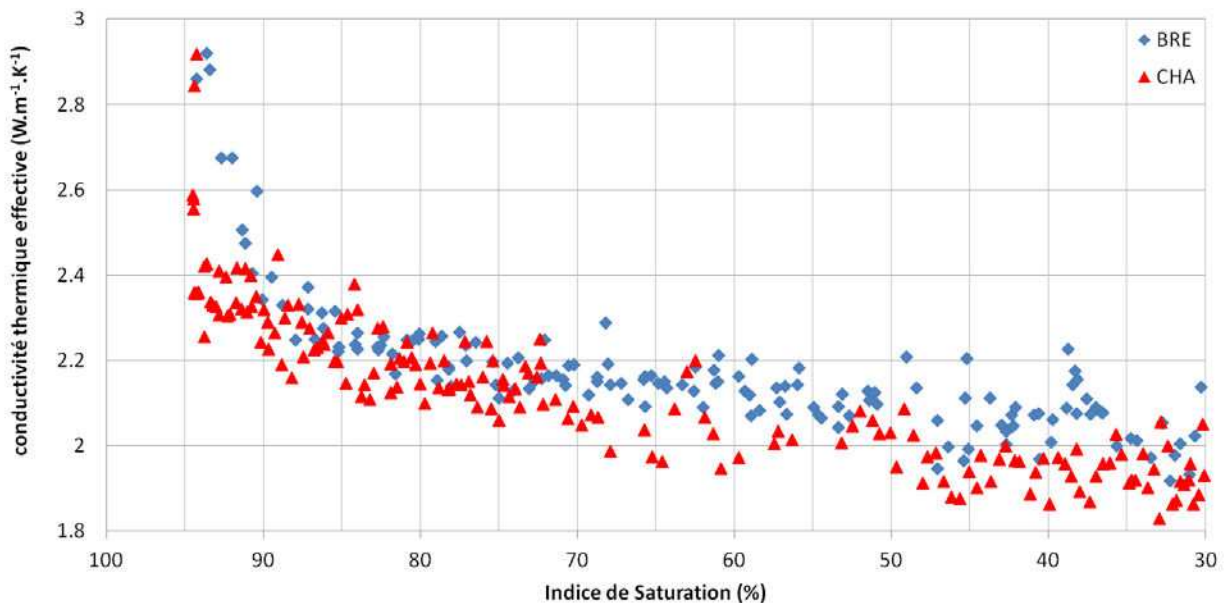


Figure 185 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de l'indice de saturation pour les calcaires de Brétigny (BRE) et de Migné (CHA)

Conductivité thermique effective	Indice de saturation
$>2.5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	$>94\%$
>2.25	$>80\%$
>2.1	$>70\%$
>2	$>45\%$

Tableau 30 : Relation entre l'indice de saturation et la conductivité thermique effective du calcaire de Migné (CHA)

Conductivité thermique effective ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	Indice de saturation
>2.75	$>94\%$
>2.4	$>90\%$
>2.3	$>85\%$
>2.2	$>75\%$
>2.1	$>35\%$

Tableau 31 : Relation entre l'indice de saturation et la conductivité thermique effective du calcaire de Brétigny (BRE)

Pour les roches à très faible porosité, telles que le calcaire lithographique RLI ou le grès de Fontainebleau GRE, l'évolution semble suivre également une courbe logarithmique inverse, mais le faible écart entre les mesures dès 95 % ne permet pas de définir une corrélation entre la teneur en eau et la conductivité thermique (Figure 186).

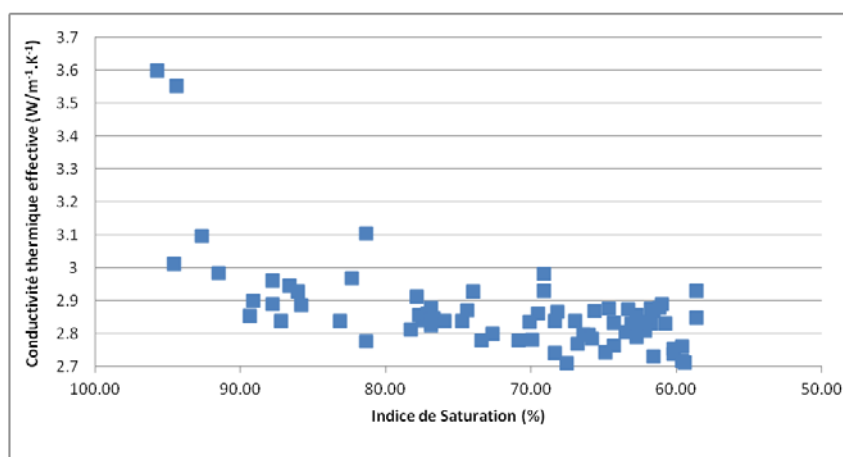


Figure 186 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de l'indice de saturation pour le calcaire du Ricou (RLI)

Interprétation - Conclusion

Le travail présenté ici ne concurrence pas les techniques récentes de mesure de la conductivité thermique, qui donnent des résultats très précis pour des phases pures. Ces techniques, même pour les solides, nécessitent de multiples capteurs, comme plusieurs fils chauds, des ponts électroniques, des combinaisons thermocouple/fil chaud, qui sont placés au cœur du matériau testé.

Ce travail a prouvé l'intérêt de la méthode du fil chaud simplifié à la mesure de conductivité thermique pour les matériaux de construction de type béton et mortier lorsque le fil est inséré dès la fabrication. Cette méthode permet une mesure rapide, répétitive, et peu onéreuse. Elle a ainsi pu être utilisée pour suivre la dessiccation de briques de terre crue, mais aussi pour suivre la prise d'éco-bétons et déterminer leur conductivité thermique à moindre coût.

L'application à la surface présente elle aussi son efficacité, malgré une erreur plus importante. Cinq roches présentant un intérêt en conservation du patrimoine à l'échelle régionale et nationale ont été testées. L'application d'un fil chaud sur une surface, accolé à un isolant, permet une mesure de conductivité thermique du matériau, et cela indépendamment de la rugosité du matériau mesuré (pour la plage considérée). La conductivité thermique est influencée par la teneur en eau du matériau, suivant une courbe logarithmique inverse. Cette évolution permet par conséquent d'utiliser la méthode du fil chaud comme capteur de type "tout ou rien", ou encore de déterminer la teneur en eau d'un matériau à forte teneur en eau (>60%). Cependant, l'évolution peu contrastée de la conductivité thermique pour des faibles teneurs en eau, associée aux approximations de mesures, limite fortement l'utilisation de la technique pour déterminer des teneurs en eau inférieures à 60%. S'il est possible de régler en partie ce problème en ayant recours à des méthodes plus adaptées aux mesures par la surface (hot disk®, plan chaud, CT-mètre), l'évolution de la conductivité thermique suivant une courbe logarithmique inverse, propriété intrinsèque aux matériaux poreux, rendra toujours la mesure des faibles teneurs en eau approximative.

Tous les essais présentés ici ont été effectués en laboratoire. S'agissant du transfert de technologie aux besoins du terrain, des travaux ont été initiés pour miniaturiser l'appareillage. Le programme de commande développé sous Labview® peut être transposé directement, après quelques modifications concernant notamment la définition des appareils de mesure. Le capteur en lui-même sera légèrement modifié, en particulier pour remplir les conditions de contact exigées (force de pression). Cependant, la conductivité thermique étant fonction de la composition et de la microstructure, un étalonnage préalable sera nécessaire sur le matériau étudié avant l'application sur site.

Ce paramètre peut également s'avérer intéressant en utilisant la propriété "tout ou rien", dans le cas de problématiques relatives à l'évaluation et au diagnostic de remontées capillaires dans les maçonneries anciennes. Un fil pluri-décimétrique, plaqué verticalement contre la maçonnerie à étudier constitue une jauge de niveau d'eau dans la maçonnerie, et par conséquent, un indicateur sensible aux remontées capillaires d'eau. Celles-ci entraînent régulièrement des dégradations importantes, comme nous pouvons l'observer sur les deux sites historiques étudiés : l'hypogée des dunes de Poitiers et la crypte de l'abbatiale de Saint-Savin-sur-Gartempe.

Partie 4 : Etudes microclimatiques de Monuments Historiques

L'altération des matériaux du patrimoine, qu'ils soient poreux ou non, organique ou non, est irrémédiable du fait même qu'ils se trouvent dans un système ouvert, échangeant perpétuellement avec l'environnement. Les orientations de recherches actuelles consistent donc à mieux connaître cet environnement, afin de trouver de nouvelles voies pour ralentir ces dégradations (Bernardi, 2008). Cependant cet environnement est complexe, car en changement constant. Par conséquent, les modélisations sont rendues difficiles par la nécessité de travailler en régime transitoire pour obtenir des résultats réalistes. L'une des solutions envisagées est donc plus expérimentale, et s'appuie sur des études microclimatiques, avec des suivis sur le long terme pour comprendre et modéliser les évolutions des bâtis à travers les saisons. Cependant, l'analyse des données enregistrées est presque toujours réalisée par observation directe des courbes, et par comparaison de divers segments. Bien qu'offrant des résultats intéressants, cette méthode est soumise à une vision subjective des données, et ne comprend pas l'intégralité du suivi. Les études présentées ici ont bénéficié d'analyses statistiques, issue de méthodes couramment utilisées en traitement des signaux électroniques. Nous avons travaillé à les adapter au mieux au traitement des enregistrements microclimatiques. Ces analyses ont pour finalité l'obtention de résultats objectifs, quantitatifs, permettant une prise en compte de toutes les valeurs enregistrées, et ce, afin de répondre de manière optimale aux problématiques posées.

Le premier de ces monuments historiques est l'Hypogée des Dunes à Poitiers, fermé au public par mesure conservatoire depuis 1998. Des travaux ont été effectués, notamment en 2011, en vue de sa réouverture. L'étude portant sur l'influence de ces travaux sur les conditions climatiques est effectuée en deux temps : (1) par des méthodes "conventionnelles" et (2) par l'utilisation de l'analyse corrélatoire. Ce type d'analyse est ensuite utilisé pour définir l'origine de l'humidité très importante de la crypte de l'abbatiale de Saint-Savin-sur-Gartempe, classée au Patrimoine Mondial de l'Humanité. Cette humidité est en effet propice au développement d'un voile blanc recouvrant les peintures, qui dissimule en partie la qualité de fresques vieilles de 800 ans.

12 Hypogée de Mellebaude, Poitiers

12.1 Contexte historique

12.1.1 L'origine de l'hypogée

L'hypogée de Mellebaude est situé sur un promontoire calcaire, le long de la voie romaine reliant Poitiers à Bourges. Le nom de Mellebaude appartient à l'abbé inhumé en cet endroit qui a gravé son nom au sein de l'hypogée (Figure 188). Le surnom "des Dunes" également donné à cette chapelle funéraire, et plus globalement au quartier, provient du gaulois Dun, qui signifie lieu élevé, ou colline.

Initialement, il s'agit d'un cimetière gallo-romain, comme en témoigne notamment le Dolmen de "La pierre levée". L'hypogée (ou tombe souterraine), est plus tardif : bien qu'il présente des caractéristiques proches des hypogées romains (exemple : escalier de huit marches désaxé), il possède également des témoins de l'époque mérovingienne (Haut moyen-âge). Il s'agirait le plus probablement, à la vue des décors figurant sur les pierres utilisées, d'un réemploi du site antique par l'abbé Mellebaude, qui en fit sa propre sépulture au VIII^{ème} siècle (Figure 189). Son sarcophage présumé est situé au sein de l'unique arcosolium de l'hypogée à côté de l'autel. Tous les décors avoisinants semblent faits de pièces déplacées et remaniées lors de multiples profanations du site qui présentait en 2001 quinze sépultures, dont six sarcophages. Dans quatre d'entre eux étaient présents les squelettes de onze individus. Cette situation reflète le réemploi important du site funéraire (Figure 187).



Figure 187 : Hypogée des Dunes, vue extérieure et intérieure. De nombreux sarcophages de la nécropole sont excavés et exposés dans le jardin (à gauche). A l'intérieur, de nombreux sarcophage ont été rajoutés au cours des siècles, et réemployés.

Le site est donc un site antique présentant une importante décoration chrétienne (évangélistes, archanges, crucifix, ...) postérieure à sa création initiale, réutilisant le matériel et les décors primitifs (Figure 189). Compte tenu de l'importance des vestiges restants, plusieurs conservateurs européens ont émis l'hypothèse que cette chapelle renfermait initialement "une imposante crucifixion de 1,50m de hauteur, dont le socle serait la pierre ornée de deux larrons" (Elbern, 1986). Il s'agirait donc de la plus ancienne représentation de la Crucifixion du Christ connue en Europe, et un témoin inévitable de la christianisation des sépultures antiques.

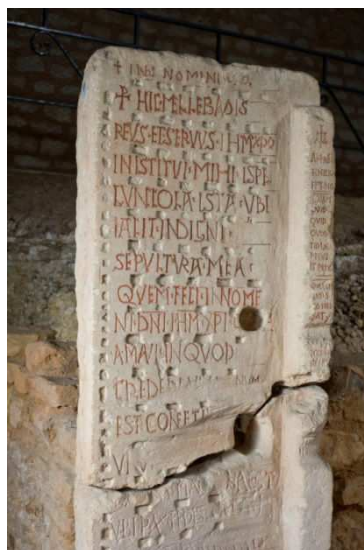


Figure 188 : battant intérieur de la porte, portant le nom "Mellebadis" en latin



Figure 189 : exemple de réemploi : marches d'accès aux motifs celtiques

12.1.2 La création du Parc à fourrage : découverte du site et protection

Lorsque le commandant Rothmann commence en 1878 les travaux pour un parc à fourrage, il découvre les tombes romaines précédemment évoquées (Rothmann, 1879). La théorie de grande nécropole est alors émise, et le Père de La Croix, archéologue, fouille les environs et découvre en 1879 l'hypogée, dont il devient propriétaire pour en assurer la conservation. Il publie *l'Hypogée Martyrium de Poitiers* en 1883, qui suscite un intérêt international. Afin d'assurer sa conservation, l'hypogée est remblayé en 1886 et classé au titre des Monuments Historiques (Père de la Croix, 1933).

12.1.3 Le XXe siècle : une renaissance du site

En 1906, le site intéresse toujours les scientifiques, les historiens et le public. Il est alors décidé de construire au dessus de l'hypogée un bâtiment de type gallo-romain, dénommé le "bâtiment Formigé" du nom de son architecte, destiné à protéger le site des intempéries et des conditions extérieures (Figure 187a). D'autres parties du site sont renforcées par du ciment Portland. L'hypogée est inauguré en 1909. Cependant, cette mise à jour et la fréquentation du site nuisent à la conservation. Sels, algues et champignons se développent, altérant fortement les vestiges (Oriol & Mertz, 2002). Le 5 octobre 1998, un arrêté municipal ferme l'hypogée par mesure conservatoire. Des études scientifiques commencent dès lors, afin de diagnostiquer les meilleures solutions de conservation.

12.1.4 Etudes et conclusions du XXIe siècle

Depuis 2001, de nombreuses opérations de conservations ont été appliquées, notamment par le Centre d'Etudes des Peintures Murales (CNRS) de Soissons. Outre des opérations de désinfection des microorganismes (algues, lichens, champignons, ...), il a effectué des consolidations temporaires (facings), remplacées en 2005 par des coulis hydrauliques (PLM A), sur les sept endroits les plus sensibles (CEPMR, CNRS, 2005). L'autel et les sarcophages ont pendant un temps été isolés par des caissons de protection. Le sarcophage de l'arcosolium est toujours dans un état critique. Sa dépose est aujourd'hui à l'étude.

Afin de rendre les vestiges moins sensibles aux variations climatiques extérieures qui favorisent la prolifération des microorganismes et les cycles de dissolution-cristallisation des sels solubles (Oriol & Mertz, 2002), il a été décidé de rendre le bâtiment Formigé le plus étanche possible. La toiture a été refaite, des chéneaux et des canalisations souterraines ont été mis en place et les fenêtres obstruées afin de limiter l'apport lumineux propice à la photosynthèse des algues et des lichens. De plus, la réouverture au public longtemps envisagée, est aujourd'hui effective après la création du sas d'entrée, limitant ainsi les échanges avec l'extérieur.

Concernant les sels, ils sont variés et d'origine diverses. Certains cristallisant à une humidité relative proche de 98%, il faudrait pouvoir maintenir une hygrométrie supérieure à cette valeur pour éviter tout dommage lié à la croissance cristalline. D'autre part, l'origine des sels est multiple et complexe. Certains sont caractéristiques des milieux organiques décomposés et enfouis (nitrate, sulfate) tandis que d'autres sont clairement d'origine anthropique. C'est le cas des reprises de restauration faites au début du siècle par Formigé, qui utilisa des liants hydrauliques (béton de ciment Portland) naturellement chargés en sulfates de calcium (ERM, 2002).

12.2 Compréhension du site et de son évolution

12.2.1 Evolution du site entre 2011 et 2013

12.2.1.1 Suivis photographiques

En 2011 et 2013, deux campagnes photographiques complètes, comprenant plus de 200 photographies, ont été menées par Christian Vignaud, photographe des musées de Poitiers. Ces deux campagnes permettent de déterminer l'évolution des dégradations visibles durant ces deux années.

La comparaison de ces deux séries de photographies mène aux observations suivantes :

- arcosolium : un fragment du sarcophage, de plusieurs centimètres cubes est manquant. Un autre bloc situé à proximité, qui était déjà faiblement désolidarisé en 2011, est désormais complètement indépendant.
- marche sculptée : la marche sculptée présente de nombreuses fissures déjà visibles sur les clichés de 2011. Un bloc décimétrique avait été resolidarisé avec un joint au mortier avant 2011 (Figure 190). Ce joint n'existe plus aujourd'hui, et le bloc montre de nombreuses fractures qui ne présentait en 2011 que des fissures naissantes;
- autel : Bien que son état général soit fragile, l'autel n'a pas connu de dégradation durant les deux années;
- murs : pas d'évolution observable;
- porte : la porte n'a pas connu de dégradation, la plupart des fissures ont été comblées et consolidées par la campagne de restauration;
- escalier : pas d'évolution observable.

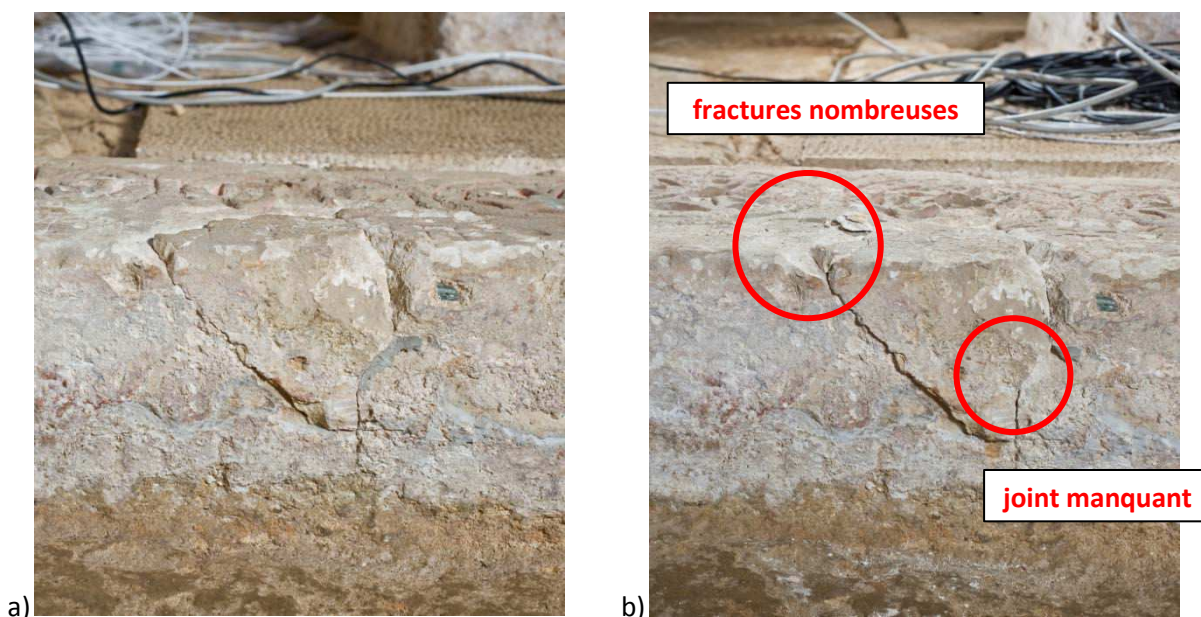


Figure 190 : dégradation principale de la marche centrale. a) 2011, b) 2013

12.2.1.2 Campagnes biométriques

Deux évaluations de l'aéro-bio-contamination ont été réalisées par le Laboratoire de Recherche des Monuments Historiques. Sept points distincts ont été prélevés, chacun d'eux représentant un échantillon de 50 litres d'air, à l'aide d'un appareil S.A.S (Surface Air System), permettant de capter des germes biologiques dans l'air afin de les mettre en incubation pour les dénombrer.

Les résultats montrent un niveau de contamination fongique moyen relativement stable sur les deux années (Figure 191) : 660 UFC.m^{-3} en 2011 contre 560 UFC.m^{-3} en 2013. Cette stabilité apparente cache en 2013 de gros écarts : les trois premiers points ne présentent que 200 UFC.m^{-3} (contre 800 UFC.m^{-3} en 2011) et un pic à 1700 UFC.m^{-3} au niveau de l'arcosolium (contre 600 UFC.m^{-3} en 2011). En 2013 des colonies de champignons (*Penicillium sp.*) ont également été observées et identifiées près du sas d'entrée, preuve d'une activité fongique non négligeable, nécessitant un traitement à l'aide d'un biocide et une meilleure aération (Bousta & François, 2013). De plus, les mesures d'activité bactérienne montrent une nette augmentation entre 2011 et 2013 : les bactéries n'ont pas été détectées en 2011, alors qu'on a pu mesurer une moyenne de 60 UFC.m^{-3} en 2013 sur les 7 échantillons.

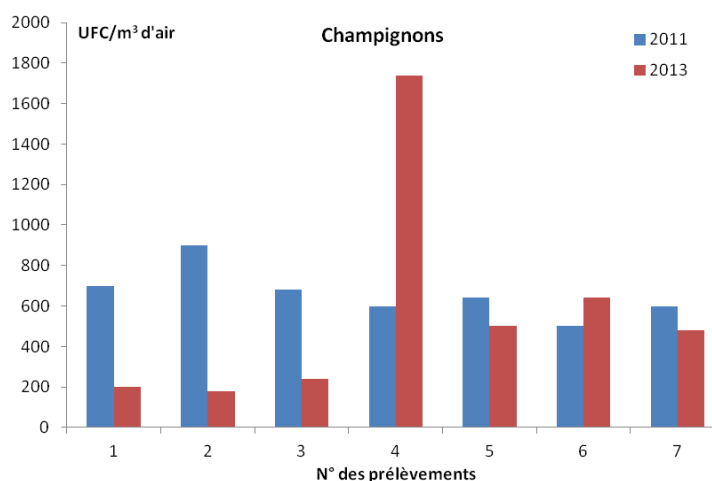


Figure 191 : taux de champignon dans l'air exprimé en unité formant colonie par m^3 d'air, d'après F. Bousta

12.2.2 Géophysique des abords

12.2.2.1 Principe de la tomographie électrique

Les parties originelles de l'hypogée étant enterrées, la caractérisation des abords est nécessaire pour mettre en évidence de sources d'humidité. C'est la raison pour laquelle des travaux ont été menés en 2000 pour dévier les eaux pluviales (gouttières et drainage). Les piézomètres existants, profonds d'un mètre, ne permettent pas d'observer un quelconque niveau d'eau. Le sol principalement calcaire et la position dominante du site sur une colline par rapport au cours d'eau Clain situé à 35 mètres en contrebas en moins d'un kilomètre, rendent impossible l'existence d'une nappe qui pourrait atteindre l'hypogée. Néanmoins, la présence locale de lits argileux imperméables capables de stocker une partie des eaux pluviales pour les drainer vers l'Hypogée, reste possible. Plusieurs méthodes géophysiques permettent d'identifier les matériaux du sol de manière non destructive et peuvent donc être pertinentes pour vérifier cette hypothèse. La méthode mise en œuvre sur le site est la tomographie électrique qui est basée sur les résistivités électriques des différents constituants du sol. La résistivité ρ_s du sol suit la loi d'Archie :

$$\rho_s = \alpha \cdot \rho_w \cdot \varepsilon^{-m} \cdot S^{-n} \quad (68)$$

avec α , m et n des constantes caractéristiques du matériau, ρ_w la résistivité de l'eau dans le matériau, ε la porosité et S l'indice de saturation.

Le principe de la tomographie est d'injecter un courant électrique dans le sol par deux électrodes A et B et de mesurer la différence de potentiel induite entre une autre paire d'électrodes M et N. Divers dispositifs existent, permettant de jouer sur les positions et les différences d'écart entre les différentes électrodes : Wenner, Wenner-Schlumberger, dipôle-dipôle (Figure 192).

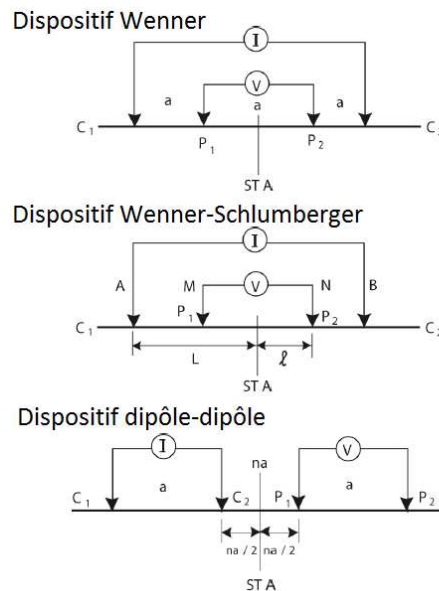


Figure 192: schéma électrique des principaux dispositifs utilisés en tomographie électrique

En utilisant un dispositif à 4 électrodes toujours centré sur le même point avec des écartements de plus en plus grands entre les électrodes on obtient classiquement un sondage électrique (Wenner-Schlumberger). En faisant varier l'écartement entre les électrodes, puis en déplaçant le système latéralement, on obtient une section de résistivité. Les profils de résistivités mesurées peuvent être transformés en pseudo-section 2D de résistivité par méthode d'inversion puis par interpolation grâce au logiciel RES2DINV® (cf. figure 193).

Pour plus de facilité et de précision, un grand nombre d'électrodes a été installé (jusqu'à 48, en fonction de l'espace disponible et de la zone ciblée) selon une même direction. Un boîtier électronique IRIS Instruments®, programmable par le logiciel Electre II®, sélectionne une combinaison de 4 électrodes et effectue une mesure. Il sélectionne ensuite une autre combinaison, et ainsi de suite, jusqu'à l'obtention de toutes les mesurées désirées. On obtient *in fine* une succession de mesures de résistivités apparentes chacune associée à un couple de coordonnées (x, y) avec y une profondeur apparente (cf. figure 193).

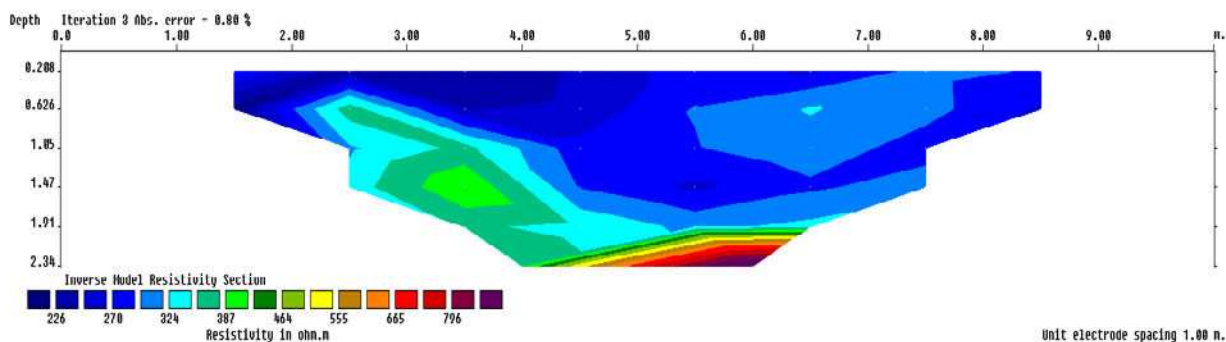


figure 193 : exemple de pseudo-section de résistivité

Cette technique offre de nombreuses possibilités. Il a été nécessaire de faire un certain nombre de choix pour l'utiliser de manière optimale aux abords de l'hypogée. La méthode retenue est la méthode dite "dipôle-dipôle". Elle permet une mise en évidence accrue des structures verticales, une prospection plus profonde et un nombre important de points d'acquisition (Tableau 32). La profondeur intéressante correspond à celle de l'hypogée lui-même. Une profondeur d'investigation de deux mètres est donc suffisante. De plus, l'espacement des électrodes est un compromis entre la précision et la rapidité d'acquisition (nombre de mesures) : un espacement de un mètre entre deux électrodes permet de couvrir la zone entourant l'hypogée en une journée de travail. Cet espacement entraîne une absence d'information sur les vingt premiers centimètres, où le sol pédologique prédomine. Deux campagnes ont été menées, l'une hivernale, l'autre estivale, les choix des dates étant principalement dictés par les conditions météorologiques. En hiver, il est en effet important d'avoir des températures suffisantes pour ne pas être en présence de gel. La campagne d'été a quant elle, été effectuée à la mi-mai, après 10 jours sans précipitation (moins de 10 mm cumulés/jour), pour une température moyenne de 17.5°C et une hygrométrie moyenne de 60% (jours et nuits confondus). Cette campagne est intervenue après le second mois d'Avril le plus chaud jamais enregistré à Poitiers (source : Météo France).

Méthode	Wenner	Dipôle-dipôle	Schlumberger
Reconstitution verticale de la structure	++	-	+
Reconstitution horizontale de la structure	-	++	+
Profondeur d'investigation	-	++	+
Nombre de points d'acquisition	-	++ (si n grand)	+
Puissance du signal	++	-(si n grand)	+
Couverture horizontale	-	++	+

Tableau 32 : Avantages des différents dispositifs géo-électriques (d'après (Loke, 2011)).

12.2.2.2 Résultats et Discussion

Une reconstitution 3D a été effectuée à partir des pseudo-sections de résistivité en utilisant le logiciel Voxler®. Les résultats complets sont représentés par un bloc 3D pour chaque campagne, avec un code couleur permettant d'identifier les valeurs de résistivité. Pour plus de clarté, seule une surface d'iso-résistivité (surface sur laquelle tous les points ont la même résistivité) est présentée par campagne. Deux exemples de surfaces iso-résistives sont représentées sur les figure 194 (campagne hivernale) et Figure 195 (campagne estivale). Tous les profils de résistivité et les blocs 3D mettent en évidence une diminution générale des résistivités de la surface vers la profondeur, évolution à mettre en relation avec la perte de puissance du signal. D'une manière générale, les résistivités sont plus faibles en saison humide (hiver), ce qui est dû à la teneur en eau importante du sol.

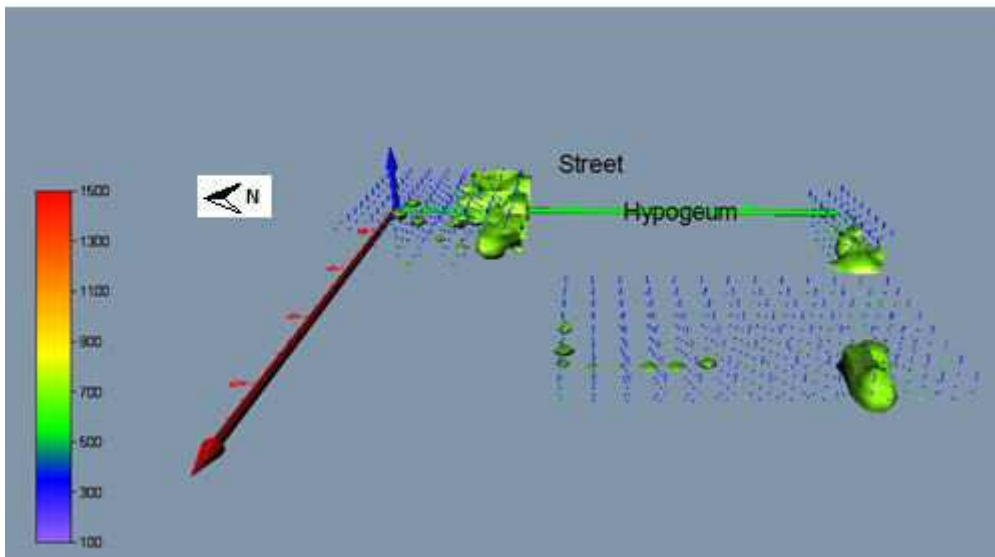


figure 194 : Surface d'iso-résistivité, saison humide. $\rho=700 \Omega.m$

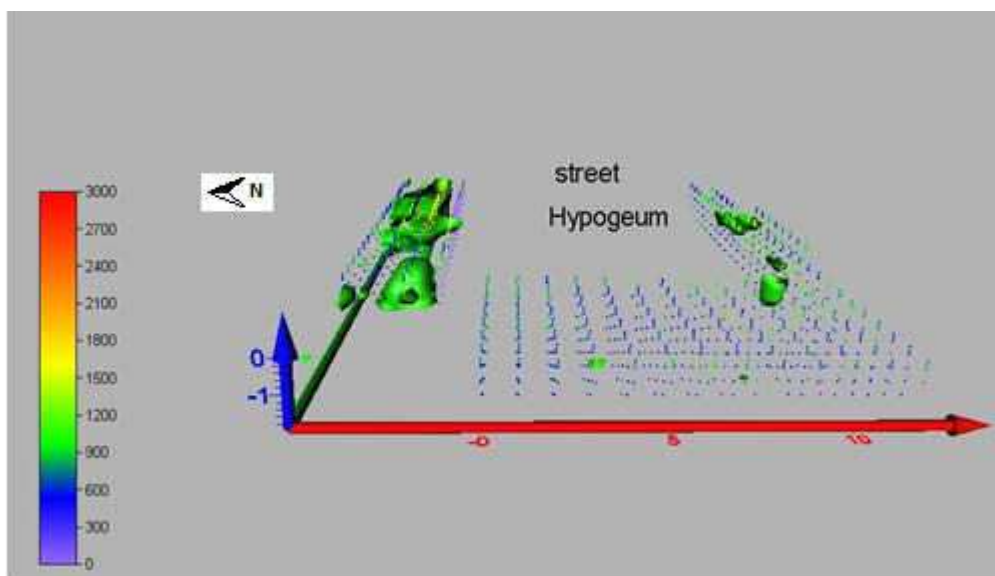


Figure 195 : Surface d'iso-résistivité, saison sèche. $\rho=1000 \Omega.m$

Sur l'ensemble de la parcelle le côté Nord de l'hypogée est remarquable par ses fortes résistivités (figure 194, Figure 195). Les résistivités mesurées dans les sols et les roches sont gouvernées par la porosité, l'indice de saturation, la salinité du fluide et la nature (texture et minéralogie) du matériau

(Archie, 1942). Dans le cas d'un sous sol calcaire, les résistivités vont être largement influencées par "l'argilisation" de surface. Sur le site de l'Hypogée, l'argilisation de surface est très limitée : les prélèvements montrent un affleurement du massif calcaire dès la première dizaine de centimètres. Cependant, le calcaire est lui même très fracturé et se débite en plaquettes, ces dernières étant cimentées par une matrice argileuse.

Les différences de résistivité entre les deux campagnes montrent l'incidence importante de la teneur en eau du sol sur ce type de mesure. Les fortes résistivités mesurées côté Nord sont intéressantes et plusieurs hypothèses peuvent être formulées pour expliquer ces valeurs :

- mur béton : selon les Musées de Poitiers et la DRAC –Poitou-Charentes, un « mur coupe-racine » est d'au moins 1 m de profondeur a été implanté dans cette zone. Malheureusement, aucun document ne le localise, ce qui ne nous permet pas d'établir un lien direct entre ce fait et l'anomalie. Cependant, le béton est très résistif et pourrait justifier la géométrie rectiligne de l'anomalie ;
- sol humifère : cette zone est particulièrement riche en végétation, ce qui pourrait influencer la résistivité du sol ;
- Eau : la dernière hypothèse serait une différence d'humidité due à un effet drainage le long du mur en béton.

12.2.3 Observations de zones sensibles par thermographie infrarouge

Une campagne de mesures thermiques par infrarouge a été effectuée le 08 Février 2011 avec l'aimable participation de J.C. Dupré, de F. Hesser et de F. Bremand, du département GMSC de l'institut PPRIMME (axe PEM). L'objectif était de visualiser des différences locales de température de la maçonnerie, afin de les relier à des humidités différentes.

La thermographie par infrarouge permet en effet une mesure simultanée de la température d'une multitude de points, théoriquement un par pixel. Chaque pixel correspond à un détecteur photosensible permettant de quantifier le flux de radiations thermiques qu'il reçoit (Joussot, 2010). ce flux dépend de la température de la surface émettrice (ici la maçonnerie), de la température du milieu de transmission (ici l'air), mais aussi de l'émissivité de la surface émettrice. Ce paramètre correspond au rayonnement émis par la surface, et dépend de sa température, de la direction du rayonnement et de l'état de la surface (la mesure idéale étant à la perpendiculaire du plan observé).

Dans le cas d'une maçonnerie de calcaire jointe au mortier de chaux naturelle, nous pouvons considérer cette émissivité comme quasi-constante sur la totalité de la maçonnerie (valeurs d'émissivité : béton 0,92-0,95, calcaire 0,95-0,96, mortier à la chaux 0,87-0,94).

La caméra utilisée est de marque FLIR®, modèle ThermaCAM®SC 3000, équipée d'un détecteur de type QWIP (Quantum Well Infrared Photodetector), de taille 320x240 pixels. Cette campagne a été combinée avec une campagne photographique de Christian Vignaud, photographe des Musées de Poitiers, et concerne les deux parties de la maçonnerie les plus sensibles : l'arcosolium sur le mur Nord, et le côté Sud de la façade Est, derrière l'autel.

12.2.3.1 Arcosolium

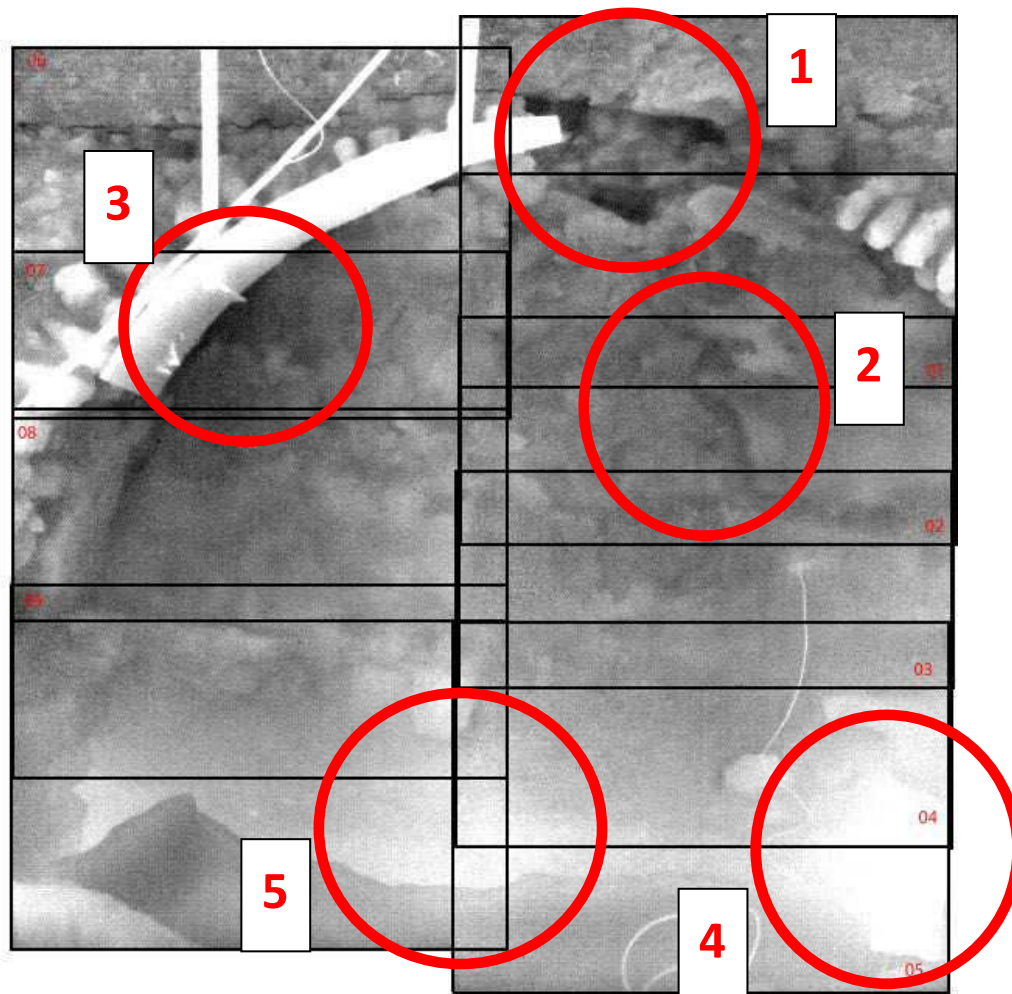


Figure 196 : Montage des différents clichés en infrarouge : vue de l'arcosolium

La vue « thermique » d'ensemble de l'arcosolium met en évidence de forts contrastes élevés (Figure 196). Cinq zones, numérotées de 1 à 5, sont caractérisées par des anomalies (positives ou négatives) importantes. Les zones 1, 2 et 3 montrent des anomalies négatives (taches sombres). Les zones 4 et 5 montrent des anomalies positives (blanches).

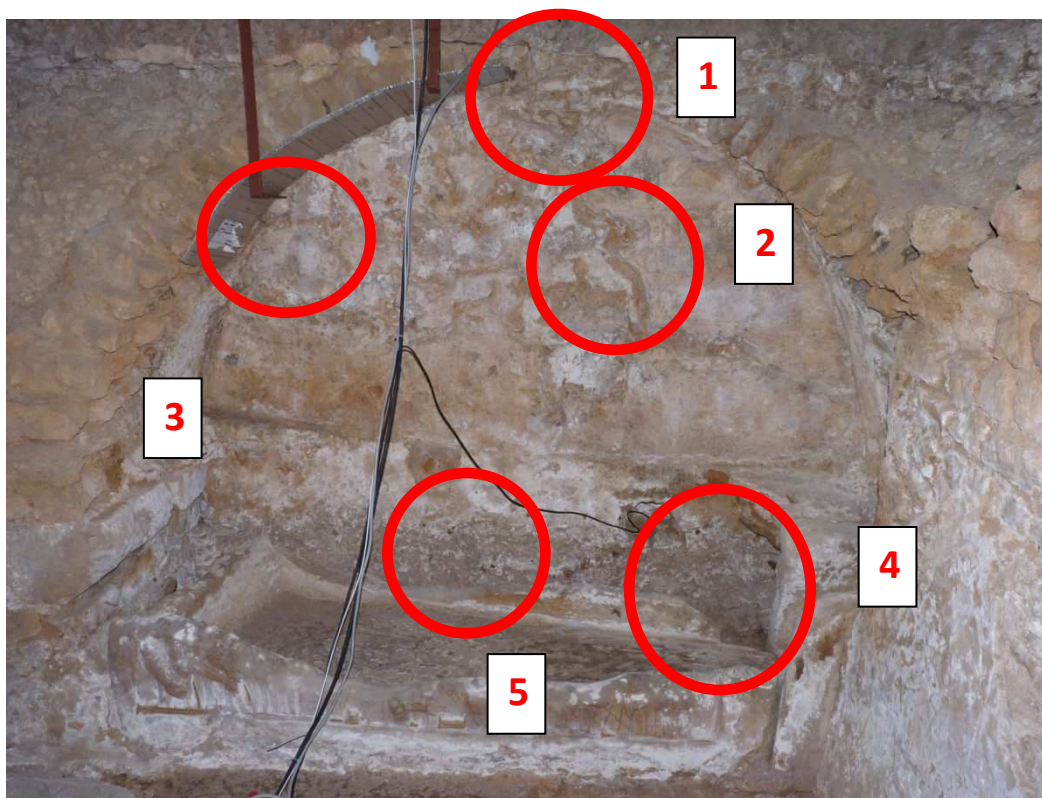


Figure 197 : photographie de l'arcosolium, vue globale. Les zones 1 à 5 sont celles présentant les plus fortes anomalies en thermométrie Infrarouge.

Zone 1

Pour plus de visibilité de la Figure 198, les trois zones les plus sombres sont entourées de rouge. L'important moellon en clef de voûte est entouré d'orange. Après comparaison avec la photographie en lumière réelle (Figure 198), on remarque que les deux zones sombres des photographies en infrarouge (Figure 199) sont des renforcements dans la maçonnerie sous le béton de surface. La plus basse s'imprime également en négatif, juste au dessus d'un ensemble de moellons apparents semblant solidaires entre eux, et formant un L (souligné en bleu).

Les températures de ces trois zones sombres sont plus froides. Plusieurs hypothèses peuvent être retenues :

- Leur environnement proche les isole thermiquement ou les refroidit, le béton pour les deux zones supérieures, la maçonnerie solidaire pour la zone inférieure;
- L'humidité de ces zones est plus importante que les avoisinants;
- Leur enfoncement les isole des courants d'air ambiant, qui réchauffe (sèche) les parties affleurantes.
- La surface n'est plus perpendiculaire à l'axe de visée, entraînant des artefacts. Mais dans ce cas de figure, nous ne devrions pas avoir de surfaces si homogènes.

Zone 2

L'image IR permet de visualiser des "écaillés" importantes, et de mettre en évidence des continuités et discontinuités qui n'apparaissent pas à l'œil nu. La "rigole" sub-v verticale au centre de la zone correspond à une anomalie négative en imagerie IR (Figure 198 et Figure 200). Bien qu'il soit difficile d'exclure de possibles différences de température, le renforcement de la rigole est aussi à prendre en compte.

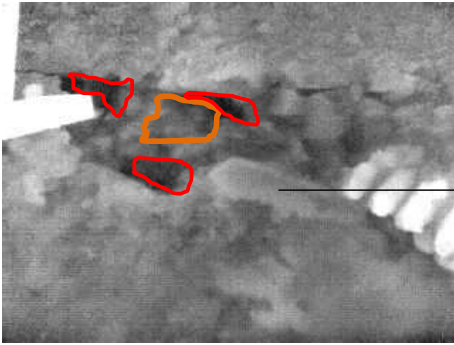


Figure 199 : Détail arcosolium, zone 1

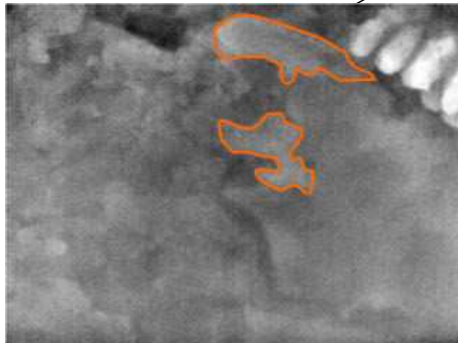


Figure 200 : Détail arcosolium, zone 2



Figure 198 : Détail arcosolium, zones 1 et 2 (partie Est)

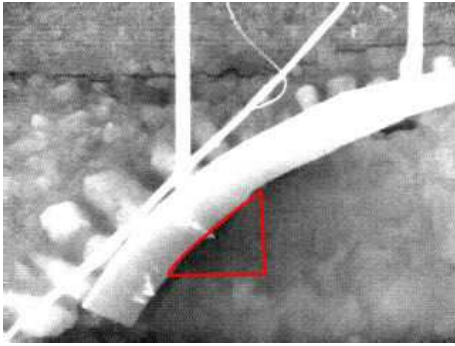


Figure 202 : Zone 3 (1)

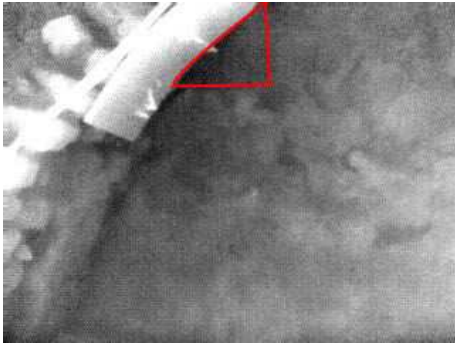


Figure 203 : Zone 3 (2)



Figure 201 : Photographie de l'arcosolium, partie Ouest



Figure 204 : Bas de l'arcosolium, partie Ouest, photographie



Figure 205 : Bas de l'arcosolium, partie Est, photographie

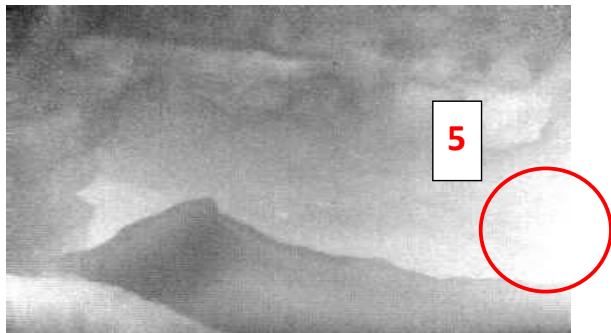


Figure 206 : Bas de l'arcosolium, partie Ouest, vue infrarouge

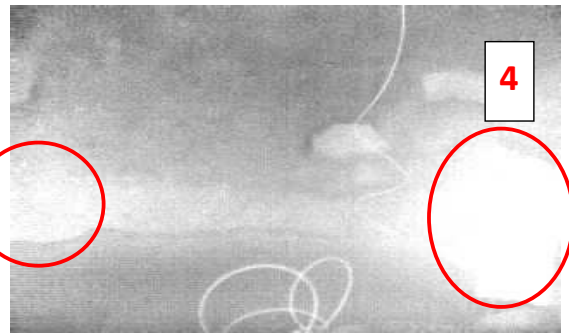


Figure 207 : Bas de l'arcosolium, partie Est, vue infrarouge

Zone 3

La zone sombre (Figure 201, Figure 202 et Figure 203) correspond à un moellon et son liant, qui semble de nature différente (grisâtre). Peut être s'agit-il d'une reprise, ou encore d'une contamination lors de la pose de la dalle ciment. Quoiqu'il en soit, cette différence influence les échanges locaux, notamment en matière de température, qui se traduit par l'anomalie sombre négative.

Zones 4 et 5

Les zones 4 et 5 sont caractérisées par des anomalies claires (positives) localisées en bas de l'arcosolium, au niveau des restes du sarcophage (Figure 204 à Figure 207) Ces zones correspondent à l'influence thermique du sol, plus chaud que l'atmosphère à cette période de l'année (janvier).

12.2.3.2 Mur Est

La seconde zone sensible est la maçonnerie localisée derrière l'autel, côté Sud-Est (Figure 208). Cette maçonnerie est peinte en partie et des traces de polychromie sont encore visibles. La partie sans revêtement correspond à un remontage du XXe siècle (cf. Figure 209).

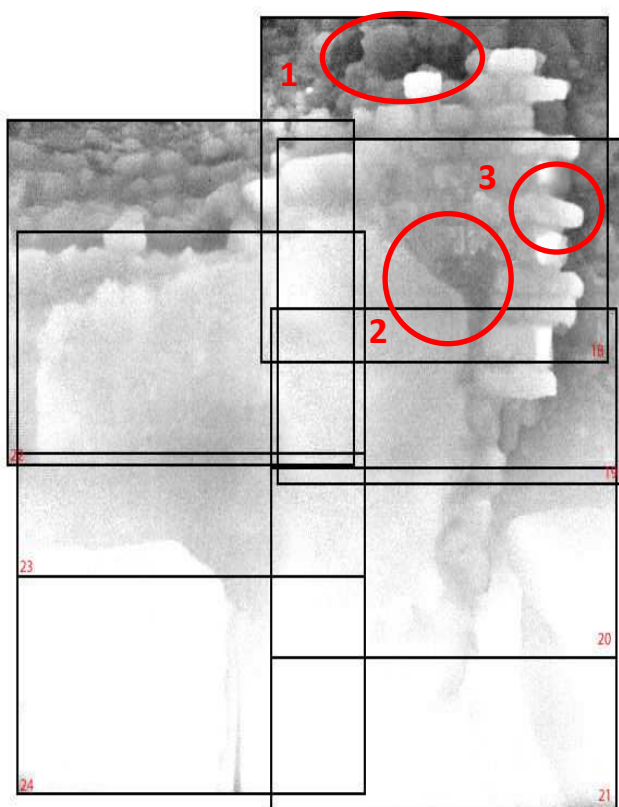


Figure 208 : Mur oriental, photographie dans l'infrarouge



Figure 209 : Mur oriental, photographie dans le visible

En partie supérieure, une zone (cercle 1, Figure 208) apparaît plus froide que la maçonnerie. Elle est en retrait par rapport à la maçonnerie, et comprend principalement le calcaire du sol, dont l'émissivité n'est pas très différente des calcaires du mur. La différence peut être due à la non-perpendicularité du support, à une surface d'échange abritée (pas de courant d'air), ou encore à une humidité plus importante.

La deuxième zone entourée en rouge (cercle 2, Figure 208) qui apparaît plus sombre en photographie infrarouge correspond à une pierre d'origine, contrairement aux moellons à sa droite et au dessus qui ont été montés au XXe siècle. Il est possible que ce moellon soit mal consolidé et plus sensible aux transferts hydriques et thermique (voie de communication préférentielle avec le sol qui se trouve juste derrière).

