



HAL
open science

Propriétés de transfert dans le béton par imagerie neutronique

Mohamad Yehya

► **To cite this version:**

Mohamad Yehya. Propriétés de transfert dans le béton par imagerie neutronique. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Grenoble Alpes, 2018. Français. NNT : 2018GREAI103 . tel-02142445

HAL Id: tel-02142445

<https://theses.hal.science/tel-02142445>

Submitted on 28 May 2019

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 obtenir le grade de

DOCTEUR DE LA COMMUNAUTÉ UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **2MGE : Matériaux, Mécanique, Génie civil,
Electrochimie**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Mohamad YEHYA

Thèse dirigée par **Frédéric DUFOUR**

Encadrée par **Edward ANDÒ**

Préparée au sein du **Laboratoire Sols, Solides, Structures et
Risques** dans l'**École Doctorale I-MEP2 - Ingénierie - Matériaux,
Mécanique, Environnement, Énergétique, Procédés, Production**

Propriétés de transfert dans le béton par imagerie neutronique

Transfer properties in concrete by neutron imaging

Thèse soutenue publiquement le **06 décembre 2018**, devant le jury composé de :

Mme Véronique BAROGHEL-BOUNY

Professeur, IFSTTAR, Présidente

M. Peter MOONEN

Professeur, Université de Pau et des Pays de l'Adour, Rapporteur

M. Stephen HALL

Professeur, Université de Lund, Rapporteur

M. Frédéric TAILLADE

Ingénieur de recherche/HDR, EDF – R&D, Examineur

M. Frédéric DUFOUR

Professeur, Institut National Polytechnique de Grenoble, Directeur de thèse

M. Edward ANDÒ

Ingénieur de recherche, CNRS, Invité

M. Thierry GUILLOTEAU

Ingénieur de recherche, EDF – DTG, Invité



Remerciements

Tout d'abord, je voudrais exprimer mes remerciements à mon directeur de thèse Frédéric DUFOUR pour son soutien continu, sa patience et sa motivation. Ses conseils m'ont aidé tout au long ce travail de recherche et de la rédaction de cette thèse. Je remercie également mon encadrant Edward ANDÒ pour nos nombreuses et précieuses conversations scientifiques et non scientifiques au cours de cette période de trois ans que je garderai comme un souvenir agréable. Merci de m'avoir apporté l'aide nécessaire en tout moment pour faciliter mon avancement et mon progrès avec optimisme.

Je tiens à remercier les membres du jury pour leur intérêt et leur participation à cette thèse. Je remercie donc Mme Véronique BAROGHEL-BOUNY d'avoir accepté la présidence de mon jury, M. Stephen HALL et M. Peter MOONEN d'avoir rapporté mon manuscrit et de m'avoir communiqué leurs remarques et critiques constructives. Je suis également très reconnaissant à M. Frédéric TAILLADE et M. Thierry GUILLOTEAU qui ont suivi mon travail de thèse dès le début et qui ont accepté de participer à ma soutenance de thèse.

Je remercie tous les membres du laboratoire 3SR (unités techniques, informatiques et administratives) pour leur aide et leurs conseils. Je tiens à remercier tout particulièrement M. Pascal CHARRIER de m'avoir aidé avec ma manip avant mes séjours à l'ILL. Je voudrais remercier ensuite mes collègues du laboratoire pour leur amitié et leur soutien, surtout les « PhD seeds » qui ont rendu cette aventure inoubliable. Un très grand merci à mes collègues du bureau 332 (Maddi et Thanos) qui ont été une famille pour moi. Ce fut un plaisir de partager ce bureau et ces trois ans avec vous, et j'espère que nos chemins se croiseront un jour.

Mon séjour à Grenoble a également été enrichi par de nombreux amis en or qui occupent une place extrêmement importante dans ma vie. Un merci tout spécial à Christelle, Chérine, Elias, Jimmy, Raja, Cynthia, Abdallah, Reem, Maria, Nahia, Jessy, Roudaina, Charbel, Reine, Rita, Georgio et Cyrielle. Vous êtes ma deuxième famille en France.

Finalement, je remercie mes parents Ahmad et Inaam, mes sœurs Hanine et Doha et mes frères Ali et Abdel Rahim. Je vous remercie pour votre soutien continu et votre amour inconditionnel et infini. Si je suis là aujourd'hui, c'est bien grâce à vous. J'ai beaucoup d'autres choses à vous dire mais les mots me manquent. En espérant ne pas vous décevoir, je vous dédie ce travail en signe de reconnaissance.

Résumé

Version française :

Pour les structures de génie civil avec un rôle d'étanchéité, lors d'un accident grave, la perméabilité du béton est une question clé. Les mesures de perméabilités actuelles ne permettent d'avoir que des grandeurs moyennes (structurelles) qui ne conviennent pas pour des éprouvettes hétérogènes (fissures et/ou armatures). La compréhension des détails de l'écoulement des fluides est cruciale en raison des implications sur les voies préférentielles (interface acier/béton, fissures, etc.). Le but de cette thèse est de proposer une nouvelle méthodologie et de tester un nouveau dispositif expérimental par imagerie neutronique à la ligne de faisceaux D50 à l'Institut Laue Langevin à Grenoble. Le test consiste à injecter de l'eau normale (H_2O), sous haute pression, dans un échantillon de béton coulé et saturé en eau lourde (D_2O), afin de suivre la progression d'un front d'eau dans le temps par différence d'atténuation entre ces deux eaux. Une campagne expérimentale a été lancée sur des éprouvettes de béton sous différentes configurations (béton sain, béton fissuré et béton avec une armature) et des mesures de perméabilité locale dans les singularités (zone fissurée, interface armature-béton, etc.) ont été faites. Les essais ont montré que les mesures classiques de perméabilité sont sous-estimées et les écoulements dans le béton sont contrôlés par les défauts.

Mots-clefs : Perméabilité, Béton, Imagerie neutronique, Ecoulement des fluides, Eau lourde, Eau normale.

English version

For civil engineering structures, especially containment buildings during a severe accident, the permeability of concrete is a key issue. Current permeability measurements allow only average (structural) magnitudes, which are not suitable for heterogeneous samples (cracks and/or reinforcements). Understanding the details of fluid flow is crucial because of the implications of preferred pathways (steel/concrete interface, cracks, etc.). The aim of this thesis is to propose a new methodology, and to test a new experimental setup, using neutron imaging at the D50 beam line at the Institute Laue Langevin in Grenoble to measure flow directly. The test consists of injecting normal water (H_2O) under high pressure, into a concrete sample casted and saturated with heavy water (D_2O), in order to follow the evolution of a waterfront over time by difference of attenuation between these two waters. An experimental campaign was launched on concrete specimens in different configurations (proper concrete, cracked concrete and concrete with reinforcement) and measurements of local permeability in singularities (cracked zone, reinforcement-concrete interface, etc.) were done. Tests have shown that classical permeability measurements are underestimated and flows in concrete are controlled by defects.

Keywords: Permeability, Concrete, Neutron imaging, Fluid flow, Heavy water, Normal water.

Table des matières

REMERCIEMENTS.....	I
RESUME	II
TABLE DES MATIERES.....	III
LISTE DES ABREVIATIONS.....	VI
LISTE DES TABLEAUX.....	VII
LISTE DES FIGURES	VIII
INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE 1 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	4
1.1 Structure poreuse du béton	4
1.1.1 Composition chimique du ciment et réactions d’hydratation	4
1.1.2 Etat de l’eau dans la matrice cimentaire	5
1.1.3 Caractéristiques du réseau poreux	6
1.1.3.1 La porosité.....	6
1.1.3.2 Distribution de la taille des pores.....	7
1.1.3.3 Méthodes de caractérisation des pores	8
1.1.4 Granulats et interface pâte-granulat	8
1.2 Propriétés de transfert du béton.....	9
1.2.1 Notion générale relative à la perméabilité	9
1.2.2 Loi de Darcy.....	10
1.2.2.1 Fluide incompressible.....	10
1.2.2.2 Fluide compressible.....	11
1.2.3 Perméabilité intrinsèque du béton dans le cadre d’un écoulement laminaire	11
1.2.4 Effet de l’épaisseur de l’échantillon / taille maximale des agrégats.....	12
1.2.5 Perméabilité à l’eau vs. Perméabilité au gaz	13
1.3 Généralités sur les neutrons.....	17
1.3.1 Propriétés fondamentales des neutrons	17
1.3.2 Classification énergétique des neutrons.....	17

1.3.3	Interaction des neutrons avec la matière	18
1.3.4	Notions relatives à la radioactivité et la radioprotection	19
1.4	Imagerie neutronique	21
1.4.1	Principe de la radiographie/tomographie neutronique.....	21
1.4.1.1	Source de neutrons	23
1.4.1.2	Collimateur	24
1.4.1.3	Scintillateur.....	25
1.4.2	Neutrons vs. Rayons X.....	25
1.4.3	Imagerie des bétons aux neutrons.....	27
1.4.4	Mesures de perméabilité par imagerie neutronique.....	30
1.4.5	L'instrument NeXT à l'institut Laue Langevin (ILL)	31
1.5	Discussion	32
 CHAPITRE 2 DESCRIPTION DES METHODES EXPERIMENTALES.....		34
2.1	Conception et réalisation de l'équipement	34
2.1.1	Conception de la cellule Hassler	34
2.1.2	Equipements expérimentaux	39
2.1.2.1	Pompes hydrauliques	39
2.1.2.2	Débitmètre	39
2.1.2.3	Vannes et tubes	40
2.2	Méthode expérimentale	40
2.3	Objets d'étude	42
2.3.1	Formulation du béton étudié.....	42
2.3.2	Béton en eau lourde	43
2.3.2.1	Eau lourde Vs Eau normale.....	43
2.3.2.2	Pourquoi le béton en eau lourde ?.....	44
2.3.2.3	Test de diffusion entre eau lourde et eau normale.....	46
2.3.3	Confection des échantillons de béton	50
 CHAPITRE 3 VALIDATION DE LA PROCEDURE EXPERIMENTALE.....		53
3.1	Choix des membranes	53
3.2	Comparaison entre les tomographies par neutrons et par rayons X du béton en eau lourde	55
3.3	Caractérisation de l'atténuation de la cellule Hassler	57
3.4	Test du béton sous pression avec imagerie aux neutrons.....	59
3.4.1	Caractéristiques de la ligne de faisceau durant le test	59
3.4.2	Test préliminaire	59

3.5	Résultats préliminaires	60
3.6	Tests de perméabilité sans neutrons	62
3.7	Conclusion	65
 CHAPITRE 4 CAMPAGNE EXPERIMENTALE ET ANALYSE DES RESULTATS		67
4.1	Analyse des images	67
4.1.1	Carte de temps.....	68
4.1.2	Champ de vitesse calculé	70
4.2	Quantification de la macroporosité autour des armatures.....	71
4.3	Tests de perméabilité sous faisceaux de neutrons	75
4.3.1	Etude des échantillons de béton avec armatures parallèles à la direction d'injection (verticales) ...	75
4.3.1.1	Béton avec armature spirale	76
4.3.1.2	Béton avec armature lisse	83
4.3.1.3	Discussion	86
4.3.2	Etude des échantillons de béton fissurés.....	89
4.3.2.1	Extraction des fissures	89
4.3.2.2	Béton fissuré avec armature perpendiculaire à la direction d'injection (horizontale).....	91
4.3.2.3	Béton fissuré sans armature.....	97
4.3.2.4	Discussion	102
 CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES		104
 ANNEXE A PASSAGE VITESSE - PERMEABILITE		107
A.1	Analyse par éléments finis de l'équation de Darcy	107
A.2	Analyse par différences finies de l'équation de Poisson	110
 ANNEXE B FRONT D'EAU NUMERIQUE		113
B.1	Application 2D	115
B.2	Application 3D	117
 BIBLIOGRAPHIE		119

Liste des abréviations

ILL	Institut Laue Langevin
D50	ligne de faisceaux à l'institut Laue Langevin à Grenoble
3SR	Laboratoire Sols, Solides, Structures et Risques
NeXT	Instrument d'imagerie neutrons/rayons X à Grenoble
H ₂ O	Eau normale ou eau légère
D ₂ O	Eau lourde
HDO	Eau semi-lourde
H	Hydrogène
D	Deutérium
e/c	Rapport eau-ciment
Inj	Injection
Tomo	Tomographie
Radio	Radiographie

Liste des tableaux

Tableau 1-1 : Classification énergétique des neutrons	17
Tableau 1-2 : Différentes sources de neutrons et leurs caractéristiques [Hawkesworth 1977, Von der Hardt et al. 1981, Comsan 2011].....	24
Tableau 1-3 : Différences entre les neutrons et les rayons X.....	26
Tableau 2-1 : Caractéristiques physiques et mécaniques de l'alliage du Titane grade 5	36
Tableau 2-2 : Caractéristiques générales de la cellule Hassler spécifique aux neutrons	36
Tableau 2-3 : Capacité de mesure du débitmètre CORI-FLOW M12	40
Tableau 2-4 : Composition du béton de référence et ses propriétés mécaniques [Vu 2007] ...	42
Tableau 2-5 : Propriétés physico-chimiques de l'eau lourde comparées à l'eau normale	43
Tableau 3-1 : Résistance mécanique et atténuation des membranes [Yehya et al. 2018].....	54
Tableau 3-2 : Critères d'analyse et de comparaison de différentes membranes étudiées	55
Tableau 3-3 : Caractéristiques du faisceau de neutrons durant le test préliminaire.....	59
Tableau 3-4 : Mesure du débit moyen et de la perméabilité pendant le régime permanent pour 2 types de béton (Béton eau lourde et béton eau normale) à différentes pressions de confinement et d'injection.....	63
Tableau 4-1 : Calcul de la perméabilité à l'eau de l'interface armature-béton pour les échantillons avec armatures parallèles à la direction d'injection (spirale et lisse).....	87
Tableau 4-2 : Calcul de la perméabilité à l'eau pour les échantillons de béton fissuré avec ou sans armature.....	102

Liste des figures

Figure 1-1 : Schéma représentatif d'un milieu poreux.....	6
Figure 1-2 : Echelle de la taille des solides et des pores dans la pâte de ciment hydraté [Mehta 1986].....	7
Figure 1-3 : Effet bouteille d'encre [Malvault 2013].....	8
Figure 1-4 : Paramètres fortement influant sur la perméabilité [Scrivener 2001].....	9
Figure 1-5 : Profil des vitesses d'un gaz dans un tube capillaire [Lion 2004].....	11
Figure 1-6 : Mesure de perméabilité sur un béton ordinaire [Picandet, 2001].....	12
Figure 1-7 : Effet du rapport e/MSA sur la perméabilité au gaz du béton [Wu et al. 2015]....	13
Figure 1-8 : Diagramme montrant les phénomènes qui provoquent la diminution du débit dans la fissure [Desmettre 2011]	16
Figure 1-9 : Types d'interaction neutron-matière	19
Figure 1-10 : Représentation schématique de l'installation expérimentale pour la radiographie neutronique.....	21
Figure 1-11 : Image combinée par tomographie aux neutrons et par rayonnements X des agrégats légers dans une pâte de ciment [Trtik et al. 2011]	27
Figure 1-12 : Radiographie neutronique représentant le front de l'eau dans les différentes pâtes de ciment et mortiers après 24h (gauche), et étude de leur sorption (droite) [d'après Brew et al. 2009].....	28
Figure 1-13 : Comportement de l'eau autour d'une armature [d'après Kanematsu et al. 2009]	28
Figure 1-14 : Radiographies neutroniques d'un spécimen de béton armé fissuré (fissure 0.35 mm) durant son contact avec de l'eau pendant 60 min [d'après Zhang et al. 2010]	29
Figure 1-15 : L'écaillage dans du béton haute performance avec un polymère super absorbant après 24 min d'échauffement à une température de 50°C [d'après Toropovs et al. 2015]	29
Figure 1-16 : Un axe de temps montrant les premières applications de l'imagerie neutronique pour étudier les différents aspects de la durabilité des matériaux à base de ciment au cours des cinq dernières décennies [Zhang et al. 2018].....	30
Figure 1-17 : Vitesse locale dans les bandes de cisaillement calculée durant un test d'imbibition d'eau dans du grès [Hall 2013].....	30
Figure 1-18 : Ecoulement de l'eau lourde de gauche (D ₂ O - bleu) dans un échantillon de grès saturés d'huile dans une cellule Hassler par imagerie neutronique [De Beer et Middleton 2006].....	31
Figure 1-19 : Esquisser du concept de l'instrument NeXT [Tengattini et al. 2017]	32
Figure 2-1 : Dessin technique de la cellule Hassler spécifique aux neutrons [Yehya et al. 2018].....	37
Figure 2-2 : Design de l'embase circulaire	38

Figure 2-3 : Approche expérimentale du test de perméabilité par imagerie neutronique [Yehya et al. 2018].....	41
Figure 2-4 : Montage expérimental des tests d'atténuation réalisés à l'instrument D50 à l'ILL en faisant tomber des gouttes d'un liquide A dans un liquide B.....	44
Figure 2-5 : Montage montrant la différence de contraste entre les différents liquides (H_2O , D_2O et huile) lors de leur mélange	45
Figure 2-6 : Changement du niveau d'atténuation dans les différents mélanges (D_2O dans H_2O , H_2O dans D_2O , H_2O dans l'huile et huile dans D_2O).....	46
Figure 2-7 : Essai avec le tube en aluminium dans le faisceau de neutrons à l'ILL pour étudier la diffusion entre l'eau lourde et l'eau normale	47
Figure 2-8 : Variation de l'atténuation du mélange H_2O - D_2O dans le tube en aluminium au cours du temps.....	48
Figure 2-9 : Vitesse de diffusion entre l'eau lourde et l'eau normale.....	49
Figure 2-10 : Variation de l'atténuation par rapport à l'état initial dans le mélange (H_2O - D_2O) au cours du temps.....	49
Figure 2-11 : Préparation des échantillons de béton en eau lourde : (a) armatures en aluminium lisse et spirale de 1 cm de diamètre, (b) moules en PVC, (c) constituants utilisés pour le béton (gravier, sable, ciment, eau lourde et eau normale), (d) gâchage du béton dans les moules cylindriques, (e) Différents échantillons de béton (sain, avec armature verticale spirale ou lisse et avec armature horizontale lisse)	50
Figure 2-12 : Graphique montrant la vitesse d'évolution de la chaleur et la production de chaleur intégrée à partir de C_3S hydraté avec (•) H_2O et (o) D_2O . Le rapport eau / solide utilisé était de 0.5 et la température était de 25 °C [King et al. 1988]	52
Figure 2-13 : Test de compression simple des deux échantillons de béton H_2O et D_2O	52
Figure 3-1 : Atténuation aux neutrons des membranes en téflon et néoprène [Yehya et al. 2018].....	54
Figure 3-2 : Coupes horizontales de la tomographie 3D reconstruite de l'échantillon de béton saturé en eau lourde dans sa membrane en Téflon avant le début de l'injection d'eau normale dans différentes positions de l'échantillon (1 cm, 3 cm et 5 cm) [Yehya et al. 2018].....	56
Figure 3-3 : Coupe issue d'une tomographie d'un échantillon cylindrique de béton en eau lourde de 7 cm de diamètre par imagerie neutronique (à gauche) et par rayons X (à droite) [Yehya et al. 2018]	57
Figure 3-4 : Test d'atténuation de la cellule Hassler en utilisant la mire de Siemens.....	58
Figure 3-5 : Montage expérimental à la ligne de faisceaux NeXT à Grenoble à l'ILL [Yehya et al. 2018].....	60
Figure 3-6 : Images de radiographie neutronique en laps de temps d'injection d'eau normale dans un échantillon de béton en eau lourde. Les radiographies sont moyennées sur 11 minutes. L'atténuation neutronique est l'atténuation mesurée nette de la cellule, le fluide de confinement et la membrane [Yehya et al. 2018].....	61
Figure 3-7 : Série de tranches horizontales montrant la répartition de l'eau dans les différentes positions de l'échantillon après 39 minutes d'injection [Yehya et al. 2018]	61
Figure 3-8 : Variation de la perméabilité mesurée à l'eau pour les différents types de béton (béton D_2O et béton H_2O) par rapport à la pression de confinement.....	64

Figure 3-9 : La microstructure du gel de C-S-H à l'état saturé d'eau et sans eau (courbe noire, carré gris, cercle bleu et cercle vert représentent les interfeuillettes de CSH, l'eau liée chimiquement, l'eau adsorbée et d'autres fluides inertes plutôt que l'eau, respectivement) [Zhou et al. 2017]	65
Figure 4-1 : Montage montrant l'évolution du front d'eau dans le grès des Vosges durant un test d'imbibition (le temps entre 2 images consécutives est de 6 min à peu près).....	68
Figure 4-2 : Variations des niveaux de gris de deux pixels durant le temps dans l'échantillon de grès pendant un test d'imbibition	69
Figure 4-3 : Carte de temps du test d'imbibition dans de grès de Vosges	70
Figure 4-4 : Méthode adoptée pour calculer la vitesse du front.....	70
Figure 4-5 : Champ de vitesse calculé du test d'imbibition dans de grès de Vosges.....	71
Figure 4-6 : Illustration montrant la méthode de seuillage utilisée pour extraire les macropores à partir de l'image brute d'une tomographie aux rayons X de l'échantillon de béton avec armature lisse.....	72
Figure 4-7 : Distribution de la macroporosité autour de l'armature verticale lisse (à gauche) et spirale (à droite)	73
Figure 4-8 : Variation de la moyenne des macropores par rapport à la distance à la barre lisse (rouge) ou spirale (vert).....	73
Figure 4-9 : Distribution de la macroporosité autour de l'armature horizontale lisse	74
Figure 4-10 : Variation de la moyenne des macropores par rapport à la distance à la barre horizontale (rouge – au-dessous de la barre ; vert – au-dessus de la barre).....	75
Figure 4-11 : Variation du niveau de gris dans différents pixels dans l'échantillon de béton avec armature spirale pour des pressions d'injection différentes.....	76
Figure 4-12 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature spirale à une pression d'injection de 2 MPa	77
Figure 4-13 : Mesure des débits entrant et sortant dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 2 MPa d'injection.....	77
Figure 4-14 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 2 MPa d'injection	78
Figure 4-15 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature spirale à une pression d'injection de 4 MPa	78
Figure 4-16 : Mesure des débits entrant et sortant dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 4 MPa d'injection.....	79
Figure 4-17 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 4 MPa d'injection	80
Figure 4-18 : Visualisation de l'eau après 4 MPa d'injection et des pores autour de la barre spirale	80
Figure 4-19 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature spirale à une pression d'injection de 15 MPa	81
Figure 4-20 : Mesure des débits entrant et sortant dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 15 MPa d'injection.....	82
Figure 4-21 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 15 MPa d'injection	82

Figure 4-22 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature lisse à une pression d'injection de 2 MPa	83
Figure 4-23 : Mesure des débits entrant et sortant dans l'échantillon de béton avec armature lisse à 2 MPa d'injection	83
Figure 4-24 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature lisse à 2 MPa d'injection	84
Figure 4-25 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature lisse à une pression d'injection de 4 MPa	84
Figure 4-26 : Mesure des débits entrant et sortant dans l'échantillon de béton avec armature lisse à 4 MPa d'injection	85
Figure 4-27 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature lisse à 4 MPa d'injection	85
Figure 4-28 : Visualisation de l'eau après 4 MPa d'injection et des pores autour de la barre lisse.....	86
Figure 4-29 : Problème d'effet d'échelle	88
Figure 4-30 : Illustration montrant l'histogramme d'une tranche reconstruite en 3D de l'échantillon de béton avec armature horizontale.....	90
Figure 4-31 : Illustration montrant la distribution des fissures dans l'échantillon de béton fissuré avec armature horizontale à 3.5 cm de hauteur	91
Figure 4-32 : Illustration montrant la distribution des fissures dans l'échantillon de béton fissuré sans armature	91
Figure 4-33 : Mesure du débit sortant dans l'échantillon de béton fissuré avec armature horizontale à 10 MPa d'injection	92
Figure 4-34 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature horizontale pendant 12 min à une pression d'injection de 10 MPa	92
Figure 4-35 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature horizontale pendant la première injection à 10 MPa.....	93
Figure 4-36 : Série de tranches horizontales montrant la répartition de l'eau dans les différentes positions de l'échantillon de béton avec l'armature horizontale après la première injection.....	93
Figure 4-37 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature horizontale pendant 1h 35min à 10 MPa d'injection après la première tomographie.....	94
Figure 4-38 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature horizontale pendant la deuxième injection à 10 MPa	95
Figure 4-39 : Série de tranches horizontales montrant la répartition de l'eau dans les différentes positions de l'échantillon de béton avec l'armature horizontale après la deuxième injection	96
Figure 4-40 : Visualisation de l'eau après la deuxième injection dans l'échantillon de béton avec armature horizontale (vue de face - image gauche -, vue de haut - image droite -).	96
Figure 4-41 : Mesure du débit sortant dans l'échantillon de béton fissuré sans armature à 10 MPa d'injection	97
Figure 4-42 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton fissuré sans armature pendant 50 min à une pression d'injection de 10 MPa	97

Figure 4-43 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton sans armature pendant la première injection à 10 MPa.....	98
Figure 4-44 : Série de tranches horizontales montrant la répartition de l'eau dans les différentes positions de l'échantillon de béton sans armature après la première injection	99
Figure 4-45 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton fissuré sans armature pendant 1h 30min à 10 MPa d'injection après la première tomographie..	99
Figure 4-46 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton sans armature pendant la deuxième injection à 10 MPa	100
Figure 4-47 : Série de tranches horizontales montrant la répartition de l'eau dans les différentes positions de l'échantillon de béton sans armature après la deuxième injection	100
Figure 4-48 : Visualisation de l'eau après la deuxième d'injection dans l'échantillon de béton sans armature (vue de face - image gauche -, vue de haut - image droite -).....	101
Figure 4-49 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton fissuré sans armature pendant 1h 36min à 10 MPa d'injection après la deuxième tomographie	101

Introduction générale

Le béton est le produit manufacturé le plus consommé dans le monde. Avec plus de six milliards de mètres cubes produits annuellement, il indique l'état de développement des pays. Il est considéré comme un matériau durable lorsqu'il est bien formulé et correctement mis en œuvre. Dans un milieu plus ou moins agressif, le béton est loin d'être inerte, il se déforme et subit l'épreuve du temps. Ceci amène à se poser la question sur la durabilité des ouvrages en béton. Selon la norme [NF X60-500], la durabilité est "l'aptitude d'un bien à accomplir une fonction jusqu'à ce qu'un état limite soit atteint".

La perméabilité représentée par la capacité d'un matériau poreux à être traversé par un fluide sous un gradient de pression est l'un des indicateurs les plus importants de la durabilité. C'est un paramètre qui influe directement la durabilité en contrôlant la vitesse de pénétration d'agents agressifs. La présence et la percolation de l'eau dans le béton de structure est un élément essentiel concernant l'étude de la durabilité et du critère d'opérabilité, notamment pour les enceintes de confinement. Dans le contexte d'un accident dans une enceinte ou d'une visite décennale représentative d'un accident, un gradient de pression s'instaure entre le cœur de l'ouvrage et l'environnement amenant un taux de fuite qui doit respecter un critère maximal (1.5% par jour de la masse de fluides contenue dans l'enceinte). A ce jour, les chemins de percolation au travers de la structure et leur importance relative ne sont pas complètement déterminés. Cela limite grandement l'efficacité des réparations. Les chemins de percolation sont multiples. Ils peuvent se développer dans la masse du béton, dans les fissures, le long des défauts surfaciques (reprises de bétonnage) ou linéiques (interfaces renforcement béton).

Avant d'atteindre l'analyse à l'échelle d'une structure (en dehors des objectifs du présent projet), cette thèse se propose à l'échelle d'un VER matériau et de petits éléments de structures, d'estimer la perméabilité dans les singularités du béton armé. L'influence de l'interface acier-béton, ainsi que la présence des fissures sur les chemins de percolation et leur perméabilité apparente associée sera notamment étudiée.

Le Laboratoire 3SR (Sols, Solides, Structures – Risques) et l'Institut Laue-Langevin (ILL) de Grenoble ont mis en place un CRG (Collaborative Research Group) avec une durée de 3 ans. Dans cet accord, l'ILL fournit un faisceau de neutrons sur l'instrument nommé D50 ; le CRG met en place une station de tomographie neutronique à haute résolution sur cet instrument. Le but final de ce « neutrographe » est de réaliser des expériences mécaniques ou hydriques sous faisceau pour répondre à des questions venant des disciplines de la mécanique des matériaux. L'opportunité est saisie dès 2015 pour réaliser une campagne originale d'essais au niveau international d'imagerie aux neutrons sur du béton pour caractériser ses propriétés hydriques.

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire s'intéressent à ce sujet dans le cadre des travaux de la chaire PERENITI (Programme de Recherche pour l'Evaluation de l'Intégrité

des Structures de génie civil) qui est une chaire d'excellence entre la Fondation Partenariale Grenoble INP et EDF (Electricité De France). Trois unités d'ingénierie d'EDF basées en Rhône-Alpes sont impliquées dans cette chaire : la Division Technique Générale (DTG) à Grenoble qui a lancé le sujet, le Centre d'Ingénierie Hydraulique (CIH) à Chambéry et le Service Études et Projets Thermiques et Nucléaires (SEPTEN) à Villeurbanne. Cette chaire est consacrée à l'analyse du comportement des ouvrages de génie civil afin de développer une maquette numérique d'ouvrages types afin de prédire le comportement futur des ouvrages et de valider des choix de maintenance. [<http://fondation-grenoble-inp.fr/nos-actions/contribuer-developpement-recherche/chaire-pereniti/>]

Le principal objectif de ce projet de thèse est de caractériser sous faisceau aux neutrons des champs de perméabilité dans du béton de structure (sain, endommagé, avec des défauts ou des interfaces). Ces données expérimentales pourront servir dans d'autres études à hiérarchiser les différents modèles de la littérature sur le comportement hydrique des structures en béton. Pour ce faire, une cellule permettant d'appliquer un gradient de pression, sur diverses éprouvettes de béton de structure, est conçue et construite afin de piloter en pression des essais sous faisceau aux neutrons. Les éprouvettes sont coulées et initialement saturées en eau lourde et un volume d'eau normale est injecté à gradient de pression constant. Lors de la phase d'injection, le front avance trop rapidement pour être imagé en tomographie, seule la radiographie est réalisée. Pour un volume d'eau normale injecté, le gradient de pression sera annulé de telle sorte à arrêter l'avancée du front entre les deux types d'eau. Une tomographie est alors réalisée pour voir en 3D la répartition de l'eau normale injectée qui remplace progressivement l'eau lourde dans les pores. Puis, l'injection recommencera et la vitesse du front sera mesurée par radiographie. Les moyens actuels permettent uniquement de mesurer une perméabilité apparente qui, lorsque l'éprouvette est fissurée et/ou inclus une hétérogénéité, ne permet pas d'extrapoler à une échelle supérieure. Alors qu'avec la vitesse locale estimée dans le béton par imagerie neutronique, on est capable de descendre à l'échelle du champ de perméabilité locale, tout en estimant la vitesse moyenne dans les singularités. A partir d'une même formulation de béton, cette expérience sera menée sur du béton sain, du béton fissuré par chargement mécanique et finalement avec la présence d'une armature.

Pour présenter les méthodes et les résultats obtenus, ce mémoire se décompose en quatre chapitres :

1. Le premier chapitre positionne une étude bibliographique. Il se décompose en deux parties complémentaires. Dans la première partie, on rappelle la structure poreuse du béton ainsi que ses propriétés de transfert. Dans la seconde partie, on se concentre sur la technique d'imagerie neutronique utilisée dans cette thèse. On détaille ainsi son importance et son application sur le béton. On termine ce chapitre par une discussion et une synthèse des éléments présentés dans la bibliographie.

2. Le deuxième chapitre est dédié à la description des méthodes expérimentales. Nous commençons par la conception de la cellule originale spécifique aux neutrons qui sera mise en place pour imager la propagation d'un flux d'eau, sous gradient de pression, dans une éprouvette de béton. Les autres équipements utilisés (pompes hydrauliques, débitmètre, etc.)

dans cette thèse sont aussi présentés. Ensuite, la procédure expérimentale adoptée pour réaliser des tests de perméabilité au sens de Darcy par imagerie neutronique sera détaillée. La fin de ce chapitre est consacrée à la description des objets d'études et la fabrication des échantillons de béton.

3. Dans le troisième chapitre, nous présentons le test préliminaire mené avec la mise en œuvre de neutrons afin de valider la procédure expérimentale. Nous commençons d'abord par justifier le choix des membranes en Téflon utilisées dans nos essais, ensuite une tomographie de l'échantillon de béton utilisé dans ce test par neutrons et rayons X sera faite pour comparer les deux techniques. Un test de caractérisation de l'atténuation de la cellule est envisagé pour avoir une idée sur le temps des scans avant de passer au test de béton sous pression par imagerie neutronique réalisé sur l'instrument D50 à l'ILL. Ce test a été effectué en injectant de l'eau normale dans un échantillon de béton saturée et coulée avec de l'eau lourde.

4. Dans le quatrième chapitre, la méthode adoptée pour analyser nos images et le moyen de construire des cartes de temps et de vitesse, qui permettent d'analyser l'avancée d'un front d'eau dans un échantillon, est détaillée. Dans une deuxième partie, une caractérisation de la porosité autour des armatures dans les échantillons testés est faite par tomographies aux rayons X. Finalement, nous nous concentrons sur la campagne expérimentale menée à l'ILL sur différentes éprouvettes de béton dont deux contiennent une armature verticale (lisse et spirale) et deux sont fissurées par compression simple (dont une avec une armature horizontale). Une analyse des résultats a été faite et des conclusions sont tirées.

Nous terminons ce mémoire par une conclusion générale de nos travaux suivie par des perspectives pour améliorer et compléter les résultats obtenus par des informations complémentaires.

Chapitre 1

Etude bibliographique

Ce chapitre se décompose en deux parties complémentaires. Dans la première partie, la structure poreuse du béton (1.1) ainsi que ses propriétés de transfert (1.2) seront présentées. Dans une seconde partie, on présente des généralités sur les neutrons et leurs interactions avec la matière, ainsi que des notions relatives à la radioprotection (1.3). L'importance de l'imagerie neutronique et son application sur le béton (1.4) seront détaillées aussi dans ce chapitre.

1.1 Structure poreuse du béton

Le béton aujourd'hui est le matériau de construction le plus utilisé dans le monde. Il vieillit par réactions physico-chimiques endogènes ou en interaction avec son environnement. La connaissance de ses propriétés de transport déterminant sa durabilité présente un intérêt majeur pour des champs d'application très variés surtout pour les structures avec un rôle de confinement. A l'échelle mésoscopique (quelques cm), le béton peut être considéré comme un milieu triphasique, composé de granulats enrobés par une zone de transition, le tout noyé dans une matrice (le mortier).

1.1.1 Composition chimique du ciment et réactions d'hydratation

Le ciment est un liant hydraulique qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite des réactions et processus d'hydratation. Quatre composés sont habituellement distingués dans un mélange de ciment anhydre [Taylor 1997, Scrivener et al. 2004]:

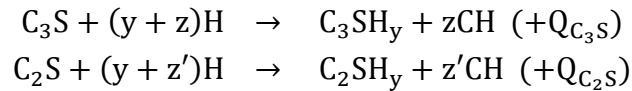
- Le silicate bicalcique (bélite) : C_2S - $2CaO, SiO_2$
- Le silicate tricalcique (alite) : C_3S - $3CaO, SiO_2$
- L'aluminate tricalcique (alumine) : C_3A - $3CaO, Al_2O_3$
- L'aluminoferrite tétracalcique (célite) : C_4AF - $4CaO, Al_2O_3, Fe_2O_3$

Il s'ajoute à ces composés des oxydes mineurs et de gypse (CSH_2 : $CaSO_4, 2H_2O$). Leurs quantités ne dépassent pas les quelques pour cent de la masse de ciment et leurs niveaux doivent rester le plus bas possible dans le ciment pour assurer la durabilité des ouvrages dans des milieux fortement agressifs.

Les réactions qui résultent du contact du ciment avec l'eau sont appelées des réactions d'hydratation. Les résultats sont dits produits d'hydratation alors que la masse ferme résultante est désignée par ciment hydraté. Parmi ces réactions d'hydratation on distingue celles des silicates et aluminates décrites ci-après [Taylor 1997, Bye 1999].

- Hydratation des silicates

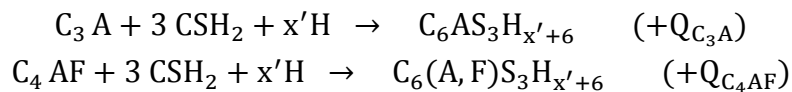
Les réactions d'hydratation des silicates sont fortement exothermiques avec une cinétique plus lente pour le C₂S. Elles aboutissent à la formation des calciums de silicates hydratés C_xS_yH_z (composant C-S-H) et de la portlandite Ca(OH)₂ (composant CH). Ces réactions s'écrivent comme suit :



Q_x : La chaleur dégagée par suite de la réaction du composant X.

- Hydratation des aluminates

Le C₃A est l'élément le plus réactif avec l'eau. En l'absence de gypse, la dissolution des aluminates de calcium est immédiate et il en va de même de la précipitation des aluminates de calcium hydratés. Ceux-ci, enrobant les grains de silicate de calcium, empêchent alors leur dissolution. Pour éviter ce phénomène, on ajoute du gypse qui joue le rôle d'un régulateur de prise qui retarde la formation d'aluminate de calcium hydraté en donnant d'abord du trisulfoaluminate de calcium hydraté (ettringite). Ces cristaux d'ettringite sont bénéfiques puisqu'ils contribuent à la cohésion de la pâte de ciment au jeune âge. Leur formation diminue la porosité de la pâte et contribue à l'augmentation de sa résistance mécanique. Les réactions se poursuivent lentement avec l'aluminate C₃A et l'aluminoferrite C₄AF pour former de l'aluminoferrite de calcium hydraté. Les réactions de ces phases sont décrites comme suit :



Dans cette thèse, les échantillons de béton étudiés sont coulés avec de l'eau lourde D₂O (voir section 2.3.2.1) pour des raisons d'imagerie à la suite de tests préliminaires détaillées dans 2.3.2.2. Dans ce cas, on parlera du gel C-S-D dont quelques propriétés ont été étudiées (2.3.2, 2.3.3, 3.6) même si ce n'est pas l'objectif essentiel de nos études.

1.1.2 Etat de l'eau dans la matrice cimentaire

L'eau se trouve sous trois formes dans la pâte de ciment hydraté [Regourd 1982, Guenet-Delahaie 1997]:

- L'eau liée chimiquement :

C'est l'eau participant à l'hydratation des ciments et se retrouvant dans les inter-feuillets des C-S-H. Elle est généralement combinée avec d'autres composants dans les hydrates.

- L'eau adsorbée :

Cette eau est soumise aux effets de surface des solides. Soit elle est soumise aux forces d'attraction de type Van der Waals dans ce cas elle est adsorbée physiquement. Soit elle est adsorbée chimiquement et dans ce cas-là des électrons sont mis en commun entre l'eau et la surface solide. La structure de la molécule d'eau est donc modifiée par rupture de la liaison

covalente O-H. L'eau adsorbée est présentée sur la surface solide des pores, notamment sur le gel C-S-H.

- L'eau capillaire :

Cette eau remplit le volume poreux au-delà de la couche adsorbée, elle est séparée de la phase gazeuse par des ménisques. A noter que la valeur de la pression capillaire dans le béton est fortement dépendante du niveau de saturation du béton et de la taille des pores. Elle influe sur la perméabilité au gaz du béton via la saturation.

A noter qu'en chauffant un échantillon de béton ou de pâte de ciment saturée à 105°C et après stabilisation de la masse, il ne reste dans le volume que de l'eau liée chimiquement aux produits d'hydratation. Ce processus pourrait entraîner une altération chimique du béton.

1.1.3 Caractéristiques du réseau poreux

1.1.3.1 La porosité

La porosité ϕ est l'une des plus importantes grandeurs physiques qui, avec la connectivité, conditionnent les capacités d'écoulement des fluides dans un milieu poreux. Elle représente l'ensemble des vides (pores) dans un matériau. Elle est définie par le rapport entre le volume des pores V_p et le volume total V_t .

$$\phi = \frac{V_p}{V_t} = \frac{V_p}{V_s + V_p} \quad (1.1)$$

Où V_s représente le volume de la matrice solide.

Dans un béton courant, la porosité est comprise entre 0.12 et 0.19 [Perfect et al. 2014]. Elle dépend de plusieurs facteurs : le rapport eau-ciment (e/c), la compacité du béton frais, le volume pâte/granulats et la porosité des granulats. Généralement, on distingue 2 types de porosité :

- Porosité connectée : lorsque les pores sont reliés entre eux et forment des canaux très fins. Dans ce cas, ils participent au transport de matière à travers le matériau.
- Porosité non connectée : lorsque les pores sont isolés et non reliés entre eux.

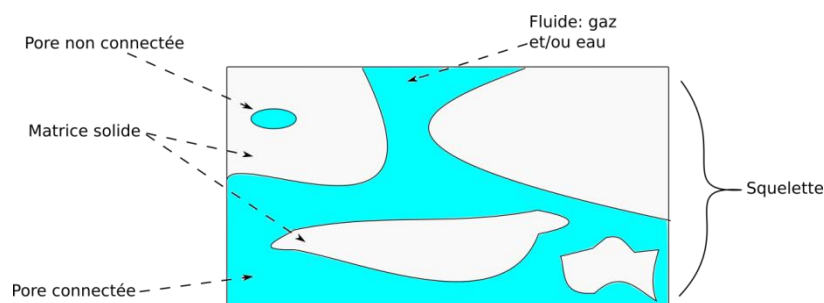


Figure 1-1 : Schéma représentatif d'un milieu poreux

La porosité totale accessible à l'eau peut être mesurée expérimentalement à la suite d'une analyse thermogravimétrique selon l'équation (1.2) :

$$\phi_{PT} = \frac{m_{sat} - m_{105^{\circ}C}}{m_{sat} - m_{eau}} \quad (1.2)$$

$m_{sat} - m_{105^{\circ}C}$: Perte massique observée lors du séchage d'une éprouvette à 105 °C (précision de 5%).

$m_{sat} - m_{eau}$: Différence massique observée entre la mesure hydrostatique (dans l'eau) et la mesure de l'éprouvette saturée.

1.1.3.2 Distribution de la taille des pores

La microstructure poreuse d'une pâte de ciment peut être classiquement décrite en distinguant deux familles de pores [Baroghel-Bouny 1994] :

- Les pores capillaires (les plus gros) : ce sont les vestiges, à un moment donné de l'hydratation, des espaces intergranulaires de la pâte initialement remplie d'eau. Le volume d'eau fourni durant la fabrication du béton doit être supérieur au volume nécessaire pour l'hydratation pour assurer la maniabilité du béton. Ainsi, cet excédent d'eau s'évacue par séchage au cours du temps et laisse des pores capillaires disponibles pour la circulation de gaz.
- Les pores des hydrates (les plus petits) : ils se forment à l'intérieur des hydrates en particulier du gel C-S-H et ils ne sont pas affectés par le rapport eau/ciment.

A ces deux familles de taille de pores, on distingue les vides dus aux bulles d'air (figure 1-2) et les fissures de diamètres supérieurs à 1 µm. Les plus petits vides du béton sont de 1 million fois plus petit que les plus gros [Mehta 1986].

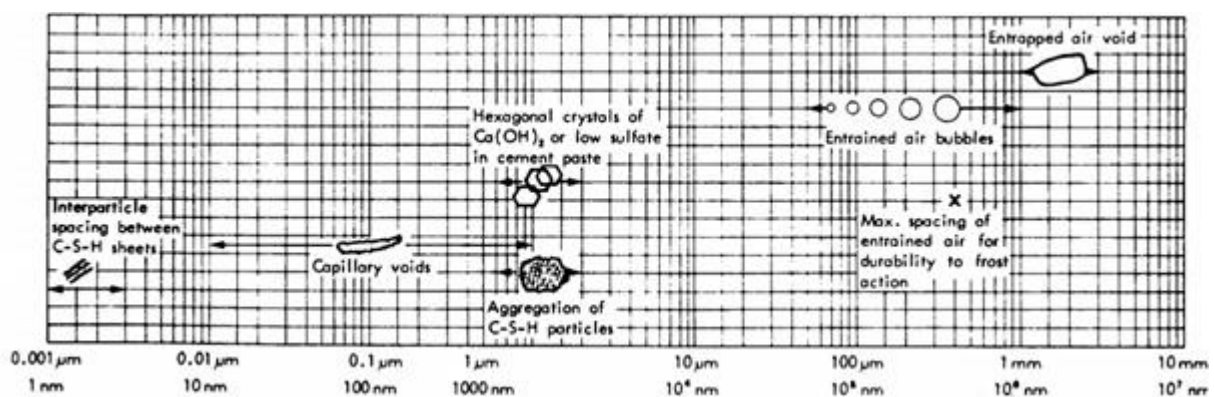


Figure 1-2 : Echelle de la taille des solides et des pores dans la pâte de ciment hydraté [Mehta 1986]

1.1.3.3 Méthodes de caractérisation des pores

Plusieurs méthodes existent pour caractériser les paramètres géométriques des pores dans un milieu poreux (taille, forme, etc...) [Malvault 2013]. La porosimétrie au mercure est l'une des techniques les plus adaptées pour caractériser la porosité du béton d'une manière quantitative. Cette technique assure une large gamme de mesure sur les pores allant de 5 nm à 500 μm . A ce moyen de mesure s'ajoutent la sorption isotherme, la thermoporosimétrie et la diffusion d'ondes aux petits angles. L'imagerie 2D ou 3D (tomographie) permet de caractériser avec une grande précision la forme des pores et leur connectivité, mais cette technique est très limitée par la résolution pour le béton même si elle présente aussi l'avantage de décrire la distribution spatiale en 3D de ces vides.

L'intrusion du mercure, considéré comme un liquide ayant une grande tension de surface, met en place la présence d'un phénomène appelé « effet bouteille d'encre ». Dans le cas où plusieurs capillaires de rayons différents se succèdent (voir figure 1-3). En supposant que la pression d'invasion P_1 est celle qui correspond au premier rayon R_1 . Dans ce cas, le fluide peut pénétrer jusqu'au rayon inférieur à R_1 et se trouve bloqué. L'augmentation de la pression jusqu'à P_2 permet l'invasion du fluide non seulement dans la partie 2, mais aussi toutes les autres parties jusqu'à la rencontre d'un capillaire de rayon inférieur à R_2 . Cela veut dire que la pression d'injection définit la zone de la porosité exploitée et impacte ainsi la perméabilité.

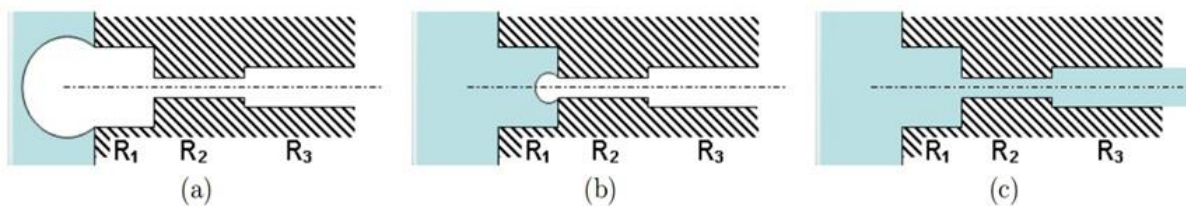


Figure 1-3 : Effet bouteille d'encre [Malvault 2013]

1.1.4 Granulats et interface pâte-granulat

La liaison qui s'établit dans le béton au cours de l'hydratation entre la matrice cimentaire et les granulats qu'elle enrobe, se traduit par une zone de pâte particulière appelée « auréole de transition » [Scrivener et al. 2004]. Lorsque les auréoles de transition entourant les granulats sont interconnectées, une nouvelle famille de pores de dimension comparable à celle des capillaires peut être mise en évidence à la porosimétrie au mercure [Ollivier et al. 2002].

La porosité et la perméabilité de cette interface sont plus importantes que le reste de la matrice. Ainsi les pores, les plus grossiers dans cette zone, deviennent un réseau de cheminement privilégié pour les transferts.

D'un point de vue mécanique, la liaison pâte-granulats est trouvée meilleure avec des granulats concassés qu'avec des granulats roulés [Moranville-Regourd 1992]. De même, l'origine des granulats, que ce soit calcaire ou siliceuse, influe sur cette interface. Dans le cas des granulats peu poreux (granulats siliceux par exemple), la liaison établie au cours de l'hydratation est fortement poreuse et moins résistante que la pâte elle-même ce qui constitue

un point faible dans le béton et engendre une fissuration préférentielle à ce niveau. Alors que dans le cas des granulats très poreux (granulaires calcaires par exemple), l'auréole est faiblement poreuse et sa résistance mécanique est plus élevée à la suite de la formation d'hydrates de carbo-aluminates de calcium à l'interface pâte-granulats. A noter que dans le cadre de cette thèse, les granulats utilisés sont des granulats roulés d'origine siliceuse qui ont une meilleure ouvrabilité, car les granulats aux angles aigus ont tendance à interférer les uns avec les autres lorsque le béton coule.

La description du milieu poreux du béton présentée dans la partie précédente 1.1 était cruciale pour comprendre ses propriétés de transfert. Dans la partie suivante, on se concentre sur la perméabilité au sens de Darcy dans le béton.

1.2 Propriétés de transfert du béton

1.2.1 Notion générale relative à la perméabilité

La perméabilité d'un milieu poreux correspond à son aptitude à se laisser traverser par un fluide sous l'effet d'un gradient de pression. Cette perméabilité dépend des paramètres des milieux poreux comme la porosité, la constrictivité, la tortuosité et la connectivité. La figure 1-4 explique l'effet de chaque paramètre sur la résistance au flux. Une flèche pointillée signifie une forte résistance au flux tandis qu'une flèche complète signifie une faible résistance.

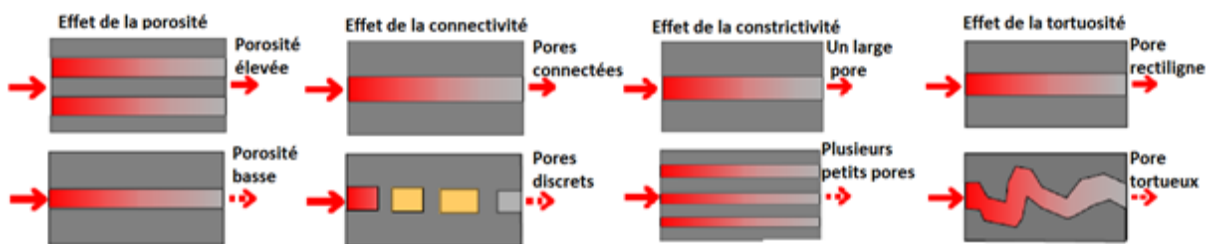


Figure 1-4 : Paramètres fortement influant sur la perméabilité [Scrivener 2001]

La connectivité permet de construire des modèles de réseaux dans lesquels les pores percolants communiquent entre eux, et ainsi discriminer les pores isolés et les bras morts qui sont connectés à ce réseau mais ne participent pas à l'écoulement [Dullien 1992]. Elle est définie par le nombre de boucles qu'il est possible de former en passant une seule fois par chaque pore. La connectivité d'une surface fermée est égale au nombre de coupes de pores qu'il est possible de réaliser sans la séparer totalement en deux. A noter que lorsque la forme d'un pore varie le long de son parcours, la plus petite section définit une striction. Cela conditionne l'écoulement des fluides vu que ce sont les petits diamètres qui contrôlent l'écoulement dans le pore percolant. La constrictivité est un paramètre qui rend compte de façon qualitative de la variation de section qu'offrent les pores à l'écoulement. Elle est définie par le rapport entre la plus grande et la plus petite section efficace. En ce qui concerne la tortuosité, elle traduit le caractère sinueux du chemin qu'emprunte une particule fluide pour traverser le milieu poreux. Elle se définit par le ratio entre la longueur réellement parcourue à travers l'échantillon et la longueur de cet échantillon [Dana 1999].

1.2.2 Loi de Darcy

Les conditions d'application de la loi de Darcy pour l'écoulement des fluides dans un milieu poreux sont résumées par [Dullien 1992] :

- Le milieu poreux doit être totalement saturé par une seule phase fluide, sinon on parlera d'une perméabilité relative.
- L'écoulement des fluides dans l'échantillon est supposé laminaire.
- Pas d'interaction physico-chimique entre le fluide et le matériau (le fluide est inerte vis-à-vis du milieu poreux).
- La viscosité du fluide gouverne l'écoulement (les forces d'inertie sont négligées).

Selon Darcy, la perméabilité K en m^2 , représente la perméabilité intrinsèque du milieu. Cette valeur est une caractéristique du matériau, ainsi elle est indépendante de la nature du fluide (densité, viscosité, gaz/liquide, etc.).

1.2.2.1 Fluide incompressible

La loi de Darcy régissant l'écoulement stationnaire d'un fluide incompressible (l'eau est faiblement compressible à des pressions "normales". On fait donc l'hypothèse d'incompressibilité pour l'eau) de viscosité μ (Pa.s) à travers un milieu poreux de perméabilité intrinsèque K (m^2) est :

$$v = -\frac{K}{\mu} \nabla P \quad (1.3)$$

Où v (m/s) est la vitesse d'écoulement et ∇P le gradient de pression moteur du mouvement du fluide (Pa/m).