Si les contrastes entre les matériaux sont bien visibles (enduits, mortiers, pierre), celui-ci ne peut s'expliquer uniquement par des différences d'émissivité : un mortier sec et des roches calcaires présentent des émissivités très proches (0,94 contre 0,95). Toutefois, la présence d'eau dans ces matériaux diminue la valeur de l'émissivité, jusqu'à 0,87 dans le cas des mortiers (de 0,95 à 0,92 pour les bétons) (Académie de Rennes, 2010). Combinée à d'éventuelles évaporations (endothermiques), la présence d'eau contribue donc à donner l'apparence de zones froides sur les maçonneries, et ce de manière diffuse (il n'y a pas de limite franche entre zones humides et zones sèches). Les moellons périphériques (en blanc) pourraient correspondre à des pierres désolidarisées du sol donc avec moins d'apports hydriques, et dans des conditions plus propices à l'évaporation, donc sèches lors de l'étude. L'aspect est également diffus et affecte même la moitié d'un même moellon (zone 3, Figure 208). En conclusion, l'auscultation infrarouge est de nature à mettre en évidence des chemins préférentiels de transferts d'humidité, avec résurgence au sommet de l'arcosolium et dans le mur est. Du côté de l'arcosolium, cette résurgence peut éventuellement être reliée à la dalle béton sus-jacente (0,5m), qui bloquerait les échanges atmosphériques. Pour le mur Est, rien ne permet actuellement de définir l'origine de cette résurgence, qui s'étend sur environ 1,5 m à partir de la dalle béton.

12.3 Mesures microclimatiques

Afin d'évaluer la situation microclimatique de l'hypogée sur de longues périodes, de permettre la modélisation des flux dans le bâtiment et de quantifier les travaux à venir, la DRAC Poitou-Charentes a financé dans le cadre de la thèse une série de capteurs microclimatiques. L'installation s'est déroulée en Février 2011, pour être opérationnelle dès début Mars 2011. L'installation répond à 3 objectifs :

- 1 - suivre l'influence des conditions climatiques extérieures sur les conditions intérieures;
- 2 - comprendre les répartitions de température et d'humidité dans l'hypogée;
- 3 - caractériser l'influence des travaux prévus dans l'enceinte du bâtiment Formigé sur les conditions microclimatiques internes au bâtiment.

12.3.1 Instrumentation

L'instrumentation, après calibration par le fournisseur et tests au laboratoire, a été déployée à l'Hypogée sur deux centrales d'acquisitions :

- une dédiée à un ensemble de capteurs disposés, à l'intérieur du bâtiment. L'ensemble de ces capteurs (9) sont disposés dans un même plan vertical au niveau de l'arcosolium (Figure 210)
- la seconde aux mesures extérieures (station météorologique) et à deux capteurs proches de la porte d'accès à l'intérieur du bâtiment Formigé (figures 27 et 28).

Le plan de mesure vertical est composé de 9 capteurs thermo-hygrométriques Almemo® de type FHAD46 (+/- 0,3K, +/-1,8% d'humidité relative). Le plan de mesure est suspendu uniquement à l'aide de deux anneaux d'ancrage fixés dans les pannes sablières. Ces deux anneaux d'ancrage dans les poutres sont les deux seuls éléments invasifs de l'instrumentation. Le plan vertical des 9 capteurs est complété par un thermohygromètre placé dans une cavité de l'arcosolium (visible sur la Figure 205). La station d'acquisition est disposée sur une dalle du XX^{ème} siècle, ne présentant aucun intérêt historique. L'enregistrement a été continu à partir du 11/02/2011 jusqu'au 15/06/2011, lorsque le système fut démonté durant la phase travaux de démontage de la dalle béton périphérique. L'enregistrement a repris le 10/11/2011 et est resté continu jusqu'au 13/05/2013.



Figure 210 : Panneau central. Les câbles ne touchent aucune maçonnerie historique. Ce panneau est composé de 9 thermo hygromètres (M₀ à M₈).

La seconde station d'acquisition est installée sur le tableau électrique, à gauche de la porte d'entrée. Elle enregistre les données de la station météorologique Vaissala® de type WXT520 implantée dans le parc, à une dizaine de mètres en face de la porte d'entrée (figure 211), ainsi que celles de deux thermo-hygromètres disposés près de la porte d'accès (figure 212): le premier est situé à un mètre au dessus du niveau du sol, et le second au dessus, au niveau de la clé de voûte des pierres de parement. Lors de la construction du sas d'accès, ce capteur s'est retrouvé à l'extérieur du sas. L'enregistrement a été continu à partir du 11/02/2011 jusqu'au 15/06/2010 lorsque le système fut démonté durant la phase travaux, puis l'enregistrement a repris le 10/11/2011. Un accident est intervenu le 04/05/2012 sur la station météorologique (coupure du câble d'alimentation), entraînant

une interruption de l'enregistrement des conditions extérieures jusqu'au 30/01/2013. A partir de cette date l'enregistrement a été continu jusqu'au 18/03/2013. Pour palier l'absence de données extérieures, un capteur de température et d'humidité relié à la station d'acquisition a été mis en place à l'extérieur du bâtiment au niveau de la station météorologique, à 1 mètre du sol, à parti du 18/05/2012. Cependant, ce type de capteur ne jouissant pas de la même protection au rayonnement que la station climatique, les températures enregistrées sont fortement surestimées par rapport aux températures réelles de l'air. De plus, les données d'humidité relative sont faussées par la présence d'eau liquide qui s'est déposée dans l'enceinte de protection du capteur.

	Panneau Centrale	Capteurs Porte	Station Météorologique	Capteur Extérieur
11/02/2011				
15/06/2011				
10/11/2011				
04/05/2012				
30/01/2013				
18/03/2013				
13/05/2013				

Tableau 33 : Périodes d'acquisition des différentes instrumentations (en bleu)



figure 211 : Station météorologique

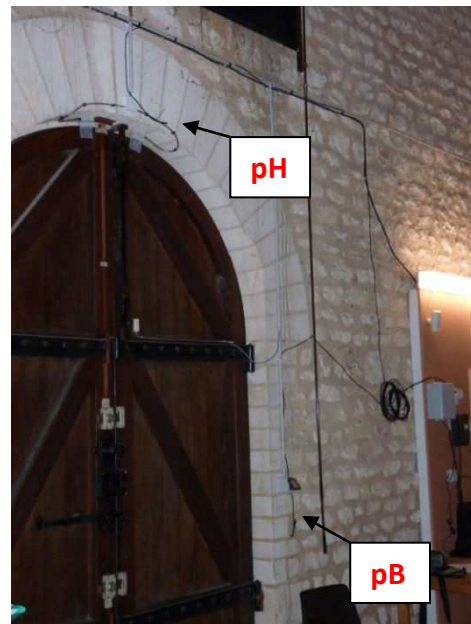


figure 212 : Capteurs de la porte

12.3.2 Résultats

Pluviométrie et rosace des vents

Suite à l'incident sur la station météo (arrachage des câbles de communication), il a été envisagé d'utiliser les données climatiques enregistrées sur le site du Deffend situé à moins de 5 km de l'hypogée. Cependant, une comparaison des données pluviométriques ont montré un écart important en période orageuse (cf. annexe VII), rendant impossible cette éventualité. Il a donc été choisi de ne conserver que les données enregistrées sur le site de l'Hypogée.

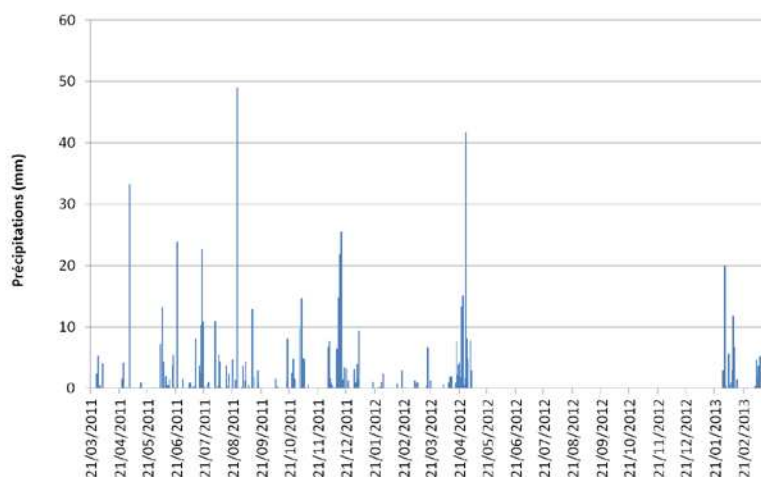


Figure 213 : Exemple de relevé climatique (pluviométrie) par la station Vaissala entre mars 2011 et avril 2012 puis entre janvier 2013 et février 2013 (cumul journalier, mesures toutes les 5 minutes).

Contrairement aux vents dominants globalement enregistrés sur Poitiers (1: SW, 2: NNE, 3: NW-NNW), la direction principale enregistrée à l'hypogée est orientée à 320° (NW-NNW), et la seconde vers 20° (NNE) (Figure 214). Il s'en suit que les pluies battantes sont essentiellement dirigées vers la porte d'accès et vers le mur Nord du bâtiment Formigé.

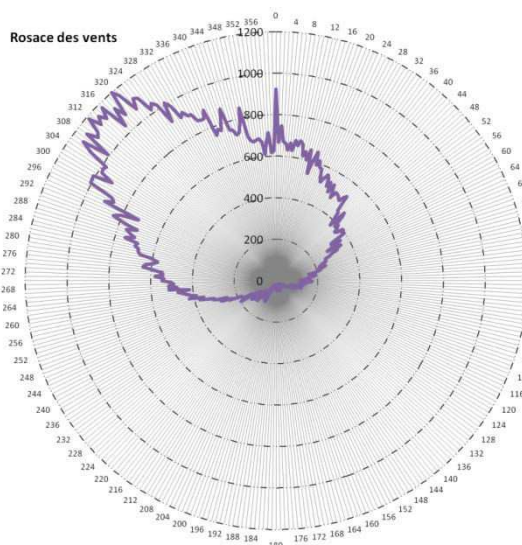


Figure 214 : rosace des vents obtenue sur la totalité du suivi (mesures toutes les 5 minutes). La valeur représente la force des vents enregistrés par degré (0° : Nord, en haut; 180° : Sud, en bas)

Température et Humidité relative de l'air extérieur, et capteurs de la porte

Les enregistrements extérieurs réalisés sur deux ans, avec un pas de temps de 5 minutes, montrent les variations saisonnières mais également les variations journalières. Trois périodes sont finalement représentées sur les courbes t°C/temps : (1, en bleu) la première période correspond aux enregistrements avant l'endommagement de la station météorologique, (2, en rouge) la période où cette station est remplacée par un capteur thermo-hygométrique, et (3, en vert) la période où la station météorologique est de nouveau opérationnelle (Figure 215a et b). De manière générale, les enregistrements montrent des amplitudes journalières importantes à l'extérieur (jusqu'à 20°C et 60 % d'humidité relative).

Nous pouvons remarquer que le thermohygomètre, mis en remplacement de la station météorologique, ne permet pas une bonne approche des conditions climatiques : les températures peuvent être très élevées (jusqu'à 48°C). Ces élévations sont attribuables au rayonnement solaire qui a augmenté la température dans l'enceinte de protection du capteur. De même, l'humidité relative présente des valeurs aberrantes (<20%, voire négative) avant de saturer complètement à l'automne 2012, due à une mauvaise imperméabilité de son enceinte de protection. Nous pouvons également remarquer des températures remarquablement basses pendant l'hiver 2011, inférieures à -10°C à l'extérieur alors associées à des températures inférieures à 0°C à l'intérieur, près de la porte.

Avant travaux, le capteur intérieur situé au niveau de la clé de voûte de la porte (pH) présente des oscillations importantes en température et en humidité relative (Figure 215e et f). Les amplitudes journalières sont néanmoins fortement atténuées par rapport à l'extérieur (<10°C, < 20%HR). Ces oscillations ne sont dues qu'aux variations de température, en effet, l'humidité absolue présente des variations semblables au capteur pB situé à un mètre du sol (Figure 215c et d). Ces variations au niveau du capteur pH montrent une moindre amplitude après travaux. Ceci indique un meilleur confinement de l'espace intérieur : le sas d'entrée empêche l'air chauffé en soirée sur la porte de monter le long de la maçonnerie, et le confine dans le haut de l'atmosphère du sas jusqu'à son refroidissement.

Le capteur bas (pB) a été fortement perturbé par la phase de travaux (Figure 215d). Les premières données post travaux (valeur similaire à pH) correspondent à la période où le capteur n'avait pas été remis correctement en place, car les joints siliconés n'avaient pas encore été posés. A partir de l'installation de ces joints, le capteur pB est remis en place, et présente un signal anormal (très faibles humidité), pouvant être causé par une détérioration du capteur ou par un assèchement provoqué par le silicone. On observe un retour à la normale seulement au printemps 2012, avec des variations semblables à celles observées au capteur pH.

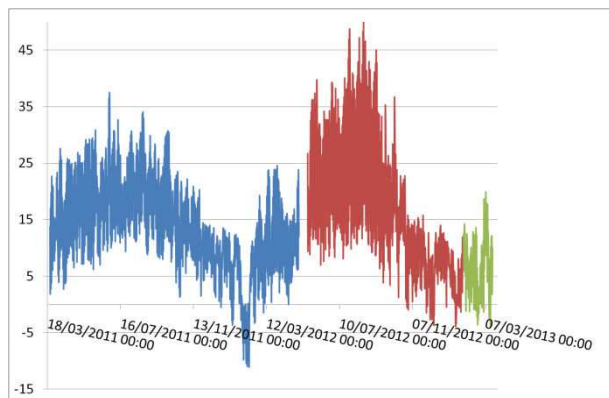


Figure 215a : Température extérieure

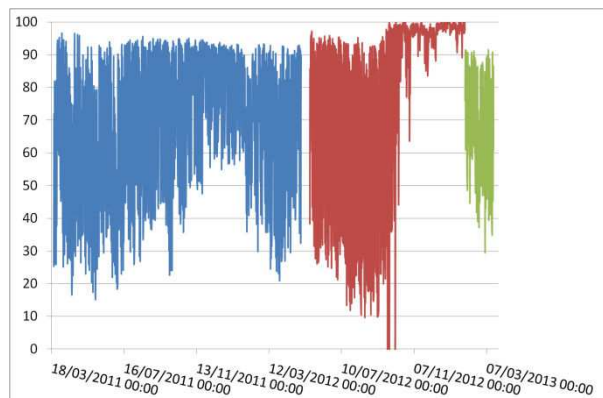


Figure 215b : Humidité Relative extérieure

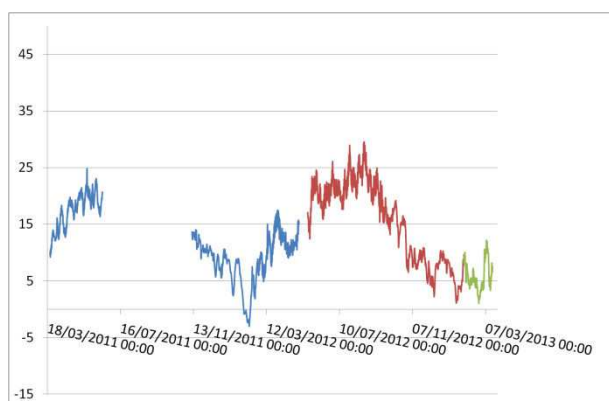


Figure 215c : Température capteur pB

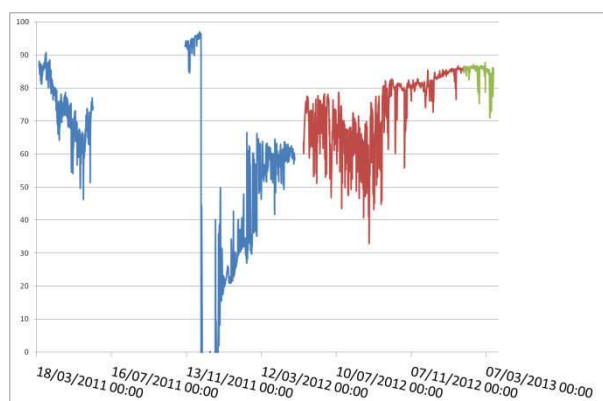


Figure 215d : Humidité relative capteur pB

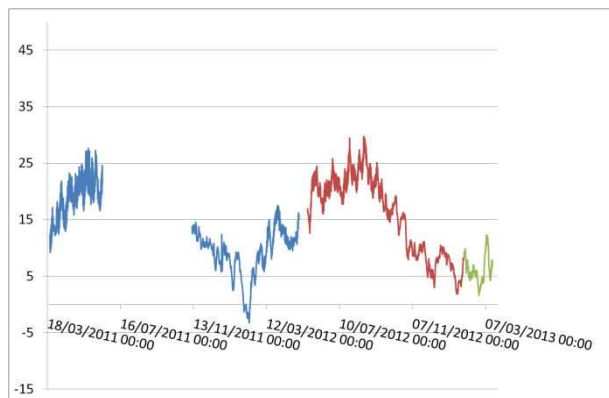


Figure 215e : Température capteur pH

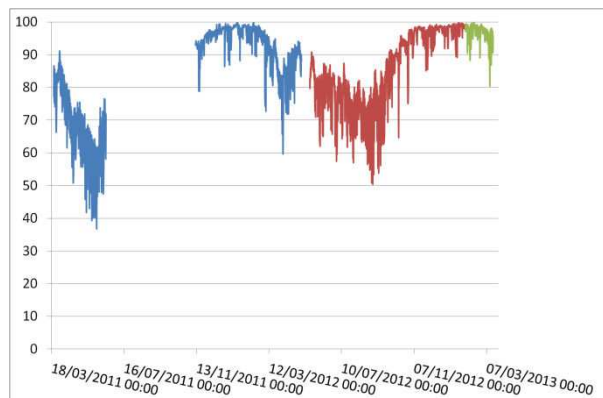


Figure 215f : Humidité relative capteur pH

Figure 215 : Suivi microclimatiques (Températures et Humidités Relatives) des capteurs extérieurs et de l'entrée)

Mesures intérieures dans le plan vertical à l'aplomb de l'arcosolium :

La représentation graphique du suivi des 11 capteurs thermo-hygrométriques sur un même graphe est complexe, d'une part à cause du grand nombre de données, et d'autre part à cause des variations importantes que les différents signaux subissent. Pour représenter les évolutions journalières de ces 11 capteurs thermo-hygrométriques, qui constituent le plan vertical, les enregistrements sont comparés sur des courtes durées (4 jours, soit 1/100 des mesures) pour les trois années, en période estivale (où les gradients sont les plus marqués) et ce suivant 3 profils : un profil vertical (capteurs 0, 1, 2, 6, 8, Ext), et 2 horizontaux, un bas (Ext, T11, 3, 2, 4, 12) et un haut (Ext, 5, 6, 7).

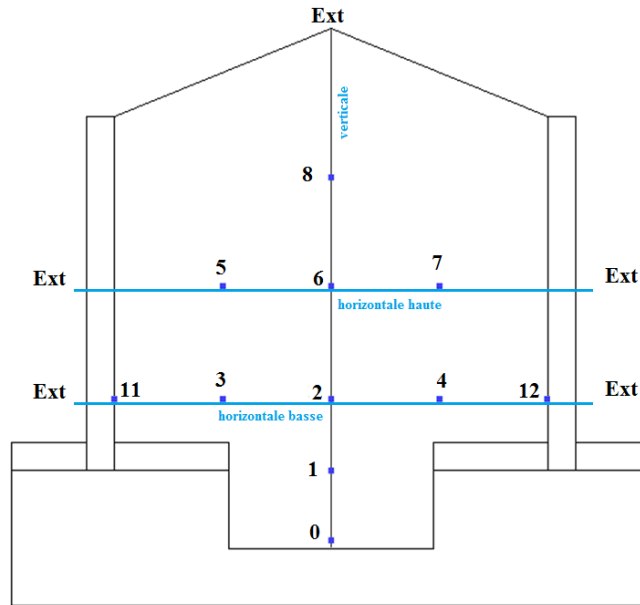


Figure 216 : Représentation schématique des trois profils avec positionnement des capteurs T/HR

En avril 2011, les températures extérieures oscillent entre 10°C et 25°C. A l'intérieur du bâtiment, elles varient entre 16°C et 17°C en partie basse (T0) et entre 18°C et 20°C en partie haute (T8). On observe nettement un gradient de température vertical de 4°C, le point le plus chaud étant au capteur 8. Le capteur 0, plus froid, est représentatif de l'influence de la température du sol et de son inertie thermique (Figure 217a). Un léger décalage dans le temps apparaît entre les augmentations de la température extérieure et les maxima enregistrés du capteur 8 au capteur 0. Le gradient de température est associé à un gradient de décalage temporel montrant l'influence dominante des transferts par la toiture.

Sur le profil horizontal bas, le gradient est pratiquement inexistant (Figure 217c). Seul le capteur mural 12 (mur Sud) présente une température plus élevée de 1 à 2°C, qui est due au rayonnement solaire sur cette paroi de l'hypogée. Le décalage dans le temps du pic de température enregistré par le capteur 12, par rapport à la température extérieure, est voisin de 8-10 h, démontrant l'effet de restitution de chaleur à "long terme" du mur. Ce capteur mural ainsi que le T11 présentent des oscillations moindres que les capteurs atmosphériques et des décalages dans le temps similaires vraisemblablement à cause de l'inertie des parois. Le capteur T11 oscille autour de la température de l'atmosphère de l'hypogée ($\pm 1^\circ\text{C}$) avec le décalage dû à son inertie.

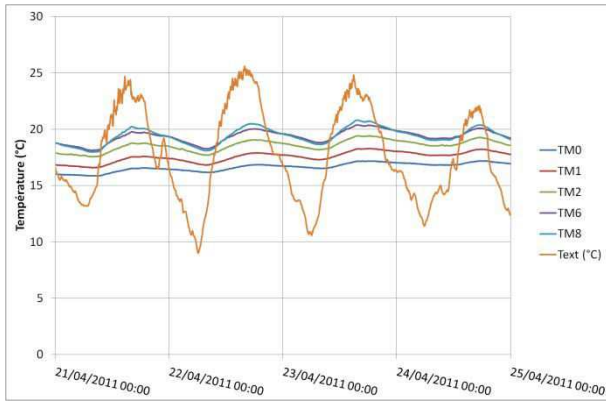


Figure 217a: Température, profil vertical

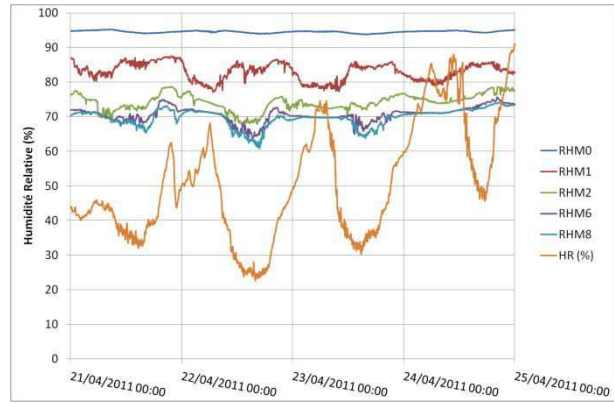


Figure 217b: Humidité relative, profil vertical

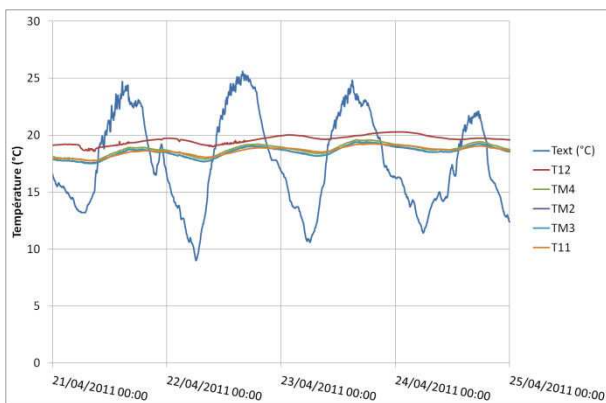


Figure 217c: Température, profil horizontal bas

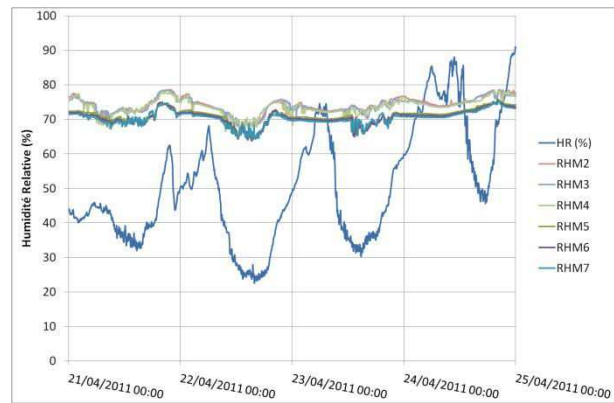


Figure 217e: Humidité relative, profils horizontaux

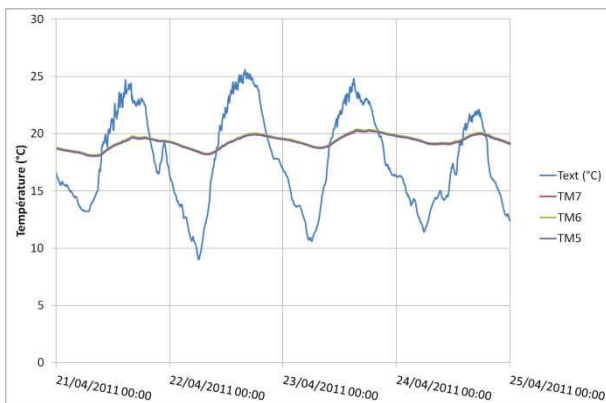


Figure 217d: Température, profil horizontal haut

Figure 217 : Enregistrements microclimatiques du panneau central, semaine du 21/04/2011

Concernant l'humidité, le gradient est aussi vertical : le capteur 0 enregistre des données plafonnées à 95 %, alors que les autres sont plus bas : 85 % environ pour le capteur 1, et environ 70 % pour les autres (Figure 217b). Les variations enregistrées aux capteurs 2, 6 et 8 présentent des amplitudes largement inférieures à l'extérieur mais restent pratiquement synchrones de celles de l'extérieur. Les oscillations du capteur 0, malgré leurs faibles amplitudes autour de 95%, sont néanmoins synchrones avec les capteurs précédemment cités. Celles enregistrées par le capteur 1 sont inversées : aux pics de faibles humidités relatives des autres capteurs correspondent les fortes valeurs d'humidité relative. Cela peut s'expliquer par la mise en circulation d'air grâce aux changements de température : L'air s'échauffe préférentiellement par en haut et par le sud, entraînant un flux convectif plus important en journée. Ces turbulences font remonter de l'humidité aux alentours de 0 vers le haut (1, 2, etc.), chargeant notamment en humidité l'air environnant le capteur 1. Pour les autres capteurs, l'humidité augmente également mais relativement moins que la température. Dans la zone la plus proche du toit, la température est logiquement augmentée et l'humidité relative diminue. En soirée, cet air se refroidit mais ne perd pas son humidité, d'où une augmentation de l'humidité relative. Cette évolution s'apprécie plus aisément en étudiant l'humidité absolue (Figure 218). Horizontalement, il n'existe pas de gradient (cf. Figure 217e).

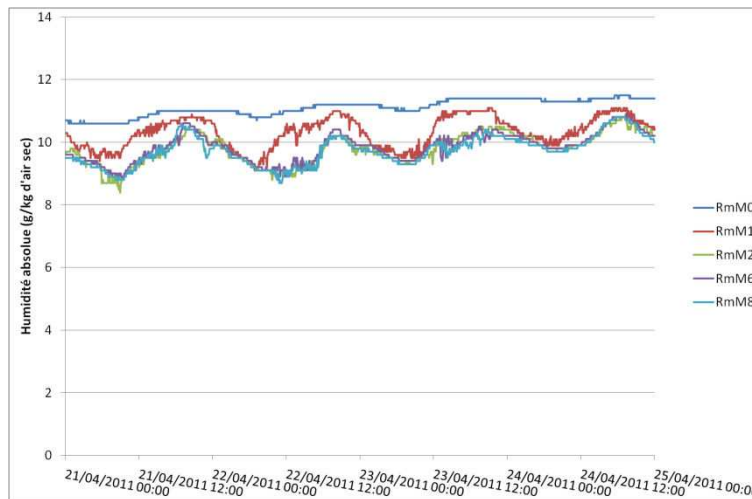


Figure 218 : Enregistrement de l'humidité absolue, année 2011, axe vertical

La période choisie pour analyse du suivi 2012 comprend les premiers jours de beau temps de cette année particulièrement humide. Les températures en début de semaine sont basses pour la saison (entre 9°C et 16°C le premier jour) avant de connaître des cycles caractéristiques de l'été (températures maximales supérieures à 30°C, variations journalières de plus de 15°C). Cette semaine du 21/05/2012 voit en effet le gradient vertical de température s'inverser dans l'hypogée. En 2011, cet inversement de gradient s'était produit plus tôt, avant avril. Si le premier jour (21/05/2012), voit en effet des températures quasi constantes, un léger gradient persiste (de quelques dixièmes de degrés), dû à une température du sol supérieure à celle de l'air (Figure 219a). On remarque que l'inversion commence par le point le plus haut et le réchauffement affecte progressivement les couches sous jacentes, jusqu'à l'inversion du gradient. En quatre jours, la température sous les combles passe de 14,5°C à 19,5°C, alors qu'à proximité du sol on ne gagne que 2°C.

Pour le profil horizontal bas, les variations de températures sont encore beaucoup plus faibles (Figure 219c). Le mur sud (capteur 12) capte le rayonnement du soleil, et en conséquence chauffe rapidement, jusqu'à devenir une source de chaleur dans l'hypogée même la nuit, grâce à son inertie. Le mur nord (capteur 11), présentant la même inertie mais n'étant pas soumis au rayonnement solaire, devient la température froide, créant un gradient horizontal de plus de 1°C. Les températures atmosphériques enregistrées oscillent entre ces deux valeurs de surface, et sont également soumises aux flux de chaleur provenant des couches supérieures. Sur le plan horizontal haut, les trois signaux sont confondus (Figure 219e).

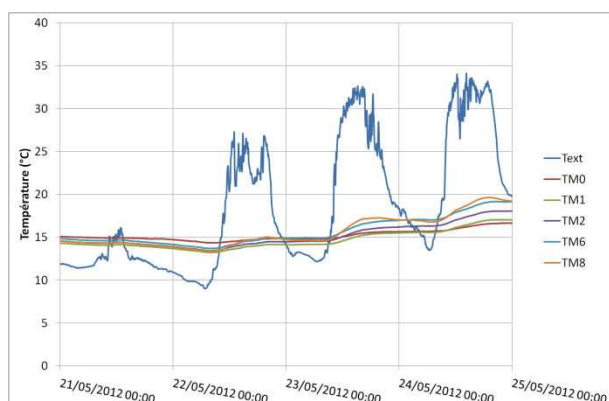


Figure 219a : Température, profil vertical

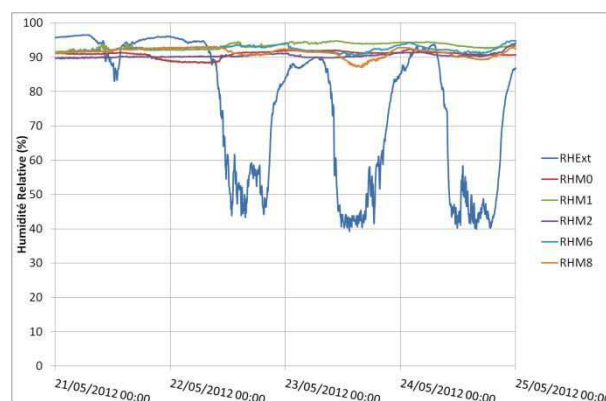


Figure 219b : Humidité relative, profil vertical

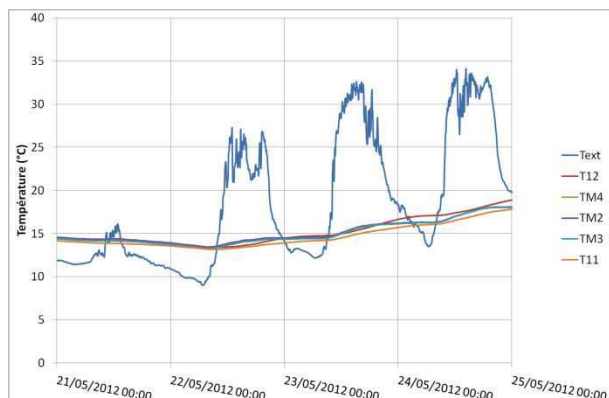


Figure 219c : Température, profil horizontal bas

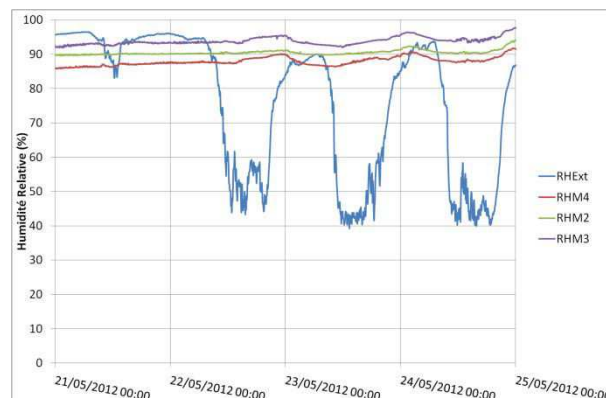


Figure 219d : Humidité relative, profil horizontal bas

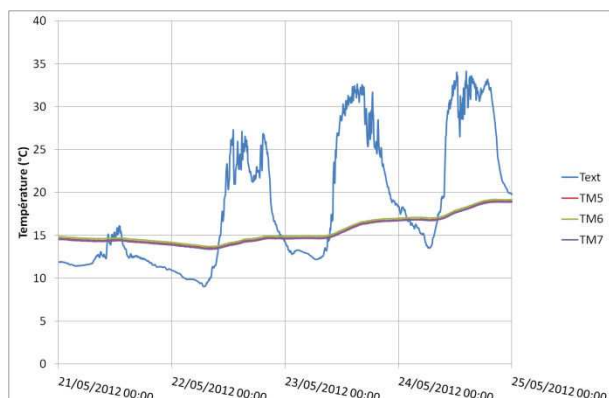


Figure 219e : Température, profil horizontal haut

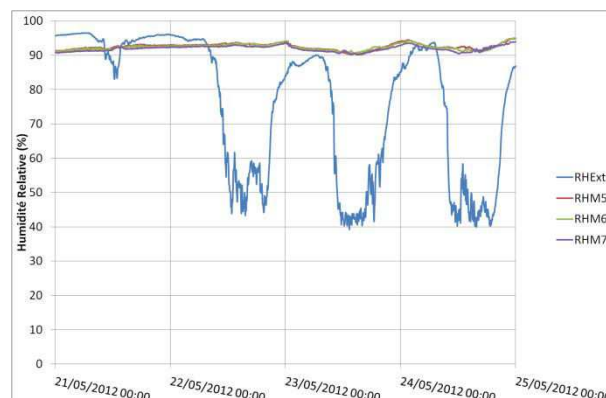


Figure 219f : Humidité relative, profil horizontal haut

Figure 219 : Enregistrements climatiques du panneau central, semaine du 21/05/2012

Par rapport à l'année 2011, les conditions extérieures en 2012 sont très humides, avec des valeurs comprises entre 90% et 100 % pendant les 36 premières heures, et autour de 90% les autres nuits. Les humidités relatives mesurées sur l'ensemble des capteurs à l'intérieur du bâtiment sont très

proches les unes des autres et comprises entre 90% et 100%. Il n'y a pas de gradient vertical significatif. (Figure 219b). Sur le profil horizontal supérieur les trois enregistrements sont identiques (Figure 219f), montrant l'homogénéité des humidités relatives à ce niveau. Cependant, nous pouvons observer un gradient horizontal sur le profil bas, avec une humidité relative à 95% au Nord (capteur 3) contre 85% au Sud (capteur 4; Figure 219d). Le gradient thermique ne suffit pas à expliquer cette différence, et les courbes d'humidité absolue révèlent qu'en réalité, le gradient est à la fois horizontal et vertical (Figure 220 à Figure 221). Cependant, alors qu'en 2011 les valeurs maximales enregistrées étaient proches du sol de l'hypogée, elles sont désormais enregistrées en altitude, et l'hypogée est le moins humide.

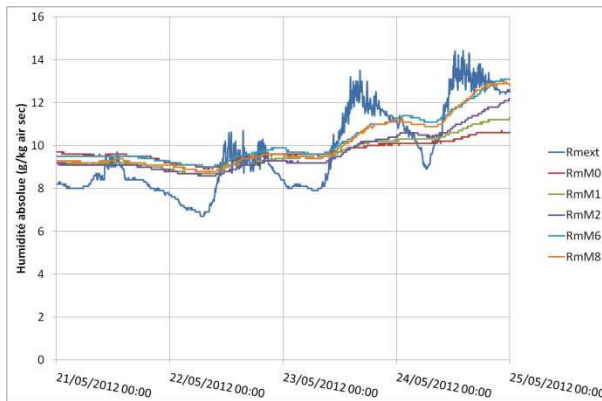


Figure 220 : Humidité absolue, année 2012, axe vertical

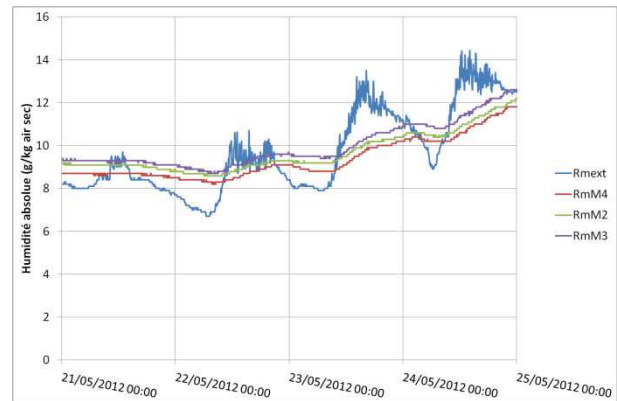


Figure 221 : Humidité absolue, année 2012, horizontal bas

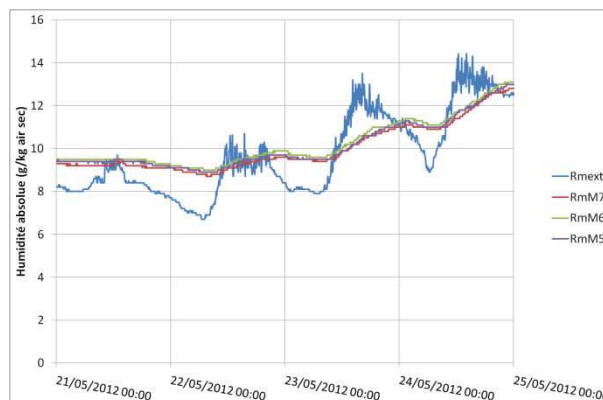


Figure 222 : Humidité absolue, année 2012, horizontal haut

En 2013, la situation est identique, les températures s'installent avec un gradient vertical: les plus froides proche du sol et les plus hautes en hauteur (Figure 223a). Elles sont toutefois perturbées par les conditions encore hivernales dans la période d'étude, avec des températures très peu supérieures à celles du sol. Ainsi, le capteur 0 enregistre des températures légèrement plus chaudes que le capteur 1, surtout en début d'année mais se réchauffe moins vite du fait de l'inertie du sol. Les capteurs 6 et 8 indiquent les températures les plus élevées en accord avec le gradient vertical déjà observé. Les décalages dans le temps des courbes de températures intérieures par rapport aux températures extérieures traduisent la cinétique de réchauffement. En horizontal, il s'établit à nouveau des différences entre les murs Nord et Sud, mais avec un gradient intérieur peu marqué. Le réchauffement par le mur sud (capteur M12) est encore dominant (Figure 223c et Figure 223e).

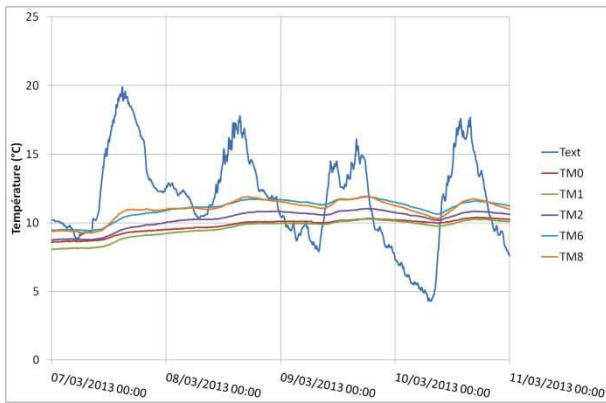


Figure 223a : Température, profil vertical

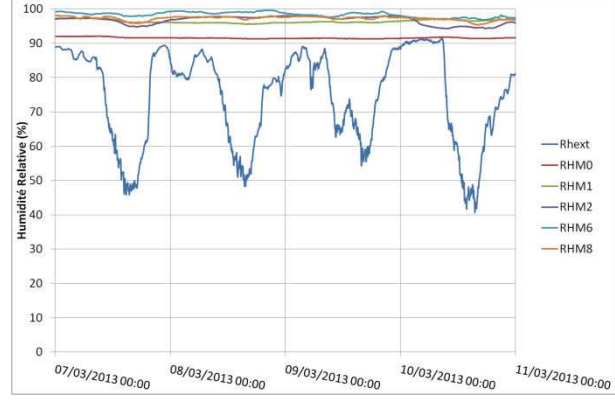


Figure 223b : Humidité relative, profil vertical

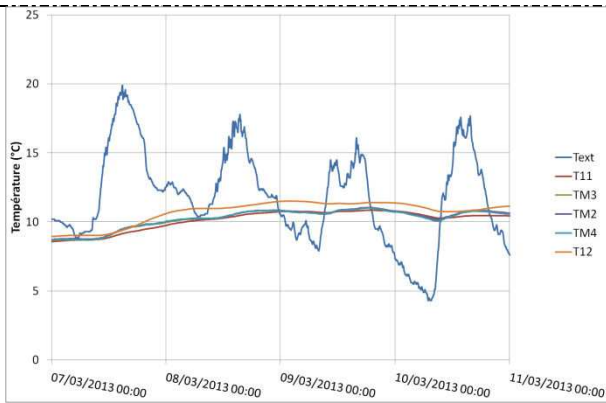


Figure 223c : Température, profil horizontal bas

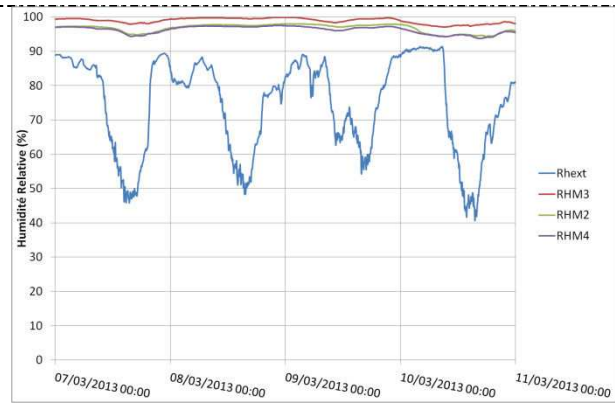


Figure 223d : Humidité relative, profil horizontal bas

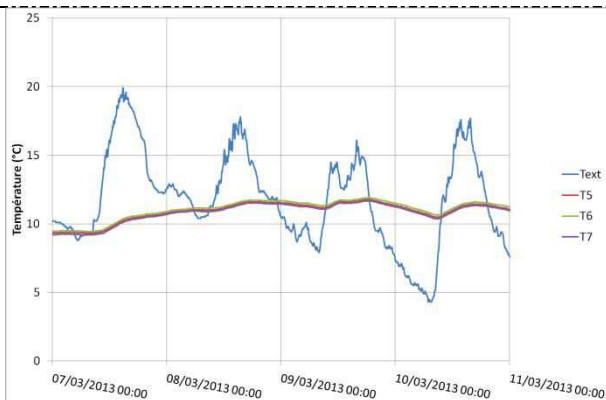


Figure 223e : Température, profil horizontal haut

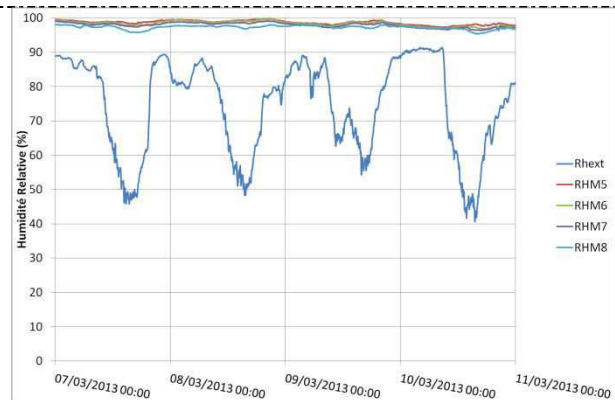


Figure 223f : Humidité relative, profil horizontal haut

Figure 223: Enregistrements climatiques du panneau central, semaine du 07/03/2013

Les conditions microclimatiques sont toujours remarquablement humides, mais le capteur 0 présente la valeur enregistrée la plus faible (92%; Figure 223b). Les données extérieures d'humidité relative sont elles-mêmes élevées, avec une moyenne de 75 %, pourtant en deçà de l'humidité intérieure. La quasi-totalité des capteurs enregistre une humidité supérieure à 95 %, notamment les capteurs 3, 5, 6 et 7 (Figure 223d et f). En zone haute (point 8), l'humidité relative est également forte bien que légèrement plus faible, ce qui laisse supposer que le haut n'est pas l'origine de l'humidité, mais peut être davantage la zone basse au nord (capteur 3).

Les mêmes gradients d'humidité observés en 2012 sont visibles en 2013 : un gradient vertical avec augmentation des humidités vers le haut (Figure 223b), et un gradient horizontal avec augmentation

des humidités vers le Nord (Figure 223d). Les différences en humidité relative sont cependant faibles entre les capteurs 1 et 8, et l'utilisation de l'humidité absolue permet de mettre en évidence un gradient vertical (Figure 224). Elle permet également de visualiser les évolutions journalières : faibles variations journalières au capteur 0 (gouvernées par l'inertie du sol), et augmentation progressive vers le haut, à la fois des humidités absolues mais également des amplitudes journalières (Figure 224). En accord avec ces observations le profil horizontal supérieur (capteurs 5,6 et 7) montre des humidités absolues plus importantes que le plan inférieur (capteurs 2, 3 et 4). Le capteur 3 montre les humidités absolues les plus élevées sur le plan inférieur (Figure 225). Sur le plan supérieur (5 à 8; Figure 226), les humidités absolues sont très proches les unes des autres, néanmoins le capteur central (M6, à l'aplomb de l'hypogée) présente une humidité absolue légèrement plus élevée. En humidité absolue, l'air du profil horizontal bas (figure 225) que celui du profil horizontal haut (figure 226). Cette différence est due uniquement à la température plus basse sur le profil bas, limitant la quantité d'eau pouvant être stockée (capteurs avoisinant les 100% d'humidité relative).

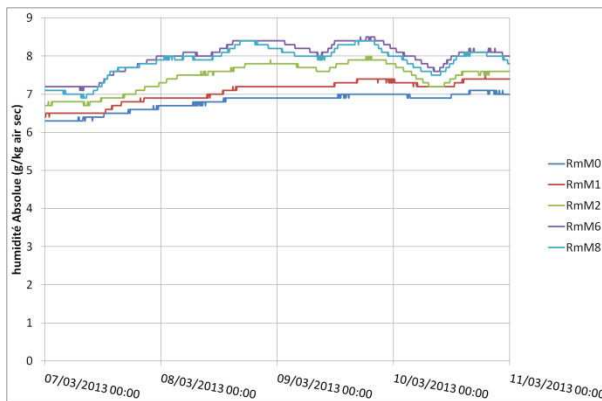


Figure 224 : Humidité absolue, 2013, axe vertical

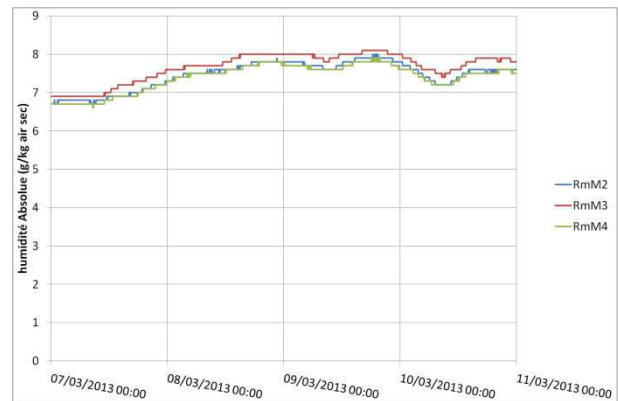


Figure 225 : Humidité absolue, année 2013, horizontal bas

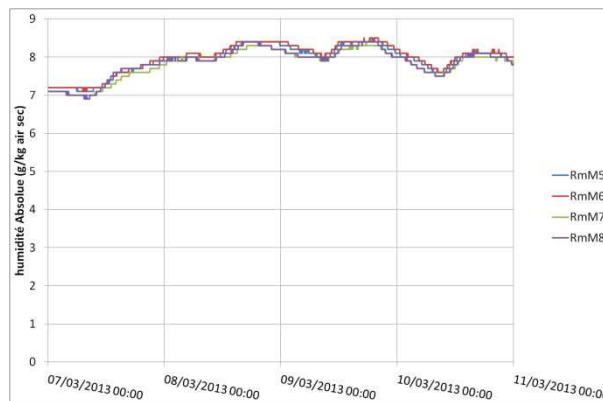


Figure 226 : Humidité absolue, année 2013, horizontal haut

12.3.3 Interprétation des résultats

En 2011, avant la déconstruction de la dalle béton, la zone la plus humide, et de loin, était la plus basse, au niveau de l'hypogée. Le gradient thermique n'expliquait pas à lui seul cette différence puisque les humidités atmosphériques étaient loin d'être saturées. En 2012, puis en 2013, tous les humidimètres sont saturés. Seul le capteur 0, proche de l'hypogée, reste très légèrement inférieur à la saturation, et présente une humidité plus faible qu'en 2011.

En 2011, la dalle béton entourant l'hypogée empêche tout échange sol/air. Lors des travaux effectués à l'été 2011, cette dalle a été enlevée, permettant le séchage du sol sous jacent. Ce séchage a entraîné une forte augmentation de l'humidité dans l'enceinte de l'hypogée qui, arrivée à saturation, a été le siège de condensation, observée notamment sur les vitres du sas et les bâtis métalliques des rambardes de sécurité. La localisation des zones les plus humides amène à penser que l'arrivée principale d'humidité n'est désormais plus l'hypogée médiévale, mais plutôt le flan nord du bâtiment où les capteurs enregistrent en permanence une humidité relative proche des 100%. L'hypogée semble être désormais l'endroit le plus "sec" du site.

L'étude de la température de rosée, T_d , permet également d'aider à la localisation des problèmes d'humidité. Calculée à partir de l'humidité relative et de la température, elle correspond à la température à laquelle l'atmosphère est saturée en eau, et l'eau condense. Par leur proximité spatiale, nous pouvons considérer une humidité absolue égale entre les capteurs 3 et 11 et entre les capteurs 4 et 12, et en conséquent déterminer les conditions favorables à la condensation sur les parois pour les différentes périodes (Figure 227). Du côté Sud, les températures de la paroi sont quasiment toujours supérieures à la température de l'air de l'hypogée, permettant d'éviter toute condensation pour toutes les périodes considérées (Figure 227b, d et f). Du côté Nord, la faible humidité relative de la période de 2011, combinée à des températures élevées, entraîne une absence totale de condensation (Figure 227a). En 2012, cependant, la température de surface T11 est remarquablement proche de la température de rosée, et l'écart se réduit à moins de 0,2°C certaines nuits (Figure 227c). Si cet écart est suffisant pour éviter une condensation de surface *stricto sensu*, il n'exclut pas des condensations endogènes dans les capillaires des matériaux poreux, où les conditions d'humidité, de températures et de pressions diffèrent de la surface. En 2013, l'humidité est telle que la condensation n'est plus seulement capillaire, mais en surface : les températures mesurées par le capteur 11 sont plus faibles que la température de rosée toutes les nuits, et ne sont parfois que suffisamment élevées pour éviter cette condensation que quelques heures dans la journée (exemple du 09/03/2013, Figure 227c).

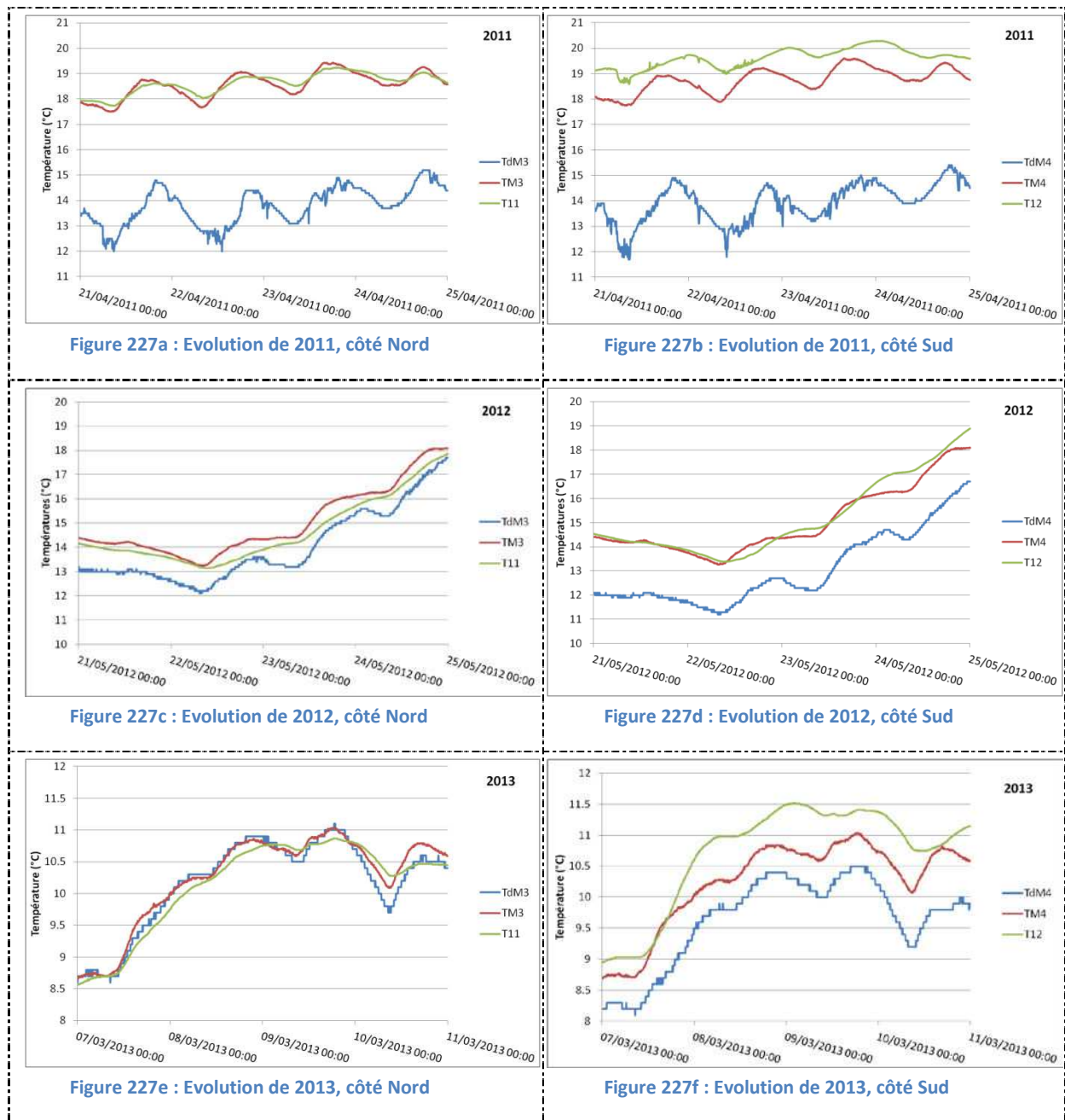


Figure 227 : Evolution des températures T et des températures de points de rosée Td

Cependant, nous n'avons présenté ici que 12 jours, en trois séries, sur les 665 jours de notre suivi. La question de la représentativité des informations est posée. La densité des enregistrements due aux pas de temps d'acquisition très courts (5 min) pour une durée totale de 2 ans oblige à sélectionner des périodes d'enregistrement courtes (quelques jours) pour pouvoir analyser et interpréter ces évolutions microclimatiques et les échanges avec l'extérieur. Mais ne peut-on pas prendre en compte de plus longues périodes d'acquisition sans être submergé par des graphiques, ou par des interprétations discontinues ? Et plutôt que de simplement comparer visuellement des courbes d'enregistrement, peut-on les quantifier, et calculer également l'influence d'un signal sur un autre ? L'analyse corrélatoire est la réponse à ces deux questions.

13 Application de l'analyse corrélatoire au suivi météorologique de l'Hypogée

13.1 Méthodologie

Les méthodes traditionnelles, basées sur des cartes de répartitions, des observations de sections courtes ou encore sur des valeurs statistiques sur l'ensemble des données (moyenne, écart-type, etc.), peuvent être complétées par des analyses corrélatoires et spectrales, qui permettent non seulement de prendre en compte l'ensemble des données, mais aussi d'en caractériser les fluctuations dans le temps. Par ce double rôle, elles constituent un outil intéressant pour les mesures microclimatiques des monuments historiques.

Les analyses corrélatoires et spectrales consistent à considérer la structure étudiée (édifice, étendue géologique, système électrique) comme un filtre recevant un signal d'entrée, réagissant à celui-ci et présentant une réaction : le signal de sortie. On parle alors d'analyse systémique. Pour illustrer ce concept, il est possible d'analyser l'influence des précipitations sur l'hygrométrie d'un édifice. Le signal d'entrée correspond à la pluviométrie, celui de sortie au taux d'humidité, le système étudié étant l'enveloppe, c'est-à-dire l'ensemble des cloisons (murs, toiture) de l'édifice.

Cette analyse peut être faite dans le domaine temporel (corrélogrammes) et fréquentiel (spectres). Elle permet d'étudier les signaux indépendamment au cours du temps (études simples), mais aussi de définir la dépendance de l'un par rapport à l'autre (étude croisée). L'analyse fréquentielle ne sera pas traitée ici.

13.1.1 Analyse corrélatoire simple : fonction d'Auto covariance

L'analyse corrélatoire se base sur l'étude de la variance, de la covariance et d'auto-covariance. La variance est une fonction statistique qui permet de définir l'éloignement des valeurs par rapport à la moyenne sur l'ensemble du suivi (sur la même idée que l'écart-type). La covariance suit le même principe, mais au lieu de comparer l'éloignement des valeurs à une moyenne, elle compare simultanément les valeurs de deux suivis à leur moyenne. Ainsi, elle permet de comparer la similitude d'évolution (la valeur de covariance est positive si les données acquises évoluent dans le même sens, et négative si elles évoluent en sens opposé). La fonction d'auto-covariance consiste à prendre pour second signal le même que le premier, mais décalé dans le temps.

13.1.1.1 Le Corrélogramme

Le corrélogramme est la covariance du signal par lui-même (auto-covariance). Afin d'étudier l'évolution de l'évènement dans le domaine temporel, on « décale » le signal d'un pas de temps k , variable, et on le superpose au signal initial.

L'expression du corrélogramme a été définie par Jenkins et Watts (Jenkins & Watts, 1969), dont le développement est fourni en développement fourni en annexe VIII :

$$C(k) = \frac{1}{n} \sum_{t=1}^{n-k} (x_t - x_{moy})(x_{t+k} - x_{moy}) \quad (69)$$

Où :

C(k) : corrélogramme

n : longueur de la série temporelle

k : pas de temps (ΔT). k appartient à $[0, m]$

m : décalage maximum de la série par rapport à elle même. $m_{max} = n/3$

x_t : événement

x_{moy} : moyenne des événements

13.1.1.2 Fonction d'auto-corrélation

La fonction d'auto-corrélation attribue à chaque pas de temps k un indice de corrélation. Cet indice, borné par 1 et -1, détermine si le signal initial et le signal décalé sont corrélés, c'est-à-dire s'ils varient proportionnellement l'un par rapport à l'autre.

Ce rapport s'écrit :

$$r(k) = \frac{C(k)}{C(0)} \quad (70)$$

Où :

r(k) : fonction d'auto corrélation

C(k) : corrélogramme

C(0)=Var(x) : Variance du signal x

Cette fonction d'auto-corrélation est symétrique et paire : on la représente donc uniquement pour un décalage positif ($k > 0$).

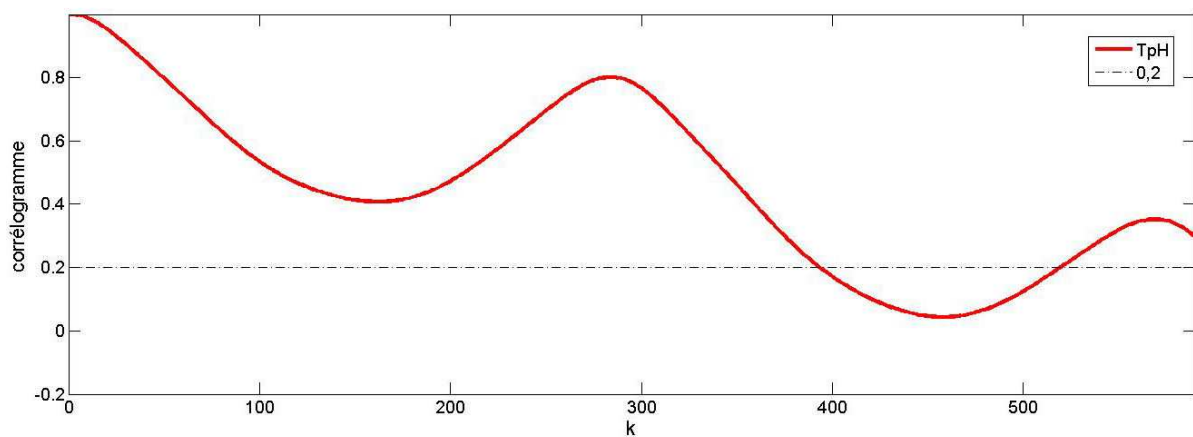


Figure 228 : Exemple de fonction d'auto corrélation : capteur pH, semaine 1

13.1.1.3 Interprétation de la courbe d'auto-corrélation

De nombreuses informations peuvent être tirées des courbes issues de l'Analyse Corrélatoire et Spectrale [(Larocque, 1997); (Bouanani, 2004); (Meus, 1993)] :

Pour $k=0$, il n'y a pas de décalage et les deux signaux sont les mêmes : l'indice de corrélation est donc bien égal à 1.

Si $r(k)$ diminue rapidement, les événements successifs dépendent très peu les uns des autres : il s'agit d'un phénomène aléatoire. Au contraire, si cet indice diminue lentement, les événements sont très liés entre eux.

Afin d'appréhender cette durée, nous parlerons d'Effet Mémoire. Par convention, il correspond au décalage $k_{0,2}$, pour lequel la fonction d'auto corrélation prend la valeur 0.2 pour la première fois. Ce temps apporte une information sur l'inertie du système.

Cependant, une fonction de corrélation peut décroître très rapidement et converger vers 0,2 en croisant cette valeur tardivement, ou encore décroître très faiblement avant de chuter brutalement. Pour départager ces deux types de comportement, nous pouvons utiliser la moyenne de corrélation, mc . Elle correspond à la moyenne de l'indice de corrélation entre 0 et un décalage de $k_{0,2}$.

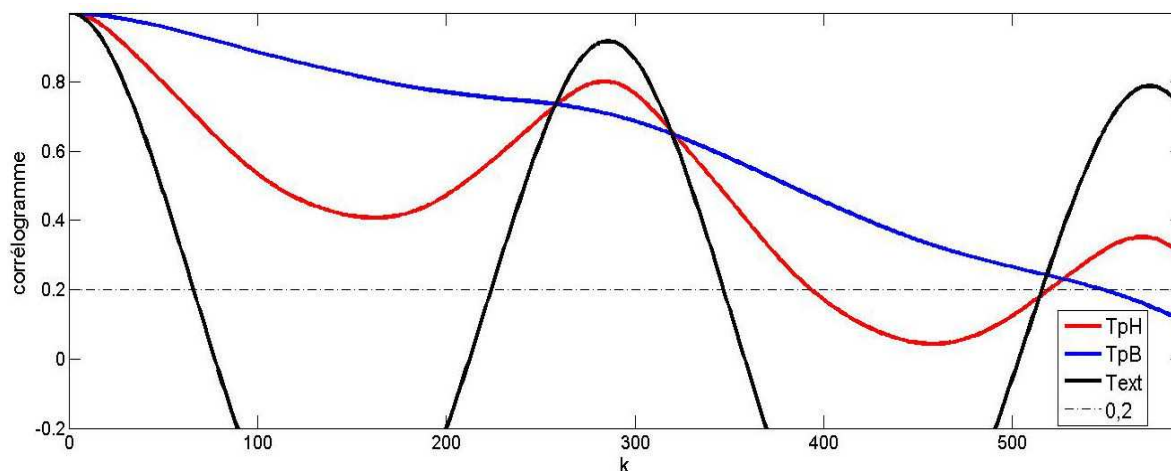


Figure 229: Exemple de fonctions d'auto corrélation : semaine 1, porte et extérieur. TpH : Température Haut de porte; TpB : Température bas de porte; Text : température extérieure

Dans l'exemple illustré (Figure 229), le signal enregistré au capteur pB (bleu) présente une plus forte inertie que celui enregistré en pH (rouge). Cela se voit non seulement par le $k_{0,2}$ (548 contre 394), mais aussi par la mc (0,65 contre 0,60). En revanche, la mc du signal extérieur est très importante, du fait du faible nombre de valeur prises en compte ($mc=0,7$, $k_{0,2}=66$). Pour corriger ce problème, nous pouvons utiliser le produit de ces deux facteurs, ce qui correspond à l'intégrale i_c de la courbe entre 0 et $k_{0,2}$. Ainsi on obtient un indice très représentatif de l'inertie du signal (355 pour TpB, 236 pour TpH et 46 pour T_{ext}).

13.1.2 Analyse corrélatoire croisée : fonction d'inter-covariance

Afin de déterminer non plus l'influence d'une valeur sur celles qui le suivent, mais bien celle d'un signal sur un autre, le second signal est remplacé par un autre enregistrement que l'on va de nouveau décaler dans le temps. On obtient ainsi la valeur de covariance simultanée. On peut également rechercher une meilleure similitude plus tardive, preuve d'une influence décalée dans le temps (déphasage), due par exemple à un effet tampon par une maçonnerie.

13.1.2.1 Corrélogramme croisé

Afin d'observer l'influence du signal d'entrée sur le signal de sortie, la covariance peut se calculer entre ces deux signaux. De même que pour l'auto-corrélogramme, on décale le signal de sortie suivant différents pas de temps k .

$$C_{xy}(k) = \frac{1}{n} \sum_{t=1}^{n-k} (x_t - x_{moy})(y_{t+k} - y_{moy}) \quad (71)$$

13.1.2.2 Fonction de corrélation croisée

Cette fonction attribue l'indice de corrélation compris entre 1 et -1, caractérisant la relation entrée-sortie.

$$r_{xy}(k) = \frac{C_{xy}(k)}{\sigma_x \cdot \sigma_y} \quad (72)$$

Où :

$r_{xy}(k)$: fonction de corrélation croisée entre x et y

$C_{xy}(k)$: corrélogramme croisé

σ_x : écart type de la série temporelle x

$$\sigma_x^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - x_{moy})^2 \quad (73)$$

σ_y : écart type de la série temporelle y

X_t : chronique d'entrée

Y_t : chronique de sortie

Cette fonction de corrélation est asymétrique, on la représente donc sur \mathbb{R} . Lorsque $k < 0$, x et y s'inter-changent dans les relations précédentes.

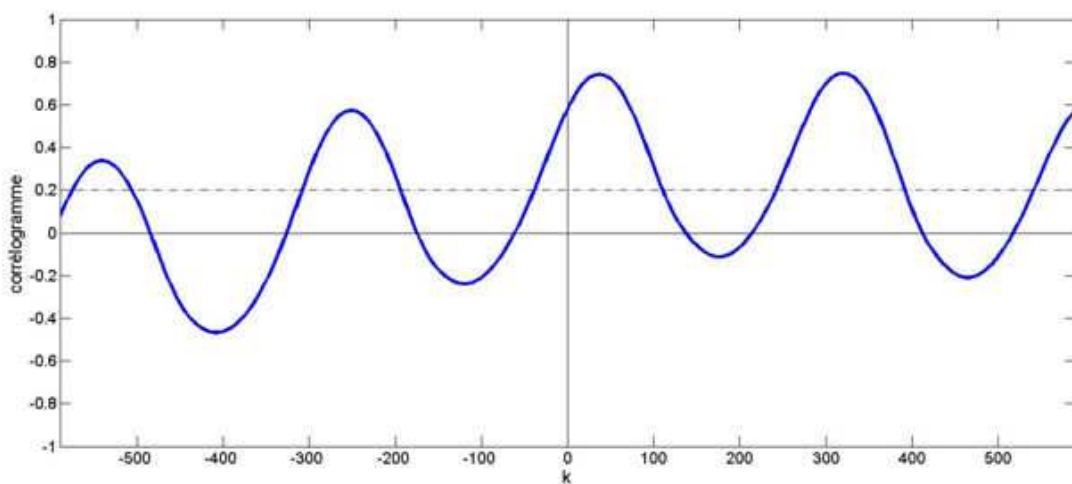


Figure 230 : Exemple de corrélogramme croisé : Text en entrée, TpH (Température Porte Haut) en sortie

13.1.2.3 Interprétation de la courbe d'inter-corrélation

Les courbes de corrélation permettent de comparer deux signaux entre eux. Cependant l'interprétation d'une corrélation entre deux courbes dépend fortement des signaux choisis. On distingue en effet deux cas :

- le signal de sortie doit (ou devrait) dépendre du signal d'entrée : l'hygrométrie dépend des précipitations. Il y a donc une relation de cause à effet.
- le signal de sortie ne dépend pas du signal d'entrée, mais répond à une troisième chronique : le corrélogramme de l'hygrométrie de deux pièces séparées, par exemple, pourra présenter des corrélations dues à une réponse aux précipitations.

Ces deux cas de figure entraînent des interprétations différentes. Il est à noter qu'un de ces cas n'exclut pas l'autre : la sortie peut être soumise à l'entrée et à un troisième facteur régissant les deux étudiés. L'interprétation sera alors plus complexe, regroupant les différentes possibilités décrites ci-dessous.

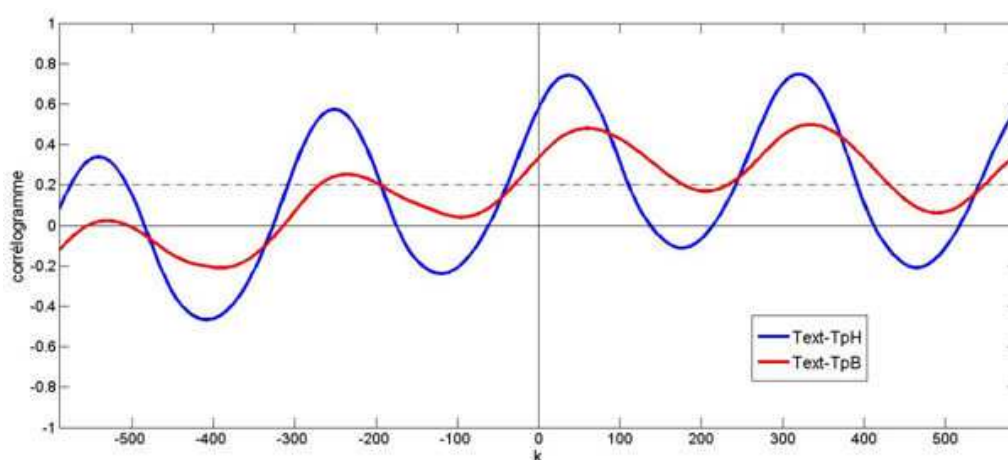


Figure 231 : Exemples de corrélogramme croisé : les signaux TpH (température porte Haute) et TpB (température porte bas) réagissent différemment au signal d'entrée, Text

i. Relation de cause à effet

Il y a différentes observations à effectuer sur le corrélogramme croisé (Larocque, 1997) :

Le couple $(r_{\max}, k(r_{\max}))$:

S'il y a une influence directe entre deux signaux, elle est rarement immédiate : la corrélation maximale entre deux signaux n'est donc pas observée pour $k=0$ comme pour l'auto-corrélation, mais pour un certain décalage. Spatialement, le délai $k(r_{\max})$ entre $k=0$ et r_{\max} indique le temps requis pour que le signal d'entrée atteigne la sortie, la valeur de r_{\max} illustre la corrélation maximale entre les deux signaux.

- si r_{\max} est observé pour $k>0$, la fonction d'entrée influence la fonction de sortie ;
- si r_{\max} est observé pour $k<0$, c'est la sortie qui influence l'entrée;
- si r_{\max} est observé pour $k=0$, alors le signal de sortie réagit instantanément au signal d'entrée.

Le signe de r_{\max} :

Suivant les signaux comparés, la corrélation maximale peut être négative : le signal de sortie répond de façon inverse au signal d'entrée. C'est le cas par exemple d'une corrélation croisée entre

une température et une humidité relative au même point, l'humidité relative étant inversement proportionnelle à la température (dans le cas d'un système fermé).

La période :

L'apparition d'une structure périodique est fortement dépendante de la périodicité des signaux. Dans le cas des données climatiques, les signaux oscillent suivant un cycle journalier qui se retrouve très bien sur les corrélogrammes : deux signaux sont davantage corrélés s'ils sont décalés de 24 heures que s'ils le sont de douze heures.

En conséquence, si le signal d'entrée est périodique, et si le signal de sortie dépend du signal d'entrée, la corrélation pour des décalages négatifs ($r_{xy}(k < 0)$) oscille également : le signal de sortie n'influe pas forcément sur le signal d'entrée mais les deux étant cycliques, on retrouve une certaine corrélation dans ce sens.

ii. Réponses à signal tiers

Le délai $k(r_{max})$ entre $k=0$ et $r_{xy}(k)$ max indique la différence temporelle de la réponse au signal tiers, la valeur de r_{max} illustre le degré de corrélation maximal entre les deux courbes.

- si r_{max} est observé pour $k=0$, alors les signaux répondent simultanément au signal tiers ;
- si r_{max} est observé pour $k > 0$, la fonction d'entrée est influencée plus rapidement que la fonction de sortie ;
- si r_{max} est observé pour $k < 0$, c'est la sortie qui est influencée plus rapidement

Cette relation des réactions peut également être interprétée par la symétrie de la courbe par rapport à l'axe $k=0$. En effet, le r_{max} peut prêter à discussion dans certains cas (sommet arrondi, plat, etc.). Une asymétrie vers les k positifs s'interprète comme si r_{max} était supérieur à 0, une asymétrie vers les k négatifs s'interprète comme si r_{max} était inférieur à 0.

Afin d'observer l'évolution du comportement microclimatique de l'hypogée, une analyse corrélatrice est effectuée pour chaque semaine du suivi, en considérant également les différents changements de capteurs. L'installation des capteurs extérieurs à la station météo ne semble pas montrer d'impact sur les indices de corrélation (Figure 232).

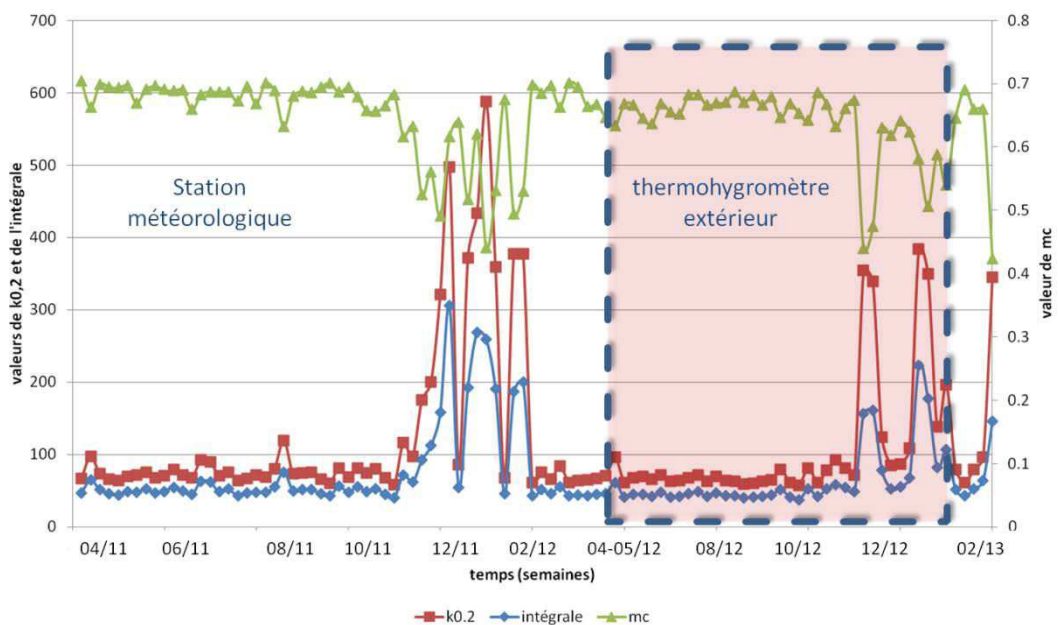


Figure 232 : Evolution des indices de corrélation hebdomadaire pour la température extérieure

La Figure 232 représente l'évolution des paramètres de corrélation évoqués au chapitre 13.1.1.3 page 177 ($k_{0,2}$, m_c et le produit des deux, l'intégrale). Ces paramètres nous permettent de distinguer trois types de semaines :

- la "semaine type", avec une valeur intégrale aux alentours de 50
- la "semaine perturbée", avec une valeur intégrale entre 100 et 150
- la "semaine fortement perturbée", avec une valeur intégrale supérieure à 200

Ces différences de comportement s'expliquent en observant les relevés climatiques (cf. Figure 233). Les fortes corrélations ($k_{0,2}$ et intégrale) sont observées lors de signaux quasi-constants, lorsque les cycles journaliers sont très peu marqués, notamment en hiver. Plus un signal montre des cycles importants, et plus son $k_{0,2}$ sera court, sa moyenne de corrélation forte et donc son intégrale faible.

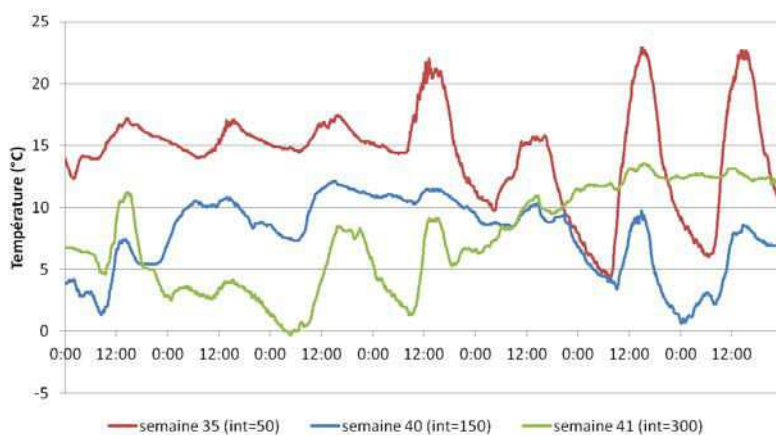


Figure 233 : Exemples d'évolutions hebdomadaires pour trois semaines de mesure de Températures extérieures, et valeur d'intégrale associée.

13.2 Efficacité du Sas

Les corrélogrammes simples relatifs aux évolutions de température mettent en évidence 4 saisons sur le suivi : les périodes normales, où une température à un instant donné a une influence pendant environ 6 heures, et les périodes hivernales, où la corrélation est perturbée par des cycles de température aléatoires, sans refroidissement nocturne, et durant lesquelles le $k_{0,2}$ peut atteindre 48 heures. La période de travaux, pendant laquelle l'instrumentation a été démontée, se situe en "semaine 13" : la semaine 12 correspond à la dernière semaine d'enregistrement en juin 2011, et la semaine 14 à la première semaine lors de la réinstallation, en novembre 2011. Avant travaux, l'enregistrement en TpH présente également une corrélation courte. On remarque cependant qu'après travaux, les corrélations sont plus longues et semblables au capteur TpB (Figure 234).

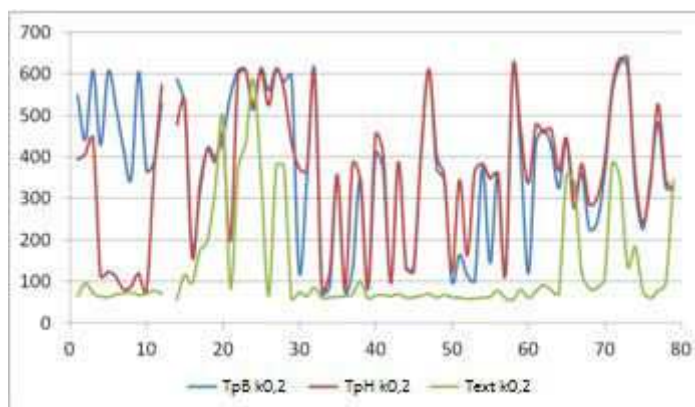


Figure 234 : Evolution du $k_{0,2}$, corrélation simple, sas et extérieur. en abscisse : n° de la semaine étudiée

La corrélation croisée permet de mettre en évidence l'influence de corrélation entre les différents signaux (Figure 235) : avant travaux, la corrélation entre TpB et TpH est négative : TpH réagit plus rapidement aux conditions extérieures que TpB. Après travaux, le $k(r_{max})$ est plus proche de 0, mais du côté positif : TpB au sein du sas réagit plus tôt que TpH, situé au dessus. De même, la valeur de r_{max} évolue entre l'avant travaux et l'après travaux : entre TpB et TpH, la corrélation est importante (entre 0,8 et 0,9) avant travaux, et devient optimale après (0,9 - 1). La relation entre Text et TpH est plus importante avant travaux qu'après travaux, où elle devient similaire voire inférieure à la corrélation entre l'extérieur et TPB, alors que la corrélation entre les signaux extérieur et de TpH lui était largement supérieur (Figure 236).



Figure 235 : Evolution du $k(r_{max})$, sas et extérieur

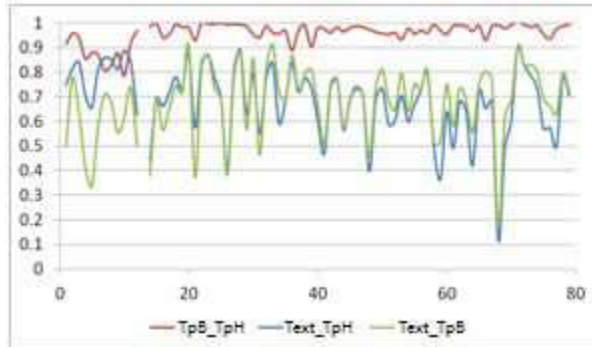


Figure 236 : Evolution du r_{max} , sas et extérieur

Pour valider les observations précédentes, les corrélogrammes croisés ont été dressés également pour chaque mois de mesure. La Figure 237 représente l'évolution du $k(r_{max})$ à cette échelle (les variations journalières ont été filtrées). Les travaux ont eu lieu durant le mois "4", le mois 6 étant perturbé par les travaux en cours (finitions du sas). On remarque à nouveau un changement de sens de la corrélation entre TpB et TpH, visible également sur les corrélogrammes croisés avec les données extérieures.

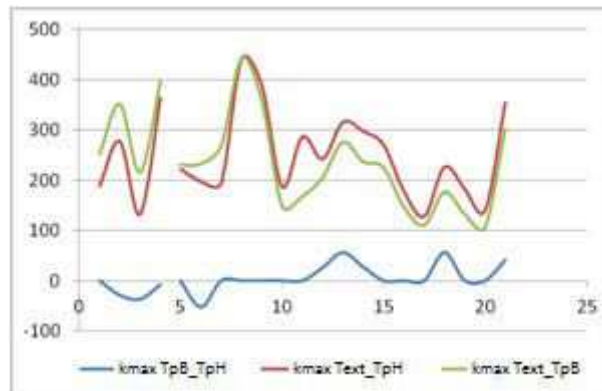
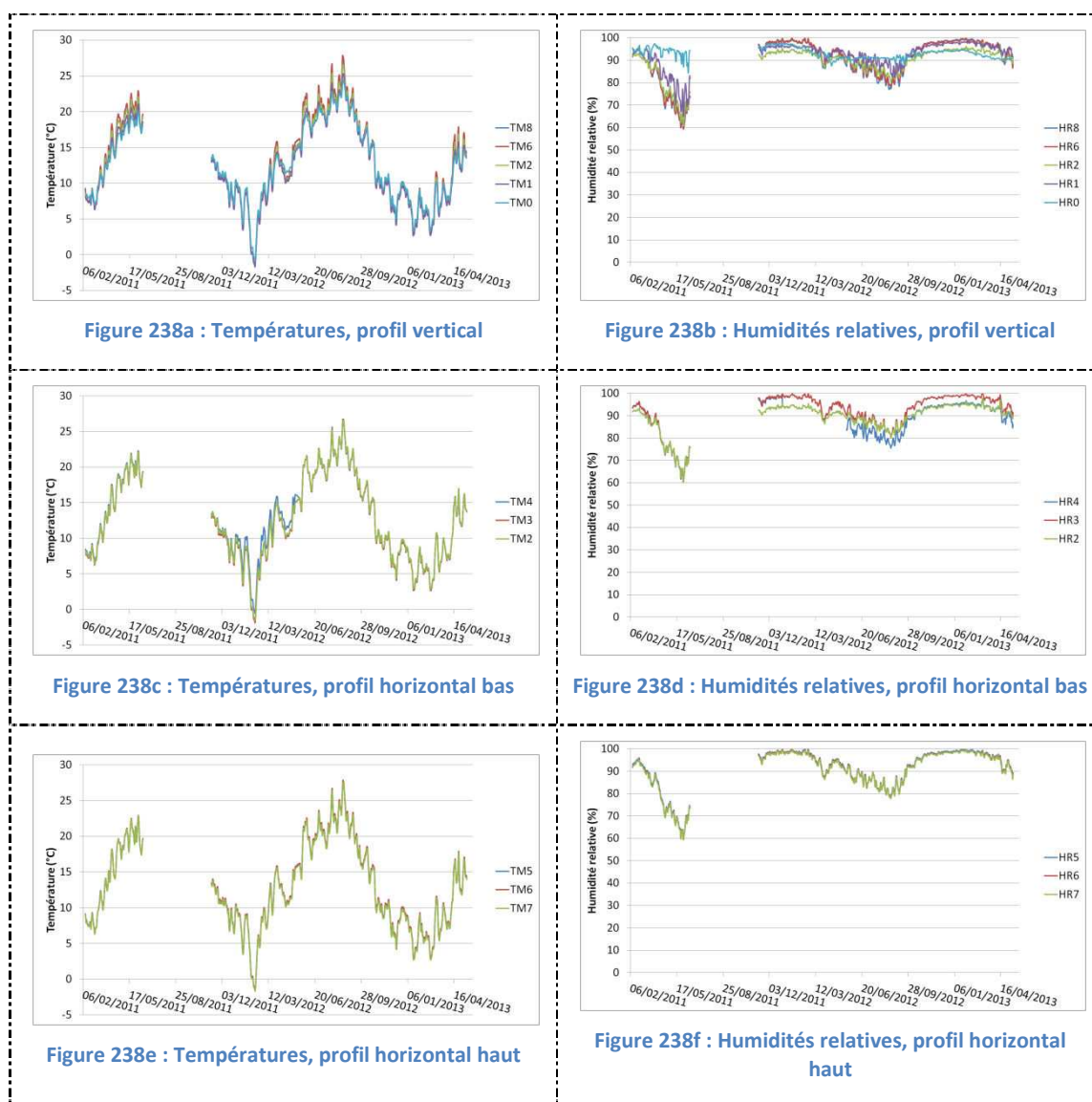


Figure 237 : Evolution du $k(r_{max})$ mensuel, sas et extérieur

13.2.1 Etude et modélisation des transferts d'humidité suivant un plan vertical

Les données sont continues sur toute la durée de l'étude, hormis l'interruption lors des travaux et pour le capteur 4 qui a dysfonctionné durant plusieurs semaines par la suite (Figure 238). Concernant les températures, les données sont installées dans un gradient vertical ascendant l'été (températures plus élevées en zone haute), et confondues en hiver. Horizontalement, il est difficile de visualiser des différences.

Avant travaux, les humidités relatives diminuent (arrivée vers l'été) et on remarque des écarts importants, notamment avec RH0 proche du sol (Figure 238b). Après les travaux, les humidités sont toutes très importantes et le restent durant tout l'été 2012. Les différences sont peu marquées avec une humidité très légèrement plus faible en hiver en HR2, voire en HR0 en 2013. Globalement les signaux s'entrecroisent mais restent à humidité très forte, supérieure à 80%. Horizontalement, le côté Nord parait plus humide que le Sud pour le niveau bas (Figure 238d), et les trois signaux sont confondus pour le niveau haut (Figure 238f).



Température : profil vertical

Les valeurs négatives des corrélogrammes croisés entre T0 et T1 et entre T1 et T2 montrent une influence dominante descendante sur la longueur du suivi (Figure 239). Les temps plus longs pour T0_T1 comparé à T1_T2 prouvent un flux ralenti, comparativement. Entre T2 et T6, l'influence est toujours descendante sur la longueur du suivi, mais de façon bien moindre, avec des temps maxima de corrélation inférieurs à 1 heure pour 2 semaines, et de manière générale inférieurs à 20 minutes. En hiver cependant, la tendance est inversée : l'influence est ascendante. Entre T6 et T8, l'influence

est toujours descendante, qui met en évidence également un flux latéral. Hormis un pic à 2 heures, la corrélation maximale entre T6 et T8 st inférieure à 1 heure.

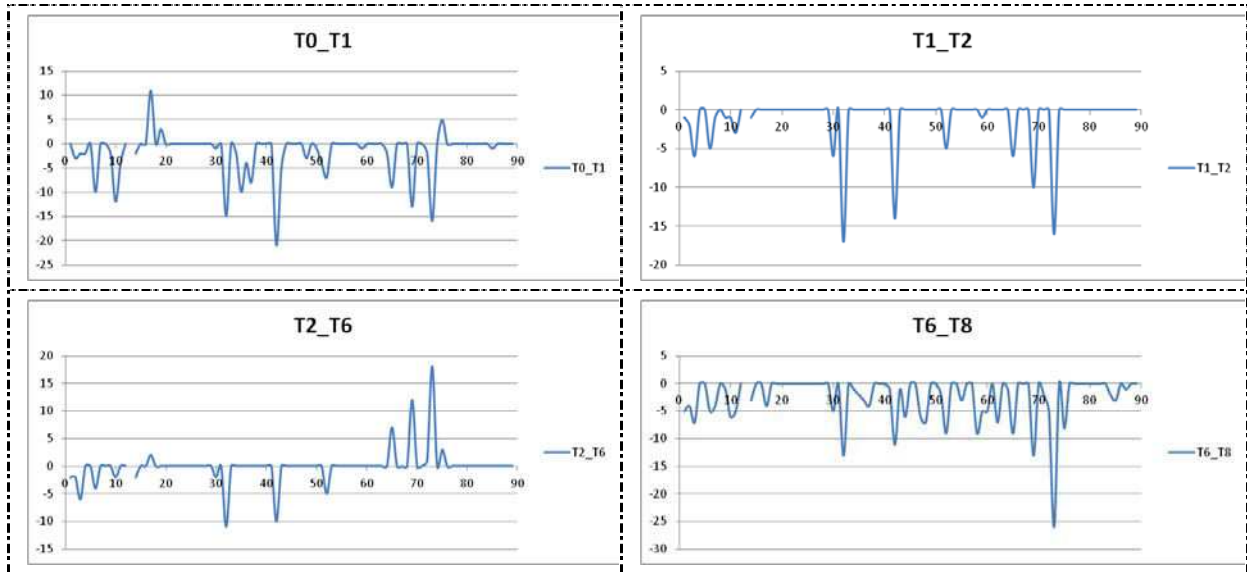


Figure 239 : valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$, axe vertical, Températures

D'un point de vue indice de corrélation, les signaux sont très fortement corrélés à partir de T1 ($r_{max} > 0.95$). Entre T0 et T1 la corrélation est également très forte mais régulièrement soumise à d'autres facteurs(Figure 240).

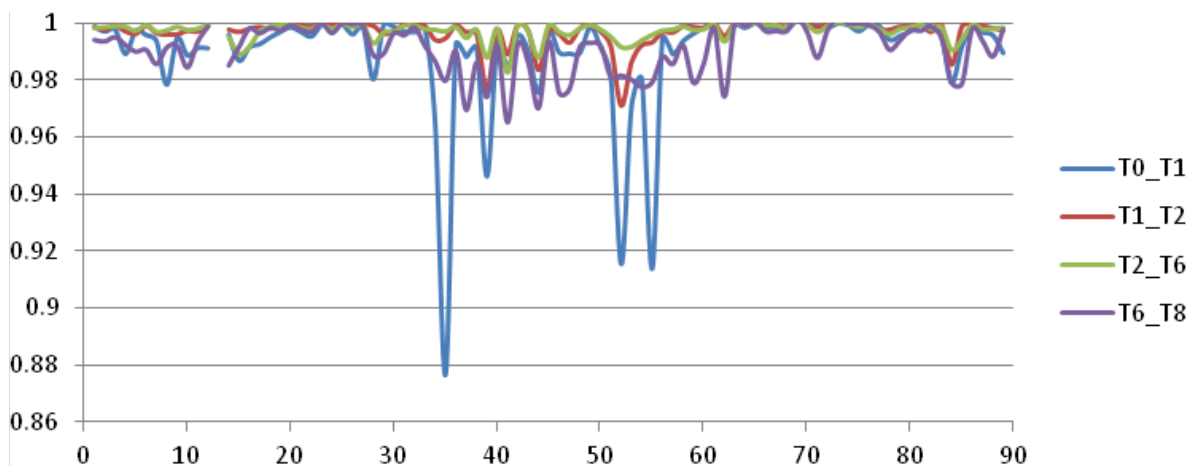


Figure 240 : Valeurs hebdomadaires des r_{max} , axe vertical

Température : profils horizontaux.

La corrélation sur les plans horizontaux est symétrique : ce sont les températures au centre de l'hypogée qui influent sur celles des plans latéraux, dans des temps très courts (<1heure). Le temps de corrélation avec les parois murales est plus important, atteignant régulièrement les 4 heures. L'indice de corrélation montre une très forte corrélation entre les capteurs atmosphériques, et une corrélation plus faible avec les parois. La paroi sud notamment voit son indice descendre en dessous de 0,9 à plusieurs reprises, et même en avril 2012 approcher les 0.7. Au dessus, la corrélation est égale à 1 entre les 3 signaux pour des temps de corrélation inférieurs à 1h.

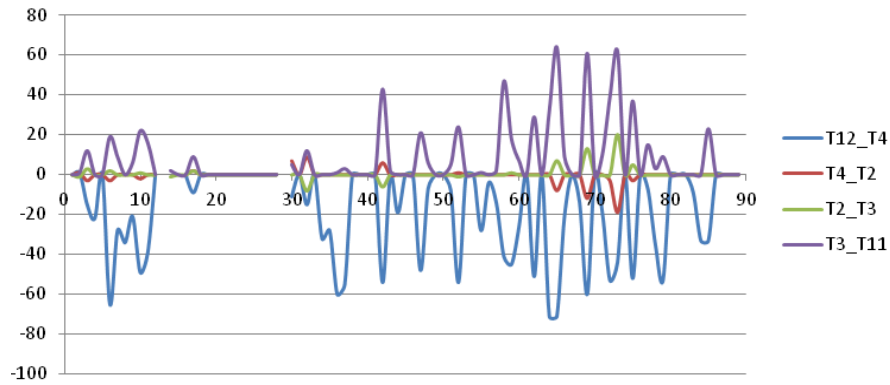


Figure 241 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$, axe horizontal bas, Températures

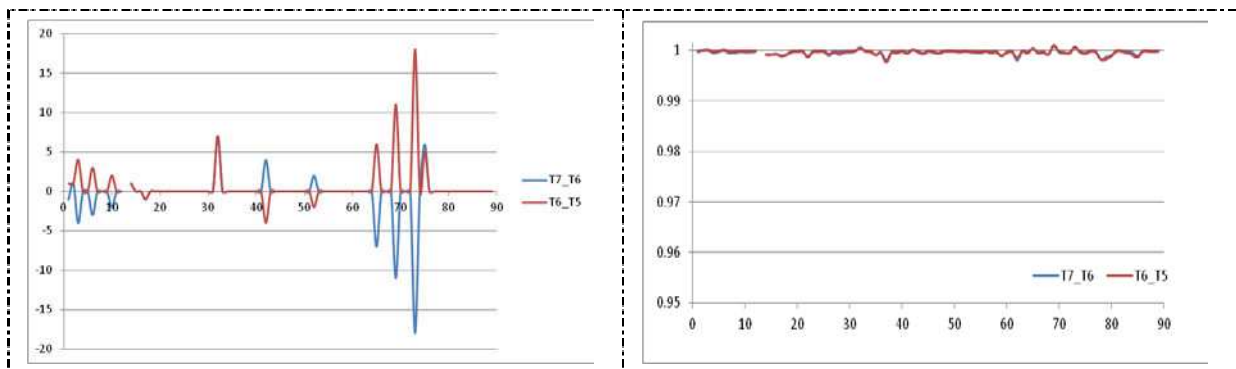


Figure 242 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$ et r_{max} , axe horizontal haut, Températures

En recoupant l'intégralité des corrélations entre les différents signaux, nous pouvons dresser un schéma de convection moyen au sein de l'hypogée pour les périodes estivales (Figure 243).

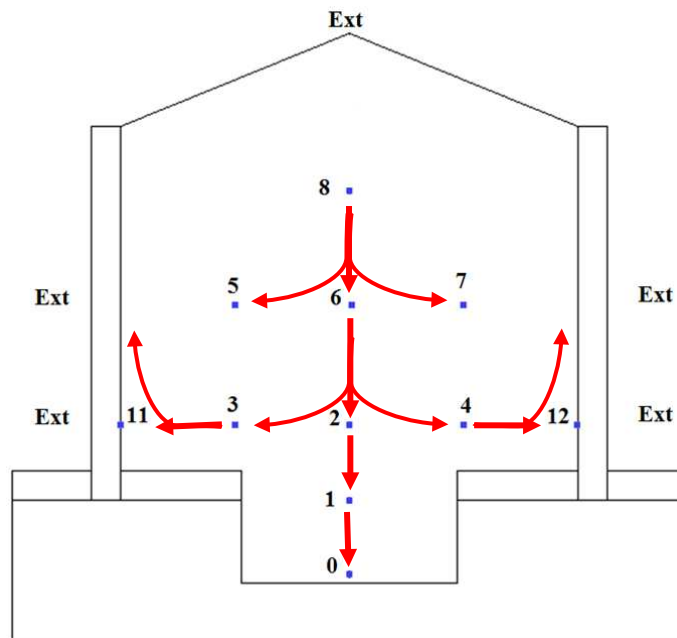


Figure 243 : Sens de convection, établi à partir des corrélations de températures (Été)

Humidité relative : profil vertical

En périodes estivales (avant travaux et entre les semaines 35 et 60), la corrélation est fortement perturbée, notamment à cause des cycles journaliers qui entraînent parfois de meilleures corrélations à quelques jours d'intervalle (Figure 244). En hiver, la corrélation est quasi-immédiate.

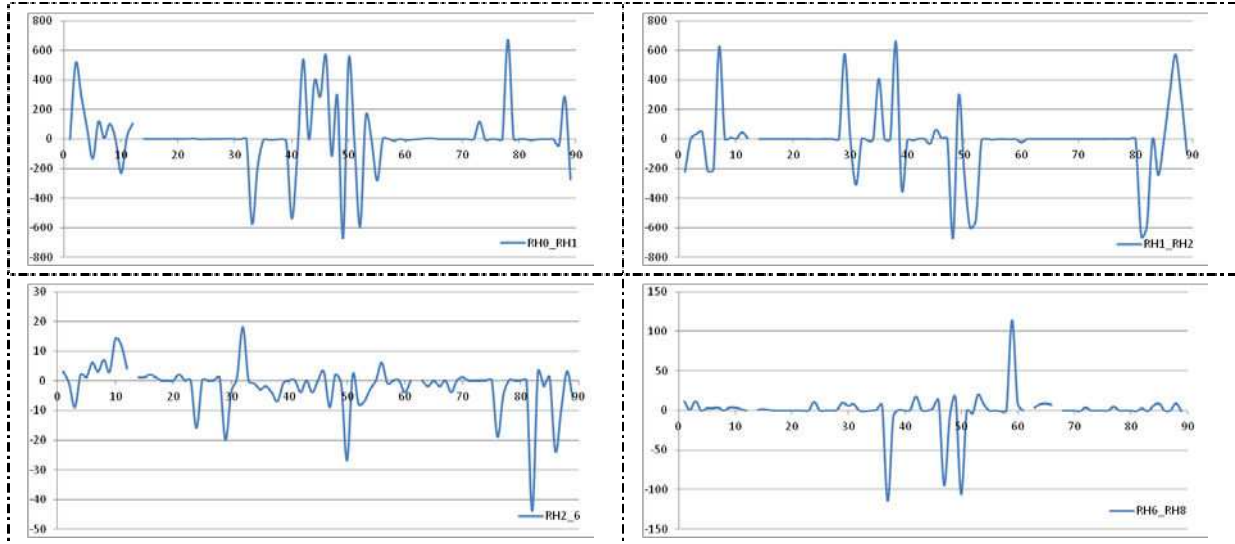


Figure 244 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$, axe vertical, Humidités Relatives

Avant travaux, l'indice de corrélation est très "hiérarchisé" (Figure 245) : il se dégage une forte corrélation pour les couches supérieures et une corrélation de plus en plus faible avec la diminution d'altitude dans l'hypogée. Cela résulte de l'interdépendance directe des couches d'air supérieures entre elles, et de l'intervention d'autres facteurs (humidité du sol, par exemple) sur les couches d'air plus basses. Après travaux, cet ordre est complètement bouleversé : aucune tendance ne peut être observée, et les différents signaux sont dépendants les uns des autres périodiquement, avec d'autres facteurs très influents entrant en jeu.

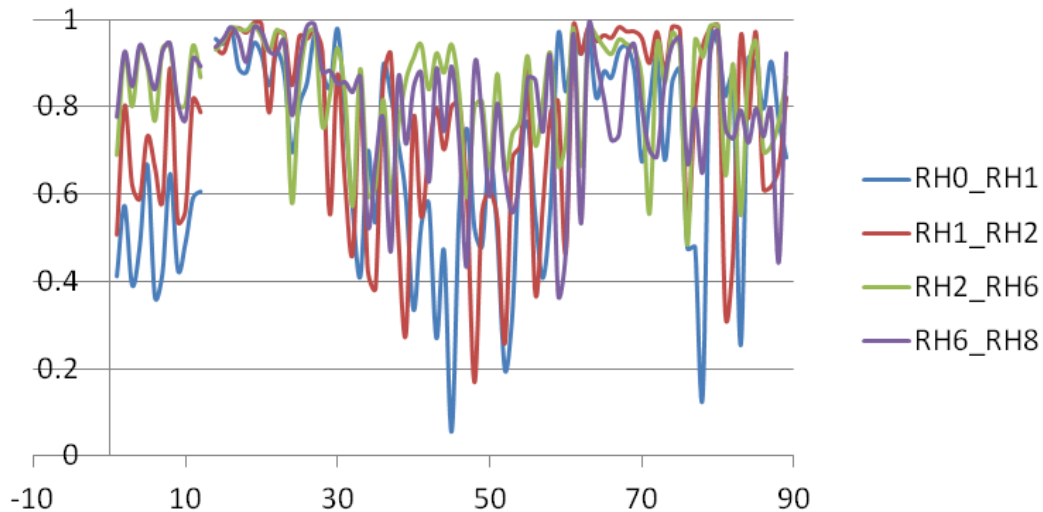


Figure 245 : Valeurs hebdomadaires des r_{max} , axe vertical, humidités relatives

Sur le profil horizontal bas, la corrélation des signaux d'humidité relative est très différente de celle de la température : avant travaux les trois enregistrements sont quasiment confondus. Après travaux, il se dégage une tendance : les côtés, RH3 et RH4, influent sur RH2, de façon quasi

symétrique. Alors qu'avant travaux la corrélation était quasiment égale à 1, après travaux elle reste forte mais connaît des influences autres.

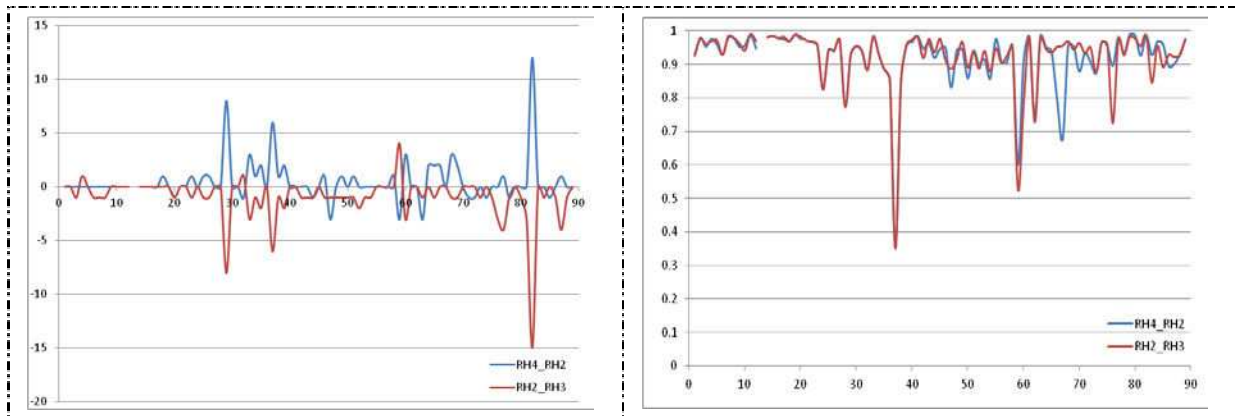


Figure 246 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$ et r_{max} , axe horizontal bas, humidités relatives

Sur le profil horizontal supérieur, les signaux sont très confondus, et les courbes se superposent avec des décalages compris entre 0 minutes et 10 minutes. Le sens de l'influence dépend des semaines étudiées, mais reste globalement quasi-instantané. La corrélation maximale est toujours voisine de 1.

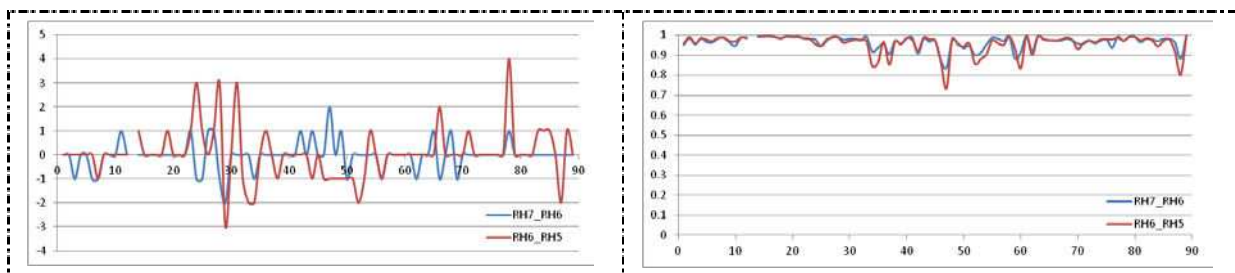


Figure 247 : Valeurs hebdomadaires des $k(r_{max})$ et r_{max} , axe horizontal haut, humidités relatives

En recoupant ces données, nous pouvons dresser une représentation de l'interaction des flux d'humidité dans l'hypogée, avant et après les travaux d'élimination de la dalle béton (Figure 248 et Figure 249).