Lors d'un écoulement permanent pour un fluide incompressible, $\text{div}(v) = 0$. Si on considère que la viscosité dépend essentiellement de la température du fluide, dans un modèle isotherme la viscosité devient une constante. Supposons un milieu homogène, K devient une constante aussi. D'où :

$$\text{div} \left(-\frac{K}{\mu} \nabla P \right) = -\frac{K}{\mu} \text{div}(\nabla P) = -\frac{K}{\mu} \Delta P = 0 \quad (1.4)$$

Pour un écoulement unidirectionnel dans un échantillon cylindrique :

$$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2} = 0 \quad (1.5)$$

En intégrant l'équation avec les conditions aux limites, P est linéaire et sera calculé de la manière suivante :

$$P(x) = P_1 \left(1 - \frac{x}{h} \right) + P_0 \left(\frac{x}{h} \right) \quad (1.6)$$

Donc :

$$K = \frac{\mu v h}{P_1 - P_0} = \frac{\mu Q h}{S(P_1 - P_0)} \quad (1.7)$$

Avec

- h : hauteur de l'échantillon (m),
- P_1 et P_0 sont respectivement les pressions en Pa à l'entrée et la sortie de l'échantillon.
- Q : le débit volumique du fluide (m^3/s).
- S : la surface de l'échantillon (m^2).

Cette relation est envisagée pour la suite en considérant la percolation d'un fluide qui est l'eau.

1.2.2.2 Fluide compressible

La nature compressible et non visqueuse du gaz à travers le milieu poreux est en dehors de la validité de la loi de Darcy présentée dans l'équation 1.3.

En écoulement laminaire d'un fluide compressible, régi par l'application d'un gradient de pression aux bornes d'un échantillon, nous pouvons calculer, à l'état d'équilibre, un débit de sortie du fluide Q_s (m^3/s). Il est alors possible de déterminer une perméabilité apparente [Picandet 2001, Choinska 2006]. Dans le sens d'un écoulement longitudinal, elle peut être évaluée de la manière suivante :

$$k_{al} = \frac{Q_s}{S} \frac{2\mu h P_{atm}}{(P_i^2 - P_{atm}^2)} \quad (1.8)$$

Avec k_{al} est la perméabilité apparente pour une configuration longitudinale. h est la longueur du matériau dans le sens de l'écoulement (m). P_{atm} est la pression atmosphérique (Pa), P_i est la pression d'injection du gaz (Pa), et μ est la viscosité dynamique du fluide à la température de l'essai (Pa.s).

1.2.3 Perméabilité intrinsèque du béton dans le cadre d'un écoulement laminaire

Selon la loi de Darcy, la perméabilité intrinsèque dépend uniquement de la viscosité du fluide, donc elle sera uniquement calculée à partir des écoulements visqueux qui ont lieu dans l'échantillon lors de la percolation du gaz. Afin de bien déterminer cette perméabilité, il faut séparer les écoulements visqueux des écoulements par glissement à travers l'échantillon (voir figure 1-5). Pour un écoulement visqueux, les vitesses sont nulles aux parois du tube capillaire. Ceci est une condition nécessaire pour l'application de la loi de Darcy.

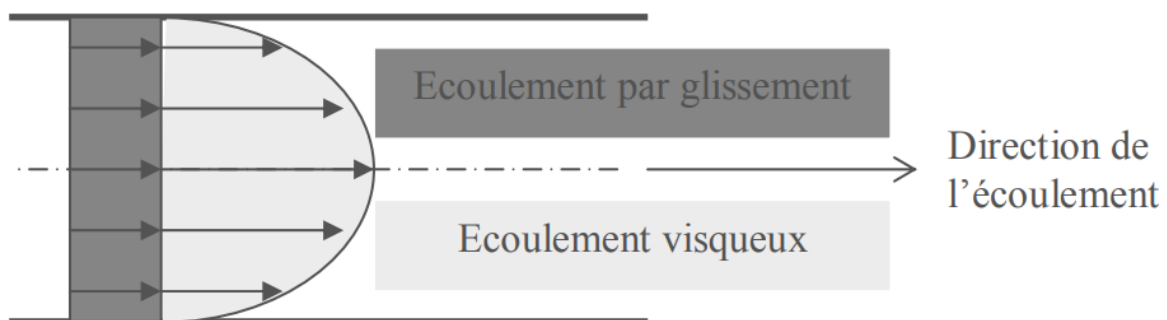


Figure 1-5 : Profil des vitesses d'un gaz dans un tube capillaire [Lion 2004]

Plusieurs méthodes existent pour calculer cet écoulement par glissement telle que la méthode de Klinkenberg [1941], de Carmen [1956], de Forchheimer [1901] etc... L'approche de Klinkenberg est la plus connue et répandue, elle permet de déterminer la perméabilité intrinsèque K , relative uniquement aux écoulements visqueux, en mesurant la perméabilité apparente à différentes pressions.

❖ Approche de Klinkenberg

Klinkenberg [1941] a remarqué que les écarts notables de perméabilité à un liquide et au gaz sont de plus en plus faibles lorsque la perméabilité du milieu augmente. Compte tenu du fait que la perméabilité aux gaz d'un milieu est en relation directe avec le libre parcours moyen des molécules du gaz, Klinkenberg déduit que la valeur du coefficient de perméabilité est indépendante de la nature du fluide (liquide ou gaz) pour des niveaux de pression moyenne très élevés. La relation générale suivante proposée par Klinkenberg décrit l'écoulement des gaz à travers un milieu poreux :

$$k_a = k_v \left(1 + \frac{\beta}{P_m} \right) \quad (1.9)$$

Avec :

P_m (Pa) : la pression moyenne du fluide à l'entrée P_1 et à la sortie P_2 . $P_m = (P_1 + P_2)/2$

β (Pa): coefficient de Klinkenberg. Cette valeur est fonction de la porosité du milieu, elle augmente avec la valeur de la perméabilité et varie aussi d'un gaz à un autre.

Une application de l'approche a été menée par Picandet [2001] sur un béton ordinaire. La détermination de k_v consiste à effectuer une régression linéaire des différentes mesures de perméabilité apparente obtenues pour différentes pressions d'injection en tenant compte de l'inverse de la pression moyenne (voir figure 1-6).

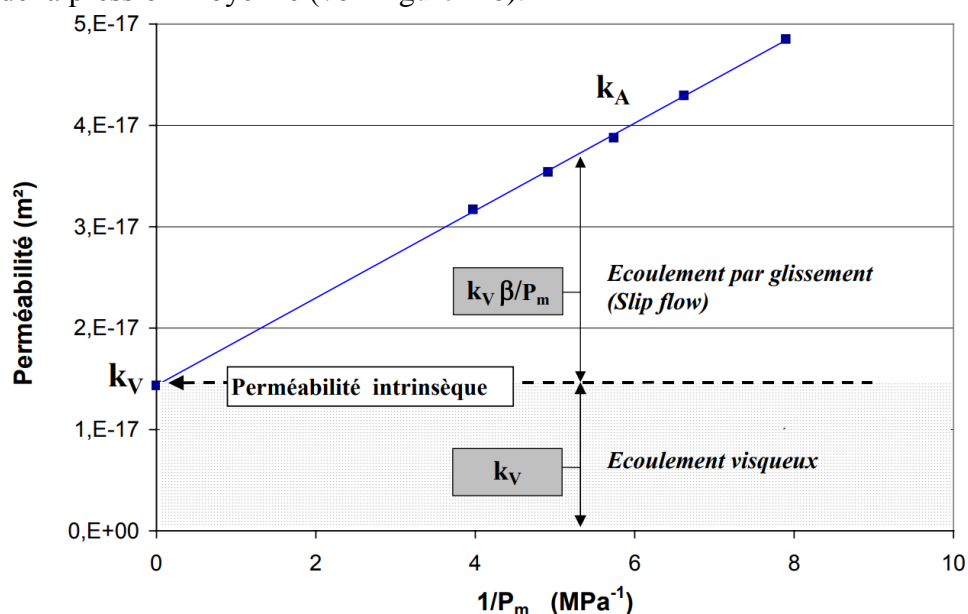


Figure 1-6 : Mesure de perméabilité sur un béton ordinaire [Picandet, 2001]

Lorsque $1/P_m$ tend vers 0 c'est-à-dire la pression moyenne du fluide P_m tend vers l'infini, la perméabilité apparente se confond avec la perméabilité intrinsèque étant donné que le gaz tend vers une phase condensée et se comporte comme un liquide avec une viscosité croissante qui empêche le glissement.

1.2.4 Effet de l'épaisseur de l'échantillon / taille maximale des agrégats

Dans le travail de Wu et al. [2015], l'effet de l'épaisseur de l'échantillon (e) par rapport à la taille maximale des agrégats (maximum size of aggregates – MSA) sur la perméabilité aux gaz du béton est abordé. L'influence du rapport e/MSA sur la perméabilité au gaz du béton est

illustrée dans la figure 1-7. Elle montre que la perméabilité aux gaz diminue d'une manière significative avec l'augmentation du rapport e/MSA et se stabilise presque lorsque e/MSA est égal à 10 et plus. En outre, pour les échantillons de même épaisseur et le même régime de séchage, la perméabilité au gaz augmente avec l'augmentation de la taille des agrégats. Ceci est conforme avec l'analyse de Bisschop et van Mier [2002], qui indique que plus la taille de l'agrégat est grande, plus la microfissuration due au séchage est sévère et par conséquent la perméabilité devrait être plus élevée. Il est également remarquable que la perméabilité aux gaz des échantillons coupés présente une variabilité plus élevée par rapport aux échantillons coulés. En outre, les échantillons coupés du bas du cylindre présentent systématiquement une perméabilité aux gaz inférieure à celle du haut (le bas et le haut se réfèrent au sens du coulage) [Dandachy 2016]. Ceci est dû à la ségrégation, observée aussi dans les travaux de Wong et al. [2009, 2011], qui se produit inévitablement lors du compactage des cylindres de 250 mm de longueur et de 100 mm de diamètre, conduisant à des gradients de porosité et de teneur en agrégats le long de la hauteur du cylindre. Les échantillons coupés sont plus susceptibles d'être affectés par le phénomène de ségrégation car ils sont extraits de cylindres de 250 mm et, par conséquent, ils offrent une plus grande variabilité que les échantillons coulés.

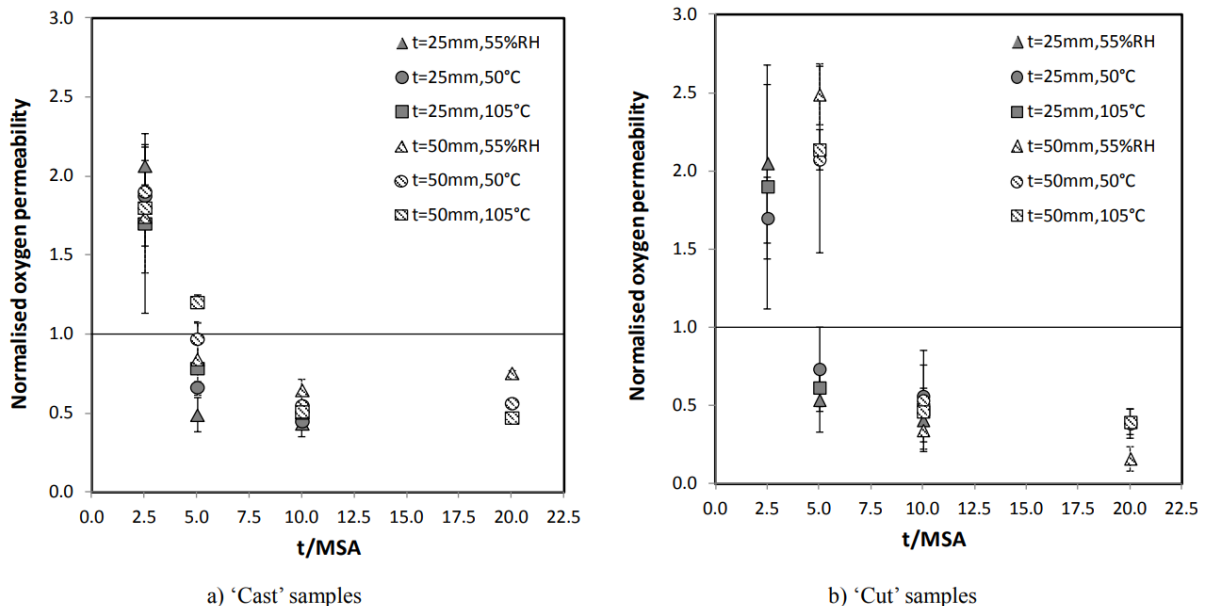


Figure 1-7 : Effet du rapport e/MSA sur la perméabilité au gaz du béton [Wu et al. 2015]

Ces études sont importantes et nous donnent des recommandations sur la taille de nos échantillons (rapport e/MSA) et la manière de les confectionner (échantillons coulés ou coupés, taille des granulats) afin de ne pas affecter leurs perméabilités.

1.2.5 Perméabilité à l'eau vs. Perméabilité au gaz

La perméabilité intrinsèque est une propriété du milieu et donc indépendante du fluide qui le traverse, que ce soit un liquide (eau par exemple) ou un gaz. Dans cette partie, on détaille la différence entre la perméabilité du béton mesurée au gaz et celle mesurée à l'eau afin de comprendre les causes de cette différence. La perméabilité au gaz (oxygène ou azote) des bétons ordinaires sains est de l'ordre de 10^{-17} à 10^{-16} m^2 [Picandet 2001, Loosveldt et al. 2002, Choinska 2006, Dandachy et al. 2016] tandis que la perméabilité à l'eau des mêmes bétons est

de l'ordre de 10^{-19} à 10^{-18} m² [Kermani 1991, Duval et Hornain 1992, Hearn et Lok 1998, Loosveldt et al. 2002, Banthia et al. 2005], soit un centième de la perméabilité mesurée aux gaz, alors que la théorie de Darcy, corrigée par Klinkenberg, fait l'hypothèse que cette perméabilité est intrinsèque au matériau, et ne doit donc pas dépendre du fluide percolant. Cet écart se traduit par une surestimation de la perméabilité mesurée à l'aide de gaz ou par une sous-estimation de la perméabilité mesurée à l'aide d'eau.

La principale explication de cette différence se manifeste par le fait que la loi de Darcy est généralisée aux bétons malgré un ensemble de conditions qui ne correspondent pas strictement aux hypothèses d'application de la loi détaillées dans la section 1.2.2 (fluide inerte vis-à-vis du béton, écoulement purement visqueux etc.), ce qui conduit à une mauvaise estimation dans la mesure de la perméabilité que ce soit à l'eau ou au gaz.

❖ Raisons possibles pour une surestimation de la perméabilité au gaz

La perméabilité au gaz ne peut pas être directement considérée comme intrinsèque du matériau. En effet, contrairement au flux d'eau qui est purement visqueux permettant de supposer que la perméabilité est intrinsèque, un flux de glissement supplémentaire se produit avec les gaz (figure 1-5) et, par conséquent, la perméabilité est plus élevée. Par conséquent, la perméabilité intrinsèque avec les gaz peut être surestimée par rapport à la perméabilité à l'eau si une approche supplémentaire, par exemple Klinkenberg, n'est pas considérée. Cette explication n'est pas la seule qui conduit à une surévaluation de la perméabilité, le mode de préconditionnement de l'échantillon joue un rôle très important. Afin de mesurer la perméabilité, intrinsèque et non relative, au gaz, il est nécessaire de sécher entièrement l'éprouvette en température afin d'évacuer toute l'eau libre/capillaire. Toutefois, durant la phase de séchage, une microfissuration peut être générée amenant à une perméabilité plus élevée. Les expériences montrent que le séchage affecte les propriétés mécaniques [Benboudjema 2002, Burlion et al. 2005], provoque des déformations importantes (rétrécissement de quelques millimètres et une dilatation thermique différentielle pâte - granulats par exemple) et peut conduire à une microfissuration par gradient hydrique car des contraintes de traction se développent en raison d'un rétrécissement interne restreint [Pons et Torrenti 2008, Wu et al. 2015]. Cette microfissuration affecte directement la perméabilité du béton et pourrait induire une anisotropie de perméabilité dans certains cas [Burlion et al. 2003, Wu et al. 2015]

❖ Raisons possibles pour une sous-estimation de la perméabilité à l'eau

La perméabilité à l'eau du béton est considérée comme la propriété clé liée à l'utilité et à la durabilité des structures en béton (ponts, structures hydrauliques, structures marines etc.) soumises à des environnements agressifs, étant donné que l'eau surtout chargée par des espèces agressives comme les ions de chlorure ou de sulfate est le principal responsable de la détérioration du béton ou le milieu de transport. Les difficultés de mesure de débits très faibles et l'application de gradients de pression importants, ainsi que la réactivité du fluide de percolation vis-à-vis du milieu poreux conduisent à une sous-estimation dans la mesure de la perméabilité du béton.

Le fait que l'eau n'est pas inerte vis-à-vis du milieu poreux présente un inconvénient majeur. La réactivité de l'eau conduit, dans certains cas, à la cicatrisation endogène des fissures dans le béton et diminue par conséquent la perméabilité à l'eau. Au cours de la percolation de l'eau à travers la matrice cimentaire, l'eau amenée à percoler à travers le béton se sature progressivement en bicarbonate, par suite la dissolution de la portlandite et, lorsque cette solution de bicarbonate vient en contact avec d'autres cristaux de portlandite, il y a précipitation de carbonate de calcium, très peu soluble, qui accroît momentanément la compacité du béton en diminuant ainsi la section de percolation [Duval et Hornain 1992, Edvardsen 1999]. Ces réactions aboutissent à une diminution rapide et importante du débit d'eau traversant l'échantillon. Dhir et al. [1998] proposent de considérer la perméabilité au tout début de l'essai afin d'éviter cette influence. Cette réduction de flux lors de la percolation de l'eau peut aussi être due à la complétude de l'hydratation de certains éléments anhydres durant l'essai, à un gonflement des hydrates (C-S-H) [Hall et al. 1995, Fischer et al. 2015] ou parfois à l'obturation des pores par des particules en colmatage...

Mesurer les débits d'eau très faibles traversant les échantillons pour un béton sain (surtout pour les bétons de hautes performances) nécessite des débitmètres de grande précision à faible débit, ce qui rend la mesure de la perméabilité très délicate.

Concernant les fissures, de nombreux auteurs [Banthia et al. 2005, Desmettre 2011, Loosveldt et al. 2002, ...] ont étudié le processus de cicatrisation et confirmé son existence (mortier, pâte de ciment, béton, argile ...). Ce phénomène caractérise les propriétés des fissures autocicatrisantes. En effet, en présence d'eau, il est possible de fermer partiellement ou complètement les fissures. Dans les essais de perméabilité à l'eau sur des échantillons de béton creux de 200 mm de hauteur [Banthia et al. 2005], le débit diminue en fonction du temps en raison du phénomène de cicatrisation.

Comme indiqué dans [Hearn et Lok 1998] et [Desmettre 2011], les phénomènes impliqués dans le processus de cicatrisation des fissures sont controversés. En fait, dans certains cas, il est admis qu'un seul phénomène est à l'origine de la cicatrisation, tandis que d'autres auteurs pensent qu'il existe des effets concomitants de différents phénomènes physico-chimiques.

Les principaux phénomènes susceptibles de provoquer une cicatrisation des fissures sont énumérés ci-dessous (voir figure 1-8) :

- La formation de carbonate de calcium (CaCO_3), plus précisément de calcite dans la fissure. Ce phénomène se caractérise par la présence de marques blanches sur les lèvres de fissures [Homma et al. 2009, Ranaivomanana et al. 2013].
- La présence de grains anhydres entraînant une hydratation continue dans le trajet d'écoulement [Banthia et al. 2005, Zhong et Yao 2008, Li et Li 2011].
- Le verrouillage du débit d'eau par la présence d'impuretés, notamment par microparticules [Loosveldt et al. 2002] qui sont détachées des lèvres des fissures et bloquent l'écoulement de l'eau ou par des produits d'origine corrosive dans le cas du béton armé.

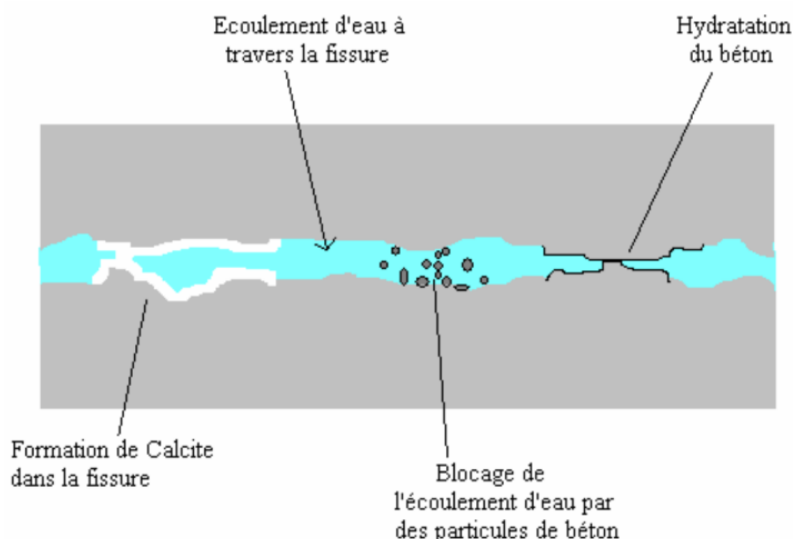


Figure 1-8 : Diagramme montrant les phénomènes qui provoquent la diminution du débit dans la fissure [Desmettre 2011]

[Hearn et Lok 1998] soulignent certains phénomènes réversibles qui peuvent être liés au phénomène de cicatrisation. La mauvaise saturation des échantillons (la présence d'air dans la matrice), par exemple, ou l'expansion de C-S-H lorsque l'eau pénètre dans le béton peut entraîner une diminution de l'écoulement par rapport au temps. Dans le modèle de Munich [1976], le mécanisme de gonflement est attribué au mouvement de l'eau dans la structure du gel C-S-H. Dans le gel C-S-H sec, les particules subissent des contraintes de compression, du fait des forces de tension superficielle. L'eau absorbée réduit les forces de tension sur les particules. L'augmentation du volume est donc évidente. Le gonflement complémentaire est provoqué par la pression de disjonction. Une mesure du flux en amont et en aval ou une surveillance continue de la variation de masse peut être utilisée par exemple pour vérifier la saturation adéquate des échantillons et permettre ainsi de surmonter ces phénomènes.

D'après ce que l'on a vu précédemment concernant la grande différence entre la perméabilité mesurée au gaz et celle mesurée à l'eau, on peut déduire que la perméabilité intrinsèque "réelle" est difficile à définir. Elle est comprise entre les deux pour les applications nucléaires en situation d'accident dont le mélange est de l'air-vapeur. Il faut noter que lorsque l'on fait des essais de perméabilité [Picandet 2001, Choinska 2006, Loosveldt et al. 2002, Banthia et al. 2005 ...], on effectue des mesures globales. Toutefois, il faut s'intéresser à la zone concernée par la fuite et qui contrôle l'écoulement. Les modèles numériques de perméabilité [Bourdarot 1991, Bary, 1996, Picandet et al. 2001, Gawin et al. 2002, Gawin et al. 2005, Pijaudier-Cabot et al. 2009 ...] sont alimentés par des valeurs de perméabilité globales et contiennent toutes sans exception à minima la perméabilité intrinsèque initiale qu'il faut donc caractériser proprement. Ensuite, les coefficients sont calés sur des essais où l'état de l'éprouvette évolue. Or, la déduction des perméabilités apparentes se basent sur des mesures de flux globales à l'éprouvette, ne tenant ainsi pas compte de l'hétérogénéité créée par la fissuration. En l'absence de la caractérisation de champ de flux/perméabilité, cela induit un effet d'échelle conséquent. Il faut donc développer des méthodes d'imagerie 2D, voire 3D pour acquérir plus d'informations sur les écoulements dans l'éprouvette. L'imagerie

neutronique est avérée être la méthode expérimentale la plus adaptée à la caractérisation de l'eau dans les échantillons de béton fissuré/non fissuré et avec ou sans armature. Dans cette thèse, on se concentre à étudier la perméabilité à l'eau pour la raison qu'on n'est pas capable d'imager un gaz dans le béton.

1.3 Généralités sur les neutrons

1.3.1 Propriétés fondamentales des neutrons

Le neutron est une particule de la famille des fermions électriquement neutre, de spin $\frac{1}{2}$ et ayant une masse de 10^{-27} kg. Contrairement aux rayons X, il peut pénétrer dans la matière sans se faire arrêter par une barrière coulombienne. Les neutrons sont liés aux protons par une interaction forte pour former le noyau atomique. Une fois libéré, le neutron a une durée de vie qui est en moyenne de 886.8 s, soit environ 15 min. On peut aussi considérer le neutron comme une onde caractérisée par son énergie E , sa longueur d'onde λ ou encore son vecteur d'onde k .

1.3.2 Classification énergétique des neutrons

Les neutrons peuvent être classés en catégories selon leur énergie comme le montre le tableau ci-dessous :

Tableau 1-1 : Classification énergétique des neutrons

Classe	Classification	Energie
Lents	Froids	< 0.01 eV
	Thermiques	de 0.01 eV et 0.1 eV
	Épithermiques	de 0.1 eV et 1 eV
	De résonance	de 1 eV à 1 keV
Intermédiaires	Intermédiaires	de 1 keV à 100 keV
Rapides	Rapides	de 100 keV à 100 MeV
	Très rapides	de 100 MeV à 1 GeV
	Ultra Rapides	> 1 GeV

L'analyse des sections efficaces des éléments (une grandeur physique reliée à la probabilité d'interaction d'une particule pour une réaction donnée) pour les neutrons, en fonction de leur énergie, nous permet d'établir une courbe standard qui facilitera l'analyse des propriétés des différentes bandes d'énergies.

Les différents types de neutron présentent des comportements différents lorsqu'ils rencontrent un milieu. En effet chaque élément, chaque isotope constituant un milieu est caractérisé par une section efficace σ exprimée en barns (1 barn = cm^2) qui rend compte de la probabilité d'interaction de cet élément avec les neutrons en fonction de leur énergie E .

La gamme d'énergie correspondante aux neutrons thermiques est de loin la plus utilisée car la plage des capacités d'absorption est très étendue et c'est dans cette gamme d'énergie que l'on possède les meilleurs moyens de détections [Anderson et al. 2009]. Dans l'instrument D50 de l'ILL, on travaille avec des neutrons froids.

A noter que qualifier ces neutrons de "lents" est trompeur (ces particules vont très vite à l'échelle humaine). La vitesse d'un neutron thermique de 0.025 eV par exemple est de 2.2 km/sec. En fait, c'est l'énergie qui est significative plus que la vitesse.

1.3.3 Interaction des neutrons avec la matière

Les neutrons, en l'absence de charge électrique, n'ont qu'une interaction négligeable avec les électrons de la matière qu'ils traversent. C'est par leur interaction avec les noyaux que leur énergie cinétique est absorbée. La figure 1-9 résume les interactions neutron-matière selon différents phénomènes.

- Diffusion élastique :

Ce processus représente l'interaction d'un neutron avec un noyau : il rebondit sur le noyau en lui transférant une partie de son énergie. Les deux corps sont conservés et déviés. Cette première interaction neutron-matière a lieu quel que soit l'énergie du neutron. Un processus de diffusion élastique peut être décrit comme un choc élastique entre un neutron et un noyau dont la direction de propagation du neutron ainsi que sa vitesse changent.

- Diffusion inélastique :

Le neutron incident est capturé par un noyau : il y a alors formation d'un noyau composé, qui émet un neutron, mais avec une énergie cinétique inférieure à celle qui correspondrait à une diffusion élastique. Le noyau résiduel se trouve alors dans un état excité : il revient à son état fondamental en émettant un ou plusieurs photons.

- Capture radioactive :

Le neutron incident est capturé par un noyau. Si le noyau initial est proche de la limite de stabilité, le noyau produit peut être radioactif β^- . Cette interaction peut avoir lieu quel que soit la valeur de l'énergie du neutron incident.

- Transmutation :

La transmutation est la transformation d'un élément chimique en un autre par une modification du noyau atomique de l'élément.

- Fission :

La fission est la coupure d'un noyau lourd en deux fragments (en général) après interaction avec un neutron incident, avec la production simultanée de neutrons rapides (entre 2 à 3, selon les noyaux).

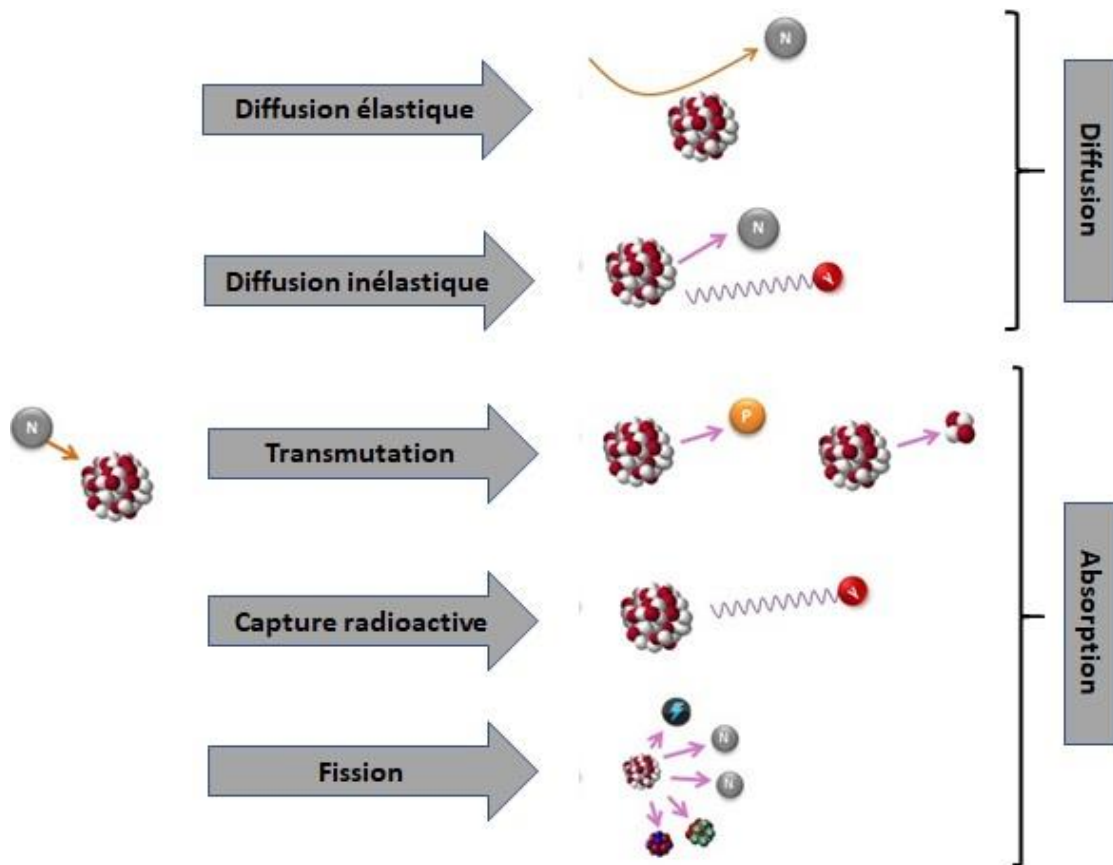


Figure 1-9 : Types d'interaction neutron-matière

L'imagerie neutronique est basée sur les phénomènes de diffusion que ce soit élastique ou inélastique, ainsi que sur la capture radioactive. Le contrôle des matériaux à imager est très important pour éviter des réactions nucléaires dangereuses (comme la fission et la transmutation). Dans la partie suivante, on rappelle quelques notions relatives à la radioactivité et la radioprotection. Il est nécessaire de connaître ces informations avant la réalisation des tests d'imagerie aux neutrons surtout que les échantillons deviennent radioactifs après leur exposition aux neutrons.

1.3.4 Notions relatives à la radioactivité et la radioprotection

La radioactivité d'un élément est un phénomène de retour à l'équilibre. Elle se traduit par le passage d'un noyau de l'état instable à un état plus stable par désintégration spontanée en libérant une quantité d'énergie sous forme de particules ou de rayonnements électromagnétiques (α , β , γ ...). La radioactivité est invisible et ne fait pas de bruit ; elle passe inaperçue. Pour mieux se protéger, il faut la détecter, estimer les doses auxquelles les personnes ont été exposées et évaluer le risque généré.

Trois types de dose de radioactivité sont considérés :

- L'activité caractérise l'intensité de la source. Elle mesure le taux de désintégrations d'une source radioactive, c'est-à-dire le nombre de rayons émis par seconde. Elle s'exprime en becquerels (Bq).
- La quantité d'énergie déposée dans un milieu par un élément radioactif. L'unité est le gray (Gy) ou le milligray (mGy).

- Les doses biologiques. Elles s'expriment en sieverts (Sv) ou millisieverts (mSv). Il convient de distinguer l'objet de l'exposition, le corps dans son ensemble ou un organe sensible. Cette unité est utilisée pour donner une évaluation de l'impact des rayonnements sur l'homme.

L'objet de la radioprotection est de protéger les personnes de la radioactivité. Il s'agit de diminuer l'exposition aux rayonnements chaque fois qu'on le peut en dehors de l'exposition incontournable à la radioactivité naturelle et de celle, parfois nécessaire, due aux utilisations médicales et industrielles de la radioactivité.

Le rayonnement neutronique est le plus dangereux. Il est heureusement de courte durée et rarement rencontré. Dans la pratique, c'est à proximité des réacteurs et de certains laboratoires de recherches que la protection contre les neutrons demande d'être mise en œuvre en raison de l'importance des flux. Les neutrons, ralentis lors de collisions multiples avec les noyaux de la matière rencontrée, sont rapidement captés. Généralement, la capture est suivie d'un rayonnement gamma de désexcitation dont il faut se protéger. Il faut se souvenir aussi qu'une partie des captures produit des noyaux radioactifs. Les effets de cette radioactivité diluée dans le temps se font sentir à retardement. Le cadmium et le bore sont normalement utilisés pour se protéger des neutrons vu qu'ils sont deux absorbeurs de neutrons efficaces.

Deux types d'exposition aux rayonnements ionisants existent :

- On parle d'irradiation pour une *exposition externe* aux rayonnements ionisants, lorsqu'une personne se trouve exposée de l'extérieur par les rayonnements ionisants émis par une source radioactive située dans son voisinage. Dans ce cas, l'exposition cesse dès lors que la source de radioactivité est éloignée de la personne ou si un écran (blindage) est interposé entre la personne et la source. Afin de limiter l'exposition externe, il faut attendre quelques minutes avant d'intervenir sur l'échantillon irradié. L'utilisation du radiamètre est impérative avant d'accéder en zone expérimentale après coupure du faisceau. Le transport ou la manipulation à la main des échantillons radioactifs est interdit si la mesure de débit d'équivalent de dose à leur contact est supérieure à 100 $\mu\text{Sv/h}$. Dans tous les cas, la durée de contact avec un échantillon actif doit être réduite au strict minimum.
- On parle de contamination pour une *exposition interne* aux particules radioactives, lorsque les éléments radioactifs ont pénétré à l'intérieur de l'organisme. Ceci peut se produire par inhalation des particules radioactives présentes dans l'air, par ingestion d'aliments contaminés par des particules radioactives, ou via contact direct avec la peau ou une plaie (on parle dans ce cas de « contamination externe »). Lors d'une contamination, l'exposition aux particules radioactives se poursuit tant que la source est à l'intérieur ou au contact du corps.

En France, l'exposition moyenne à l'ensemble des sources de rayonnements ionisants est de 4,5 mSv/an, dont 2,9 mSv/an pour celles d'origine naturelle et 1,6 mSv/an pour celles d'origine artificielle. [<http://www.laradioactivite.com/>]

1.4 Imagerie neutronique

L'imagerie neutronique est une technique non destructive de mesure qui permet de caractériser l'état d'un matériau de structure sans le dégrader et qui emploie des neutrons comme source de rayonnement.

1.4.1 Principe de la radiographie/tomographie neutronique

Le schéma expérimental de base de la radiographie neutronique est illustré dans la figure 1-10. Le faisceau de neutrons issu d'une source de neutrons est orienté par un collimateur (1.4.1.2) avant de traverser l'objet. Les neutrons passants par cet objet seront ensuite enregistrés par l'écran sensible du scintillateur qui, à son tour, transforme les neutrons en photons. Ensuite, la lumière émise par cet écran sera déviée par un miroir et enregistrée par une caméra. Les principales composantes dans une installation d'imagerie neutronique seront détaillées dans les sections 1.4.1.1, 1.4.1.2, 1.4.1.3.

Comme l'atténuation du rayonnement dans l'objet dépend de l'épaisseur et de la densité du matériau, les images neutroniques contiennent des informations qualitatives et quantitatives de la composition et de la structure de l'objet. De plus, comme l'image est la projection du champ d'atténuation dans la direction du faisceau pour une radiographie, l'atténuation est intégrée sur l'épaisseur de l'objet le long du trajet du faisceau.

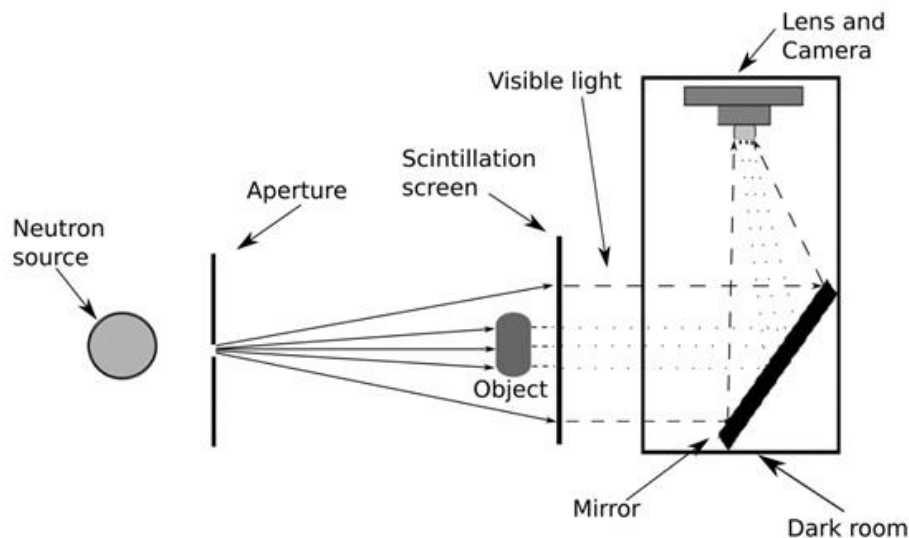


Figure 1-10 : Représentation schématique de l'installation expérimentale pour la radiographie neutronique

L'atténuation de neutrons est une propriété physique de la matière, donnant alors des différences de contrastes permettant une analyse du contenu de l'objet. Pour un faisceau monochromatique traversant un échantillon homogène, l'intensité du flux mesuré est déterminée par la loi de Beer-Lambert :

$$I = I_0 e^{-\Sigma d} \quad (1.10)$$

Où d , I , I_0 et Σ représentent respectivement l'épaisseur de l'échantillon (cm), le flux transmis à travers l'échantillon et qui traverse le détecteur ($\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}\text{mA}^{-1}$), le flux traversant le collimateur ($\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}\text{mA}^{-1}$) et le coefficient d'atténuation (cm^{-1}).

A noter que la loi d'atténuation exponentielle simple de Beer-Lambert (1.24) n'est pas valable dans toutes les situations. Des échantillons épais ou fortement diffusants (l'hydrogène par exemple) ou absorbants (par exemple contenant des absorbants forts tels que le bore, le gadolinium ...) montrent une déviation, due aux multiples effets de diffusion ou au besoin de tenir en compte du spectre d'énergie neutronique changeant.

Supposons maintenant un échantillon à un instant t (s) pendant l'absorption ou la perte d'eau. L'effet de l'eau absorbée ou perdue dans l'échantillon sur l'atténuation neutronique est considéré comme équivalent à l'effet d'une couche d'eau d'épaisseur τ_w (cm) ajoutée ou prélevée. En implémentant cette description, l'équation 1.24 devient :

$$I(t) = I_0 e^{-(\Sigma_s \tau_s + \Sigma_w \tau_w)} \quad (1.11)$$

Où l'indice s fait référence à l'échantillon au stade initial et w à l'eau à l'intérieur de l'échantillon. Si l'échantillon est initialement sec, alors $\tau_w = 0$ à t_0 . Si l'échantillon est initialement humide, alors $\tau_w > 0$ à t_0 et τ_w est obtenu à partir de l'atténuation du faisceau de neutrons. A un instant t pendant le mouvement de l'eau et par rapport à l'étape initiale, le changement de l'intensité du faisceau provient du changement de la teneur en eau, c'est-à-dire de l'augmentation ou de la diminution de la couche d'eau "efficace". Par conséquent, l'équation 1.25 peut être écrite comme suit :

$$I(t) = I(t_{\text{initial}}) e^{-\Sigma_w \tau_w(t)} \quad (1.12)$$

Ensuite, la variation de l'épaisseur massique de l'eau, $\tau_w(t)$, peut être calculée comme suit :

$$\tau_w(t) = \frac{-1}{\Sigma_w} \ln \left(\frac{I(t)}{I(t_{\text{initial}})} \right) \quad (1.13)$$

En multipliant l'épaisseur effective de la couche d'eau par la densité de l'eau ρ_w (kg/cm^3) et en divisant par l'épaisseur de l'échantillon τ_s (cm), la différence en teneur en eau $W(t)$ (kg/cm^3) peut être obtenue :

$$W(t) = \frac{-\rho_w}{\Sigma_w \tau_s} \ln \left(\frac{I(t)}{I(t_{\text{initial}})} \right) \quad (1.14)$$

Pour corriger l'inhomogénéité du faisceau et le 0-offset de la caméra, les images de neutrons brutes doivent être prétraitées avant d'être utilisées pour l'analyse quantitative. Une pratique standard consiste à acquérir des images de projection sans échantillon avec et sans le faisceau de neutrons activé, appelées champs plats (I_{flat}) et champs sombres (I_{dark}). Sur la base de ces champs acquis, les images de projection mesurées (I) avec l'échantillon sont ensuite normalisées à de nouvelles images (I_n) équivalentes à $e^{-\Sigma d}$ [Zhang et al. 2018] selon l'équation 1.15:

$$I_n = \frac{I - I_{\text{dark}}}{I_{\text{flat}} - I_{\text{dark}}} \quad (1.15)$$

❖ Tomographie neutronique

Une seule image de neutrons est une image d'ombre 2D de l'objet à l'étude. Toutes les couches d'objet dans la direction du faisceau sont superposées et ne peuvent pas être facilement distinguées. La tomographie neutronique surmonte cette limitation et fournit une structure d'échantillon 3D complète. C'est une technique pour mesurer le champ 3D du coefficient d'atténuation. Une tomographie peut être obtenue en tournant l'échantillon sur une table tournante et en prenant des radiographies sur plusieurs équiangles de rotation de 0 à 180° voire 360°. C'est une technique qui permet d'obtenir le champ d'atténuation des tranches successives d'un objet c'est-à-dire la représentation en coupe de celui-ci à différents niveaux ou à un niveau bien déterminé. La transformation des données de projection en une image tridimensionnelle est une tâche de calcul gérée par un logiciel de reconstruction. La reconstruction des champs 3D peut se faire soit avec des algorithmes de rétroprojection, soit avec des techniques itératives plus avancées. Dans cette thèse, nous utilisons un algorithme de projection filtrée, implémenté dans X-Act2 (UniCT) développé par RX solutions. Les tranches horizontales qui en résultent peuvent ensuite être utilisées comme données d'entrée pour une visualisation de volume 3D, qui fournit des informations complémentaires sur le matériau en trois dimensions [Trtik et al. 2011, Stamati et al. 2018 ...].

L'imagerie neutronique (radiographie/tomographie) est un outil très important dans cette thèse qui va nous permettre d'identifier quantitativement et qualitativement les propriétés de transfert dans le béton. (Voir section 1.4.3 pour l'application de cette technique sur le béton)

1.4.1.1 Source de neutrons

Les sources de neutrons pour la radiographie neutronique peuvent être divisées en 4 groupes. Ce sont des sources radio, des sources électroniques, des réacteurs nucléaires et des sources de spallation. Le tableau 1-2 montre ces sources et leurs caractéristiques.

Dans le cadre de cette thèse, les neutrons sont produits grâce à un réacteur nucléaire de recherche modéré à l'eau lourde et disposé à l'ILL. Il s'agit du réacteur de neutrons de recherche le plus puissant au monde, avec 58 MW de puissance, soit 1.5×10^{15} neutrons thermiques / seconde / cm^2 (y compris ceux en cours de développement) [Zhang et al. 2018]. Cela signifie des images avec moins de bruit et/ou plus rapides. Vu qu'un faisceau de neutrons plus intense se traduit par plus de neutrons qui vont traverser l'échantillon imagé, ainsi le temps d'exposition pour les radiographies diminue et/ou l'image sera de meilleure qualité.

Tableau 1-2 : Différentes sources de neutrons et leurs caractéristiques [Hawkesworth 1977, Von der Hardt et al. 1981, Comsan 2011]

Source	Moyenne de l'énergie émise des neutrons (MeV)	Flux de neutrons thermiques normaux (cm ⁻² s)	Commentaires
Radioisotope - ²⁴¹ Am/Be (50 Ci) - ²⁵² Cf (1mg)	4.5 2.0	10 ⁸ 10 ⁹	Production constante de neutrons, faible coût, sans entretien, sans coût d'exploitation, faible flux de neutrons / temps d'exposition prolongé, qualité d'image acceptable, unité mobile possible
Accélérateur - ² D(d,n) ³ He - ³ T(d,n) ⁴ He - ⁹ Be(p,n) ⁹ B - ⁹ Be(d,n) ¹⁰ B	2.7 14.1 1.15 3.96	10 ⁸ - 10 ⁹ 10 ⁸ - 10 ⁹ 10 ⁸ - 10 ⁹ 10 ⁸ - 10 ⁹	Coût modéré, coût d'exploitation et de maintenance modéré, flux moyen de neutrons / temps d'exposition moyen, bonne qualité d'image, unité mobile possible pour petit générateur de neutrons
Réacteur nucléaire	2.0	10 ¹¹ - 10 ¹⁴	Production de neutrons constante, coût élevé, coût de maintenance élevé, flux de neutrons élevé / temps d'exposition court, excellente qualité d'image, unité mobile impossible
Sources de spallation	1000	10 ¹⁴	Aide à la compréhension de l'abondance des rayons cosmiques ou pour l'étude de la dynamique de la matière nucléaire. Très bonne qualité d'image et flux de neutrons élevé.

1.4.1.2 Collimateur

Une fois les neutrons de faible énergie produits, ils doivent être transformés en un faisceau utilisable. Les neutrons sont émis, puis dispersés d'une manière aléatoire au modérateur, cependant, ils doivent être sélectionnés pour pouvoir obtenir une image neutronique de bonne qualité. Un tube de collimation sera introduit, dont les parois sont revêtues d'un matériau opaque aux neutrons ayant une section efficace d'absorption élevée, (comme le bore, le gadolinium et le cadmium), qui empêche les neutrons parasites d'entrer et réduit également la diffusion à angle faible dans le collimateur.

La conception du collimateur la plus courante est celle du collimateur divergent, avec une petite ouverture d'entrée et une grande fente de sortie. A l'instrument D50 à l'ILL, nous avons les neutrons délivrés par un guide de faisceaux incurvé avec des miroirs. A noter que, la propagation angulaire du faisceau émergent dépend du rapport entre la longueur du tube collimateur (L) et son diamètre d'ouverture (D), appelé rapport de collimation (L/D).

1.4.1.3 Scintillateur

Les neutrons n'étant pas des particules directement ionisantes, la visualisation du faisceau après interaction avec l'échantillon nécessite un intermédiaire que l'on appelle scintillateur. Les neutrons provoquent, sur ce convertisseur, une réaction nucléaire non visible et facilement détectable. Les convertisseurs utilisent les réactions nucléaires suivantes : (n,γ) et (n,α) . L'émission du convertisseur, qu'elle soit instantanée ou retardée, agit ensuite sur des détecteurs d'images constitués de films radiographiques (β et γ). D'une manière générale, on distingue deux méthodes de détection de l'image :

- la méthode directe, dans laquelle le détecteur d'image est placé directement dans le faisceau avec le convertisseur.

- la méthode indirecte au cours de laquelle on introduit dans le faisceau un convertisseur, qui enregistre l'image neutronique, celle-ci étant ensuite rendue visible par un transfert sur un détecteur approprié hors de toute radiation neutrons ou γ (film radiographique généralement) lui-même sensible aux γ . Dans cette méthode, on utilise un récepteur constitué d'un film et d'une feuille de gadolinium (Gd) absorbant de neutrons, qui constitue le convertisseur. Soumis au flux de neutrons émergents de la pièce, le convertisseur émet des particules β (électrons) ionisantes qui impressionnent la ou les couches d'émulsion que comporte le film.

1.4.2 Neutrons vs. Rayons X

La différence essentielle entre l'imagerie aux rayons X et la neutronographie résulte du fait que les rayons X interagissent avec les nuages électroniques de l'atome ainsi l'atténuation est plus importante pour les atomes ayant un nombre atomique Z plus grand (atomes plus lourds). Alors que l'atténuation des neutrons ne croît pas avec la densité du matériau, elle est un peu aléatoire, puisque l'interaction se situe au niveau des noyaux. Ainsi les isotopes d'un même élément (hydrogène et deutérium par exemple) ont des coefficients d'atténuation différents ce qui permet de les distinguer facilement. La différence dans le mécanisme d'interaction avec les neutrons fournit une différence de contraste dans les images obtenues.

L'hydrogène de l'eau par exemple est très atténuant vis-à-vis des neutrons. Ainsi la présence d'eau sur leurs parcours atténue fortement l'intensité du faisceau des neutrons et permet de détecter sa présence. Par ailleurs, l'air, l'acier et la silice fortement présents dans le béton atténuent peu les neutrons. La tomographie aux rayons X, bien qu'elle soit d'une résolution normalement meilleure que celle de la tomographie aux neutrons, ne permet pas de distinguer avec précision la présence de l'eau dans un milieu poreux.

Le tableau 1-3 montre les différences principales entre les neutrons et les rayons X.

Tableau 1-3 : Différences entre les neutrons et les rayons X

Critère comparé	Neutron	Rayon X
Propriétés physiques	<ul style="list-style-type: none"> - Onde de particule - Avec masse (1.67×10^{-27} kg) - Spin $\frac{1}{2}$ - Moment dipolaire magnétique 	<ul style="list-style-type: none"> - Onde électromagnétique - Sans masse - Spin 1 - Pas de moment dipolaire magnétique
Processus physiques	Interagit avec les noyaux, et donc se disperse fortement des atomes légers, ainsi que des atomes lourds, et peut faire la différence facilement entre les isotopes	Interagit avec les nuages électroniques, et donc se disperse fortement des éléments les plus lourds avec de plus grands nuages électroniques
Coûts	Très cher et accès difficile	Moins cher et accès plus facile
Disponibilité	Un réacteur nucléaire ou une source de spallation	Tomographe d'un laboratoire ou un synchrotron

A noter que la combinaison de données de la tomographie par neutrons et par rayons X contribue à accroître la quantité d'informations relatives à la structure interne de l'échantillon. L'imagerie par neutrons fournit des informations détaillées sur la distribution de l'eau dans un milieu poreux, mais ne peut pas voir l'air ou les phases solides. En revanche, l'imagerie par rayons X fournit des informations détaillées sur la géométrie des interfaces de pores dans la matrice solide [Tudisco et al. 2017]. Trtik et al. [2011] ont étudié la libération de l'eau de durcissement interne à partir d'agrégats légers pré-mouillés dans la pâte de ciment en combinant les 2 techniques.

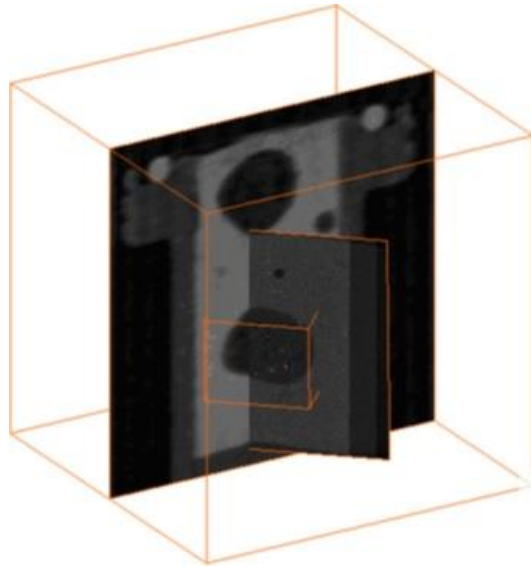


Figure 1-11 : Image combinée par tomographie aux neutrons et par rayonnements X des agrégats légers dans une pâte de ciment [Trtik et al. 2011]

La figure 1-11 montre 2 tranches verticales de l'échantillon testé basées sur les données de la tomographie neutronique qui évaluent la répartition de l'eau dans le spécimen, et celles des rayons X qui montrent les informations microstructurales complémentaires sur la porosité et les frontières entre les agrégats et la pâte de ciment.

1.4.3 Imagerie des bétons aux neutrons

Une littérature naissante existe déjà sur l'imagerie des bétons aux neutrons dans laquelle nous pouvons trouver :

- Une étude des propriétés de transferts (propriétés de sorption) dans le volume par capillarité (adsorption d'un liquide par un spécimen sec) avec l'idée de corrélérer la porosité aux forces capillaires dans le volume [Brew et al. 2009, De Beer et al. 2005, Hanžič et Ilić 2003, Perfect et al. 2014].

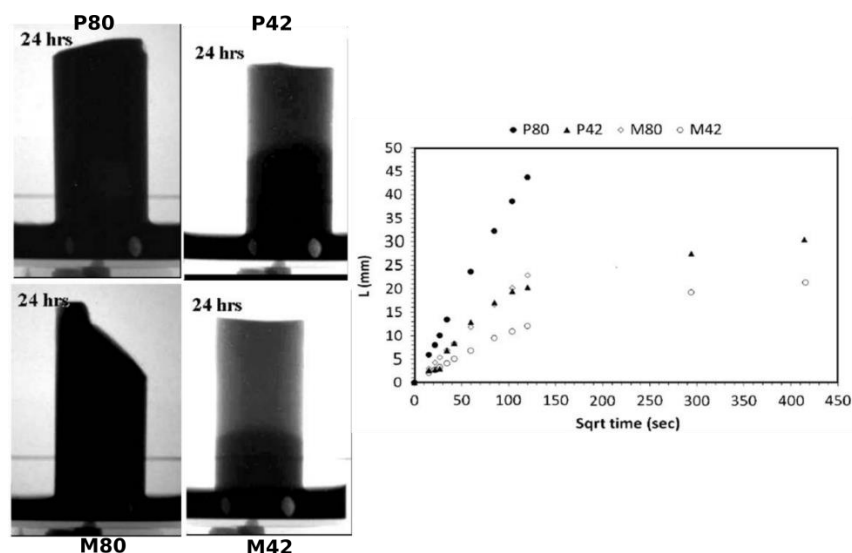


Figure 1-12 : Radiographie neutronique représentant le front de l'eau dans les différentes pates de ciment et mortiers après 24h (gauche), et étude de leur sorption (droite) [d'après Brew et al. 2009]

- Une étude des propriétés de transferts par capillarité le long d'une fissure [Guo et al. 2012; Kanematsu et al. 2009; Tittelboom et al. 2012; Zhang et al. 2010; Zhang et al. 2011] éventuellement en présence d'armature où on peut remarquer l'effet de l'interface acier-béton (plus poreuse) sur la distribution spatiale de l'eau.

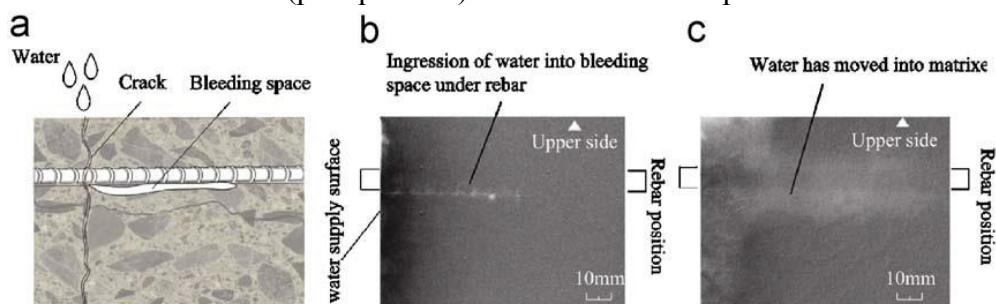


Figure 1-13 : Comportement de l'eau autour d'une armature [d'après Kanematsu et al. 2009]

La figure 1-13 montre la migration de l'eau le long d'une fissure vers l'armature et le comportement de cette eau aux alentours de l'armature par radiographie neutronique. Tandis que la figure 1-14 montre la position de 2 barres d'acier et d'une fissure. Il a été remarqué qu'une fois la surface du béton mouillée par l'eau, la fissure a été remplie par l'eau au bout de quelques secondes par absorption capillaire. Identiquement, les interfaces acier-béton ont été remplies rapidement mais en quantité plus faible. Par ailleurs, une fois la fissure remplie, l'eau commence à pénétrer horizontalement dans la matrice de béton. Les positions des barres d'acier sont caractérisées par un minimum de teneur en eau.

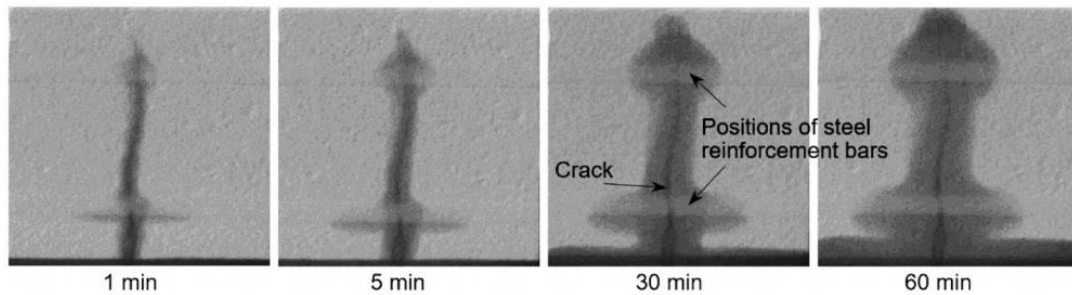


Figure 1-14 : Radiographies neutroniques d'un spécimen de béton armé fissuré (fissure 0.35 mm) durant son contact avec de l'eau pendant 60 min [d'après Zhang et al. 2010]

- Une étude des propriétés de transferts de la vapeur dans un spécimen chauffé ou avec un écaillage en température [Toropovs et al. 2015, Dauti et al. 2018].

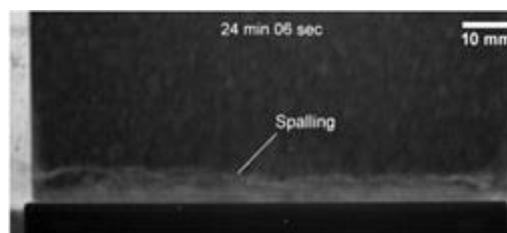


Figure 1-15 : L'écaillage dans du béton haute performance avec un polymère super absorbant après 24 min d'échauffement à une température de 50°C [d'après Toropovs et al. 2015]

Afin de résumer, un axe de temps établi par [Zhang et al. 2018] (voir figure 1-16) montre une présentation chronologique des activités de recherche pour différents aspects de durabilité des matériaux à base de ciment qui ont d'abord été étudiés par imagerie neutronique. La chronologie révèle clairement qu'au cours des trente premières années, l'imagerie neutronique a été principalement utilisée pour mesurer la teneur en eau et le comportement de transport de l'humidité des matériaux à base de ciment. Grâce à la réalisation des capacités exceptionnelles de l'imagerie neutronique, aux améliorations apportées aux installations neutroniques et aux techniques d'imagerie et au plus grand nombre de lignes ouvertes pour les expériences, les applications ont connu une croissance rapide en nombre et en étendue au cours de la dernière décennie.

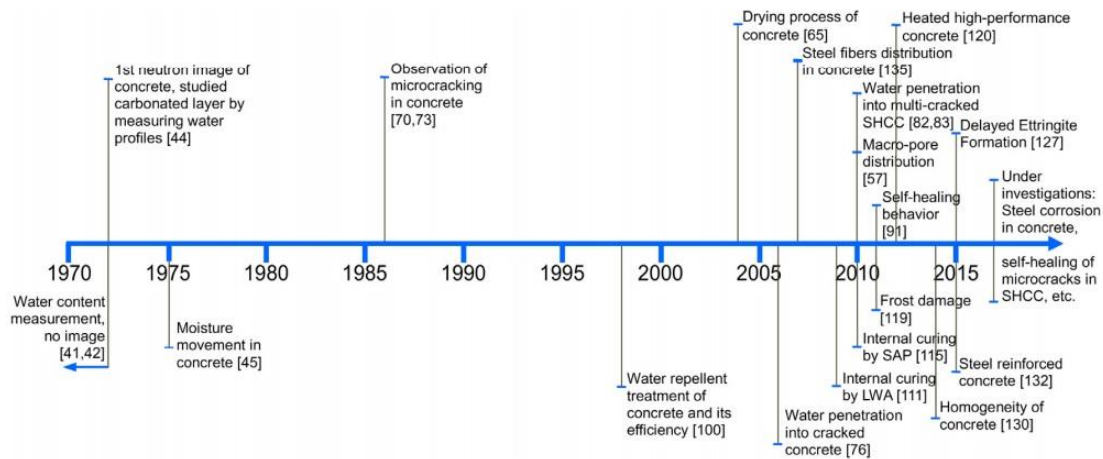


Figure 1-16 : Un axe de temps montrant les premières applications de l'imagerie neutronique pour étudier les différents aspects de la durabilité des matériaux à base de ciment au cours des cinq dernières décennies [Zhang et al. 2018]

1.4.4 Mesures de perméabilité par imagerie neutronique

Aucune recherche n'existe sur la perméabilité (au sens de Darcy) dans les bétons par imagerie neutronique. La mesure de cette perméabilité avec les moyens actuels de résolution spatio-temporelle dans divers états du béton demeure donc un projet d'une très grande originalité avec des retombées importantes en termes d'application.

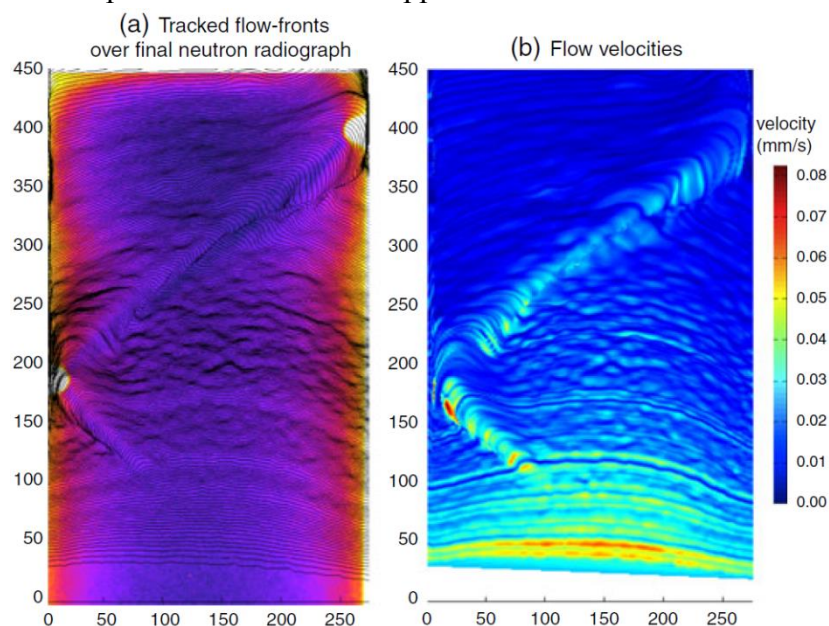


Figure 1-17 : Vitesse locale dans les bandes de cisaillement calculée durant un test d'imbibition d'eau dans du grès [Hall 2013]

En revanche, une étude intéressante a été menée par Hall [2013] pour caractériser l'écoulement de fluide dans une bande de cisaillement dans des roches poreuses en utilisant la radiographie neutronique. L'écoulement de fluide à travers l'échantillon par imbibition est quantifié par un traitement des images afin de fournir des mesures de vitesses d'écoulement à l'intérieur des bandes de cisaillement (dans lesquels on peut voir que la vitesse était maximale

– voir figure 1-17). Selon l’auteur, les tests contrôlés par pression de fluide, au lieu d’imbibition, permettraient d’étudier plus directement le flux dominé par la perméabilité. La plupart des études trouvées dans la bibliographie (voir section 1.4.3) se focalisent sur l’avancée d’un front d’eau par imbibition dans un échantillon sec afin d’obtenir un champ de vitesse local tout en évaluant le déplacement du front dans le temps qui est un produit de la compétition entre l’absorption capillaire et la perméabilité du milieu. Cette compétition rend les données acquises difficiles à analyser. Afin d’obtenir directement un écoulement à dominance de perméabilité, un test de saturation et de contrôle de la pression du fluide est recommandé. De Beer et Middleton [2006] ont été les premiers à utiliser l’imagerie neutronique pour l’écoulement de fluide à deux phases à travers une roche pétrolifère dans un appareil à haute pression afin de reproduire les conditions de pression d’un réservoir profond. Dans leur expérience, ils ont injecté de l’eau lourde D_2O dans un échantillon de grès sous une pression de 0,02 MPa provoquant le déplacement de l’huile à $3 \text{ cm}^3/\text{min}$ (figure 1-18). L’eau lourde et l’huile ont été choisies pour des raisons de contraste.

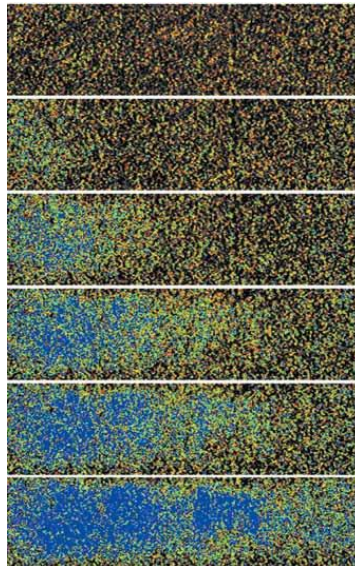


Figure 1-18 : Ecoulement de l’eau lourde de gauche (D_2O - bleu) dans un échantillon de grès saturés d’huile dans une cellule Hassler par imagerie neutronique [De Beer et Middleton 2006]

Cette étape importante pour mesurer directement l’écoulement dominé par la perméabilité est significativement étendue dans ce travail à des pressions plus élevées permettant d’aborder des matériaux à perméabilité plus faible comme le béton. Précisons que le développement d’un nouveau faisceau à forte intensité de neutrons par l’institut Laue Langevin de Grenoble (section 1.4.5) a contribué à rendre possible d’imager ce qui ne l’était pas auparavant.

1.4.5 L’instrument NeXT à l’institut Laue Langevin (ILL)

L’instrument D50 ou NeXT (Neutron and X-ray Tomograph [<https://next-grenoble.fr/>]) est la seule installation d’imagerie neutronique à l’ILL installée en 2016.

- Conception de l’instrument NeXT (voir figure 1-19)
 - Combinaison unique de l’imagerie aux neutrons et aux rayons X.
 - Résolutions spatiales et temporelles élevées.

- Environnement d'échantillons complexe pour les études in-situ.
- Spécifications techniques de l'instrument
 - Plus grand scintillateur est 160 mm × 160 mm.
 - Temps de scan : fonction de la résolution désirée et du matériau testé.
 - Images en 2048 × 2048 pixels.
- Caractéristiques de l'échantillon
 - Rotation : Variable de 0° à 360° grâce à une table de rotation.
 - Poids maximal : 100 kg.
 - Volume maximal de l'échantillon : $S = 200 \times 400 \text{ mm}^2$, $h = 1000 \text{ mm}$.

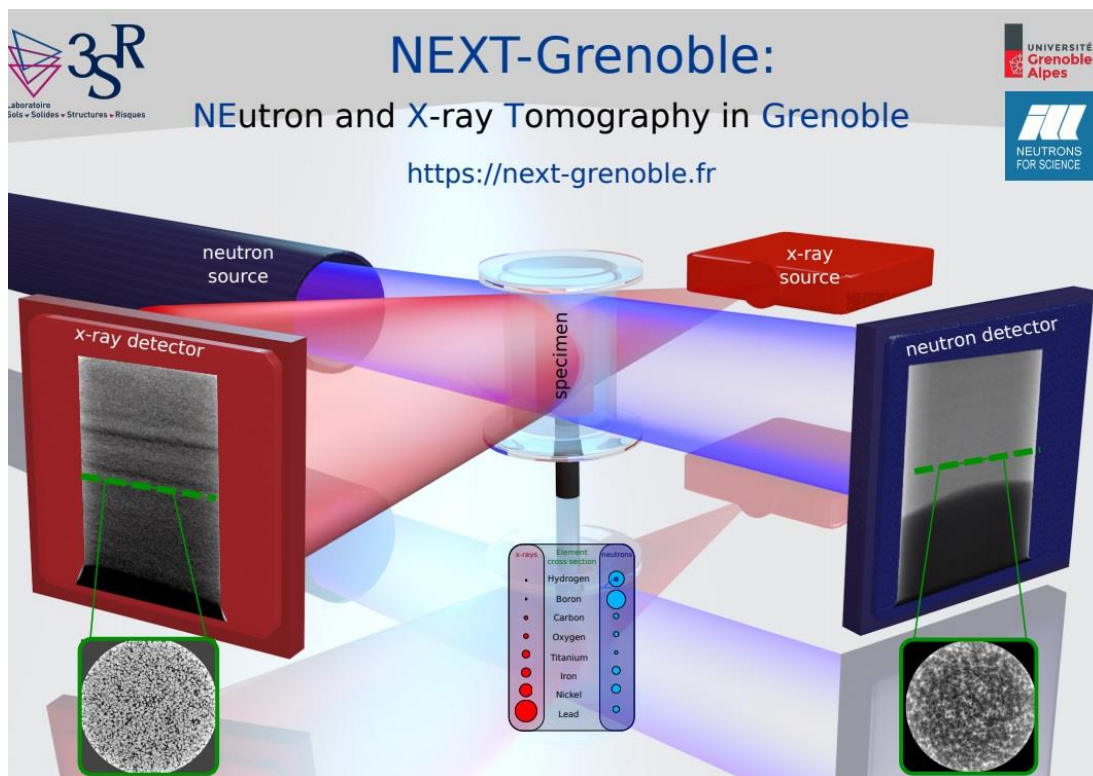


Figure 1-19 : Esquisse du concept de l'instrument NeXT [Tengattini et al. 2017]

1.5 Discussion

Le béton est un matériau hétérogène multiphasique ayant une structure poreuse complexe. Le mouvement de l'eau dans ce milieu poreux est dû à trois moteurs physiques qui ont des temps caractéristiques très distincts : (a) l'échange eau-vapeur-air, (b) le mouvement de l'eau adsorbée par gradient de tensions superficielles et (c) la percolation sous gradient de pression. Dans ces travaux de thèse, nous nous intéressons presque exclusivement à la perméabilité (c). Divers moyens de mesures expérimentales de la perméabilité ont été développés dans la littérature et sont maintenant très classiques. La quantification et l'analyse de la distribution spatiale des flux et la compétition entre diverses porosités est à ce jour un verrou scientifique majeur ne permettant pas d'alimenter proprement des modèles de perméabilités si ce n'est par le biais de la perméabilité moyenne. Les mesures actuelles de perméabilités ne permettent

d'avoir que des grandeurs moyennes (structurelles) qui ne conviennent pas pour des éprouvettes hétérogènes (fissures et/ou armatures).

Les essais standards de laboratoire consistent à mesurer le débit d'une extrémité d'un échantillon à l'autre sans avoir une connaissance complète de la façon dont le fluide circule dans l'échantillon. Dans le cas de matériaux homogènes et d'un écoulement supposé homogène, cela peut être suffisant. Cependant, un grand nombre de matériaux hétérogènes complexes sont couramment utilisés dans la pratique de l'ingénierie aujourd'hui (le béton et le béton armé sont d'excellents exemples), dont la perméabilité locale est hétérogène. Dans ce cas, la compréhension des détails de l'écoulement des fluides est cruciale en raison des implications sur les voies préférentielles (interface acier/béton, fissures, etc.).

L'imagerie neutronique a montré dans des études antérieures sa sensibilité aux fluides à forte teneur en hydrogène (en particulier l'eau) et à l'écoulement de fluides polyphasiques dans un échantillon. C'est un outil puissant dans la détermination des propriétés de transfert dans les géomatériaux et le béton par rapport à l'imagerie par les rayons X (qui elle-même est mieux adaptée pour l'étude du squelette solide).

Dans cette thèse, on propose une nouvelle méthodologie afin de caractériser la perméabilité à l'eau par imagerie neutronique dans le béton et dans les singularités (fissures, interface acier-béton ...). Cela permettra de faire avancer la modélisation tout en identifiant localement la perméabilité afin d'obtenir des modèles hydrides pertinents pour l'application à l'échelle d'une structure complexe.

Chapitre 2

Description des méthodes expérimentales

L'objectif de cette étude est de mesurer un champ d'écoulement, dans des conditions saturées, dans des échantillons représentatifs de béton. À cet égard, il faut utiliser deux liquides ayant des propriétés physico-chimiques très proches et des coefficients d'atténuation très différents. Le premier est utilisé pour couler et saturer nos éprouvettes et le deuxième sert à l'injection. Par différence de contraste, on surveille le front entre ces deux liquides par imagerie neutronique. Pour faire cela à une vitesse raisonnable, il faut injecter à haute pression, ce qui implique ainsi la nécessité d'une haute pression de confinement. Sur la base de l'état de l'art, notamment des mesures de perméabilité (1.2) et de l'imagerie neutronique (1.4), un dispositif expérimental original a été conçu et fabriqué pour imager la propagation d'un flux d'eau sous gradient de pression dans une éprouvette de béton saturée. Pour ce faire, nous avons conçu une cellule Hassler répondant à des critères de résistance mécanique et de transparence aux neutrons, ainsi nous avons proposé une nouvelle méthodologie expérimentale. La description des matériaux utilisés et leur préparation pour la campagne d'étude seront présentées également. A noter que tous les tests aux neutrons discutés dans cette thèse sont réalisés dans la nouvelle installation d'imagerie neutronique appelée NeXT sur la ligne de faisceaux D50 (1.4.5) à l'Institut Laue Langevin (ILL) à Grenoble.

2.1 Conception et réalisation de l'équipement

2.1.1 Conception de la cellule Hassler

Afin de réaliser des tests de perméabilité à l'eau dans le béton (avec ou sans singularités) par imagerie neutronique, une cellule Hassler qui doit respecter plusieurs critères est conçue. L'étude des matériaux de faible perméabilité, comme le béton, dans une durée de temps acceptable nécessite une pression d'injection élevée. Ainsi, la cellule devra résister à une pression de confinement évidemment plus importante pour ne pas endommager le matériau. Par ailleurs, la cellule de confinement doit atténuer le moins possible le flux de neutrons. En d'autres termes, l'atténuation doit être négligeable par rapport à l'atténuation de l'éprouvette afin qu'on puisse voir le front d'eau dans le béton. Elle doit pouvoir contenir des éprouvettes cylindriques (faciles à couler ou à carotter), ce qui simplifie également l'acquisition des tomographies et permet de profiter en outre de la grande disponibilité des membranes tubulaires. En plus, nous avons essayé d'adapter le diamètre par rapport à la taille des granulats le plus possible (1.2.4). Donc à partir de ce cahier des charges (résistance, atténuation des neutrons, forme des membranes et dimensions des échantillons), nous avons fait nos choix d'optimisation.

Afin de faire percoler l'eau le long de l'axe de l'échantillon cylindrique, une injection de fluide d'un côté de l'échantillon est nécessaire, ainsi qu'un gradient de pression pour entraîner l'écoulement. La pression de sortie utilisée sera la pression atmosphérique, même si l'appareil proposé pourra imposer une contre-pression dans de futures études.

Pour éviter les fuites sur les bords radiaux de l'échantillon et pour éviter les endommagements internes du matériau dus à la pressurisation interne, une pression de confinement supérieure à la pression d'injection doit être appliquée sur la membrane qui recouvre l'échantillon pour la plaquer. Une norme suggère par exemple une pression de confinement d'au moins 1.25 fois la pression d'injection, et limite le confinement à la moitié de la résistance à la compression uniaxiale du béton [US Army COE 1992]. Donc dans cette thèse, un ratio de 1.5 a été fixé pour tous les essais.

Afin d'étudier les milieux poreux à faible perméabilité (un béton d'une perméabilité intrinsèque d'environ 10^{-17} m^2 par exemple) en temps expérimental raisonnable (des heures et non pas des jours), un gradient de pression important est nécessaire. Par exemple, pour un matériau comme le béton cité ci-dessus, en appliquant la loi de Darcy avec un gradient de pression de 40 MPa, un front d'eau traverserait l'échantillon de 7 cm de longueur dans environ 200 min. Ce temps augmente à 34 heures pour un béton ayant une perméabilité de 10^{-18} m^2 . En conséquence, une pression de confinement plus élevée doit être appliquée pour éviter les dommages causés par la pression d'entraînement du fluide. On est trop limité par cette pression pour des raisons de sécurité et de disponibilité des pompes hydrauliques (2.1.2.1). Cette forte pression nécessite en retour des matériaux rigides avec une faible atténuation des neutrons.

L'alliage d'aluminium AG3 est un choix classique pour l'atténuation des neutrons mais une cellule respectant les normes de sécurité (résistance mécanique et dimensions) ne peut pas être conçue, car cela nécessiterait de très grandes parois pour la cellule qui, en augmentant la distance échantillon-détecteur, affecteraient la résolution du système [Perfect et al. 2011]. En revanche, l'alliage de titane (TA6V) qui contient près de 90% de titane, 6% d'aluminium et 4% de vanadium, atténue relativement peu les neutrons en raison de la faible atténuation de ses éléments. Il a également un bon compromis entre la résistance mécanique et la ténacité en plus de son excellente résistance à la corrosion. Pour ces raisons, le corps de la cellule et les obturateurs ont été fabriqués en titane grade 5 ou TA6V (Voir tableau 2-1). A noter que la rupture mécanique du TA6V de 900 MPa est environ 4 fois plus grande que celle de l'alliage AG3 ayant une rupture mécanique de 240 MPa [norme NF EN 485-2]. Ce qui nous a motivé à choisir le TA6V bien que son atténuation aux neutrons ($\Sigma = 0.697 \text{ cm}^{-1}$) soit plus importante que celle de l'AG3 ($\Sigma = 0.024 \text{ cm}^{-1}$).¹

¹ Le coefficient d'atténuation est estimé pour une énergie neutronique moyenne de 12.3 meV et une longueur d'onde de 3 Å. [<https://next-grenoble.fr/workinprogress/D50/>]

Cette estimation est faite grâce à un programme en ligne offert par NIST (National Institute of Standards and Technology). [<https://www.ncnr.nist.gov/instruments/bt1/neutron.html>]

Tableau 2-1 : Caractéristiques physiques et mécaniques de l'alliage du Titane grade 5

Rupture mécanique (MPa)	Limite d'élasticité 0.2 (MPa)	Allongement (%)	Densité (kg/dm³)	Température de fusion (°C)	Soudabilité	Coefficient d'atténuation linéaire Σ (cm⁻¹)
900	830	10	4.4	1650	Bon	0.697

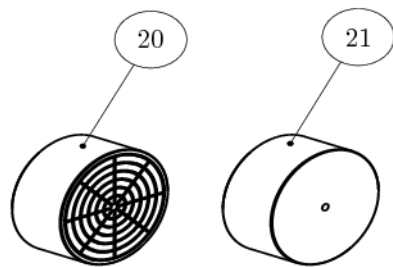
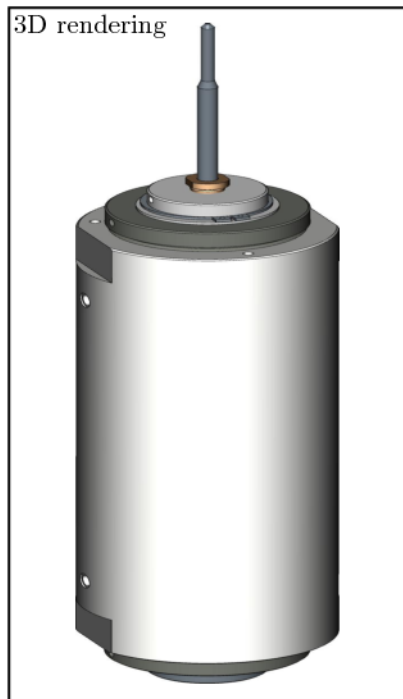
Compte tenu de la très grande résistance de cet alliage, la cellule conçue peut supporter une forte pression de confinement pour une épaisseur minimale. Dans ce cas, un confinement de 50 MPa peut être réalisé avec une épaisseur de TA6V de 19,5 mm. Alors qu'une épaisseur de 75 mm à peu près d'AG3 est nécessaire pour supporter la même pression, ce qui affecte énormément la résolution dans nos images.

Pour imposer de telles pressions de confinement, un liquide incompressible est nécessaire pour des raisons de sécurité. Dans la conception proposée, le liquide de confinement choisi est l'eau lourde afin de minimiser l'atténuation globale de l'appareil vu sa faible atténuation comparant à d'autres liquides comme l'huile et l'eau normale (voir section 2.3.2.2). Pour réduire encore l'atténuation, le volume de fluide de confinement est minimisé, ce qui réduit également le coût de chaque test (au moment de la rédaction l'eau lourde avec une pureté de 99.8 % avait un prix d'environ 1000 €/L). Un volume total de confinement de 325 cm³ sera nécessaire pour un échantillon de 200 mm de longueur. Ce volume correspond à une épaisseur radiale de 5 mm nécessaire pour appliquer les pressions de confinement souhaitées.

Tableau 2-2 : Caractéristiques générales de la cellule Hassler spécifique aux neutrons

Dimensions	Φ 119 × 581 mm
Matériau	Titane, TA6V
Pression d'utilisation	50 MPa
Pression maximale admissible	60 MPa
Température d'utilisation	10 °C à 150 °C
Température admissible	10 °C à 200 °C
Diamètre interne de l'échantillon	70 mm
Longueur de l'échantillon	Variable, jusqu'à 200 mm
Type de fluide	Liquide
Volume de confinement	325 ml

La figure 2-1 et le tableau 2-2 montrent la conception originale et les principales caractéristiques de la cellule Hassler à neutrons.



1. Cylinder head
2. Body
3. Fixed shutter
4. Anti-extrusion ring
- 5,6,14. O-rings
7. Membrane
8. Movable shutter
9. Clamping screw
10. Ring $\frac{3}{8}$ " HP
11. Shutter
12. Guide ring $\frac{3}{8}$ "
13. Anti-extrusion ring tube $\frac{3}{8}$ "
15. Washer
16. Snap ring
17. Bronze ring
18. Guide screw
19. Tube $\frac{3}{8}$ "
20. Grooved cylindrical shim
21. Cylindrical shim

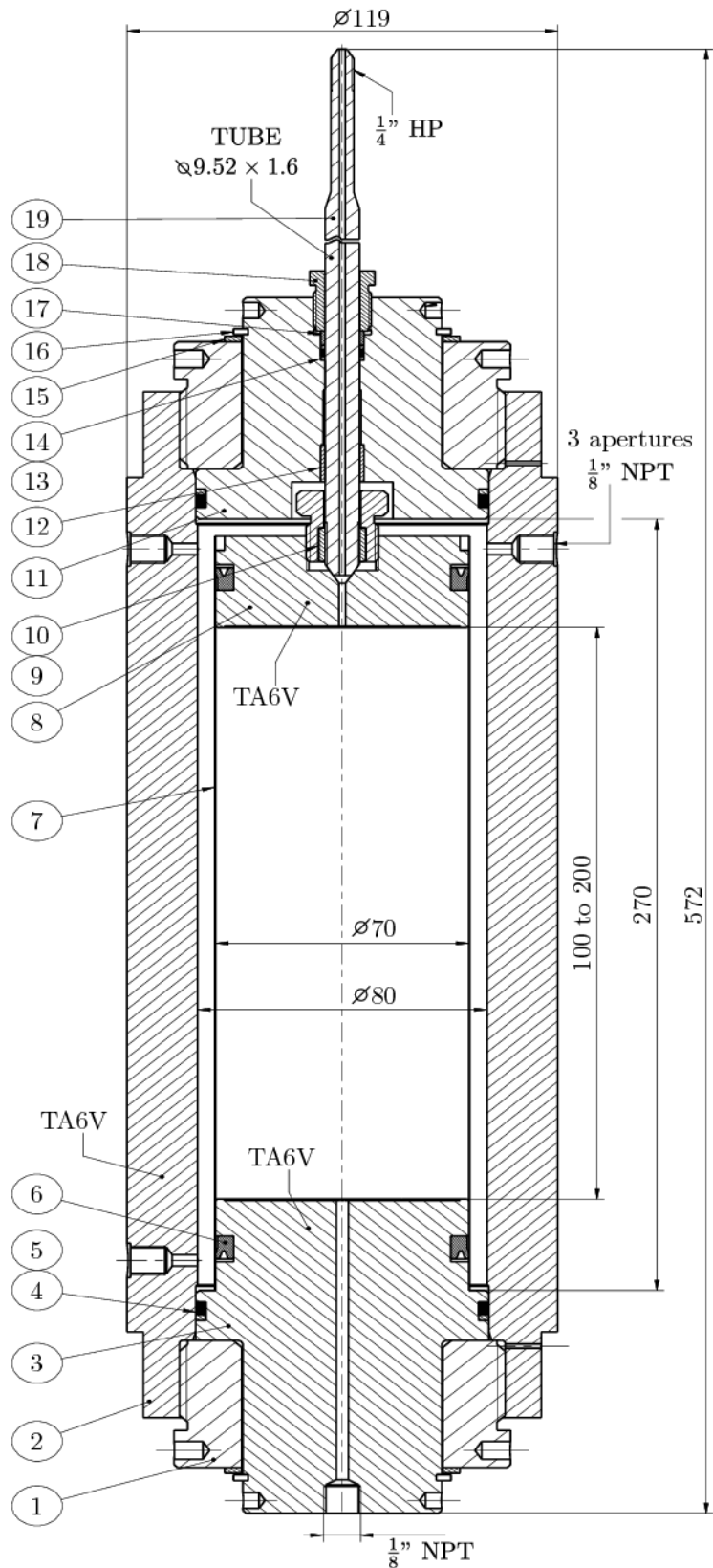


Figure 2-1 : Dessin technique de la cellule Hassler spécifique aux neutrons [Yehya et al. 2018]

❖ Mode opératoire

Un échantillon cylindrique de 70 mm de diamètre peut être testé dans cette cellule. La longueur de cet échantillon peut varier entre 100 et 200 mm grâce à un obturateur mobile - n^o8 dans la figure 2-1. Des échantillons plus courts peuvent également être testés en ajoutant des cales cylindriques aux extrémités de l'échantillon (n^o20-21). A noter qu'afin d'appliquer une pression homogène sur la partie basse de l'échantillon un rainurage sur l'obturateur (n^o20) et sur quelques cales a été prévu.

L'échantillon est enfermé dans une membrane spéciale pour empêcher l'écoulement le long des bords (n^o7), après il est placé et connecté à une extrémité de la cellule, spécifiquement l'obturateur fixe (n^o3), équipé de buses de 1/8" donnant accès à la fois à la chambre de confinement et à l'échantillon. Ensuite, les parois des cellules (un cylindre creux fileté - n^o2) sont vissées sur cette première base. Enfin, la base restante (n^o1), qui est équipée des mêmes raccords que l'extrémité opposée, est ajoutée au système.

Il est à ce stade simple d'ajouter le fluide de confinement, d'imposer la pression désirée et de commencer l'injection dans l'espace poreux de l'échantillon.

❖ Embase circulaire

Une embase circulaire en aluminium est conçue (voir figure 2-2). Elle permettra de placer la cellule sur la table de rotation existante dans la ligne du faisceau D50 afin de faire des tomographies de l'échantillon durant les tests. A noter que l'aluminium est choisi vu qu'il ne sera pas trop activé lorsqu'il est exposé aux neutrons, ce qui nous permet de le sortir du faisceau dans un délai court (après deux heures à peu près).

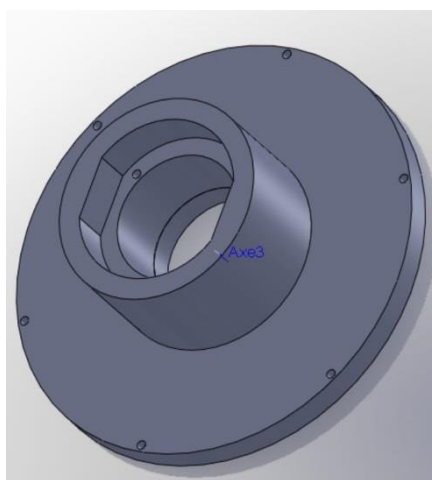


Figure 2-2 : Design de l'embase circulaire

2.1.2 Equipements expérimentaux

2.1.2.1 Pompes hydrauliques

Deux pompes à haute pression sont nécessaires pour faire notre essai d'injection : l'une pour imposer la pression de confinement et plaquer la membrane sur l'échantillon et l'autre pour la pression d'injection afin de faire percoler le liquide d'injection dans le béton.

Selon leur disponibilité, un total de 3 pompes a été utilisé dans ces travaux de thèse :

- La pompe Sanchez VPSSH 6/700.

Cette pompe seringue peut atteindre une pression de 70 MPa et possède un petit réservoir de 6 cm³. Elle est spécialement conçue pour injecter en petites quantités avec une grande précision. La pompe peut être contrôlée en débit constant, pression constante ou volume constant.

- La pompe neMESYS XL 7000N de Cetoni

C'est une pompe seringue à très haute pression qui offre un certain nombre de réservoirs différents (allant de 10 cm³ à 250 cm³) qui peuvent être remplis à distance avec un contrôle de vanne. Avec le réservoir de 10 cm³ utilisé dans ce travail, une pression de 89 MPa peut être atteinte, alors qu'une pression maximale de 3.5 MPa peut être appliquée avec la plus grande syringe de 250 cm³. Cette pompe peut être contrôlée aussi en débit constant (de nanolitres aux millilitres par seconde) ou en pression constante.

- La pompe Gilson 305

C'est une pompe à piston qui peut atteindre une pression de 60 MPa et qui offre une large gamme de débits allant de 10 µL/min à 200 mL/min avec une large gamme de liquides à différentes viscosités. Par contre, cette pompe n'est pas équipée d'un contrôle de pression à la baisse.

La pompe de Cetoni est favorisée pour l'injection vu qu'elle peut être contrôlée à distance grâce à son logiciel QmixElements qui nous permet aussi d'enregistrer les données du volume injecté et de la pression appliquée au cours de temps. Alors que pour le confinement, il est préférable d'utiliser la pompe Gilson à piston qui permet de monter en confinement plus rapidement que la pompe Sanchez qui nécessite chaque fois le rechargement de son petit réservoir de 6 mL.

2.1.2.2 Débitmètre

Un débitmètre est nécessaire à la sortie de la cellule pour mesurer le débit de sortie qui constitue un paramètre indispensable pour le calcul de la perméabilité dans l'équation de Darcy. Le débitmètre utilisé dans cette thèse est le débitmètre Coriolis mini CORI-FLOW M12 de Bronkhorst. C'est un débitmètre massique à « effet Coriolis » découvert par Gaspard-Gustave Coriolis : "un fluide passe au travers d'un tube en vibration et crée des changements de fréquence, de phase ou d'amplitude, proportionnelles au débit massique au travers du tube, donnant en plus la densité du fluide en sortie secondaire".

Les autres principes de mesure du débit, mesurent la vitesse, le volume ou la pression différentielle. Il est donc nécessaire à chaque fois de corriger la densité et/ou la pression et la température afin de déterminer le débit massique d'un fluide particulier ce qui n'est pas le cas

pour les débitmètres Coriolis qui se distinguent par leur très grande précision et par leur temps de réponse rapide.

L'avantage de ce débitmètre se présente par sa capacité à mesurer de (très) faibles débits avec précision (tableau 2-3) même si la densité du fluide exploité change au cours du temps. Ce point est très important pour nos essais complexes (2.2) dans lesquels l'échantillon testé est du béton coulé et saturé avec de l'eau lourde qui a une densité légèrement différente de l'eau normale injectée (2.3.2). Ce débitmètre a été choisi d'une façon à surmonter ce problème.

Tableau 2-3 : Capacité de mesure du débitmètre CORI-FLOW M12

Modèle	Plus petite gamme	Gamme nominale	Plus grande gamme
Coriolis M12	0,1 – 5 g/h	1 – 100 g/h	2 – 200 g/h

Les débitmètres Coriolis offrent une grande précision de mesure quand ils sont utilisés pour les liquides, avec une incertitude relative du débit à $\pm 0,2\%$ de la lecture. Donc pour une plus petite gamme de mesure, l'erreur est de l'ordre de 0,01g/h.

2.1.2.3 Vannes et tubes

Des tubes haute pression sont utilisés pour assurer la liaison entre les pompes et la cellule. Chaque pompe doit être connectée à une valve afin d'arrêter l'injection (pour faire une tomographie par exemple) ou déconnecter le confinement si nécessaire. Les tubes utilisés sont en acier inoxydable écroui, sans soudure réalisés par étirage à froid puis passivés par TOP INDUSTRIE (référence 1.4404 - 316L). Ce sont des tubes de haute pression (HP) de diamètre extérieur de 1/16'' (1.6 mm). En ce qui concerne les vannes, elles sont fabriquées aussi chez TOP INDUSTRIE. Ce sont des vannes manuelles 1/16'' qui fonctionnent jusqu'à 1000 bars (100 MPa) avec une étanchéité parfaite. Elles sont faites en alliage 316 Ti avec un diamètre de passage de 1 mm et un raccordement HP par olive sertie.

Concernant la liaison entre le débitmètre et la cellule, et vu que la pression à la sortie de la cellule est aux alentours de la pression atmosphérique, un tube en plastique transparent d'un diamètre de 6 mm est utilisé.

2.2 Méthode expérimentale

La procédure expérimentale est décrite dans la figure 2-3.

Les étapes suivantes sont nécessaires pour préparer et exécuter un test de perméabilité au sens de Darcy par imagerie neutronique *in-situ* :

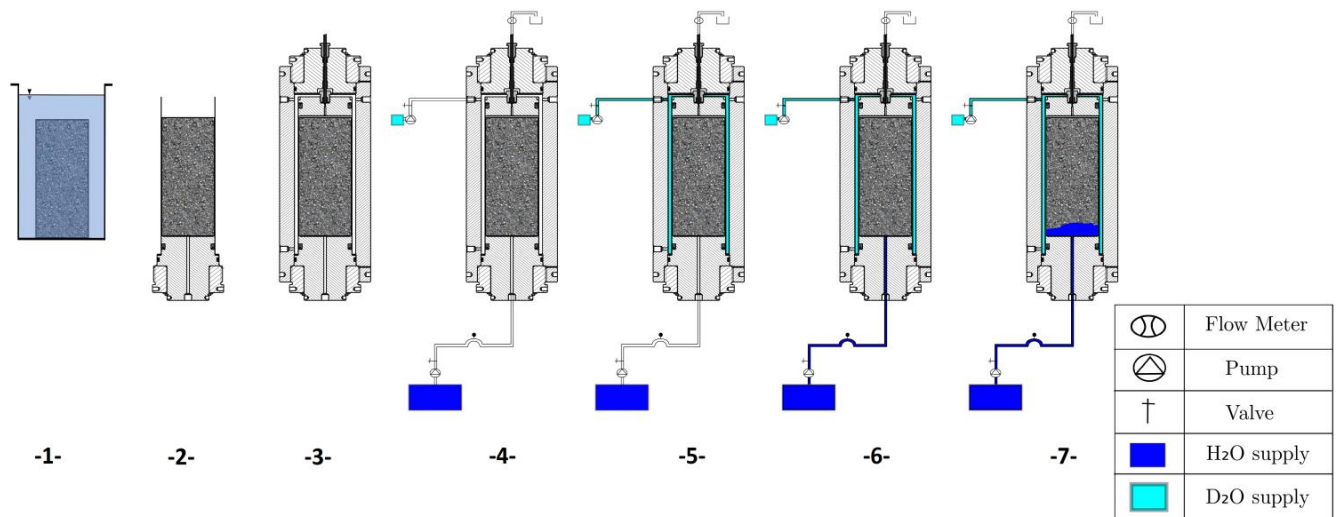


Figure 2-3 : Approche expérimentale du test de perméabilité par imagerie neutronique [Yehya et al. 2018]

- L'échantillon doit être saturé en eau lourde -1- (si une perméabilité locale au sens de Darcy doit être calculée plus tard). L'eau lourde est choisie grâce à son atténuation neutronique faible (voir section 2.3.2.1) qui simplifie l'imagerie de l'état initial et de la microstructure de l'échantillon et aussi de l'essai. Il faut noter que le choix de l'eau lourde est fait suite à des essais préliminaires présentés dans la section 2.3.2.
- L'échantillon est placé sur la base de la cellule de Hassler et recouvert de la membrane avant de fermer la cellule hermétiquement -2,3-.
- Le système de pompes, câbles, vannes et débitmètre est ensuite connecté et réglé comme indiqué dans -4-.
- La chambre de confinement est remplie en eau lourde et l'air est expulsé du système en poussant l'eau jusqu'à ce que des bulles cessent d'apparaître sur les buses de sortie.
- La pression de confinement est augmentée lentement jusqu'à l'obtention du confinement souhaité. Cette pression va plaquer la membrane sur l'échantillon évitant ainsi la création d'un chemin préférentiel de percolation du fluide injecté pour bien mesurer la perméabilité locale de l'éprouvette.
- La pression dans la pompe d'injection est lentement augmentée jusqu'à ce que la pression hydraulique désirée soit atteinte, injectant de l'eau normale sous pression constante tout en surveillant la sortie à l'aide du débitmètre -6,7-.
- Lors de l'injection, des radiographies aux neutrons peuvent être acquises afin de mesurer l'avancement d'eau normale en raison du contraste entre les 2 types d'eau utilisés. Comme cette technique ne fournit qu'une projection de l'échantillon, elle permet des acquisitions rapides, de sorte qu'il est possible de suivre le front en « live ».
- Il est possible d'arrêter l'injection, ce qui permet des conditions stables nécessaires pour acquérir des tomographies tout en conservant la même pression de confinement. Ces tomographies fournissent des informations supplémentaires sur la forme du front en 3D dans l'échantillon.

Il faut noter qu'une tomographie aux neutrons et aux rayons X de l'échantillon avant de commencer l'essai est recommandée afin de connaître son état initial et la répartition des agrégats et des pores (voir section 3.2 et Annexe B).

2.3 Objets d'étude

2.3.1 Formulation du béton étudié

Le béton étudié dans cette thèse est le béton ordinaire R30A7 de référence caractéristique de la majorité des grands ouvrages existants, y compris les ouvrages sensibles (barrages, centrales nucléaires...). Il est étudié depuis plusieurs années au Laboratoire 3SR, et ailleurs en France, sous différents types de chargement et nous avons donc une très bonne connaissance des ses caractéristiques [Vu 2007]. La formulation de ce béton permet d'avoir une résistance en compression simple à 28 jours de l'ordre de 30 MPa.

Le ciment utilisé dans ce béton est du Portland, sans adjuvants, de très bonne résistance mécanique (64 MPa de résistance en compression après 28 jours). La désignation commerciale du ciment est CEM I 52,5 N CE PM-ES-CP2 NF.

Les granulats choisis sont des sables et graviers roulés de gisement, de dimension maximale de 8 mm : sable D1800 μm ($D_{\text{max}} = 1800 \mu\text{m}$) et gravier D0.5/8 ($d_{\text{min}} = 0.5 \text{ mm}$, $D_{\text{max}} = 8 \text{ mm}$). La dimension maximale des granulats du béton est limitée par les conditions d'homogénéité des éprouvettes de diamètre 70 mm et hauteur 70 mm pour cette étude, cela est en accord avec Wu et al. [2015] (voir section 1.2.4).

Le sable D1800 μm est constitué de 97.3%, de silice de même le gravier est siliceux (98.7% de silice). A noter que ces granulats sont issus de gisements naturels (granulats roulés).

La composition du béton de référence R30A7 ainsi que ses propriétés mécaniques sont résumées dans le tableau 2-4. A noter que la très bonne qualité du ciment utilisé, conduit à un volume de ciment particulièrement faible pour le béton R30A7.

Tableau 2-4 : Composition du béton de référence et ses propriétés mécaniques [Vu 2007]

Composition du béton R30A7	
Gravier D0.5/8 (kg/m ³)	1008
Sable D 1800 μm (kg/m ³)	838
Ciment CEM I 52,5 N CE PM-ES-CP2 NF (kg/m ³)	263
Eau (kg/m ³)	169
Densité (kg/m ³)	2278
Propriétés mécaniques	
Résistance moyenne en compression à 28 jours (MPa)	28.6
Affaissement moyen mesuré au cône d'Abrams (cm)	6.9
Porosité accessible à l'eau (%)	11.8
Rapport e/c	0.64

2.3.2 Béton en eau lourde

2.3.2.1 Eau lourde Vs Eau normale

L'eau lourde notée D₂O (ou ²H₂O) est l'oxyde de deutérium. Chimiquement, elle est identique à l'eau normale ou légère notée H₂O (ou ¹H₂O), mais ses atomes d'hydrogène sont des isotopes lourds, du deutérium (le noyau de deutérium comporte un neutron en plus du proton présent dans tout atome d'hydrogène). Ce type d'eau est très spécifique et il est utilisé surtout dans les réacteurs nucléaires comme modérateur de neutrons dans le but de ralentir les neutrons issus de réactions de fission nucléaire. L'eau normale peut aussi ralentir les neutrons d'une réaction de fission, mais elle en absorbe trop pour que la réaction puisse s'auto-entretenir dans un réacteur à uranium naturel. Elle ne peut donc être utilisée qu'avec des réacteurs utilisant de l'uranium enrichi. Economiquement, c'est de l'eau très chère avec un prix supérieur à 1000 euros par litre. Dans cette thèse, l'eau lourde utilisée à une pureté de 99.9 % atomes D est fournie par SIGMA-ALDRICH.

Le D₂O se distingue très aisément de l'H₂O (tableau 2-5), son atténuation est faible comparant à l'atténuation de l'eau normale [Perfect et al. 2014]. Cela est due à la section efficace de capture de neutrons du deutérium $\sigma = 0.00046$ barn, pratiquement 1000 fois plus faible à celle de l'eau normale. [http://akilia.alwaysdata.net/scf_old/produit-du-jour/eau-lourde.html]

Tableau 2-5 : Propriétés physico-chimiques de l'eau lourde comparées à l'eau normale

Propriétés	D ₂ O	H ₂ O
Masse molaire (g/mol)	18.015	20.0286
Température d'ébullition	101.42°C	99.995°C
Température de fusion	3.81°C	0.00°C
Masse volumique à 20°C (kg/L)	1.1056	0.9982
Viscosité à 20°C (Pa.s)	1.2467×10^{-3}	1.0016×10^{-3}
Tension superficielle à 25°C (N/m)	7.187×10^{-2}	7.198×10^{-2}
Coefficient d'atténuation linéaire Σ (cm ⁻¹) à une énergie de 12.3 meV	0.124	5.403

Le tableau 2-5 montre quelques propriétés physico-chimiques de ces deux types d'eau. La grande différence se situe au niveau de la viscosité où il y a à peu près 20 % d'écart entre les 2 liquides. A noter que la viscosité correspond à une grandeur physique caractérisant la résistance à l'écoulement laminaire d'un fluide incompressible. Elle se présente par le coefficient de proportionnalité entre le gradient de vitesse et l'effort tangentiel s'opposant au mouvement relatif du fluide.

Dans cette thèse, la valeur de la viscosité dans la loi de Darcy est attribuée à celle du fluide injecté (en supposant qu'il gouverne l'écoulement) c'est-à-dire l'eau normale selon les recommandations mentionnées dans la section 1.2.2. En réalité, il faut tenir compte des deux viscosités des deux fluides, injectés et déjà présents dans la porosité, puisque tous les deux affectent l'écoulement. Toutefois, l'écart dans la masse volumique et ainsi la mesure de débit

massique ne doit pas poser de problème étant donné que notre débitmètre (voir section 2.1.2.2) surmonte ce problème, et assure une mesure de débit précise, même si la densité du fluide sortant change au cours du temps.

2.3.2.2 Pourquoi le béton en eau lourde ?

Afin de réaliser des tests de perméabilité au sens de Darcy, il faut injecter un liquide inerte vis-à-vis du milieu poreux dans un échantillon saturé (voir 1.2.2). Pour des raisons d'imagerie et afin de suivre un front d'eau dans le temps, l'échantillon de béton doit être saturé par un liquide ayant une atténuation aux neutrons bien plus faible que celle du fluide injecté. Pour analyser le contraste d'atténuation aux neutrons entre deux liquides, un simple test a été réalisé en faisant tomber des gouttelettes d'un liquide A à l'aide d'une burette dans un petit récipient en aluminium de 2 cm de diamètre contenant un liquide B (voir figure 2-4).

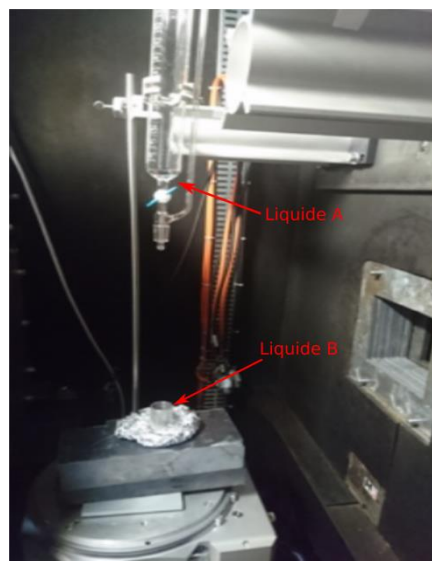


Figure 2-4 : Montage expérimental des tests d'atténuation réalisés à l'instrument D50 à l'ILL en faisant tomber des gouttes d'un liquide A dans un liquide B

Trois liquides ont été testés. Ils sont mentionnés dans la bibliographie [De Beer et Middleton 2006 ; Murison et al. 2015] vu qu'ils ont un bon contraste d'atténuation. Dans cet essai, on a testé les mélanges : $H_2O - D_2O$ et $D_2O -$ huile (de l'huile de tournesol a été utilisé). Quatre différents tests rapides ont été effectués (liquide A dans le liquide B) et sont montrés dans la figure 2-5. Au cours du temps, des radiographies de 0.5 s ont été prises. A noter que la quantité du liquide A dans le récipient et du liquide B ne sont pas les mêmes dans les différents tests. Dans le montage, on montre six images pour chaque test, le temps entre deux images consécutives est à peu près de 25 s. Les images sont corrigées par les images « plates » et « sombres » et les valeurs correspondent à l'atténuation Σd (sans unité) dans la loi de Beer-Lambert après l'application du logarithme népérien multiplié par -1 « - ln » des valeurs obtenues (1.4.1).