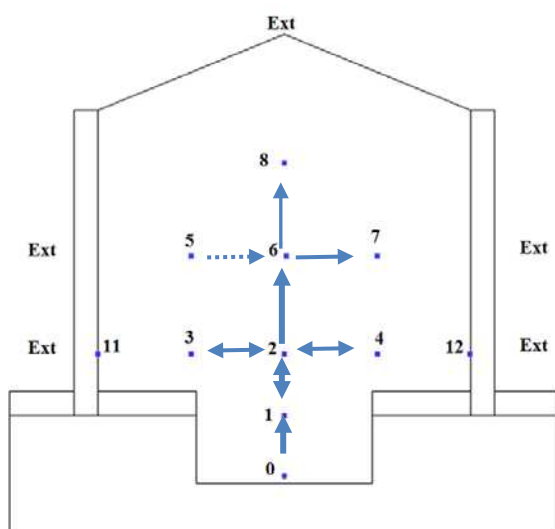


Figure 248 : Flux d'humidité, avant travaux

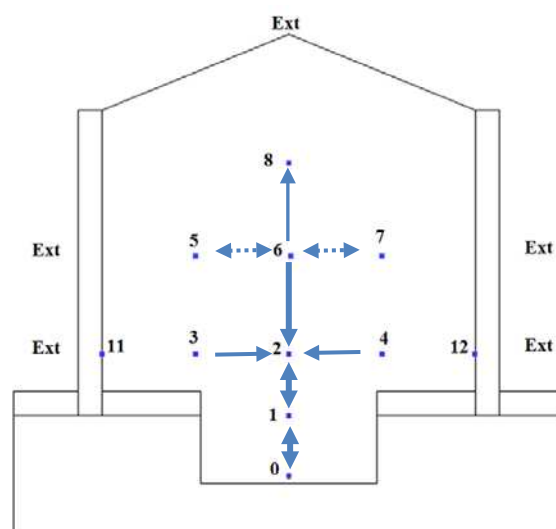


Figure 249 : Flux d'humidité, après travaux

Modélisation des transferts

En collaboration avec Daniil Bograchev de l'institut Frumkin de Moscou, une modélisation des transferts a été effectuée dans le plan vertical de l'hypogée. Cette modélisation se base sur l'hypothèse de la viscosité turbulente constante, et est effectuée à l'aide du logiciel Comsol Multiphysics®. Les profils de vitesse absolue sont représentés ci-après. On note que la convection naturelle maximale prend place au centre de l'hypogée, en formant une boucle avec les parois. Les résultats prouvent une très forte influence de la température extérieure sur les transferts. Ceux-ci sont accélérés lorsque la température du sol est supérieure à la température atmosphérique (hiver), entraînant un flux vertical important (Figure 250). La vitesse peut atteindre 5 cm/s, donc parcourir la distance entre deux capteurs (2m) en moins de 3 minutes, durée inférieure au temps d'acquisition. Cela explique les valeurs de k_{max} comprises entre 0 et 1.

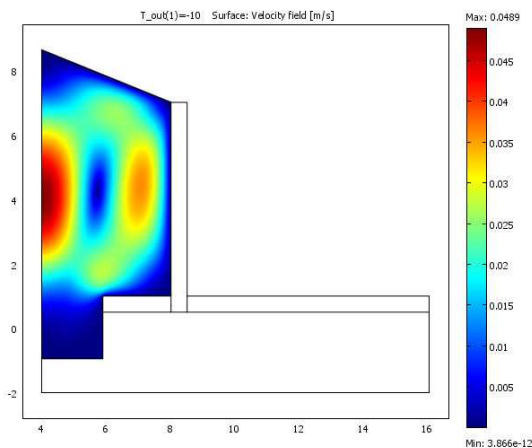


Figure 250 : Modélisation des champs de vitesse au sein de l'hypogée, Text = 0°C

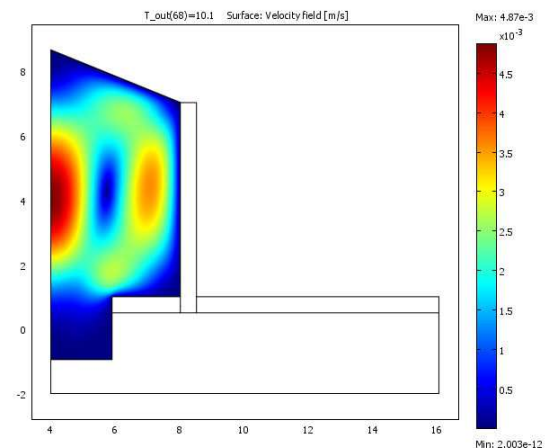


Figure 251 : Modélisation des champs de vitesse au sein de l'hypogée, Text = 20°C

Lorsque la tendance est inversée (été), les flux sont relativement stabilisés (Figure 251), et ne sont dus qu'aux différences horizontales de température, causées notamment par le rayonnement sur le mur sud. Ces gradients ont été négligés dans ces calculs, ce qui entraîne des valeurs de flux remarquablement faibles. La température extérieure influe fortement sur cette vitesse moyenne au sein de l'hypogée (Figure 252), avec un point singulier autour de 15°C (température du sol à 5 mètres de profondeur, constante sur l'année). Pour une température extérieure inférieure à cette valeur, la résistance thermique du toit n'a que peu d'influence sur la vitesse de transfert, la température comparativement plus chaude du sol et la différence de densité entre l'air chaud et l'air froid étant les moteurs de la circulation d'air. A l'inverse, lorsque la température extérieure est supérieure à la température du sol, les couches d'air supérieures sont les plus chaudes, en relation avec les températures extérieures et la résistance thermique du toit, dont l'influence s'accroît. Les transferts sont ralentis du fait que l'air le plus chaud, moins dense, se concentre déjà dans les zones les plus hautes. Les vitesses de circulation d'air sont principalement dues aux turbulences atmosphériques entraînées par les différences faibles de température.

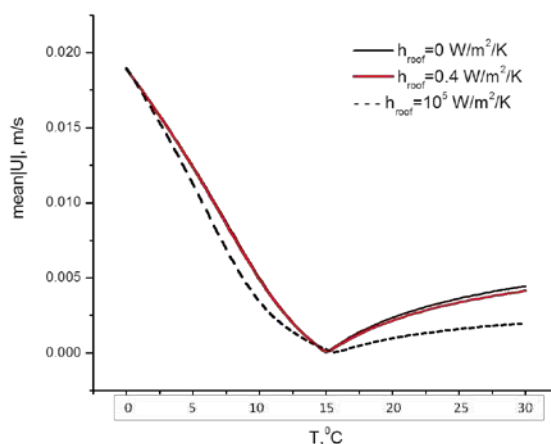


Figure 252 : Vitesse hydrodynamique moyenne en fonction de la température extérieure pour trois résistances thermiques différentes du toit

13.3 Conclusion-interprétation de l'étude de l'Hypogée

La mise en place du sas d'entrée a permis de bloquer un apport thermique par la porte d'accès, et ainsi de supprimer un flux d'air dans le sens longitudinal. L'étude de corrélation montre désormais une faible influence sur les atmosphères de la porte, notamment pour le capteur en position haute.

Sur le plan vertical, les travaux n'ont pas eu d'influence du point de vue thermique : les flux se font avec une vitesse maximale au centre de l'hypogée, et dépendent de la saison prise en considération (importance des gradients, voire inversion).

Du point de vue de l'humidité, les valeurs enregistrées après travaux sont beaucoup plus élevées qu'avant travaux. Le confinement accru de la pièce peut être rapproché de la mise en place du sas. Cet état est probablement aggravé encore par la dépose de la dalle béton, qui permet un séchage accéléré des sols et donc une libération d'humidité dans l'enceinte de l'hypogée. Si les conditions très humides de l'hypogée peuvent être attribuées aux travaux, nous aurions pu espérer une amorce de séchage au cours des années 2012 et 2013. Cette évolution ne s'est pas produite, à cause peut-être du confinement de la pièce mais également des conditions climatiques particulières. En effet, le printemps 2011, seule période enregistrée avant travaux, est le plus sec et le plus chaud jamais enregistré (données Météo France). De plus, si l'année 2012 a été globalement conforme aux moyennes annuelles, l'hiver a été particulièrement humide, et s'est poursuivi par un printemps agité, froid et peu ensoleillé (d'après Météo France). Il s'agit du printemps le plus froid depuis 1987 et l'un des plus pluvieux depuis 1959, et qui s'est prolongé par un début d'été 2013 très pluvieux (environ 150% de la moyenne saisonnière), et une évolution globale vers un séchage progressif a pu être occulté.

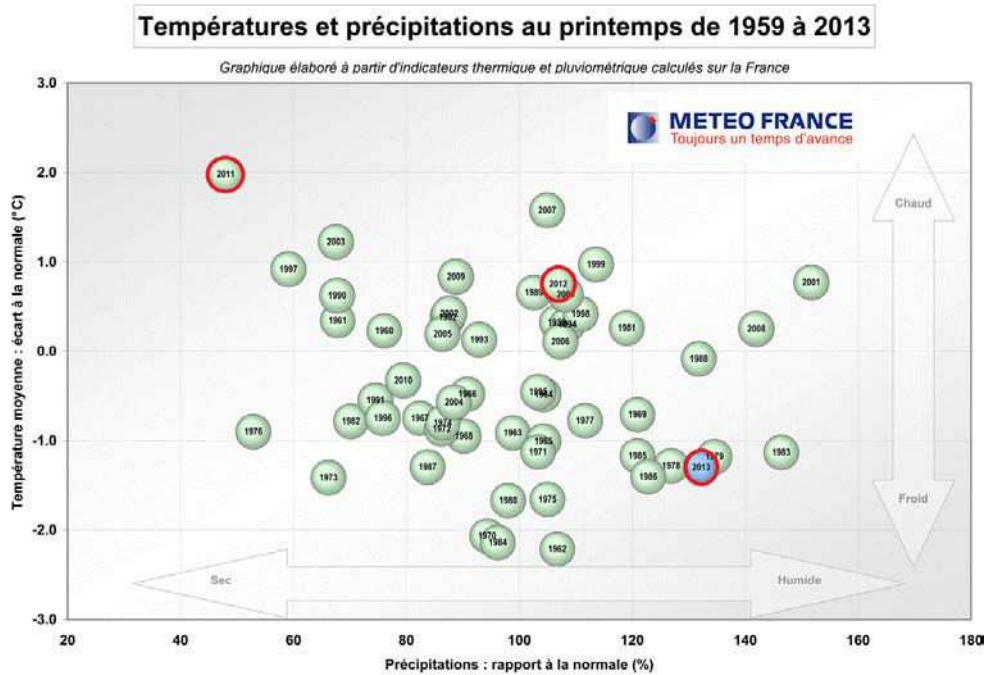


Figure 253 : Disposition des années 2011, 2012 et 2013 par rapport aux normales saisonnières

Cependant, l'influence des travaux a pu être confortée par l'utilisation de l'analyse corrélatoire, qui a permis de caractériser et de comprendre les comportements spatiaux des flux de température et d'humidité. La corrélation suivant le profil horizontal bas, montre une influence des bords sur les données hygrométriques de la partie centrale de l'hypogée, contrairement aux flux thermiques, représentatifs de la convection (Figure 254). Verticalement, le gradient s'inverse : alors que le sol constituait avant les travaux la source principale d'humidité, celle-ci se localise aujourd'hui plus haut, entre les points de mesure 2 et 6. Cette localisation s'explique par un apport latéral d'humidité par le sol où la dalle béton a été enlevée. D'après les conclusions du chapitre précédent, l'apport d'eau est majoritaire côté Nord.

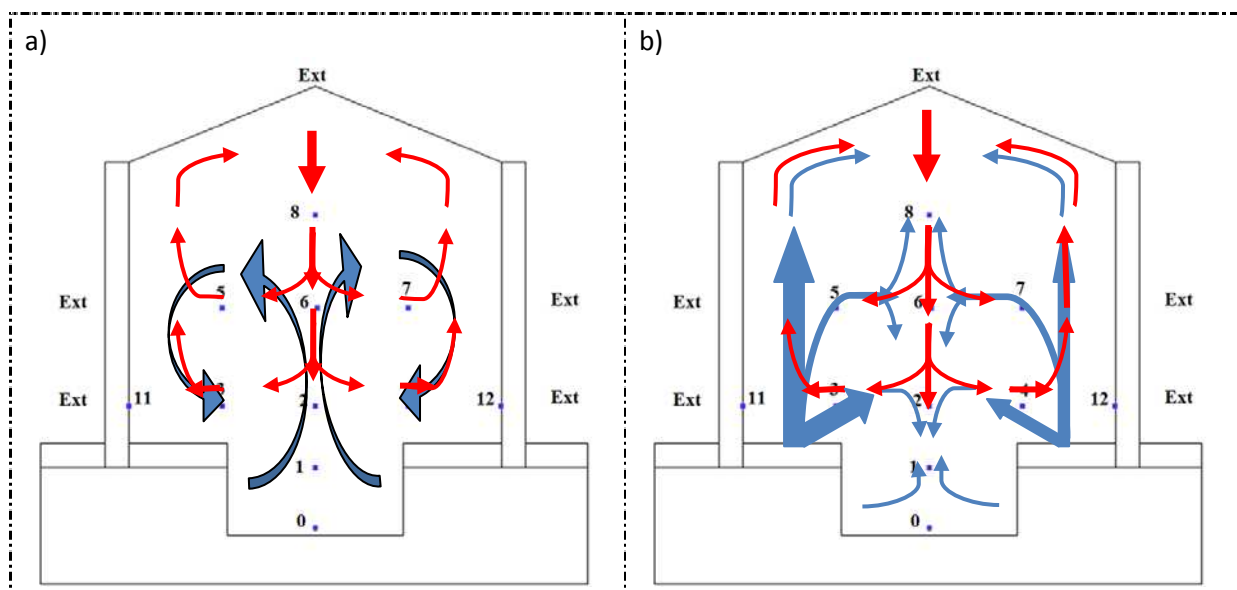


Figure 254 : Flux d'humidité, avant travaux (a) et après travaux (b)

14 Crypte de l'abbatiale, Saint-Savin-sur-Gartempe

L'abbaye de Saint-Savin est située sur la rive droite de la Gartempe, sur le côté Nord du seuil de Poitou. Proche du massif central, elle est restée éloignée des principaux axes de communication, ce qui a permis une conservation exceptionnelle du site. La crypte de Saint-Savin et de Saint-Cyprien, comme la nef principale de l'abbatiale, présentent des peintures murales d'époque romane remarquablement conservées, qui lui ont valu le surnom de "Sixtine Romane" et le classement au titre de patrimoine mondial dès 1983. Dans la crypte de Saint-Savin et de Saint-Cyprien, située sous le chœur, cette richesse est mise à mal par des dégradations dues aux remontées capillaires. Ces conditions sont propices au développement d'un voile blanc d'origine microbologique mettant en évidence de très nombreux champignons de type *verticillium* (Oriol & Bousta, 2008), qui recouvrent les œuvres et atténuent les couleurs normalement très vives des peintures.

Cependant, ce film biologique n'est pas continu, et une zone particulière en est dépourvue, entourant une fissure (Figure 255). Les mesures à cheval entre la zone contaminée et la zone saine serviront à identifier si cette différence est due à des conditions microclimatiques non favorables. L'objectif pour le site est de définir le comportement des principaux paramètres climatiques de la crypte, notamment en termes d'hygrométrie, de température et de circulation d'air. Cette étude se veut un supplément d'informations, visant à aiguiller les maîtrises d'œuvre et d'ouvrage pour de futures actions curatives et préventives.



Figure 255 : Détail de la voûte de la crypte : fissure (en noir) et zone "saine", non recouverte de voile blanc

14.1 Etude Microclimatique extérieur/intérieur

14.1.1 Première instrumentation

Une première instrumentation temporaire a été installée dès l'été 2011, afin d'obtenir des données au plus tôt en attendant le financement et l'arrivée d'une instrumentation plus complète. Cette première instrumentation est constituée de trois thermohygromètres indépendants type MSR, situés à l'extérieur, dans l'église et dans la crypte. Les relevés peuvent être découpés en cinq périodes :

- du 02/08/2011 au 31/10/2011 : été 2011
- du 31/10/2011 au 22/12/2011 : automne 2011
- du 22/12/2011 au 02/04/2012 : hiver 2011
- du 02/04/2012 au 19/06/2012 : printemps 2012
- du 10/07/2012 au 24/10/2012 : été 2012

Pour ces cinq périodes, une analyse corrélatoire a été effectuée.

	T _{ext_eglise}	T _{ext_crypte}	T _{eglise_crypte}	RH _{ext_eglise}	RH _{ext_crypte}	RH _{eglise_crypte}
Eté 2011	0.72, 3j5h	0.67, 8j3h	0.93, 5min	0.24, 16h55	-	0.78, -0h55
Aut. 2011	0.70, 1j,4h15	0.70, 1j,2h15	0.998, 0min	0.55, 17h05	-	0.48, -2h
Hiv. 2011	0.66, 6j,6h05	0.49, 9j,3h55	0.93, palier 0min à 24h	0.34, 18h45	-	0.93, 16h50
Print. 2012	0.77, 4j,3h45	0.72, 4j,1h	0.979, 0-	0.27, 3j,16h55	-	0.76, 8j,9h10
Eté 2012	0.69, 7j,4h20	0.59, 19j,4h	0.76, 0+	0.42, 8h30	-	0.53, 40min

tableau 34 : Récapitulatif des couples (r_{\max} , $k(r_{\max})$) pour les différents capteurs et les différentes périodes

D'un point de vue des températures, les corrélations avec l'extérieur sont moyennes (r_{\max} compris entre 0,6 et 0,8), et présentent un décalage important : au mieux une journée en automne, et jusqu'à plusieurs semaines en été 2012 pour la corrélation extérieur-crypte. Les corrélogrammes entre la température extérieure et la température de l'église est représentée Figure 256. Globalement, on observe une corrélation plus rapide et plus importante pour les saisons humides (automne, printemps) que pour les saisons sèches (hiver, été). La corrélation entre l'église et la crypte est, quant à elle, très importante et immédiate.

D'un point de vue de l'humidité relative, il n'existe pas de corrélation entre l'humidité relative extérieure et celle de la crypte. Celle entre l'extérieur et l'église est très faible, et se décale d'environ 17h. Entre l'église et la crypte, la corrélation varie fortement. En 2011, c'est la crypte qui influe sur les données du capteur de l'église. Cette influence diminue durant l'automne, pour s'inverser en hiver, avec une très forte influence de l'église sur la crypte (0,93). Cette influence persiste au printemps, et diminue à l'été 2012.

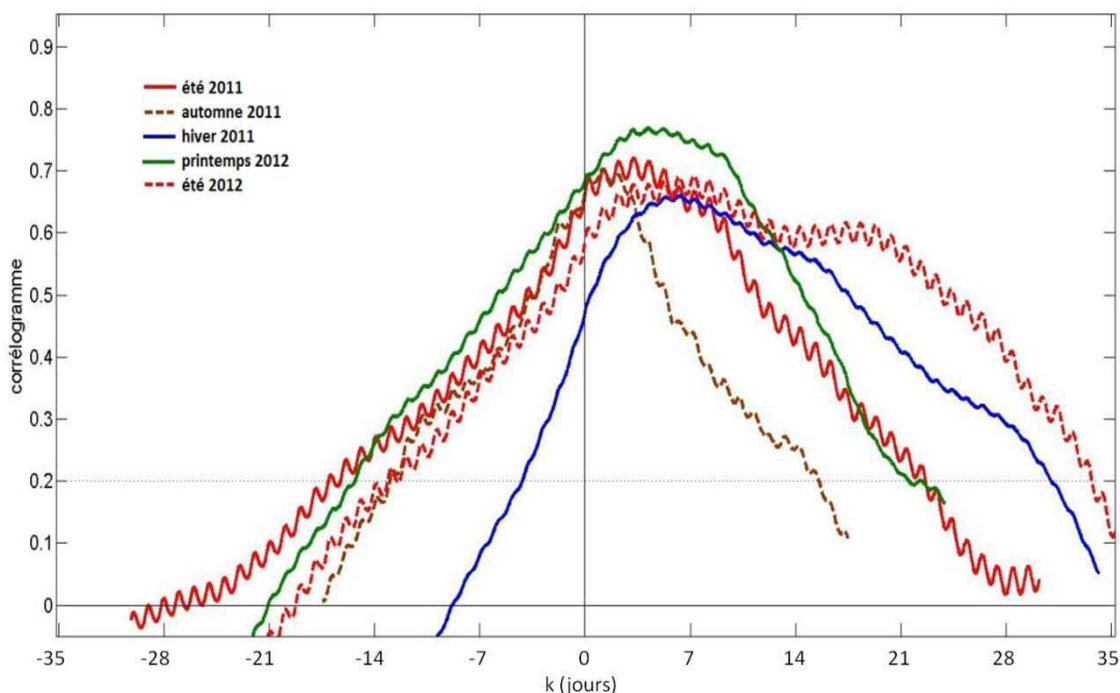


Figure 256 : Corrélogrammes croisés Text_Téglise pour les différentes périodes d'acquisition

14.1.2 Comparaison première instrumentation - instrumentation définitive

Le thermohygromètre extérieur, situé dans une cavité de la maçonnerie, subit le rayonnement et l'inertie de la maçonnerie. C'est pourquoi nous avons installé au plus tôt une station climatique, située à 10 mètres environ de toute construction. Par ailleurs, elle permet également un enregistrement de la pluviométrie, directement sur le site, les stations officielles météo France étant trop éloignées. Le thermohygromètre de la crypte fut également remplacé par un capteur Almemo®, identique à ceux utilisés à l'hypogée et, relié à une station d'acquisition. L'instrumentation prévue dans l'église n'a pas pu être déployée, et les capteurs MSR® ont été maintenus.

Les enregistrements extérieurs (MSR et station climatique) montrent des différences importantes : la station météorologique enregistre des températures plus basses que le capteur mural, de 2,7°C en moyenne. La différence entre les deux températures suit un cycle journalier, et l'écart est plus important le matin, pour se réduire considérablement voire s'annuler dans l'après-midi. La maçonnerie orientée à l'Est capte donc le rayonnement solaire. Le capteur, bien qu'abrité dans une cavité, subit ainsi ce rayonnement, entraînant des valeurs plus importantes.

Régulièrement, la différence de température approche 10°C, voire 15°C. Ces maxima de différence correspondent aux périodes estivales, où les variations climatiques journalières sont très marquées. L'importance de ces variations journalières est enregistrée par la station météo, mais le capteur mural enregistre une température nocturne beaucoup plus élevée, correspondant à la chaleur réémise par la maçonnerie durant la nuit.

Dans la crypte, le MSR® est remplacé par un thermohygromètre Almemo®. Les différences sont peu marquées (0,21°C en moyenne avec un écart-type de 0,07°C). Cette faible différence peut s'expliquer par la résolution des capteurs (MSR : 0,1°C) et leur précision. Le positionnement des capteurs peut également intervenir pour justifier cette différence puisque le MSR® est placé dans un endroit légèrement confiné, moins exposé à la faible convection qui peut exister dans la crypte.

14.1.3 Influence de l'extérieur sur l'intérieur : nouvelle instrumentation

Les deux saisons étudiées correspondent au passage de la période froide à la période chaude. Les températures extérieures croissent, entraînant une augmentation des températures dans l'église et, plus progressivement, dans la crypte. Au début, la température de la crypte est plus importante que celle de l'église, profitant de l'inertie du sol. Cette relation s'inverse à la mi-avril pour les deux années étudiées. L'humidité de la crypte reste très importante durant tout l'enregistrement, supérieures à 90% d'humidité relative. Ces deux années connaissent les valeurs d'humidité les plus basses fin mars-début avril, bien qu'elles restent toujours supérieures à 80%. Les enregistrements dans la crypte présentent davantage d'oscillations journalières, ce qui peut être rapproché de l'emplacement particulier du capteur de la crypte, qui est suffisamment éloigné des murs pour ne pas en subir l'inertie, contrairement au capteur de l'église.

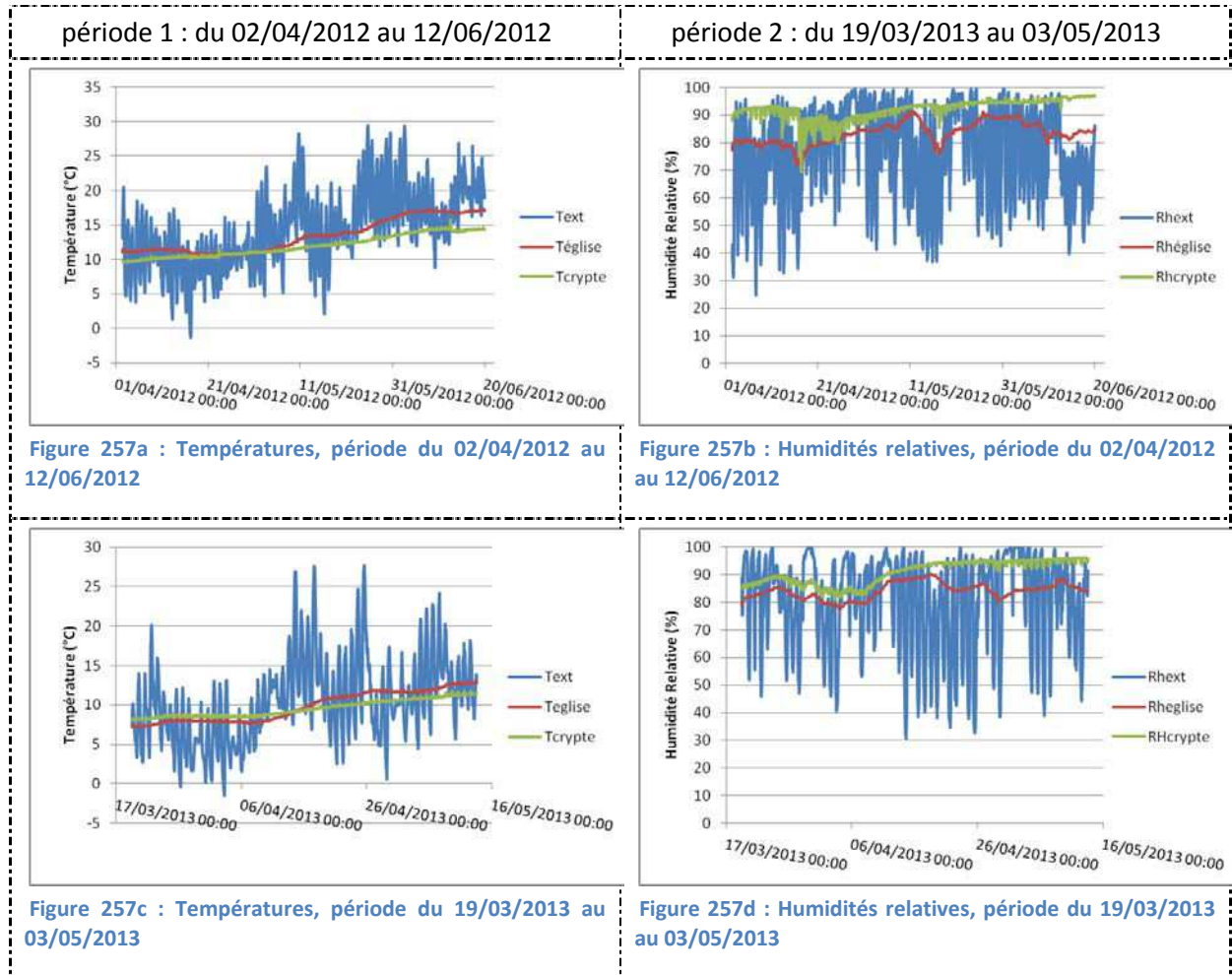


Figure 257 : Evolutions thermo-hygrométriques de deux périodes bimensuelles

Concernant les températures, la corrélation entre les données extérieures et intérieures est moyenne. En 2012, elle monte à 0,64 avec l'église (contre 0,60 pour la crypte), et seulement 0,45 en 2013 pour la crypte (contre 0,48 pour l'église). Il est intéressant de noter le décalage $k(r_{\max})$ de 4 jours environ pour ces corrélations maximales, déjà remarqué avec la première instrumentation (Figure

256). Entre l'église et la crypte, la corrélation est instantanée et très forte : 0,96 en 2012 et 0,98 en 2013.

En ce qui concerne l'humidité relative, il n'y a pas de corrélation entre les données extérieures et les données intérieures : r_{\max} ne dépasse pas 0,25. La corrélation entre l'église et la crypte est moyenne, aux alentours de 0,7, avec un décalage positif d'environ 7h30.

Si les conditions climatiques locales ne semblent pas être la cause principale de l'humidité de la crypte, il nous faut la chercher ailleurs. La crypte de Saint-Marin, située sous le déambulatoire à l'Est de la crypte de Saint-Savin et de Saint-Cyprien, présente un ancien forage dans son plancher. Celui-ci a été bouché à 40cm de profondeur, mais est resté perméable. Le fond, fracturé, permet le passage de l'eau, et permet ainsi de mesurer la hauteur atteinte par la nappe sous la crypte, quand celle-ci est à moins de 40cm de profondeur. Il a ainsi été possible d'enregistrer plusieurs événements au cours de l'hiver 2012-2013. Bien qu'ils semblent être liés, ces événements sont peu proportionnels aux pics de pluviométrie enregistrés localement, et ne permettent pas de corréler les deux phénomènes (Figure 258 et Figure 259). Des pics de pluviométrie apparaissent cependant quelques heures avant les pics caractéristiques de la remontée de la nappe phréatique (Figure 259).

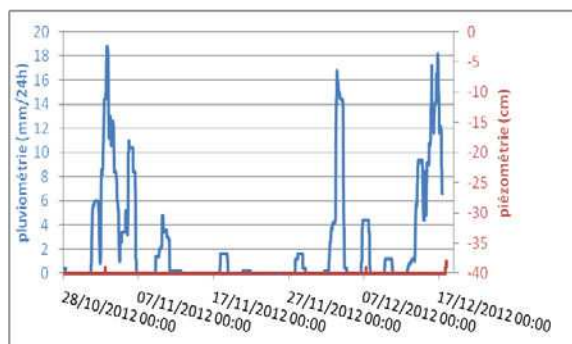


Figure 258 : Relation pluviométrie/piézométrie, automne 2012

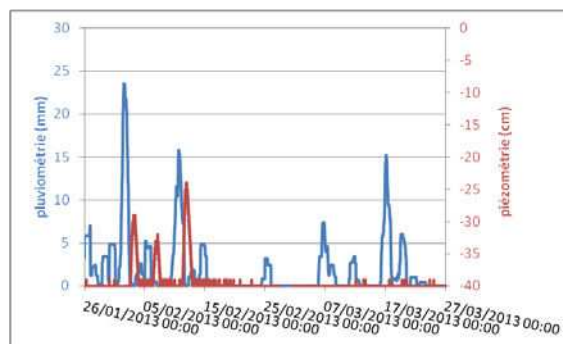


Figure 259 : Relation pluviométrie/piézométrie, hiver 2013

Le niveau piézométrique mesurée sous l'abbatiale a ensuite été comparé au niveau de la Gartempe, dont le lit se situe à une vingtaine de mètres du chœur. La Figure 260 reporte les enregistrements à Montmorillon et à Vicq-sur-Gartempe, situés respectivement à 20 km en amont et en aval de Saint-Savin. Ces données ont été fournies par le Service des Risques Technologiques et Naturels de la Direction Régionale de l'Environnement, de l'Aménagement et du Logement.

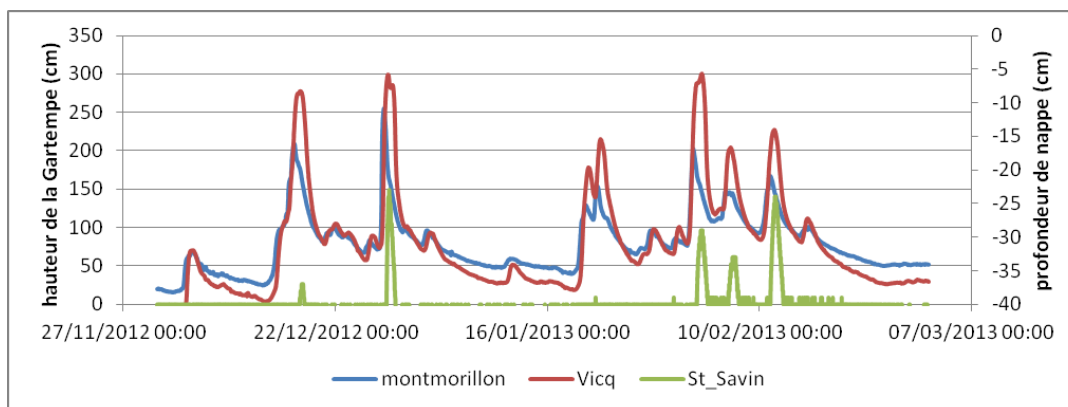


Figure 260 : Niveaux de la Gartempe à Montmorillon (bleu) et à Vicq-sur-Gartempe (rouge), et niveau piézométrique sous l'abbatiale (vert)

Il se dessine une relation nette entre les pics piézométriques et les variations du niveau d'eau à l'exception des pics de la fin janvier 2013. Or, à cette période, la sonde piézométrique que nous avons installée a été retrouvée sortie du piézomètre, ce qui laisse supposer une intervention humaine et une absence de données concernant les pics de la Gartempe du 20/01/2013 et du 22/01/2013. Ces informations tirées du piézomètre plafonnée à -40cm ne nous permettent pas d'effectuer une analyse corrélatoire, mais il faut souligner que nous obtenons à Saint-Savin un niveau piézométrique supérieur à -40cm lorsque le niveau de Montmorillon dépasse 1,5m, avec un retard de 14 heures en moyenne. Cet écart dépend également du volume des précipitations et de leur localisation, ainsi que du niveau de la nappe à Saint-Savin avant la montée des eaux. La relation avec le niveau de Vicq-sur-Gartempe est peu évidente : le niveau de la Gartempe monte plus rapidement à Vicq que à Saint-Savin bien qu'il soit situé plus en aval. L'Anglin, affluent de la Gartempe à Vicq, en est la raison.

Le niveau piézométrique enregistré correspond donc aux variations de la nappe d'eau sous l'abbatiale, et est fortement influencé par la Gartempe s'écoulant à proximité. La question se pose alors de l'influence de ce niveau de nappe sur les conditions hydriques de la crypte. S'il est impossible de quantifier cette influence du fait du palier à -40cm, empêchant une analyse corrélatoire, l'observation des résultats de la première quinzaine de Février 2013 permet de la qualifier. La Figure 261 présente les enregistrements d'humidité relative dans la crypte et de la piézométrie dans la seconde crypte durant cette période. Trois pics représentatifs du niveau de la nappe y sont enregistrés. Or, ces pics n'entraînent pas d'augmentation de l'humidité relative dans la crypte pendant ou après l'élévation de la nappe. Au contraire, les deux premiers pics du niveau d'eau sont précédés d'une augmentation significative de l'humidité relative dans la crypte, le troisième pic étant lui précédé d'une augmentation plus ténue.

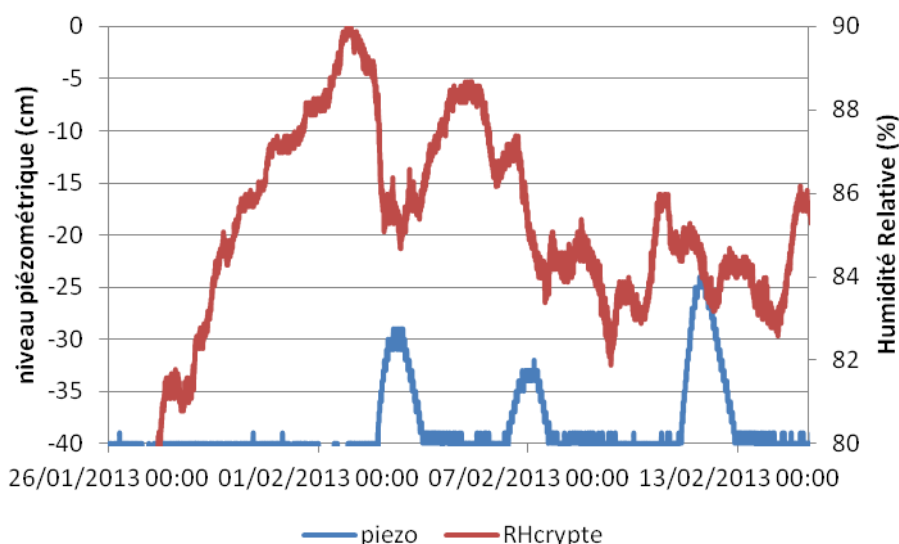


Figure 261 : Crues de la Gartempe et Humidité relative de la crypte

Ces résultats peuvent s'interpréter par une absence d'influence du niveau de nappe sur l'humidité de l'air dans la crypte. Au contraire, celle-ci semble réagir plus promptement à un signal tiers, influençant par la suite le niveau phréatique.

Nous avons remarqué que les pics de pluviométrie, tout comme les pics d'humidité dans la crypte, apparaissent plusieurs heures avant la montée de la nappe. Les comparaisons des paramètres de pluviométrie et d'humidité relative et absolue de la crypte sont représentés Figure 262.

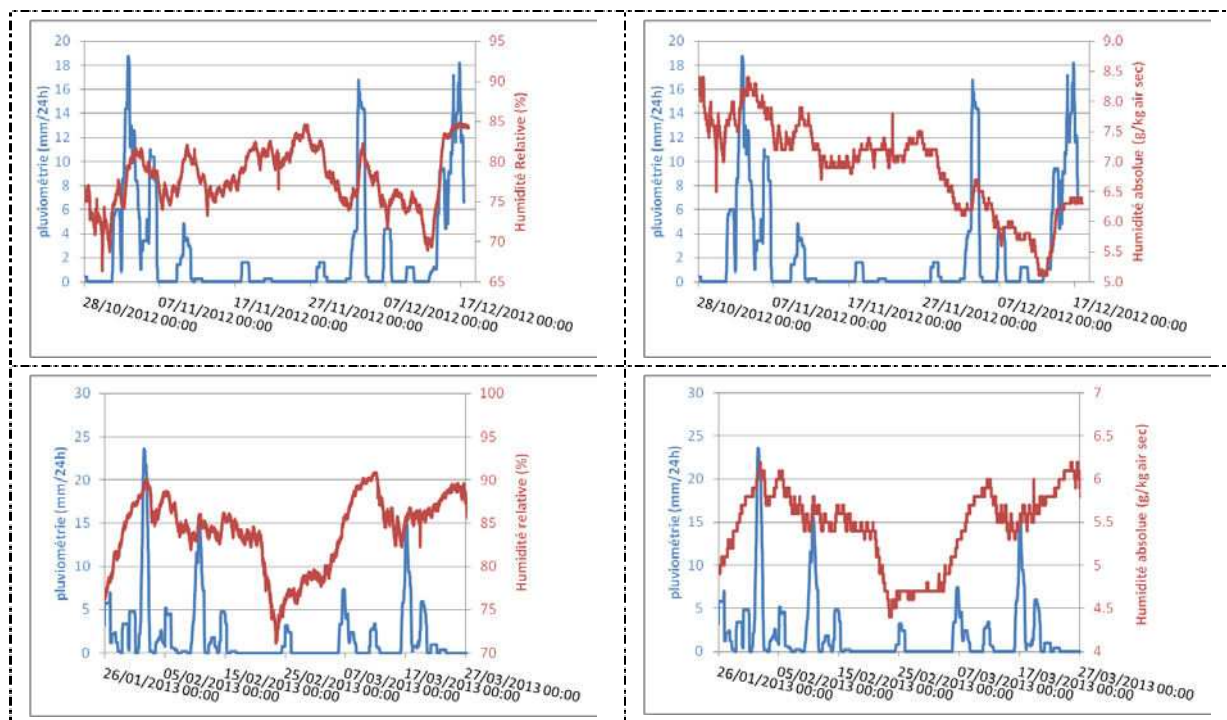


Figure 262 : Evolution des humidités relative et absolue de la crypte et de la pluviométrie pour les périodes du 28/10/2012 au 17/12/2012 et du 26/01/2013 au 27/03/2013.

Finalement, les élévations brusques d'humidité absolue correspondent quasi-systématiquement à des pluviométries importantes. Les humidités relatives peuvent également être corrélées à la pluviométrie, mais montrent des augmentations non justifiées, dues à des baisses de température. Toutefois, le type de données de pluviométrie (palier) ne nous permet pas de mener une analyse corrélatrice pour quantifier cette influence. La forte humidité de la crypte semble donc davantage liée aux précipitations qu'aux fluctuations du niveau de la Gartempe ou de l'humidité extérieure ou à l'intérieur de l'église. Pourtant, sa position au centre de l'abbatiale aurait dû la prévenir de toute influence des pluies. On peut ainsi s'interroger sur le rôle joué par les infiltrations sous l'abbatiale, pouvant être causées par un drainage et par une évacuation des eaux pluviales inadéquats.

14.2 Zone fissurée

14.2.1 Première instrumentation

1- descriptif des appareils

La première instrumentation est constituée de quatre capteurs de contact ATAL[®], de type Pt100 (résistance de 100Ω, en platine). Ces capteurs, habituellement vissés dans la maçonnerie, sont ici plaqués sur la paroi de part et d'autre de la zone fissurée : le capteur T1 est situé sur la partie colonisée par le voile blanc (côté Est), T2 à la frontière zone colonisée/zone propre, T3 proche des fissures, côté Ouest, et T4 proche des ouvertures avec l'église (Ouest). Bien que très adaptés à une mesure de contact et présentant une précision correcte ($\pm 0,15 + 0,002 * T(^{\circ}\text{C})$), ces capteurs sont reliés à une centrale d'acquisition qui ne permet pas de stocker plus d'un mois de données pour un pas de temps d'acquisition de 5 minutes. C'est pourquoi la durée d'étude est séparée en sept périodes, correspondant aux périodes enregistrées.

Nom fichier	Date début	Date fin
a)	29/07/2011 14h30	26/08/2011 19h30
b)	31/10/2011 15h40	22/12/2011 15h40
c)	02/04/2012 9h50	23/04/2012 10h10
d)	23/04/2012 10h20	12/06/2012 14h30
e)	09/07/2012 15h10	04/09/2012 01h10
f)	24/10/2012 10h20	18/12/2012 15h20
g)	19/03/2013 10h30	13/05/2013 15h00

tableau 35: Liste des périodes de mesure au voisinage de la fissure, première instrumentation

Les enregistrements sont reportés en Figure 263. Quelle que soit la période considérée, les quatre signaux enregistrés sont quasiment confondus. Le capteur T2 enregistre sur certaines périodes des valeurs supérieures, de même que le capteur T4 enregistre des valeurs inférieures. Toutefois, ces différences sont inférieures à la précision des capteurs (environ 0.2°C) et ne peuvent donc pas être considérées comme significatives.

Les corrélogrammes croisés confirment cette observation. Ils sont parfaitement centrés en 0 avec des indices de corrélation compris entre 0,98 et 1. Cependant, une exception peut être faite pour la troisième période, où un décalage de cinq minutes est observé entre les capteurs T2 et T3 (décalage positif). Bien que la corrélation maximale est obtenue sans décalage pour les deux autres corrélations, les corrélogrammes sont légèrement désaxés : en positif pour la relation T1-->T2, et en négatif pour la relation T3-->T4. Cette évolution traduit l'influence des extrémités de l'instrumentation vers le centre.

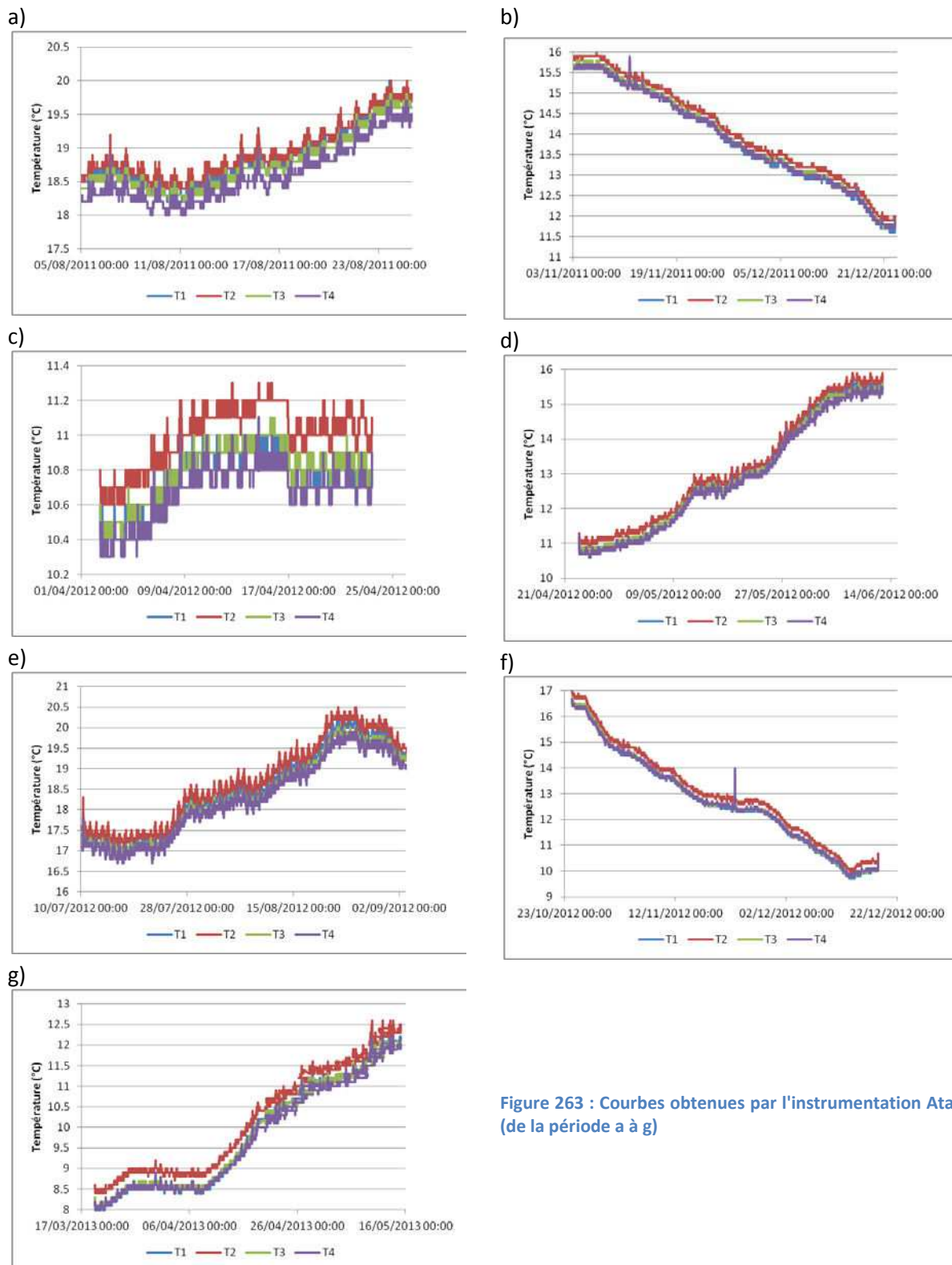
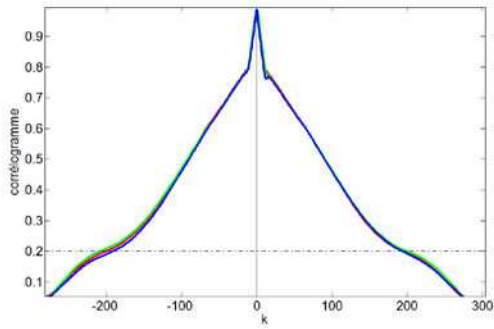
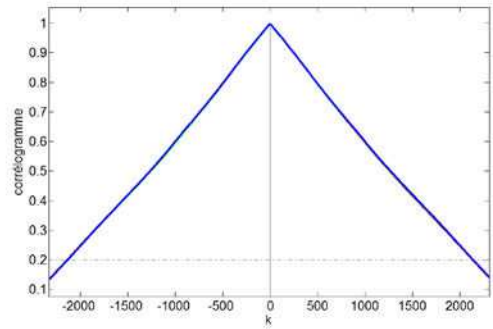


Figure 263 : Courbes obtenues par l'instrumentation Atal® (de la période a à g)

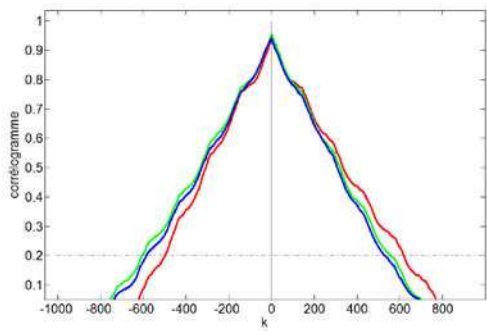
a)



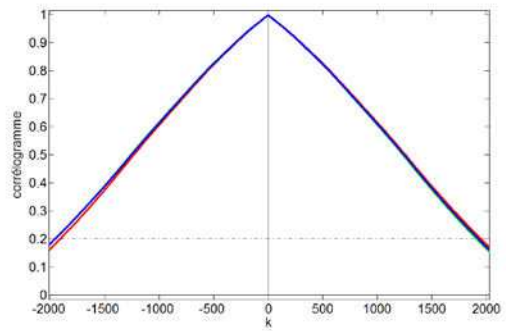
b)



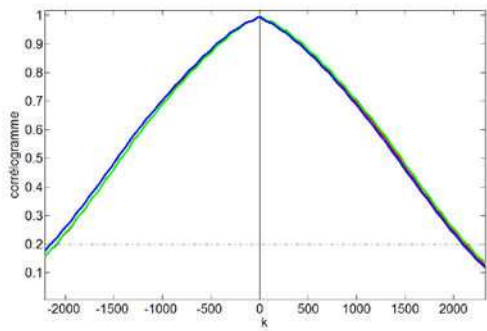
c)



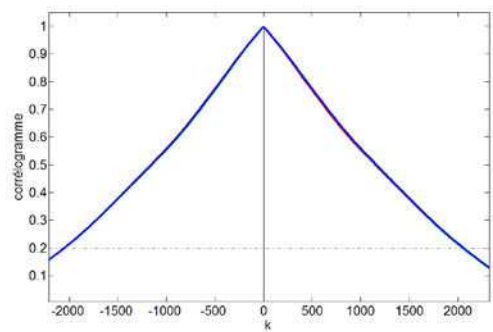
d)



e)



f)



g)

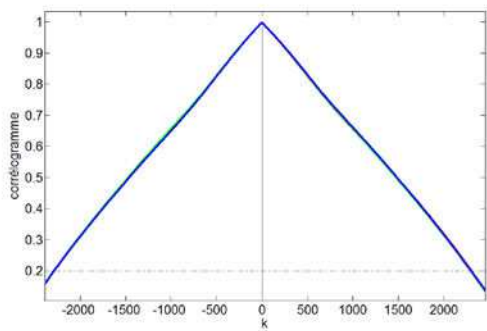


Figure 264 : Corrélogrammes croisés des 7 périodes étudiées. Rouge : T1 en entrée, T2 en sortie. Vert : T2 en entrée, T3 en sortie. Bleu : T3 en entrée, T4 en sortie.

14.2.2 Seconde instrumentation

La seconde instrumentation a été installée sur une station d'acquisition Ahlborn®, permettant un stockage sur plusieurs années sans interruption. Ces capteurs sont de type CTN (coefficient de température négatif), avec une précision inférieure à 0,1°C pour la plage concernée par le bâtiment. La numérotation de la nouvelle instrumentation correspond à celle de la précédente, et les nouveaux capteurs sont placés à proximité des anciens, laissés en place (Figure 265). Certaines de nos interventions ont nécessité des acquisitions pendant plusieurs heures, et par conséquent, nous avons découpé la période de mesure en quatre :

Nom fichier	Date début	Date fin
a)	02/04/2012 10h35	12/06/2012 13h30
b)	12/06/2012 15h15	09/07/2012 14h30
c)	09/07/2012 17h15	24/10/2012 09h10
d)	24/10/2012 10h05	13/05/2013 14h20

Tableau 36: Liste des périodes de mesure au voisinage de la fissure, seconde instrumentation

Lors des deux premières périodes, on remarque un décrochage du capteur T2 : il s'est détaché du contact et enregistre la température de l'air, plus froide (Figure 266, a et b). On remarque également qu'en période de réchauffement, un gradient s'installe : le capteur T4 (partie Ouest, côté église) mesure des températures plus fortes que les capteurs T3, puis T2, puis le plus froid, T1. Durant cette même période on observe que les oscillations journalières sont d'autant plus marquées que l'on se rapproche du côté Ouest. En période de refroidissement, les variations journalières ne sont pas marquées, et les quatre capteurs sont confondus (Figure 266, c et d).

Les corrélogrammes des deux premières périodes sont marqués par le décrochage du capteur T2 (Figure 267). Cependant, les deux corrélogrammes qui le font intervenir (T1-->T2 et T2-->T3) sont parfaitement symétriques, ce qui équivaut à associer à T1 et T3 une corrélation quasi parfaite, comme on l'observe pour T3-->T4. Pour la première période, l'influence du détachement est faible, car il arrive tardivement dans l'enregistrement. En revanche, pour la seconde période, le corrélogramme est plus fortement marqué, avec un palier qui perdure jusqu'à ce que le décrochage ne soit plus pris en compte.



Figure 265: Instrumentation de la fissure. Les premiers capteurs sont placés à l'intérieur de la baguette blanche.

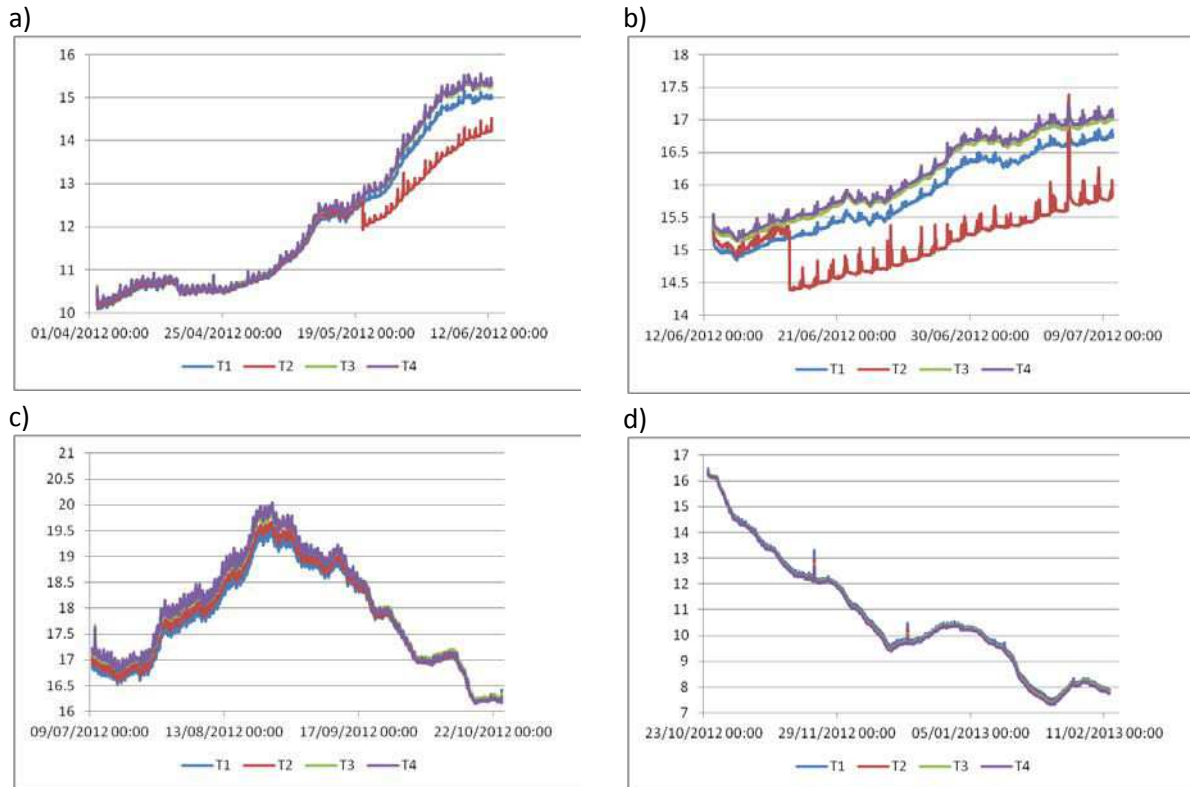


Figure 266 : Courbes obtenues avec l'instrumentation Ahlborn® (périodes a) à d)).