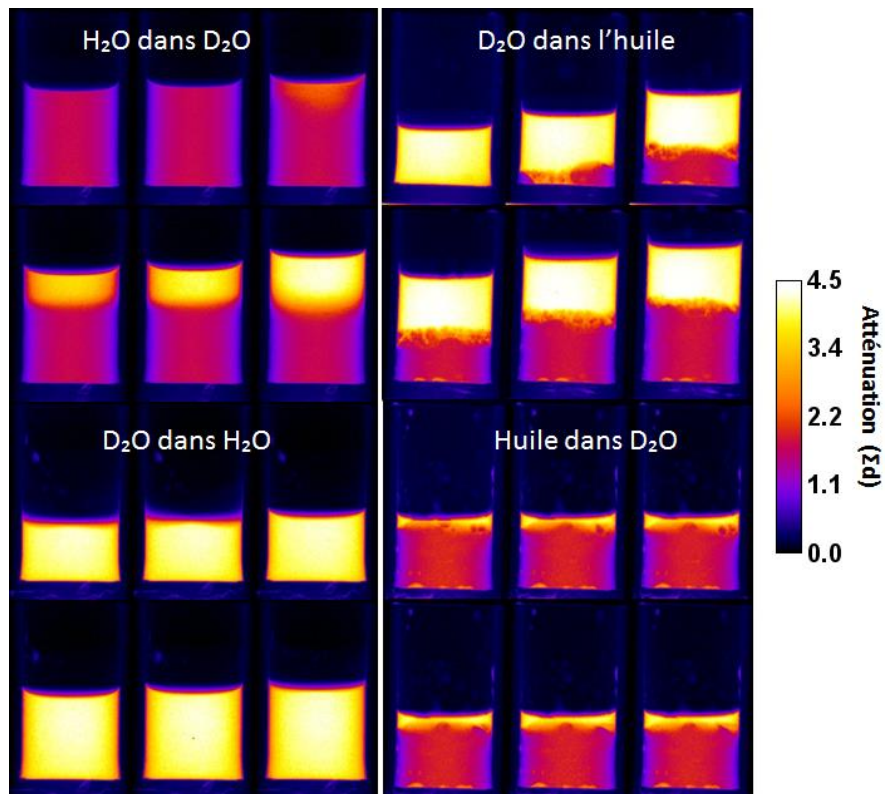


Figure 2-5 : Montage montrant la différence de contraste entre les différents liquides (H_2O , D_2O et huile) lors de leur mélange

La figure 2-5 montre qu'un bon contraste est obtenu entre les différents liquides utilisés sauf dans le cas où des gouttelettes de D_2O sont versées dans le récipient en H_2O dans lequel il n'y a pas eu un vrai changement dans l'atténuation au cours du temps. Cela est dû à la faible atténuation du D_2O comparée à celle de H_2O ce qui aboutit à un changement presque négligeable dans l'atténuation du mélange lors de l'addition de quelques gouttes de D_2O . En effet, la forte atténuation de H_2O ne permet pas le passage des neutrons à travers le mélange et ainsi tout changement de faible ampleur n'y sera pas perçu par imagerie neutronique. Ceci n'était pas observé dans le cas inverse où des gouttelettes de H_2O ont été versées dans D_2O dans lequel on arrive à avoir un contraste entre les deux eaux. En effet, une petite quantité de H_2O (forte atténuation) dans un récipient de D_2O (faible atténuation) peut modifier significativement l'atténuation du mélange. Concernant le mélange de l'huile avec le D_2O , le front entre les deux liquides est distingué avec précision. A noter que la position des liquides dans le récipient dépend de la densité ρ de chaque liquide dans le mélange : le plus dense se dépose au fond et le moins dense reste au-dessus. ($\rho_{\text{huile}} = 0.92$; $\rho_{H_2O} = 1$; $\rho_{D_2O} = 1.11$). Au-delà des masses volumiques, il y a aussi la notion de miscibilité. Sans doute que les deux eaux, surtout avec la turbulence liée à l'introduction de la goutte, sont miscibles et on a alors un mélange plus homogène qu'avec l'huile qui est non miscible et flotte en surface.

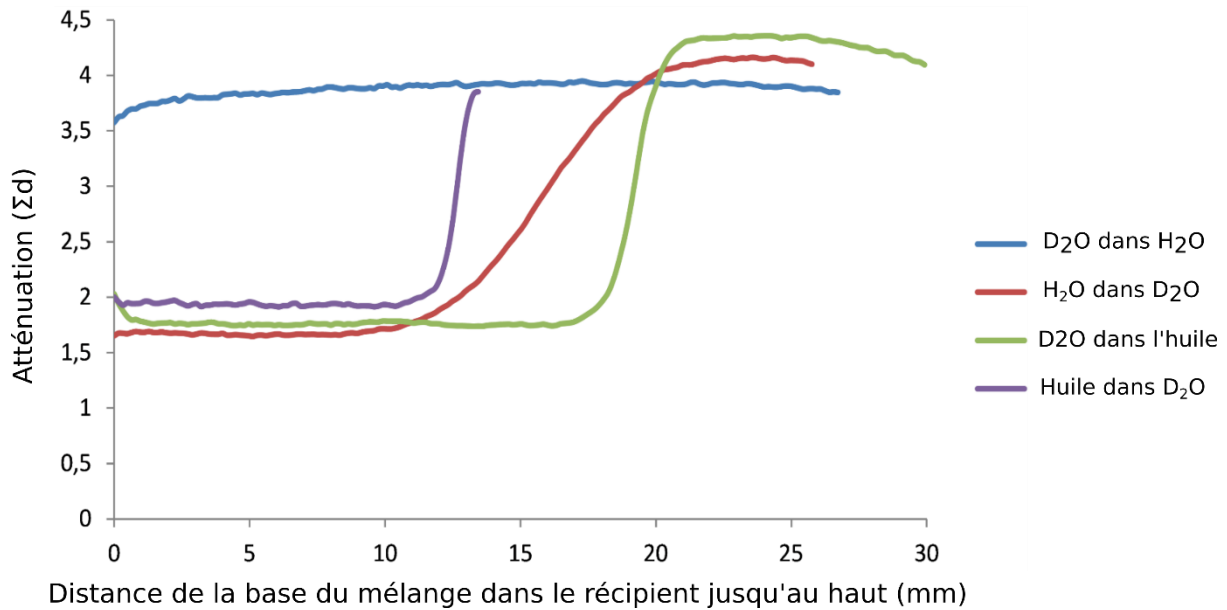


Figure 2-6 : Changement du niveau d'atténuation dans les différents mélanges (D₂O dans H₂O, H₂O dans D₂O, H₂O dans l'huile et huile dans D₂O)

Le changement du niveau d'atténuation dans chaque mélange à l'état final du test a été étudié dans la figure 2-6 en analysant les valeurs du pixel en allant de la base du mélange jusqu'au bout. La transition entre les deux fronts huile-D₂O est brutale vu que les liquides dans le mélange sont immiscibles. Alors qu'une pente moins raide pour le mélange H₂O-D₂O est observée indiquant qu'une diffusion entre les deux eaux prend place avec un temps caractéristique. Cette diffusion sera discutée dans la partie 2.3.2.3.

On peut constater d'après les courbes de la figure 2-6 que le D₂O est le moins atténuant parmi les 3 fluides. L'huile semble être le fluide qui atténue le plus. En fait, l'huile est essentiellement composée d'acide oléique C₁₈H₃₄O₂ ayant une masse molaire de 228.46 g.mol⁻¹. En admettant que l'atténuation des neutrons est due à la présence de l'atome H. Dans 1 cm³ d'eau normale H₂O de masse molaire 18 g.mol⁻¹, on trouve 6.69×10²² atomes alors que dans 1 cm³ d'huile on trouve plus d'atomes H, à peu près 8.06×10²² atomes.

Vu que les propriétés physico-chimiques du D₂O et du H₂O sont presque similaires (tableau 2-5) et vu que l'injection du H₂O dans D₂O aboutit à une différence de contraste bien marquée entre les deux fronts d'eaux. Pour les essais de perméabilité qui seront réalisés, le béton sera confectionné et saturé par du D₂O et du H₂O sera injectée.

2.3.2.3 Test de diffusion entre eau lourde et eau normale

À la suite des essais avec les gouttes (2.3.2.2), nous avons mis en évidence une diffusion entre les deux eaux. Afin de comprendre ce phénomène, il est important de caractériser le temps caractéristique de cette diffusion pour estimer le temps que nous disposons pour imager par neutrons un front D₂O-H₂O fortement marqué. Pour ce faire, nous avons créé un montage simple tout en remplissant un tube avec du H₂O et en poussant lentement du D₂O à l'aide d'une seringue du bas afin de superposer les deux liquides sans les mélanger ou les brasser (D₂O est en bas pour que la gravité ne soit pas un moteur du mélange). Le diamètre du tube a

été choisi le plus petit possible, tout en pouvant être imagé, afin de se rapprocher de la taille des plus gros pores sans toutefois l'atteindre. Un premier test a été fait avec un tube capillaire en verre de diamètre interne de 2 mm et de diamètre externe de 7.5 mm, mais sa forte atténuation due à la présence du bore dans le verre n'a pas permis l'imagerie. Ainsi, le tube en verre a été remplacé par un tube en aluminium transparent aux neutrons mais ayant un diamètre interne plus important de 12 mm et un diamètre externe de 16 mm. Des radiographies de 8 s d'exposition ont été lancées pendant 7h 30min pour observer la diffusion entre les deux eaux au cours du temps. Le dispositif est montré dans la figure 2-7.

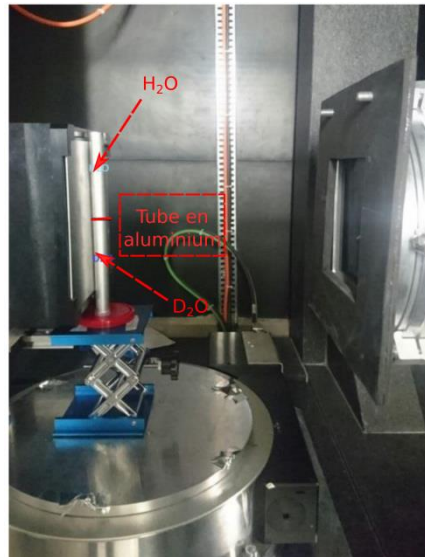


Figure 2-7 : Essai avec le tube en aluminium dans le faisceau de neutrons à l'ILL pour étudier la diffusion entre l'eau lourde et l'eau normale

En analysant la variation du niveau de gris dans les différentes images corrigées par les images « plates » et « sombres », une courbe ayant l'allure de la fonction arc tangente était attendue. Par ailleurs, les 2 liquides en bas (D_2O) et en haut (H_2O) ne doivent pas être affectés et leur niveau de gris ne devrait pas changer. Ce n'était malheureusement pas le cas car le tube en aluminium utilisé n'était pas homogène, il atténue plus de neutrons dans la partie supérieure. Le graphe ci-dessous (figure 2-8) montre qu'au cours du temps (t_0 : image initial, t_{10} : image finale, $t_1 - t_9$ images intermédiaires avec un décalage de temps constant de 30 min), la seule variation se fait au niveau de l'interface de contact où les 2 liquides commencent à se diffuser. Dans les parties supérieure et inférieure du tube, l'atténuation demeure constante.

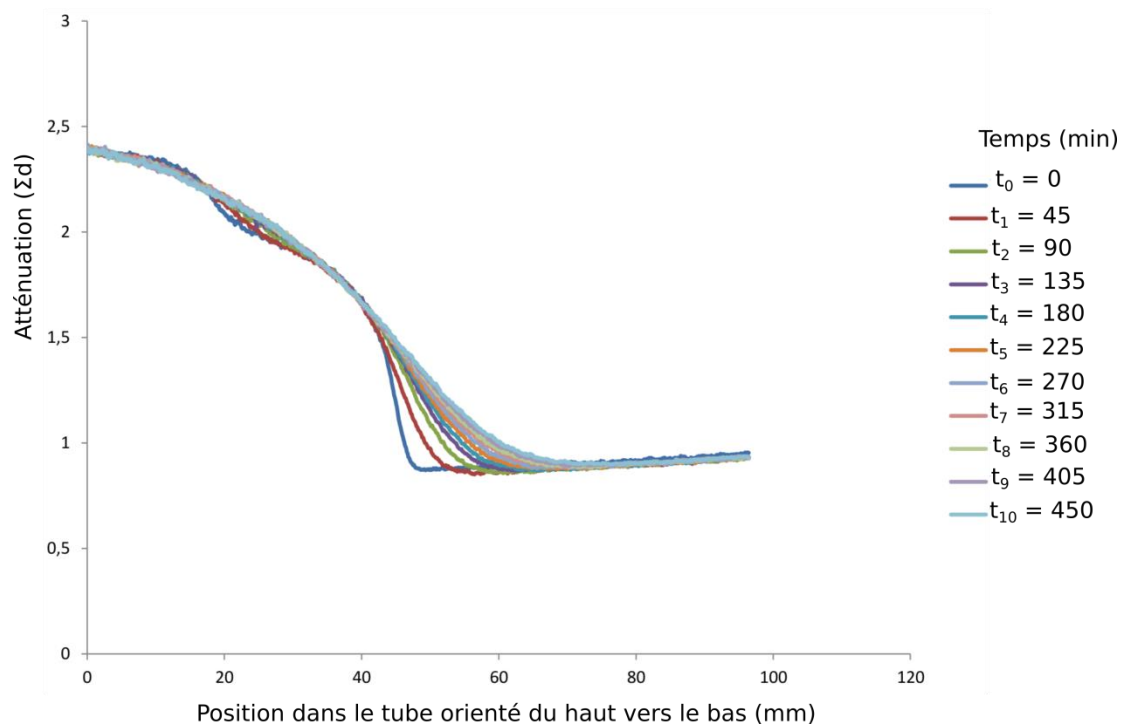


Figure 2-8 : Variation de l'atténuation du mélange H₂O-D₂O dans le tube en aluminium au cours du temps

Afin de mettre en évidence les évolutions au cours du temps, la première image a été soustraite aux autres (figure 2-8) pour faire une analyse uniquement incrémentale. Il est à noter que la différence d'atténuation du tube est ainsi gommée. La diffusion est estimée par la variation de l'atténuation (Σd) au cours du temps.

La diffusion commence rapidement avant de diminuer au cours du temps vu que le gradient de concentration qui est le moteur de la diffusion diminue au fur et à mesure avec le temps (figure 2-9). La variation de l'atténuation en fonction du temps montre que la diffusion est 4 fois plus grande les premières 250 minutes qu'après. La vitesse paraît linéaire avec une corrélation de 99%. La diffusion a été plus rapide du côté du D₂O (figure 2-10), cela peut être dû au fait qu'une molécule de H₂O au milieu de plusieurs molécules de D₂O est plus visible aux neutrons que l'inverse.

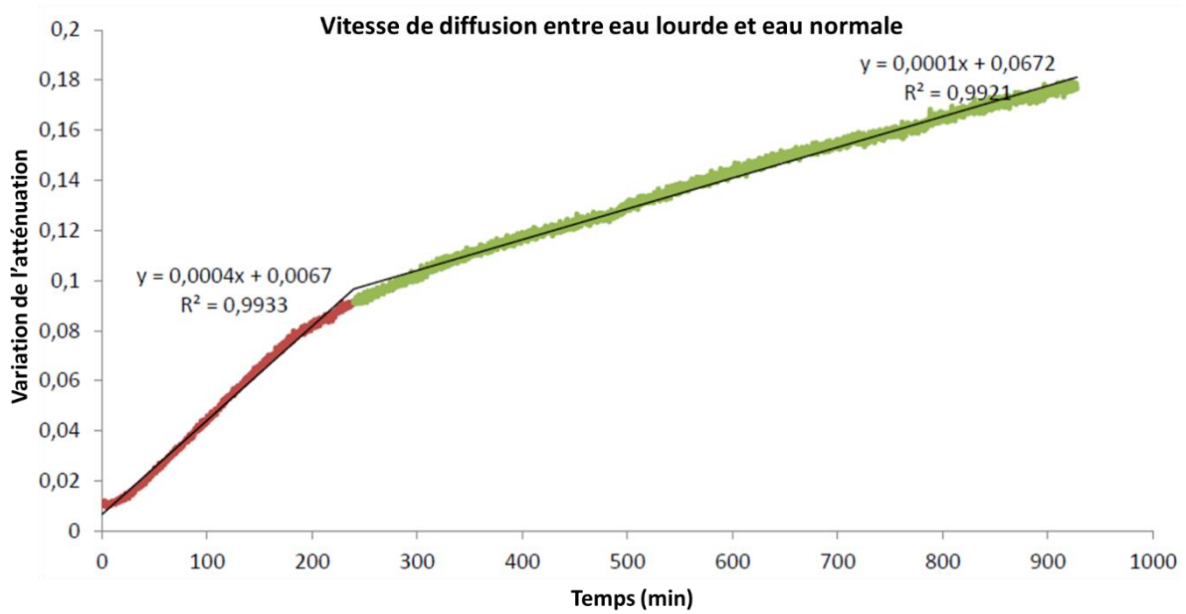


Figure 2-9 : Vitesse de diffusion entre l'eau lourde et l'eau normale

Après 7.5 heures de contact entre D_2O et H_2O et pour un tube de diamètre 12 mm, la diffusion prend place sur une longueur de 2 cm à peu près avec une variation normale autour de l'interface (figure 2-10).

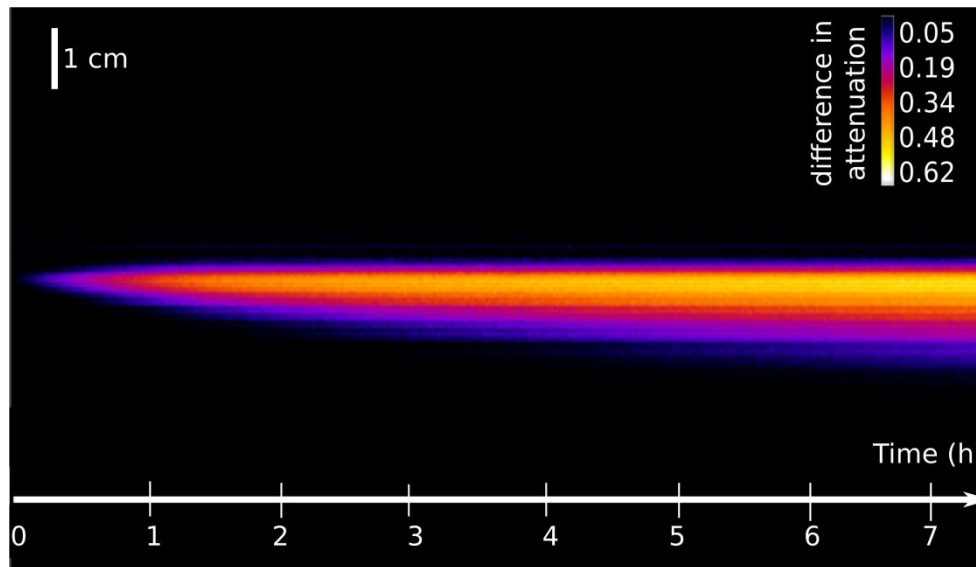


Figure 2-10 : Variation de l'atténuation par rapport à l'état initial dans le mélange (H_2O - D_2O) au cours du temps

Durant la diffusion des deux eaux, les échanges hydrogène / deutérium dans le mélange mènent à une eau semi-lourde (HDO) [Dahal et al. 2012]. Le test réalisé est important pour caractériser la diffusion. Toutefois, il est loin de représenter ce phénomène dans le béton. En fait, il faut distinguer un front avec une diffusion chimique dans un tube de section constante, de la propagation dans un milieu extrêmement complexe où l'eau normale va remplacer progressivement l'eau lourde par convection. Imaginons un pore sphérique (réservoir) avec

une petite entrée et une petite sortie (robinet). On a de grandes difficultés à imaginer pour 2 fluides miscibles que le liquide A va chasser le liquide B selon un front net. Ce qui peut arriver dans un tube, ne peut pas arriver dans un réservoir où les 2 eaux vont se mélanger et l'une va remplacer l'autre sur la base des statistiques d'arrivée et de départ des molécules d'eau H₂O.

Durant nos tests de perméabilité, l'injection de H₂O dans l'échantillon de béton en D₂O sera faite d'une manière continue et les radiographies seront de l'ordre de quelques secondes. Il était préférable que ces deux eaux soient non miscibles pour que la distinction du front dans les images soit plus facile, mais vu leurs propriétés physiques et chimiques presque identiques (2.3.2.1) ainsi que le fort contraste qui existe entre eux (2.3.2.2), l'utilisation de ces deux types d'eau était indispensable pour la réalisation de nos tests. Dans cette thèse, le processus de diffusion est considéré lent par rapport à nos essais, de sorte qu'il peut être négligé.

2.3.3 Confection des échantillons de béton

La formulation du béton constitutif des échantillons est présentée à la section 2.3.1. La dimension des échantillons (diamètre D = 7 cm) et des granulats (maximum 8 mm) ont été choisies pour cette étude pour avoir un échantillon représentatif.

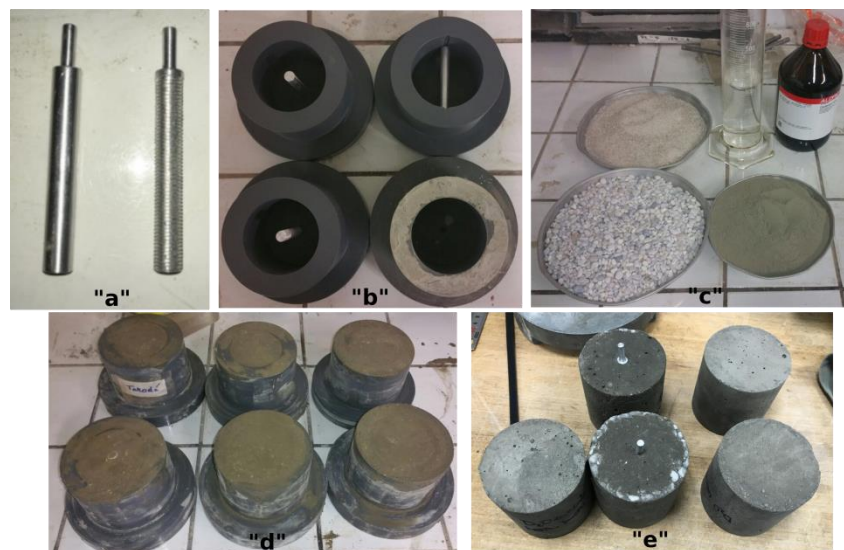


Figure 2-11 : Préparation des échantillons de béton en eau lourde : (a) armatures en aluminium lisse et spirale de 1 cm de diamètre, (b) moules en PVC, (c) constituants utilisés pour le béton (gravier, sable, ciment, eau lourde et eau normale), (d) gâchage du béton dans les moules cylindriques, (e) Différents échantillons de béton (sain, avec armature verticale spirale ou lisse et avec armature horizontale lisse)

La mise en œuvre du coulage de béton est établie selon la norme [NF P 18- 404]. Le béton est confectionné en mettant dans l'ordre le gravier puis le sable et finalement le ciment. Le mélange est brassé à sec pendant une minute environ. Ensuite l'eau, lourde ou normale selon les conditions, est ajoutée progressivement et l'ensemble est brassé durant approximativement 2 min. Le béton est versé dans les moules cylindriques en PVC. Eventuellement, les moules ont été adaptés pour maintenir une armature lors du coulage. Le temps de vibration du béton frais est de 30 s. Afin de conserver les conditions d'hydratation du béton, les échantillons sont

couverts par des films en plastique pour éviter un séchage précoce. Après 24 heures, les échantillons sont démoulés et immergés dans l'eau (H_2O ou D_2O selon la nature du béton confectionné) pour les maintenir saturés autant que possible.

Afin de confectionner les échantillons de béton avec une armature, des tiges en aluminium (pour avoir une faible atténuation des neutrons) lisse et spirale ("spirale" d'un point de vue géométrique pour représenter une armature à haute adhérence HA en acier) de 1 cm de diamètre ont été fabriquées (figure 2-11-a). De même, des moules spécifiques en PVC ont été conçues avec des trous pour pouvoir fixer les armatures verticales (parallèles au sens du coulage du béton) au centre du cylindre et l'armature horizontale (perpendiculaire au sens du coulage du béton) à une hauteur de 3.5 cm dans le cylindre (figure 2-11-b).

Après démoulage du béton, les bouts d'aluminium qui sortaient des échantillons du béton (figure 2-11-e) ont été coupés grâce à une rectifieuse cylindrique. Ensuite, tous les échantillons de béton sont passés à la rectifieuse plane pour avoir des surfaces horizontales parallèles et lisses.

A noter que les échantillons de béton D_2O et H_2O coulés avaient la même formulation et le même rapport massique eau-ciment e/c vu que la quantité d'eau a été pesée donc forcément le volume du D_2O dans le béton D_2O était plus faible que le volume du H_2O dans le béton H_2O . Il était remarqué aussi que l'hydratation et la prise du béton D_2O était ralenti, il fallait attendre plus que 2 jours pour démouler les échantillons D_2O contrairement aux échantillons H_2O qui étaient démoulés après un jour. Bien qu'aucune recherche n'existe dans la littérature sur le béton en eau lourde, on trouve des auteurs qui ont étudié l'hydratation des composants du ciment Portland ordinaire (C_3S) avec de l'eau lourde [Christensen et al. 1985, King et al. 1988]. Ils ont remarqué aussi que l'hydratation est ralentie ce qui est en accord avec ce qu'on a observé. Les courbes d'évolution de la chaleur pour le C_3S/H_2O sont montrées dans la figure 2-12. La fin de la période d'induction d'environ 2.6 h avec H_2O est retardée, à environ 16.6 h avec D_2O et le temps au pic de la courbe était retardé de 14.6 h à 50 h environ. La hauteur du pic était également très réduite lorsque le D_2O était utilisé. Cependant, les valeurs totales de production de chaleur intégrée prises jusqu'à la fin du deuxième pic thermique étaient remarquablement similaires lorsqu'on utilisait H_2O ou D_2O , les deux étaient d'environ $20 Jg^{-1}$. En fait, la courbe de sortie de chaleur intégrée en fonction du temps pour la pâte C_3S/H_2O peut être reproduite d'une manière rapprochée en multipliant la composante du temps des données de sortie de chaleur C_3S/D_2O par un facteur de 2.7. Selon les auteurs, cela provient vraisemblablement d'une vitesse de dissolution plus lente de C_3S dans D_2O par rapport à H_2O . Ainsi, le taux de changement des concentrations en solution est un facteur important dans la réaction d'hydratation et ceci se reflète dans le fait que la vitesse globale de réaction tout au long du processus d'hydratation est ralentie lorsque D_2O est utilisé.

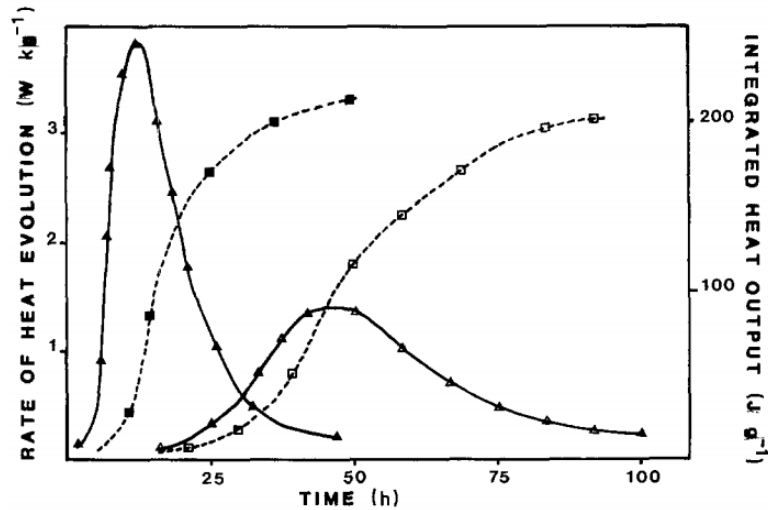


Figure 2-12 : Graphique montrant la vitesse d'évolution de la chaleur et la production de chaleur intégrée à partir de C₃S hydraté avec (•) H₂O et (o) D₂O. Le rapport eau / solide utilisé était de 0.5 et la température était de 25 °C [King et al. 1988]

Afin de comprendre l'impact de ces deux liquides sur les propriétés mécaniques du béton, un essai de compression simple à la Schenck au Laboratoire 3SR a été réalisé sur deux éprouvettes de béton D₂O et H₂O après 15 mois de coulage et saturation. Le test (voir figure 2-13) nous a montré que la résistance mécanique de deux types de béton était la même et les deux courbes contrainte-déformation de deux échantillons sont pratiquement superposées. Ce résultat est en corrélation avec la chaleur d'hydratation qui ne varie pas dans le cas où le C₃S est coulé avec D₂O ou avec H₂O. A noter qu'une répétabilité des tests est recommandée dans le futur afin de valider ce point.

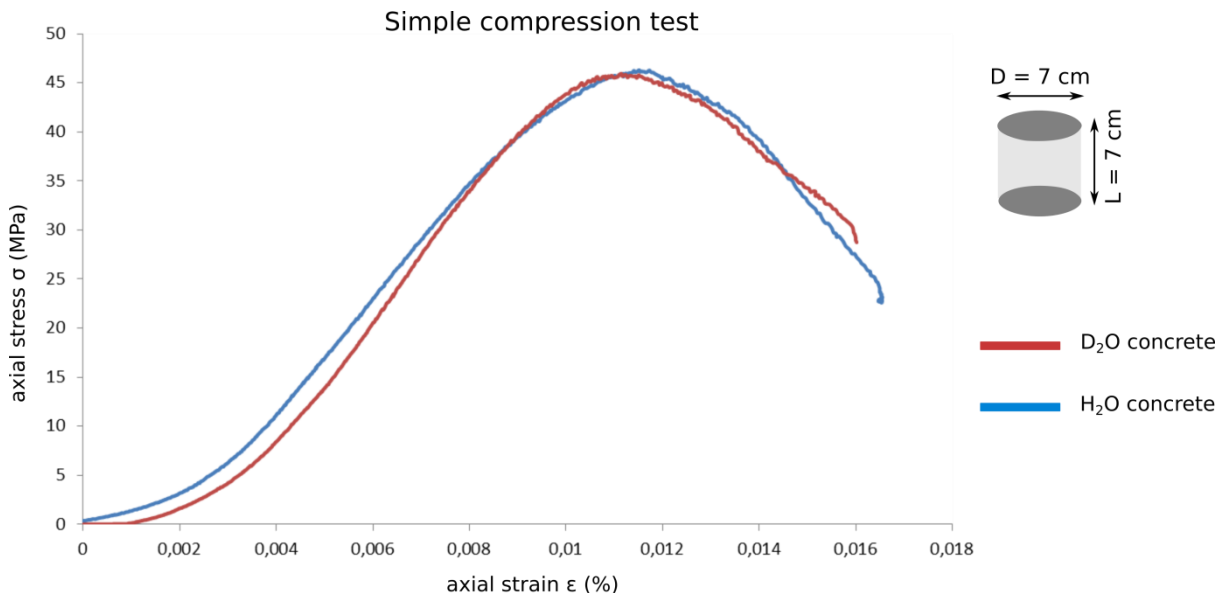


Figure 2-13 : Test de compression simple des deux échantillons de béton H₂O et D₂O

Chapitre 3

Validation de la procédure expérimentale

L'objectif de cette étude préliminaire est de valider le dispositif expérimental en termes d'atténuation des différents matériaux dont le choix de la membrane, de temps d'acquisition des images, de paramètres du faisceau de neutrons, ceux de l'injection, etc. Pour ce faire, nous avons réalisé un essai sur une éprouvette coulée et saturée en eau lourde. L'essai préliminaire a été réalisé en injectant de l'eau normale dans un échantillon de béton préparé et saturé en eau lourde à l'instrument D50 à l'ILL. Le front entre ces deux types d'eau est suivi dans l'espace et le temps avec une combinaison de radiographies et de tomographies neutroniques. De même, des tests de perméabilité, sans neutrons, sous différentes pressions de confinement, ont été effectués au laboratoire (hors faisceaux) pour deux échantillons de béton, l'un coulé et saturé avec de l'eau lourde et l'autre avec de l'eau normale. Ces tests sans imagerie ont pour but de comprendre l'effet de la pression de confinement et de la nature de l'eau utilisée pour le coulage (H_2O ou D_2O) sur la perméabilité du béton.

3.1 Choix des membranes

Afin de sceller l'échantillon pendant l'essai et d'empêcher la pénétration du fluide de confinement et surtout la percolation préférentielle le long des bords de l'échantillon, une membrane est nécessaire. L'imposition de la pression de confinement élevée nécessite une membrane avec une bonne résistance mécanique, tout en étant suffisamment flexible pour s'adapter à l'état de surface externe de l'échantillon et ayant une faible atténuation des neutrons. La tolérance aux changements de taille de l'éprouvette du béton est aussi un critère important qui est pris en compte. En effet lors de l'utilisation du béton, le contrôle des dimensions des échantillons avec une précision d'un millimètre est fastidieux à assurer car certains phénomènes de retrait se produisent nécessairement pendant le durcissement et donc les dimensions externes peuvent varier légèrement au cours du temps.

Trois membranes (néoprène, aluminium et téflon) ont été proposées et testées avec un échantillon de béton sous une pression de 50 MPa afin de choisir la plus appropriée (voir figure 3-1 et tableau 3-1). Les essais mécaniques ont été effectués avec un échantillon de béton de 7 cm de diamètre et de longueur, dans la cellule Hassler conçue (2.1.1), tout en appliquant une pression de confinement de 50 MPa afin de valider l'étanchéité de différentes membranes. Par ailleurs, les scans aux neutrons des membranes ont été faits sans échantillons afin de caractériser l'atténuation de chaque membrane.

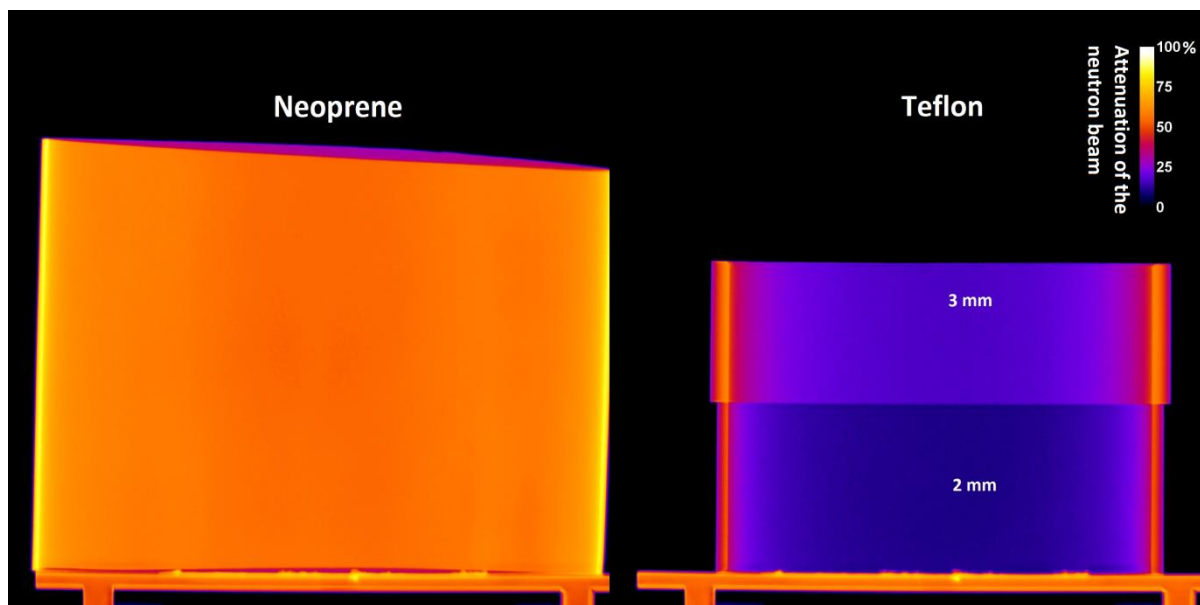


Figure 3-1 : Atténuation aux neutrons des membranes en téflon et néoprène [Yehya et al. 2018]

Tableau 3-1 : Résistance mécanique et atténuation des membranes [Yehya et al. 2018]

Membrane	Atténuation aux neutrons	Résistance de la membrane à une pression supérieure à 50 MPa
Aluminium 0.5 mm	≈ 1% (calculé)	NON
Téflon 2 – 3 mm	10% – 16%	OUI
Néoprène 0.5 mm	55 %	OUI

Du point de vue de l'imagerie, la membrane en aluminium pur est presque transparente aux neutrons, elle est donc la meilleure candidate selon ce critère. Toutefois, cette membrane n'a pas résisté à plus de 20 MPa de pression de confinement. Une rupture à 2 cm au-dessus du joint torique et des déformations importantes autour des aspérités externes de l'échantillon ont été constatées. Malheureusement, il n'est pas possible d'augmenter l'épaisseur pour gagner en résistance sans diminuer fortement sa souplesse nécessaire à l'adaptabilité à l'état de surface. L'aluminium a donc été écarté comme matériau constitutif de la membrane.

D'autre part, la membrane en néoprène, largement utilisée dans le domaine, résiste à une pression de confinement de 50 MPa mais atténue significativement (plus de 55%) le faisceau de neutrons en raison de la forte teneur en hydrogène (Notez que cette membrane atténue plus qu'un échantillon cylindrique de béton de 7 cm de diamètre !). Elle n'a donc pas été retenue pour nos essais.

Les membranes en téflon d'une épaisseur de 2 mm ont montré une bonne résistance mécanique (pas de rupture de la membrane à 50 MPa de confinement). De même, leur atténuation neutronique d'environ 10% du faisceau est comparativement faible et acceptable. Ces membranes sont aussi flexibles, il était remarqué qu'elles collent sur les aspérités de l'échantillon sans se déchirer tout en restant étanche. De plus, elles sont réutilisables et ne nécessitent pas un ajustement diamétral à moins d'un millimètre près du diamètre externe de l'échantillon.

À la suite de différents critères d'analyse et de comparaison (voir tableau 3-2) comportant la résistance mécanique des membranes, leurs atténuations du faisceau de neutrons, leurs flexibilités et leurs tolérances aux changements de taille de l'éprouvette du béton : La membrane en téflon de 2 mm d'épaisseur présente le meilleur compromis et sera adaptée pour la suite de nos essais dans cette thèse.

Tableau 3-2 : Critères d'analyse et de comparaison de différentes membranes étudiées

Membrane	Résistance mécanique	Atténuation des neutrons	Flexibilité	Tolérance aux imperfections de taille
Aluminium	+	+++	-	-
Néoprène	+++	-	+++	+++
Téflon	+++	++	++	++

3.2 Comparaison entre les tomographies par neutrons et par rayons X du béton en eau lourde

Une tomographie aux neutrons de l'échantillon de béton D₂O (utilisé pour le test préliminaire – section 3.4) dans sa membrane a été prise avant de le monter dans la cellule. Cette tomographie a été acquise en prenant 5034 radiographies (3 projections par position afin de réduire le bruit dans les images) de 2 s d'exposition sans binning² (images de 2048 x 2048 pixels) sur 360 degrés. La figure 3-2 montre l'atténuation de l'échantillon de béton D₂O saturé à l'intérieur de la membrane. Dans l'image, il est clair qu'il existe une région où les neutrons sont fortement atténués, correspondant à un film d'eau lourde qui interfère la membrane et l'échantillon, qui a été ajouté pour éviter l'évaporation et pour maintenir l'échantillon saturé pendant que le test est effectué. Cette eau sera poussée à l'extérieur de l'échantillon lorsque la

² Binning est la procédure de fusion d'un groupe de pixels en un seul pixel. En tant que tel, dans un binning 2, un tableau de 4 pixels devient un seul pixel plus grand qui réduit le nombre total de pixels. Dans notre cas, l'utilisation de binning 2 images conduit à des images de 1024 x 1024 pixels. Le binning réduit le bruit (au prix d'une taille de pixel doublée). La lecture directe de l'appareil photo en mode groupé peut également réduire l'impact du bruit de lecture.

pression de confinement force la membrane à entrer en contact avec l'échantillon, déforme ainsi le milieu poreux et le contracte. Dans sa contraction, ce film d'eau lourde sera expulsé. Par ailleurs, la porosité est plus grande à la surface en raison de l'effet de paroi dans le moulage d'un milieu granulaire. Cette porosité est probablement pleine d'eau lourde qui atténue plus que la pâte de ciment. Comme nous pouvons le voir, l'échantillon n'était pas complètement saturé (les zones claires correspondent en fait à des pores vides) puisqu'il a été seulement maintenu dans l'eau pendant un mois avant l'essai sans effectuer la technique de saturation sous vide. Ces pores vides peuvent correspondre aussi à des pores isolés qui restent vides même sous eau. A noter que la réalisation de cette tomographie nette serait impossible si l'eau normale H_2O avait été utilisée à la place de l'eau lourde D_2O .

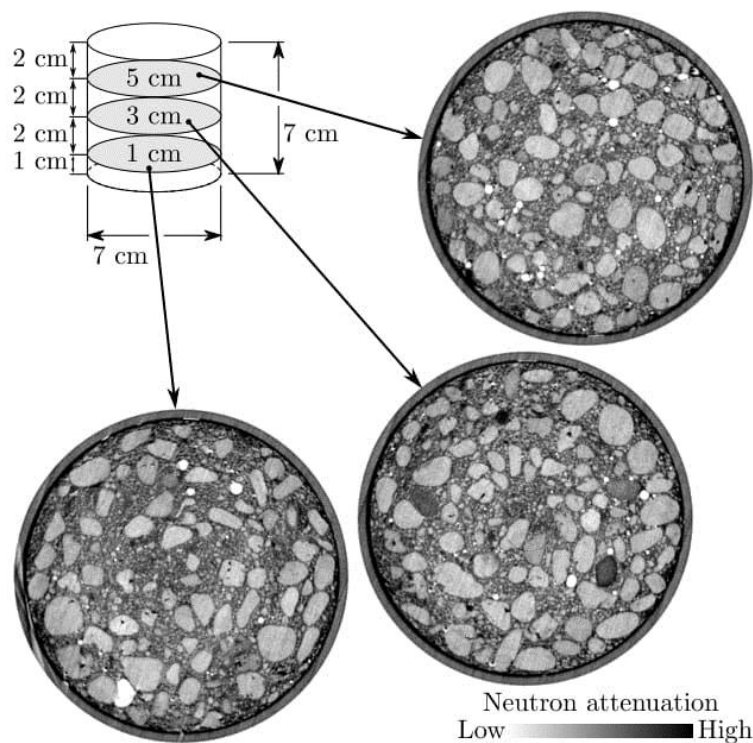


Figure 3-2 : Coupes horizontales de la tomographie 3D reconstruite de l'échantillon de béton saturé en eau lourde dans sa membrane en Téflon avant le début de l'injection d'eau normale dans différentes positions de l'échantillon (1 cm, 3 cm et 5 cm) [Yehya et al. 2018]

La figure 3-3 montre deux coupes horizontales du même échantillon en utilisant les deux techniques d'imagerie (neutrons et rayons X^3). Bien que l'image soit plus nette avec les rayons X puisque la résolution est plus élevée (dans ce cas, la résolution est de $50 \mu m$ avec les rayons X et de $100 \mu m$ avec les neutrons : cette valeur est guidée par le choix de différents paramètres comme le temps d'exposition, l'intensité, le binning, etc.), l'atténuation des rayons X par la matrice de ciment est très proche de celle des agrégats, ce qui signifie qu'ils sont difficiles à distinguer. Malgré que visuellement cela semble facile, la segmentation est

³ La tomographie aux rayons X a été réalisée sur le scanner à rayons X micro-focus du Laboratoire 3SR et la tomographie par neutrons a été réalisée sur NeXT-Grenoble. Attention : NeXT-Grenoble est équipé de son propre scanner à rayons X micro-focus depuis l'année 2018.

beaucoup plus compliquée avec les tomographies X. Un travail de thèse dans le Laboratoire 3SR se concentre sur la résolution de ce problème en développant des outils pour le traitement des images [Stamati et al. 2018]. De même le contraste entre l'air et le D₂O est trop faible ce qui ne permet pas de distinguer un pore vide d'un pore saturé. Tandis qu'avec les neutrons, nous pouvons visualiser les agrégats, la pâte de ciment et les pores, mais avec une résolution plus faible. A noter que ces deux techniques peuvent être combinées afin de bien détecter les granulats [Tudisco et al. 2017].

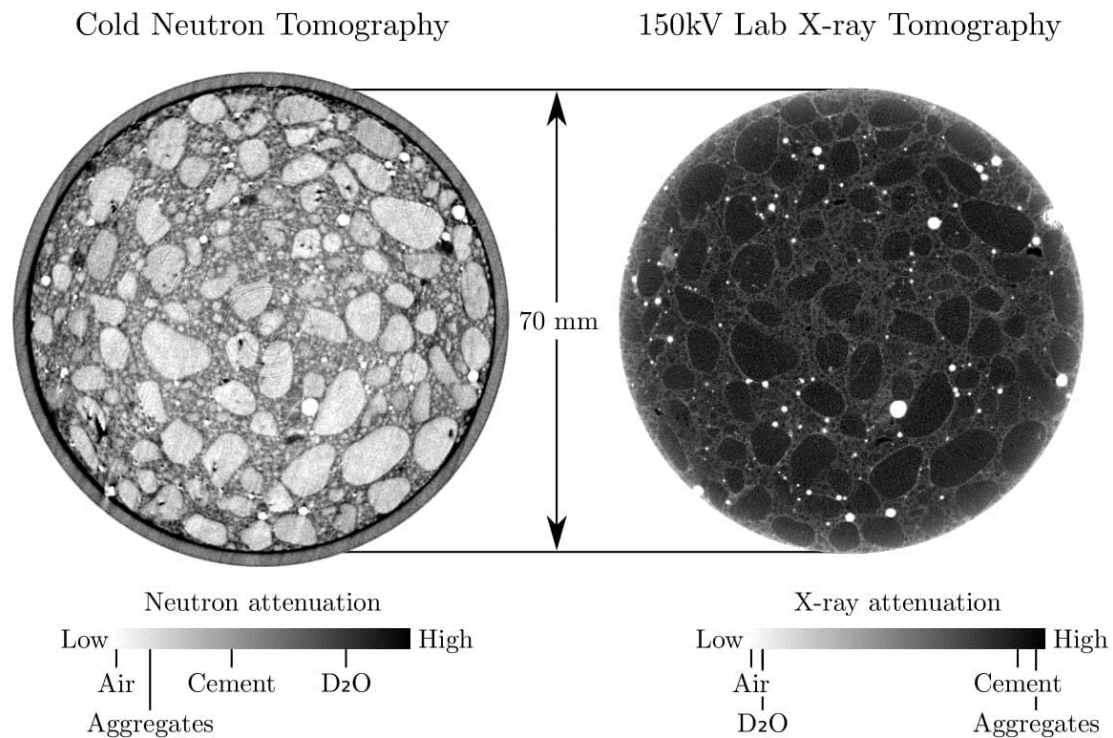


Figure 3-3 : Coupe issue d'une tomographie d'un échantillon cylindrique de béton en eau lourde de 7 cm de diamètre par imagerie neutronique (à gauche) et par rayons X (à droite) [Yehya et al. 2018]

3.3 Caractérisation de l'atténuation de la cellule Hassler

Afin de caractériser le temps des scans (radiographie, tomographie) durant nos essais sous pression, un test simple a été effectué en changeant le temps d'exposition aux neutrons tout en quantifiant la résolution. La mire de Siemens est utilisée [Duarte Pento et al. 2017]. C'est un dispositif utilisé pour mesurer la netteté des images. Il se compose d'un motif de "rayons" sur un fond sombre, qui rayonnent d'un centre commun et deviennent plus larges à mesure qu'ils s'en éloignent. Théoriquement, les rayons ne se rencontrent qu'au centre exact de l'étoile. La résolution est indiquée visuellement, par exemple une résolution de moins de 100 μm est obtenue si on arrive à voir à l'œil nu dans les radiographies les rayons lumineux de la 2^{ème} tranche des rayons entre le 1^{er} et le 2^{ème} cercle (figure 3-4).

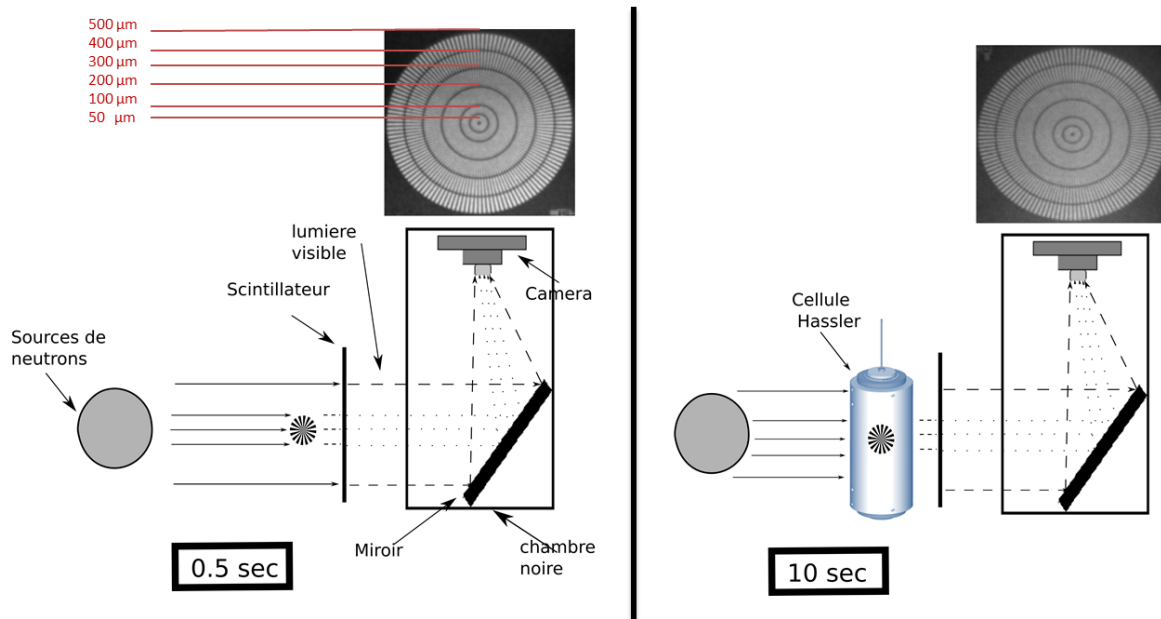


Figure 3-4 : Test d'atténuation de la cellule Hassler en utilisant la mire de Siemens

En fixant une taille de pixels de l'ordre de 300 μm , le temps d'exposition aux neutrons doit être de 10 s en présence de la cellule pour des radiographies en binning 2. Toutefois, cette résolution est obtenue pour les radiographies du Siemens prises sans cellule, pour un temps d'exposition de 0.5 s. A noter qu'on a intérêt à diminuer le temps d'exposition autant que possible sans trop affecter la résolution. Ce temps d'exposition de 10 s est réduit à 6 s après les travaux effectués à l'instrument D50 qui ont permis d'avoir un faisceau de neutrons plus intenses dans les essais futurs (voir 4.3). Précisons qu'un test d'atténuation aux rayons X avec le tomographe du Laboratoire 3SR a montré qu'il n'y a aucune possibilité de voir à travers cette cellule avec cette technique.

Pour la correction des images, il est important de prendre des images « sombres » et « plates » (1.4.1) avec un temps d'exposition de 10 s. Le problème c'est qu'avec 10 s d'exposition sans cellule, on sature la caméra avec le flux important de neutrons. La technique adoptée sera de prendre des images « sombres » de 10 s et des images « plates » de 0.5 s d'exposition. Pour la correction, les images « plates » seront multipliées ainsi par 20 dans la formule de Beer-Lambert en supposant que la caméra est linéaire. L'équation 1.15 devient dans ce cas :

$$I_n = \frac{I - I_{\text{dark}}}{20 \times I_{\text{flat}} - I_{\text{dark}}} \quad (3.1)$$

Concernant l'activation de la cellule, après 3 min d'exposition aux neutrons, le débit de dose était de 360 $\mu\text{Sv/h}$ sur le bord de la cellule après 5 min d'arrêt du faisceau. Il fallait attendre à peu près 15 min pour pouvoir toucher la cellule et la sortir de l'instrument (le débit de dose était de 62 $\mu\text{Sv/h}$ tandis que le débit maximal admissible est de 100 $\mu\text{Sv/h}$ pour toucher un échantillon – section 1.3.4). Comparant à l'activation de l'aluminium aux neutrons, le temps d'attente est raisonnable pour le titane.

3.4 Test du béton sous pression avec imagerie aux neutrons

3.4.1 Caractéristiques de la ligne de faisceau durant le test

Le tableau 3-3 montre les caractéristiques de la ligne de faisceau utilisée durant ce test. La longueur de collimation est d'environ 10 m et le diaphragme (D) est de 15 mm au moment de l'essai, bien que la radioprotection ait été récemment améliorée pour permettre des diaphragmes allant jusqu'à 30 mm ce qui signifie un faisceau plus intense et plus de neutrons (essais réalisés plus tard 4.3). Le flux de neutrons à l'instrument, pour un rapport de collimation de L/D égale à 660, est d'environ $10^8 \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}\text{mA}^{-1}$.

Tableau 3-3 : Caractéristiques du faisceau de neutrons durant le test préliminaire

Flux de neutrons ($\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}\text{mA}^{-1}$)	10^8
Energie moyenne des neutrons (meV)	12.3
Longueur d'ondes (Å)	3
Rapport de collimation utilisé (L/D)	660
Scintillateur	$^6\text{LiF/ZnS}$ 100 μm
Diamètre maximal du faisceau de neutrons (mm)	240
Caméra	Hamamatsu Orca 4.0V2
Lentilles	Canon 50 mm f/1.4
Taille de l'image (pixel, 16 bits)	1024 x 1024 (binning 2)
Temps d'exposition pour une radiographie (s)	10
Taille d'un pixel ($\mu\text{m}/\text{pixel}$)	100

3.4.2 Test préliminaire

Le montage de l'expérience détaillé dans la section 2.2 a été préparé, comme indiqué dans la figure 3-5. La pompe utilisée pour maintenir la pression de confinement était la pompe Sanchez VPSSH 6/700 pour des raisons de disponibilités. Pendant l'essai, elle a été remplie de D_2O et la pression a été réglée à 30 MPa. En revanche, la pompe d'injection utilisée était la pompe haute pression neMESYS XL 7000N de Cetoni (Voir section 2.1.2.1). Cette pompe était saturée en H_2O et rechargée à distance au cours de l'expérience grâce à un réservoir rempli de H_2O . Après un confinement stable, on injecte à 20 MPa. Cette pression a été optimisée en fonction de la vitesse de l'instrument d'imagerie et du temps de faisceau disponible. Le faisceau de neutrons a été orienté par un collimateur avant qu'il passe à travers la cellule et l'échantillon. Les neutrons transmis sont ensuite convertis en lumière visible par un écran scintillateur. La lumière émise est déviée par le miroir et enregistrée par la caméra (figure 1-10).

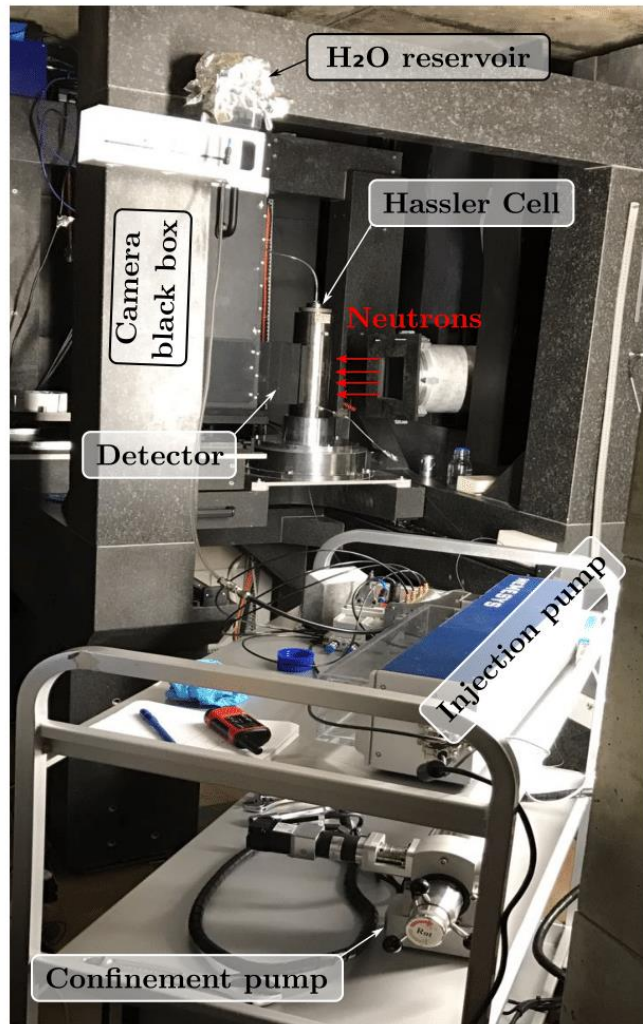


Figure 3-5 : Montage expérimental à la ligne de faisceaux NeXT à Grenoble à l'ILL [Yehya et al. 2018]

Pendant le processus de percolation de l'eau, une série de radiographies avec un temps d'exposition de 10 s ont été acquises pendant la phase d'injection, qui a duré environ 1h 40min. Le temps d'exposition aux neutrons a été choisi pour compenser l'atténuation de la cellule et du fluide de confinement. Périodiquement, l'injection a été interrompue pour acquérir des tomographies neutroniques plus longues afin de caractériser le front de H₂O en 3D. Des tomographies de 2 heures ont été lancées au cours de l'expérience. 720 projections ont été acquises, chacune étant le résultat de la moyenne de 3 projections, sur une rotation de 180 degrés (voir section 3.5). Le temps d'exposition était également de 10 secondes et les images ont été acquises en binning 2. Il est à noter que le nombre de projections choisi est une optimisation entre le temps du test et la résolution / qualité de l'image.

3.5 Résultats préliminaires

La figure 3-6 montre les radiographies neutroniques de l'écoulement d'eau normale (bleu - atténuation élevée) dans l'échantillon de béton saturé en eau lourde (vert - faible atténuation) pendant le test d'injection.

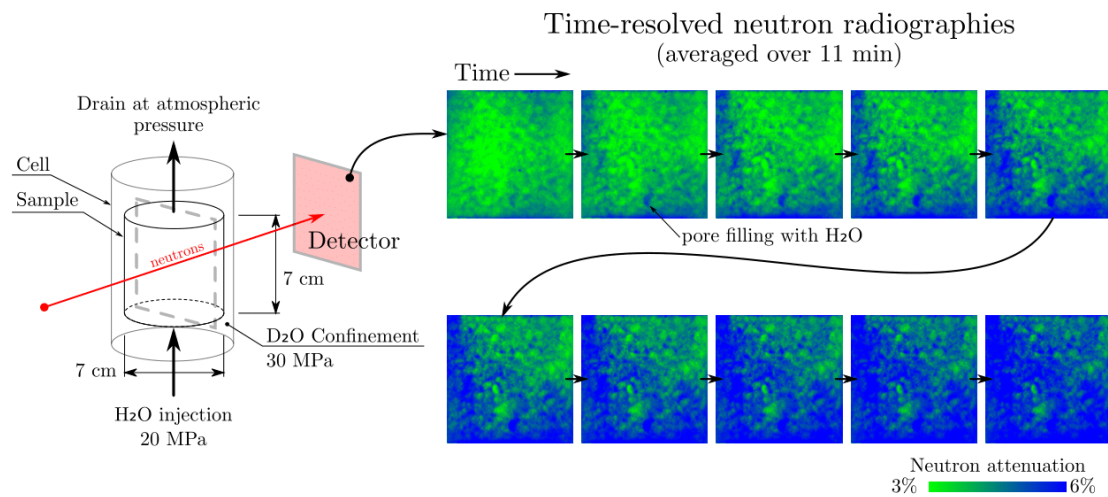


Figure 3-6 : Images de radiographie neutronique en laps de temps d'injection d'eau normale dans un échantillon de béton en eau lourde. Les radiographies sont moyennées sur 11 minutes. L'atténuation neutronique est l'atténuation mesurée nette de la cellule, le fluide de confinement et la membrane [Yehya et al. 2018]

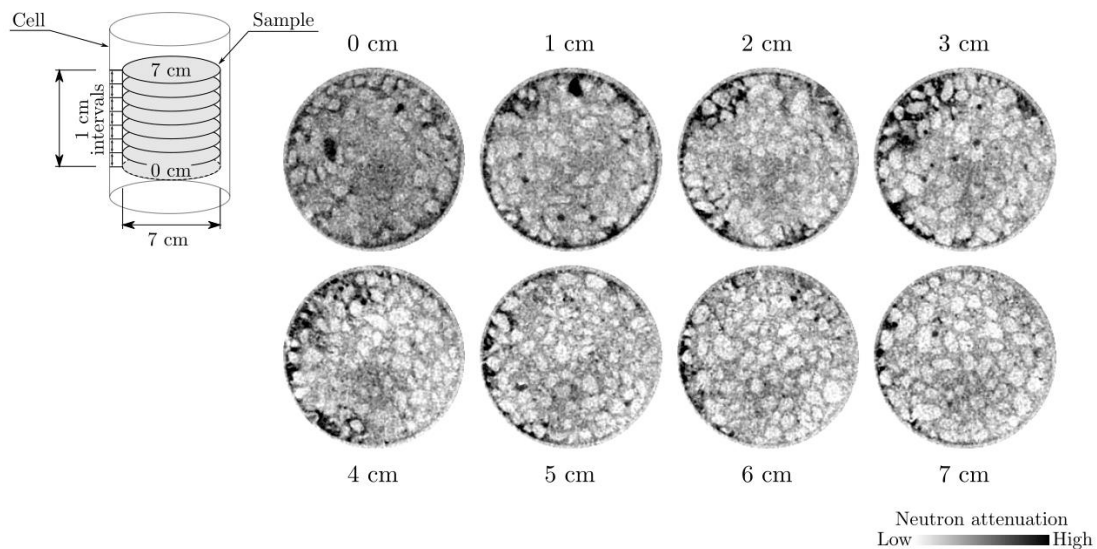


Figure 3-7 : Série de tranches horizontales montrant la répartition de l'eau dans les différentes positions de l'échantillon après 39 minutes d'injection [Yehya et al. 2018]

Une série de coupes horizontales de la tomographie 3D acquise après 39 min d'injection est montrée dans la figure 3-7, la distance entre deux coupes est d'environ 1 cm dans l'échantillon. On peut observer que l'eau normale percole plus rapidement sur les bords de l'échantillon surtout dans la partie gauche, de même cette tomographie montre la membrane qui se colle sur l'échantillon de béton pour épouser les aspérités. Il est aussi remarquable que l'eau percole directement dans les zones de porosité plus élevée du béton, notamment dans le grand pore visible (par radio et tomo) à 1 cm du fond de l'échantillon qui s'est rapidement rempli. L'état hétérogène de la teneur en eau normale qu'on voit dans la tomographie est la conséquence de la distribution hétérogène du réseau poreux dans le béton. La mesure de telle hétérogénéité permet d'accéder à un niveau d'informations avancées (plus fins) du champ de

flux dans le volume qui, contrairement aux considérations usuelles, n'est pas homogène même pour une éprouvette "saine".

3.6 Tests de perméabilité sans neutrons

Le choix de la pression de confinement joue un rôle important sur la perméabilité mesurée à l'eau. Dans le cadre du développement d'une perméamétrie environnementale, Colin [1990] réalise des essais sur des roches saturées pour des différentiels de pression variant de 0.2 à 15 MPa. Il met ainsi en évidence une baisse de perméabilité, de 10 à 55% selon la nature de la roche, lors de l'augmentation du différentiel de pression ΔP .

Ce phénomène a été étudié durant cette thèse, en réalisant des tests de perméabilité sur deux échantillons du béton cylindriques de 7 cm de diamètre ayant la même formulation, dont l'un a été coulé et saturé avec de l'eau lourde D_2O et l'autre avec de l'eau normale H_2O . A noter que l'échantillon D_2O testé est celui utilisé durant l'essai préliminaire (section 3.4.2).

La perméabilité à l'eau a été mesurée à différentes pressions d'injection (P_i) et de confinement (P_c) tout en gardant le rapport P_c/P_i constant et égal à 1.5. Durant ces tests, on a commencé par de basses pressions de confinement. Après avoir atteint le régime permanent (débit sortant stable), la perméabilité a été calculée avec la loi de Darcy (eq. 1.7) pour chaque pression. Les pressions de confinement ont été variées de 3 MPa jusqu'au 45 MPa. On s'est limité à cette pression pour des raisons de sécurité vu que la pression maximale d'utilisation de la cellule est de 50 MPa (2.1.1).

Ces tests de perméabilités classiques ont été réalisés au Laboratoire 3SR en injectant de l'eau normale pour les deux bétons à différentes pressions d'injection et de confinement. Pour le confinement, la pompe Gilson 305 a été utilisée vu qu'elle atteint la pression de confinement souhaitée rapidement comparée aux autres pompes. Alors que l'injection a été effectuée grâce à la pompe neMESYS XL 7000N de Cetoni contrôlée automatiquement durant l'essai (2.1.2.1). Le débit sortant a été enregistré par le débitmètre M12 de Bronkhorst (2.1.2.2).

Le tableau 3-4 montre les débits mesurés en régime permanent ainsi que les perméabilités à l'eau calculées à différentes pressions d'injection et de confinement pour les 2 types de béton étudiés (béton eau lourde D_2O et béton eau normale H_2O). Les cases vides signifient que l'essai de perméabilité n'était pas fait à la pression indiquée. A noter que les valeurs de très faibles débits qui ne peuvent pas être mesurés par le débitmètre ($<0.1g/h$) ont été déduits de la variation du volume d'eau injecté par la pompe Cetoni.

Tableau 3-4 : Mesure du débit moyen et de la perméabilité pendant le régime permanent pour 2 types de béton (Béton eau lourde et béton eau normale) à différentes pressions de confinement et d'injection

P_i / P_c (MPa)	Béton H₂O		Béton D₂O	
	Q (g/h)	K (m²)	Q (g/h)	K (m²)
2 / 3	11.3	2.9E-17	--	--
4 / 6	1.3	1.7E-18	--	--
5 / 7.5	0.47	4.8E-19	--	--
6 / 9	--	--	0.38	3.3E-19
8 / 12	0.51	3.3E-19	0.4	2.6E-19
10 / 15	0.08	4.1E-20	0.73	3.7E-19
15 / 22.5	0.03	1.0E-20	0.87	2.95E-19
20 / 30	--	--	0.4	1.0E-19
30 / 45	0.03	5.1E-21	0.48	8.1E-20

Afin de mieux visualiser et comprendre la variation de la perméabilité apparente en fonction de la pression de confinement, ces résultats ont été tracés sur une échelle logarithmique (voir figure 3-8). Le débit mesuré, et donc la perméabilité apparente, sont d'autant plus élevés que la pression de confinement est basse. Par exemple, un débit de 11.3 g/h a été enregistré pour une pression de confinement de 3 MPa. Cela s'explique par le fait qu'il faut une pression suffisamment grande pour plaquer la membrane de téflon (qui est rigide) sur les bords de l'échantillon et pour fermer les aspérités. Nous associons le changement de pente, et donc de régime, autour de 15 MPa de confinement au fait qu'à partir de cette pression, la membrane est pleinement plaquée à l'éprouvette et les écoulements entre elle et l'éprouvette sont empêchés. Il faut se rappeler que la pression qui plaque la membrane n'est pas de 15 MPa mais de 5 MPa puisque la pression d'injection est de 10 MPa. Par conséquent, nous considérons que les mesures de débits / perméabilité ne sont fiables que pour des pressions de confinement supérieures à 15 MPa.

Au-delà de ce phénomène, la pression de confinement semble jouer un rôle très important sur les mesures de perméabilité. Une diminution d'un ordre de grandeur ou plus de la valeur de perméabilité est trouvée lorsqu'on augmente la pression de confinement de 15 à 45 MPa par exemple. Cette baisse de perméabilité est certainement due à la fermeture des microfissures à de fortes pressions de confinement ce qui rend le béton moins perméable.

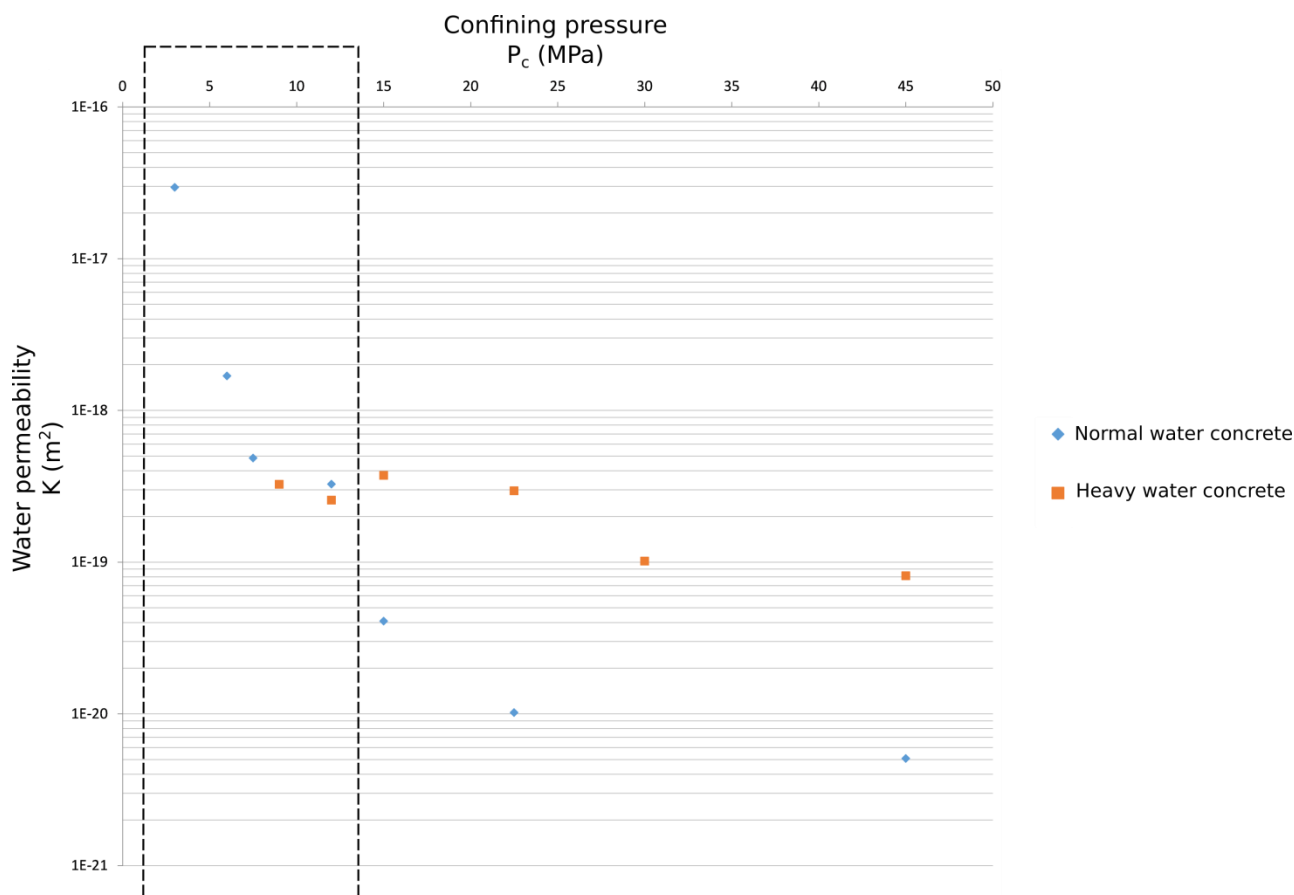


Figure 3-8 : Variation de la perméabilité mesurée à l'eau pour les différents types de béton (béton D₂O et béton H₂O) par rapport à la pression de confinement

Nous constatons que la perméabilité à l'eau est de 2-3 ordres de grandeurs inférieures aux valeurs communément rencontrées dans la littérature pour des perméabilités au gaz. C'est donc cohérent avec les comparaisons et les explications présentées au chapitre 1, section 1.2.5.

Il était étonnant que la perméabilité à l'eau de l'échantillon du béton H₂O fût inférieure d'un ordre de grandeur à peu près de celle du béton D₂O. Pour comprendre cette différence, on s'est retourné sur la bibliographie malgré qu'une étude existe sur des bétons en eau lourde. Une étude récente menée par [Zhou et al. 2017] a montré que la perméabilité du mortier à l'isopropanol est inférieure d'environ 1 à 2 ordres de grandeur à la perméabilité aux gaz en raison de la meilleure conservation de la structure des pores grâce au remplacement de l'isopropanol. La faible perméabilité anormale à l'eau (inférieure d'environ 3 à 4 ordres de grandeur par rapport à la perméabilité au gaz) est physiquement attribuée au gonflement du gel C-S-H spécifique à l'eau, ce qui rend la structure des pores plus fine à l'état saturé d'eau. En revanche, le traitement d'élimination de l'eau par échange avec l'isopropanol ou le séchage dans le cas de la perméabilité au gaz fait remarquablement grossir la structure des pores du matériau à base de ciment en raison de la contraction du gel C-S-H (figure 3-9).

Une explication possible pour la différence entre la perméabilité du béton à l'eau normale et celle à l'eau lourde se présente par le fait que l'eau normale H₂O interagit moins avec le gel

C-S-D que le gel C-S-H. D'où la structure des pores sera moins fine dans le béton D₂O que celle dans le béton H₂O et ainsi la perméabilité sera plus importante. Une répétabilité de ce test sera souhaitée pour les prochains travaux pour valider ce phénomène.

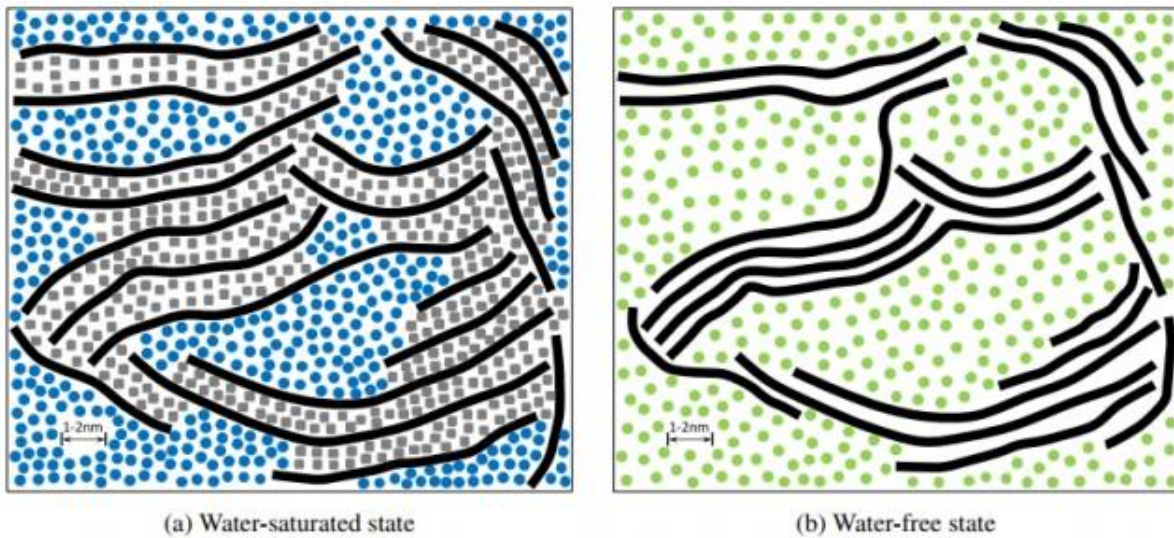


Figure 3-9 : La microstructure du gel de C-S-H à l'état saturé d'eau et sans eau (courbe noire, carré gris, cercle bleu et cercle vert représentent les interfeuillettes de CSH, l'eau liée chimiquement, l'eau adsorbée et d'autres fluides inertes plutôt que l'eau, respectivement) [Zhou et al. 2017]

3.7 Conclusion

Le test préliminaire effectué présente des résultats qualitatifs de l'imagerie neutronique sous haute pression nécessaire pour imposer des flux de fluides importants dans les milieux à faible perméabilité comme le béton. Malgré la complexité du système (cellule + film d'eau lourde + membrane de 2 mm en téflon + échantillon cylindrique de 7 cm de diamètre de béton saturé en eau lourde), le bon choix des matériaux a permis de voir à travers la cellule et d'obtenir un bon contraste de part et d'autre du front d'eau lourde et d'eau normale dans le béton. Dans les conditions de ce test, une résolution de 300 μm est atteinte à l'intérieur de la cellule pour un temps d'exposition de 10 s, ainsi une tomographie du béton sous pression avec une bonne résolution était validée. Le temps d'une tomographie est fonction du nombre de projections par chaque position multipliée par le temps d'exposition d'une radiographie.

L'essai réalisé aux neutrons sur le béton a montré que le front n'est pas homogène, ce qui ouvre la porte à de nombreuses questions concernant le transfert de propriétés dans le béton et le rôle clé joué par la porosité. Des tomographies sont envisagées pour relever la forme du front. Cette étude était une preuve de concept qui ouvre de nouvelles voies d'exploitation grâce à la combinaison d'instruments à haut flux de neutrons permettant de réaliser des tests sur des matériaux à faible perméabilité dans des délais raisonnables.

Des tests de perméabilité sans neutrons ont montré qu'avec notre système de mesure (cellule et membrane en téflon), une pression de confinement supérieure à 15 MPa doit être appliquée

pour bien plaquer la membrane sur l'échantillon de béton et avoir de mesures fiables de perméabilité. Il était remarquable aussi que l'augmentation de la pression de confinement diminue la perméabilité. La perméabilité du béton à 45 MPa de confinement est trouvée 10 fois plus faible que celle mesurée à 15 MPa. De même, On a constaté que la perméabilité du béton D₂O est environ 10 fois plus grande que celle du béton H₂O en raison de gonflement du gel C-S-H dans le cas du béton H₂O, ce qui rend la structure la structure des pores plus fine. Alors que dans le cas du gel C-S-D (c'est-à-dire du béton D₂O), ce phénomène serait moins important.

Chapitre 4

Campagne expérimentale et analyse des résultats

L'intérêt de la campagne expérimentale réalisée est d'imager des flux dans des éprouvettes hétérogènes. Les hétérogénéités que nous avons choisies sont représentées par des fissures et des armatures. Des tests de perméabilité sous faisceaux de neutrons ont été effectués sur des échantillons de béton en D_2O avec des armatures verticales (parallèles au sens de l'écoulement), ainsi que sur un échantillon fissuré avec une armature horizontale (perpendiculaire au sens de l'écoulement) et un autre fissuré sans armature. Les échantillons étudiés sont présentés dans la section 2.3.3. La fissuration a été induite en effectuant un test de compression simple. Afin de caractériser la porosité autour des armatures ainsi que pour détecter les macrofissures, des tomographies aux rayons X ont été lancées sur les échantillons testés.

L'objectif de cette étude est de construire une base de données avec des résultats sur les champs de vitesse calculés. Un code en Python est ainsi développé pour détecter le temps d'arrivée du front d'eau à chaque position de l'échantillon et d'estimer sa vitesse.

4.1 Analyse des images

Cette partie détaille l'analyse des images issues des essais réalisés aux neutrons et qui montrent l'avancée d'un front d'eau au cours du temps. Afin d'analyser ces images obtenues lors de la radiographie neutronique, un code en Python a été développé pour détecter la position et le temps d'arrivée du front d'eau dans l'échantillon et ainsi estimer sa vitesse. Les radiographies contiennent un certain nombre d'imperfections : bruit photonique, changement d'intensité du faisceau pendant le test, faible mouvement possible de l'échantillon pendant l'expérience et valeurs élevées individuelles sur certains pixels dues aux rayons gamma frappant le détecteur. De nombreux traitements doivent être effectués afin de surmonter ces problèmes et d'améliorer la netteté des images obtenues. Tout d'abord, les images sont corrigées par des images sombres et plates acquises avant l'essai (voir section 1.4.1). Par la suite, les artefacts du rayonnement gamma sont détectés et retirés de la radiographie en utilisant la procédure "remove outliers"⁴ implémentée dans le logiciel libre de traitement et d'analyse d'images ImageJ (Fiji). Un traitement optionnel sera de normaliser les images par rapport au temps. En fait, durant une succession de radiographies, la seule variation de l'intensité des pixels devrait se produire à l'intérieur de l'échantillon (puisque l'eau bouge) alors que l'intensité des pixels en arrière-plan (en dehors de l'échantillon) ne doit pas varier

⁴ « Remove outliers » remplace un pixel par la médiane des pixels qui l'entourent s'il s'écarte de la médiane de plus d'une certaine valeur (le seuil). Ce traitement est utile pour corriger, par exemple, les pixels chauds ou les pixels morts d'une caméra CCD.

d'une radiographie à une autre. Donc l'idée sera de sélectionner une région d'intérêt en arrière-plan pour calculer sa valeur moyenne, puis de normaliser tous les pixels de chaque image avec cette valeur. Après correction, il est possible de soustraire toutes les radiographies de la première dans chaque séquence afin d'avoir des images plus représentatives du front d'eau dans l'échantillon.

Un test d'imbibition dans du grès de Vosges réalisé aux neutrons a été utilisé pour développer un code qui permet de construire une carte de temps et ainsi un champ de vitesse. L'importance de ce test se présente par le fait que le front est bien défini et homogène dans l'échantillon. Durant ce test, 175 radiographies ont été prises et le temps d'exposition était de 10 s. La figure 4-1 montre l'évolution du front d'eau au cours du temps. A noter que les images présentées sont corrigées par les images sombres et plates et les mauvais pixels ont été éliminés.

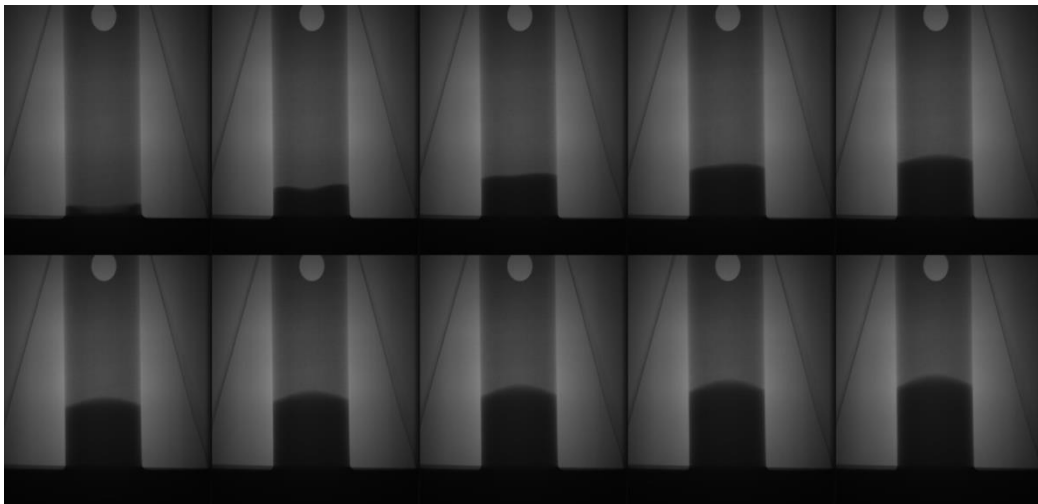


Figure 4-1 : Montage montrant l'évolution du front d'eau dans le grès des Vosges durant un test d'imbibition (le temps entre 2 images consécutives est de 6 min à peu près)

4.1.1 Carte de temps

Une carte de temps ou une « time map » est une quantification spatiale qui comporte les informations les plus importantes d'une pile d'images en 3D représentant l'évolution d'un front d'eau dans le temps. Aux pixels de cette carte de temps (c'est-à-dire aux positions dans l'échantillon), on associe le temps d'arrivée du front d'eau qui correspond au temps de la radiographie pour laquelle il y avait un vrai changement au niveau de gris. A noter que la valeur de gris d'un pixel ne doit pas changer dans le temps, sauf si l'eau est poussée dans l'échantillon ou si une déformation est appliquée.

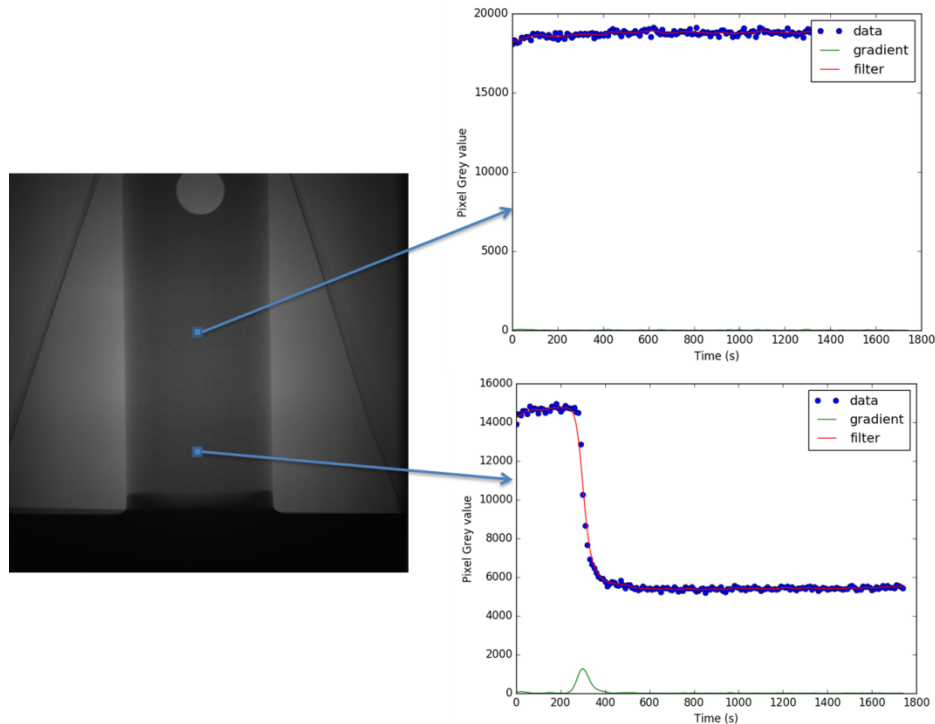


Figure 4-2 : Variations des niveaux de gris de deux pixels durant le temps dans l'échantillon de grès pendant un test d'imbibition

Pour chaque pixel, les valeurs de gris sont listées par rapport au temps des radiographies. Ainsi, un filtre gaussien est appliqué pour éliminer les mauvais pixels et un gradient est calculé. Finalement, le temps associé au pixel correspond à celui de la radiographie ayant le plus grand gradient. On suppose qu'il n'y a pas de changement lorsque le plus grand gradient est significativement faible par rapport à la moyenne des valeurs de gris. Dans cet exemple, on a considéré qu'un changement est obtenu lorsque le plus grand gradient est 5 fois plus grand que la moyenne des valeurs de gris dans chaque pixel. Cette condition peut être changée selon le contraste dans les images neutroniques.

Dans la figure 4-2, on trace les valeurs de gris dans le temps pour deux pixels dont l'un est franchi par l'eau (pixel en bas) et l'autre qui reste inchangé durant le test. Le passage de l'eau dans le pixel se représente par une chute dans le niveau de gris, ce qui se traduit par un pic dans le gradient cherché. Le pixel du bas prend ainsi la valeur de l'abscisse qui correspond au pic du gradient d'où une valeur de 300 s lui sera associée, alors qu'une valeur négative sera associée au pixel du haut.

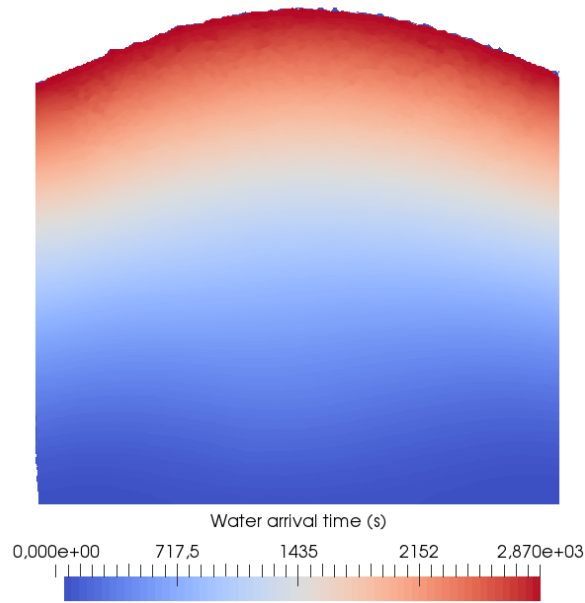


Figure 4-3 : Carte de temps du test d'imbibition dans de grès de Vosges

Une fois les valeurs de tous les pixels trouvés, la carte de temps sera construite (voir figure 4-3). Les isovaleurs dans cette carte reproduisent clairement la forme du front d'eau dans l'échantillon.

4.1.2 Champ de vitesse calculé

Après la construction de la carte du temps d'arrivée du front d'eau à chaque pixel, il faut estimer la vitesse (scalaire) de ce front. En fait, on n'a pas de vitesse particulière, on a juste un changement d'état d'une variable scalaire, cela ne peut pas donner de direction. Il faut donc forcément une hypothèse. Dans cette thèse, on a adopté l'hypothèse suivante : L'eau dans un pixel du front $i+1$ vient du pixel le plus proche du front i (voir figure 4-4). Cette hypothèse est à peu près valable pour la propagation de front dans un milieu homogène sans grande distorsion du front. Nous savons que cette hypothèse est discutable lors de la propagation préférentielle dans une fissure par exemple mais il ne nous a pas été possible dans le cadre de cette thèse de faire une autre hypothèse.

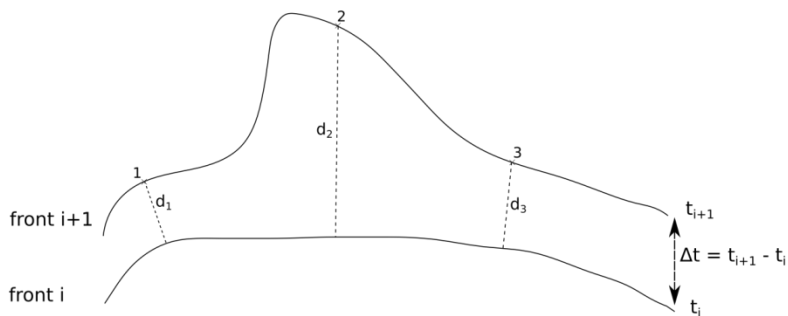


Figure 4-4 : Méthode adoptée pour calculer la vitesse du front

Dans la carte de temps et pour chaque pixel ayant un temps t_{i+1} , on cherche dans une zone d'étude définie la distance (en pixels) du pixel le plus proche ayant un temps t_i . A noter que

cette zone (carré centré au pixel étudié) est définie pour économiser le temps de calcul et ne pas chercher dans toute l'image, de même elle est adaptée aux dimensions de l'image surtout lorsqu'on est proche des bords. Finalement, la vitesse associée à un pixel est égale à la distance trouvée divisée par le temps entre les 2 radiographies. La figure 4-5 est une application du code sur la carte de temps calculée dans la section 4.1.1. La vitesse du front diminue progressivement en s'éloignant de la surface de contact entre l'échantillon et l'eau vu qu'il s'agit d'une imbibition. Cette vitesse est donnée en pixels/s. Cette unité sera convertie en $\mu\text{m/s}$ par exemple, en la multipliant par la taille du pixel ($\mu\text{m}/\text{pixels}$).

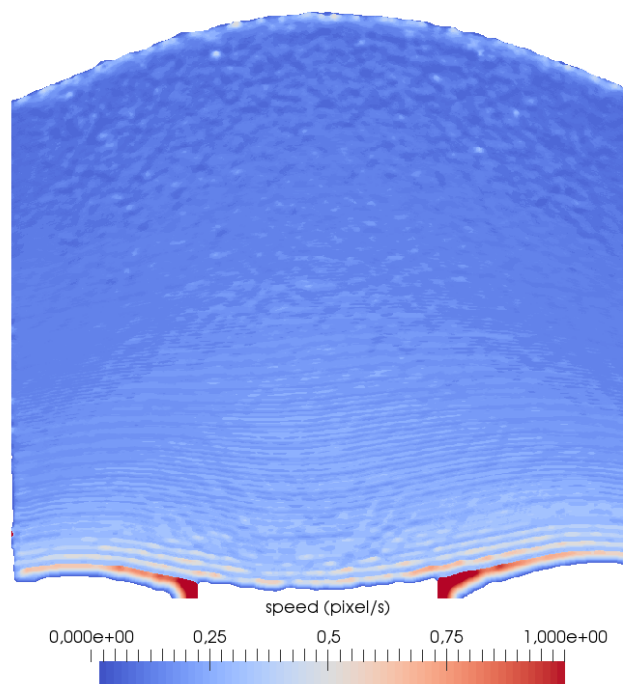


Figure 4-5 : Champ de vitesse calculé du test d'imbibition dans de grès de Vosges

4.2 Quantification de la macroporosité autour des armatures

Les propriétés de transfert du béton dépendent de la porosité et elles sont fortement influencées par la taille des pores et leur connexion. Etant donné la résolution des rayons X, on parle d'une macroporosité. Lorsqu'elle est connectée, elle participe le plus aux écoulements.

Afin de caractériser la macroporosité autour des armatures des échantillons présentés dans la section 1.4.3, des tomographies aux rayons X ont été faites au Laboratoire 3SR avec une taille de pixels de 50 microns.

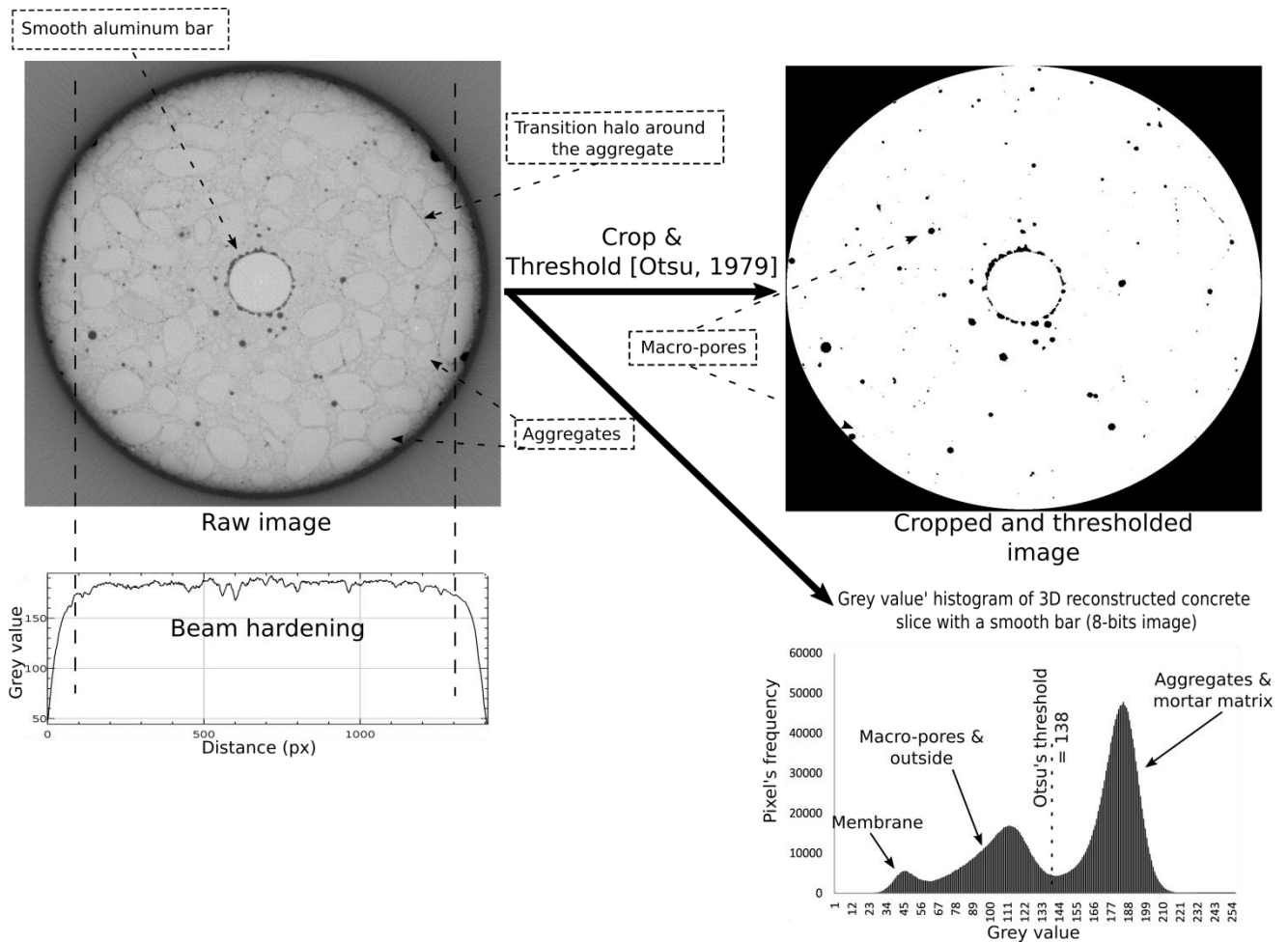


Figure 4-6 : Illustration montrant la méthode de seuillage utilisée pour extraire les macropores à partir de l'image brute d'une tomographie aux rayons X de l'échantillon de béton avec armature lisse

L'image brute reconstruite d'une coupe horizontale en 3D de la tomographie du béton avec une armature lisse montre qu'un bon contraste existe entre la barre en aluminium, les pores, et la pâte de ciment avec les granulats (qui ont plus au moins le même niveau de gris). Cela est traduit par les bosses dans l'histogramme des valeurs de gris dans la figure 4-6. De même, des auréoles de transition peuvent être visualisées autour de quelques granulats. Les tomographies présentent un artéfact qu'on appelle « durcissement du faisceau » ou « beam hardening ⁵ » ce qui crée une faible atténuation sur les bords de l'objet cylindrique. Afin d'éviter cela, les images brutes ont été recadrées en coupant la partie du cylindre qui présente le beam hardening. Ceci ne présente pas un problème vu que ce qui nous intéresse est l'étude de la porosité autour de la barre. Ensuite, les images sont seuillées et binarisées ⁶ selon la méthode d'Otsu [1979] implémentée dans Fiji. Une fois les images sont seuillées, on obtient la distribution spatiale des macropores (>50 µm).

⁵ Le beam hardening se caractérise dans l'image reconstruite par des traînées d'ombre et de surintensité proche des matériaux de forte densité. Ainsi, l'atténuation des rayons au centre de l'objet est plus importante que sur les bords.

⁶ La binarisation est une opération qui produit deux classes de pixels, en général, ils sont représentés par des pixels noirs et des pixels blancs

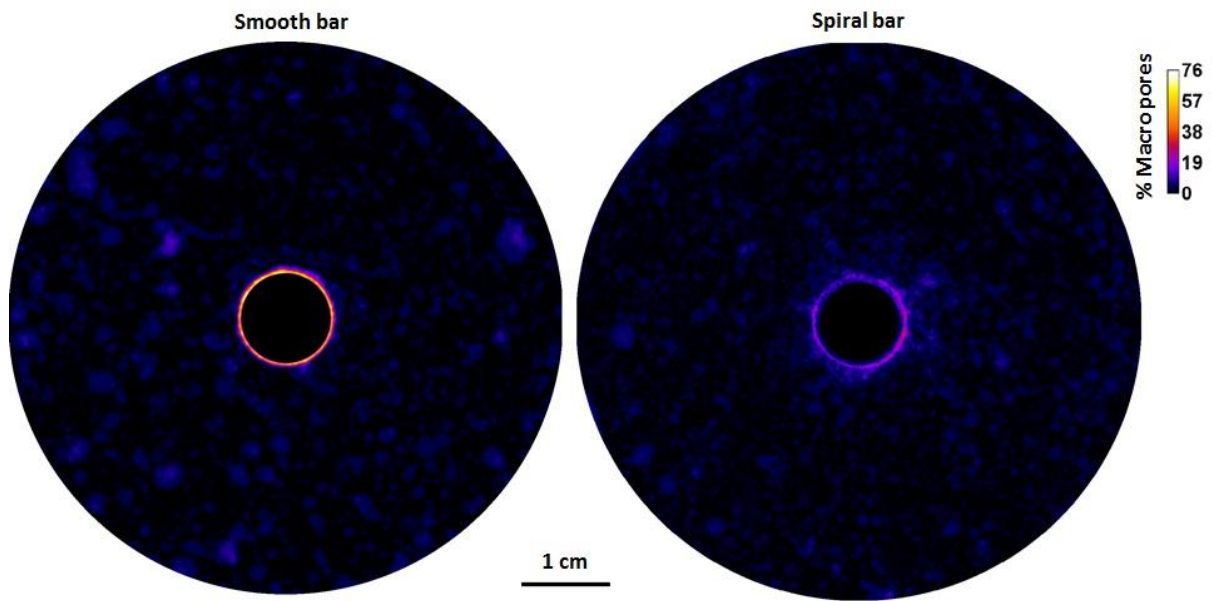


Figure 4-7 : Distribution de la macroporosité autour de l'armature verticale lisse (à gauche) et spirale (à droite)

Le pourcentage des pores autour des armatures verticales lisse et spirale est calculé en divisant le nombre de pixels qui correspondent à des pores (pixels noirs) et qui se trouvent sur la même direction verticale par la longueur de l'échantillon en pixels. Les cartes de macropores présentées dans la figure 4-7 montrent que la macroporosité autour de la barre lisse était beaucoup plus élevée que celle de la barre spirale. La variation de la macroporosité moyenne par rapport à la distance à la barre lisse (courbe en rouge) ou spirale (courbe en vert) est quantifiée dans le graphe de la figure 4-8, en moyennant la porosité sur tous les angles ayant la même distance par rapport au centre de la barre.

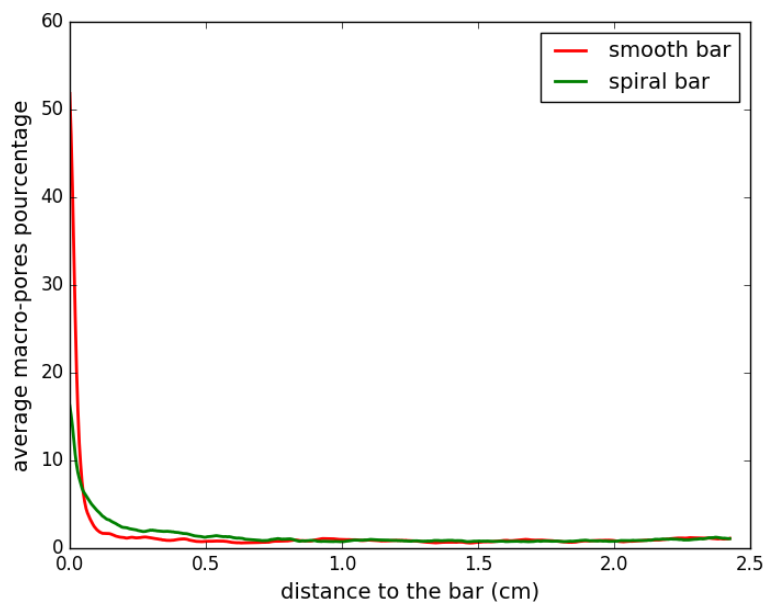


Figure 4-8 : Variation de la moyenne des macropores par rapport à la distance à la barre lisse (rouge) ou spirale (vert)

On parle d'une macroporosité de 52 % à peu près concentrée à côté de la barre lisse, et d'une macroporosité moins importante de 16% à côté de la barre spirale mais qui s'étend sur une largeur plus importante. A noter que cette macroporosité revient à l'ordre de 1% à une distance de 0.5 cm et plus pour les deux barres. En intégrant les 2 courbes, on trouve un volume de pores presque identique dans les deux cas avec une distribution spatiale différente. La macroporosité moyenne est de 1.5% pour la barre lisse et de 1.42% pour la barre spirale.

La même étude est effectuée pour quantifier la macroporosité autour de 1cm de la barre horizontale en divisant le nombre de pixels qui correspondent à des pores, et qui se trouvent sur la même direction horizontale par la longueur étudiée en pixels (voir figure 4-9). Une concentration de pores beaucoup plus importante est quantifiée autour de la barre horizontale que celles verticales.

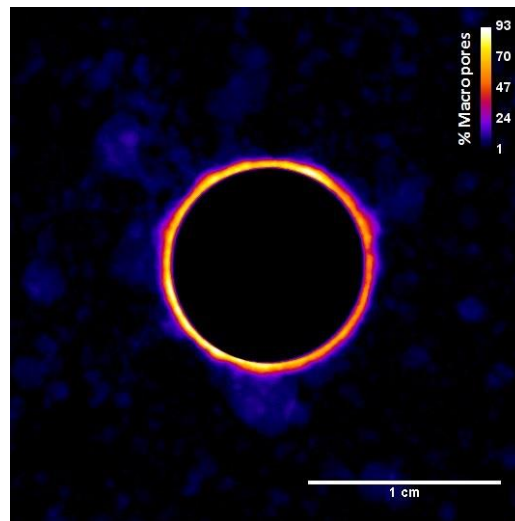


Figure 4-9 : Distribution de la macroporosité autour de l'armature horizontale lisse

L'étude de pourcentages des pores au-dessous et au-dessus de la barre horizontale (voir figure 4-10) montre la présence d'une macroporosité de l'ordre de 76% dans la partie basse et de l'ordre de 65% dans la partie supérieure. Le fait de poser la barre dans la direction perpendiculaire du sens de coulage du béton aboutit à une formation des bulles d'air au-dessous de cette barre, ce qui rend la porosité plus importante dans cette zone. La macroporosité trouvée tend vers une valeur constante de l'ordre de 1.2% en s'éloignant de la barre.

A noter que la macroporosité ($>50\mu\text{m}$) quantifiée loin de la barre qui est de l'ordre de 1% dans les 3 types d'échantillons de béton avec armature est en accord avec ce qui était mesurée par la porosimétrie au mercure dans d'autres travaux pour différents types de béton ordinaire [Tho Nguyen 2014].

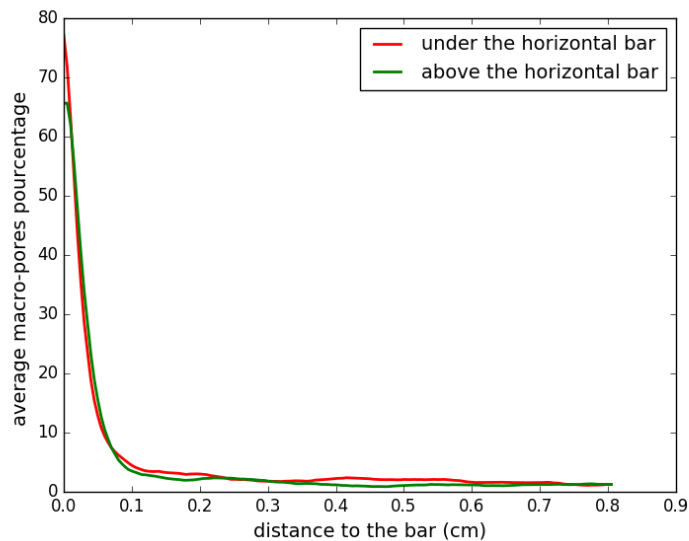


Figure 4-10 : Variation de la moyenne des macropores par rapport à la distance à la barre horizontale (rouge – au-dessous de la barre ; vert – au-dessus de la barre)

4.3 Tests de perméabilité sous faisceaux de neutrons

Pour les tests détaillés dans cette partie, la même procédure expérimentale expliquée dans la section 3.4 est appliquée. Ce qui a changé par rapport au test préliminaire (3.4.2) est :

- Le diaphragme est de 30 mm au lieu de 15 mm dans le test préliminaire. Ce qui signifie un faisceau de neutrons plus intense qu'avant.
- Le temps d'exposition des radiographies en présence de la cellule est passé de 10 s à 6 s pour la même résolution, ce qui implique des tomographies plus rapides aussi. Par exemple, le temps pour une tomographie d'un échantillon de béton en eau lourde de 7 cm de diamètre (sans cellule) est réduit à une heure au lieu de deux.
- La cellule est mise à l'inverse, c'est-à-dire l'injection est effectuée du haut vers le bas et le débitmètre a été mis en place pour mesurer le débit à la sortie.
- Pour le confinement, la pompe Gilson 305 (voir section 2.1.2.1) est utilisée car elle atteint la pression de confinement souhaitée plus rapidement que la pompe Sanchez.

A noter que pour limiter la radiation des pompes hydrauliques et les protéger, il faut penser à les couvrir par du carbure de bore B_4C .