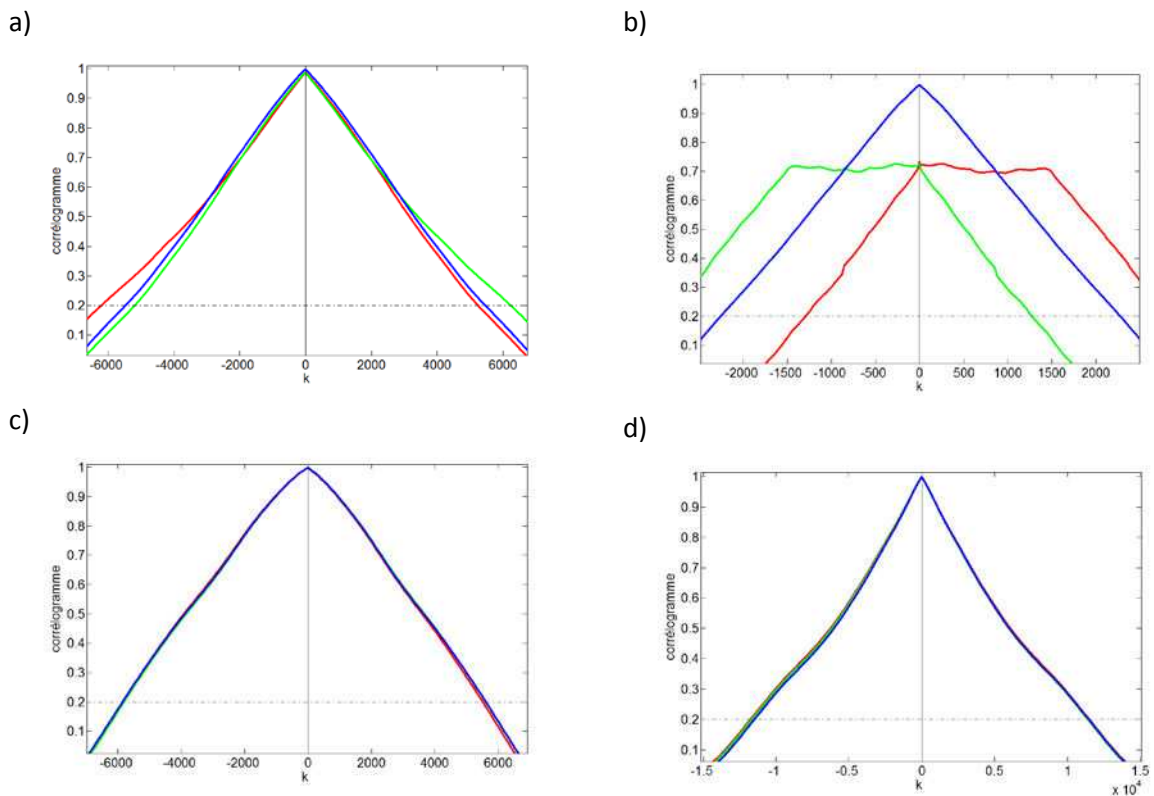


Figure 267 : Corrélogrammes croisés des 4 périodes analysées. Rouge : T1 en entrée, T2 en sortie. Vert : T2 en entrée, T3 en sortie. Bleu : T3 en entrée, T4 en sortie.

14.3 Conclusion de l'étude de la crypte de Saint-Savin

Un suivi microclimatique a été effectué à l'Abbaye de Saint-Savin sur Gartempe, centré sur deux axes : d'une part, l'influence de l'extérieur sur les conditions climatiques de la crypte, et d'autre part sur la problématique du voile blanc qui subsiste sur les parois dans la crypte.

Les mesures effectuées, associées à des mesures corrélatoires, ont permis d'écartier les excès d'humidité extérieure et les fluctuations du niveau de la Gartempe comme causes de l'importante humidité dans le faible volume intérieur de la crypte. La cause la plus probable réside dans la pluviométrie et le non contrôle du drainage des eaux qui s'infiltrent et atteignent la crypte.

Pour comprendre le développement du voile blanc à la surface des peintures, nous avons procédé à des mesures de température à cheval sur une zone propre et une zone contaminée, dans l'objectif d'observer une différence comportementale. La zone propre étant traversée par une fissure, l'hypothèse était que des conditions microclimatiques particulières de cette zone inhibent le développement microbologique. Les mesures effectuées réfutent cette hypothèse, du moins en ce qui concerne les températures. Tous les enregistrements présentent des évolutions identiques et simultanées, dans la mesure de la précision de nos appareils. Des mesures d'humidité de contact permettraient peut être de mettre en évidence des différences.

Quoiqu'il en soit, les essais de nettoyage effectués sont efficaces puisqu'on ne détecte à l'œil nu aucune reprise de l'activité biologique dans les zones nettoyées. Un suivi de ces zones d'essais permettra de définir un protocole d'entretien continu et de maintenance, incluant une fréquence de nettoyage si besoin.

Conclusion

Les milieux inorganiques poreux sont sujets à d'importants transferts d'ordre hydrique et thermique. L'étude de ces transferts complexes est d'autant plus importante que les variations de teneur en eau et de température sont les principaux vecteurs de dégradations des matériaux, qu'elles soient de nature biologique, physique ou chimique. Une connaissance approfondie de la microstructure et de la composition minéralogique des matériaux est indispensable pour expliquer de manière précise les mécanismes de transferts. C'est pourquoi neuf roches du seuil du Poitou ont été caractérisées d'un point de vue pétrophysique et pétrographique. Parmi ces matériaux, quatre calcaires ont été sélectionnés, d'une part pour leur homogénéité, et d'autre part pour leurs caractéristiques particulières:

- Le calcaire oolithique de Brétigny (BRE), de moyenne porosité (19,1%), est caractérisé par sa macroporosité inter-oolithique ;

- Le calcaire micritique de Migné (CHA), de moyenne porosité (21,8 %), ne présente que la microporosité de la pâte micritique ;

- Le calcaire lithographique de la carrière du Ricou (RLI), de faible porosité (5,2 %), ne présente également qu'une microporosité inter-grains ;

- Le tuffeau de Saumur (TUF) : de forte porosité (48%), montre une porosité étendue de la macroporosité jusqu'à l'infra-porosité,

Le grès de Fontainebleau (GRE) complète le panel d'échantillons en représentant les matériaux détritiques siliceux employés en pierre de taille, de faible porosité (6,3%).

Des échantillons cubiques, de 5 cm de côté, ont été taillés dans les différentes roches. Les différentes faces des cubes ont été polies de manière à obtenir différents états de surface pour le même échantillon. Ces états de surface ont été caractérisés par rugosimétrie afin d'en étudier l'influence sur les mesures de conductivité thermique en surface par la méthode du fil chaud.

La méthode simplifiée du fil chaud employée ici ne concurrence pas les techniques récentes de mesure de la conductivité thermique, qui donnent des résultats très précis pour des phases pures. Ces techniques, même pour les solides, nécessitent de multiples capteurs, comme plusieurs fils chauds, des ponts électroniques, des combinaisons thermocouple/fil chaud, qui sont placés au cœur du matériau testé. Ce travail de thèse a visé une technique de mesure simplifiée à un seul fil chaud. La méthode a montré son efficacité pour la mesure de conductivité thermique des matériaux de construction de type béton, mortier et briques de terre crue lorsque le fil est inséré dès la fabrication. Elle permet une mesure rapide, fiable, répétitive et peu onéreuse. Elle a ainsi été utilisée pour suivre la dessiccation de briques de terre crue, mais aussi pour suivre la prise d'éco-bétons et déterminer leur conductivité thermique à moindre coût sur un nombre important d'éprouvettes à différentes échéances.

Cette méthode simplifiée a également montré son efficacité lorsqu'elle est appliquée en surface des cinq roches étudiées. L'application d'un fil chaud sur une surface, accolé à un isolant, permet en

effet de mesurer la conductivité thermique du matériau, quel que soit son état rugosimétrique de surface.

La méthode permet d'autre part de suivre l'évolution de conductivité thermique en fonction de la teneur en eau du matériau. La courbe d'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau suit une loi logarithmique inverse. A ce jour, cette évolution permet d'utiliser la méthode du fil chaud pour déterminer des teneurs en eau élevées d'un matériau (>60%), ou encore comme capteur de type binaire, très humide ou peu humide (< 60%). En effet, l'évolution peu contrastée de la conductivité thermique pour des faibles teneurs en eau, associée aux approximations de mesures, ne permet pas l'utilisation de la technique pour déterminer des teneurs en eau inférieures à 60%. S'il est possible de solutionner en partie ce problème en ayant recours à des méthodes plus adaptées aux mesures par la surface (hot disk®, plan chaud, CT-mètre), l'évolution de la conductivité thermique suivant une courbe logarithmique inverse, telle qu'elle a été observée est une propriété intrinsèque des matériaux poreux qui rendra toujours la mesure des faibles teneurs en eau approximative.

Tous les essais présentés ici ont été effectués en laboratoire. S'agissant du transfert de technologie aux besoins du terrain, des travaux ont été initiés pour miniaturiser l'appareillage. Le programme de commande développé sous Labview® peut être transposé directement, après quelques modifications concernant la communication avec les appareils de mesure. Le capteur en lui-même sera légèrement modifié, en particulier pour remplir les conditions de contact exigées (force de pression). Néanmoins, la relation conductivité thermique – teneur en eau étant fonction de la composition minéralogique et de la microstructure du matériau, un étalonnage préalable du matériau est nécessaire pour en quantifier son état de saturation en eau.

D'autres perspectives s'ouvrent : la méthode peut être appliquée pour cartographier une zone humide ou un front d'humidification par mesures multipoints ou par un fil continu (sur matériaux identiques), par exemple dans le cas de remontées capillaires actives dans les soubassements des monuments.

Des études microclimatiques ont été effectuées sur deux sites patrimoniaux au cours de ces trois années. A l'hypogée des Dunes, chapelle funéraire souterraine dont le toit s'est écroulé et qui a ensuite été recouvert par un bâtiment au début du XX^{ème} siècle, l'enregistrement a commencé au printemps 2011 et s'est terminé à la fin du printemps 2013. Un ensemble de douze thermohygromètres, de deux capteurs de température de contact et une station météorologique ont enregistré les données toutes les cinq minutes. Une observation "classique" permet de visualiser certaines évolutions de températures et d'hygrométrie, mais l'interprétation des mesures est longue et fastidieuse sur de si grands nombres de données. L'analyse corrélatoire a été développée et appliquée aux données microclimatiques du site pour prendre en compte le maximum de données et en extraire les lois générales de comportement. En se basant sur les études des covariances entre les signaux, cette méthode a permis de déterminer les flux thermiques et hydriques dans l'enceinte du bâtiment. Elle a également permis de documenter l'impact d'une perturbation définitive comme la dépose de la dalle béton et la création du sas d'entrée dans l'hypogée.

Ainsi, l'analyse effectuée sur les enregistrements de l'Hypogée a permis d'identifier l'apport thermique par la porte d'accès et de montrer que la mise en place du sas est responsable du blocage du flux d'air dans le sens longitudinal. Sur le plan vertical, où neuf thermohygromètres ont été installés, les flux thermiques se font en avec une vitesse maximale au centre de l'hypogée et

dépendent de la saison prise en considération (importance des gradients, voire inversion). Dans cette partie centrale de l'Hypogée, la mise en place du sas et la dépose de la dalle béton n'ont pas eu d'influence du point de vue thermique.

L'humidité est globalement importante (moyenne mensuelle >70% pour tous les capteurs) quelles que soient les saisons, dans l'hypogée et montre une diminution du sol vers le toit preuve d'un apport hydrique par le sol. Après travaux, les valeurs enregistrées sont beaucoup plus élevées qu'avant travaux, et les moyennes mensuelles sont toutes supérieures à 85%. Cette augmentation de l'humidité peut être provoquée par un confinement accru de la pièce dû à la mise en place du sas. Cet état est probablement aggravé encore par la dépose de la dalle béton lors des travaux, qui a permis un séchage accéléré des sols et donc une libération d'humidité dans l'enceinte de l'hypogée. Malgré des conditions climatiques peu favorables à la compréhension de l'influence des travaux (périodes très sèches avant travaux et très humides après), l'analyse corrélatoire a apporté des conclusions significatives et a permis de caractériser et de comprendre les comportements spatiaux des flux de température et d'humidité. L'exploitation des mesures par cette méthode originale permet d'envisager des modélisations qui permettront d'établir des diagnostics prédictifs et de servir d'aide à la décision en matière de conservation.

A l'Abbaye de Saint-Savin sur Gartempe, l'étude microclimatique s'est focalisée sur deux axes : d'une part, l'influence de l'extérieur sur les conditions climatiques à l'intérieur de la crypte, et d'autre part sur l'incidence de l'environnement et du microclimat sur la persistance du voile biologique qui tapisse les parois peintes de la crypte. Les mesures effectuées ont été traitées par analyse corrélatoire. Elles permettent d'écarter les excès d'humidité extérieures et les fluctuations du niveau de la Gartempe comme causes de l'importante humidité dans le volume intérieur de la crypte. La cause la plus probable réside dans la pluviométrie et le mauvais contrôle du drainage des eaux qui s'infiltrent et atteignent la crypte. Concernant le voile biologique, l'hypothèse était que des conditions microclimatiques particulières d'une "zone propre" inhibent le développement microbiologique. Les mesures effectuées réfutent cette hypothèse, du moins en ce qui concerne les températures. Des mesures d'humidité de contact, par exemple en utilisant la méthode du fil chaud permettrait peut être de mettre en évidence des différences.

Finalement, si ces transferts de technologies vers le domaine de la conservation du bâti ancien se sont avérés adaptés, d'autres méthodes peuvent également être développées. Par quelques essais préliminaires, nous avons testé le transfert de la tomographie électrique, utilisée pour décrire les abords de l'hypogée des Dunes, à des problématiques d'hétérogénéité des maçonneries. La difficulté principale, une fois de plus, réside dans la nécessité d'appliquer un contact non invasif. Des électrodes en bentonite ont été testées et montrent des résultats prometteurs. Une seconde difficulté provient du changement d'échelle de la méthode, nécessitant une adaptation du matériel employé.

Conclusion

Bibliographie

Académie de Rennes, 2010. *Dossier des propriétés des matériaux et des fluides*. [En ligne].

Archie, G., 1942. The electrical resistivity log as an aid in determining some reservoir characteristics. *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, Issue 146, pp. 54-62.

Assael, M.-J., Antoniadis, K.-D., Kakosimos, K.-E. & Metaxa, I.-N., 2008. An Improved Application of the Transient Hot-Wire Technique for the Absolute Accurate Measurement of the Thermal Conductivity of Pyroceram 9606 up to 420 K. *International Journal of Thermophysics*, Volume 29, pp. 445-456.

Beaglehole, D., Radlinska, E. Z., Ninham, B. W. & Christenson, H. K., 1991. Inadequacy of Lifshitz Theory for Thin Liquid Films. *Physical Review Letters*, 66(16).

Beck, K., 2006. *Etude des propriétés hydriques et des mécanismes d'altération de pierres calcaires à forte porosité*, s.l.: Université d'Orléans.

Bejan, A. & Kraus, A. D., 2003. *Heat Transfer Handbook*. s.l.:Wiley.

Bell, J. M. & Cameron, F. K., 1906. The flow of liquids through capillary spaces. *Journal of Physical Chemistry*, Volume 10, pp. 658-674.

Benenati, R. & Brosilow, C., 1962. Void fraction distribution in beds of spheres. *AIChE Journal*, Volume 8, pp. 359-361.

Bernardi, A., 2008. *Microclimate inside Cultural Heritage buildings*. Padova: il prato.

Bernard, M., Dudoignon, P., Chevallier, C. & Pons, Y., 2006. Shrinkage and subsidence in a marsh soil : measurements and preliminary model. *Soi Sci. Soc. Am. J.*, Issue 70, pp. 1834-1842.

Bouanani, A., 2004. *Hydrologie, transport solide et modélisation*. Tlemcen: Thèse de doctorat.

Bourret, J., 2012. *Elaboration de céramiques alvéolaires à base de kaolin : propriétés thermiques et mécaniques*. Limoges: Thèse de doctorat.

Bousquié, P., 1979. *Texture et porosité des roches calcaires*, Paris: Thèse de doctorat.

Bousta, F. & François, A., 2013. *note scientifique MI-13-07. Problème de contamination biologique, Hypogée des Dunes*, Champs-sur-Marne: LRMH.

Bromblet, P., Leroux, L. & Oriol, G., 2002. L'impact de l'environnement sur les altérations des pierres en oeuvre. *Pierre Actual*, Issue 790, pp. 58-68.

Buckingham, E., 1907. Studies on the movement of soil moisture. *U.S. Dept. Agr. Bur. Soils Bull.*, Volume 38.

- Calvet, R., 2003. *Le sol, propriétés et fonctions, tome2, phénomènes physiques et chimiques, applications agronomiques et environnementales*. s.l.:France Agricole Editions.
- Cardell, C. et al., 2003. Salt-induced decay in calcareous stone monuments and buildings in a marine environment in SW France. Volume 17 165-179.
- Carslaw, H.-S. & Jaeger, J.-C., 1959. *Conduction of Heat in solids, 2nd edition (1990)*. s.l.:Clarendon Press.
- Ceaglske, N. H. & Hougen, O. A., 1937. The drying of granula soils.. *Trans. Am. Inst. Chem. Eng.*, Volume 33, pp. 238-314.
- CEPMR, CNRS, 2005. *Projet de conservation en place des enduits peints, Rapport d'intervention*, Soissons: s.n.
- Cerezo, V., 2008. *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique*. Lyon: Thèse de doctorat.
- Chitty, W.-J., Dillmann, P., L'Hostis, V. & Lombard, C., 2005. Long-term corrosion resistance of metallic reinforcements in concrete - a study of corrosion mechanisms based on archaeological artefacts. *Corrosion Science*, Volume 47, pp. 1555-1581.
- Clapeyron, M. C., 1834. Mémoire sur la puissance motrice de la chaleur. *Journal de l'Ecole Polytechnique*, Issue 23, pp. 153-190.
- Colas, E., 2011. *Impact de l'humidité et des solutions salines sur le comportement dimensionnel de grès du Buntsandstein : contribution à la sélection de faciès de restauration*, Reims: thèse de doctorat.
- Construire en Chanvre, 2007. *Règles Professionnelles d'exécution*. s.l.:SEBTP.
- Correns, C., 1949. Growth and dissolution of crystals under linear pressure. *Discussions of the Faraday Society*, Volume 5, pp. 267-271.
- Cranck, J., 1975. *The Mathematics of Diffusion*. Oxford: Clarendon Press.
- Daïan, J.-F., 2010. *Equilibre et transferts en milieux poreux*, s.l.: HAL.
- de Gennes, P.-G., 1985. Wetting : statics and dynamics. *Reviews of Modern Physics*, Issue 57, pp. 827-863.
- de Groot, S. R. & Mazur, P., 1962. *Non-equilibrium Thermodynamics*. Amsterdam: North Holland.
- De Vries, D. A. & Kruger, A. J., 1967. *On the value of the diffusion coefficient of water vapour in air*. Paris, Colloques Internationaux, CNRS.
- Desarnaud, j., 2010. Mécanisme de croissance et de dissolution de cristaux de KCL sous charge. *Thèse de doctorat*.
- Djéran-Maigre, I. et al., 1998. Evolution of microstructure and of macroscopic properties of some clays during experimental compaction. *Marine and petroleum geology*, Volume 15(2) :109-128.
- dos Santos, W. N., 2002. Effect of moisture and porosity on the thermal properties of a conventional refractory concrete. *Journal of the European Ceramic Society*.

Dudoignon, P., Gélard, D. & Sanmartino, S., 2004. Cam-clay and hydraulic conductivity diagram relations in consolidated and sheared clay-matrices. *Clay Minerals*, Volume 39(3) : 267-279.

Dunham, R., 1962. Classification of carbonate rocks according to depositional texture. *Classification of Carbonate Rocks : AAPG Mem.*, Volume 1, pp. 108-122.

Dussan, V. E. & Davis, S. M., 1974. On the motion of the fluid-fluid interface along solid surface. *Journal of fluid Mecchanics*, 1(65), pp. 71-95.

Elbern, V. H., 1986. La stèle du christ crucifié à l'Hypogée des Dunes. *Bulletin de la Société des Antiquaires de l'Ouest et des musées de Poitiers*, 19(3), pp. 487-491.

Eptsein, N., 1989. On tortuosity and the tortuosity factor in flow and diffusion through porous media. *Chemical Engineering Science*, 3(44), pp. 777-779.

ERM, 2002. *Analyse des matériaux, et études complémentaires 1 et 2*, s.l.: s.n.

Fick, A., 1855. *Ueber Diffusion*. Zürich: s.n.

Fiers, B., 2009. *Transfert de Chaleur en proche paroi en dispersion dans un milieu poreux granulaire. Application aux réacteurs en lits parcourus par un fluide gazeux*. Nancy, INPL: s.n.

Flatt, R. J., Steiger, M. & Scherer, G. W., 2007. A commented translation of the paper by C.W. Correns and W. Steinborn on crystallization pressure. *Environmental Geology*, 52(2).

Folk, R., 1959. Pratical petrographic classification of limestones. *AAPG Bull.*, Volume 43, pp. 01-38.

Folk, R. L., 1968. *Petrology of sedimentary rocks*. Austin: Hemphill Publishing Company.

Garnier, J.-P. et al., 2008. A new Transient Hot-Wire Instrument for Measuring the Thermal-Conductivity of electrically Conducting and Highly Corrosive Liquids using small samples. *International Journal of Thermophysics*, Volume 29, pp. 468-482.

Gatley, D. P., 2004. Psychrometric Chart celebrates 100th anniversary. *ASHRAE Journal*, 11(46), pp. 16-20.

Giese, M., 1997. Untersuchung der Strömung in porösen Medien unter Berücksichtigung effektiver Viskositäten. *Thèse de Doctorat*.

Goldstein, J. et al., 2003 . *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis (3rd edition)*. s.l.:Springer.

Haines, W. B., 1927. Studies in the physical properties of soil IV : a further contribution to the theory of capillary phenomena in soil. *Journal of Agricultural Science*, Volume 17, pp. 264-290.

Hames, V., Lautridou, J.-P., Ozer, A. & Pissart, A., 1987. Variations dilatométriques de roches soumises à des cycles humidification/séchage. *Bulletin de l'Association française pour l'étude du quaternaire*, 24(3), pp. 133-138).

Hammecker, C., Mertz, J., Fisher, C. & Jeanette, D., 1993. A geometrical model for numerical simulation of capillary imbibition in sedimentary rocks. *Transport in porous media*, Volume 12, pp. 125-141.

Hillel, D., 1971. *Soil and water. Physical principle and processes..* s.l.:Academic Press, Elsevier.

- Houston, A. J., 1994. La carbonatation du béton dans les bâtiments canadiens (1994). *La Société Canadienne d'Hypothèques et de Logement*, Volume 93-218.
- Huang, J. H., 1971. Effective thermal conductivity of porous rocks. *Journal of Geophysical Research*, Volume 76, pp. 648-655.
- Jannot, Y., 2005. *Air Humide*. [En ligne].
- Jenkins, G. M. & Watts, D. G., 1969. *Spectral analysis and its applications*. s.l.:Holden-Day.
- Jougnot, D. & Revil, A., 2010. Thermal conductivity of unsaturated clay-rocks. *Hydrogeology and Earth System Sciences*, Volume 14, pp. 91-98.
- Joussot, R., 2010. *Etude, caractérisation et amélioration d'un actionneur plasma - Application au contrôle de la transition d'une couche limite de Blasius*. Limoges: Thèse de doctorat.
- Knibbe, P. G., 1986. The end-effect error in the determination of thermal conductivity using a hot-wire apparatus. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 29(3), pp. 463-473.
- Kohout, M., Collier, A. & Stepanek, F., 2004. Effective thermal conductivity of wet particle assemblies. *International Journal of Heat and Mass transfer*, Volume 47, pp. 5565-5574.
- Kozeny, J., 1927. Ueber kapillare Leitung des Wassers im Boden,. *Stizungsberichte, Akademie der Wissenschaften*, Issue 136.
- Krapez, J.-C., 2007. Mesure de l'effusivité thermique, méthode par contact. *Techniques de l'Ingénieur*.
- Kunii, D. & Smith, J. M., 1960. Heat transfer characteristics of porous rocks. *AIChE Journal*, Volume 6, pp. 71-78.
- Larocque, M., 1997. *Intégration d'approches quantitatives de caractérisation et de simulation des aquifères calcaires fissurés*. Poitiers: Thèse de doctorat.
- Lassin, A. & Azaroual, M., 2001. *Thermodynamique de la zone non saturée en eau des systèmes géologiques : I. Extension du modèle HKF-révisé et intégration des phénomènes capillaires*, s.l.: BRGM.
- Lifshitz, E. M., 1956. The theory of molecular attractive forces between solids. *ZhETF*, Volume 29, pp. 94-105.
- Loits, A., 2008. *Architecture Civile, Rénovation, Restauration et Technologie de l'Architecture*. Liège: s.n.
- Loke, M., 2011. *Tutorial : 2-D and 3-D electrical imaging surveys*. s.l.:s.n.
- Lorusso, S., Marabelli, M. & Viviano, G., 1995. *La contaminazione ambientale e il degrado dei materiali di interesse storico-artistico*. Roma: Bulzoni.
- Lorusso, S. & Schippa, B., 1992. *Le metodologie scientifiche per lo studio di beni culturali*. Roma: Bulzoni.
- Mamillan, M., 2003. *Guides des techniques du bâtiment : Connaissance de la pierre*. s.l.:CATÉD.

Martin, H., 1977. Low Peclet Number Particle to fluid Heat and Mass Transfer in packed beds. *Chemical Engineering Science*, Volume 33, pp. 913-919.

Martin, H., 1978. Low Peclet number particle-to-fluid heat and mass transfer in packed beds. *Chemical Engineering Science*, Volume 33, pp. 913-919.

Maxwell, J., 1873. *A treatise on electricity and magnetism*. Oxford: Clarendon Press.

Merckx, B., Dudoignon, P. & Garnier, J.-P., 2012c. Development of Thermal Conductivity measurement in geomaterials by Surface Hot-Wire method. *Internationale Review of Mechanical Engineering*, 6(2), pp. 270-276.

Merckx, B., Dudoignon, P., Garnier, J.-P. & Marchand, D., 2012a. Simplified Transient Hot-Wire method for Effective Thermal Conductivity Measurement in Geo-Materials : Microstructure and Saturation Effect. *Advances in Civil Engineering*.

Merckx, B. et al., 2012b. *Application de la méthode du fil chaud pour suivre l'évolution de la conductivité thermique d'éco-matériaux : exemple de bétons de chaux-chanvre*. Ouagadougou, Burkina Faso, s.n.

Merckx, B. et al., 2013a. *Relationship of roughness of building stones on the effective thermal conductivity determined by transient hot-wire method*. Vienna, European Geosciences Union.

Merckx, B. et al., 2013b. *Influence de la microstructure et de la rugosité de surface sur la détermination de la conductivité thermique par la méthode du fil chaud*. Reims, s.n.

Meredith, R. E. & Tobias, C. W., 1960. Resistance to potential flow through a cubicle arrangement of spheres, and Erratum (1961). *Journal of Applied Physics*, Volume 31.

Mertz, J.-D., 1991. *Structures de porosités et propriétés de transport dans les grès*, Strasbourg: Thèse de doctorat.

Mertz, J.-D., Guiavarc'h, M. & Pagnin, P., 2012. Dilatation behaviour of lime mortars for restoration work. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, Volume 16, pp. 527-542.

Meus, P., 1993. *Hydrogéologie d'un aquifère karstique dans les calcaires carbonifères*. Liège: Thèse de doctorat.

Midttomme, K., Roaldset, E. & Aagaard, P., 1998. Thermal conductivity of selected claystones and mudstones from England. *Clay Minerals*, Volume 33, pp. 131-145.

Ministère des travaux Publics, 1890. *Répertoire des carrières de pierre de taille exploitées en 1889*. Paris: Librairies Polytechniques Baudry et Cie (Eds).

Mollier, R., 1906. *Neue Tabellen und Diagramme für Wasserdampf*. s.l.:Springer.

Nasser, A., 2010. La corrosion des aciers dans le béton à l'état passif et par carbonatation : prise en compte des courants galvaniques et des défauts d'interface acier-béton. *Thèse de doctorat*.

NF P94-068, S. : r. e. e., 1993. *Mesure de la quantité et de l'activité de la fraction argileuse*. s.l.:AFNOR.

Noda, K., Tsuru, T. & Haruyama, S., 1990. The impedance characteristics of passive films on iron. *Corrosion Science*, Volume 31, pp. 673-678.

- Noël, P., 1970. *Les Carrières Françaises de Pierre de taille*. Paris : Société de diffusion des techniques du bâtiment et des travaux publics.
- Orial, G. & Bousta, F., 2008. *Saint-Savin-sur-Gartempe (Poitou-Charentes, 86), Suspicion d'une activité biologique, Fiche de résultats*, Champs-sur-Marne: LRMH.
- Orial, G. & Mertz, J.-D., 2002. *POITIERS (Vienne, 86). Hypogée des Dunes : caractérisation des produits d'altération*, Champs-sur-Marne: LRMH.
- Pantaloni, J., 1998. *Ecoulement de fluide. Ecoulement en milieu poreux*. France, s.n.
- Pantaloni, J. et al., 1977. The role of convection in the transient Hot Wire Method. *Revue de physique appliquée*, Volume 12.
- Pavone, D., 1982. *Péetrographie et pétrophysique d'un calcaire oolithique et d'entrouites. Thèse de doctorat*.
- Pearse, J. F., Olivier, T. R. & Newitt, D. M., 1949. The mechanisms of drying of solids I : The forces giving rise to movement of water in granular beds during drying. *Trans. Inst. Chem. Eng.*, Volume 27, pp. 1-8.
- Père de la Croix, S. J., 1933. *Le Cimetière Gallo-Romain des Dunes à Poitiers, Journal des fouilles*. Poitiers: Mémoire de la Société des Antiquaires de l'Ouest.
- Perry, R. H. & Green, D. W., 1934. *Perry's Chemical Engineers' Handbook*. s.l.:McGraw-Hill.
- Pettijohn, F., 1957. *Sedimentary Rocks*. New York: Harper and Bros..
- Picard, A., R.S., D. & Fujii, K., 2008. Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007). Volume 45, pp. 149-155.
- Pittman, E., 1992. Relationship of porosity and permeability to various parameters derived from mercury injection-capillary pressure curves of sandstone. *American Association of Petroleum Geologists*, 2(76), pp. 191-198.
- Poiseuille, J. L. M., 1840. Recherches expérimentales sur le mouvement des liquides dans les tubes de très petits diamètres. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, Volume 11.
- Prick, A., 1997. Critical degree of saturation as a threshold moisture level in frost weathering of limestones. *Permafrost and periglacial processes*, 8(1), pp. 91-99.
- Purcell, W. R., 1949. Capillary Pressures : their measurement using mercury and the calculation of permeability therefrom. *Journal of petroleum Technology*, 1(2), pp. 39-48.
- Ramires, M. L. V., Fareleira, J. M. N.-A. & Nieto de Castro, C. A., 1993. The Thermal Conductivity of Toluene and Water. *International Journal of Thermophysics*, 14(6), pp. 1119-1130.
- Rautureau, M., 2001. *Tendre comme la pierre, ouvrage collectif sous la direction de Michel Rautureau*. Orléans: Conseil Régional Centre & Université d'Orléans.
- Rayleigh, J., 1892. On the Influence of the obstacles arranged in rectangular order upon the properties of a medium. *Philosophical Magazine*, Volume 34, pp. 481-502.
- Remy, J.-M., Bellanger, M. & Homand-Etienne, F., 1994. Laboratory velocities and attenuation of P-waves in limestones during freeze-thaw cycles. *Geophysics*, 59(2), pp. 245-251.

Robertson, E. C., 1988. *Thermal Properties of Rocks*. s.l.:United States Department of the Interior, Geological Survey.

Roques, H. & Ek, C., 1973. Etude expérimentale de la dissolution de calcaires par une eau chargée en CO₂. *Annales de Spéléologie*, 28(4), pp. 549-563.

Rosenberg, A., Hansson, C. & Andrade, C., 1989. Mechanism of corrosion of steel in concrete. *Materials Science of Concrete, American Ceramic Society*, Volume 1, pp. 285-314.

Rothmann, C. d. b., 1879. *Fouilles de Poitiers. Découverte d'un cimetière du Ile au IIIe siècle*. Paris: Chaix.

Roubault, M., 1963. *Détermination des minéraux des roches au microscope polarisant*. s.l.:Lamarre-Poinat.

Rousset-Tournier, B., 2001. *Transfert par capillarité et évaporation dans des roches- rôle des structures de porosité..* Strasbourg: Thèse de Doctorat.

Rozenholt, J. & Smith, D., 1949. Linear thermal expansion of calcite, var. Iceland spar and Yule marble. *American Mineralogist*, 11(34), pp. 846-854.

Saad, A., 2011. *Influence du changement climatique et des conditions extrêmes sur les massifs fracturés. Rôle des fluides (H₂O, CO₂) dans leur processus d'altération*. Paris: Thèse de doctorat.

Sabbioni, C. et al., 2007. *Mapping climate change and cultural heritage*. Prague, Czech Republic, M. drdacky, pp. 119-124.

Scherer, G., 1999. Crystallization in pores. *Cement and Concrete Research*, Volume 29, pp. 1347-1358.

Scherer, G., 2004. Stress from crystallization of salt. *Cement Concrete Research*, Volume 34, pp. 1613-1624.

Seaward, M., 1997. Major impacts made by lichens in biodeterioration processes. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 40(2), pp. 269-273.

Sghaier-Ben Chiekh, N., 2006. *Evaporation en milieu poreux en présence de sel dissous. Influence des fils liquides et des conditions de mouillabilité..* Toulouse: Thèse de doctorat.

Shokri, N., Or, D. & Lehmann, P., 2012. *Drying of heterogeneous porous media with sharp wettability contrasts*. ENPC, Champs-sur-Marne, s.n.

Tavman, I., 1996. Effectif thermal conductivity of granular porous material. *International Communications on Heat and Mass Transfer*, 23(2), pp. 169-176.

Testu, A., 2005. *Dispersion thermique dans des milieux granulaires : caractérisation à coeur et en proche paroi..* Nancy: Thèse de doctorat.

Thevenot, G., Saillard, J., Maye, J.-P. & Garnier, J.-P., 2006. Cellule de mesure de la conductivité et de la diffusivité thermiques d'un fluide et sonde pour cette cellule. *European Patent Office*, Volume EP 1724572 A1.

Thomachot, C., 2002. *Modifications des propriétés pétrophysiques de grès soumis au gel ou recouverts "d'encroûtements noirs venissés"*. Strasourg: Thèse de doctorat.

Thompson, A. H., Katz, A. J. & Krohn, C. E., 1987. The microgeometry and transport properties of sedimentary rock. *Advances in Physics*, 36(5), pp. 625-694.

Tuutti, K., 1982. Corrosion of Steel in Concrete. *Swedish Cement and Concrete Research Institute*.

Wardlaw, N. C. & McKellar, M., 1981. Mercury porosimetry and interpretation of pore geometry in sedimentary rocks and artificial models. *Powder Technology*, Volume 29, pp. 127-143.

Wardlaw, N. C., McKellar, M. & Li, Y., 1988. Pore and throat size distributions determined by mercury porosimetry and by direct observation. *Carbonates and Evaporites*, 3(1), pp. 1-15.

Washburn, E. W., 1921. The Dynamics of Capillary Flow. *Physical Review*, 3(17), pp. 273-283.

Young, T., 1805. An essay on the cohesion of fluids. *Philosophical Transactions of the Royal Society*, Issue 95, pp. 65-87.

Zehner, P. & Schlunder, E.-U., 1970. Wärmeleitfähigkeit von Schüttungen bei mässigen Temperaturen. *Chemie Ingenieur Technik*, Volume 42, pp. 933-941.

Annexes

Annexe I : Calcul de l'Humidité absolue par l'Humidité Relative et la Température

Annexe II : Résultats de porosimétrie au Mercure des différentes roches étudiées

Annexe III : Article Advances in Civil Engineering

Annexe IV : CIFEM, Ouagadougou

Annexe V : IREME

Annexe VI : CIFQ

Annexe VII : Comparaison données Deffend/Hypogée

Annexe VIII : Développement du corrélogramme

Annexe I : Calcul de l'Humidité absolue par l'Humidité Relative et la Température

Par définition :

$$HR(\%) = \frac{P_{vap}}{P_{sat}(T)} \times 100$$

$$p_{vap} = \frac{HR}{100} \times p_{sat}(T) \quad (1)$$

De même, par définition :

$$HA = \frac{m_{vap}}{V_{tot}}$$

$$HA = \frac{p_{vap} \cdot M_{vap}}{p_{atm} \cdot M_{airsec}}$$

$$HA = p_{vap} \cdot \frac{M_{vap}}{p_{airsec} \cdot M_{airsec}} \quad (2)$$

Formule de Clapeyron :

$$\ln\left(\frac{p_{sat}}{p_{atm}}\right) = \frac{M \cdot L_v}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T}\right)$$

$$p_{sat} = p_{atm} \times e^{\frac{M \cdot L_v}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T}\right)} \quad (3)$$

Avec les équations (1) et (3), on obtient :

$$p_{vap} = \frac{HR}{100} \times p_{atm} \times e^{\frac{M \cdot L_v}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T}\right)} \quad (4)$$

Puis, avec (2) et (4) :

$$HA = \frac{HR}{100} \times e^{\frac{M \cdot L_v}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T}\right)} \cdot \frac{M_{vap}}{M_{airsec}} \times \frac{P_{atm}}{P_{airsec}} \quad (5)$$

Pour l'eau :

$$p_{airsec} = p_{atm}$$

$$M_{vap} = 18 \cdot 10^{-3} \text{ kg} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$M_{airsec} = 28,965 \cdot 10^{-3} \text{ kg} \cdot \text{mol}^{-1} \text{ (Picard, R.S., \& Fujii, 2008)}$$

$$V_{tot} = 1 \text{ m}^3$$

$$L_v = 2,35 \times 10^6 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} *$$

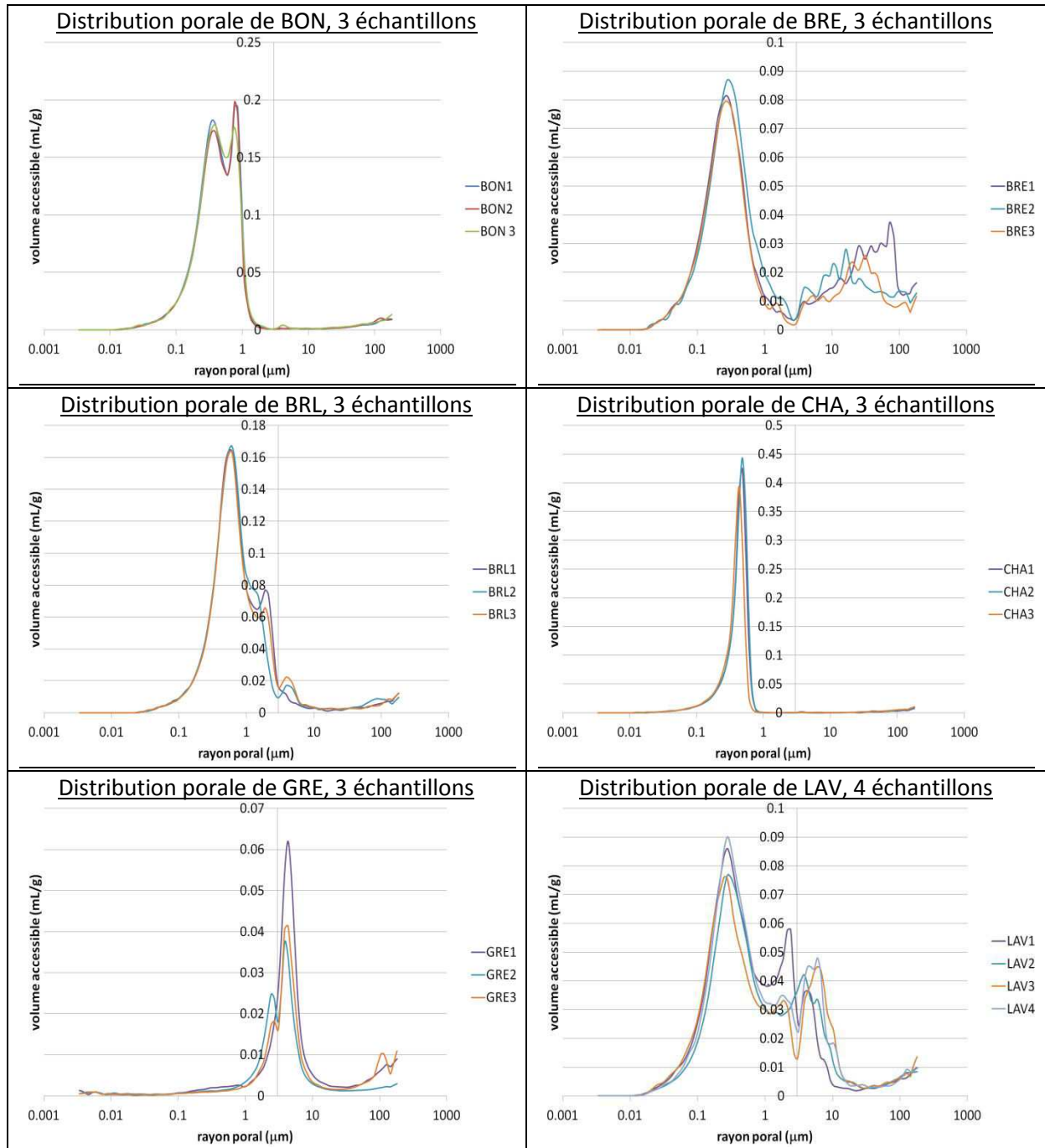
$$R = 8,31446 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$T_0 = 373 \text{ K (température d'ébullition de la substance à une pression } p_0, \text{ en K)}$$

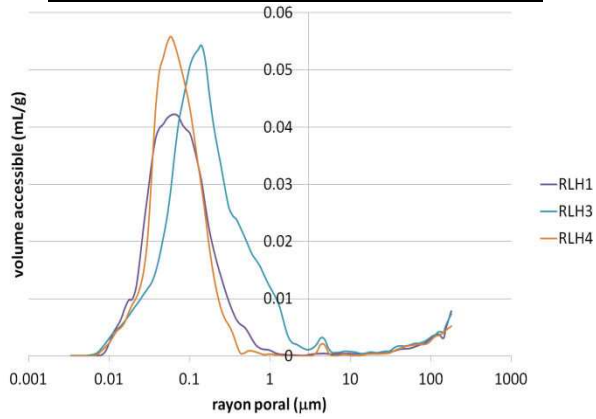
$$HA = \frac{HR}{100} \times e^{5087,52 \cdot \left(\frac{1}{373,15} - \frac{1}{T}\right)} \cdot 0,6214298$$

* La chaleur latente de vaporisation dépend fortement de la température et de la pression. La valeur prise est la valeur (réaliste) permettant une meilleure corrélation avec le diagramme de l'air humide.

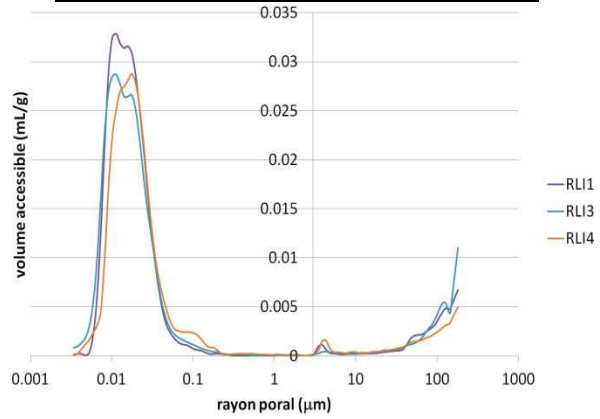
Annexe II : Résultats de porosimétrie au Mercure



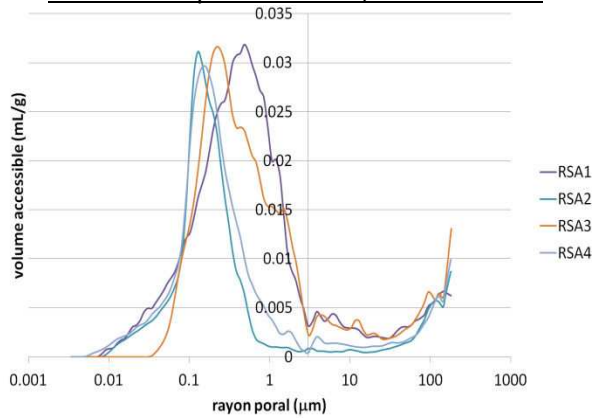
Distribution porale de RLH, 3 échantillons



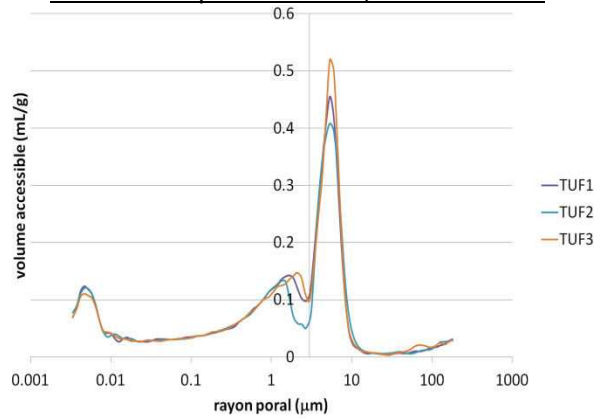
Distribution porale de RLI, 2 échantillons



Distribution porale de RSA, 4 échantillons



Distribution porale de TUF, 3 échantillons



Annexe III : Article
Advances in Civil Engineering

Research Article

Simplified Transient Hot-Wire Method for Effective Thermal Conductivity Measurement in Geo Materials: Microstructure and Saturation Effect

B. Merckx,^{1,2} P. Dudoignon,¹ J. P. Garnier,³ and D. Marchand²

¹HYDRASA Laboratory, UMR 6269, Poitiers ENSIP, 40, Avenue du Recteur Pineau, 86022 Poitiers, France

²Etude Recherches Matériaux, 4, rue Carol Heitz-Bat B, Centre Régional d'Innovation du Biopôle, 86000 Poitiers, France

³Equipe Electrofluidique, PPRIMME Institut, University of Poitiers, ENSIP, 40, Avenue du Recteur Pineau, 86022 Poitiers, France

Correspondence should be addressed to B. Merckx, benoit.merckx@univ-poitiers.fr

Received 5 August 2011; Revised 4 January 2012; Accepted 16 February 2012

Academic Editor: Jean-Herve Prevost

Copyright © 2012 B. Merckx et al. This is an open access article distributed under the Creative Commons Attribution License, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

The thermal conductivity measurement by a simplified transient hot-wire technique is applied to geomaterials in order to show the relationships which can exist between effective thermal conductivity, texture, and moisture of the materials. After a validation of the used “one hot-wire” technique in water, toluene, and glass-bead assemblages, the investigations were performed (1) in glass-bead assemblages of different diameters in dried, water, and acetone-saturated states in order to observe the role of grain sizes and saturation on the effective thermal conductivity, (2) in a compacted earth brick at different moisture states, and (3) in a lime-hemp concrete during 110 days following its manufacture. The lime-hemp concrete allows the measurements during the setting, desiccation and carbonation steps. The recorded $\Delta T/\ln(t)$ diagrams allow the calculation of one effective thermal conductivity in the continuous and homogeneous fluids and two effective thermal conductivities in the heterogeneous solids. The first one measured in the short time acquisitions (<1 s) mainly depends on the contact between the wire and grains and thus microtexture and hydrated state of the material. The second one, measured for longer time acquisitions, characterizes the mean effective thermal conductivity of the material.

1. Introduction

The thermal and hydric transfers in geomaterials are fundamental phenomena which can govern firstly the comfort in buildings and residences and secondly the durability of the materials. The microclimatic simulations of the hygrometric and thermal conditions prevailing in the building interiors need the estimation of the wall material characteristics: moisture and effective thermal conductivity face to the outer climatic changes. In fact, the thermal and hydric conductivities are intrinsic properties of the materials. The heat transfers mainly depend on the frequency of grain contacts, size of pores, and air-water ratio infilling the porosity. The moisture transfers mainly depend on the connectivity associated to the meso-to-micro porosity distribution. The development and implementation of “ecomaterials” for building have to demonstrate their ecologic qualities both by their productions and building techniques and also

by their thermal and hydric insulation properties. In this “ecomaterial” domain, the earth material and concretes using plant fibers as aggregates are more and more used. Their uses are governed by their mechanical and thermal properties, that is, minimum of mechanical resistance face to the construction necessities and insulation or heat storage abilities. The building techniques of earth material have been largely discussed and normalized. The material cohesion is assumed by the clay mineral matrix often added of some percents of lime or cement. The mechanical resistances are due (1) to the clay matrix cohesion which acts as cement between the sand grains and (2) to the compactness of the clay-sand assemblage which decreases the volume of microporosity. This compactness of the material influences the meso-to-micro porosity distribution. The concretes using plant fibers as aggregates are more and more used with increasing cement-to-lime replacement. These new cement-

or lime-plant fiber concretes are mainly appreciated for their small effective thermal conductivities. Nevertheless, the thermal conductivities evolve with time according to the structure and saturation index evolutions of the material during the setting, desiccation, and carbonation steps.

The THW method has been progressively developed from 1931 until now [1, 2]. The method has been particularly advanced these last forty years thanks to very accurate measurements, firstly due to two wires, electric bridges, and small-size devices and secondly due to finite-element simulations [2–5]. The THW method has been used for pure phases as gas, liquids [3, 6–11], solids, and melts [4, 5]. The method was also developed for measurements in electroconducting and in highly corrosive liquids [12–15]. Actually, although the guarded hot plate technique is largely used, the transient hot-wire method is extended to the measurement and calculation of the effective thermal conductivity of granular materials [16–19], rocks [20–22], building materials, [23–25], and soils [26–28] via multicap- or multineedle probes.

The objective of the work is to show that a transient hot-wire (THW) technique, simplified to only one hot-wire embedded in geomaterials, allows rapid characterization on the thermal-hydric properties of the building materials which remain realistic face to their heterogeneity. The texture-moisture and thermal effective conductivity relationships are studied firstly on glass-bead assemblages of different diameters in order to demonstrate the role of grain size and saturation index. Secondly, the measurements have been performed in materials used for “ecoconstruction,” that is, sand + clay matrix compacted material (compacted earth brick) and lime-hemp concrete in order to follow the evolution of the effective thermal conductivity during their maturation. The technique is tested in such very thin divided and microporous materials taking into account the moisture evolution due to the desiccation and structure evolutions.

2. Method and Materials

2.1. Principle of the THW Method. The THW method is a transient dynamic technique based on the measurement of the temperature rise of a linear heat source (hot wire) embedded in the tested material [2, 7–15]. For an infinitely long metallic wire (length/radius ratio $\gg 200$) heated at time $t > 0$ with a constant heat flux per length unit q and immersed in an infinite homogeneous medium (thermal conductivity and diffusivity: λ and α , resp.) with uniform initial temperature, the temperature rise $\Delta T(t)$ of the wire is given by (1) [29]:

$$\Delta T(t) = \left(\frac{q}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} \right) \ln \left(\frac{4 \cdot \text{Fo}}{C} \right), \quad (1)$$

with $C = e^\gamma = 1.781$ where γ is Euler's constant ($\gamma = 0.5772$) and Fo the Fourier number defined by

$$\text{Fo} = \frac{\alpha \cdot t}{r_0^2}. \quad (2)$$

Equation (1) is the analytical solution of an ideal thermal conductive model valid for $\text{Fo} \gg 1$ and without convective transfers [2, 3, 16].

From this ideal model and with known q values, the thermal conductivity can be calculated by

$$\lambda = \left(\frac{q}{4 \cdot \pi} \right) \cdot \left(\frac{dT}{d(\ln t)} \right)^{-1}, \quad (3)$$

where $dT/d(\ln t)$ is a numerical constant deduced from experimental data for t values which satisfy the condition $\text{Fo} \gg 1$.

For practical applications of the THW method, wire and material sample dimensions, among other ideal model hypothesis, are finite and the deviations from the ideal model have then to be evaluated. In fact, the $e(t)$ answer to the wire heating $\Delta T(t)$ resultant of the Joule effect due to an electrical current i is

$$R(t) = R_0(1 + \beta_0(T(t) - T_0)), \quad (4)$$

with $R(t)$ the instantaneous electrical resistance of the wire, R_0 the resistance of the wire at the T_0 reference temperature, and β_0 the temperature coefficient of the wire at 22°C .