4.3.1 Etude des échantillons de béton avec armatures parallèles à la direction d'injection (verticales)

Durant les tests de perméabilité sur des échantillons de béton avec armatures verticales (lisse et spirale), la pression d'injection est augmentée de 2 à 4 MPa et finalement à 15 MPa. On a commencé par une faible pression d'injection pour ne pas faire avancer le front d'eau autour de la barre d'une manière trop rapide. La pression de confinement est maintenue constante

durant le test à 22.5 MPa et une tomographie après l'injection à 4 MPa a été faite pour visualiser la distribution de l'eau autour de la barre.

En ce qui concerne l'analyse des résultats, pour chaque pression d'injection P_i : toutes les images sont soustraites de l'image initiale qui correspond à l'instant $t=0$ lors de l'injection à une pression P_i . Donc une nouvelle carte de temps et ainsi une nouvelle carte de vitesse (4.1.1, 4.1.2) sont construites pour chaque pression d'injection, vu que lorsqu'on augmente la pression, le débit d'eau qui entre (macroscopiquement) augmente, et on aura ainsi un changement significatif du niveau de gris dans les images. En analysant le niveau de gris dans 4 points (2 à côté de la barre et 2 dans la matrice de ciment) dans le même échantillon de béton avec une armature spirale pour différentes pressions d'injection, on remarque que le niveau de gris dans la pâte de ciment ne change pas tandis qu'à côté de la barre le niveau de gris diminue chaque fois qu'on augmente la pression d'injection (voir figure 4-11).

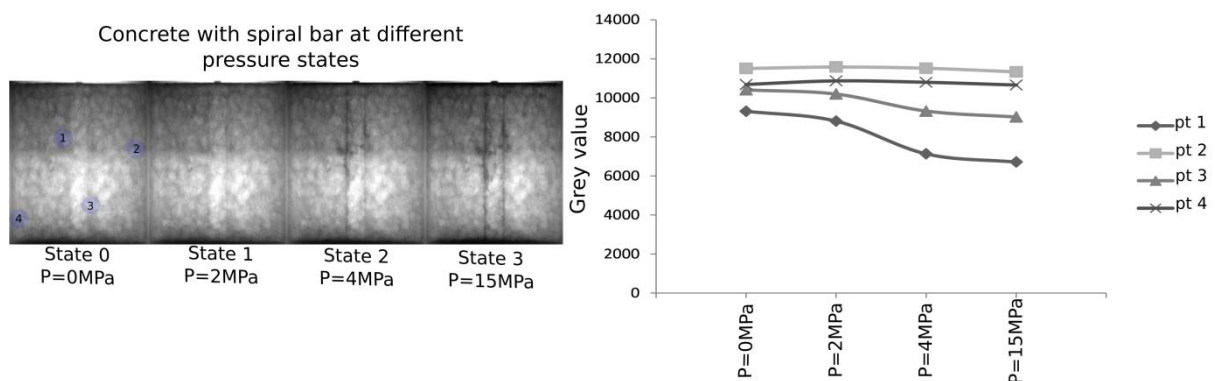


Figure 4-11 : Variation du niveau de gris dans différents pixels dans l'échantillon de béton avec armature spirale pour des pressions d'injection différentes

4.3.1.1 Béton avec armature spirale

Le premier test est fait avec la barre spirale.

- Injection à 2 MPa

Le montage de la figure 4-12 montre des images soustraites de l'image initiale à une pression de 2 MPa. Le temps entre 2 radiographies est de 22 min à peu près et l'eau normale a été injectée pendant 3 heures. On remarque que l'eau passe à travers la zone de la barre dans les premières 22 minutes, donc en faisant un zoom et en regardant les radiographies à un pas de temps plus court d'une minute, on peut voir l'évolution du front plus clairement.

Durant le test, le volume injecté V_{inj} est enregistré et ainsi le débit entrant Q_{in} sera déduit (voir figure 4-13) en dérivant ce volume par rapport au temps et en multipliant par la masse volumique de l'eau ρ selon l'équation suivante :

$$Q_{in} = -\rho \frac{dV_{inj}}{dt} \quad (4.1)$$

Le débit entrant Q_{in} est comparé à celui sortant Q_{out} enregistré par le débitmètre (2.1.2.2). Mais vu que le débit est trop faible et on a une erreur de précision de $\pm 0.2\%$ de la valeur de la

gamme nominale (1- 100 g/h) c'est-à-dire une erreur de 0.2 g/h : on parle du rapport bruit sur signal. En prenant en considération la marge d'erreur dans la mesure du débit sortant, on peut considérer que le régime permanent est atteint au bout d'une heure avec un débit moyen de 0.3 g/h (voir figure 4-13).

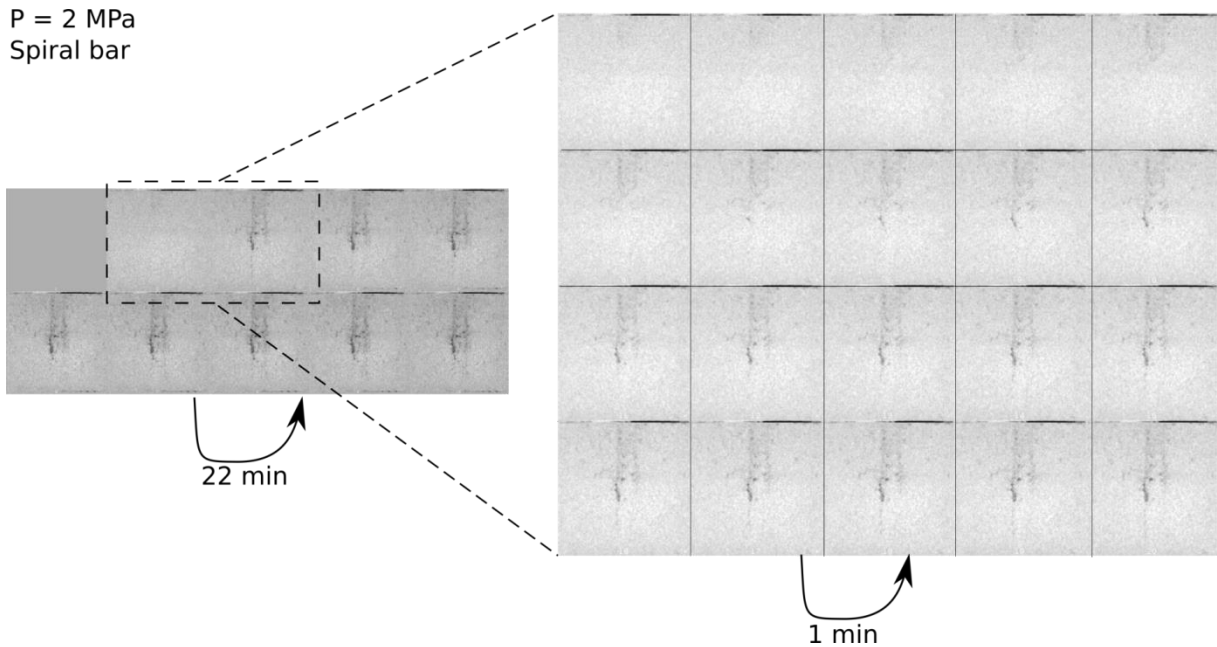


Figure 4-12 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature spirale à une pression d'injection de 2 MPa

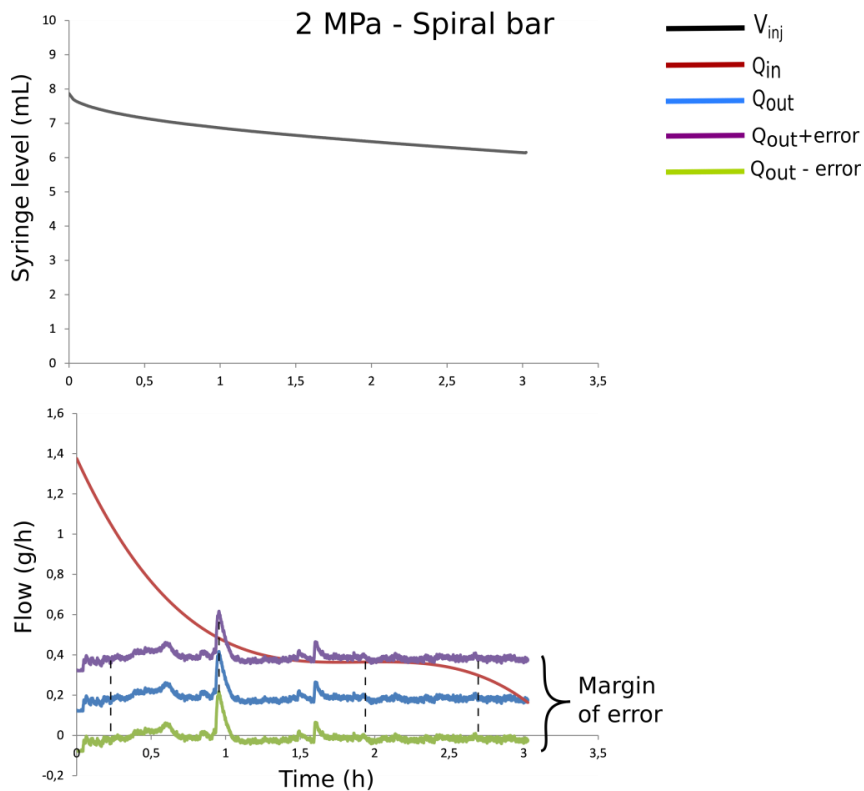


Figure 4-13 : Mesure des débits entrant et sortant dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 2 MPa d'injection

Les cartes de temps et de vitesse numérique qui correspondent à l'injection d'eau normale à une pression de 2 MPa sont présentées dans la figure 4-14. L'hypothèse de vitesse adoptée dans la partie 4.1.2 est valable car l'écoulement est unidirectionnel autour de la barre. La vitesse moyenne est aux alentours de 0.15 mm/s. Cette vitesse est la somme de toutes les valeurs de vitesse des pixels divisée par leur nombre.

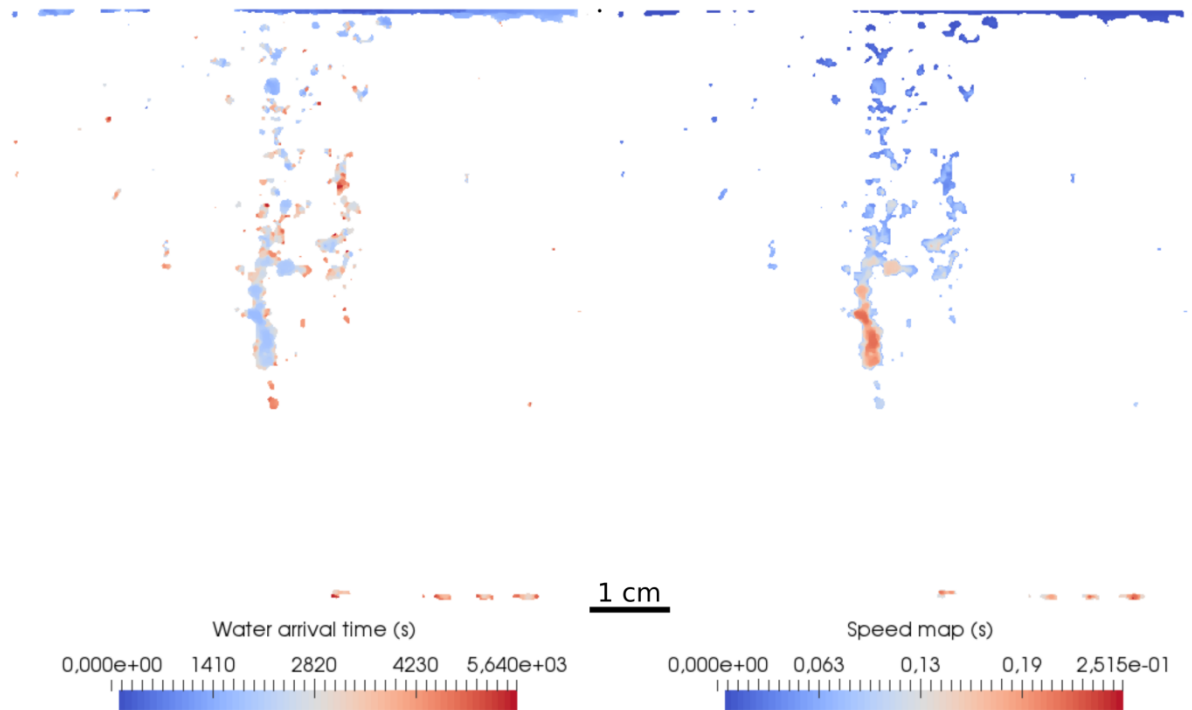


Figure 4-14 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 2 MPa d'injection

- Injection à 4 MPa

P = 4 MPa
Spiral bar

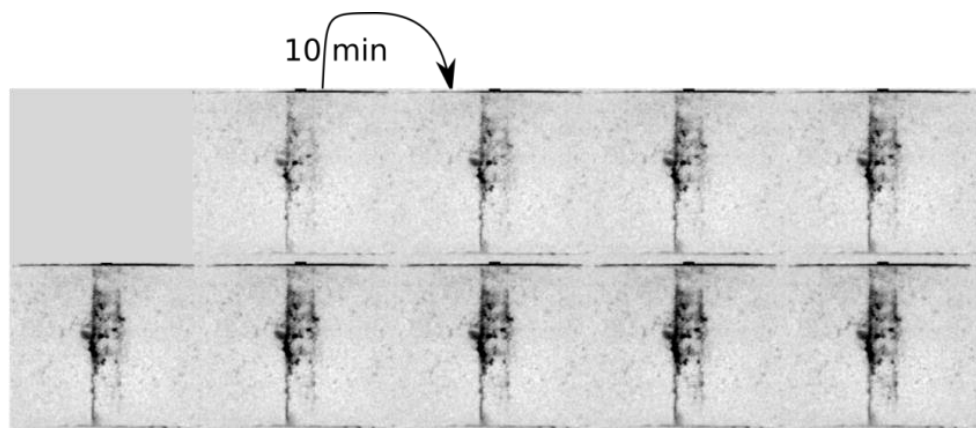


Figure 4-15 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature spirale à une pression d'injection de 4 MPa

On a ensuite injecté à 4 MPa pendant 1 heure et demie. Le montage de la figure 4-15, montre l'avancée du front à cette pression. Le temps entre deux images consécutives est de 10 min. Le contraste devient plus important, et la zone accessible par l'eau s'élargie. Le régime permanent est atteint vu que le débit sortant est égal au débit entrant (voir figure 4-16). A

noter que la chute dans le débit sortant, enregistré par le débitmètre, correspond à l'instant d'arrêt de l'injection pour remplir la seringue de la pompe d'une capacité de 10 mL (section 2.1.2.1). D'après le graphe de la figure 4-16, le débit moyen est d'environ 3.58 g/h.

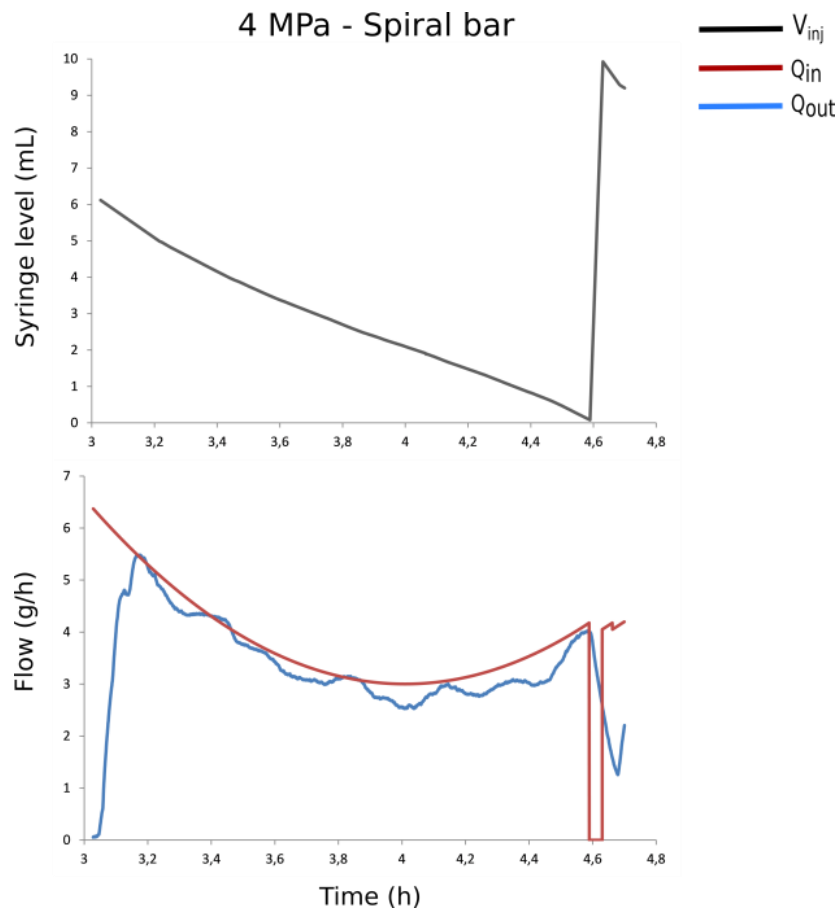


Figure 4-16 : Mesure des débits entrant et sortant dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 4 MPa d'injection

La carte du temps construite (figure 4-17) pour l'injection à 4 MPa montre que l'eau franchit la zone de la barre pendant les premières 700 secondes et la vitesse moyenne d'écoulement déduite de la carte de vitesse est égale à 0.52 mm/s.

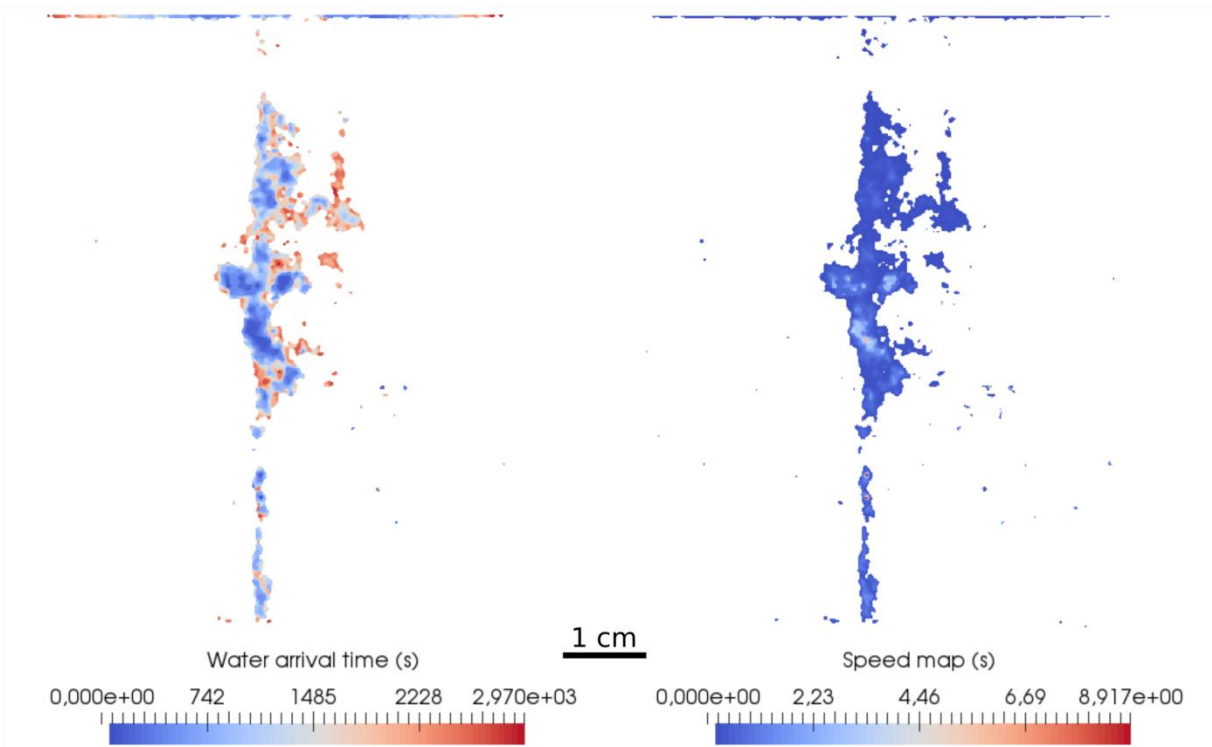


Figure 4-17 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 4 MPa d'injection

- Tomographie

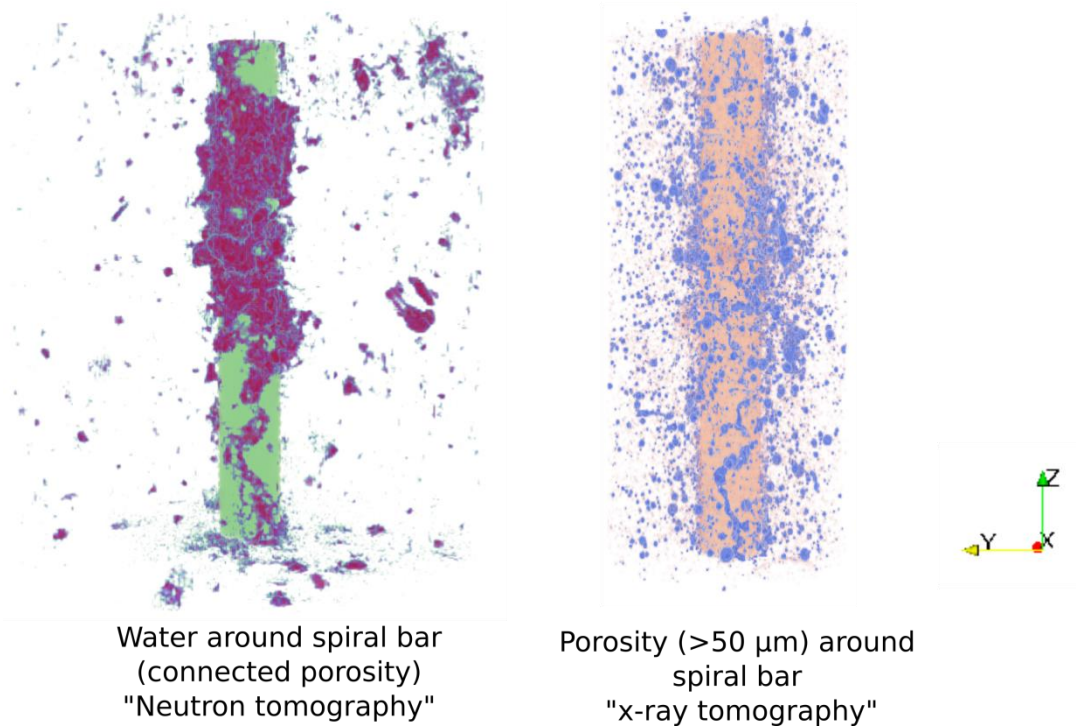


Figure 4-18 : Visualisation de l'eau après 4 MPa d'injection et des pores autour de la barre spirale

Une tomographie de 4 heures a été lancée ensuite pour voir l'eau à côté de la barre. Cette tomographie est acquise en prenant 800 projections sur 180° moyennées sur 3 projections chacune. En la comparant avec la tomographie aux rayons X qui montre la distribution des macropores (>50 µm), on ne trouve pas une vraie correspondance entre les deux, vu qu'avec les neutrons on voit la porosité connectée marquée par la présence de l'eau autour de la barre (figure 4-17). Il est remarqué aussi que l'eau (couleur violette) percole juste dans l'interface armature-béton alors que le cœur du béton reste intact (non affecté par l'écoulement). La conséquence est que sans doute seule la porosité le long de la barre est connectée, ou du moins plus connectée que la porosité dans la masse du béton.

- Injection à 15 MPa

Après la tomographie, la pression est menée à 15 MPa. On peut voir dans le montage de la figure 4-19 que l'eau passe dans les deux premières minutes et ce qu'on voit après est une intensification du faisceau et une diffusion de l'eau vers la matrice du béton. Initialement les premières molécules de H₂O migrent dans la porosité modifiant significativement l'atténuation. Puis, progressivement toute l'eau lourde est remplacée par de l'eau normale, ce qui intensifie le faisceau sans atteindre réellement de nouvelles zones.

Le débit qui entre passe de 4 g/h à environ 60 g/h (figure 4-20). Les chutes dans le débit entrant correspondent au moment où la seringue était en phase de remplissage. Ces chutes sont suivies après par des chutes dans la mesure du débit sortant par le débitmètre.

P = 15 MPa
Spiral bar

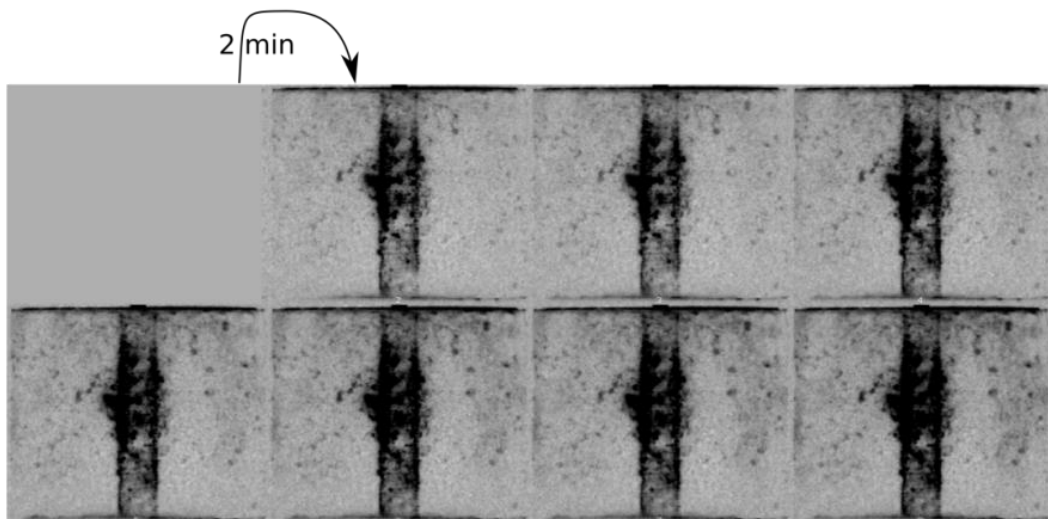


Figure 4-19 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature spirale à une pression d'injection de 15 MPa

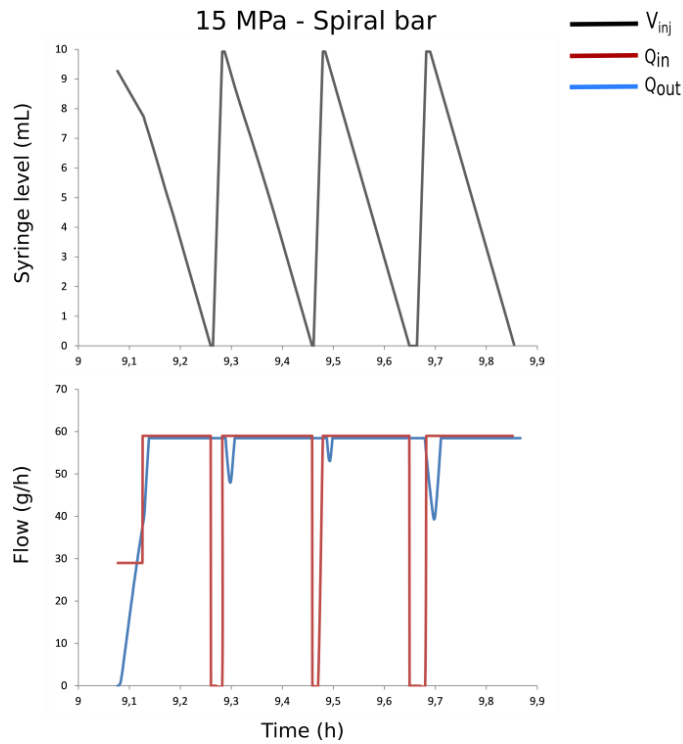


Figure 4-20 : Mesure des débits entrant et sortant dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 15 MPa d'injection

De nouveau la carte du temps qui correspond à cette pression ainsi que le champ de vitesse sont calculés dans la figure 4-21. La vitesse moyenne pour cette pression est de l'ordre de 2 mm/s.

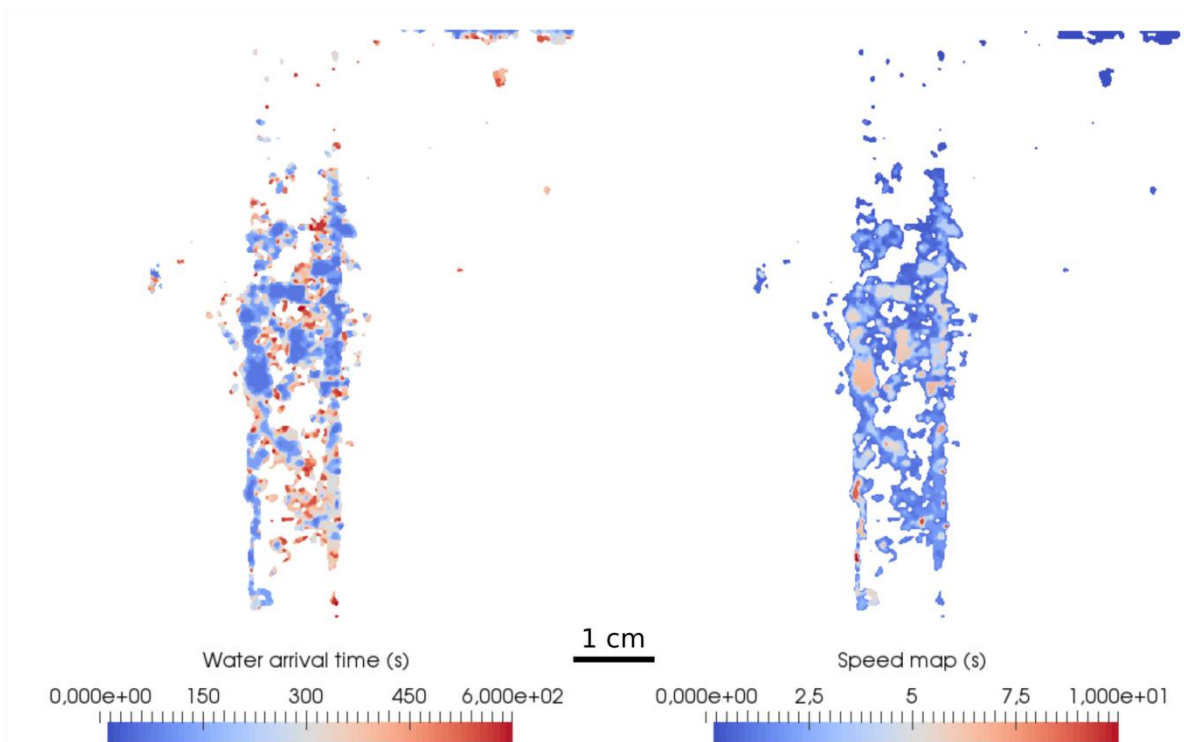


Figure 4-21 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature spirale à 15 MPa d'injection

4.3.1.2 Béton avec armature lisse

Le deuxième test est réalisé avec la barre lisse et la même démarche expérimentale de l'échantillon du béton avec l'armature spirale est effectuée. Durant ce test, on s'est arrêté après la tomographie par manque de temps pour finir l'essai.

- Injection à 2 MPa

Le montage de la figure 4-22 montre des images soustraites de l'image initiale à une pression de 2 MPa. Le temps entre 2 radiographies est de 11 min à peu près. Le contraste dans les images est un peu faible et l'eau franchit la zone de la barre dans les premières minutes.

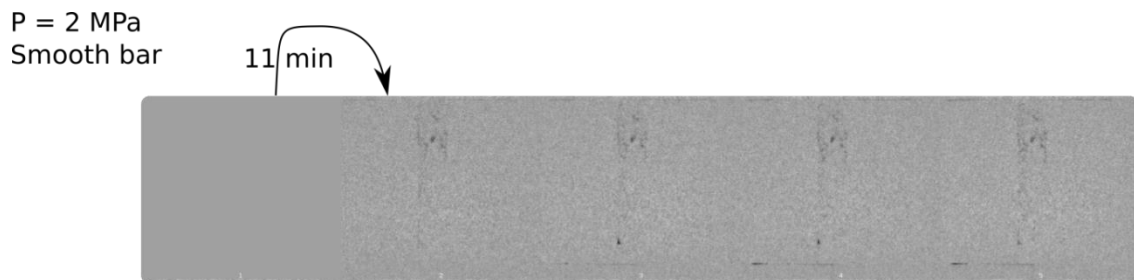


Figure 4-22 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature lisse à une pression d'injection de 2 MPa

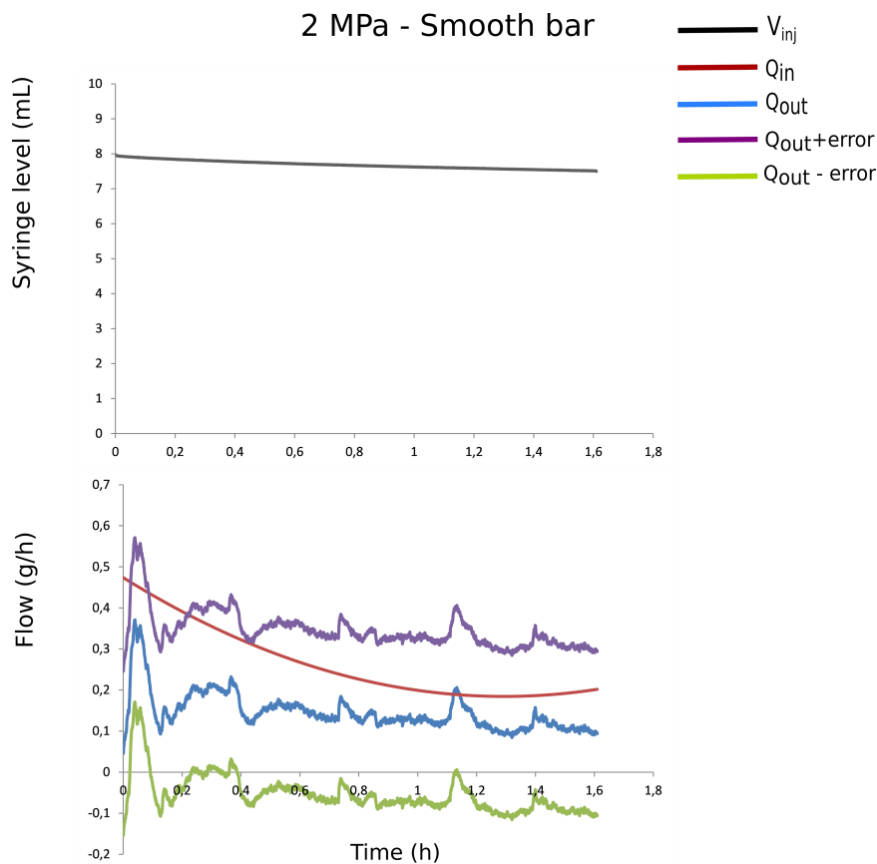


Figure 4-23 : Mesure des débits entrant et sortant dans l'échantillon de béton avec armature lisse à 2 MPa d'injection

De même, on a étudié le débit entrant calculé à partir du volume injecté de la pompe seringue et le débit sortant enregistré par le débitmètre. En prenant en considération l'erreur de mesure, on pourra considérer que le régime permanent est établi avec un débit moyen d'environ 0.2 g/h (figure 4-23). Ainsi, on calcule la carte du temps et la carte de la vitesse qui montre une vitesse moyenne de l'ordre de 0.1 mm/s.

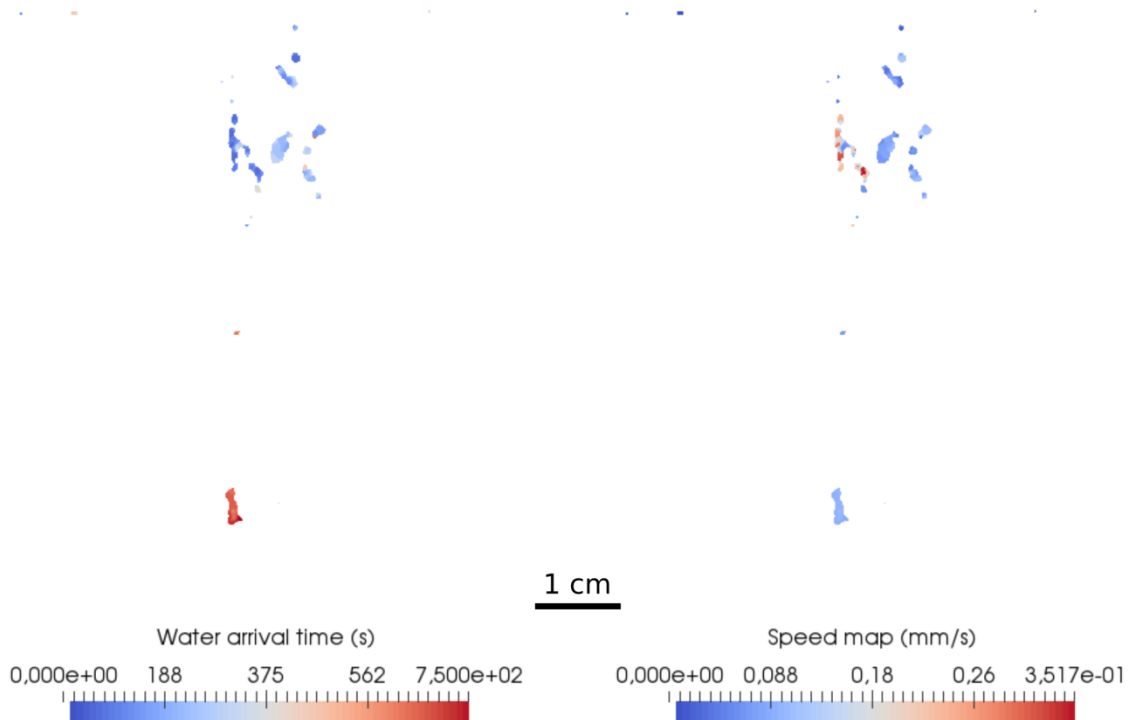


Figure 4-24 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature lisse à 2 MPa d'injection

- Injection à 4 MPa

P = 4 MPa
Smooth bar

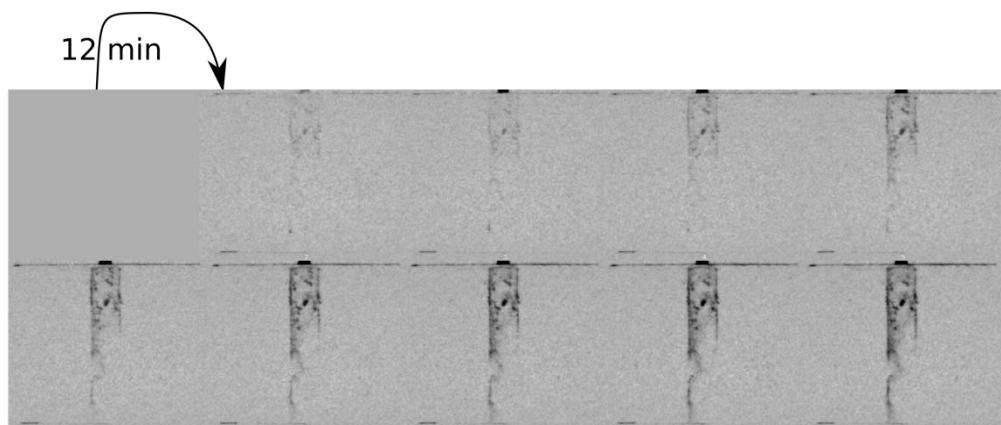


Figure 4-25 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature lisse à une pression d'injection de 4 MPa

Après une heure et demie d'injection à 2 MPa, on est passé à une pression de 4 MPa. La zone accessible à l'eau devient plus grande, le contraste devient plus fort aussi et évidemment l'eau franchit la zone de la barre plus rapidement (voir figure 4-25).

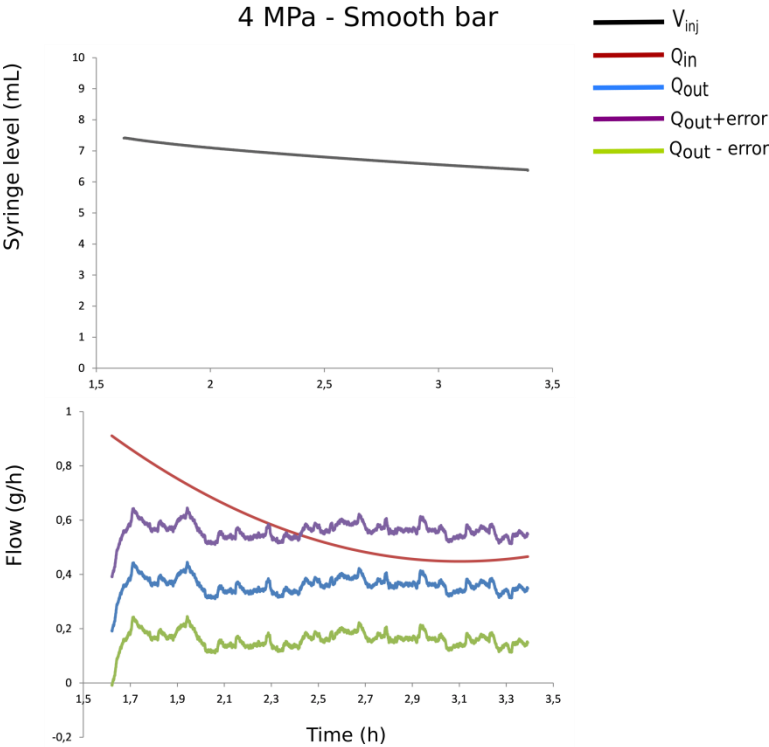


Figure 4-26 : Mesure des débits entrant et sortant dans l'échantillon de béton avec armature lisse à 4 MPa d'injection

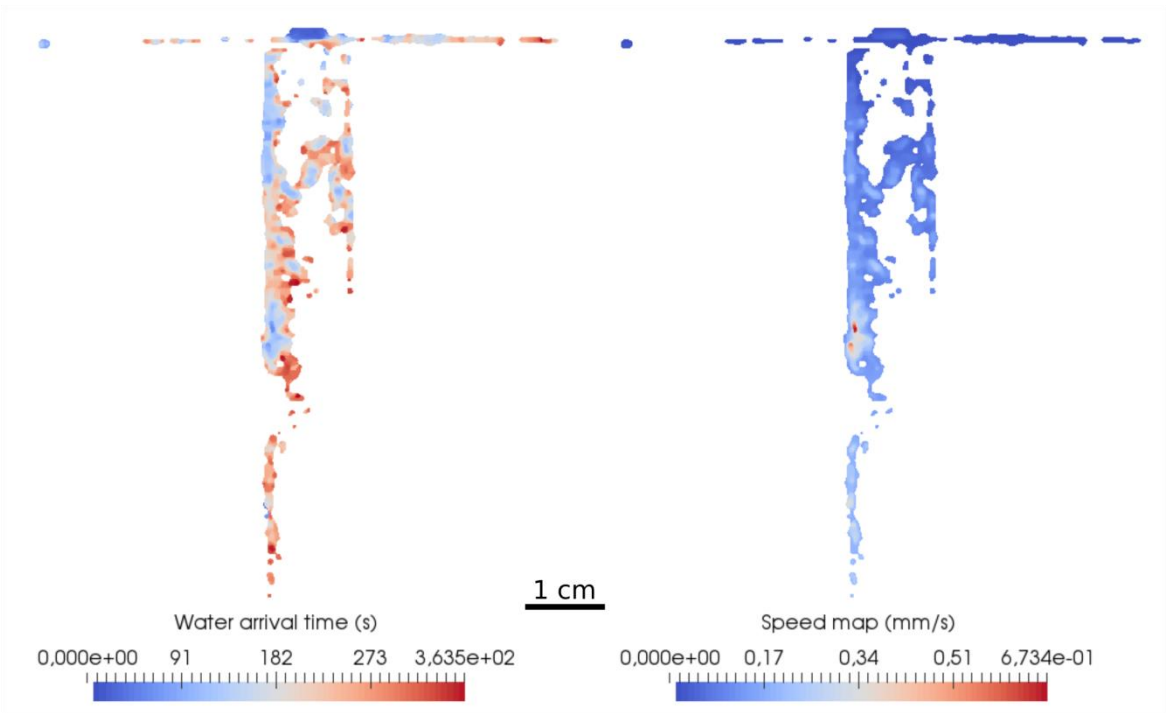


Figure 4-27 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature lisse à 4 MPa d'injection

Même avec cette pression, on mesure de très faibles débits, donc le bruit de mesure est important. D'après le graphe de la figure 4-26, le débit moyen au régime permanent peut être considéré égal à 0.4 g/h soit le double de ce qui était trouvé à une pression de 2 MPa. La carte de vitesse dans la figure 4-27 montre que la vitesse moyenne est de l'ordre de 0.23 mm/s.

- Tomographie

De même une tomographie aux neutrons a été lancée après 2 heures à peu près d'injection à 4 MPa. On peut voir dans la figure 4-28 qu'il y avait moins d'eau à côté de la barre lisse que la barre spirale (figure 4-18) bien que la macroporosité mesurée aux rayons X fût plus importante (4.2). En fait, la macroporosité extraite de la tomographie aux rayons X est loin de donner une idée claire de la porosité connectée dans le béton. Alors qu'avec la tomographie aux neutrons et par injection d'eau, on peut suivre les chemins de percolation dans le béton.

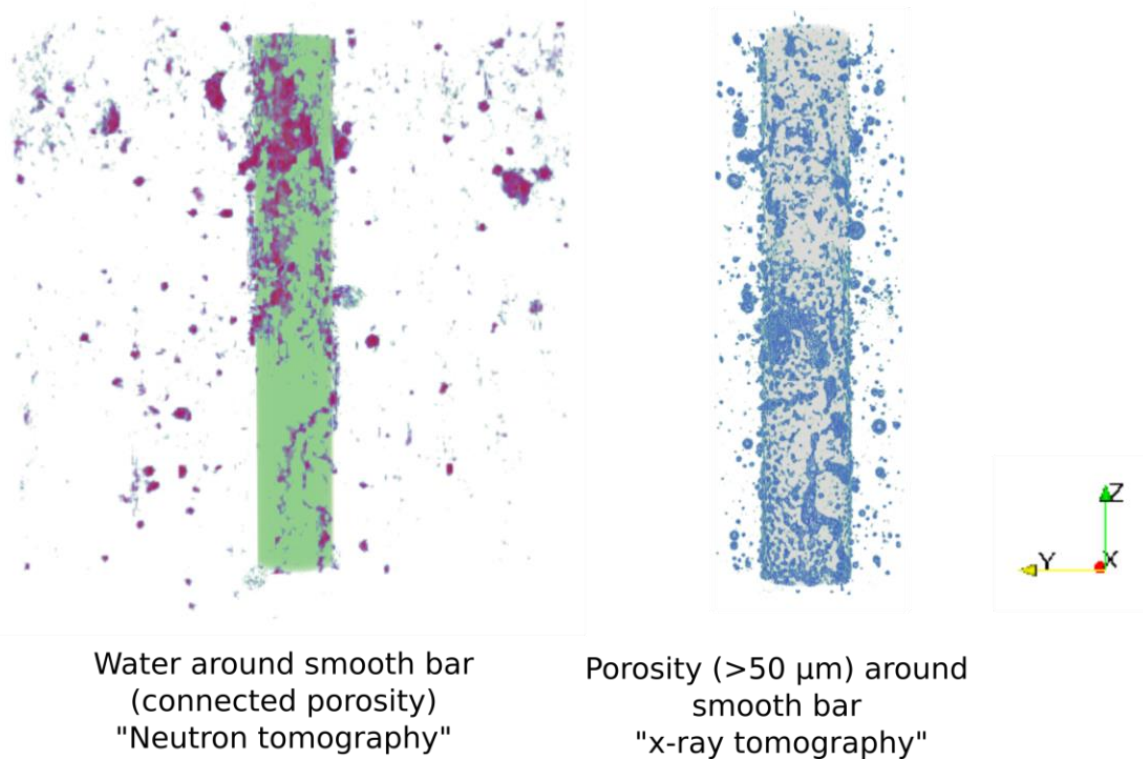


Figure 4-28 : Visualisation de l'eau après 4 MPa d'injection et des pores autour de la barre lisse

4.3.1.3 Discussion

Durant les deux tests d'injection dans les deux échantillons de béton avec armature lisse et spirale, il était remarqué que l'eau percole autour de la barre durant les premières minutes de l'injection et après ce qu'on voit est de l'intensification du faisceau. Dans certaines radiographies, on est limité par la résolution : dans les cartes de temps montrées, on a une discontinuité dans le front (surtout lorsqu'on a des faibles pressions c'est-à-dire de faibles débits), cela est dû à la résolution dans nos images. Une faible concentration d'eau ne sera pas vue si on est au-dessous de la résolution (figure 4-14 et figure 4-24). De même, pour de faibles pressions d'injection et avec le débitmètre utilisé, on n'arrive pas à atteindre le régime

permanent pour les très faibles débits (<0.4 g/h). Cela est dû à la précision du débitmètre utilisé (2.1.2.2).

Le tableau 4-1 résume les deux tests effectués sur les échantillons avec les barres verticales (parallèles à la direction d'injection). En ce qui concerne le béton avec une armature spirale, le débit moyen passe de 0.3 g/h pour une pression d'injection de 2 MPa, à 3.58 g/h pour 4 MPa et finalement un débit de 59 g/h est enregistré pour une pression de 15 MPa. En calculant la perméabilité par la méthode classique (c'est-à-dire en prenant en considération la surface totale du béton dans la loi de Darcy tout en divisant le débit par cette surface – section 1.2.2.1), on trouve des valeurs globales de perméabilité qui varient de 2×10^{-17} à $8 \times 10^{-19} \text{ m}^2$ pour le même échantillon.

Tableau 4-1 : Calcul de la perméabilité à l'eau de l'interface armature-béton pour les échantillons avec armatures parallèles à la direction d'injection (spirale et lisse)

Pression d'injection (MPa)	Béton avec armature spirale			Béton avec armature lisse	
	2	4	15	2	4
Débit moyen Q_{moy} (g/h)	0.3	3.58	59	0.2	0.4
Calcul classique de la perméabilité à partir du débit (m^2)	8.0×10^{-19}	4.6×10^{-18}	2.0×10^{-17}	5.3×10^{-19}	5.2×10^{-19}
Vitesse moyenne V_{moy} (mm/s)	0.16	0.52	2.06	0.11	0.23
Calcul de la perméabilité à partir de la vitesse (m^2)	5.9×10^{-15}	9.3×10^{-15}	9.7×10^{-15}	4.05×10^{-15}	4.1×10^{-15}
Rapport de deux mesures de perméabilité R	7375	2022	485	7642	7885
Section effective S^* (mm^2)	0.52	1.91	7.96	0.505	0.48

Avec les neutrons et par analyse d'images, on arrive à estimer la vitesse moyenne autour de la barre qui est de l'ordre 0.16 mm/s pour 2 MPa d'injection, de 0.52 mm/s pour 4 MPa et de 2.1 mm/s pour 15 MPa. Dans le cadre de cette thèse, il n'était pas possible de passer d'un champ de vitesse local à un champ de perméabilité local pour les raisons expliquées dans l'annexe a. En calculant la perméabilité avec cette vitesse dans la loi de Darcy, on trouve une perméabilité locale de l'ordre de 10^{-15} voire 10^{-14} m^2 . En ce qui concerne le béton avec armature lisse, on trouve qu'on a une perméabilité de 4 ordres de grandeur de différence entre la perméabilité mesurée classiquement (ordre de 10^{-19} m^2) et la perméabilité mesurée à partir de la vitesse (ordre de 10^{-15} m^2).

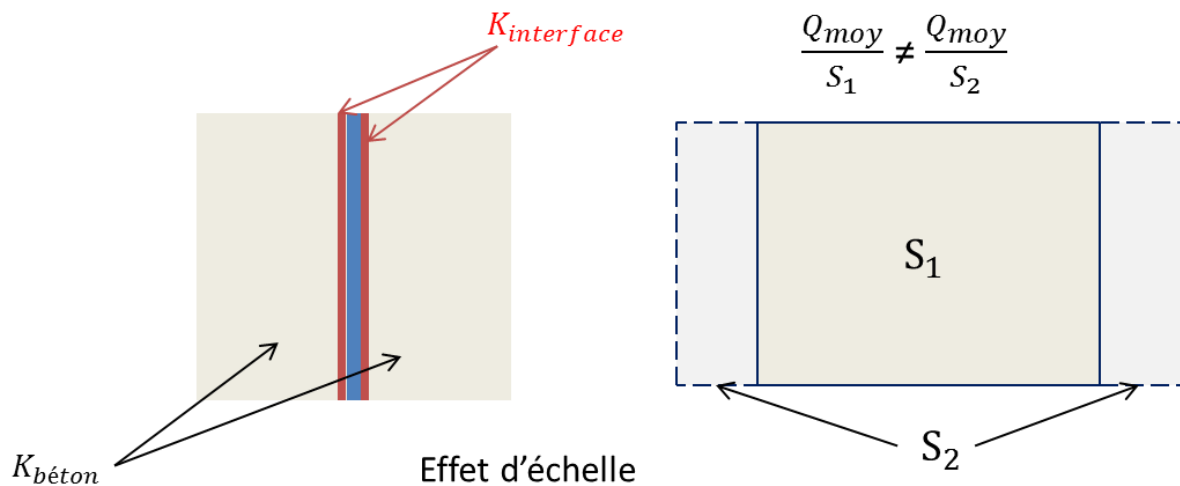


Figure 4-29 : Problème d'effet d'échelle

Dans le cas d'une armature, la perméabilité est sous-estimée par le calcul classique de la loi de Darcy en divisant le débit par la surface totale du béton. Un rapport de l'ordre de mille à peu près est trouvé entre les deux mesures de perméabilité qui se rapprochent en augmentant la pression dans le cas du béton avec une armature spirale. On tombe clairement sur un problème d'effet d'échelle (figure 4-29), vu qu'on a dans le béton 2 zones de perméabilité différentes : l'interface armature-béton ($k_{interface}$) qui contrôle l'écoulement et le béton ($k_{béton}$) qui ne participe pas à l'écoulement. Cela est en accord avec ce qui était remarqué par Sogbossi et al. [2017] qui ont mis en évidence l'existence de deux zones de perméabilité dans le béton armé, en effectuant des tests de perméabilité au gaz sur des échantillons de béton identiques avec et sans armature.