Taking into account (3) and (4), the thermal conductivity λ may be calculated as follows:

$$\lambda = \left(\frac{q \cdot R_0 \cdot \beta_0 \cdot i}{4 \cdot \pi} \right) \cdot \left(\frac{de(t)}{d(\ln t)} \right)^{-1}, \quad (5)$$

where $de(t)/d(\ln t)$ is a numerical constant deduced from the experimental data and from the linear part of the $e(t) = f(\ln(t))$ curve.

2.2. Materials. The heat transfers were measured in assemblages of glass beads and in two geomaterials, that is, a compacted earth brick and a lime-hemp concrete brick. The data (temperature versus time) were recorded using a very pure Ni (>99.98%) wire of 0.125 mm diameter insert in the glass-bead assemblages or in the earth brick and lime-hemp brick during the manufacture (Figure 1). The choice of 0.125 mm diameter of the Ni wire was motivated by the length/diameter ratio ($l/D \gg 200$) in order to minimize the end effect, and by the necessary wire resistance face to the manufacturing processes. The heat transfers were induced by constant heating using 100 mA or 300 mA current. The current generator has to be very precise. It is a Keithley 2400 (precision of 10^{-6} A). The nanovoltmeter used is a Keithley 2182 (precision of 10^{-8} V). The experiments are driven by a microcomputer equipped with GPIB connections and Labview software. All the measurements are made using the four wire technique.

Successive glass-bead media have been tested. Three types of glass beads Sili S, SL, and M are used. They differ by weak differences in chemical compositions and associated densities (Table 1). Each bead assemblage is characterized by a grain size range d – D evolving from 1.50–1.70 mm in diameter to 3.80–4.10 mm for the type M, from 0.40–0.60 mm to 3.75–4.50 mm for the type S, and from 0.50–0.80 mm to 2.50–3.20 mm for the type SL. In spite of the differences in the d – D ranges, the porosity of the successive dead assemblages shows small differences that is, 0.37, 0.39, and 0.39 mean porosities for the M, S, and SL bead

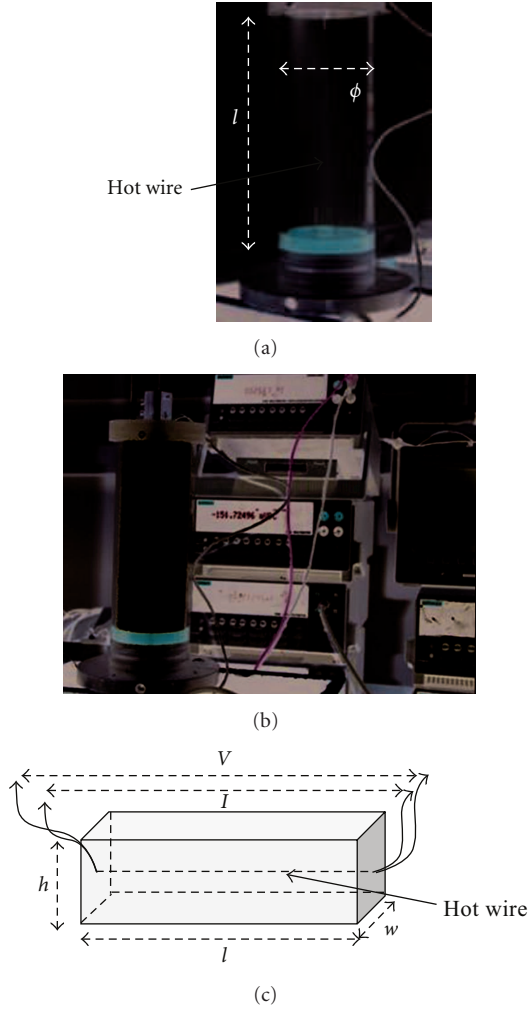


FIGURE 1: Details of the Transient Hot-Wire device. (a) Cylindrical cell used for the glass-bead assemblages. (b) Cylindrical cell filled by the beads and Keithley current generator and nanovoltmeter. (c) Schematic representation of the earth brick and lime-hemp brick instrumentation ($l = 29.5$ cm, $h = 9.5$ cm, $w = 14$ cm).

assemblages, respectively. To make evident the effect of saturation, the 2.8–3.4 mm glass-bead medium has also been tested saturated with water and acetone. All the glass-bead media have been tested in dried state. The dimensions of the cylindrical cell filled by the glass beads are 19.8 cm height (l) and 7 cm diameter (ϕ) (Figures 1(a) and 1(b)).

The compacted earth brick is made by mechanical compression of earth plus sand mixture added of 5% lime. In weight percentage, the composition of the compacted brick is 62% earth, 28% sand, 5% lime, and 5% water. The dimensions of the bricks are 29.5 cm length, 14 cm width, and 9.5 cm height (Figure 1(c)). The mineralogy of sand is quartz dominant, feldspars, and accessory Fe oxides. The mineralogy of the clayey fraction in earth is Illite, Kaolinite, and Smectite. The effective thermal conductivity is measured in the compacted brick from its initial 17% of gravimetric water content to 3% of residual water content after 110 days

TABLE 1: Diameter ranges ($d-D$), mean diameter, glass bead density and porosity of the glass bead assemblages for the M, S, and SL glass beads.

$d-D$ ranges	Mean diameter	Bead density	Porosity
Type M			
1.50–1.70	1.50	2.54	0.38
1.90–2.30	2.00	2.50	0.37
2.40–2.70	2.50	2.54	0.38
2.70–3.10	2.80	2.50	0.36
3.80–4.10	3.90	2.52	0.37
Type S			
0.40–0.60	0.45	2.51	0.40
0.70–1.10	0.85	2.52	0.39
1.00–1.40	1.10	2.53	0.39
1.70–2.20	1.80	2.52	0.39
2.50–3.15	2.50	2.51	0.38
2.85–3.60	3.00	2.53	0.39
3.75–4.50	3.75	2.51	0.37
Type SL			
0.50–0.80	0.71	2.61	0.40
0.70–1.05	0.85	2.61	0.39
0.90–1.50	1.10	2.59	0.39
1.60–2.20	1.80	2.61	0.39
2.50–3.20	2.70	2.60	0.38

of air drying. The 17% of water content correspond to a saturation index (I_{sat}) of 90%. The 3% of water content correspond to a saturation index of 15%. The measurements were made daily during the first sixty days and with larger steps (2-3 days) after (Figures 7 and 9).

The lime-hemp concrete is composed of mixture of 25 kg water, 5.08 kg (60 L) hemp (chenevotte), and 35 kg lime. The weight formulae of the lime-hemp concrete evolve from 38.5% of water, 7.8% of chenevotte, and 53.8% of lime for the fresh concrete. The percentage in weight of lime increases to 76% for mature concrete. The lime is a Batichanvre Saint Astier (NHL5). The dimensions of the earth and lime-hemp bricks are 29.5 cm length, 14 cm width, and 9.5 cm height (Figure 1(c)).

The heat transfer measurements are represented in $\Delta T(^{\circ}\text{C})$ versus $\ln(t)$ diagrams (Figures 2 and 3). Two types of $\Delta T(^{\circ}\text{C})$ versus $\ln(t)$ curves are obtained: the “one-slope” curve characteristic of a continuous wire-medium contact observed for liquids (Figure 2), and the “two-slopes” curves observed for the granular media (Figure 3). For the glass beads and the earth brick, the “two-slopes” $\Delta T/\ln(t)$ curves accord to two successive steps of temperature increasing characterized by a_1 and a_2 slopes, respectively. The a_1 and a_2 slopes are used to calculate two associated thermal conductivities λ_1 and λ_2 as follows ((6); Figure 2):

$$\lambda = \frac{q}{4\pi a} = \frac{Ri^2}{4\pi a}, \quad (6)$$

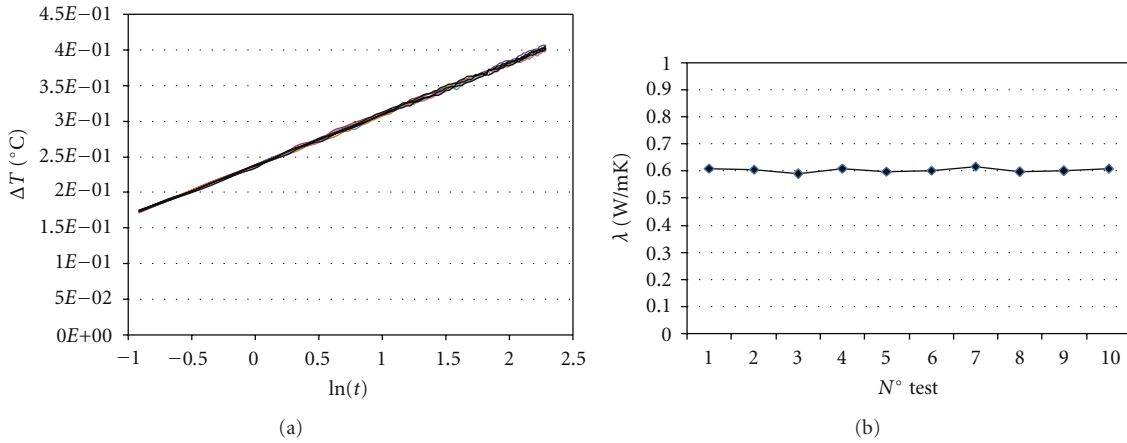


FIGURE 2: (a) Superimposition of the $\Delta T / \ln(t)$ curves for 10 successive measurements in water (22°C). (b) Evolution of the water λ measured: $\lambda_{\text{water}} = 0.602 \text{ W/mK}$ with 0.008 W/mK standard deviation.

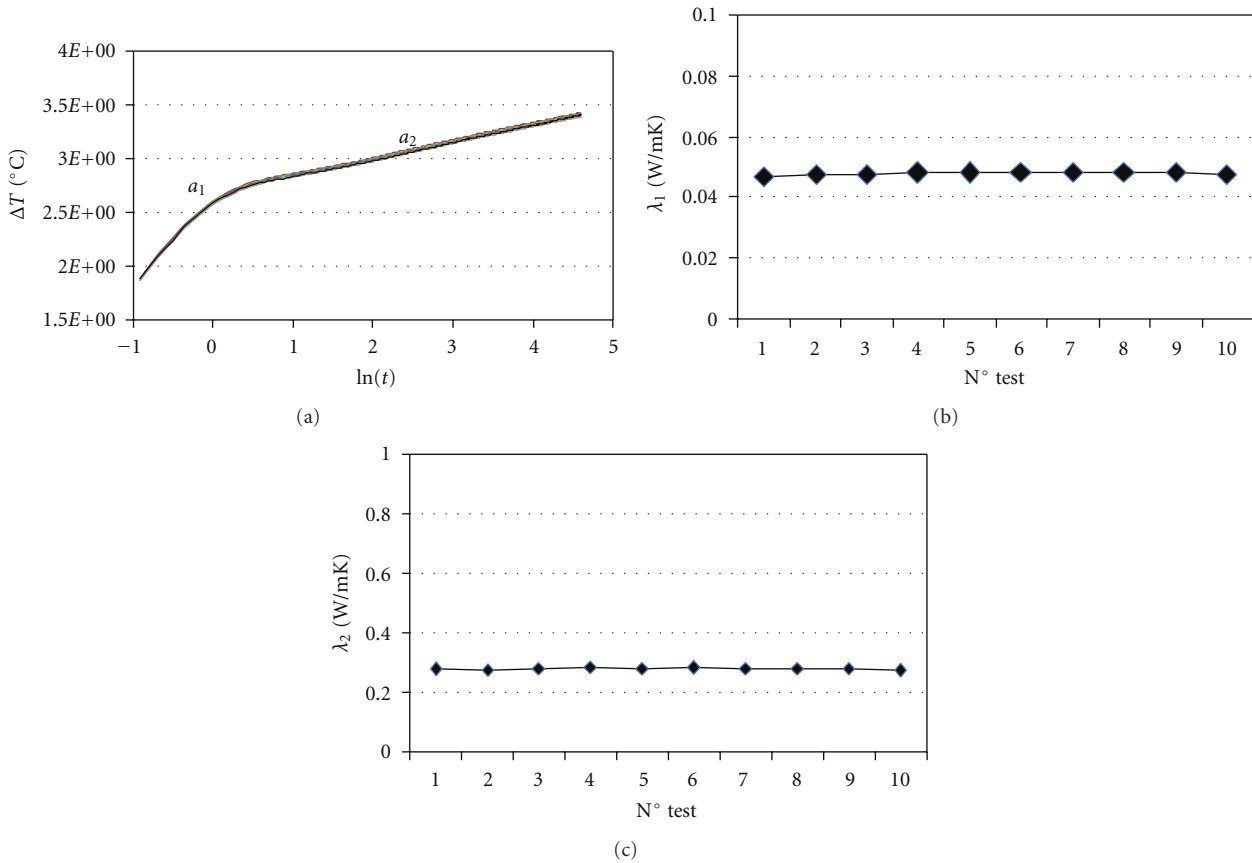


FIGURE 3: (a) Superimposition of the $\Delta T / \ln(t)$ curves for 10 successive measurements on 2 mm diameter glass beads, (b, c) evolution of the measured λ_1 and λ_2 : $\lambda_1 = 0.048 \text{ W/mK}$ with 0.001 W/mK standard deviation, $\lambda_2 = 0.277 \text{ W/mK}$ with 0.004 W/mK standard deviation.

with a the curve slope ($a = \Delta T / \Delta \ln(t)$), R the electrical resistance of the wire, i the current intensity, l the wire length.

This one hot-wire probe was firstly validated by measurements in water and toluene (22°C). Ten successive measurements give water and toluene thermal conductivities of 0.602 W/mK and 0.1313 W/mK, respectively, in good

agreement with bibliographic data [6]. The ten successive measurements give a standard deviation of 0.008 W/mK for the water and 0.002 W/mK for the toluene. These ones are equivalent to 1.33% and 1.5% and argue for a good repeatability of the measurements (Figure 2). Repeatability tests have also been made on a glass-bead assemblage (M 2 mm

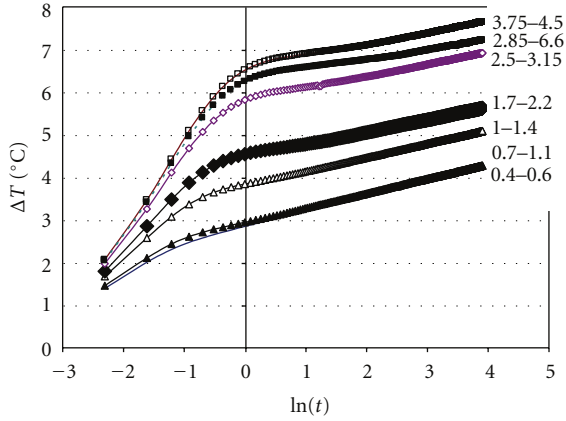


FIGURE 4: Example of the evolution of the slopes (a_1 , a_2) of the $\Delta T/\ln(t)$ curves for the successive S glass-bead assemblages. The wire temperature increase was measured using a 300 mA current.

diameter). The results give 0.048 W/mK with a 0.001 W/mK standard deviation (2%) for λ_1 , and 0.277 W/mK with 0.004 W/mK standard deviation (1.44%) for λ_2 (Figure 3).

The short time a_1 slope is characteristic of the noncontinuous wire-medium contact [30, 31]. For the measurement of thermal conductivity of solids, this contact artifact is often reduced by the addition of a continuous thin layer of transition material as gel, for example [4, 5]. In fact, in this work, we try to use this a_1 slope to get characteristics on the texture and saturation index of our granular materials.

The precision of the measurements is influenced by many sets. The precisions of the generator (10^{-6} A) and of the nanovoltmeter (10^{-8} V) minimize a cumulate error on the λ measurement which is inferior to 0.01%. Estimating an error of wire length measurement of 0.5 mm, the induced error of λ measurement is 0.5%. The end effect error can be calculated following Knibbe's equation [32] taking into account the wire radius/length ratio, the material/wire thermal conductivities, and material diffusivity. Using 125 μ m diameter Ni wire of 19.8 cm in the glass-bead assemblages and 29.5 cm length in the earth and lime brick, the errors are 1.5%, 0.6%, and 1.2% respectively. Taking into account all these sources of error, the cumulated one is inferior to 3%.

3. Results

3.1. Glass Beads. For the glass-bead materials, all the $\Delta T/\ln(t)$ curves show the same features: a first rapid ΔT increase in short time (<1 s) and slow ΔT increase for time >1 s (Figure 4). These two domains are characterized by two a_1 and a_2 slopes, respectively. In the short-time domain, a_1 increases when the bead diameter increases. In fact, the a_1 slope depends on the density of bead contacts with the wire. The associated λ_1 evolves from 0.11 W/mK to 0.038 W/mK. It can be expressed as a function of the bead diameter (mm) as follows ((7); Figure 5(a)):

$$\lambda_1 = 0.08D^{-0.5}. \quad (7)$$

TABLE 2: Thermal conductivity (λ) of the glass, air, acetone and water.

Medium	λ (W/mK)
air	0.025
acetone	0.16
water	0.60
glass	1.05

TABLE 3: Evolution of the λ_1 and λ_2 for the different dried and saturated states of the glass bead assemblages. Air saturated for 0.45 to 3.0 mean diameters, acetone, and water saturated for 3.0 mm mean diameter, Maxwell, and Ktupiczka calculations [16].

Medium	λ_1 (W/mK)	λ_2 (W/mK)	Maxwell λ_2 (W/mK)	Ktupiczka λ_2 (W/mK)
Air saturated	0.1–0.04	0.20–0.40	0.20	0.18
Acetone saturated	0.35	0.64	0.63	0.48
Water saturated	0.85	0.85	0.98	0.87

For the successive tests performed on the different materials, the λ_2 -diameter relationship follows a weak and linear evolution ((8); Figure 4(b)):

$$\lambda_2 = 0.094D + 0.18. \quad (8)$$

The two obtained λ_1 and λ_2 characterize the “microstructural” and the effective thermal conductivities of the bead assemblages, respectively. The “microstructural” effect is reached thanks to the 0.125 mm wire diameter. In order to quantify the influence of the porosity saturation the measurements were performed on the dried “air saturated,” acetone-saturated and water-saturated material (Tables 2 and 3).

The measurements for the different saturation states were made on the 2.8–3.4 mm diameter glass-bead assemblages. Three types of $\Delta T/\ln(t)$ curves were obtained (Figure 6; Table 3):

- (i) the curve characteristic of the dried bead assemblage with the two successive λ_1 and λ_2 characteristics of the microstructure and of the whole material,
- (ii) a very flat curve two slope curve for the acetone saturation,
- (iii) a straight line for the water saturation.

The λ_2 measured in our glass-bead assemblages accord with the data of Kohout et al. [33] obtained on glass beads of 200 μ m diameters with glass thermal conductivity of 0.80 W/mK and an assemblage porosity of 0.39. He obtained an effective thermal conductivity increasing from 0.15 W/mK in dried state to 0.73 W/mK in water-saturated state. For similar conditions, the effective thermal conductivities calculated with the Maxwell model give 0.175 W/mK and

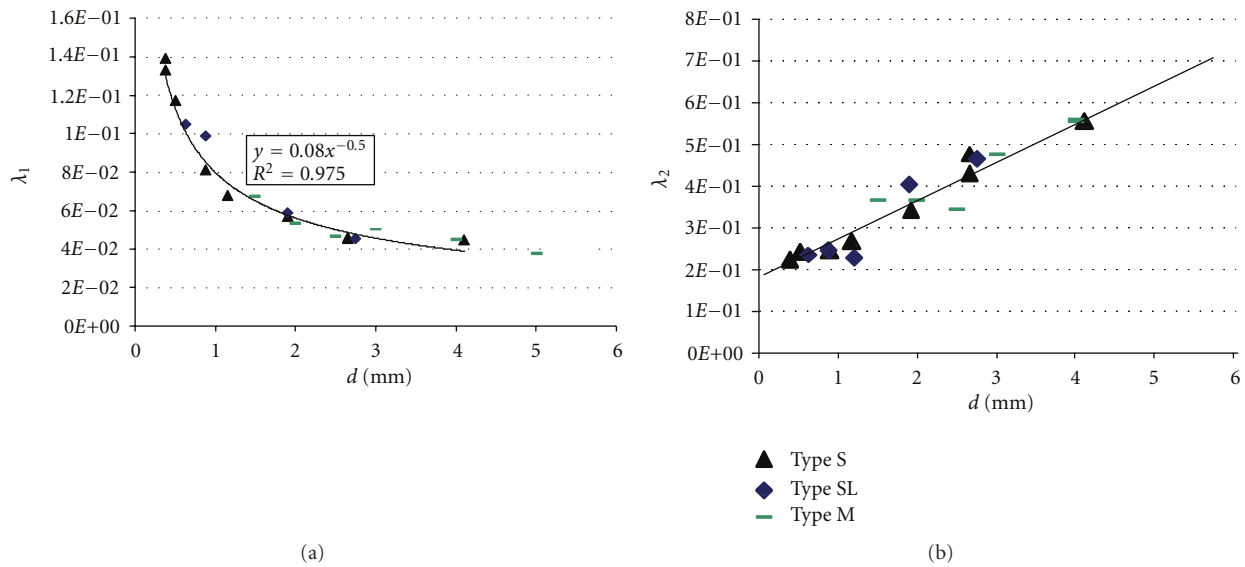


FIGURE 5: Representation of the λ_1 (a) and λ_2 (b) evolutions versus bead diameters for the 3 types of glass beads S, SL, and M.

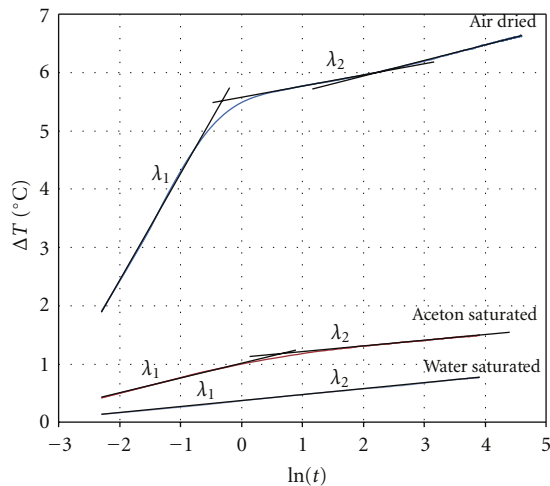


FIGURE 6: Evolution the $\Delta T/\ln(t)$ curves for 2.8–3.4 mm glass beads in dried, acetone and water saturated states. The shift down of the $\Delta T/\ln(t)$ curves due to the saturation accords with the difference between the thermal conductivities of the air ($\lambda = 0.025$ W/mK), acetone ($\lambda = 0.164$ W/mK) and pure water ($\lambda = 0.60$ W/mK).

0.815 W/mK, respectively [16]. This λ_2 increase according to the saturation index holds also with the Jougnot and Revil results [20] and with the Maxwell and Kutpiczka simulations [16, Table 3].

3.2. Compacted Earth Brick. The thermal conductivities were measured during the 110 days of the brick desiccation. The manufacturing of the earth brick by mechanical compression induced a quite saturated material initially characterized by a saturation index (I_{sat}) of 90%. The progressive desiccation causes the simultaneous decrease of the water content and

saturation index, from 17 to 3% and 90 to 15%, respectively (Figure 7).

For this material, only one brick and, consequently, only one texture was tested. The sand grains are coated by the earth clay material. In fact, the clay-to-sand skeleton and the small initial porosity of the compacted material have limited the shrinkage phenomenon. Thus, the porosity may be counted as constant during the desiccation and mainly assumed by the clay matrix microporosity. The scanning electronic microscope confirms this microstructure of the compacted brick. The clay matrix is very compact. All the porosity is constituted of microporosity disseminated between the clay particles and almost micropores have sizes lower than $20 \mu\text{m}$ (Figure 8).

Nevertheless, the $\Delta T/\ln(t)$ curves show evolutions from saturated to unsaturated states which are similar to the glass-bead assemblage ones, that is, a first step of rapid ΔT increase in short time (<1 s) and a second one of slow ΔT increase for time >1 s. The successive $\Delta T/\ln(t)$ curves are only dependent of the water content and the saturation index. In these conditions, for invariant texture of the material, the evolutions of a_1 and a_2 during the drying period characterize the decrease of moisture. The first $\Delta T/\ln(t)$ curves recorded during the first week show quite flat patterns. On the contrary, the curves recorded at the end of the drying period (110 days) show clearly the two different a_1 and a_2 slopes (Figure 9). The first curves were recorded for saturation index near 90% and the last measurement series were performed for saturation index of 15%. This evolution of the $\Delta T/\ln(t)$ curve patterns has consequences on the calculated λ_1 thermal conductivity (Figures 10 and 11): drastic decrease of λ_1 for high water content and associated high I_{sat} (50 to 90%), and weak λ_1 decrease for $I_{\text{sat}} < 50\%$. The λ_2 is quite constant whatever the water content is.

The evolutions of λ_1 and λ_2 measured on the earth brick show parallel decrease from the saturated initial state to

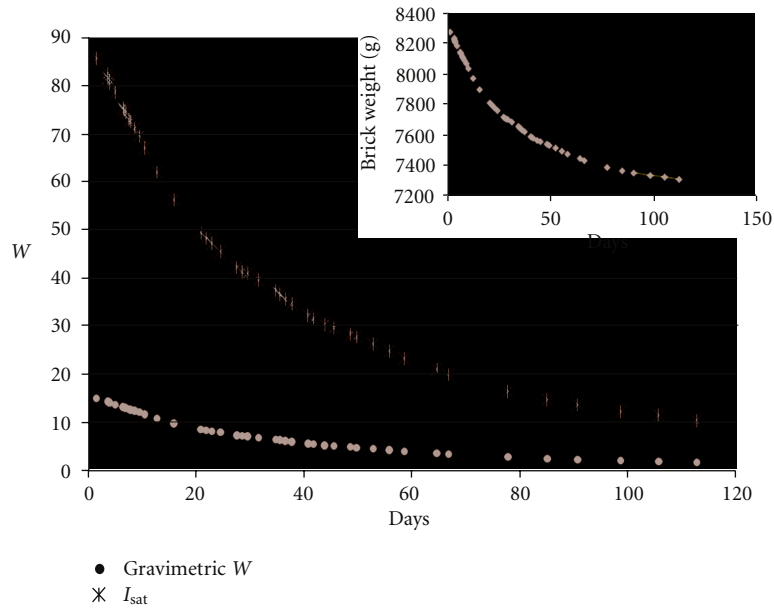


FIGURE 7: Evolution of weight, gravimetric water content (W), and saturation index (I_{sat}) of the earth brick during the 110 days of desiccation.

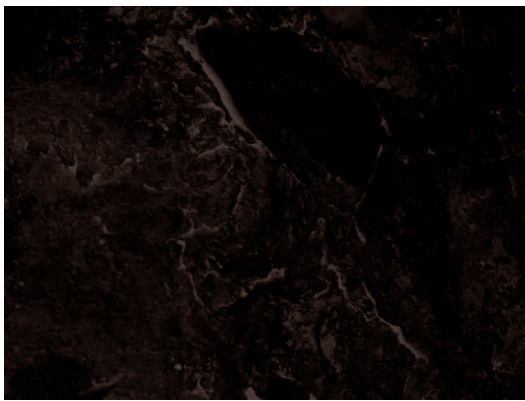


FIGURE 8: SEM microphotography of the earth brick microstructure. The sand grain is isolated inside the compacted clay matrix. The clay matrix appears very compact and homogeneous. The microcracks are consequence of the sampling of the millimetric block from the brick.

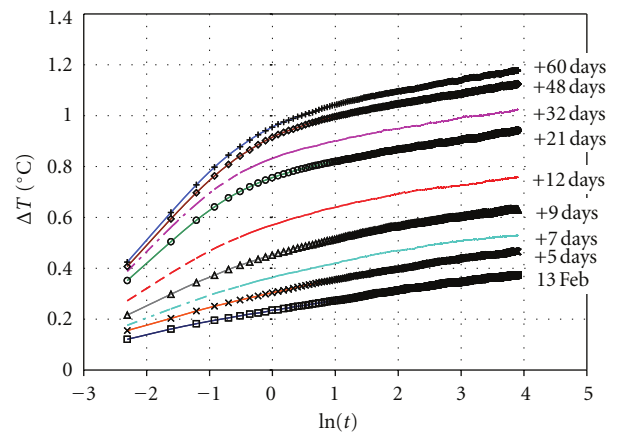


FIGURE 9: Evolution of the $\Delta T / \ln(t)$ curves recorded on the compacted earth brick from 13 February (Feb) to April (+60 days). The shift of the curves from the abscissa to the top of the diagram is due to the desiccation of the clay material. The consequence is the drastic evolution of the a_1 slope.

the 0.65 saturation index (10 days): that is, from 0.94 to 0.50 W/mK and 1.17 to 0.97 W/mK, respectively. For lower saturation index, the λ_2 values present dispersion around a 0.97 W/mK mean value with a standard deviation of 0.05 W/mK (5%). On the contrary, from the saturated state to low saturation index, the λ_1 values show a continuous decrease from 0.94 to 0.09 W/mK following a fitted polynomial curve: $\lambda_1 = 1.6x^2 - 0.4x + 0.22$, with $x = I_{sat}$ ($R^2 = 0.985$). This λ_1 versus I_{sat} curve may be used as a good indicator of the material moisture. The comparison with the Cox clay rock of Jougnot and Revil [20] shows similar decrease of the λ values from the dried state to saturated one. Nevertheless,

its data characterized the effective thermal conductivity of the rock in a low porosity domain (0.14-to-0.16). The 2.0 to 1.41 W/mK decrease of λ measured in the Cox clay rock is comparable with the 1.17 to 0.95 W/mK decrease of λ_2 measured in the 100 to 0.65 I_{sat} domain for our earth brick with a porosity of 0.30.

3.3. Lime-Hemp Concrete. Two days were necessary to allow the removal of the test piece from the mould. The measurements by the THW method began 2 days after the manufacturing of the lime-hemp concrete. The weight of the test piece was measured from 2 to 110 days. The relative

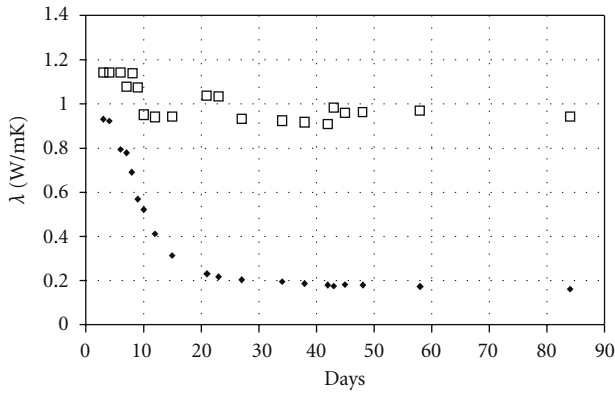


FIGURE 10: Evolution of λ_1 (black lozenges) and λ_2 (white squares) thermal conductivities with time. The λ_1 and λ_2 are calculated from the curve slope measured in the $[-2 - 1] \ln(t)$ and $[+1 + 2] \ln(t)$ intervals (Figure 9). According to the drastic a_1 increase the λ_1 values decrease from 0.9 to 0.2 W/mK during the 20 first days. The λ_2 shows dispersive values around 0.97 W/mK.

lost of weight was 42.10%. It includes the lost of water by desiccation, the hydration, and the carbonation of the lime. The curve of weight versus time shows a “hyperbolic” shape characterized by (Figure 12)

- (i) a very high weight lost (170 g/day equivalent to 4.47%/day) during the 8 first days,
- (ii) a weight decrease following a exponential law from 8 to 55 days; that is,

$$\Delta W = 0.23 \exp(-0.45t), \quad (9)$$

- (iii) a low decrease from 55 to 110 days (2 g/day equivalent to 0.05%/day).

The successive recorded $\Delta T/\ln(t)$ curves differ from the glass beads and earth brick ones by their straight line shapes. Only the first 0 to 0.3 second measurements do not bring into alignment with the whole data. Nevertheless, the slopes of straight lines increase with the lost of water, following the same trends as the clay-rich compacted brick (Figure 13).

The obtained one-slope $\Delta T/\ln(t)$ curve suggests the subcontinuous lime past—wire contact. According to the straight-line shape of the $\Delta T/\ln(t)$ curves, only one λ can be calculated.

The λ evolution with time accords to the lost of weighth which may be simplified as a lost of water content. Two steps are evident in the λ/W diagram. They are characterized by two linear relationships (Figure 14):

- (i) 0 to 20 days; $\lambda = 0.74W + 0.36$,
- (ii) 20 to 110 days; $\lambda = 1.50W + 0.29$.

The final λ tends to 0.29 W/mK.

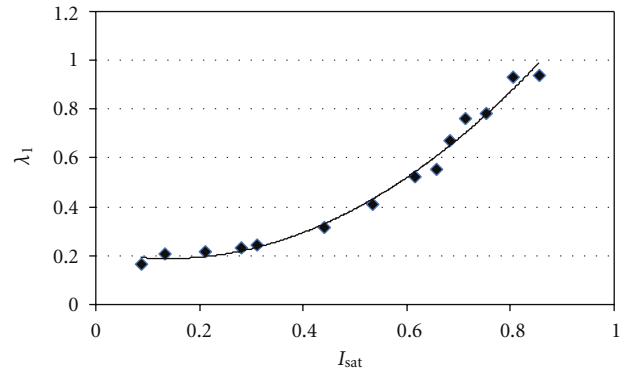


FIGURE 11: Evolution of λ_1 (W/mK) thermal conductivity with the saturation index (I_{sat}) in the earth brick.

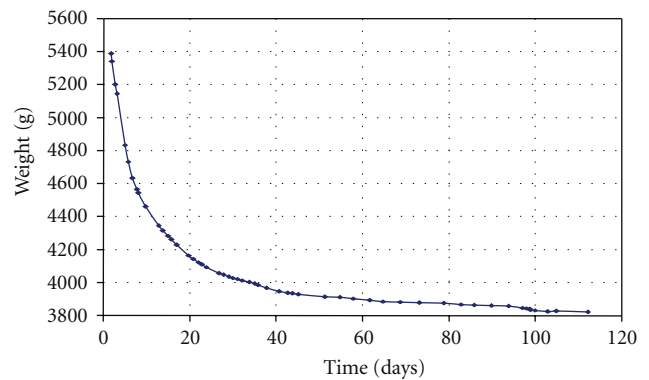


FIGURE 12: Weight lost of the lime-hemp test piece with time.

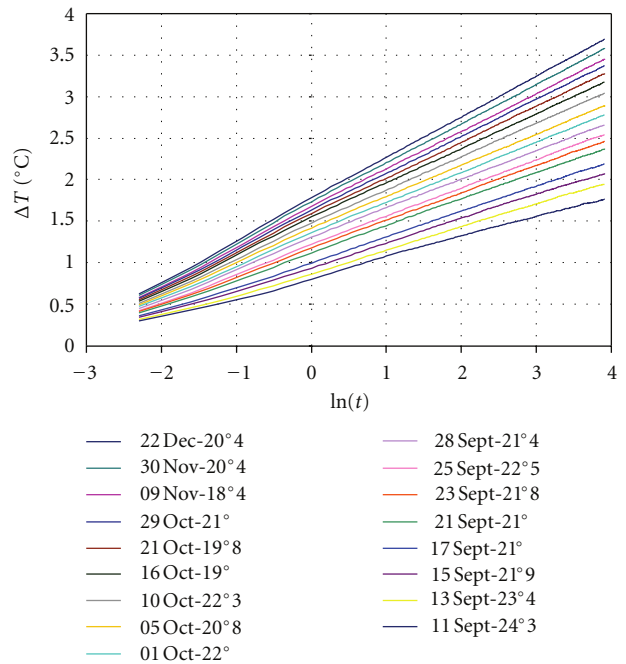


FIGURE 13: Evolutions of the $\Delta T/\ln(t)$ curves with time and, consequently, with the lost of weight.

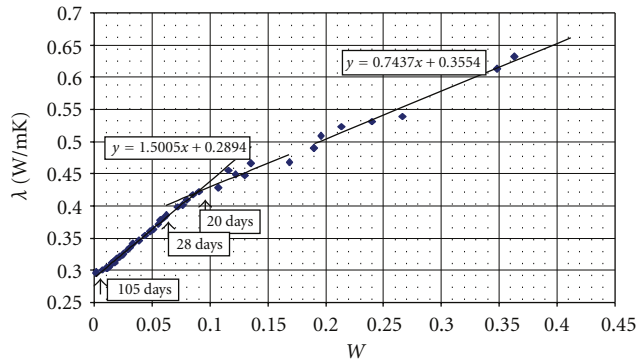


FIGURE 14: Evolution of the thermal conductivity (λ) versus water content (W) of the lime-hemp concrete during its setting and hardening.

4. Discussions and Conclusion

The investigations, using only one hot wire, in spite of its simplicity and basic aspect face to the recent developments, were tested on granular and geomaterials. Despite the measurement precisions lower than those obtained on pure phases by recent investigations (3% against 1% for Assael et al. results; [4, 5]), this one seems to be overestimated face to the 1.5% experimental error obtained on the water and toluene. Nevertheless, the following conditions are necessary to minimize the measurement errors:

- (i) the diameter/length ratio of wire has to be very small to allow the simplification as infinite linear wire, according to the theory. Nevertheless, it has to be appropriated to the manufacture of the test pieces that is; very low end effect error and sufficient resistance of the embedded wire face to the eventual compression of the material in moulds,
- (ii) a very accurate measurement of the wire length and of the associated currents and voltages.

In order to avoid all the artifacts of material surface/wire contact, the hot wires were embedded into the materials during their manufactures. The wire insertion is particularly easy for the glass-bead assemblages and during the earth brick or lime-hemp concrete compaction, and, therefore, for different other types of manufactured geomaterials. The experiments on glass beads show the interest in recording the $\Delta T/\ln(t)$ patterns in short (<1 s) and long acquisition times. In short times, the $\Delta T/\ln(t)$ patterns allow characterisations on the microstructure and the saturation state of the material. The measurements on the clay dominant material show similar results in spite of the very thin size of particles and associated microporosity. The evolution of the λ_1 coefficient obtained in short times is sufficient to characterize the moisture and saturation index of the material for one knew grain size distribution (Figures 4 and 5). The λ_2 coefficient obtained during the second step of acquisition ($t > 1$ s) is characteristic of the whole material effective thermal conductivity. In addition, the λ_1 and λ_2 are commensurate with the grain size of the material (Figure 5).

Tested on the lime-hemp concrete from its manufacture to advance desiccation + setting steps (110 days), the method confirms its validity for geomaterials. The $\Delta T/\ln(t)$ curves evolve according to the desiccation + setting advancement. Nevertheless, the $\Delta T/\ln(t)$ curves present straight-line patterns which allow the calculation of only one thermal conductivity characteristic of the whole material. The lack of the first slope, of the $\Delta T/\ln(t)$ curve, equivalent to the “short time” λ_1 results of the continuous coating of the wire by the lime cement.

These preliminary results suggest the possibility of investigation on the relationship which prevails between the microstructure and saturation state of geomaterials and their effective thermal conductivity. The technique may be extended to *in situ* measurements in walls, soils, and other materials in order to record data on the thermohydric transfers and to be used for the mathematical simulations of the mechanisms.

References

- [1] M. J. Assael, K. D. Antoniadis, and W. A. Wakeham, “Historical evolution of the transient hot-wire technique,” *International Journal of Thermophysics*, vol. 31, no. 6, pp. 1051–1072, 2010.
- [2] J. J. Healy, J. J. de Groot, and J. Kestin, “The theory of the transient hot-wire method for measuring thermal conductivity,” *Physica B+C*, vol. 82, no. 2, pp. 392–408, 1976.
- [3] “Measurement of the transport properties of fluids,” in *Experimental Thermodynamics*, W. A. Wakeham, A. Nagashima, and J. V. Sengers, Eds., vol. 3, Blackwell Scientific Publications, London, UK, 1991.
- [4] M. J. Assael, K. D. Antoniadis, and J. Wu, “New measurements of the thermal conductivity of PMMA, BK7, and Pyrex 7740 up to 450K,” *International Journal of Thermophysics*, vol. 29, no. 4, pp. 1257–1266, 2008.
- [5] M. J. Assael, K. D. Antoniadis, K. E. Kakosimos, and I. N. Metaxa, “An improved application of the transient hot-wire technique for the absolute accurate measurement of the thermal conductivity of pyroceram 9606 up to 420 K,” *International Journal of Thermophysics*, vol. 29, no. 2, pp. 445–456, 2008.
- [6] M. L. V. Ramires, J. M. N. A. Fareleira, C. A. Nieto de Castro, M. Dix, and W. A. Wakeham, “The thermal conductivity of toluene and water,” *International Journal of Thermophysics*, vol. 14, no. 6, pp. 1119–1130, 1993.
- [7] J. R. Parsons Jr. and J. C. Mulligan, “Measurement of the properties of liquids and gases using a transient hot-wire technique,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 49, no. 10, pp. 1460–1463, 1978.
- [8] C. A. Nieto De Castro, J. C. G. Calado, W. A. Wakeham, and M. Dix, “An apparatus to measure the thermal conductivity of liquids,” *Journal of Physics E*, vol. 9, no. 12, article 020, pp. 1073–1080, 1976.
- [9] R. A. Perkins, M. L. V. Ramires, and C. A. Nieto De Castro, “Thermal conductivity of saturated liquid toluene by use of anodized tantalum hot wires at high temperatures,” *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, vol. 105, no. 2, pp. 255–265, 2000.
- [10] R. A. Perkins, M. L. V. Ramires, C. A. Nieto de Castro, and L. Cusco, “Measurement and correlation of the thermal

- conductivity of butane from 135 K to 600 K at pressures to 70 MPa," *Journal of Chemical and Engineering Data*, vol. 47, no. 5, pp. 1263–1271, 2002.
- [11] G. Thevenot, J. Saillard, J. P. Maye, and J. P. Garnier, "Cellule de mesure de la conductivité et de la diffusivité thermiques d'un fluide et sonde pour cette cellule," European Patent Office. EP 1724572 A1, 2006.
- [12] A. Alloush, W. B. Gosney, and W. A. Wakeham, "A transient hot-wire instrument for thermal conductivity measurements in electrically conducting liquids at elevated temperatures," *International Journal of Thermophysics*, vol. 3, no. 3, pp. 225–235, 1982.
- [13] Y. Nagasaka and A. Nagashima, "Absolute measurement of the thermal conductivity of electrically conducting liquids by the transient hot-wire method," *Journal of Physics E*, vol. 14, no. 12, pp. 1435–1440, 1981.
- [14] J. P. Garnier, J. P. Maye, J. Saillard, G. Thévenot, A. Kadjo, and S. Martemianov, "A new transient hot-wire instrument for measuring the thermal conductivity of electrically conducting and highly corrosive liquids using small samples," *International Journal of Thermophysics*, vol. 29, no. 2, pp. 468–482, 2008.
- [15] A. Kadjo, J. P. Garnier, J. P. Maye, and S. Martemianov, "A new transient two-wire method for measuring the thermal diffusivity of electrically conducting and highly corrosive liquids using small samples," *International Journal of Thermophysics*, vol. 29, no. 4, pp. 1267–1277, 2008.
- [16] I. H. Tavman, "Effective thermal conductivity of granular porous materials," *International Communications in Heat and Mass Transfer*, vol. 23, no. 2, pp. 169–176, 1996.
- [17] J. Z. Liang and F. H. Li, "Measurement of thermal conductivity of hollow glass-bead-filled polypropylene composites," *Polymer Testing*, vol. 25, no. 4, pp. 527–531, 2006.
- [18] E. E. Gonzo, "Estimating correlations for the effective thermal conductivity of granular materials," *Chemical Engineering Journal*, vol. 90, no. 3, pp. 299–302, 2002.
- [19] G. K. Batchelor and R. W. O'Brien, "Thermal or electrical conduction through a granular material," *Proceedings of the Royal Society of London Series A*, vol. 355, no. 1682, pp. 313–333, 1977.
- [20] D. Jougnot and A. Revil, "Thermal conductivity of unsaturated clay-rocks," *Hydrology and Earth System Sciences*, vol. 14, no. 1, pp. 91–98, 2010.
- [21] C. Gruescu, A. Giraud, F. Homand, D. Kondo, and D. P. Do, "Effective thermal conductivity of partially saturated porous rocks," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 44, no. 3–4, pp. 811–833, 2007.
- [22] J. P. Cull, "Thermal conductivity probes for rapid measurements in rock," *Journal of Physics E*, vol. 7, no. 9, article 026, pp. 771–774, 1974.
- [23] M. Stefanidou, M. Assael, K. Antoniadis, and G. Matziaroglou, "Thermal conductivity of building materials employed in the preservation of traditional structures," *International Journal of Thermophysics*, vol. 31, no. 4–5, pp. 844–851, 2010.
- [24] A. Bouguerra, "Temperature and moisture dependence on the thermal conductivity of wood-cement-based composite: experimental and theoretical analysis," *Journal Physics D: Applied Physics*, vol. 32, no. 21, pp. 2797–2803, 1999.
- [25] A. Bouguerra, A. Ledhem, F. De Barquin, R. M. Dheilly, and M. Quéneudec, "Effect of microstructure on the mechanical and thermal properties of lightweight concrete prepared from clay, cement, and wood aggregates," *Cement and Concrete Research*, vol. 28, no. 8, pp. 1179–1190, 1998.
- [26] K. L. Bristow, "Measurement of thermal properties and water content of unsaturated sandy soil using dual-probe heat-pulse probes," *Agricultural and Forest Meteorology*, vol. 89, no. 2, pp. 75–84, 1998.
- [27] K. L. Bristow, G. J. Kluitenberg, C. J. Goding, and T. S. Fitzgerald, "A small multi-needle probe for measuring soil thermal properties, water content and electrical conductivity," *Computers and Electronics in Agriculture*, vol. 31, no. 3, pp. 265–280, 2001.
- [28] D. A. De Vries and A. J. Peck, "On cylindrical probe method of measuring thermal conductivity with special reference to soils," *Australian Journal of Physics*, no. 11, pp. 225–271, 1958.
- [29] H. S. Carslaw and J. C. Jaeger, *Conduction of Heat in Solids*, Oxford University Press, London, UK, 1959.
- [30] A. Testu, *Dispersion thermique dans des milieux granulaires: caractérisation à cœur et en proche paroi*, thèse, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 2005.
- [31] H. Martin, "Low pecllet number particle-to-fluid heat and mass transfer in packed beds," *Chemical Engineering Science*, vol. 33, no. 7, pp. 913–919, 1978.
- [32] P. G. Knibbe, "The end-effect error in the determination of thermal conductivity using a hot-wire apparatus," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 29, no. 3, pp. 463–473, 1986.
- [33] M. Kohout, A. P. Collier, and F. Stepanek, "Effective thermal conductivity of wet particle assemblies," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 47, no. 25, pp. 5565–5574, 2004.

**Annexe IV : Article de conférence
CIFEM, Ouagadougou, Burkina Faso**

APPLICATION DE LA METHODE DU FIL CHAUD POUR SUIVRE L'EVOLUTION DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE D'ECO-MATERIAUX : EXEMPLE DE BETONS DE CHAUX-CHANVRE

Benoit **MERCKX**^{a,b*}, Patrick **DUDOIGNON**^b, Jean-Philippe **GARNIER**^c,

Damien **MARCHAND**^a, Claude **LAFORST**^b

^a S.A.R.L. Etudes Recherches Matériaux, BioPôle, 4 rue Carole Heitz, 86000 Poitiers, France

^b Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers, Institut C2MP, 1, rue Marcel Doré, 86022 Poitiers Cedex, France

^c Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers, Institut PPRIMME, 2 rue Pierre Brousse, 86000 Poitiers, France

RÉSUMÉ

La mesure de conductivité thermique par la méthode du fil chaud est ici simplifiée et adaptée aux géomatériaux. Un seul fil chaud en nickel est utilisé. Sa longueur (300 mm) et son diamètre (125 μm) sont adaptés à la taille et aux contraintes de fabrication des éprouvettes des géo-matériaux testés. Après étalonnage du fil chaud dans l'eau et le toluène, puis validation de la méthode sur plusieurs matériaux tests, la méthode est appliquée à des bétons de chaux-chanvre. Treize formulations, qui se différencient par le dosage et le type de chaux, mais également par la teneur en fibre ajoutée à la chènevotte et par leur provenance, ont été testées pendant 120 jours. Les résultats montrent les évolutions des comportements des bétons (densité, résistance à la compression, conductivité thermique) en fonction du temps, en parallèle avec les mécanismes de dessiccation et de carbonatation.

Mots Clés : Conductivité thermique, densité, résistance, béton, chaux, chanvre

NOMENCLATURE

$e(t)$	tension du fil en (V)	t	temps (s)
q	puissance linéaire constante ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}$)	T	température (K)
$R(t)$	résistance électrique instantanée du fil chaud (Ω)	T_0	température de référence (K)
R_0	résistance du fil à T_0 (Ω)	α	diffusivité thermique ($\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$)
R_c	résistance en compression simple (Mpa)	β_0	coefficient de température du fil à T_0
r_0	rayon du fil chaud (m)	λ	conductivité thermique en $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

1. INTRODUCTION

Les éco-matériaux, s'ils ont tendance à être de plus en plus employés, doivent être caractérisés par des qualités environnementales associées aussi bien à leurs confections et mises en œuvre qu'à leurs propriétés thermiques. Dans tous les cas, les mesures de conductivité thermique de ces matériaux sont indispensables aux calculs et modélisations des transferts au sein d'un bâti. Pour des phases pures, gaz, liquides ou solides, le terme conductivité thermique est usuellement employé. Pour des matériaux polyphasés, granulaires et dans notre cas pour des géo-matériaux, le

terme conductivité thermique effective est plus approprié. Néanmoins pour plus de simplicité le terme «conductivité thermique» est conservé tout au long de cet article.

L'objectif de ce travail est d'appliquer une méthode de mesure de conductivité thermique simple, rapide et peu coûteuse, adaptée pour ces géo-matériaux. La méthode de mesure utilisée est celle du fil chaud. Elle est appliquée dans un premier temps à des matériaux modèles puis à une brique de terre crue et à des bétons de chaux chanvre.

La méthode de mesure par fil chaud a déjà été développée depuis les années 1930 [1]. Les méthodes de mesures ont particulièrement été améliorées pour des phases pures (gazeuses, liquides et solides), des matériaux granulaires et enfin dans les sols, depuis les

* auteur correspondant

Adresse électronique : benoit.merckx@univ-poitiers.fr

années 1970 grâce notamment à l'utilisation de multicapteurs et de modélisations par éléments finis [2], [3], [4], [5], [6], [7]. Dans le cadre de notre travail, l'objectif est d'utiliser un dispositif très simple, adapté au géo-matériaux et éventuellement « insérable » dans le matériau lors de sa mise en œuvre. La méthode est basée sur l'utilisation d'un seul fil chaud. Elle nécessite l'insertion d'un fil métallique dont le ratio diamètre/longueur reste suffisamment petit pour que le fil soit considéré comme infini. Pour des liquides, l'immersion du fil est évidente. Pour des matériaux solides et, dans notre cas, pour des géo-matériaux, il est nécessaire d'insérer le fil chaud dans le matériau lors de la fabrication des éprouvettes [8]. Après un étalonnage et validation de la méthode dans des matériaux modèles, la méthode est appliquée à une série de bétons de chaux-chaux de différentes formulations. Les caractéristiques des bétons ont été suivies pendant 4 mois après leurs fabrications. Les résultats permettent d'argumenter sur le rôle des formulations et notamment du pourcentage de fibres ajoutées à la chènevotte. Cette méthode de mesure de conductivité permet alors un suivi aisé de l'évolution des matériaux par rapport aux mécanismes d'hydratation, de prise et de carbonatation.

2. METHODE ET MATERIEL

2.1. METHODE

La mesure de conductivité thermique par fil chaud est basée sur le calcul d'élévation de température du fil métallique par effet joule lors de l'injection d'un courant. La conductivité thermique est accessible via le développement mathématique de l'équation générale de la chaleur par Carslaw et Jaeger [9]. Pour une source linéaire infinie, la température du fil est donnée par l'équation (1) :

$$\Delta T(t) = \left(\frac{q}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} \right) \ln \left(\frac{4 \cdot F_0}{C} \right) \quad (1)$$

avec $C = e^{\gamma} = 1,781$, γ est la constante d'Euler ($\gamma = 0,5772$) et F_0 le nombre de Fourier défini avec (2) :

$$F_0 = \frac{\alpha \cdot t}{r_0^2} \quad (2)$$

L'équation (1) est la solution analytique d'un modèle idéal de conduction thermique sans convection ([2], [3], [10]).

A partir de ce modèle idéal et avec des valeurs de q connues, la conductivité thermique peut être déterminée à partir de l'enregistrement de la courbe $\Delta T/\ln(t)$, comme suit (3) :

$$\lambda = \left(\frac{q}{4 \cdot \pi} \right) \cdot \left(\frac{dT}{d(\ln t)} \right)^{-1} \quad (3)$$

avec $dT/d(\ln t)$ qui est la constante déduite des données expérimentales pour des valeurs de t satisfaisant la condition $F_0 \gg 1$.

Dans la pratique, le fil chaud et le matériau ont des dimensions finies qui peuvent induire des « déviations » par rapport au modèle théorique. Ces « déviations » ont été évaluées par Knibbe en ce qui concerne l'erreur due à l'effet de bord [10]. Liang [11] quant à lui propose des

équations prenant en compte les dimensions finies du fil (longueur, rayon) et de l'éprouvette (limite axiale). A partir de ces équations, nous pouvons estimer l'erreur de nos mesures de conductivité thermique à +/- 3%.

L'élévation de la température du fil est acquise par une mesure très précise de la résistance du fil. En effet, la résistance du fil est fonction de la température :

$$R = R_0 [1 + \beta_0 (T - T_0)] \quad (4)$$

ou encore

$$\Delta R = R_0 \beta_0 \Delta T \quad (5)$$

avec R_0 la résistance du fil à la température de référence T_0 et β_0 le coefficient de température du fil à la température de référence.

Considérant la loi d'Ohm, cette mesure de la résistance est atteinte grâce à l'injection d'un courant très stable et à la mesure très précise de la tension aux bornes du fil. On obtient alors la conductivité thermique du matériau grâce à l'équation (5) :

$$\lambda = \left(\frac{q \cdot R_0 \cdot \beta_0 \cdot i}{4 \cdot \pi} \right) \times \left(\frac{de(t)}{d(\ln t)} \right)^{-1} \quad (5)$$

avec $de(t)/d(\ln t)$ la constante numérique déduite de la pente de la partie linéaire de $e(t) = f(\ln(t))$.

Les courbes d'élévation de température du fil chaud ($\Delta T/\ln(t)$) sont enregistrées en utilisant un fil métallique de Ni très pur (>99,8%) et de faible diamètre (125 μm). Le ratio Longueur/Diamètre doit être largement supérieur à 200. Le transfert de chaleur est induit par un chauffage constant du fil en y injectant un courant de 300,000 mA. Le générateur de courant est un Keithley 2400 qui permet une précision de génération de courant de 10^{-6} A et de $5 \cdot 10^{-6}$ V. Le nanovoltmètre est un Keithley 2182 qui permet de mesurer la tension aux bornes du fil avec une précision de 10^{-8} V. Les acquisitions sont pilotées via un micro-ordinateur équipé de connections GPIB et du logiciel Labview®. Les temps d'acquisition sont inférieurs à 2 mn pour l'obtention de chaque courbe $\Delta T/\ln(t)$.

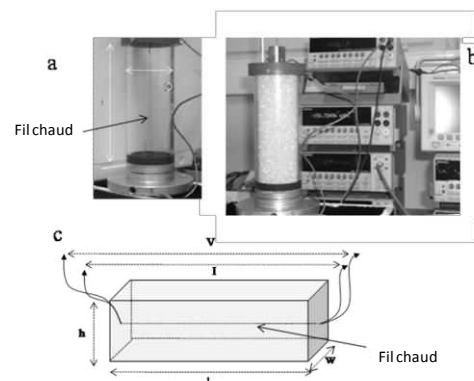


Fig. 1. a et b dispositif de mesure pour des liquides et des assemblages de billes de verre, c représentation schématique du dispositif pour matériaux

Le fil chaud a été étalonné dans l'eau et dans le toluène (125 μm en diamètre, 112 mm en longueur, 100 mA). Dix essais ont été effectués dans chacun de ces milieux. Les conductivités thermiques moyennes mesurées des deux

liquides sont $0,602 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $0,132 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, avec des écart-types respectifs de $8.10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (1,4%) et $1,6.10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (1,8%) (Fig.2). Ceci est en accord avec les valeurs bibliographiques connues ($0,1311 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour le toluène et $0,61$ pour l'eau pure à 20°C).

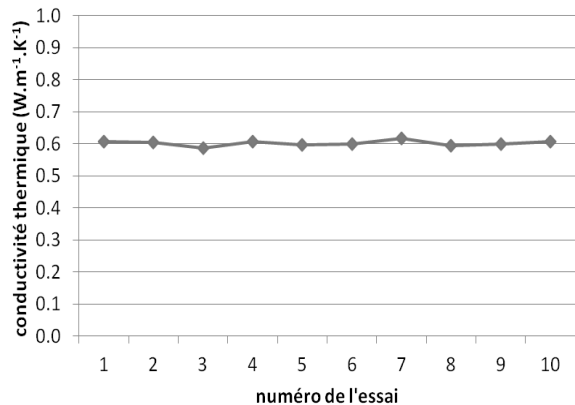


Fig. 2. Test de répétabilité de la mesure de conductivité thermique de l'eau à 20°C . Moyenne de $0,602 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ avec un écart-type de $8.10^{-3} \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (1,4%).

La méthode a ensuite été validée dans des assemblages de billes de verre de classes granulométriques différentes à l'état sec puis saturés à l'eau ou à l'acétone de manière à suivre l'influence de la granulométrie et de la saturation. Dans un deuxième temps la méthode a été validée dans une brique de terre crue compactée et dans une brique de chaux pure de manière à suivre les évolutions de conductivité thermique en fonction de la dessiccation et de la prise éventuelle des matériaux [8], (Fig.3). Dans ces conditions de mesures, les courbes $\Delta T/\ln(t)$ montrent deux domaines d'élévation de température : le domaine correspondant aux temps de mesure courts ($< 1 \text{ s}$) et le domaine correspondant aux temps plus longs ($1-100 \text{ s}$). Pour les temps courts ($< 1 \text{ s}$) la pente de la courbe $\Delta T/\ln(t)$ traduit l'influence du contact imparfait entre le fil chaud et le matériau (particules), [12, 13]. Pour les temps longs la pente traduit le comportement global du matériau. Finalement ces courbes $\Delta T/\ln(t)$ donnent des indications sur la texture et la saturation du matériau et les conductivités thermiques effectives [8], (Fig. 3).

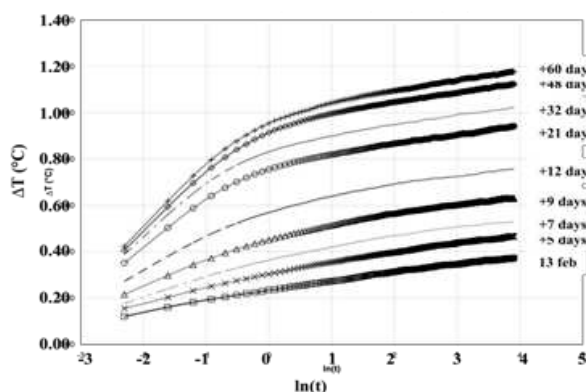


Fig. 3. Evolution des courbes $\Delta T/\ln(t)$ pour différents états de saturation d'une brique de terre crue.

2.2. MATERIAUX

Treize formulations de béton de chanvre ont été testées. Elles correspondent à des % volumiques de chaux de 18, 21 (chaux NHL 3.5) et 35% (chaux HL) pour trois origines de chanvres (A, B, C) constitués de chènevottes additionnées de 0, 10 ou 30% de fibres. Les bétons ont été formulés pour des utilisations « sol-mur » et « enduits » soit 18,75, 25 et 50 kg de chaux pour 100 litres de chanvre (18, 21, 35 % volumique). Les nomenclatures des formulations sont présentées dans le tableau 1.

Tableau 1 : Compositions des différentes formulations de béton de chaux-chanvre (pour 100L de Chanvre)

Nom	Chanvre	Chaux (kg)	Fibres (%)
Ar1f0.1	A	25 NHL	10
Ar1f0.3	A	25 NHL	30
Ar2f0.1	A	50 HL	10
Ar2f0.3	A	50 HL	30
Br1f0.1	B	25 NHL	10
Br1f0.3	B	25 NHL	30
Br2f0.1	B	50 HL	10
Br2f0.3	B	50 HL	30
Cr0.75f0	C	18,75 NHL	0
Cr0.75f0.1	C	18,75 NHL	10
Cr1f0.1	C	25 NHL	10
Cr2f0	C	50 HL	0
Cr2f0.1	C	50 HL	10

Ces matériaux sont reconnus pour montrer des évolutions structurales et de carbonatation sur de longs termes, de l'ordre de 24 mois, qui sont associées à l'évolution de leurs propriétés thermo physiques [14]. Les résultats présentés ici sont des résultats préliminaires qui ont été obtenus par mesures de densité, résistance à la compression et conductivité thermique à 28, 60, 90, et 120 jours. Les essais de compression sont effectués sur des éprouvettes cylindriques $16 (\varnothing) \times 32 \text{ (H)}$. Les mesures de conductivité thermique sont effectuées sur des éprouvettes prismatiques $10 \times 10 \times 30 \text{ cm}$. Les éprouvettes ont été conservées à 20°C et 50% d'humidité relative. Les investigations pétrographiques comprennent des diffractions de RX pour suivre la carbonatation et des observations en microscopie électronique à balayage pour montrer la microstructure du matériau et les interfaces chènevotte-chaux.

3. RESULTATS

3.1. COURBES $\Delta T/\ln(T)$

Les résultats préliminaires obtenus dans les liquides ont montré des courbes $\Delta T/\ln(t)$ linéaires, représentatives d'une homogénéité du milieu dès le contact avec le fil. Sur les assemblages de billes de verre et de terre compactée, les courbes $\Delta T/\ln(t)$ sont à deux pentes. Celles ci permettent de calculer une première conductivité thermique ($t < 1 \text{ s}$) qui caractérise la zone de contact hétérogène fil-particules ([12], [13]) et une seconde conductivité thermique, en fin d'acquisition, caractéristique de l'ensemble du matériau [8], (Fig. 2). Dans le cas des bétons de chaux-chanvre, la forme de la courbe dépend de la quantité de liant. Pour les bétons à forte teneur en chaux, les courbes $\Delta T/\ln(t)$ ne montrent

qu'une seule pente, témoin du contact pseudo-continu pâte de chaux/fil chaud. Elles montrent deux pentes dans le cas des bétons à faible teneur en chaux, témoins du contact discontinu fil chaud-béton. Néanmoins comme pour la terre compactée les pentes s'accroissent avec le temps de conservation des éprouvettes et permettent de calculer des valeurs de conductivité thermique qui diminuent avec la perte en eau du matériau. Elles traduisent l'amélioration des propriétés isolantes des matériaux avec le temps (Fig.4).

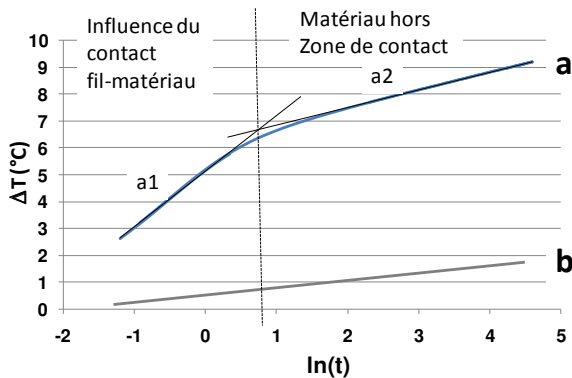


Fig. 4. Courbes $\Delta T/\ln(t)$ représentatives de deux bétons de chaux-chanvre (a) faible dosage en chaux, (b) fort dosage en chaux (courbes obtenues à 60 jours).

3.2. RELATION DENSITE-RESISTANCE

Du point de vue densité et résistance mécanique, les évolutions sont inversement proportionnelles : *i.e.* diminution des densités et augmentation des résistances avec le temps en accord avec la dessiccation et les phénomènes de prise et de carbonatation de la chaux. (Fig. 5).

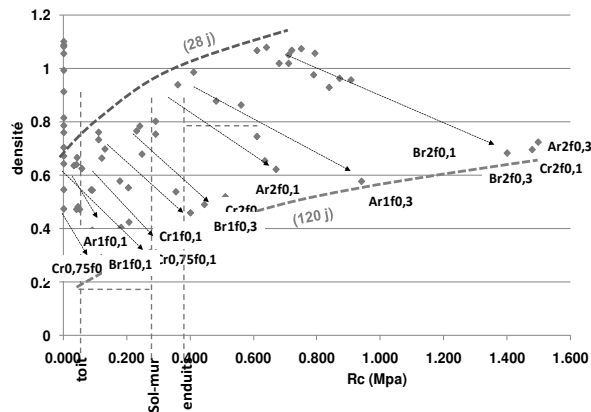


Fig. 5. Evolution des densités et résistances à la compression (R_c) avec le temps (28, 60, 90, et 120 jours)

L'augmentation du dosage en chaux (18%, 21% et 35%) accroît les masses volumiques et les résistances à la compression. Pour les forts dosages en chaux (35%) les masses volumiques évoluent de 1-1,2 t/m^3 lors de la fabrication à 0,7 t/m^3 à 120 jours pour des résistances croissantes de 0,7 MPa (28 jours) à 1,5 MPa (120 jours). Pour les faibles dosages en chaux (18% et 21%) les masses volumiques évoluent de 0,7-0,9 t/m^3 lors de la fabrication à 0,4-0,6 t/m^3 à 120 jours pour des résistances croissantes de 0,1-0,6 MPa (28 jours) à 0,3-1,0 MPa (120 jours) (Fig. 5).

L'augmentation du pourcentage de fibres ajoutées à la chènevotte (0, 10 et 30%) induit les mêmes évolutions, *i.e.* l'augmentation de la densité et de la résistance à la compression.

3.3. RELATION DENSITE-CONDUCTIVITE THERMIQUE

Les évolutions de la conductivité thermique sont cohérentes avec les diminutions de densité (Fig. 6). Pour des temps de conservation courts, les deux diminuent proportionnellement, dans un domaine évoqué par Cerezo [15]. Les bétons à forte teneur en chaux, destinés aux enduits, sont remarquablement plus conducteurs que les formulations pour « banchage » (teneur en chaux plus faible). La réduction du dosage en liant se traduit par une diminution de densité et par un gain en conductivité thermique.

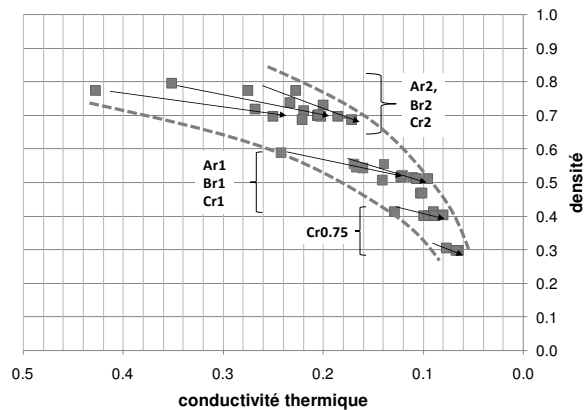


Fig. 6. Evolution du couple densité-conductivité thermique avec le temps (28 – 120 jours).

Si l'influence de l'augmentation du pourcentage de fibres est évidente sur l'augmentation de la densité et de la résistance, elle l'est moins sur les valeurs de conductivité thermique. Néanmoins, on remarque globalement une augmentation de la conductivité thermique pour les bétons à chanvre riches en fibre (Tableau 2).

Tableau 2. Evolution des densités et des conductivités thermiques à 120j pour les différents bétons

formulation	Densité initiale	Densité à 120j	λ à 120 ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
Ar1f0.1	0.674	0.396	0.095
Ar1f0.3	0.915	0.579	0.160
Ar2f0.1	0.995	0.656	0.202
Ar2f0.3	1.09	0.695	0.205
Br1f0.1	0.706	0.426	0.101
Br1f0.3	0.817	0.492	0.112
Br2f0.1	1.084	0.688	0.171
Br2f0.3	1.058	0.685	0.221
Cr0.75f0	0.478	0.291	0.067
Cr0.75f0.1	0.549	0.344	0.080
Cr1f0.1	0.752	0.450	0.121
Cr2f0	0.796	0.521	0.107

3.4. EVOLUTION STRUCTURALE

Les évolutions structurales (perte de masse et carbonatation) des éprouvettes évoluent en fonction du temps, de l'environnement (température, degré hygrométrique) et de la taille des éprouvettes. La carbonatation du matériau a été vérifiée lors des essais de carbonatation à la phénophtaléine (rose à $\text{pH} > 9$, incolore pour $\text{pH} < 9$). Ces tests ont montré une carbonatation limitée aux seules parties périphériques (0,5-1cm) des éprouvettes. Ces différences de carbonatation ont été confirmées par diffraction de rayons X. Du point de vue minéralogie elles se traduisent :

- dans le béton chaux-chanvre à 35% de chaux HL, par des diffractogrammes identiques au centre et à la périphérie des éprouvettes « 16*32 ». Ils caractérisent des assemblages à portlandite dominante, combinée à très peu de calcite. La densité élevée du matériau et sa faible porosité associée limitent la carbonatation.

- dans le béton chaux chanvre à 25% de chaux NHL les diffractogrammes RX différents entre le centre et la périphérie des éprouvettes : le centre des éprouvettes est caractérisé par l'assemblage calcite, portlandite et C2S dominants plus CSH (tobermorite), en partie périphérique, l'assemblage est à portlandite et calcite dominante, C2S et CSH (tobermorite) n'apparaissant plus qu'en faibles quantités.

Le taux de carbonatation en partie centrale des éprouvettes est dépendant de la porosité du matériau : i.e. carbonatation moyenne pour les bétons à faible pourcentage de chaux et faible carbonatation pour les bétons à fort pourcentage de chaux (35%). La progression de la carbonatation peut donc, indirectement, être associée à la densité du matériau.

Les observations au MEB permettent d'identifier trois échelles de porosité : microporosité à mésoporosité de pâte, mésoporosité à macroporosité des assemblages chènevotte-pâte. Pour les différents matériaux, l'adhérence pâte-particules végétales est parfaitement continue (Fig. 7). Les différences de structure apparaissent au niveau de la mésoporosité des pâtes de chaux qui montrent dans tous les cas un aspect vésiculaire. Les vésicules (bulles) présentent une « granulométrie » très fine dans le cas des bétons à 35% de chaux très hydraulique (pour enduit) (Fig. 8), et une granulométrie plus grossière dans les bétons à faible dosage de chaux, pour « banchage ». Cette dispersion des vésicules intra-pâte ainsi que leurs granulométries, agissent également pour partie sur les conductivités thermiques des matériaux.

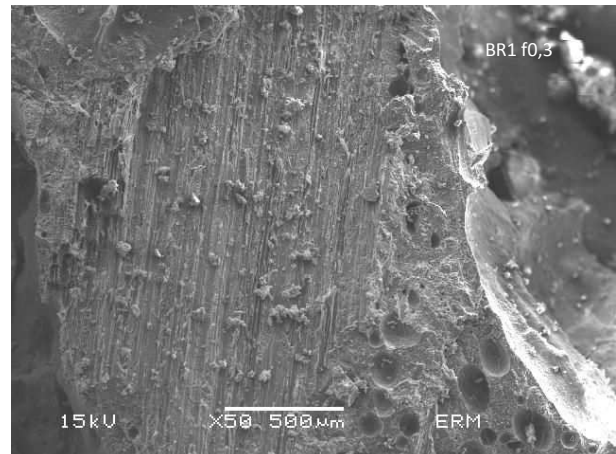


Fig. 7. Observation au microscope électronique à balayage du contact chènevotte-pâte de chaux (NHL) en mode électrons absorbés.

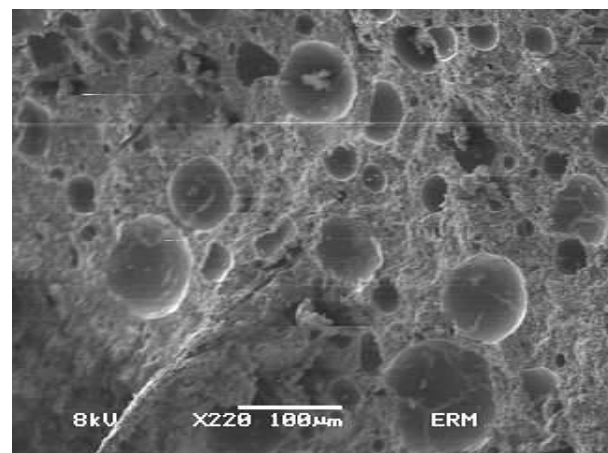


Fig. 8. Aspect vésiculaire de la pâte de chaux (HL) observée au microscope électronique à balayage en mode électrons absorbés.

4. CONCLUSION ET DISCUSSION

Malgré sa simplicité par rapport aux techniques multi-capteurs qui sont actuellement développées pour des mesures de conductivité thermique de phases pures (gaz, liquides, solides) et matériaux polyphasés, la méthode de mesure simplifiée à un seul fil chaud inséré est tout à fait utilisable pour des géo-matériaux composés. Les conditions nécessaires sont (1) un ratio des dimensions du fil $\text{Longueur/Diamètre} \gg 200$, (2) une résistance mécanique suffisante du fil par rapport aux contraintes de fabrication des éprouvettes permettant l'insertion du fil au sein du matériau lors de la confection des éprouvettes, (3) des mesures très précises de tensions et de courant, et (4) un étalonnage du dispositif dans des matériaux tests. Les incertitudes sur les conductivités thermiques mesurées, comprises entre 1,4 et 3% sont tout à fait acceptables face aux résultats de méthodes multi-capteurs et face à l'hétérogénéité des géo-matériaux utilisés en construction.

La technique présente donc le réel avantage de suivi en continu, de manière extrêmement simple et rapide (temps de mesures $< 2\text{mn}$) la conductivité thermique des matériaux au cours de leur dessiccation et/ou prise (carbonatation). Pour les bétons de chaux-chanvre testés pendant les 120 jours qui ont suivi leur fabrication, les mesures de densité, résistance à la compression et

conductivité thermique permettent de suivre avec le temps l'augmentation des performances mécaniques et physiques qui sont gouvernées par le mécanisme de prise et de dessiccation du matériau : i.e. diminution de la densité, augmentation de la résistance à la compression et diminution de la conductivité thermique par rapport aux différentes utilisations visées, sol-mur, enduits.

En plus de ces évolutions avec le temps qui sont communes à tous ces bétons, les évolutions liées aux différentes formulations confirment les rôles :

- du dosage et du type de chaux sur l'augmentation de la résistance mais également sur la conductivité thermique
- et du % de fibre ajouté à la chènevotte sur la densité et les évolutions de résistance et de conductivité thermique associée.

REMERCIEMENTS

Nous remercions la Région Poitou-Charentes et le Cluster Eco-Habitat Poitou-Charentes pour leurs investissements dans ces travaux.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Assael, M.J., Antoniadis, K.D., Wakeham, W.A., Historical Evolution of the Transient Hot-Wire Technique. *Int. J. Thermophys.* 2010 31: pp. 1051-1072
- [2] Healy, J.J., de Groot, J.J., Keslin, J., The theory of the transient hot-wire method for measuring thermal conductivity. *Physica B+C* 1976 vol. 82 Issue 2, 392-408
- [3] Wakeham, W.A., Nagashima, A., Sengers, J.V., (eds) *Experimental Thermodynamics. Vol III, Measurement of the Transport Properties of fluids* (Blackwell Scientific Publications, London) 1991.
- [4] Ramires, M. L. V., Fareleira, J. M. N-A, Nieto de Castro, C. A.,. The Thermal Conductivity of Toluene and Water. *International Journal of Thermophysics*, 1993 Vol. 14, No 6, pp 1119-1130
- [5] Assael, M.J., Antoniadis, K.D., Wu, J., New Measurements of the Thermal Conductivity of PMMA, BK7, and Pyres 7740 up to 450K. *Int. J. Thermophys.* 2008. 29:1257-1266
- [6] Assael, M.J., Antoniadis, K.D., Kakosimos, K.E., Metaxa, I.N., An Improved Application of the Transient Hot-Wire Technique for the Absolute Accurate Measurement of the Thermal Conductivity of Pyroceram 9606 up to 420K. *Int. J. Thermophys.* 2008. 29:445-456
- [7] Garnier, J-P., Maye, J-P., Saillard, J., Thévenot, G., Kadjo, A., Martemianov, S., A New Transient Hot-Wire Instrument for Measuring the Thermal-Conductivity of Electrically Conducting and Highly Corrosive Liquids using Small Samples, *International Journal of Thermophysics*, 2008. Vol 29 468-482
- [8] Garnier J.P., Gallier J., Merckx B., Dudoignon P. Milcent D.; Thermal conductivity measurement in clay dominant consolidated material by transient Hot-Wire method. *ICEM 14 – 14th International Conference on Experimental Mechanics*, Poitiers, France, 2010 Edited by Fabrice Brémand; EPJ Web of Conferences, Volume 6, id.38001
- [9] Carslaw, H.S., Jaeger, J.C., *Conduction of heat in solids*. 1959. Oxford University Press, London
- [10] Tavman I.H., Effective thermal conductivity of Granular Porous Materials, *Int. Comm. Heat Mass Transfer*, Vol 23 n)2, pp 169-176, Pergamon, 1996
- [11] Knibbe P.-G., the end-effect error in the determination of thermal conductivity using a hot-wire apparatus, *Int. Heat Mass Transfer*, 29, N°3, p 463-473, 1986
- [12] Liang X.-G., The boundary induced error on the measurement of thermal conductivity by transient hot wire method, *Meas. Sci. Technol.*, 6, 467-471, 1995.
- [13] Martin H., Low Peclet Number particle-to-fluid heat and mass transfer in packed beds, *Chemical Engineering Science*, 33, pp. 913-919, 1978
- [14] Testu A., Didierjean S., Maillet D., Moyne C., Metzger T., Niass T., Thermal dispersion for water or air flow through a bed of glass beads, *International Journal of Heat Mass Transfer*, 50, 1469-1484, 2007
- [15] Cerezo V., Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique. 2005 Thèse INSA de Lyon. Oxford University Press, Amen House, London EC4, 244 p.

Annexe V : Article
International Review of Mechanical Engineering

Development of Effective Thermal Conductivity Measurement in Geomaterials by Surface Transient Hot-Wire Method

B. Merckx, P. Dudoignon, J. Ph. Garnier, S. Martemianov

Abstract – The technique of thermal conductivity measurement in gas, fluids and solids are particularly advanced since the 1970 years thanks to multi-captors and finite element developments. In spite of these recent developments, a simplified “one hot-wire” method of thermal conductivity measurement is validated for non destructive investigations on geo-material surfaces. Firstly, the “one hot-wire” method was tested and validated using an embedded hot-wire in water, toluene, glass bead assemblages, and some geo-materials. Secondly, the method was transposed to a surface hot-wire technique adapted for geo-materials. The non-invasive technique is developed thanks to a “sandwich insulator foam-material” cel. This Surface Transient Hot Wire (S-THW) method is firstly modeled by Comsol® software in order to estimate the role of thermal contacts. The thermal conductivities measured by S-THW method are compared with thermal conductivities measured via the embedded hot-wire method (1) in glass bead assemblages, in a compact earth brick and in a pure lime brick, and (2) with quartz and calcite thermal conductivities. Copyright © 2012 Praise Worthy Prize S.r.l. - All rights reserved.

Keywords: Effective Thermal Conductivity, Geomaterials, Non Invasive Method, Numerical Simulation, Transient Hot Wire

Nomenclature

C_p	Thermal capacity
D	Glass bead diameter
q	Constant heat flux per unit length
$R(t)$	Instantaneous electrical resistance of the wire
R_i	Radius of the air layer
R_0	Resistance of the wire at the reference temperature
r	Hot-wire radius
T	Temperature
T_0	Temperature of reference
t	Time
v	Tension
α	Thermal diffusivity
β_0	Wire temperature coefficient
γ	Euler-Mascheroni constant
λ	Thermal conductivity
λ_1	“Short time” effective thermal conductivity
λ_2	“Long time” effective thermal conductivity
ρ	Density

I. Introduction

The Transient Hot-Wire method (THW) has been developed since the 1930 years and particularly advanced since the 1970 years thanks to multi-captors and finite element simulations [1].

The THW method has been advanced to the accurate measurement of thermal conductivity of pure phases as

gas, liquids, solids, and melts [2]-[4].

It has also been applied to the electro-conducting liquid [4]-[7] and highly corrosive liquids [8]-[10]. On another way, the THW and other methods have been extended for the measurement of the effective thermal conductivity of granular materials [11]-[13], solid geo-materials [14]-[16], soils [17]-[18] and building materials [19]-[21].

For historical monuments the thermal and hydric transfers are studied face to the problem of the heritage conservation. Thus the measurements of parameters as temperature, hygrometry and thermal conductivity have to be non destructive. The captors of temperature and air hygrometry can be only put on the material surface. The topic of this paper is to transpose the Transient Hot Wire method which is actually based on the heating of a hot wire embedded in the material to a non destructive surface method.

The work follows three successive steps. Firstly the study of the texture-moisture and effective thermal conductivity relationships in geo-materials have been based on the THW method via only one embedded hot-wire (1) in a model material composed of glass bead assemblages, (2) in a compact earth brick equivalent to a clay dominant material and (3) in a pure lime brick. In order to validate this simplified THW method in such materials, the topics of the successive three steps are to demonstrate the role of the texture and associated porosity in meso-to-macroporosity domains for the glass bead assemblages, in the microporosity domain for the

earth and lime bricks, and the role of the saturation index of the materials. Secondly the method of surface measurement (S-THW) was developed by coupling physical measurements and numerical simulations (Comsol® software). This second step needed the development of a measurement cell. The Comsol® simulations tested the role of the different parameters as material effective thermal conductivity, thermal capacity and density of the material, plus the wire/material contact effect associated to the eventual roughness of the material surface.

II. Method and Materials

The THW method is a transient dynamic technique based on the measurement of the temperature rise of a linear heat source (hot-wire) embedded in the tested material [8]-[9]-[21]. In solid materials, the Hot Wire heating by Joule effect induces a conductive heat transfer through the material. The thermal conductivity becomes accessible via the Carslaw's mathematical development [22] and the hot-wire temperature measurement. The precision of the thermal conductivity depends on the measurement of the electrical parameters (tension and current) and the accurate characterization of the hot-wire (temperature coefficient of metal and diameter/length ratio) [4]-[6]-[21].

II.1. Mathematical Development

The Fourier law leads to the general heat equation:

$$\frac{dT}{dt} = \frac{q}{\rho C_p} + \alpha \nabla^2 T \quad (1)$$

For an infinitely long metallic wire (radius : r) heated at time $t > 0$ with a constant heat flux per unit length q and immersed in an infinite homogeneous medium with uniform initial temperature, the temperature distribution in time and space $T(t,r)$ is given by [22]:

$$T(t,r) = \frac{q}{4\pi\lambda} \int_{\frac{r^2}{4\alpha t}}^{\infty} e^{-u} \frac{du}{u} \quad (2)$$

with λ and α , the thermal conductivity and thermal diffusivity respectively. The exponential integral:

$$Ei(-x) = - \int_x^{\infty} e^{-u} \frac{du}{u} \quad (3)$$

can be resolved, for low enough x , (if $Fo = \frac{\alpha t}{r^2} \gg 1 \dots (> 10)$ by the limited development in 0:

$$Ei(-x) = \gamma + \ln(x) - x + \frac{1}{4}x^2 + o(x^3) \quad (4)$$

with γ the Euler-Mascheroni constant, $\gamma \approx 0,57721$.

Thus, from Equations (2) and (4), the temperature increase of the hot wire may be written as follows:

$$\Delta T(t,r) = \frac{q}{4\pi\lambda} \left[-\gamma - \ln\left(\frac{r^2}{4\alpha t}\right) \right] \quad (5)$$

$$\Delta T(t,r) = \frac{q}{4\pi\lambda} \left[\ln\left(\frac{4\alpha t}{r^2}\right) - \ln(e^\gamma) \right] \quad (6)$$

considering $C=e^\gamma$:

$$\Delta T(t,r) = \frac{q}{4\pi\lambda} \left[\ln\left(\frac{4\alpha t}{C \cdot r^2}\right) \right] \quad (7)$$

$$\Delta T(t,r) = \frac{q}{4\pi\lambda} \left[\ln(t) + \ln\left(\frac{4\alpha}{C \cdot r^2}\right) \right] \quad (8)$$

According to the high thermal conductivity and the very small diameter of the metallic wire, a homogeneous temperature can be reached after only few dozens of nanoseconds.

In these conditions the temperature wire is only due to surrounding exchanges. The deduced λ and α characterize the material.

In fact, the $\Delta e(t)$ due to the wire heating ($\Delta T(t)$) results from the Joule effect induced by a constant current (i). It may be calculated as follows:

$$R(t) = R_0(1 + \beta_0 \cdot (T(t) - T_0)) \quad (9)$$

Thus, with the Ohm's law $v(t)=R(t) \cdot i$:

$$\Delta v(t) = \frac{\Delta v(t)}{\beta_0 R_0 i} \quad (10)$$

with $R(t)$ the instantaneous electrical resistance of the wire, β_0 the wire temperature coefficient and R_0 the resistance at T_0 reference, obtained by experimental calibration.

The λ thermal conductivity may be deduced from the equation:

$$\Delta v(t) = \frac{q\beta_0 R_0 i}{4\pi\lambda} \ln(t) + K \quad (11)$$

with:

$$K = \frac{q\beta_0 R_0 i}{4\pi\lambda} \ln\left(\frac{4\alpha}{C \cdot r_0^2}\right) \quad (12)$$

Thus it is possible to obtain an affine function from the $\Delta e = f[\ln(t)]$ curve.

The inverse of the slope of this function allows the calculation of λ following the equation:

$$\begin{aligned} \lambda &= \left(\frac{q}{4\pi}\right) \cdot \left(\frac{dT}{d(\ln(t))}\right)^{-1} \\ &= \left(\frac{q\beta_0 R_0 i}{4\pi}\right) \cdot \left(\frac{dv}{d(\ln(t))}\right)^{-1} \end{aligned} \quad (13)$$

II.2. Devices and Material

After the validation in water and toluene, the heat transfers were measured by the embedded hot-wire (THW) (1) in assemblages of glass beads of different diameters, (2) in the clay dominant material (compact earth brick), and (3) in a pure lime brick. The data (ΔT versus time) were recorded using a Ni wire of 0.125 mm diameter and 295mm length embedded in the glass bead assemblages or in the bricks during their manufacture (see Fig. 1(a)).

The heat transfers are induced by constant heating using 100 mA and 300 mA currents. The current generator has to be very accurate. It is a Keithley 2400 (precision of 10^{-6} A). The nanovoltmeter used is a Keithley 2182 (precision of 10^{-8} V). The experiments are driven by a microcomputer equipped with GPIB connections and Labview® software.

The measurements in water and toluene, at 22°C, give thermal conductivities of $\lambda_{water} = 0.602$ W/mK with a 0.008 W/mK standard deviation and $\lambda_{toluene} = 0.131$ W/mK with a 0.002W/mK standard deviation. Seven glass bead media have been tested. They were characterized by bead diameters of 0.50-0.75, 0.75-1.0, 1.0-1.4, 1.7-2.1, 2.5-3, 2.8-3.4 and 3.9-4.4 mm. The compacted earth brick is made by mechanical compression of a mixture of clayey earth plus sand added of 5% lime. The composition of the compacted brick is 62% earth, 28% sand, 5% lime and 5% water in weight percentage.

The mineralogy of sand is quartz dominant, feldspars and accessory Fe oxides. The mineralogy of the clayey fraction in earth is Illite, Kaolinite and Smectite.

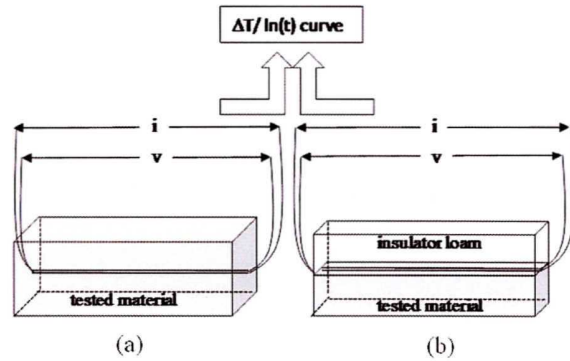
All the 7 glass bead media have been tested in air dry state. To make evident the effect of saturation the 2.8-3.4 mm glass bead medium have been tested saturated with water and acetone. The thermal conductivity was measured in the compacted brick from initial 17% in weight of water content to 3% of residual water content after 110 days of air drying. The 17% of water content corresponds to a saturation index (I_{Sat}) of 90%. The 3% of residual water correspond to a saturation index of 15%.

The measurements were made daily during the first sixty days and with larger steps (2-3 days) after. The heat transfer measurements are represented in a ΔT (°C) versus $\ln(t)$ diagram (see Figs. 5 to 9).

The Surface Hot Wire (S-THW) development is based on the THW method with one hot-wire in sandwich location between a thermal insulator and the tested material (see Figs. 1(b) and 2).

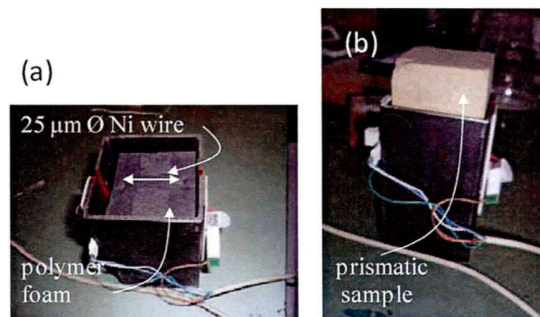
The thermal insulator, which supports the hot-wire, is a polymer foam (EPDM). The hot-wire is 0.025 mm diameter and about 37 mm length Ni wire for this type of probe.

The heat transfers are induced by constant heating using limited 10-to-80 mA currents to avoid the overheating of the wire. In all the experiments the length/diameter of the hot-wire are > 2000 according to an insignificant end-effect error [23].



Figs. 1. Transposition from embedded (THW) to the "sandwich" S-THW device

The $\Delta T/\ln(t)$ curves have been recorded firstly on the insulator foam in order to obtain its thermal conductivity and then, on glass bead, earth brick, pure lime brick, pure calcite and pure quartz.



Figs. 2. Detail of the "sandwich" THW device

The Comsol® software allows the modelling of the EPDM - hot-wire - material geometry device and the theoretical responses of the materials to the hot-wire heating. The calculations were made on the sandwich device polymer foam - tested material (see Figs. 2). The foam thermal conductivity is $0.044 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. The successive runs have tested many parameters:

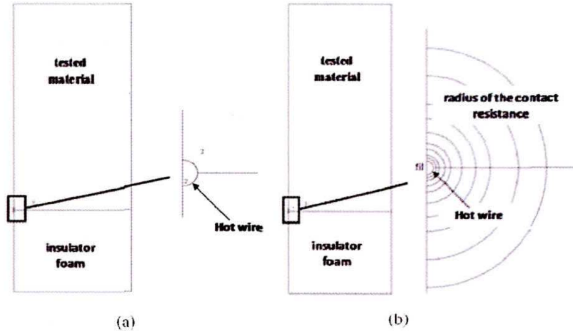
- density, thermal capacity, thermal conductivity of the tested material;
- thermal conductivity of the insulator foam;
- contact resistance between hot wire and the tested material surface (equivalent air layer).

III. Results

III.1. Comsol® Simulations

According to the geometrical symmetry of the system, the calculations are made only on one half section of the sandwich device (see Figs. 3).

The calculations need the values of the physical characteristics of the insulator foam and the tested materials: density, thermal conductivity ($\lambda_{material}$, λ_{foam}), thermal capacity, wire diameter, volumetric heat flux and initial temperature.



Figs. 3. (a)-Simple geometry used for the Comsol@ simulation, (b)-Transformation of the geometry for equivalent R0 to R10 radius.

The runs have been made using the $0.044 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ thermal conductivity of the insulator foam except for the fourth simulation performed in order to test variable thermal conductivities of the foam.

The first series of simulations was performed for increasing material density ($0.75, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50$ and $3.00 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) at $1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ thermal conductivity and $800 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ thermal capacity.

The differences between the resulting apparent thermal conductivities are very weak. They present a standard deviation of $7.5 \times 10^{-4} \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ around an average value of $0.5166 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

The second series of simulations was performed for increasing material thermal capacities of the material at $1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ thermal conductivity and $2.00 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ constant density. The simulations were performed for 700 - to - $4500 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ thermal capacities increasing by step of $100 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. The results give similar apparent thermal conductivities with a standard deviation of $4 \times 10^{-4} \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ around an average value equal to $0.5169 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

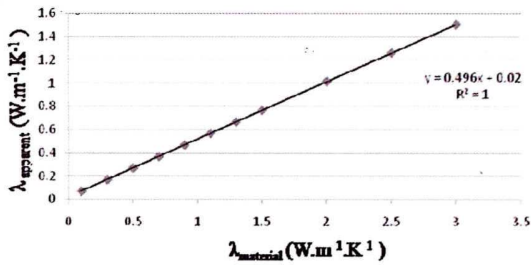


Fig. 4. Linear relationship between the apparent and material thermal conductivity measured at $2.0 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ density, and $800 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ thermal capacity

The third series of simulations was made for increasing material thermal conductivities of the material at $2.0 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ density, and $800 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ thermal capacity. The input thermal conductivities ($\lambda_{\text{material}}$) evolve from $0.1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ to $3.0 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ by steps of $0.25 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. The calculated apparent thermal conductivities ($\lambda_{\text{apparent}}$) evolve as follows (see Fig. 4):

$$\lambda_{\text{apparent}} = 0.496 * \lambda_{\text{material}} + 0.02 \quad \text{with } R^2=1 \quad (14)$$

The fourth series of simulations was performed for increasing thermal conductivities of the insulator foam at $2.0 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ material density, $1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ material thermal conductivity and $800 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ material thermal capacity.

The foam thermal conductivity (λ_{foam}) increases from 0.02 to $0.15 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ by steps of $0.02 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. The calculated apparent thermal conductivities evolve as linear relation:

$$\lambda_{\text{apparent}} = 0.5 * \lambda_{\text{foam}} + 0.4967 \quad \text{with } R^2=0.9997 \quad (15)$$

According to the theory, the simulations with variable densities and thermal capacities induce no significant differences in the apparent thermal conductivities.

In these conditions the only two parameters which act on the value of the calculated apparent thermal conductivity are the two thermal conductivities of the sandwich device: i.e. the material and the foam. Finally, in our limit conditions, the two previous linear relations may be simplified as:

$$\lambda_{\text{apparent}} = 0.5 * \lambda_{\text{material}} + 0.02$$

$$\lambda_{\text{apparent}} = 0.5 * \lambda_{\text{foam}} + 0.5$$

inducing the resulting measured λ ($\lambda_{\text{apparent}}$):

$$\lambda_{\text{apparent}} = \frac{\lambda_{\text{material}} + \lambda_{\text{foam}}}{2} \quad (16)$$

The shift from the simulation to the measurement on the material surface may be perturbed by an artifact of surface-wire contact due to the approximate geometry of the contact and eventual roughness of the material surface.

The eventual air layer which can locally isolate the wire from the material may be minimized by applying a pressure on the slightly deformable foam. Without reaching the precision of Martin [24] and Giese [25] models, a first simplification consists in simulating the contact resistance by a thin air layer surrounding the wire.

Thus, the geometry of the model was completed by a cylindrical surface of air (see Fig. 3(b)). For the successive simulations, the radius of this cylinder (R_i) varies from 0 to 0.2 mm .

The radius R_i equal to 0 represents a continue contact generally representative of a fluid medium. The maximum of $R_i=0.2 \text{ mm}$ represents the material surface environment of Martin [24] characterized by particle size of 0.4 mm . The $\Delta T/\ln(t)$ curves obtained with this geometry evolves from flat patterns to two-slope patterns according to the results obtained by embedded hot-wire (see Fig. 5).

Nevertheless, the successive curves present sub-parallel linear parts in the “long time domain” of simulation ($\ln(t) > 0$).

Thus, in this “time domain”, the apparent thermal conductivities are quite equivalent in the $0 - 0.2 \text{ mm } R_i$ range (see Fig. 6).

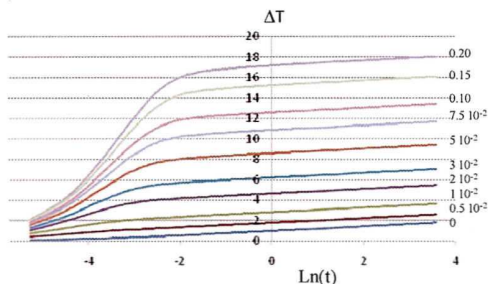


Fig. 5. $\Delta T/\ln(t)$ curves simulated for $Ri=0, 0.510^{-2}$ to 0.20 mm

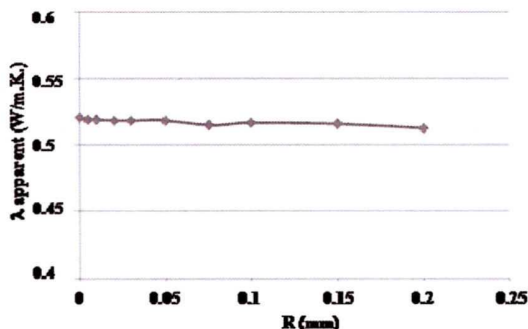


Fig. 6. λ apparent evolution versus the equivalent air “layer” radius (R_i)

III.2. Embedded Hot Wire Measurements (THW)

For the glass bead assemblages, each recorded $\Delta T/\ln(t)$ curve presents two successive “time domains” of temperature increasing characterized by a_1 and a_2 slopes which are used to calculate two associated heat conductivities λ_1 and λ_2 (see Fig. 7). The different bead sizes induce an evolution of the thermal conductivity due to the density of wire-bead contacts and bead-to-bead contacts in the wire surrounding medium. The first (a_1, λ_1) couple characterizes the hot wire particles contact and consequently the microstructure of the material [24]-[25]. For these assemblages of small spheres, whatever their 0.50-0.75-to- 3.9-4.4 mm diameters are, the porosity is near 0.39.

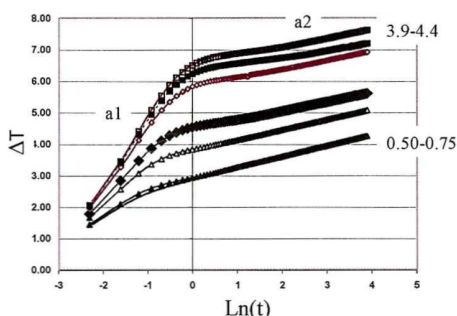


Fig. 7. Evolution of the slopes (a_1, a_2) of the $\Delta T/\ln(t)$ curves for the successive glass bead diameters 0.50-0.75, 0.75-1.0, 1.0-1.4, 1.7-2.1, 2.5-3, 2.8-3.4 and 3.9-4.4 mm. measurements with a 300 mA current

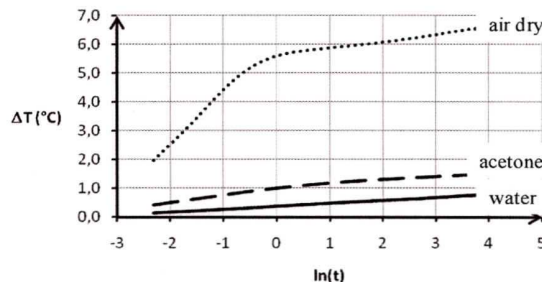


Fig. 8. Evolution of the $\Delta T/\ln(t)$ curves for 2.8-3.4 mm glass beads in dry air state, acetone and water saturated states. The Shift down of the $\Delta T/\ln(t)$ curves due to the saturation accords to the decreasing thermal conductivities of the air ($\lambda=0.025 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$), acetone ($\lambda=0.19 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) and pure water ($\lambda=0.6 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)

The associated λ_1 evolves from 0.038 to $0.11 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. It can be expressed as a function of the bead diameter as follows:

$$\lambda_1 = 0.08 D^{-0.5} \tag{17}$$

with D = bead diameter in mm.

The increase of the bead size induces weak evolutions of the a_2 slopes. The induced λ_2 evolves from 0.2 to $0.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ according to the 0.50-0.75-to- 3.9-4.4 mm bead diameter increase for a constant 0.39 porosity. λ_2 can be calculated as follows:

$$\lambda_2 = 0.094 D + 0.18 \tag{18}$$

The air/water or air/acetone substitution implies great decrease of the a_1 slope on the $\Delta T/\ln(t)$ curves and consequently great increase of the λ_1 thermal conductivity (Fig. 8; Table I).

TABLE I
EVOLUTION OF THE λ_1 AND λ_2 FOR THE DIFFERENT SATURATION STATES OF GLASS BEADS ASSEMBLAGES

Medium	λ_1 (W/Mk)	λ_2 (W/Mk)
Air saturated (dried)	0.047	0.30
Acetone saturated	0.35	0.64
Water saturated	0.85	0.85

For the earth brick the thermal conductivities were measured during the first 110 days of desiccation which have followed its manufacture. The progressive desiccation causes the simultaneous decrease of the water content and saturation index, from 17 to 3% and 90 to 15% respectively (Fig. 9).

The $\Delta T/\ln(t)$ curves show evolutions from saturated to unsaturated states which are similar to the glass bead assemblage ones: i.e. (1) rapid ΔT increase in “short time domain” and slow ΔT increase for “longer time domain” and (2) quite flat patterns for the saturation state to two slope curves for unsaturated states.

The consequences are (1) a drastic evolution of λ_1 associated to the increasing desiccation and (2) the fluctuations of λ_2 around $0.97 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (Fig. 10).

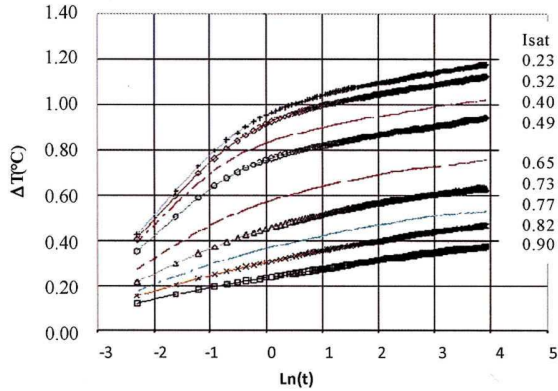


Fig. 9. Evolution of the $\Delta T/\ln(t)$ curves recorded on the compacted brick from 0.90 to 0.23 saturation index ($Isat$).

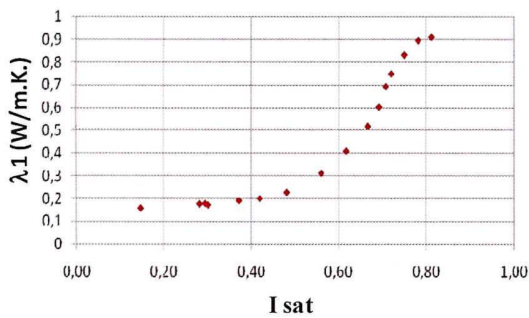


Fig. 10. Evolution of λ_1 thermal conductivities with the saturation index ($Isat$) for the earth brick

For the pure lime brick the continuous wire-lime cement contact induces quite flat $\Delta T/\ln(t)$ curves which allow only one λ_2 calculation and a final λ_2 value of $0.387 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ after 50 days of desiccation (Fig. 11).

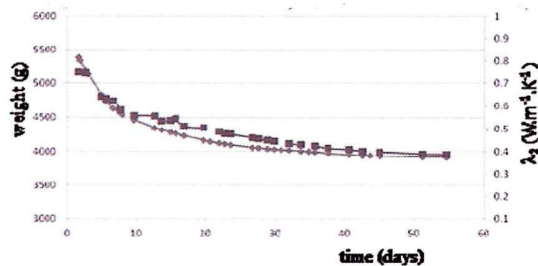


Fig. 11. Synchronous evolutions of the lost of water by desiccation and decrease of λ_2

III.3. Surface Hot Wire Measurements (S-THW)

The thermal conductivity measurements on heterogeneous materials by surface hot wire give $\Delta T/\ln(t)$ curves characterized by two-slope patterns which allow the calculation of the two λ_1 and λ_2 (Fig. 12).

The average apparent λ_2 thermal conductivity measured on the earth brick is $0.495 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, with a standard deviation of $6 \times 10^{-2} \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (4 successive

measurements). The effective material thermal conductivity (λ_2) calculated following equation (16) is $0.95 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. This average value accords with the average $0.97 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ measured with the embedded hot wire.

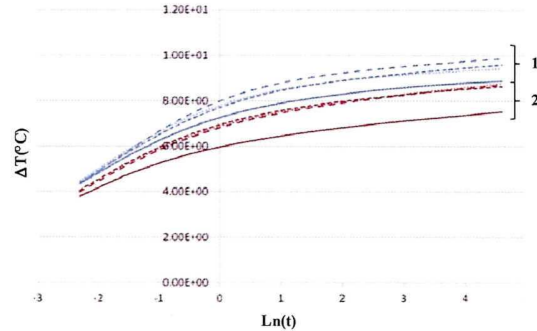


Fig. 12. $\Delta T/\ln(t)$ curves obtained on two samples (1, 2) of the earth brick by the Surface THW method

The measurements on the pure lime brick by surface hot wire give an average apparent λ_2 of $0.200 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ with a standard deviation of $2.10^{-3} \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (8 successive measures). The deduced material λ_2 is $0.36 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. This value is very closed to the $0.387 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ measured with the embedded hot-wire.

The thermal conductivity (λ_2) of the bead assemblage obtained by the surface method is $0.27 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ against $0.30 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ measured with the hot-wire embedded in equivalent diameter glass beads.

The thermal conductivity (λ_2) obtained by the surface method on agate, quartz crystal and calcite crystal are $6.8, 8.8, 3.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ respectively. These values accord with the bibliographic thermal conductivities of these minerals.

IV. Conclusion

The present work does not compete against the recent and accurate techniques of thermal conductivity measurement which give very accurate results for pure phases. All these techniques, even in solids, need multi-captors as multi hot-wire, electronic bridges, thermocouple-hot-wire coupling, embedded in the material or in “sandwich” location between test pieces. The necessary condition is to embed the sensor inside the geo-material, what can be made only during the manufacture of the test pieces. For the “sandwich” method, they need the cutting of samples. In fact, this work shows the interest of the Simplified-THW method for the geo-material characterization and particularly the moisture – effective thermal conductivity relationship in such porous and heterogeneous media. The previously mentioned accurate techniques of thermal conductivity measurement often need to avoid the heterogeneity of soli-hot wire contact by a thin “gel” layer. One part of the present work is to show the significance of the $\Delta T/\ln(t)$ patterns all along the acquisition time: i.e. “one

slope” curves in liquid or subliquid media characteristic of a continuous hot-wire/ medium contact, “two slopes” curves characteristic of an heterogeneous material structure and non-continuous hot-wire/solid contact. The λ_1 effective thermal conductivity obtained in “short times” is particularly sensitive to the saturation index of the porous material in the large domains of investigated porosities, from macro-to-meso porosity (example of glass bead assemblages) to micro-porosity (example of clay dominant earth brick). The two successive steps of (1) Comsol® simulation and (2) measurement on surface, using a specific measurement cell, allow the validation of the Surface-THW method. The results demonstrate the relevance of the S-THW method for the characterization of the media in a very large domain of materials and secondly for in situ investigations and particularly in heritage monuments where all types of destructive investigation are forbidden.

Acknowledgements

This work was supported by the Region Poitou-Charentes and the Direction Régionale des Affaires Culturelles of Poitou-Charentes. We would like to thank them for their supports.