En prenant deux échantillons de béton de la même formulation, ayant la même hauteur mais de différents diamètres (donc forcément de différentes surfaces S_1 et S_2 dans la figure 4-29), on ne mesure pas la même perméabilité en appliquant la loi de Darcy. Ainsi, une surface effective de l'écoulement S^* doit être calculée pour estimer la perméabilité. Cette surface est trouvée en divisant le débit moyen pendant le régime permanent Q_{moy} par la vitesse moyenne V_{moy} obtenue par analyse d'images.

A partir de la vitesse estimée par imagerie neutronique et le débit moyen, on pourra déduire la section qui assure l'écoulement autour de la barre. On remarque que le réseau accessible à l'écoulement s'élargie avec l'augmentation de la pression d'injection dans le cas de la barre spirale. Alors que dans le cas de la barre lisse, la section effective ne change pas trop en augmentant la pression. Ça peut être dû, dans le cas de la barre spirale, à une succession de petits pores connectés par l'effet de la bouteille d'encre et qui seront accessibles à l'écoulement en augmentant la pression (1.1.4.3) ou il s'agit d'un effet de temps (notion du temps d'observation).

Précisons qu'il existe en fait une interface connectée entre la barre et le béton qui traverse toute l'épaisseur des échantillons. Pour une section effective de 0.5 mm^2 pour les deux

échantillons de béton armé, à une pression de 2 MPa d'injection, on trouve une ouverture équivalente du défaut w (représentant l'espacement entre l'armature et le béton) de forte perméabilité de 7.5 μm calculé comme suit :

$$S^* = \frac{\pi}{4} ((d_{\text{barre}} + 2w)^2 - d_{\text{barre}}^2) \quad (4.2)$$

Où, d_{barre} représente le diamètre de la barre qui est de 1 cm dans notre cas.

Dans ces deux tests, on a vu que la porosité mesurée avec les rayons X ne donne pas une idée sur les chemins de percolation (en d'autres termes la porosité connectée), d'où l'intérêt des neutrons. Contrairement à nos attentes, l'eau a franchi la barre plus rapidement dans le cas de la barre spirale bien que la moyenne des macropores autour de la barre lisse fût de 52% significativement plus grand que celle autour de la barre spirale qui était de l'ordre de 16%. En fait, la porosité connectée autour de la barre spirale était plus importante que celle autour de la barre lisse vu que la vitesse et le débit étaient plus importants.

4.3.2 Etude des échantillons de béton fissurés

Afin de créer des zones de fortes perméabilités dans le béton (zones fissurées), un test de compression simple a été appliqué sur l'échantillon de béton avec une armature horizontale (perpendiculaire à la direction d'injection) et sur un échantillon sain (2.3.3). Durant ce test, la compression a été arrêtée quand on a commencé à voir le développement des fissures sur les parois des échantillons. Il était crucial de ne pas avoir des parties détachées du béton afin d'éviter les problèmes d'étanchéité lors de l'utilisation des membranes. Les forces de compression maximales subies par les deux échantillons ont été de 74 kN pour l'échantillon avec l'armature horizontale et de 122 kN pour l'autre, soient respectivement 41% et 68% du pic dans le graphe de la figure 2-13. A noter que le pic de 41% est sous-estimé étant que forcément la contrainte maximale de compression d'une éprouvette de béton avec une armature horizontale est plus faible que celle d'une éprouvette saine.

Durant les tests de perméabilité de ces deux échantillons de béton, la pression d'injection est fixée à 10 MPa et la pression de confinement est maintenue constante à 15 MPa. Des tomographies ont été prises en arrêtant l'injection à certains temps pour avoir la distribution de l'eau dans l'échantillon. En ce qui concerne l'analyse des résultats, toutes les radiographies sont soustraites de la première et des cartes de temps et de vitesse sont construites (4.1.1, 4.1.2).

Des tomographies aux rayons X pour les échantillons fissurés (hors-cellule) ont été prises à l'instrument D50 juste avant les tests de perméabilité aux neutrons. La résolution était de 58.5 μm ce qui permet de visualiser les fissures induites ayant une ouverture de cet ordre ou plus (4.3.2.1).

4.3.2.1 Extraction des fissures

L'histogramme des niveaux de gris d'une coupe reconstruite en 3D à 3.5 cm de hauteur de l'échantillon du béton avec une armature horizontale montre deux bosses (voir figure 4-30).

La première bosse comporte la membrane, les pores et les fissures alors que la deuxième se compose des agrégats, la pâte de ciment et la barre. Afin d'extraire les fissures, un seuillage est appliqué pour séparer les deux phases traduites par les deux bosses, suivi par une élimination de particules rondes qui correspondent à des pores.

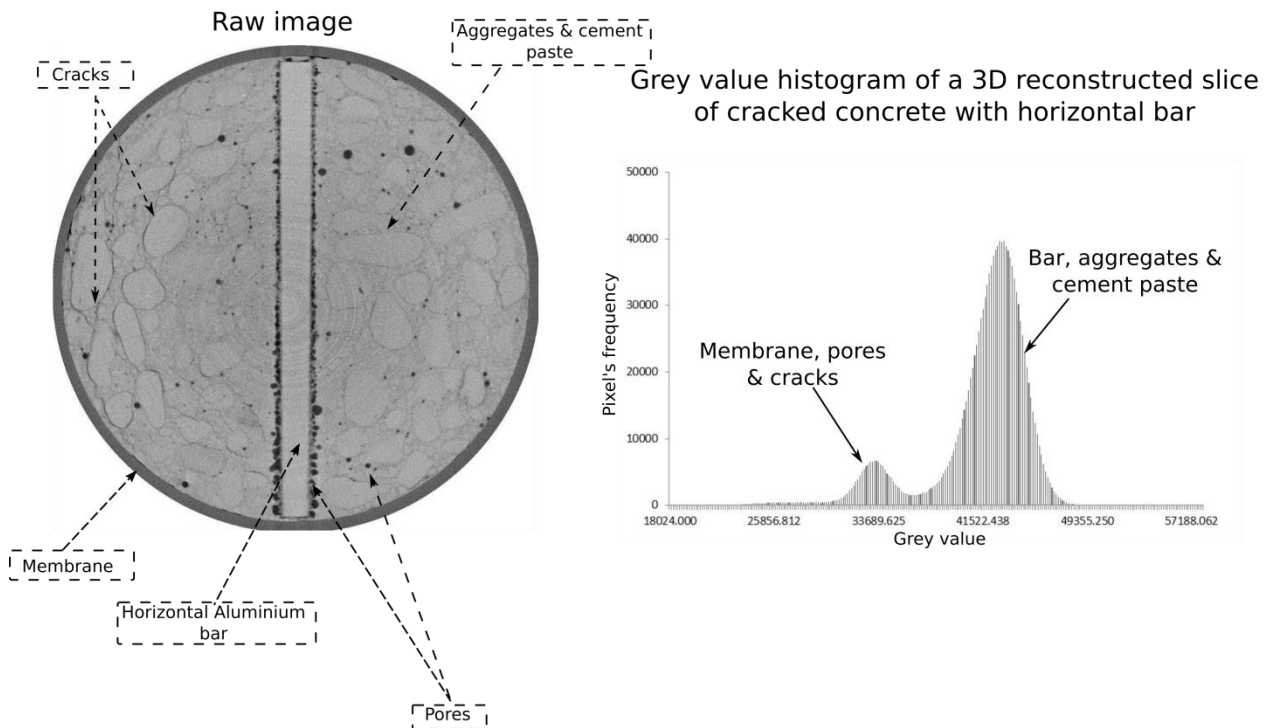


Figure 4-30 : Illustration montrant l'histogramme d'une tranche reconstruite en 3D de l'échantillon de béton avec armature horizontale

Dans l'échantillon de béton fissuré avec une armature horizontale, on remarque que les fissures sont concentrées sur les bords d'une seule partie de l'échantillon surtout en bas (figure 4-31). Alors que dans le cas de l'échantillon de béton fissuré sans armature, les fissures visibles ($>58.5 \mu\text{m}$) sont moins abondantes mais plus réparties sur les bords de l'échantillon (figure 4-32). A noter que pour les deux échantillons, aucune fissure n'a été visible au cœur du béton.

La distribution des fissures est montrée dans les figures ci-dessous. La couleur orange correspond à l'échantillon de béton et la couleur bleue représente les macrofissures.

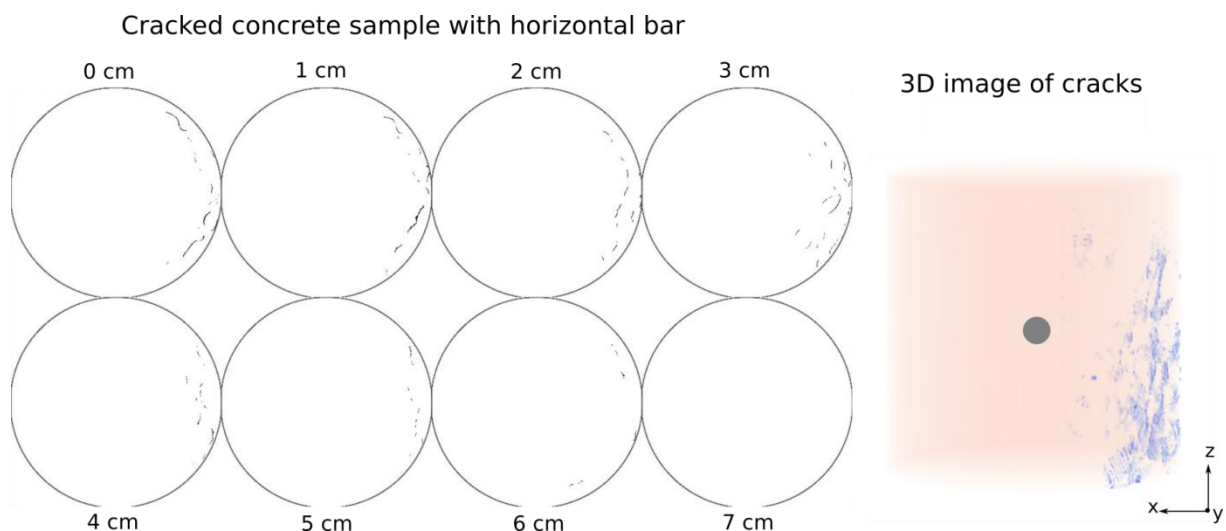


Figure 4-31 : Illustration montrant la distribution des fissures dans l'échantillon de béton fissuré avec armature horizontale à 3.5 cm de hauteur

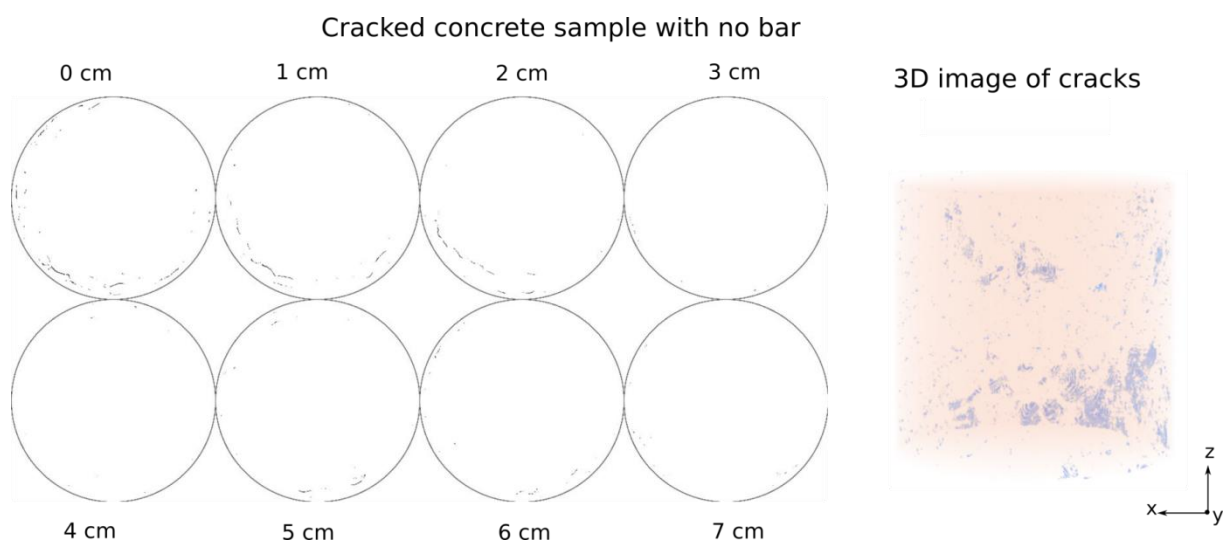


Figure 4-32 : Illustration montrant la distribution des fissures dans l'échantillon de béton fissuré sans armature

4.3.2.2 Béton fissuré avec armature perpendiculaire à la direction d'injection (horizontale)

Durant le test d'injection aux neutrons sur le béton fissuré avec une armature horizontale, le débit sortant a été mesuré grâce à notre débitmètre (2.1.2.2). Le graphe de la figure 4-33 résume le test effectué :

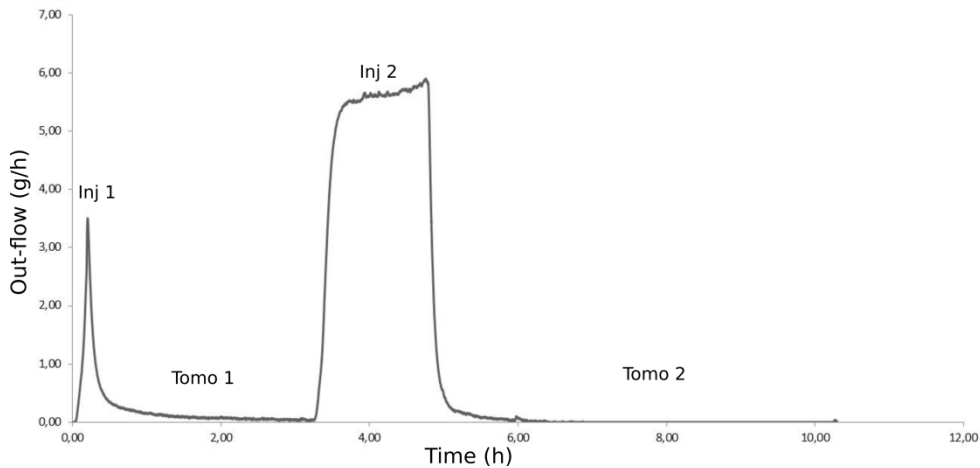


Figure 4-33 : Mesure du débit sortant dans l'échantillon de béton fissuré avec armature horizontale à 10 MPa d'injection

- Injection 1

Une injection à 10 MPa pendant 12 min a été faite. L'eau franchit la zone de la barre rapidement au bout de 3 minutes à peu près grâce au réseau des fissures connecté à la barre. Cela est montré dans le montage de la figure 4-34 où toutes les radiographies sont soustraites de la radiographie initiale ($t = 0$ s) et le temps entre deux images successives est de 3 min. La barre horizontale était dans le sens du faisceau de neutrons.

P = 10 MPa

Cracked + horizontal bar

Inj 1

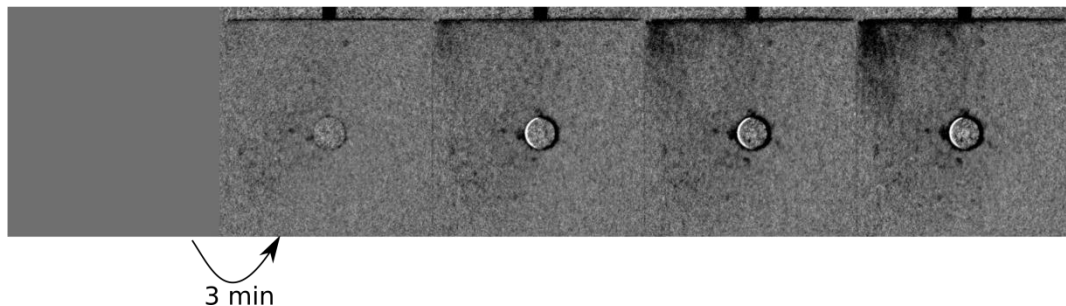


Figure 4-34 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature horizontale pendant 12 min à une pression d'injection de 10 MPa

Les cartes de temps et de vitesse construites dans la figure 4-35 montrent qu'on peut distinguer deux zones dans l'échantillon. En effet, l'homogénéité du champ de vitesse permet d'identifier des zones à différentes perméabilités. La première correspond à la partie fissurée avec une vitesse moyenne de 1.84×10^{-2} mm/s, et la deuxième correspond à l'interface barre-béton, connectée à la zone fissurée probablement par des fissures plus petites non visibles dans les tomographies d'une résolution de $58.5 \mu\text{m}$, avec une vitesse moyenne de 0.15 mm/s. La finesse des fissures implique une petite quantité d'eau qui n'est pas visible dans les radiographies, d'où cette discontinuité dans le front. En considérant que le gradient de pression est constant, on trouvera en appliquant la loi de Darcy des perméabilités locales de $1.3 \times 10^{-16} \text{ m}^2$ et de $1.09 \times 10^{-15} \text{ m}^2$ pour les deux zones respectivement. A noter que la vitesse

moyenne totale est de 3.5×10^{-2} mm/s ce qui correspond à une perméabilité locale moyenne de 2.5×10^{-16} m².

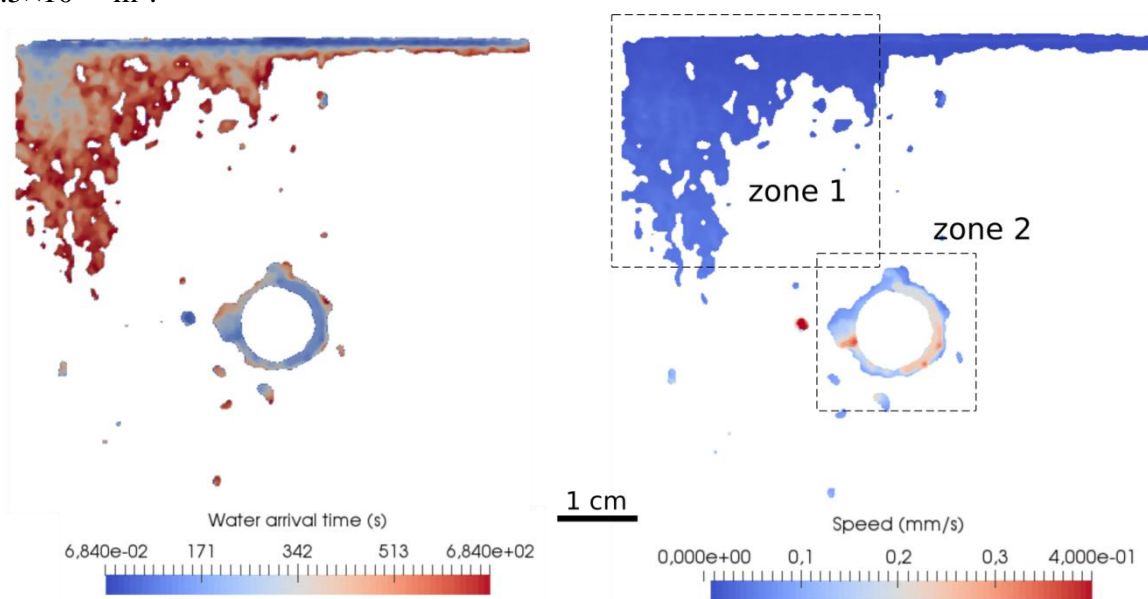


Figure 4-35 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature horizontale pendant la première injection à 10 MPa

- Tomographie 1

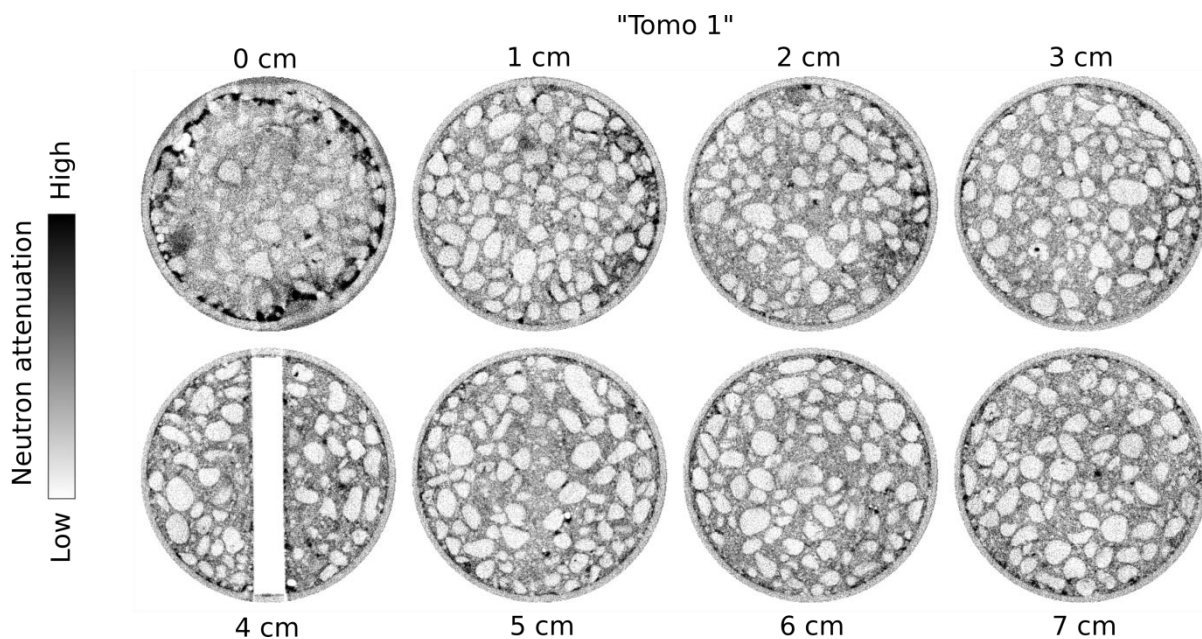


Figure 4-36 : Série de tranches horizontales montrant la répartition de l'eau dans les différentes positions de l'échantillon de béton avec l'armature horizontale après la première injection

Après 12 minutes d'injection à 10 MPa et afin de voir la distribution de l'eau dans l'échantillon, une première tomographie est lancée. Cette tomographie est acquise pendant 2h 30min en prenant 500 projections sur 180° moyennées sur 3 projections chacune. La reconstruction dans la figure 4-36 montre que la zone macro-fissurée (voir figure 4-31) est

remplie d'eau jusqu'à 3 cm de l'échantillon. On peut voir aussi de l'eau autour de la barre horizontale avec un contraste plus faible que celui dans les radiographies de la figure 4-34. Cette différence de contraste s'explique par le fait que dans les radiographies on voit un incrément alors qu'on voit l'image brute dans la tomographie. A ajouter aussi le fait que dans la radiographie, le faisceau de neutrons était dans la direction de la barre horizontale ainsi le fort contraste est obtenu en moyennant les pores remplis d'eau à côté de la barre.

- Injection 2

Après la première tomographie, on a réinjecté pendant 1h 35min à peu près à 10 MPa. Le montage (figure 4-37) des radiographies soustraites de la radiographie initiale montrent que le front d'eau avance rapidement dans la partie fissurée de l'échantillon. Il atteint une hauteur de 6 cm à la fin du test. Dans la partie non fissurée de l'échantillon, le front avance trop lentement vu que c'est une zone saine non fissurée de faible perméabilité.

P = 10 MPa

Cracked + horizontal bar

Inj 2

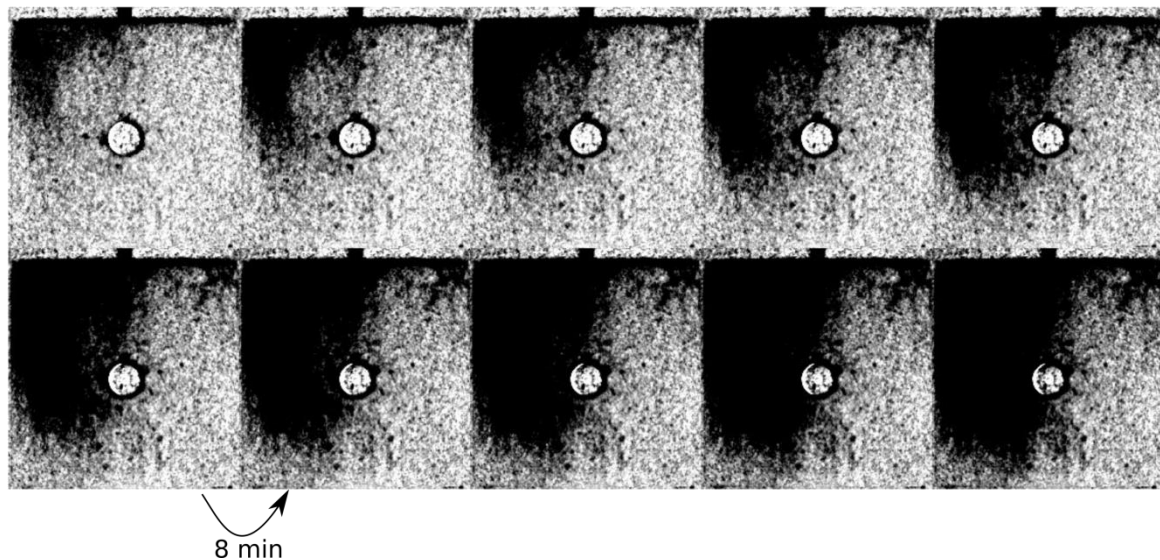


Figure 4-37 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton avec une armature horizontale pendant 1h 35min à 10 MPa d'injection après la première tomographie

Une mesure approximative de la vitesse du front d'eau montre que l'eau avance avec une vitesse moyenne de 1.87×10^{-2} mm/s dans la zone fissurée de l'échantillon à peu près 10 fois plus faible que dans la zone "saine" soit 3.8×10^{-3} mm/s (la vitesse est calculée dans le rectangle pointillé et noir). Deux zones de perméabilité sont donc distinguées (figure 4-38) : la première (gauche) à 1.3×10^{-16} m² et la deuxième (droite) à 2.67×10^{-17} m².

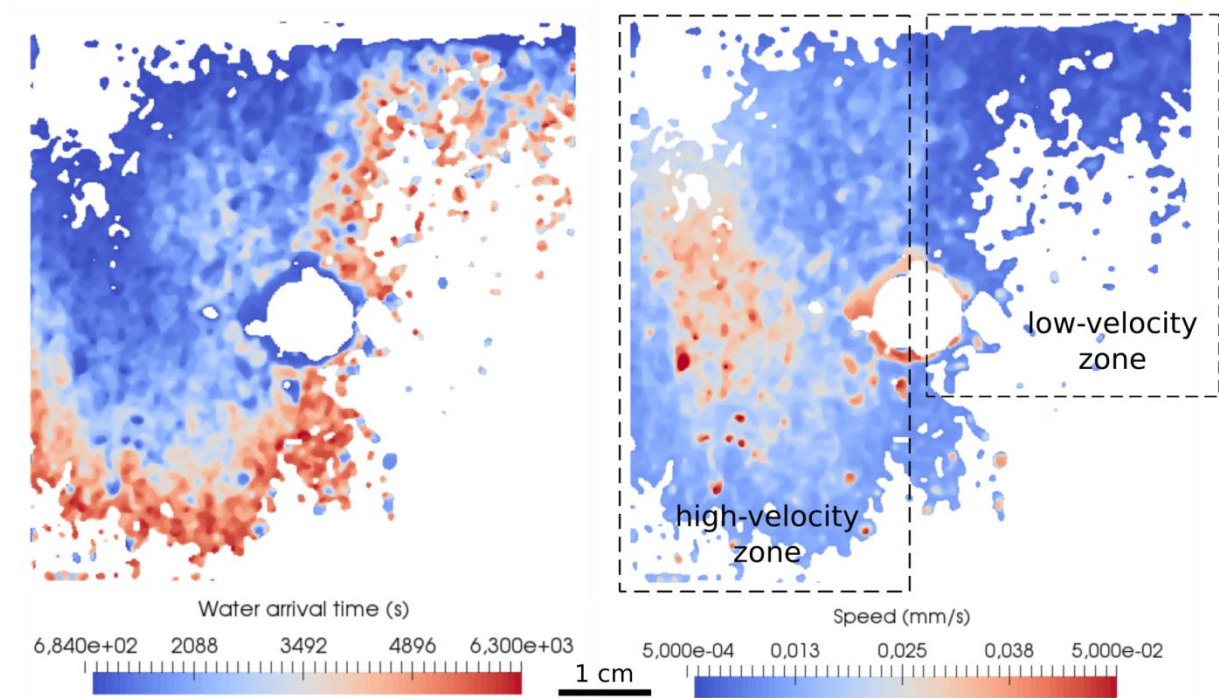


Figure 4-38 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton avec armature horizontale pendant la deuxième injection à 10 MPa

En prenant en considération tout l'échantillon, la vitesse moyenne sera donc de 1.45×10^{-2} mm/s, ce qui correspond à une perméabilité 1.02×10^{-16} m². Dans ce test, le régime permanent est atteint avec un débit moyen de 5.6 g/h. Par calcul classique, une perméabilité globale de 2.86×10^{-18} m² sera associée à l'échantillon. Cette différence signifie que la zone qui assure l'écoulement est environ 35 fois plus petite que la surface totale de l'échantillon. Cette zone correspond à une surface effective d'environ 1.1 cm², soit un tube avec un diamètre équivalent de 1.18 cm, correspondant à une zone de forte perméabilité.

- Tomographie 2

Après la deuxième injection, la pression est amenée à zéro en gardant toujours la pression de confinement stable à 15 MPa et une deuxième tomographie de 2h 30min est lancée. On peut voir dans la Figure 4-39 que l'eau a été présente en abondance (couleur noire) dans la partie droite de l'échantillon. Ceci est confirmé en regardant la distribution en 3D dans la figure 4 40.

Il est remarqué que le cœur du béton reste intact sauf dans le cas où on est proche de la barre horizontale (tranches 4 et 5 cm - figure 4-39). Une fois les fissures connectées et l'interface barre-béton sont remplies, une diffusion vers le reste de l'échantillon commence à avoir lieu. La combinaison des tomographies aux neutrons et aux rayons X dans la figure 4-40 permet de visualiser la distribution de l'eau autour de la barre et les fissures.

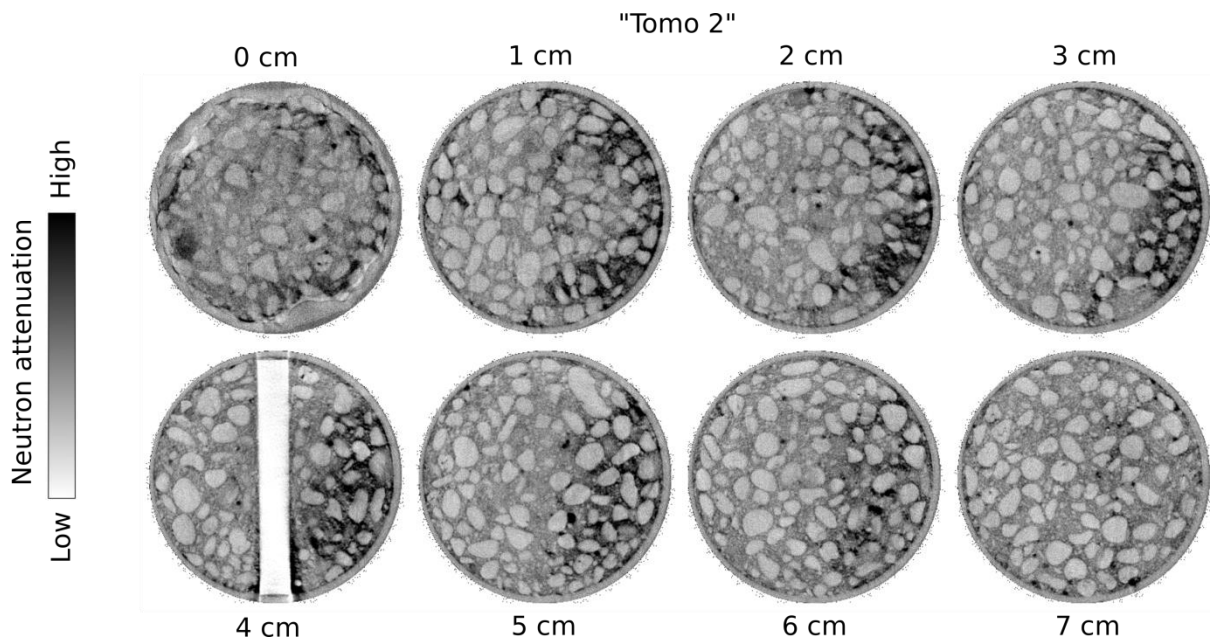


Figure 4-39 : Série de tranches horizontales montrant la répartition de l'eau dans les différentes positions de l'échantillon de béton avec l'armature horizontale après la deuxième injection

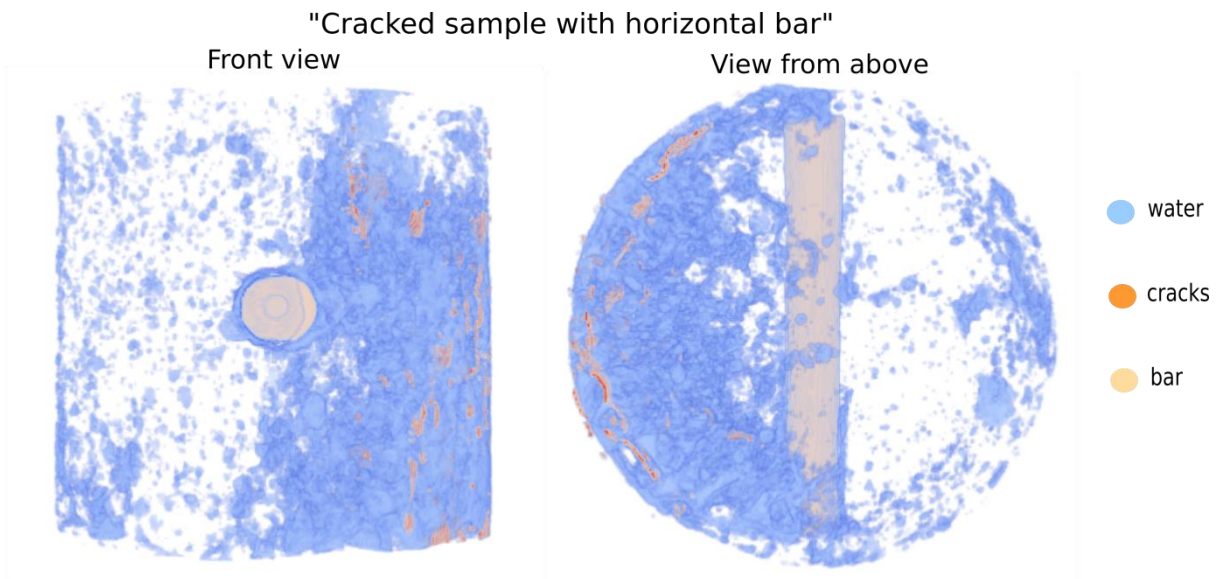


Figure 4-40 : Visualisation de l'eau après la deuxième injection dans l'échantillon de béton avec armature horizontale (vue de face - image gauche -, vue de haut - image droite -)

4.3.2.3 Béton fissuré sans armature

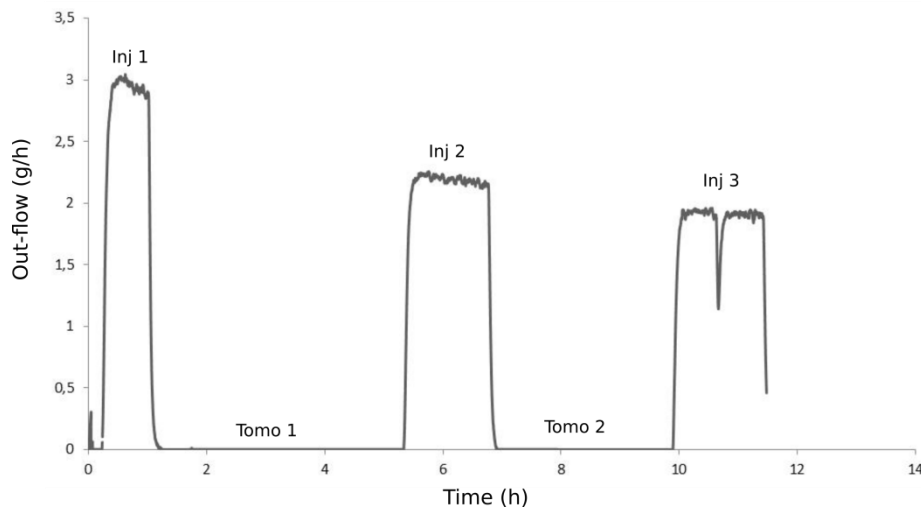


Figure 4-41 : Mesure du débit sortant dans l'échantillon de béton fissuré sans armature à 10 MPa d'injection

Le dernier test de perméabilité sous neutrons est effectué avec l'éprouvette fissurée de béton sans armature. L'injection a été coupée deux fois durant le test pour faire deux tomographies. Le débit sortant diminue lors de chaque phase d'injection, ce qui met en place le phénomène de la cicatrisation/colmatage des fissures observé par plusieurs auteurs [Loosveldt et al. 2002, Banthia et al. 2005, Zhong et Yao 2008, Homma et al. 2009, Li et Li 2011, Ranaivomanana et al. 2013]. Les raisons possibles de cette cicatrisation sont détaillées dans la section 1.2.5. Le régime permanent est atteint avec des débits moyens de 2.9 g/h, 2.2 g/h et 1.9 g/h pour les trois phases d'injection respectivement (figure 4-41). Ces mesures correspondent à des valeurs de perméabilité de $1.48 \times 10^{-18} \text{ m}^2$, $1.12 \times 10^{-18} \text{ m}^2$ et $9.7 \times 10^{-19} \text{ m}^2$. A noter que la chute dans le débit sortant dans la 3^{ème} phase d'injection correspond au moment où l'injection a été arrêtée pour remplir la seringue de la pompe d'injection.

- Injection 1

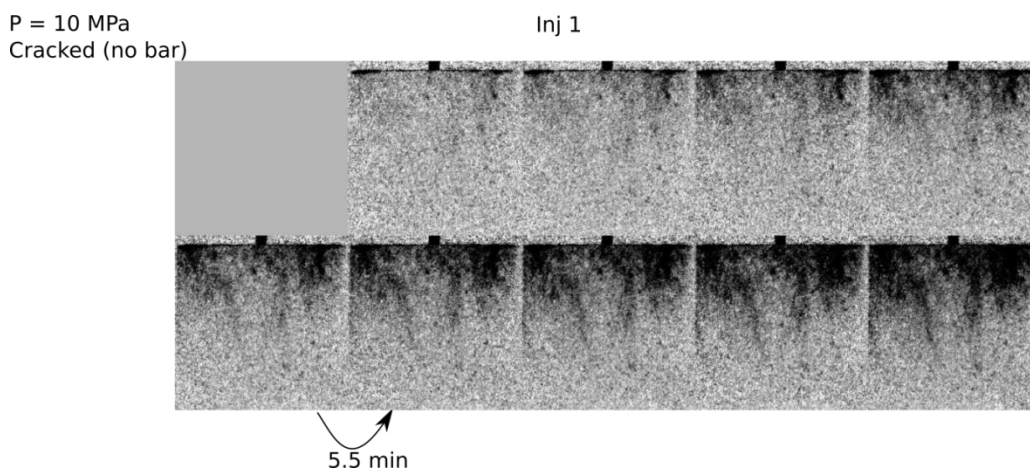


Figure 4-42 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton fissuré sans armature pendant 50 min à une pression d'injection de 10 MPa

La Figure 4-42 représente un montage des images soustraites de l'image initiale avant l'injection. La position du front d'eau à chaque 5.5 min est montrée (couleur noire) pendant la première injection qui a duré 50 min à peu près. Les radiographies montrent que le front avance de tous les côtés et non pas juste dans une partie comme dans l'essai du béton fissuré avec une armature (figure 4-34 et figure 4-37), étant donné que les fissures sont plus réparties sur les bords dans l'échantillon de béton fissuré sans armature (section 4.3.2.1).

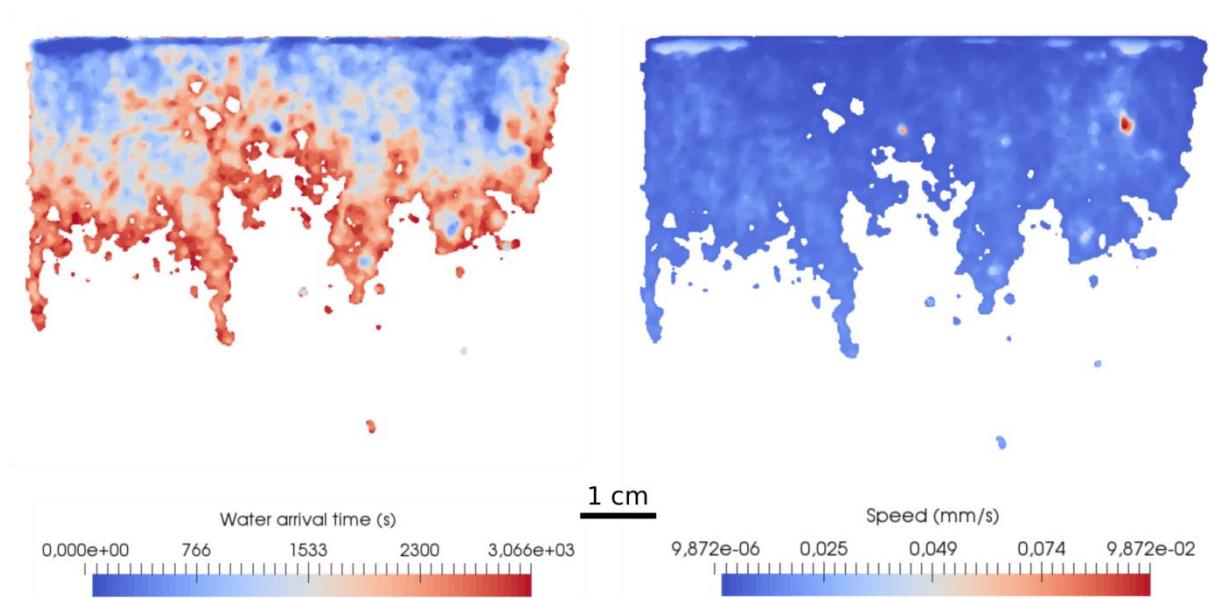


Figure 4-43 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton sans armature pendant la première injection à 10 MPa

Au bout de 50 min, l'eau arrive à plus d'un tiers de la hauteur de l'échantillon. La vitesse de propagation du front dans la figure 4-43 semble être homogène avec une valeur moyenne de l'ordre de 9×10^{-3} mm/s ce qui correspond à une perméabilité de 6.4×10^{-17} m², soit 43 fois plus grande que celle calculée classiquement. Cela signifie que la surface qui assure l'écoulement est trop surestimée lorsqu'on considère la surface totale dans le calcul dans la loi de Darcy. On parle d'une surface effective de l'ordre de 0.9 cm². Une tomographie de 2.5 h est ainsi lancée pour voir le front en 3D.

- Tomographie 1

La figure 4-44 représente une série de coupes horizontales de la tomographie 3D acquise après 50 min d'injection. Cette tomographie montre que la percolation de l'eau concerne juste les bords de l'échantillon où les fissures sont concentrées. Le cœur de l'échantillon reste intact et l'eau franchit une hauteur de 3 cm dans l'échantillon.

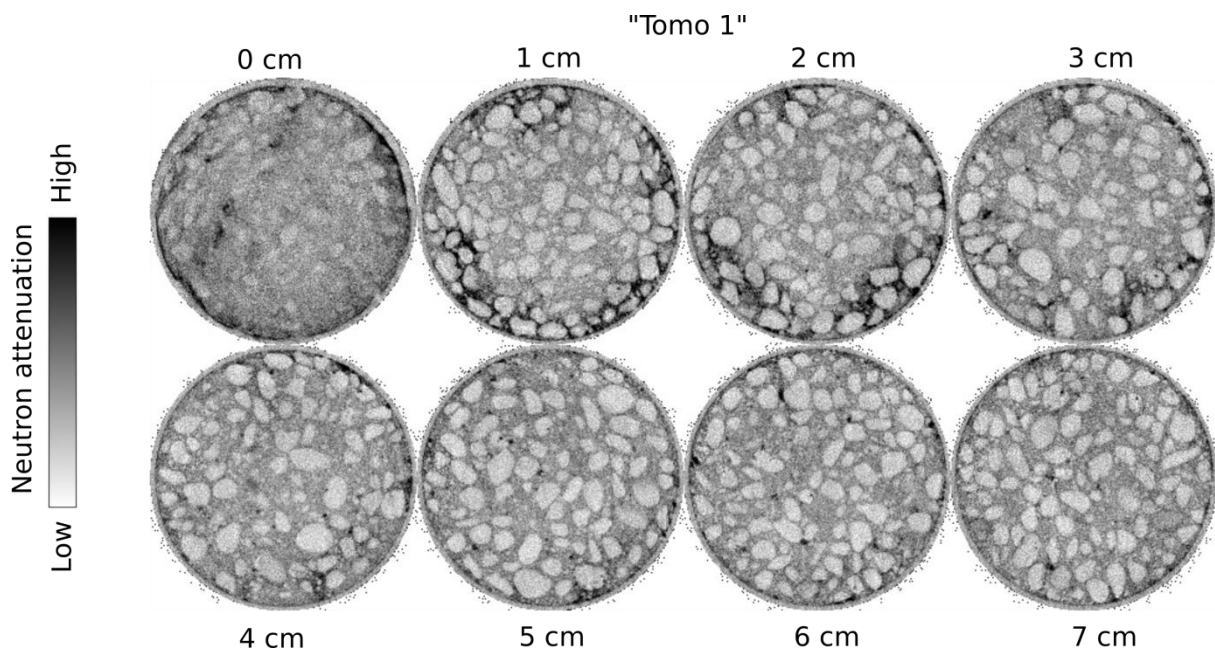


Figure 4-44 : Série de tranches horizontales montrant la répartition de l'eau dans les différentes positions de l'échantillon de béton sans armature après la première injection

- Injection 2

Après la première tomographie, on a repris l'injection à 10 MPa pendant 90 min. Le front continue à avancer d'une manière continue comme le montre la figure 4-45.

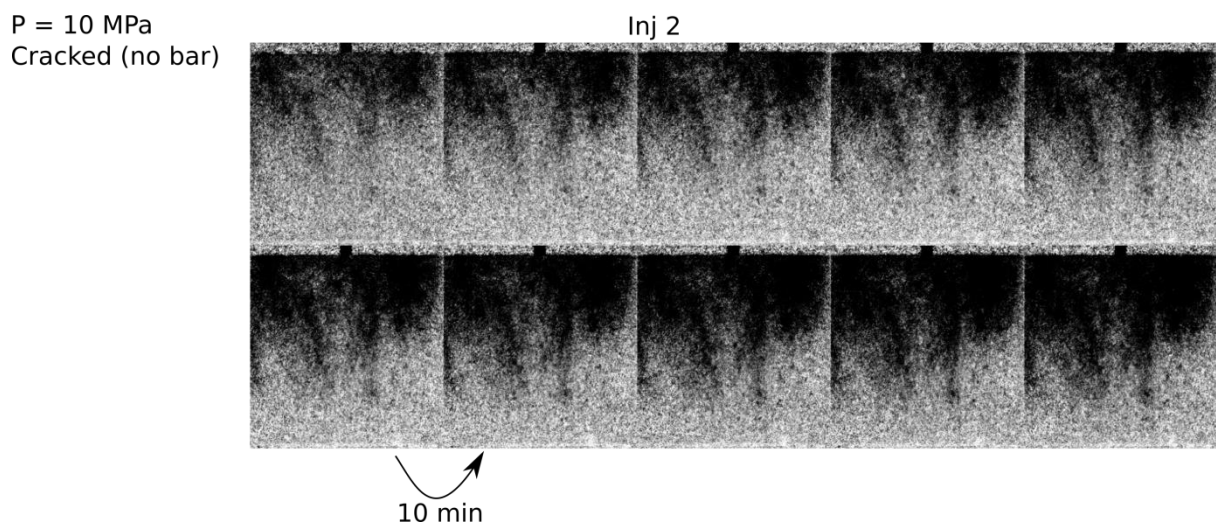


Figure 4-45 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton fissuré sans armature pendant 1h 30min à 10 MPa d'injection après la première tomographie

La construction de la carte de vitesse dans la figure 4-46 montre que la vitesse moyenne du front est estimée à 8.6×10^{-6} m/s ce qui correspond à une perméabilité moyenne de 6.1×10^{-17} m². Un rapport de 54 se trouve entre cette perméabilité et celle calculée classiquement. La

surface d'écoulement effective diminue à 0.7 cm^2 , cela est dû à la cicatrisation/colmatage des fissures qui réduit ainsi la surface des chemins de percolation.

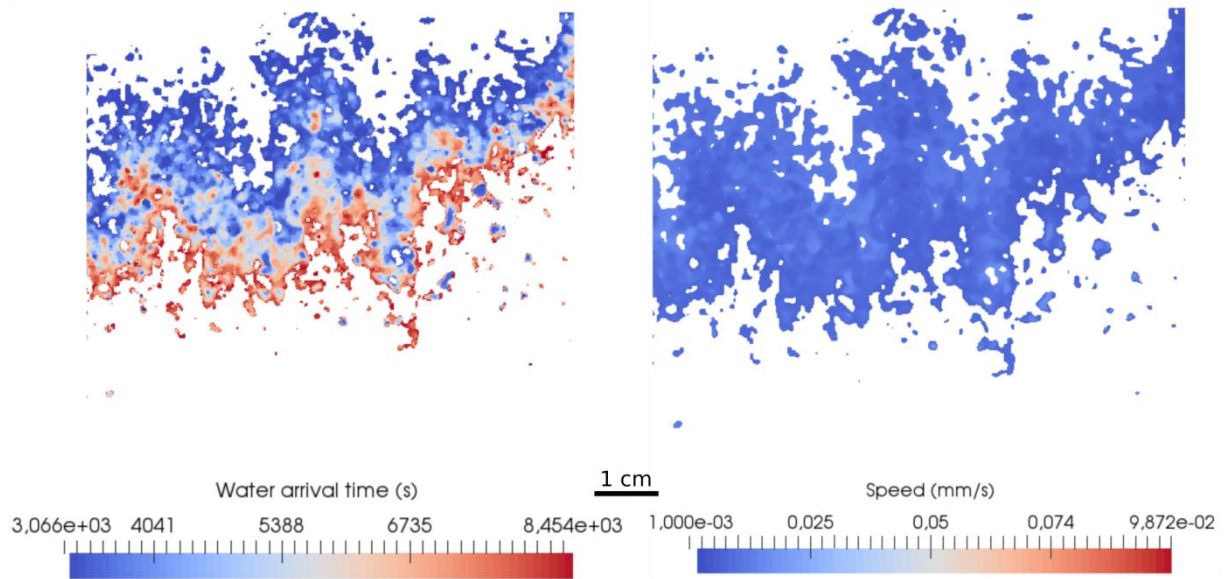


Figure 4-46 : Cartes de temps et vitesse du front d'eau dans l'échantillon de béton sans armature pendant la deuxième injection à 10 MPa

- Tomographie 2

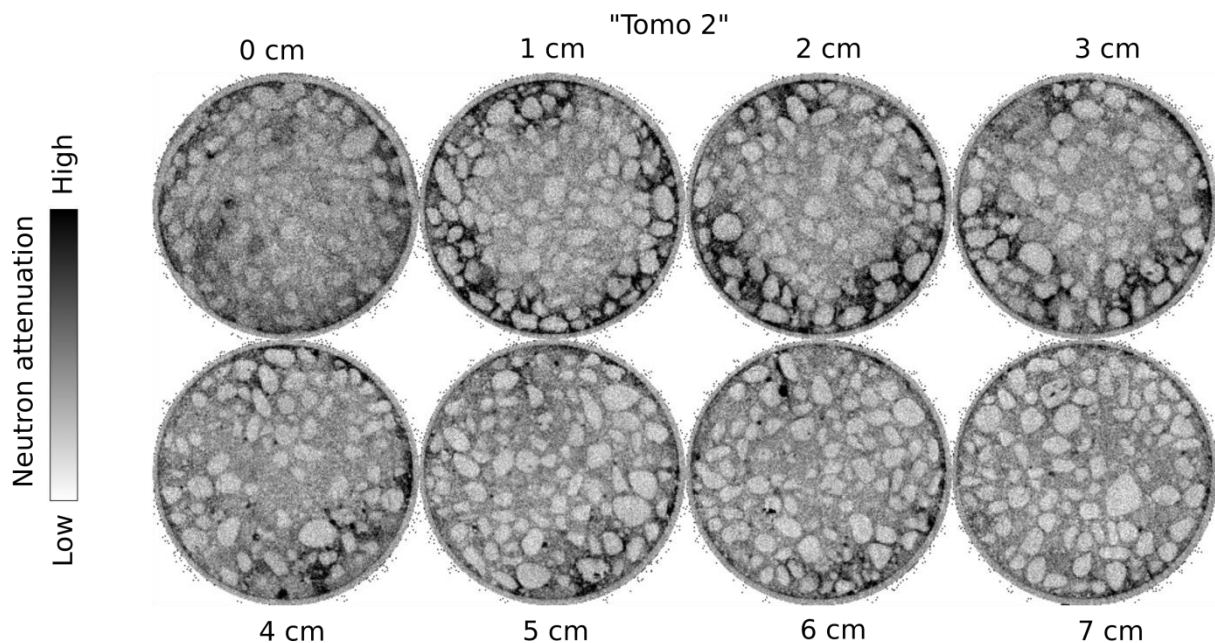


Figure 4-47 : Série de tranches horizontales montrant la répartition de l'eau dans les différentes positions de l'échantillon de béton sans armature après la deuxième injection

Une deuxième tomographie est lancée après la deuxième injection. La figure 4-47 montre que l'eau atteint quand même une hauteur de 6 cm dans l'échantillon. Identiquement à la première tomographie de la figure 4-44, l'eau se trouve uniquement aux bords de l'échantillon sans qu'elle atteigne le cœur du béton. On remarque aussi en comparant cette tomographie à la

précédente, que l'eau dans la zone fissurée se diffuse dans la matrice du béton au cours du temps.