References

- [1] M.J. Assael, K.D. Antoniadis, W.A. Wakeham, Historical Evolution of the Transient Hot-Wire Technique. *Int. J. Thermophys.* 31, pp. 1051-1072, 2010
- [2] M.J. Assael, K.D. Antoniadis, J. Wu, New Measurements of the Thermal Conductivity of PMMA, BK7, and Pyrex 7740 up to 450K. *Int. J. Thermophys.* 29, pp.1257-1266, 2008
- [3] M.J. Assael, K.D. Antoniadis, K.E. Kakosimos, I.N. Metaxa, An Improved Application of the Transient Hot-Wire Technique for the Absolute Accurate Measurement of the Thermal Conductivity of Pyroceram 9606 up to 420K. *Int. J. Thermophys.* 29, pp. 445-456, 2008.
- [4] Y. Nagasaka, A. Nagashima, Absolute Measurement of the Thermal Conductivity of Electrically Conducting Liquids by the Transient Hot-Wire Method. *J. Phys. E: Sci. Instrum.* No 14, pp 1435-1440, 1981.
- [5] J. R. Parsons Jr., J. C. Mulligan, Measurement of the Properties of Liquids and Gases using a Transient Hot-Wire Technique. *Rev. Sci. Instrum.* Vol 49, pp 1460-1463, 1978.
- [6] W. B. Alloush, W. A. Gosney, A. Wakeham, Transient Hot-Wire Instrument for Thermal Conductivity Measurements in Electrically Conducting Liquids at Elevated Temperatures. *International Journal of Thermophysics*, Vol 3, No 3, pp 225-235, 1982.
- [7] M. L. V. Ramires, J. M. N. A. Fareleira, C. A. Nieto de Castro, The Thermal Conductivity of Toluene and Water. *International Journal of Thermophysics*, Vol. 14, No 6, pp 1119-1130, 1993
- [8] J.P. Garnier, J.P. Maye, J. Saillard, G. Thévenot, A. Kadjo, S. Martemianov, A New Transient Hot-Wire Instrument for Measuring the Thermal-Conductivity of Electrically Conducting and Highly Corrosive Liquids using Small Samples. *International Journal of Thermophysics*, Vol 29, pp. 468-482, 2008.
- [9] A. Kadjo, J.P. Garnier, J.P. Maye, S. Martemianov, A New Transient Two-Wire Method for Measuring the Thermal Diffusivity of Electrically Conducting and Highly Corrosive Liquids Using Small Samples. *International Journal of Thermophysics*, Vol 29, pp.1267-1277, 2008.
- [10] G. Thevenot, J. Saillard, J.-P. Maye, J.P. Garnier, Cellule de mesure de la conductivité et de la diffusivité thermiques d'un fluide et sonde pour cette cellule. *European Patent Office*. EP 1724572 A1 2006.
- [11] E. E. Gonzo, Estimating correlations for the effective thermal conductivity of granular materials. *Chemical Engineering Journal* Vol.90 pp. 299-302, 2002.
- [12] G.K. Batchelor, R.W. O'Brien, *Thermal or electrical conduction through a granular material*, Proc.R.Soc.Lond, vol 355, pp 313-333, 1977.
- [13] I.H. Tavman, Effective thermal conductivity of granular porous material. *Int. Comm. Heat Mass. Transfer*. Vol. 23, n°2, pp. 169-176, 1996.
- [14] C. Gruescu, A. Giraud, F. Homand, D. Kondo, D.P. Do, Effective thermal conductivity of partially saturated porous rocks. *International Journal of Solids and Structures* 44, pp. 811-833, 2007.
- [15] D. Jougnot, A. Revil, Thermal conductivity of unsaturated clay-rocks. *Hydrol. Earth Syst. Sci.*, 14, pp. 91-98, 2010.
- [16] K.H. Bristow, Measurement of thermal properties and water content of unsaturated sandy soil using dual-probe heat pulse probes. *Agricultural and forest meteorology*, vol 89, pp. 75-84, 1998.
- [17] K.H. Bristow, G.J. Kluitenberg, C.J. Golding, T.S. Fitzgerald, A small multi-needle probe for measuring soil thermal properties, water content and electrical conductivity. *Computers and Electronics in Agriculture* vol 31 265-280, 2001
- [18] A. Bouguerra, A. Ledhem, F. de Barquin, R.M. Dheilily, M. Quéneudec, Effect of microstructure on the mechanical and thermal properties of lightweight concrete prepared from clay, cement and wood aggregates. *Cement and Concrete Research*, Vol. 28, No. 8, pp. 1179-1190, 1998.
- [19] A. Bouguerra, Temperature and moisture dependence on the thermal conductivity of wood-cement-based composite: experimental and theoretical analysis. *Journal Physics D: Applied Physics*, vol 32, pp. 2797-2803, 1999.
- [20] M. Stephanidou, M. Assael, K. Antoniadis, G. Matziaroglou, Thermal Conductivity of Building Materials Employed in the Preservation of Traditional Structures. *Int. J. Thermophys.* 31, pp. 844-851, 2010.
- [21] J. J. Healy, J. J. De Groot, J. Kestin, The Theory of the Transient Hot-Wire Method for Measuring Thermal Conductivity. *Physica 82C*, pp 392-408, 1976.
- [22] H.-S. Carslaw, J.-C. Jaeger, *Conduction of Heat in Solids*, 2nd edition (1990). Clarendon Press, 1959.
- [23] Knibbe, P.G., The end-effect error in the determination of thermal conductivity using a hot-wire apparatus. *Int. J. Heat Mass Transfer* vol. 29 n°3, pp. 463-473, 1986.
- [24] H. Martin, Low Peclet number particle-to-fluid heat and mass transfer in packed beds. *Chemical Engineering Science*, vol. 33, pp. 913-919, 1978.
- [25] M. Giese, *Untersuchung der Strömung in porösen Medien unter Berücksichtigung effektiver Viskositäten*, Dissertation, TU München, 1997.

Authors' information

Benoit Merckx, Engineer, Etudes Recherches Matériaux, CRI-Biopole-Bât. B, 4 rue Carole Heitz, F-86000 Poitiers, France. And Ph. D. Student HYDRASA team of IC2MP Institute, Université de Poitiers - ENSIP, Bâtiment B1, 1, rue Marcel Doré, 86022 Poitiers, France.

Patrick Dudoignon Professor, HYDRASA team of IC2MP Institute, Université de Poitiers - ENSIP, Bâtiment B1, 1, rue Marcel Doré, 86022 Poitiers, France.

Jean-Philippe Garnier, Assistant Professor, Electrofluidic team of PPRIMME Institute, Université de Poitiers - ENSIP, Bâtiment B25, 2 Rue Pierre Brousse. BP 635. 86000 Poitiers, France.

Sergueï Martemianov, Professor, Electrofluidic team of PPRIMME Institute, Université de Poitiers - ENSIP, Bâtiment B25, 2 Rue Pierre Brousse. BP 635. 86000 Poitiers, France.

Annexe VI: Article de conférence
CIFQ, Reims, France

INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE ET DE LA RUGOSITE DE SURFACE SUR LA DETERMINATION DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE PAR LA METHODE DU FIL CHAUD

Benoit **MERCKX**^{a,b,*}, Jean-Didier **MERTZ**^c, Patrick **DUDOIGNON**^b, David **GIOVANNACCI**^d,
Mikaël **GUIAVARC'H**^c,

^a S.A.R.L. Etudes Recherches Matériaux, BioPôle, 4 rue Carole Heitz, 86000 Poitiers, France

^b Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers, Institut C2MP, UMR CNRS 7285 1, rue Marcel Doré, 86022 Poitiers Cedex, France

^c Laboratoire de Recherche des Monuments Historiques USR 3224, 29, rue de Paris, F - 77420 - Champs-sur-Marne, France

^d Cercle des Partenaires du Patrimoine, 29 rue de Paris, f-77420 Champs-sur-Marne

RÉSUMÉ

La mesure de conductivité thermique par la méthode du fil chaud est ici adaptée aux pierres de taille utilisées pour la restauration des monuments historiques. Cinq faciès de pierres très utilisées sont étudiés : trois calcaires du Poitou-Charentes, le grès de Fontainebleau et le tuffeau de Saumur. Après une caractérisation pétrophysique complète des matériaux, des mesures de conductivité thermique par contact ont été entreprises sur des surfaces dressées pour différents degrés de polissage. Les courbes $\Delta T/\ln(t)$ obtenues permettent de calculer une conductivité thermique λ_1 , pour les temps de mesure courts (< 1s), qui dépend de la microstructure du matériau et de la rugosité de surface et une conductivité effective λ_2 seulement gouvernée par la microstructure et la minéralogie du matériaux.

Mots Clés : Conductivité thermique, microstructure, rugosité, matériaux inorganiques poreux

NOMENCLATURE

e	tension du fil, V	n_w	porosité mesurée par imbibition à Patm (%)
q	puissance linéaire constante, W.m ⁻¹	N_w	porosité mesurée par imbibition sous vide (%)
R	résistance électrique, Ω	N_{Hg}	porosité mesurée au mercure (%)
r_0	rayon du fil chaud, m	R_p	rayon poral moyen, μm
T	température, K	S_a	rugosité moyenne
α	diffusivité thermique, m ² .s ⁻¹	S_q	écart-type de rugosité
β	coefficient de température du fil, K ⁻¹		
λ	conductivité thermique, W.m ⁻¹ .K ⁻¹		
ρ_s	densité réelle des grains, g.cm ⁻³		
ρ_d	densité sèche des roches, g.cm ⁻³		
n_c	porosité calculée (%)		

Indices / Exposants :

0 : aux conditions de référence

1 : mesure aux temps courts

2 : mesure effective

1. INTRODUCTION

Les matériaux pierreux constitutifs des monuments historiques doivent être caractérisés du point de vue pétrophysique et thermique pour comprendre et

modéliser les transferts en leurs milieux et, finalement, intégrer ces caractéristiques pour élaborer des actions durables de conservation, de restauration ou de réhabilitation. De par sa nature, le « bâti » historique et ancien est généralement incompatible avec des instrumentations invasives et les matériaux ne peuvent

* auteur correspondant

Adresse électronique : benoit.merckx@univ-poitiers.fr

être prélevés en quantité suffisante, par exemple pour la réalisation d'essais de conductivité thermique de référence telle que la plaque chaude gardée. L'objectif de ce travail est donc d'appliquer une méthode du fil chaud simplifiée aux mesures de conductivité thermique et d'en étudier la faisabilité sur différentes surfaces de pierres de taille.

La méthode de mesure par fil chaud s'est largement développée depuis les années 1930 [1]. Les méthodes de mesures ont particulièrement été améliorées pour des phases pures (gazeuses, liquides et solides), des matériaux granulaires et enfin dans les sols, en particulier depuis les années 1970 grâce à l'utilisation de multicapteurs et de modélisations par éléments finis [2], [3], [4]. Si pour des phases pures, qu'elles soient fluides ou solides, le terme conductivité thermique est usuellement employé, pour des matériaux polyphasés, granulaires ou pour des matériaux poreux comme c'est notre cas, le terme conductivité thermique « effective » est plus approprié.

La méthode simplifiée du fil chaud trouve actuellement un regain d'intérêt pour les solides [5]. La transition fluide – milieux granulaires et géomatériaux a été validée dans des assemblages de billes de verre, de matériaux argileux et de bétons, l'essentiel étant de pouvoir insérer le fil chaud dans le matériau [5, 6]. Dans l'objectif d'appliquer cette technique aux édifices anciens, les développements récents tendent à obtenir des mesures de conductivité thermique directement à partir de la surface des géomatériaux [6]. Le but du travail réside ainsi dans l'évaluation de l'influence de la microstructure du matériaux et de leur rugosité de surface sur les mesures de conductivité thermique de surface. Pour cela, un corpus de cinq roches distinctes a été étudié du point de vue pétrophysique et thermophysique. Elles ont été sélectionnées pour leur représentativité du patrimoine monumental français en pierre et leurs caractéristiques microstructurales et minéralogiques. Pour chacune des roches les mesures de surface ont été effectuées pour différentes finesses de polissage.

2. MATERIEL ET METHODES

Le principe de mesure par fil chaud est une méthode dynamique transitoire basée sur la mesure de l'élévation de température d'une source linéaire (le fil chaud) généralement noyée dans le matériaux [7, 8, 9]. Pour un fil de longueur infinie (longueur/rayon $\gg 200$) chauffé avec un flux constant par unité de longueur q et immergé dans un milieu infini et homogène, de conductivité thermique λ , de diffusivité α et de température initiale homogène, l'élévation de température peut s'écrire [10] :

$$\Delta T(t) = \left(\frac{q}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} \right) \ln \left(\frac{4 \cdot Fo}{C} \right) \quad (1)$$

avec $C = e^\gamma = 1,781$, γ est la constant d'Euler ($\gamma=0,5772$) et Fo le nombre de Fourier défini avec (2) :

$$Fo = \frac{\alpha \cdot t}{r_0^2} \quad (2)$$

Cette équation est la solution analytique d'un modèle de conductivité thermique pour $Fo \gg 1$ sans convection [7, 11]. La conductivité thermique peut finalement être calculée par (3) :

$$\lambda = \left(\frac{q}{4 \cdot \pi} \right) \cdot \left(\frac{dT}{d(\ln t)} \right)^{-1} \quad (3)$$

avec $dT/d(\ln t)$ la constante numérique déduite de données expérimentales pour des temps t satisfaisant $Fo \gg 1$.

En pratique, en respectant des dimensions de fil par rapport aux dimensions d'échantillons qui permettent d'éviter les effets de bords, la conductivité thermique du matériau est calculée par (4) :

$$\lambda = \left(\frac{q \cdot R_0 \cdot \beta_0 \cdot i}{4 \cdot \pi} \right) \times \left(\frac{de(t)}{d(\ln t)} \right)^{-1} \quad (4)$$

avec $de(t)/d(\ln t)$ la constante numérique déduite de la pente de la partie linéaire de $e(t) = f(\ln t)$.

Le développement de l'instrumentation pour les mesures de surface consiste à plaquer le fil chaud par l'intermédiaire d'une mousse isolante sur la surface du matériau. Les mesures de surface ont été validées sur les matériaux antérieurement testés en couplant mesures et modélisation numérique (Comsol Multiphysics®) de manière à appréhender les différentes caractéristiques physiques de l'isolant et des différents matériaux [6]. Finalement, la conductivité apparente des matériaux mesurée par cette méthode de surface est égale à (5) :

$$\lambda_{app} = \frac{\lambda_{mat} + \lambda_{iso}}{2} \quad (5)$$

avec λ_{app} la conductivité appararente mesurée, λ_{mat} la conductivité effective du matériau et λ_{iso} la conductivité de l'isolant.

Les courbes d'élévation de température du fil chaud ($\Delta T/\ln(t)$) sont enregistrées en utilisant un fil métallique de nickel très pur (>99,98%), de faible diamètre (25 μm) et de longueur comprise entre 3,5cm et 4cm. Cette configuration valide un ratio longueur/diamètre voisin de 1500 suffisamment important pour considérer le fil comme infini. Le transfert de chaleur est induit par un chauffage constant du fil en y injectant un courant de faible ampérage (50 mA) afin de ne pas altérer la qualité du fil ni du matériau. Le courant est produit par un générateur Keithley 2400 qui permet une précision de $10^{-6}A$ et de $5 \cdot 10^{-6} V$. Le nanovoltmètre, type Keithley 2182, permet de mesurer la tension aux bornes du fil avec une précision de $10^{-8}V$. Les températures au contact, en bordure de l'échantillon et extérieure, sont

acquises par un appareil de type TESTO 176T4. Les acquisitions sont pilotées via un micro-ordinateur équipé de connections GPIB et du logiciel Labview®. L'obtention de chaque courbe $\Delta T/\ln(t)$ nécessite un temps d'acquisition d'au plus 2 minutes.

Les matériaux utilisés sont des roches carbonatées issues des dépôts sédimentaires du seuil du Poitou. Les calcaires étudiés ont été retenus pour leurs propriétés pétrophysiques proches de milieux granulaires présentant tous une répartition porosimétrique unimodal mais une taille caractéristique variable afin de valider la méthode sur des roches de porosités différentes. Il s'agit des calcaires:

- de Brétigny (BRE) à côté de Chauvigny (86) ;
- de Migné-les-Lourdines (CHA) à côté de Chasseneuil du Poitou (86) ;
- de la carrière du Ricou (RLI) située près de St Maixent (79).

Ces trois calcaires sont complétés par deux roches détritiques terrigènes, un calcaire crayeux connu sous le nom de tuffeau (TUF) de Saumur et le grès (GRE) de Fontainebleau.

La conduite des essais a été menée sur des éprouvettes cubiques de 5 cm de côté. Les mesures de conductivité thermique et de rugosité ont été effectuées sur les différentes faces des cubes de chaque échantillon sec et pour différents degrés de polissage (rodage, pré-polissage et polissage). Les densités de la « phase » ont été mesurées par pycnométrie selon le protocole de la norme EN1936 [12] sur des poudres obtenues par broyage (fraction < 63 μm). La porosité inter grains n_c est calculée à partir de la densité des grains (ρ_s) et de la densité sèche (ρ_d) de la roche correspondante :

$$n_t = 1 - \frac{\rho_d}{\rho_s} \quad (6)$$

La porosité accessible (n_w) à l'eau a été mesurée par imbibition en 48h à pression atmosphérique [13]. De manière à évaluer de manière plus complète l'espace poral entrant en jeu dans les transferts thermiques, elle a également été mesurée par imbibition d'eau sous vide (N_w) et par porosimétrie au mercure (N_{Hg}) (Tableau 2).

Les paramètres porosimétrique ont été acquis sur un système Autopore IV 9500 de Micromeritics® constitué de deux cellules basse pression et d'une cellule haute pression. Afin de s'assurer de la représentativité des résultats, les essais sont effectués sur au moins trois échantillons d'un même faciès. L'intrusion de mercure [14] dans le milieu poreux s'effectue en deux étapes:

- un essai à basse pression (3.8.10⁻² à 2.5 bars), donnant accès aux macropores d'ouverture compris entre 300 μm à 6 μm ;
- un essai à haute pression (2.5 à 2068 bars), correspondant à une gamme de pores comprise entre 6 μm à 3 nm en rayon.

Les mesures de rugosité ont été effectuées avec un rugosimètre SurPhase. Le principe de mesure est basé sur la reconstruction de fronts d'ondes par analyse

d'images enregistrées à partir de la réflexion d'un rayon laser sur la surface étudiée. Pour qualifier cette microtopographie, la surface du matériau est considérée comme un signal tridimensionnel, dont la rugosité est représentée par des ondes de très faible longueur d'onde, comprises entre 30 μm et 500 μm . Plusieurs paramètres peuvent être calculés pour quantifier cette rugosité (Tableau 1).

Tableau 1 : Récapitulatif des paramètres utilisés pour quantifier la rugosité de surface.

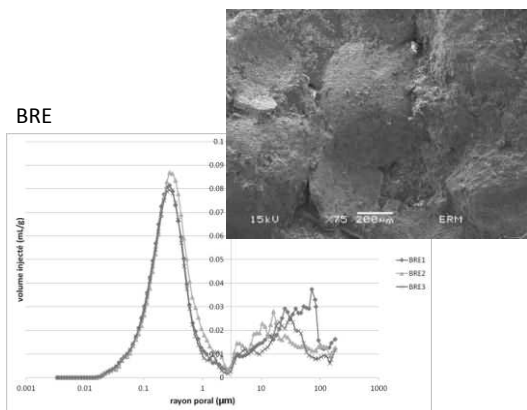
Nom	Définition	Formule mathématique
Rugosité moyenne	$S_a = \frac{1}{XY} \sum_{x=1}^X \sum_{y=1}^Y z_{xy} - \bar{z} $	Ecart moyen entre la surface réelle et une surface idéale lisse (surface moyenne).
Ecart-type de rugosité	$S_q = \sqrt{\frac{1}{XY} \sum_{x=1}^X \sum_{y=1}^Y (z_{xy} - \bar{z})^2}$	Ecart-type de la surface réelle par rapport à la rugosité moyenne.
Dis-symétrie	$S_{sk} = \frac{1}{XY S_q^3} \sum_{x=1}^X \sum_{y=1}^Y (z_{xy} - \bar{z})^3$	Dissymétrie de la distribution de rugosité. Si $S_{sk} < 0$, rugosité "en trous", si $S_{sk} > 0$, rugosité "en pics".
Kurtosis	$S_{ku} = \frac{1}{XY S_q^4} \sum_{x=1}^X \sum_{y=1}^Y (z_{xy} - \bar{z})^4$	Largeur de la distribution de rugosité. un S_{ku} de 3 correspond à une gaussienne.

3. RESULTATS ET DISCUSSION

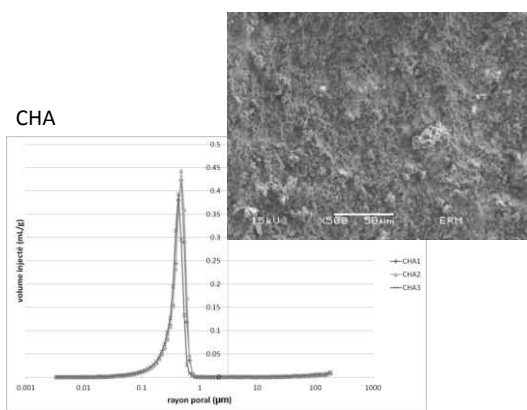
3.1. Caractérisation pétrophysique des roches

Les différentes roches ont été étudiées à différentes échelles d'observation en microscopie optique polarisant (MOP), microscopie électronique à balayage, puis caractérisées du point de vue de leur microstructure. Les résultats montrent des matériaux globalement isotropes, sans litage stratigraphique observable. La taille des grains et des espaces poreux varient fortement d'un matériau à l'autre, de l'échelle millimétrique (BRE, GRE) à micrométrique (RLI, CHA). La composition minéralogique a été déterminée par diffraction de rayons X selon la méthode des poudres sur un système D8 Bruker utilisé dans les conditions standard (tube Co, domaine angulaire couvert de 5 à 70° (2 θ), détecteur 1D LynxEye). Les trois calcaires du Seuil du Poitou sont exclusivement constitués de calcite mais se distinguent par la taille des grains constitutifs et la présence d'éléments figurés. Le grès de Fontainebleau est un sable isodiamétral consolidé uniquement de quartz. Enfin, le tuffeau de Saumur présente une très forte proportion de calcite micritique dans laquelle baignent des bioclastes,

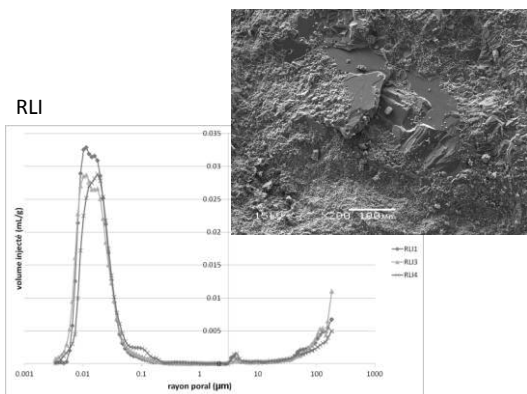
des sphérules d'opale-CT, quelques grains lithiques et de quartz et une proportion non négligeable d'argiles (smectites et glauconies principalement). Ces descriptions basées sur la nature du ciment et des allochèmes permettent de les classer suivant la nomenclature de Folk [15] (Figures 1 et 2).



Calcaire oolithique (oosparite) \varnothing moyen oolithes=500 μ m, $R_p=0.3 \mu$ m et macroporosité importante >10 μ m

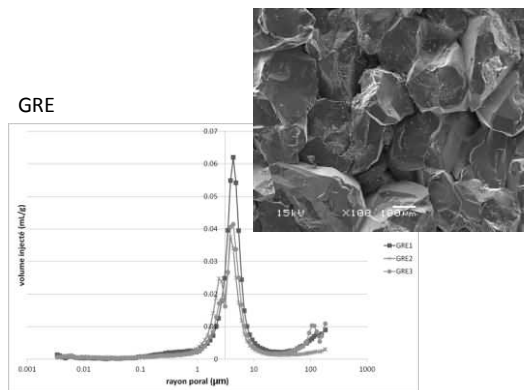


Calcaire micritique (micrite) $R_p=0.5 \mu$ m sans macroporosité

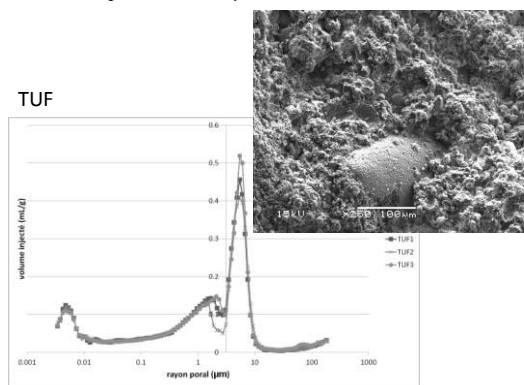


Calcaire lithographique (discmicrite), $R_p=0.02 \mu$ m et faible macroporosité >10 μ m

Figure 1 : Microstructure observée au MEB des trois calcaires BRE, CHA et RLI et spectres de distribution des rayons d'accès aux pores par porosimétrie.



Grès (quartz-arénite) \varnothing moyen grains=200 μ m, $R_p=4 \mu$ m et faible macroporosité >10 μ m



Tuffeau (Biomicrite à opales) $R_p=5.3 \mu$ m et infraporosité importante <0.01 μ m

Figure 2 : Microstructure du grès GRE et du tuffeau TUF.

Les densités des grains (ρ_s) sont proches de celles des phases minérales associées : la calcite (2.72) et le quartz (2.65). Seul le tuffeau présente une masse volumique réelle inférieure (2.25) qui s'explique par la diversité des phases minérales qui le composent et en particulier par l'existence de minéraux argileux (densité comprise entre 2 et 2,7) et d'une porosité intragranulaire significative pour ce type de cristallisations (sphérules d'opale, coccolithes ; Tableau 2). C'est également la présence de minéraux argileux, dont la porosité intrinsèque n'est pas accessible à la pression maximale appliquée sur le mercure, qui justifie l'écart entre N_{Hg} et N_w .

Tableau 2 : Récapitulatif des densités moyennes de grains, des densités sèches des roches et des différentes porosités calculée et mesurées.

Roche	BRE	CHA	RLI	TUF	GRE
ρ_s	2.686	2.682	2.69	2.250	2.634
ρ_d	2.17	2.10	2.56	1.27	2.47
n_c %	19.21	21.70	4.83	43.55	6.23
N_w %	14.59	16.86	2.82	n.d.	n.d.
N_w %	17.9	21.35	4.94	47.68	4.33
N_{Hg} %	19.35	22.18	5.23	42.8	5.65

Les rugosités moyennes mesurées dépendent de la microstructure des matériaux. A polissage équivalent (rodage), pour le calcaire oolitique (BRE), la porosité macroscopique induit une forte rugosité Sa de 42,5µm contre 5µm ou moins pour les calcaires "marbriers" (RLI, CHA). Cette macroporosité influence également la mesure sur le grès (GRE), dont la faible diminution de Sq résulte de la forte dureté de ce matériau et des risques accrus d'arrachement et/ou de fissuration des quartz lors du rodage. De par sa nature crayeuse, sa porosité élevée et sa faible dureté de surface, le tuffeau est difficile à polir. La prise de poli est délicate et le matériau reste pulvérulent en surface. Il en résulte une rugosité superficielle plus importante que pour les autres matériaux polis (Tableau 3).

Pour tous les lithotypes, le polissage permet de réduire la rugosité moyenne de 30 à 50% (Figure 3).

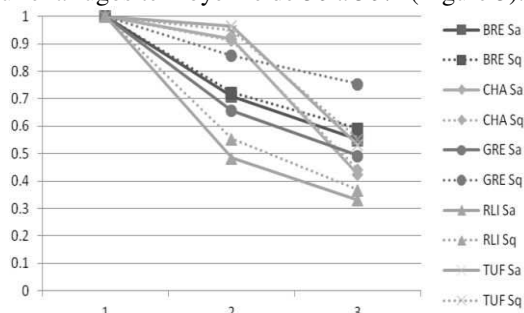


Figure 3: Diminutions (normalisées) des paramètres Sa et Sq en fonction de la qualité du polissage. 1= rodage, 2= pré-polissage, 3=polissage.

3.2. Conductivité thermique

D'après l'équation (3), les pentes des courbes $\Delta T/\ln(t)$ donnent directement la valeur de la conductivité thermique effective du matériau. Expérimentalement, les courbes présentent deux pentes : une pente a_1 , associée à la première partie de courbe ($\ln(t) < -1$), qui permet de calculer une conductivité λ_1 , et une pente a_2 associée à la seconde partie de la courbe, renseignant sur la conductivité effective λ_2 (Figure 3). De manière générale, l'élévation de température (ΔT) du fil est plus importante que la porosité de la roche est plus élevée, soulignant l'impact du caractère isolant de l'air disséminé entre les grains (Figure 4; Tableau 3).

Tableau 3 : Récapitulatif des propriétés thermophysiques des cinq roches (rodage grossier.). Rp=rayon poral moyen

Roche	Sa	λ_1	N_{hg}	λ_2	Rp
TUF	10	0.4	42.8	0.7	5.3
BRE	42	0.6	19.3	2.2	0.30
CHA	2.5	1	22.1	1.9	0.50
RLI	3.8	1.3	5.2	2.8	0.02
GRE	11	2.4	5.6	5.2	4

Ce décalage des courbes $\Delta T/\ln(t)$ vers le haut, normalement associé à l'augmentation de porosité, suit également l'augmentation du rayon poral moyen (0.02, 0.5, 0.3 et 5.3µm) pour les roches carbonatées. Le décalage vers le bas de la courbe représentative du grès, malgré un rayon moyen de 4µm, est du à la différence de conductivité thermique entre la calcite et le quartz.

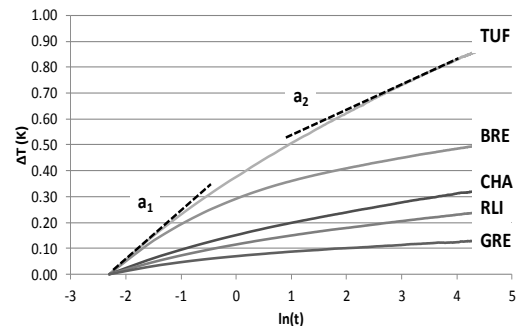


Figure 4 : Courbes $\Delta T/\ln(t)$ pour les 5 roches sédimentaires TUF, BRE, CHA, RLI et GRE, pour le rodage le plus grossier. a_1 et a_2 : pentes de début et de fin de montée en température

Suivant le même principe, un polissage plus prononcé réduit la rugosité de surface et conduit à diminuer l'élévation initiale de température du fil chaud lors de la mise sous tension. Cette évolution traduit la diminution de la résistance de contact et une homogénéisation de la valeur de la conductivité thermique durant l'essai (Figure 5; [6]). Ainsi, la valeur de la conductivité effective finale reste inchangée, quel que soit le degré du polissage (Figure 6).

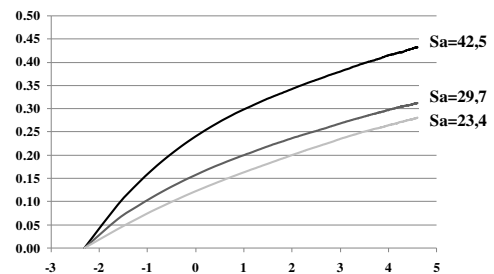


Figure 5 : Exemple d'évolution des courbes $\Delta T/\ln(t)$ pour la même roche (BRE) à polissage différents ($Sa=42.5, 29.7$ et $23.4\mu m$).

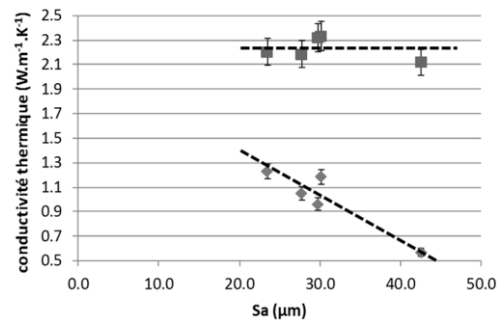


Figure 6 : Evolution des conductivités thermiques (λ_1 et λ_2) en fonction de la rugosité de surface Sa pour la roche BRE.

Cette évolution s'observe sur tous les matériaux testés (figure 7), et ce, quelque soit l'hétérogénéité apparente de la surface, mettant clairement en évidence l'impact de la qualité de la surface de test sur la valeur de la conductivité λ_1 aux temps courts.

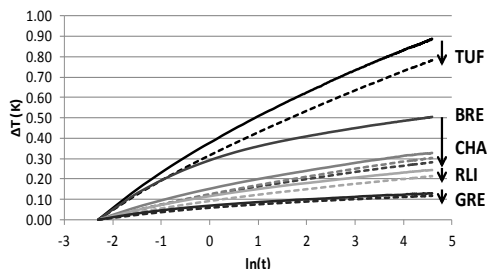


Figure 6 : Influence du polissage sur les courbes $\Delta T/\ln(t)$. Polissage grossier = courbes pleines, polissage fin = courbes en pointillés. Les flèches indiquent l'effet du polissage.

4. CONCLUSION

Cette méthode du fil chaud, simplifiée à un seul fil, a déjà montré son efficacité sur des géomatériaux lorsque le fil est noyé dans le milieu considéré. Elle présente deux avantages majeurs : (1) un temps de mesure très court, de quelques secondes à 2 minutes et (2) l'acquisition, en plus de la conductivité effective (λ_2), d'une conductivité de « départ » (λ_1) qui peut être reliée à la microstructure et à l'état de saturation en eau du matériau.

Bien que la méthode de mesure de la conductivité par fil chaud au contact soit déjà validée, l'influence de l'état des surfaces n'avait pas été évaluée. En effet, celui-ci joue un rôle important dans les transferts thermiques, par l'intermédiaire d'une résistance thermique de contact, qui aurait pu influencer les mesures. Or, les résultats présentés ici prouvent que dans les conditions de précision de notre instrumentation, cette influence se limite aux temps courts (λ_1), et que cet état de surface n'influence pas la mesure de la conductivité effective (λ_2). Ces essais permettent donc de valider la mesure de conductivité thermique effective par la méthode du fil chaud appliqué en surface.

Transposée au domaine des pierres des monuments historiques, la méthode montre la même efficacité sur les surfaces de pierre présentant différents degrés ou niveaux de polissage.

Les différents faciès de pierre ont uniquement été testés à l'état sec. Les travaux en cours doivent permettre de quantifier le rôle de l'humidité de la pierre sur les valeurs de (λ_1) et (λ_2). Les perspectives résident dans l'utilisation de cet outil pour réaliser des mesures « répétitives » et non invasives de conductivité thermique pour différentes conditions hygrométriques mais également, à l'inverse, d'exploiter la conductivité

de « départ » (λ_1) pour quantifier la teneur en eau des pierres en oeuvre et leur évolution en fonction des variations microclimatiques ou environnementales.

REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient le Conseil Régional Poitou Charentes ainsi que la Conservation Régionale des Monuments Historiques de Poitou Charentes pour leurs soutiens et financements a ces travaux

RÉFÉRENCES

- [1] ASSAEL M.J., ANTONIADIS K.D., WAKEHAM W.A., Historical Evolution of the transient Hot-Wire Technique, *International Journal of Thermophysics*, vol. 31, pp. 1051-1072 (2010).
- [2] WAKEHAM, W.A., NAGASHIMA A., SENGERS J.V., Measurement of the transport Properties of fluids, *Experimental Thermodynamics*, vol. III (1991)
- [3] RAMIRES M.L.V., FARELEIDA J.M.N-A, NIETO de CASTRO C.A., The thermal conductivity of toluene and water, *International of thermophysics*, vol. 16, pp.1119-1130 (1993).
- [4] GARNIER J-P., MAYE J-P., SAILLARD J., THEVENOT G., KADJO A., MARTEMIANOV S., A New Transient Hot-Wire Instrument for measuring the thermal conductivity of Electrically conducting and highly corrosive liquids using small samples, *International Journal of Thermophysics*, vol. 29, pp. 468-482 (2008).
- [5] MERCKX, B., DUDOIGNON P., GARNIER J-P., MARCHAND D., Simplified Transient Hot-Wire Method for Effective Thermal Conductivity Measurement in Geo Materials: Microstructure and Saturation Effect, *Advances in Civil Engineering*, n° 1625395 (2012).
- [6] MERCKX, B., DUDOIGNON P., GARNIER J-P., MARTEMIANOV S., Development of Effective Thermal conductivity measurement in geomaterials by Surface Transient Hot-Wire method, *International Review of Mechanical Engineering*, (2012).
- [7] HEALY, J.J., de GROOT J.J., KESTIN J., The theory of the transient hot-wire method for measuring thermal conductivity, *Physica B+C*, vol. 82, n° 2, pp. 392-408 (1976).
- [8] PARSON Jr J.R., et MULLIGAN J.C., Measurement of the properties of liquids and gases using transient hot-wire technique, *Review of scientific Instruments*, vol.49, n°10, pp. 1460-1463 (1978).
- [9] KADJO A., GARNIER J.P., MAYE J.P., MARTEMIANOV S., A new transient two-wire method for measuring the thermal diffusivity of electrically conducting and highly corrosive liquids using small samples, *International Journal of Thermophysics*, vol. 29, n° 4, pp. 1267-1277 (2008).
- [10] CARSLAW H.S. et JAEGER J.C., *Conduction of Heat in Solids*, Oxford University Press, London, UK (1959)
- [11] TAVMAN I.H., Effective thermal conductivity of granular porous materials, *International Communications in Heat and Mass Transfer*, vol.23, n° 2, pp. 169-176 (1996).
- [12] NF EN1936: 1999 Natural stone test methods – Determination of relative density, apparent density and of total and open porosity, 9p
- [13] HIRSCHWALD J., *Die Prüfung der natürlichen Bausteine auf ihre Wetterbeständigkeit*. Berlin: Verlag von Wilhelm Ernst and Sohn (1908).
- [14] VAN BRAKEL J., MODRY S., SVATA M., Mercury porosimetry: state of the Art. *Powder Technology*, 29, pp.1-12, (1981)
- [15] FOLK R.L., Spectral subdivision of limestone types. In Ham, W.E. (ed.) *Classification of carbonate rocks*. *American Association of Petroleum Geologists*, Memoir 1, 62-84, (1962)

Annexe VII : Comparaison des données météorologiques enregistrées à l'Hypogée et sur le domaine du Deffend (5 km)

Trois stations météorologiques ont été installées à l'Est de Poitiers par l'Université de Poitiers :

Une à l'Hypogée, dans le cadre du suivi microclimatique du site, nommée "Hyp"

Deux sur le site du Deffend :

"Def1" : mise en place depuis 2002, type Weatherlink

"Def2" : mis en place depuis 2011, type Hobo, dans le but de remplacer Def1.

La plage de comparaison concerne la période du 20/04/2012 au 04/05/2012, période durant laquelle les trois enregistrements n'ont pas connu d'interruption.

1.1 Température

Globalement, très peu de différences sont visibles. La température pour les 3 capteurs connaît des variations simultanées. Les différences observables sont :

Des températures légèrement plus importantes pour Thyp. Cela peut s'expliquer par l'environnement urbain du capteur (différence faible de 1°C à 2°C max)

Des extrema réduits pour def1. Cela s'explique aisément par le pas de temps plus important pour ce capteur en raison de sa capacité de mémoire. La courbe est en effet plus lissée, et les températures extrémales ne sont pas représentées ici (moyenne sur la période de mesure, soit 30min pour def1, 10min pour def2 et 5min pour hyp).

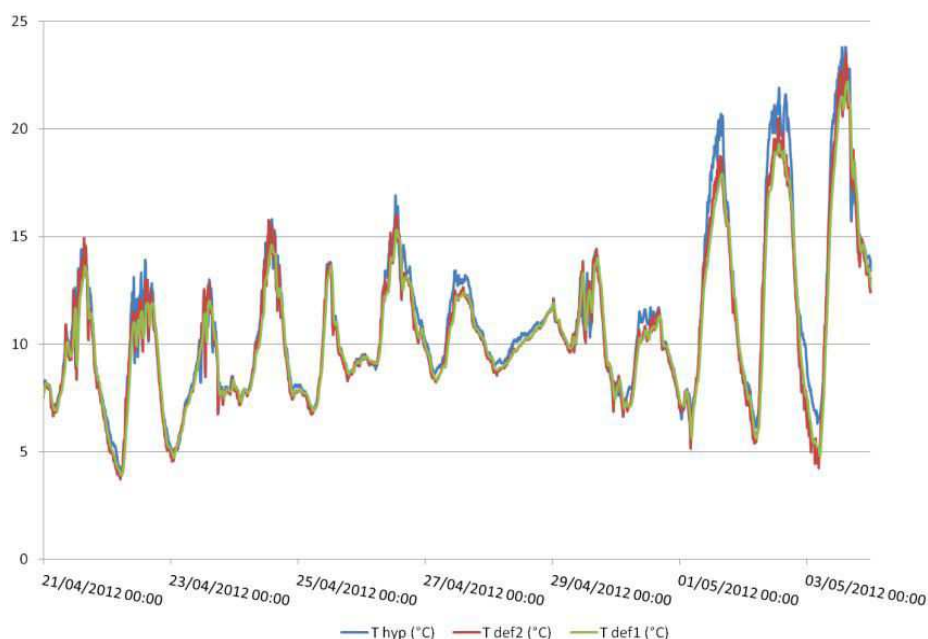


Figure 1 : évolution de la température pour les trois capteurs. bleu : Hyp, rouge : def2, vert : def1.

1.2 Humidité

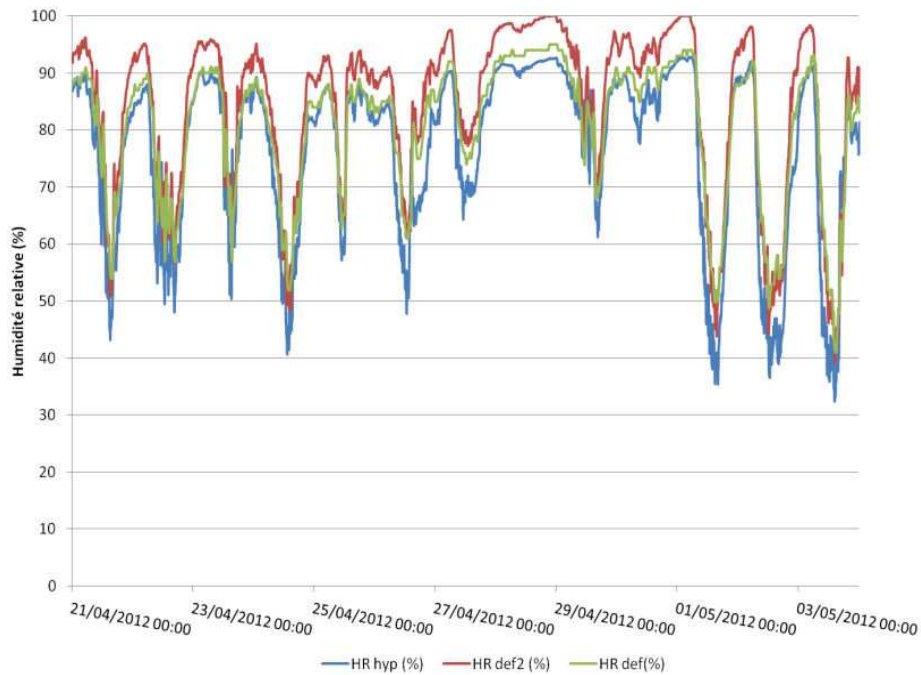


Figure 2 : évolution de l'humidité relative pour les trois capteurs. bleu : Hyp, rouge : def2, vert : def1.

Les différences ici sont plus marquées. Si les tendances générales sont respectées, les différences quantitatives sont trop importantes. Il est cependant courant pour les capteurs hygrométriques que la précision chute lorsque nous approchons de 100%, où les écarts sont importants. Nous pouvons remarquer que :

Def2 plafonne bien à 100%, comme le veut la théorie

Def1 plafonne à 95%,

Hyp plafonne à 93%.

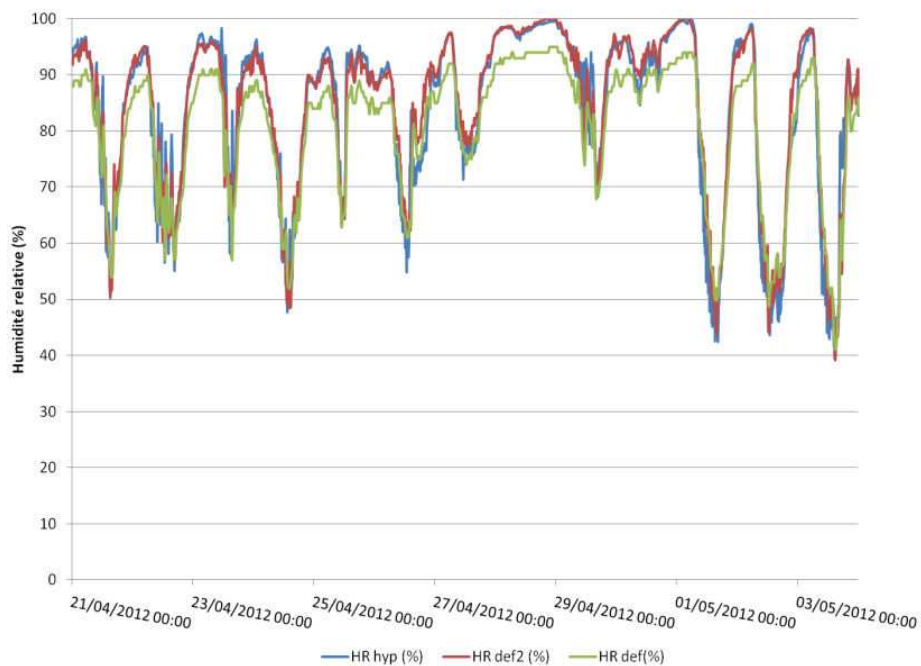


Figure 3 : graphiques d'hygrométrie avec une correction de 7 points pour Hyp. bleu : Hyp, rouge : def2, vert : def1.

1.3 Barométrie

Comparé aux deux autres signaux, seul def1 présente une anomalie de pression. Comme le capteur barométrique est âgé de plus de 10 ans, il est possible qu'il dévie légèrement.

Cette surestimation de la pression entraîne une sous-estimation de la pression partielle en vapeur d'eau, à teneur en eau équivalente dans l'atmosphère, ce qui explique l'humidité relative plus basse observée précédemment.

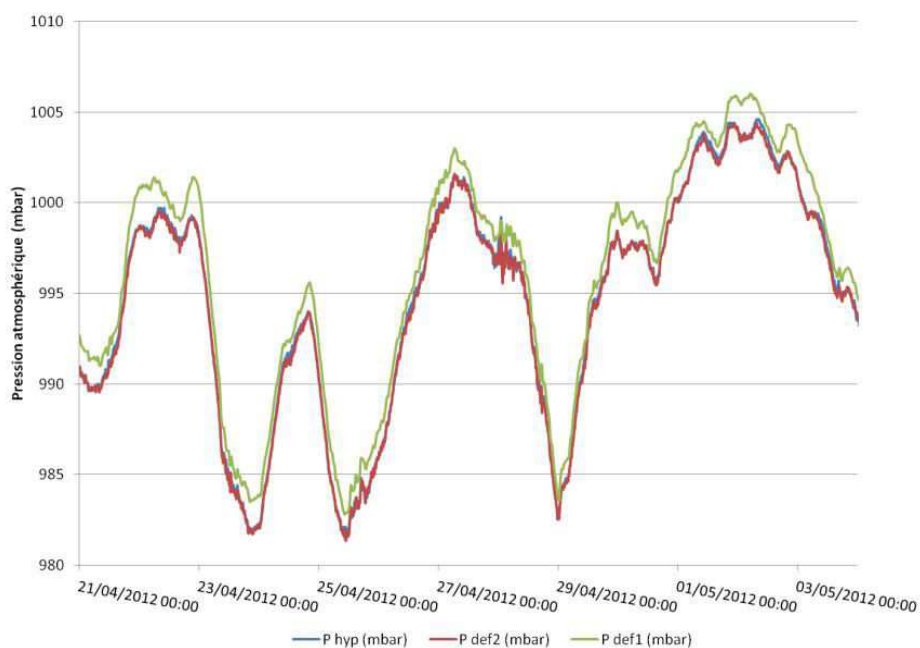


Figure 4 : évolution de la pression pour les trois capteurs. bleu : Hyp, rouge : def2, vert : def1.

1.4 Pluviométrie

Les différences entre les enregistrements sont importantes. Pour comparer ce qui est comparable, les résultats ont été additionnés par intervalles de 30 minutes. Les différences de pluviométrie entre les deux sites restent flagrantes : si on retrouve les grandes pluies qui se sont abattues pendant plusieurs heures, les épisodes orageux sont propre à chaque site. Def2 semble ne pas enregistrer la pluviométrie.

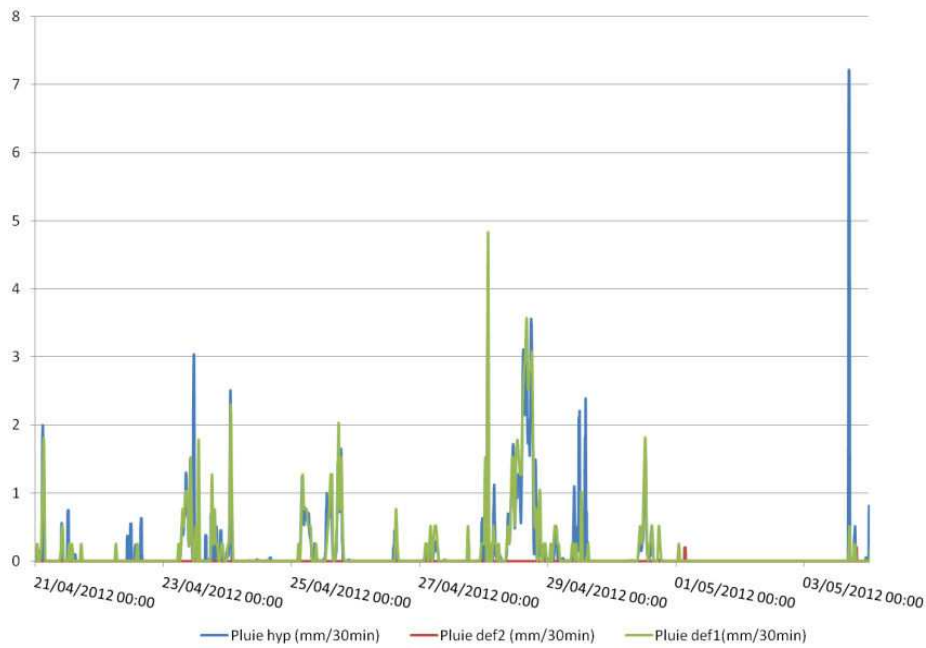


Figure 5 : évolution de la pluviométrie pour les trois capteurs. bleu : Hyp, rouge : def2, vert : def1.

1.5 Conclusion

Entre def1 et def2, les données sont remarquablement semblables, si ce n'est la forme lissée de def1 due au pas de temps plus important. Une erreur du capteur de pression entraîne sur ce dernier une sous-estimation de l'humidité relative lorsque l'on s'approche de la saturation. Enfin, les pluies n'étaient pas enregistrées par def2 en hiver, mais durant la période estivale les enregistrements sont relativement semblables.

Concernant l'hypogée, les données de la station climatique peuvent être confondues avec les données du Deffend, à condition de corriger l'humidité relative de 7 points. Cela permettra une donnée globale, mais ne permettra pas une bonne analyse statistique. Les pluviométries des 2 sites présentent des différences importantes, notamment pour les épisodes orageux.

Annexe VIII : Développement mathématique du corrélogramme

La variance est utilisée en statistiques pour déterminer la dispersion des données par rapport à une moyenne : il s'agit du carré de l'écart-type. Mathématiquement, elle se définit :

$$\text{Var}(X) = E(X^2) - E(X)^2$$

Où

Var : variance

E : Espérance de l'événement

X : événement

Dans le cas qui nous intéresse, la probabilité est discrète, et l'espérance s'écrit alors :

$$E(X) = \sum_{t=1}^n p_i x_i = x_{moy}$$

$$E(X^2) = \sum_{t=1}^n p_i x_i^2$$

De plus, la loi est considérée uniforme : chaque événement est unique, si deux sont semblables ils seront tout de même séparés dans l'équation. Chaque événement présente donc la probabilité $p_i=1/n$.

$$E(X^2) = \frac{1}{n} \sum_{t=1}^n x_i^2$$

D'où :

$$\text{Var}(X) = \frac{1}{n} \left(\sum_{t=1}^n x_i^2 \right) - x_{moy}^2$$

Ce qui s'écrit aussi :

$$\text{Var}(X) = \frac{1}{n} \sum_{t=1}^n (x_i - x_{moy})^2$$

Démonstration :

$$\text{Var}(X) = \frac{1}{n} \left(\sum_{t=1}^n x_i^2 \right) - x_{moy}^2$$

$$\text{Var}(X) = \frac{1}{n} \left(\sum_{t=1}^n x_i^2 \right) - 2x_{moy}^2 + x_{moy}^2$$

$$Var(X) = \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n x_i^2 \right) - 2 \frac{\left(\sum_{i=1}^n x_i \right)}{n} x_{moy} + \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_{moy}^2 \quad \text{car} \quad \sum_{i=1}^n p_i x_i = x_{moy} = \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) / n$$

$$Var(X) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i^2 - 2x_i \cdot x_{moy} + x_{moy}^2)$$

$$Var(X) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - x_{moy})^2$$

La variance se définit également comme étant la covariance d'une série par elle-même. La covariance est un nombre, permettant de définir la dépendance entre deux variables.

$$CoV(X, Y) = E(XY) - E(X)E(Y)$$

Par les mêmes calculs que précédemment, on retrouve (pour x et y de longueur n):

$$C_{xy} = \frac{1}{n} \sum_{t=1}^n (x_t - x_{moy})(y_t - y_{moy})$$

Le corrélogramme simple, ou auto-covariance, sert à comparer le signal (x_t) par lui-même, en le décalant dans le temps d'un facteur k (x_{t+k}). les variables x_t et x_{t+k} sont donc désormais de longueur n-k, et on retrouve l'expression précédente :

$$C(k) = \frac{1}{n-k} \sum_{t=1}^{n-k} (x_t - x_{moy})(x_{t+k} - x_{moy})$$

De même, entre deux signaux, on décale le signal sortant y par différents pas de temps k :

$$C_{xy}(k) = \frac{1}{n-k} \sum_{t=1}^{n-k} (x_t - x_{moy})(y_{t+k} - y_{moy})$$