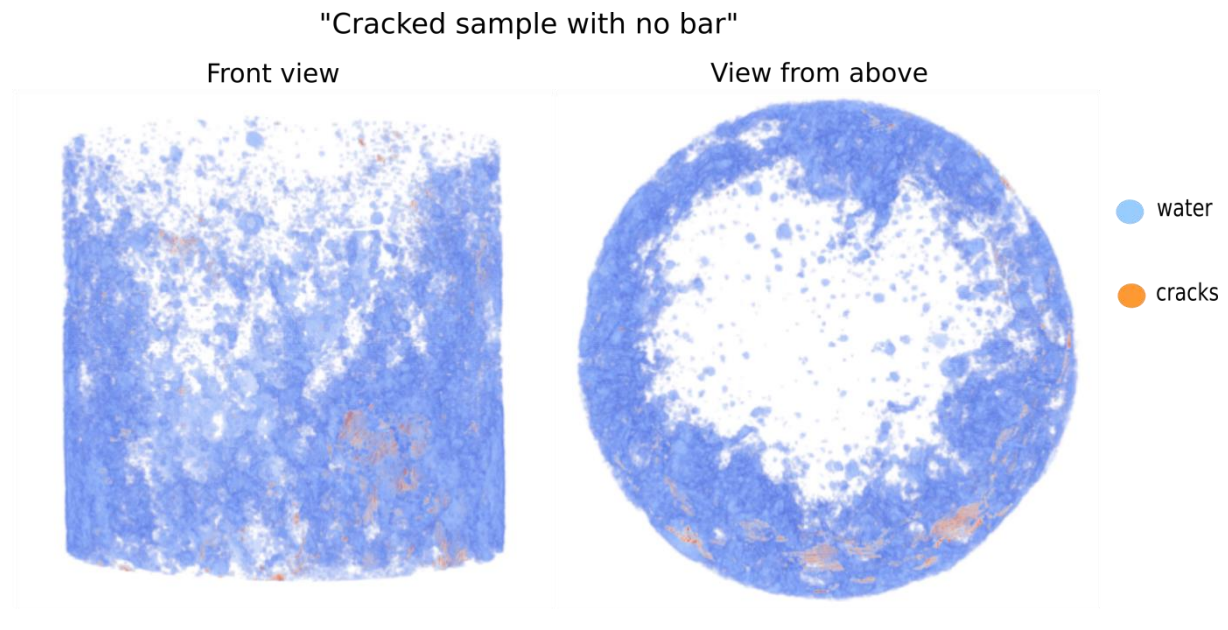


Figure 4-48 : Visualisation de l'eau après la deuxième d'injection dans l'échantillon de béton sans armature (vue de face - image gauche -, vue de haut - image droite -)

Une combinaison de la tomographie aux neutrons présentée ci-dessus avec la tomographie aux rayons X est montrée dans la figure 4-48. On trouve clairement que l'eau (couleur bleue) se présente avec abondance dans la zone fissurée (couleur orange) sans qu'elle franchisse le centre de l'échantillon.

- Injection 3

Une troisième phase d'injection a été réalisée pendant 1h 36 min toujours à la même pression d'injection de 10 MPa. Le front présenté dans la figure 4-49 semble ne pas changer au cours du temps d'où il n'y avait pas de cartes de temps et de vitesse associées à cette phase d'injection.

P = 10 MPa
Cracked (no bar)

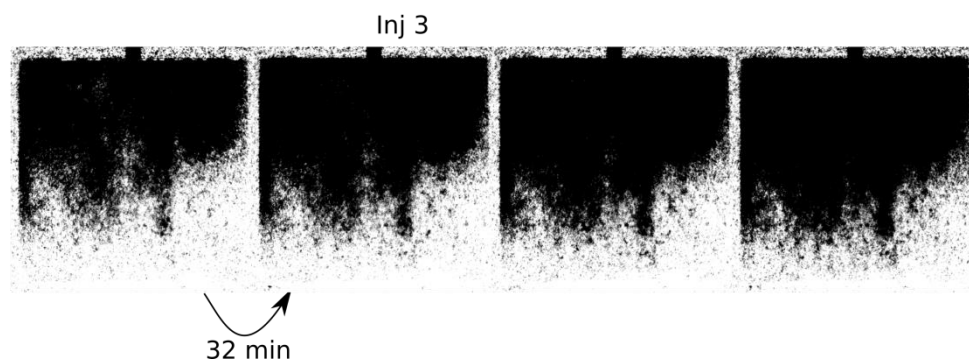


Figure 4-49 : Montage montrant l'avancée du front d'eau dans l'échantillon de béton fissuré sans armature pendant 1h 36min à 10 MPa d'injection après la deuxième tomographie

4.3.2.4 Discussion

Le tableau 4-2 résume les deux tests d'injection sous faisceaux de neutrons effectués sur les échantillons de béton fissurés. Clairement la perméabilité mesurée diminue au cours du temps, ce qui confirme le phénomène de la cicatrisation/colmatage de fissures cité par plusieurs auteurs dans la bibliographie (section 1.2.5). Cette diminution de perméabilité (mesurée classiquement) était de l'ordre de 34% à peu près dans le béton fissuré sans armature entre la première et la troisième injection. Alors que dans le cas du béton fissuré avec une armature horizontale, vu que la première phase d'injection était rapide et n'était pas suffisante pour atteindre le régime permanent (voir figure 4-33), on ne peut pas fournir une mesure de perméabilité durant la première injection. On remarque aussi que la vitesse du front ainsi que la perméabilité mesurée à partir de la vitesse estimée par imagerie neutronique diminuent au cours de l'injection.

Tableau 4-2 : Calcul de la perméabilité à l'eau pour les échantillons de béton fissuré avec ou sans armature

	Béton fissuré sans armature			Béton fissuré avec armature horizontale	
	Inj 1	Inj 2	Inj 3	Inj 1	Inj 2
Phase d'injection (MPa)					
Débit moyen Q_{moy} (g/h)	2.9	2.2	1.9	--	5.6
Calcul classique de la perméabilité à partir du débit (m^2)	1.48×10^{-18}	1.12×10^{-18}	9.7×10^{-19}	--	2.86×10^{-18}
Vitesse moyenne V_{moy} (mm/s)	9×10^{-3}	8.6×10^{-3}	--	3.5×10^{-2}	1.45×10^{-2}
Calcul de la perméabilité à partir de la vitesse (m^2)	6.4×10^{-17}	6.1×10^{-17}	--	2.5×10^{-16}	1.02×10^{-16}
Rapport de deux mesures de perméabilité R	43	54	--	--	35
Section effective S^* (cm^2)	0.9	0.7	--	--	1.1

Dans ces tests de perméabilités, on a vu dans les tomographies (figure 4-40 et figure 4-48) que l'écoulement de l'eau normale concerne juste la partie fissurée de l'échantillon ainsi que l'interface béton-barre lors de sa présence. Cela signifie que les mesures classiques de perméabilité qui prennent la surface totale de l'échantillon comme surface d'écoulement ne sont pas réalistes. En calculant la perméabilité à partir de la vitesse de l'avancée du front dans les radiographies aux neutrons, on trouve une perméabilité de l'ordre de 10^{-17} m^2 pour

l'échantillon de béton sans armature, soit 40 à 50 fois plus grande que celle mesurée classiquement. Alors que pour le béton fissuré avec une armature, on trouve une perméabilité plus élevée de l'ordre de 10^{-16} m² soit 35 fois plus grande que celle trouvée par calcul classique. La section effective qui assure l'écoulement dans l'échantillon de béton fissuré sans armature diminue de 0.9 cm² à 0.7 cm² durant l'injection vu qu'une partie des fissures est cicatrisée. Tandis que la surface effective estimée pour l'échantillon de béton fissuré avec armature est plus importante de 1.1 cm², cette différence est due à la présence de l'interface béton-barre qui participe à l'écoulement.

Dans un échantillon de béton sain, c'est le réseau de pores connectées qui assure l'écoulement. Alors que dans le cas du béton fissuré et/ou armé, l'écoulement est contrôlé par la présence des singularités (les tomographies combinées neutrons/rayons X constituent un parfait exemple - figure 4-40 et figure 4-48). Afin de comprendre la grande différence entre les deux mesures de perméabilité montrées ci-dessus, on prend comme exemple simple une coupe horizontale du béton fissuré sans armature à 3 cm de hauteur (voir figure 4-47). En regardant la répartition de l'eau dans la tomographie, on peut constater que l'écoulement concerne moins que le tiers de la surface de l'échantillon. La porosité accessible dans le béton utilisé dans cette thèse est de l'ordre de 11.8% (tableau 2-4). Donc on parle d'une surface d'écoulement S^* plus petite que 25 fois la surface totale :

$$S^* < \frac{1}{3} S \times 0.118 \approx \frac{1}{25} S \quad (4.3)$$

Un rapport de moins de 25 est ainsi trouvé entre la surface effective d'écoulement et la surface totale de l'éprouvette. Ce rapport est susceptible d'être plus grand. En fait, la porosité connectée est peut-être plus faible que 11.8%. De même, la surface d'écoulement observée qui vaut le tiers de la surface totale est surestimée pour des raisons de migration de l'eau par diffusion radiale ce qui rend cette zone de forte atténuation plus importante.

Conclusions générales et perspectives

Au cours de ce travail de recherche, nous nous sommes intéressés à la mesure de la perméabilité à l'eau du béton sous faisceaux de neutrons. Nous avons vu au premier chapitre que le béton est un matériau hétérogène avec un réseau poreux complexe dont le calcul de sa perméabilité intrinsèque ouvre un débat scientifique. L'imagerie neutronique pour sa part a montré une grande capacité à détecter l'eau avec précision dans les échantillons à base de ciment. Par contre, la plupart des études sur le béton se manifestent par des tests d'absorption capillaire. Or, sans appliquer un gradient de pression, on ne pourra pas passer à la perméabilité au sens de Darcy. D'où l'intérêt de notre projet de thèse.

Ainsi, dans le deuxième chapitre, nous avons montré notre nouveau dispositif expérimental qui permet d'étudier l'écoulement des fluides sous forts gradients de pression par imagerie neutronique dans le béton. Une cellule Hassler en Titane qui optimise la transparence des neutrons tout en permettant un confinement sous haute pression allant jusqu'à 50 MPa a été conçue et réalisée à cet effet. La procédure expérimentale adaptée pour préparer et exécuter un test de perméabilité aux neutrons consiste à injecter de l'eau normale dans un échantillon de béton préparé et saturé en eau lourde pour pouvoir suivre l'avancée du front entre ces deux eaux par différence d'atténuation. Le coulage et la saturation des échantillons de béton en eau lourde étaient une réflexion à la suite de tests simples de mélange de fluides sous faisceaux de neutrons. Vu les propriétés physico-chimiques proches du D_2O et du H_2O , ainsi que la grande différence de contraste existante entre ces deux types d'eau, les essais de perméabilité ont été effectués avec ces deux liquides malgré le phénomène de diffusion mis en place lorsqu'on les mélange. Pour les échantillons de béton en D_2O , nous avons mis en évidence que la prise du béton est retardée d'un jour à peu près par rapport aux échantillons de béton en H_2O . Alors qu'un test de compression simple a montré que la résistance mécanique des deux échantillons (D_2O et H_2O) était presque la même au-delà de 28 jours.

Dans le chapitre 3, le test préliminaire mené sur un échantillon de béton sain en D_2O à l'instrument D50 à l'ILL permet de valider la procédure expérimentale. Avant de commencer ce test, un choix de membranes a été fait ainsi qu'une caractérisation du temps d'exposition aux neutrons pour faire des radiographies et des tomographies. Suite à des tests mécaniques et d'imagerie, on a choisi les membranes en téflon pour nos essais, vu qu'ils ont montré un bon compromis entre la résistance mécanique, l'atténuation aux neutrons, la flexibilité et la tolérance aux changements de taille des échantillons testés. Le temps d'exposition aux neutrons pour notre système (cellule, film d'eau lourde pour le confinement, membrane en téflon de 2 mm et échantillon de béton cylindrique de 7 cm de diamètre de béton coulé et saturé en eau lourde) est fixé à 10 s pour une taille de pixels de 300 μm à l'intérieur de la cellule. Concernant le test d'injection aux neutrons. L'injection a été effectuée à une pression de 20 MPa et le confinement à 30 MPa. Le front entre les deux types d'eau a été suivi dans l'espace et dans le temps par une combinaison de radiographies et tomographies neutroniques.

Ce front n'était pas homogène et il y avait des chemins préférentiels d'écoulement surtout aux bords de l'échantillon. A ce stade, on est resté sur une analyse qualitative étant donné qu'on n'avait pas de mesures de débits (Le débitmètre n'était pas disponible). En attendant le prochain cycle de neutrons, des tests de perméabilités hors faisceaux ont été effectués sur deux échantillons de béton D₂O et H₂O. On a constaté qu'une pression de confinement minimale de 15 MPa est nécessaire pour assurer l'étanchéité de notre système. La perméabilité à l'eau a diminué avec l'augmentation de la pression de confinement ce qui est en accord avec la littérature. Concernant la différence entre les deux échantillons, on a vu que la perméabilité du béton D₂O est environ 10 fois plus grande que celle du béton H₂O. Pour une pression d'injection de 10 MPa et pour la même pression de confinement de 15 MPa, la perméabilité du béton D₂O sain était de l'ordre de 10⁻¹⁹ m² alors que celle du béton sain H₂O était de l'ordre de 10⁻²⁰ m².

Enfin concernant le chapitre 4, qui présente la campagne expérimentale réalisée sur des échantillons de béton de différentes configurations (fissuré sans armature, fissuré avec armature horizontale, avec armature lisse et spirale), les résultats obtenus amènent les conclusions suivantes :

- Lors de l'injection, l'écoulement est contrôlé par les singularités dans l'échantillon (zone fissurée et interface barre-béton) alors que le reste de l'échantillon reste presque intact (non affecté par l'écoulement).
- La perméabilité est sous-estimée par le calcul classique de la loi de Darcy en divisant le débit par la surface totale du béton par rapport à celle trouvée à partir de la vitesse du front d'eau. Pour cette raison, une surface effective qui assure l'écoulement doit être calculée pour estimer la perméabilité apparente de la zone d'interface ou de la fissure.
- Les essais sur les échantillons avec des armatures verticales montrent que l'eau percole autour de la barre durant les premières minutes de l'injection. La perméabilité locale de l'interface armature-béton $k_{\text{interface}}$ estimée est de l'ordre de 10⁻¹⁴ - 10⁻¹⁵ m² alors que celle calculée classiquement varie de l'ordre de 10⁻¹⁹ à 10⁻¹⁷ m². Cette grande différence est due à un problème d'effet d'échelle.
- La tomographie aux neutrons a montré que la porosité mesurée avec les rayons X ne donne pas une idée sur les chemins de percolation (en d'autres termes la porosité connectée), d'où l'intérêt des neutrons. Bien que la moyenne des macropores autour de la barre lisse fût de 52 % significativement plus grand que celle autour de la barre spirale qui est de l'ordre de 16 %, la porosité connectée autour de la barre spirale était plus importante que celle autour de la barre lisse vu que la vitesse et le débit étaient plus importants. On peut imaginer que très localement, lié aux différents retraits, l'interface ait glissé sur un acier lisse. Au contraire, pour un acier adhérent, les retraits sont empêchés, ce qui peut créer des microfissures qui créent la connectivité.

- Les essais sur les échantillons fissurés montrent que la perméabilité diminue au cours de temps ce qui met en place le phénomène de la cicatrisation/colmatage des fissures montré dans la bibliographie. La perméabilité globale de ces échantillons (avec ou sans armature), mesurée à partir du débit enregistré à la sortie, était de l'ordre de 10^{-18} m^2 , soit 10 fois plus grande que celle d'un échantillon de béton sain. Cette perméabilité est sous-estimée par rapport à celle calculée à partir de la vitesse du front. Une surface effective de 0.9 cm^2 correspond au béton fissuré avec une armature et qui diminue au cours du temps avec la cicatrisation des fissures, alors qu'une surface effective plus grande de 1.1 cm^2 pour le béton fissuré avec l'armature horizontale.

Ce projet présente un premier pas dans l'étude de la perméabilité du béton par imagerie neutronique. Il nous permet d'avoir une vision 2D/3D des écoulements et des chemins préférentiels dans nos spécimens. Nous ne sommes plus sur une description globale, mais également sur une information dans l'épaisseur. Certes, cela ne peut pas s'appliquer à une enceinte dont l'épaisseur fait plus qu'un mètre, mais c'est utile de comprendre le comportement du matériau à l'échelle à laquelle on peut accéder actuellement. Avec les mesures locales de perméabilité, on pourra ainsi développer des modèles extensibles à l'échelle structurelle.

Les travaux originaux réalisés dans le cadre de cette thèse offrent différentes perspectives que l'on peut regrouper comme suit :

- Des tests de répétabilité pour valider quelques analyses sont souhaitables surtout sur la différence entre les échantillons de béton D_2O et H_2O (résistance mécanique, perméabilité etc.). Ceci afin de vérifier si les résultats obtenus sur des éprouvettes en béton lourd peuvent être appliqués au béton ordinaire.
- Par manque de temps (réservation pour l'essai de 6 mois à un an en avance) et parfois en raison des fermetures non programmées de l'ILL, notre campagne expérimentale s'est limitée aux tests présentés dans ce document, ainsi que quelques tests préliminaires pour faire le choix des matériaux. Il serait intéressant de faire plus de tests sur des éprouvettes saines ou même des éprouvettes avec d'autres singularités (reprise de bétonnage, fissures localisées, etc.).
- Comparer les cartes de temps obtenues expérimentalement avec des cartes de temps numériques (Annexe B) issues des simulations réalisées sur l'échantillon à l'échelle mésoscopique (par combinaison de tomographies rayons X/neutrons) afin de caler les valeurs de perméabilité dans les différentes zones du béton. Il faut noter que l'obtention d'un champ de perméabilité locale à partir d'un champ de vitesse locale n'était pas possible par analyse inverse (Annexe A).

Annexe A

Passage vitesse - perméabilité

L'idée dans cette thèse était de passer d'un champ de vitesse locale à un champ de perméabilité locale. Ce parcours a été exploité par analyse mathématique de l'équation de Darcy par éléments finis et par application de l'équation de Poisson pour la pression par la méthode des différences finies.

A.1 Analyse par éléments finis de l'équation de Darcy

Certains auteurs mentionnent la possibilité de faire le passage vitesse-perméabilité dans le cas des essais contrôlés par la pression du fluide, au lieu de l'imbibition sans donner des indications [Hall et al. 2009]. Par analyse mathématique, on trouve plus d'inconnus que d'équations dans la loi de Darcy, ainsi on peut trouver une infinité de solutions de champs de pression et de perméabilité pour avoir le même champ de vitesse. Une étude du problème par analyse inverse par éléments finis de l'équation de Darcy a été faite à l'aide du logiciel cast3m⁷. Le problème thermique analogue est traité pour résoudre l'équation de Darcy.

L'équation de conservation de la masse en régime *permanent*, pour un fluide newtonien et incompressible, s'écrit de la façon suivante :

$$\operatorname{div} \vec{u} = \vec{0} \quad \text{dans } \Omega \quad (\text{A.1})$$

Où u représente la vitesse du fluide en tout point.

L'équation de Darcy qui relie la vitesse du fluide (u) à son gradient de pression (P) est définie dans l'équation suivante:

$$\vec{u} = -K \overrightarrow{\operatorname{grad}} P \quad \text{dans } \Omega \quad (\text{A.2})$$

Où K représente la conductivité hydraulique ou coefficient de perméabilité, pouvant avoir un caractère tensoriel, dépendant uniquement du milieu poreux. K s'exprime comme le rapport de la perméabilité intrinsèque k et la viscosité du fluide μ .

D'où

$$-\operatorname{div} (K \overrightarrow{\operatorname{grad}} P) = \vec{0} \quad (\text{A.3})$$

La résolution du problème consiste à chercher la pression $P(x,y,z)$ en tout point de la matière avec les conditions aux limites de la pression.

Le résidu de l'équation $r(P)$ est nul si P est une solution. Ce résidu est défini par la quantité :

$$r(P) = -\operatorname{div} (K \overrightarrow{\operatorname{grad}} P) \quad (\text{A.4})$$

⁷ Cast3m est un logiciel de calcul par la méthode des éléments finis pour la mécanique des structures et des fluides. Cast3m est développé au Département de Modélisation des Systèmes et Structures (DM2S) de la Direction de l'Énergie Nucléaire du Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA).

La méthode des résidus pondérant dans la formulation de Galerkin est utilisée pour résoudre le problème par éléments finis. L'équation est multipliée par une fonction arbitraire P^* appelée fonction de pondération et sera intégrée sur le domaine V . La formulation intégrale faible du problème sera obtenue :

$$W(P, P^*) = \int_V \overrightarrow{\text{grad}} P^* \cdot K \cdot \overrightarrow{\text{grad}} P \, dV \quad \forall P^*, P^* = 0 \text{ sur } S_p \quad (\text{A.5})$$

Avec la condition aux limites : $P = P_p$ sur S_p .

Pour résoudre le problème en éléments finis, Le domaine V est décomposé en sous-domaines V^e de forme géométrique simple (les éléments) reliés entre eux par des points appelés nœuds. Cette opération s'appelle maillage. Le maillage est ainsi défini par la table des nœuds et la table des éléments.

Le champ de pression $P^e(x, y, z)$ dans un élément (e) a pour expression :

$$P^e(x, y, z) = [N_1^e(x, y, z) \dots N_i^e(x, y, z) \dots N_{n_e}^e(x, y, z)] \begin{pmatrix} P_1^e \\ \vdots \\ P_i^e \\ \vdots \\ P_{n_e}^e \end{pmatrix} \quad (\text{A.6})$$

Avec :

- n_e le nombre de nœuds de l'élément.
- $N_i^e(x, y, z)$ les fonctions d'interpolation élémentaires.
- $\{P^e\}$ regroupe les pressions aux nœuds de l'élément (e).

Le champ de pression $P(x, y, z)$ a pour expression sur l'ensemble du domaine V :

$$P(x, y, z) = [N_1(x, y, z) \dots N_i(x, y, z) \dots N_n(x, y, z)] \begin{pmatrix} P_1 \\ \vdots \\ P_i \\ \vdots \\ P_n \end{pmatrix} \quad (\text{A.7})$$

$$= [N(x, y, z)]\{P\}$$

Avec :

- n le nombre de nœuds du maillage.
- $N_i(x, y, z)$ les fonctions d'interpolation ou les fonctions de forme.
- $\{P\}$ le vecteur de pressions nodales.

Effectuons une partition des degrés de liberté en pressions inconnues $\{P_L\}$ et connues $\{P_P\}$.

$$\{P\} = \begin{Bmatrix} \{P_L = ?\} \\ \{P_P\} \end{Bmatrix} \quad (\text{A.8})$$

Cette partition induit une partition de la matrice d'interpolation :

$$[N] = [[N_L] [N_P]] \quad (\text{A.9})$$

D'où l'expression de P et P^* :

$$P = [[N_L] [N_P]] \begin{Bmatrix} \{P_L\} \\ \{P_P\} \end{Bmatrix} \quad (\text{A.10})$$

$$P^* = [[N_L] [N_P]] \begin{Bmatrix} \{P_L^*\} \\ \{0\} \end{Bmatrix} = [N_L]\{P_L^*\} \quad (\text{A.11})$$

En passant à la discrétisation de la forme intégrale faible. De l'expression du champ de la pression :

$$P = [N]\{P\} \quad (\text{A.12})$$

On déduit que :

$$\dot{P} = [N]\{\dot{P}\} \quad (\text{A.13})$$

Ainsi,

$$\{\text{grad}P\} = [B]\{P\} \quad (\text{A.14})$$

Avec $[B] = [\{B_1\} \dots \{B_i\} \dots \{B_n\}]$ où B_i dépend du problème traité (spatial, symétrique, plan...).

Pour un problème spatial, $\{B_i\}$ s'exprime dans le repère orthonormé $\{x,y,z\}$:

$$\{B_i\} = \begin{Bmatrix} \frac{\partial N_i}{\partial x} \\ \frac{\partial N_i}{\partial y} \\ \frac{\partial N_i}{\partial z} \end{Bmatrix} \quad (\text{A.15})$$

De même, on a :

$$P^* = [N]\{P^*\} = \{P^*\}^T [N]^T. \quad (\text{A.16})$$

D'où

$$\{\text{grad} P^*\} = [B]\{P^*\} \quad (\text{A.17})$$

Et

$$\{\text{grad} P^*\}^T = \{P^*\}^T [B]^T \quad (\text{A.18})$$

En portant ces relations dans la formule intégrale faible, on aura :

$$W(P, P^*) = \{P^*\}^T [C]\{P\} \quad (\text{A.19})$$

Avec :

$[C]$ la matrice de conductivité :

$$[C] = \int_V [B]^T K [B] dV \quad (\text{A.20})$$

Par construction la matrice $[C]$ est symétrique.

La partition des degrés de liberté induit une partition de $[C]$ dans la forme suivante

$$[C] = \begin{bmatrix} [C_{LL}] & [C_{LP}] \\ [C_{PL}] & [C_{PP}] \end{bmatrix} \quad (\text{A.21})$$

Finalement, la forme discrétisée du problème s'écrit :

$$W(\{P_L\}, \{P_L^*\}) = \{P_L^*\}^T \left(\begin{bmatrix} [C_{LL}] & [C_{LP}] \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \{P_L\} \\ \{P_P\} \end{Bmatrix} \right) = 0 \quad \forall \{P_L^*\} \quad (\text{A.22})$$

Les pressions nodales inconnues $\{P_L\}$ sont donc les solutions de l'équation suivante :

$$[C_{LL}]\{P_L\} = -[C_{LP}]\{P_P\} \quad (\text{A.23})$$

Avec, $\{P_P\}$ constitue les pressions nodales imposées (dans notre cas, il s'agit des pressions d'injection et atmosphériques appliquées aux bords de l'échantillon).

Et

$$[C] = \int_V [B]^T K [B] dV = \int_V [B]^T \frac{k}{\mu} [B] dV = \begin{bmatrix} [C_{LL}] & [C_{LP}] \\ [C_{PL}] & [C_{PP}] \end{bmatrix} \quad (\text{A.24})$$

Les matrices globales $[C]$ et $[B]$ seront construites ainsi par assemblage des matrices élémentaires, dont la matrice $[B]$ dépend de la forme géométrique des éléments utilisés.

Les pressions nodales inconnues $\{P_L\}$ seront calculées en appliquant la formule suivante :

$$\{P_L\} = [C_{LL}]^{-1}[C_{LP}]\{P_P\} \quad (A.25)$$

En appliquant la formule de Darcy en 2D, $u = -K\overrightarrow{\text{grad}P}$ le champ de vitesse locale définie aux éléments sera calculé.

$$\{u\} = \begin{pmatrix} u_1(x) \\ u_1(y) \\ \vdots \\ u_i(x) \\ u_i(y) \\ \vdots \\ u_n(x) \\ u_n(y) \end{pmatrix} = -[K][B]\{P\} = -[K] \begin{pmatrix} \text{grad } P_1(x) \\ \text{grad } P_1(y) \\ \vdots \\ \text{grad } P_i(x) \\ \text{grad } P_i(y) \\ \vdots \\ \text{grad } P_n(x) \\ \text{grad } P_n(y) \end{pmatrix} \quad (A.26)$$

Avec,

$$[K] = \begin{pmatrix} K_1 & 0 & & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & K_1 & & 0 & 0 & 0 & 0 \\ & & \ddots & & & & \\ 0 & 0 & & K_i & & 0 & 0 \\ 0 & 0 & & & K_i & & 0 \\ & & & & & \ddots & \\ 0 & 0 & & 0 & 0 & & K_n \\ 0 & 0 & & 0 & 0 & & 0 & K_n \end{pmatrix} \quad (A.27)$$

A noter que K_i représente la conductivité hydraulique qui vaut k_i/μ , et que les dimensions des matrices $\{u\}$, $[K]$, $[B]$ et $\{P\}$ sont respectivement $[2n \times 1]$, $[2n \times 2n]$, $[2n \times 2n]$, $[2n \times n]$ et $[n \times 1]$.

L'équation à résoudre peut s'écrire de la forme suivante :

$$\{u\} = -[K][B]\{P\} = -[K][B] \begin{Bmatrix} \{P_L\} \\ \{P_P\} \end{Bmatrix} = [K][B] \begin{Bmatrix} [C_{LL}]^{-1}[C_{LP}]\{P_P\} \\ -\{P_P\} \end{Bmatrix} \quad (A.28)$$

Le but c'est de chercher le champ de perméabilité $[K]$ à partir de champ de vitesse $\{u\}$ calculé expérimentalement et des conditions aux bords $\{P_P\}$. Or la matrice $\{P_L\}$ est inconnue aussi et son calcul nécessite le calcul des champs $[C_{LL}]^{-1}$ et $[C_{LP}]$ qui dépendent de $[K]$. Le passage perméabilité \rightarrow pression \rightarrow vitesse est facile alors que dans l'autre sens, le problème devient mal posé vu qu'il y aura plus d'inconnus que d'équations.

A.2 Analyse par différences finies de l'équation de Poisson

Dans le travail de [Mack J. et al. 2013], on trouve le passage vitesse \rightarrow perméabilité par l'utilisation de la divergence de Navier Stokes ou ce qu'on appelle l'équation de Poisson pour la pression qui donne une relation directe entre la vitesse et la pression.

$$\nabla^2 P = -\rho \left[\left(\frac{\partial u_x}{\partial x} \right)^2 + 2 \frac{\partial u_x}{\partial y} \frac{\partial u_y}{\partial x} + \left(\frac{\partial u_y}{\partial y} \right)^2 \right] \quad (A.29)$$

Où le champ de vitesse $[u(x) \ u(y)]$ est connu des expériences IRM, ρ est la densité du fluide et P le champ de pression qui est soumis aux conditions aux limites de Dirichlet à l'entrée et à la sortie (mesurées par les manomètres hydrauliques) et de Neumann aux parois.

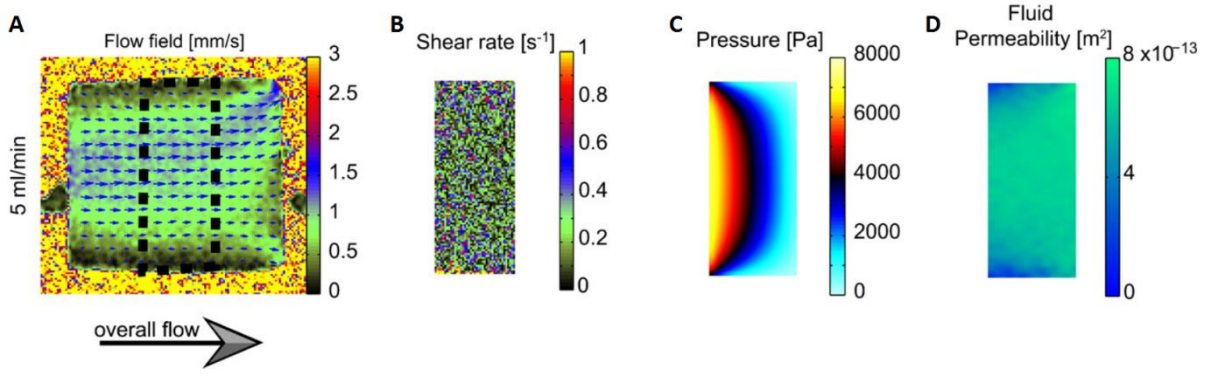


Figure A-1 : Test de perméabilité sur un « échafaudage poreux ». (A) Débit appliqués du gauche à droite 5 ml/min ; (B) Champ d'écoulement IRM où les flèches bleues indiquent le sens d'écoulement ; (C) Carte de taux de cisaillement dérivée de la carte d'écoulement ; (D) Champ de pression calculé à partir de la carte d'écoulement IRM [d'après Mack J. et al. 2013]

Les cartes d'écoulement obtenues à partir des mesures d'IRM sont utilisées pour déterminer les valeurs de vitesses locales et les cartes de pression dérivées sont utilisées pour déterminer les gradients de pression locaux. Ainsi, le champ de perméabilité local « k » (scalaire) est calculé par la loi de Darcy (figure A-1).

Représentons le problème par une grille de discrétisation carrée d'arrête L et de pas h (identique dans les deux directions - figure A-2). Les conditions aux limites du problème sont représentées par les conditions de Dirichlet à l'entrée et à la sortie

$$P(y = 0) = P_{in} \qquad P(y = L) = P_{out} \qquad (A.30)$$

Et de Neumann aux parois

$$\vec{n} \cdot \nabla P = 0 \qquad (A.31)$$

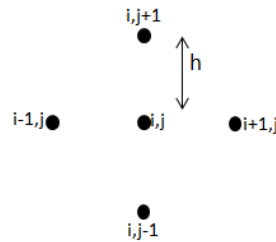


Figure A-2 : maillage différences finies : schéma à 5 points

Dans l'équation de Poisson, on trouve deux termes A et B qui dépendent respectivement de la pression et de la vitesse. La discrétisation de ces deux termes par différences centrales d'ordre 2 est :

$$A = \frac{\partial^2 P}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 P}{\partial y^2} = \frac{P_{i-1,j} + P_{i,j-1} + P_{i+1,j} + P_{i,j+1} - 4P_{i,j}}{h^2} \qquad (A.32)$$

$$B = \frac{-\rho}{4h^2} \left[\left(u_{x_{i,j+1}} - u_{x_{i,j-1}} \right)^2 + 2 \left(u_{x_{i+1,j}} - u_{x_{i-1,j}} \right) \left(u_{y_{i,j+1}} - u_{y_{i,j-1}} \right) + \left(u_{y_{i+1,j}} - u_{y_{i-1,j}} \right)^2 \right] \quad (\text{A.33})$$

En écrivant le problème sous forme matricielle, on obtient :

$$\begin{pmatrix} -3 & 0 & 1 & 0 & \dots & 0 \\ 1 & -4 & 1 & 0 & \dots & 0 \\ & & \ddots & & & \\ & & & \ddots & & \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & -3 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} P_1 \\ \vdots \\ P_i \\ \vdots \\ P_n \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} b_1 \\ \vdots \\ b_i \\ \vdots \\ b_n \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} -P_{in} \\ \vdots \\ 0 \\ \vdots \\ -P_{out} \end{pmatrix} \quad (\text{A.34})$$

Avec

$$b_i = \frac{-\rho}{4} \left[\left(u_{x_{i,j+1}} - u_{x_{i,j-1}} \right)^2 + 2 \left(u_{x_{i+1,j}} - u_{x_{i-1,j}} \right) \left(u_{y_{i,j+1}} - u_{y_{i,j-1}} \right) + \left(u_{y_{i+1,j}} - u_{y_{i-1,j}} \right)^2 \right] \quad (\text{A.35})$$

On peut constater clairement que le champ de pression est presque toujours linéaire vu que le premier terme (b_i) qui est de l'ordre de la vitesse au carré multipliée par la masse volumique ($u^2 \times \rho$) est négligeable devant le deuxième terme qui comporte la pression. Par exemple, pour un béton cylindrique de diamètre et de longueur 7 cm avec une perméabilité intrinsèque $k = 10^{-17} \text{ m}^2$ et en injectant de l'eau ($\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$) à une pression $P_{in} = 10 \text{ MPa}$ et une pression atmosphérique à la sortie. La vitesse locale est de l'ordre de 10^{-6} m/s . Donc $u^2 \times \rho$ sera de l'ordre de 10^{-3} Pa ($\text{Pa} = \text{kg/m.s}^2$), ce qui est négligeable devant le deuxième terme qui est de l'ordre de 10^6 Pa . Pour ces raisons, on n'est pas capable de chercher le champ de perméabilité locale avec cette méthode.

Annexe B

Front d'eau numérique

Pour les raisons citées dans l'Annexe A, il est préférable de faire une analyse de flux et de comparer des cartes numériques et expérimentales afin de caler les valeurs de perméabilité. Pour calculer le front d'eau numériquement, il faut produire premièrement les différentes phases du béton réel à l'échelle mésoscopique. Prenons comme exemple l'échantillon de béton testé dans le test préliminaire. Avec les neutrons, pour une résolution de 93 micromètres par pixel, on extrait tous les granulats. Alors qu'avec la tomographie aux rayons X, on construit l'image binaire 3D des pores jusqu'à 55 voire 50 microns (voir figure B-1). La combinaison de ces deux tomographies représente notre éprouvette de béton à l'échelle mésoscopique.

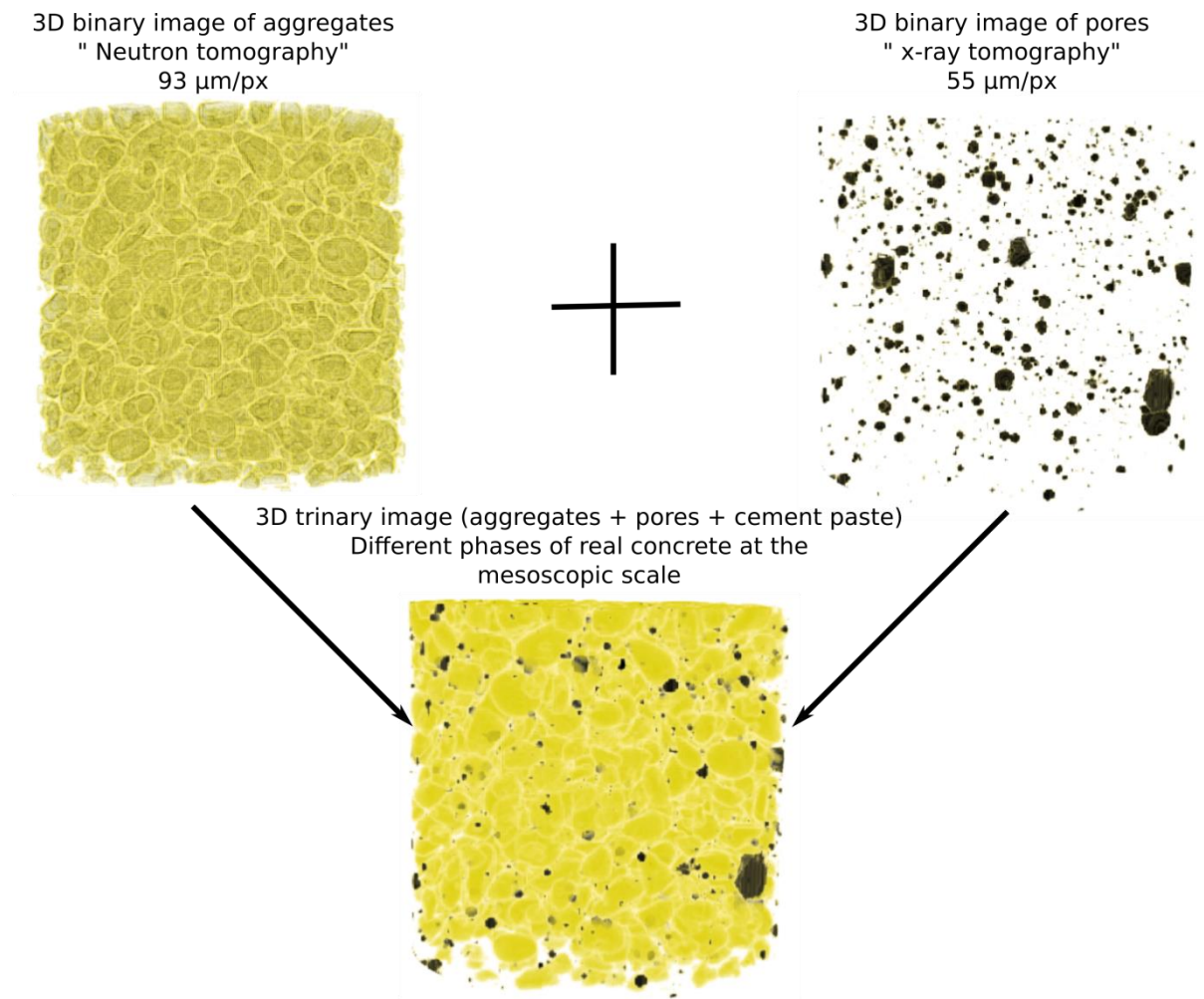


Figure B-1 : Construction de différentes phases du béton réel à l'échelle mésoscopique par combinaison des tomographies aux neutrons et rayons X

Un code en Python, qui appelle cast3m pour faire le calcul par éléments finis en 2D ou 3D, est développé. Dans ce code, on fournit l'image trinaire qui représente les différentes phases du béton (granulats, pâte de ciment et pores), le raffinement souhaité, les dimensions du maillage, la perméabilité de la pâte de ciment ainsi que celle des pores, la viscosité et finalement les conditions aux limites (pression à l'entrée et la sortie). En revanche, on aura en sortie le champ de pression et les champs de vitesse calculés aux nœuds du maillage. (Voir figure B-2)

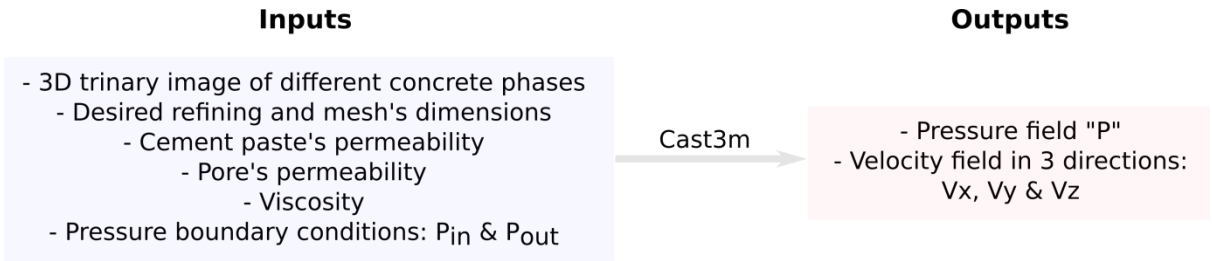


Figure B-2 : Entrées et sorties du code pour le calcul de la vitesse numérique locale

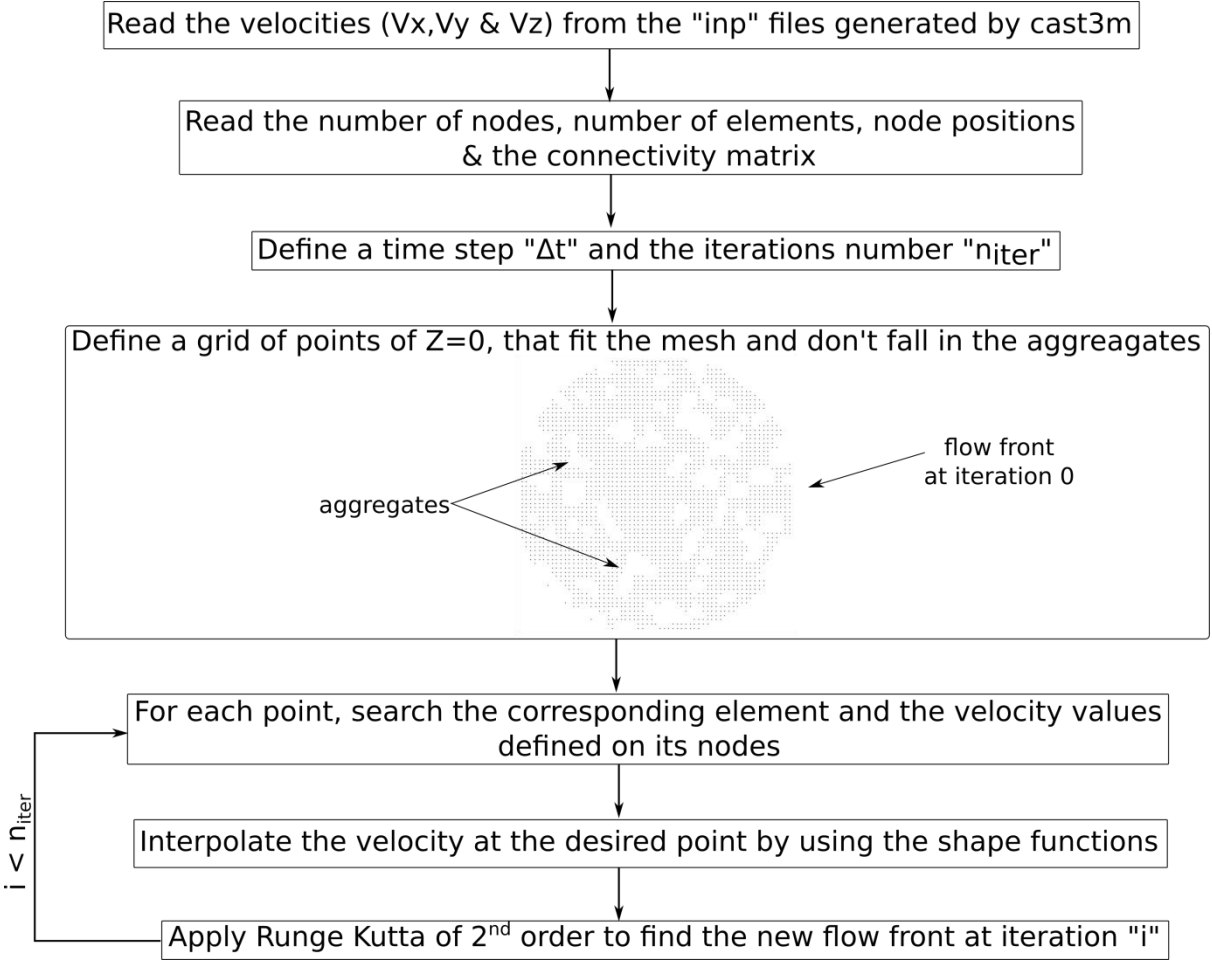


Figure B-3 : Algorithme décrivant la méthode adoptée pour calculer la position du front à des différents pas de temps

En post-traitement, on construit la position du front à différents pas de temps (figure B-3). Pour ce faire, on lit les fichiers des champs de vitesse générés par cast3m qui montrent la vitesse sur chaque nœud du maillage. On définit ainsi un pas de temps et le nombre d'itération à faire. A noter que ce pas de temps (Δt) doit être suffisamment petit pour ne pas sauter un élément du maillage. On définit ensuite un ensemble de points initiaux ayant une position $z=0$ et qui ne tombent pas dans des granulats. On suit ainsi leurs évolutions au cours du temps en utilisant la méthode de Runge-Kutta d'ordre 2. Dans chaque itération, la nouvelle position se trouve en cherchant la vitesse à mi-temps. La vitesse du point désiré est trouvée en faisant l'interpolation grâce aux fonctions de forme de chaque élément. A noter qu'on a établi des boîtes englobantes pour chaque élément afin d'accélérer le processus de la recherche du numéro de l'élément qui contient la position concernée. Finalement, On trouve une carte de temps qui correspond au pas du temps choisi.

B.1 Application 2D

Dans la figure B-4, on montre un exemple pour une application du code en 2D. Cette image pixélisée est créée sur Fiji. Les pixels en bleu ayant une valeur égale à 0 correspondent aux granulats, les pixels d'une valeur 1 en gris constituent la pâte de ciment et les pixels rouges ayant une valeur de 2 représentent les pores.

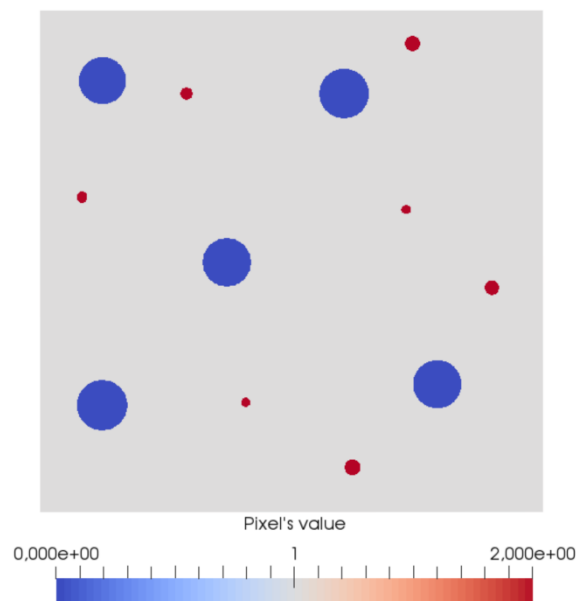


Figure B-4 : Image en 2D avec 3 différentes zones (Pâte de ciment – gris, granulat – bleu, pores – rouge)

Dans cette application, on donne une perméabilité 1000 fois plus grande pour les pores par rapport à la perméabilité de la pâte de ciment et nulle pour les granulats puisqu'ils sont imperméables. Pour les conditions aux limites, une pression de 20 MPa à l'entrée est définie. Vu le grand écart entre les valeurs de perméabilité données, le problème ne converge pas et le champ de pression est ainsi perturbé (voir figure B-5). Il était crucial à ce stade alors de retirer les granulats du maillage surtout puisqu'ils ne participent pas à l'écoulement et l'eau ne peut

pas passer à travers. Donc, il faut définir dans le code juste deux paramètres, la perméabilité des pores et celle de la pâte de ciment.

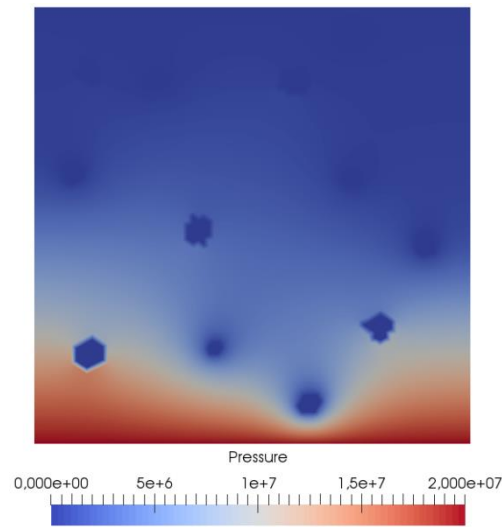


Figure B-5 : Champ de pression perturbé (granulats non retirés du maillage)

La figure B-6 montre la forme du front numérique obtenue pour un maillage en 2D avec la même répartition des granulats et des pores de la figure B-4. (a) En supposant que le matériau homogène (c'est-à-dire la perméabilité est la même partout), la vitesse d'avancement est homogène dans l'épaisseur. (b) En retirant les granulats, les lignes d'écoulement contournent les granulats et avancent sans se rapprocher après. Cela est dû au fait qu'on n'a pas défini autour des granulats une zone de forte perméabilité qui correspond à l'interface de transition. Il était remarqué aussi qu'il y avait quelques points qui se sont arrêtés au-dessous des granulats. (c) En prenant en compte les pores, le front sera perturbé et accéléré.

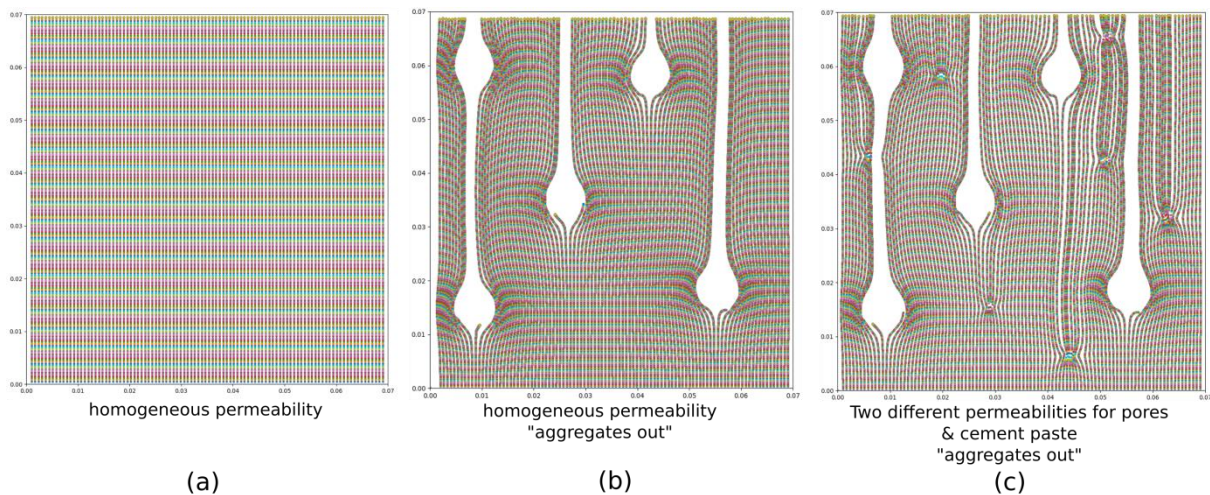


Figure B-6 : Visualisation numérique de l'écoulement du fluide en 2D dans le cas d'un matériau : (a) homogène, (b) homogène avec granulats et (c) hétérogène avec 2 zones de perméabilité (pores et pâte de ciment) et des granulats

B.2 Application 3D

Une application du code sur un échantillon de béton ($7^{\text{cm}} \times 7^{\text{cm}}$) avec un grand granulat au centre est présentée dans la figure B-7. Le maillage construit est formé de 30000 éléments dont les éléments qui correspondent aux granulats sont retirés et une perméabilité de 10^{-17} m^2 est associée à la pâte de ciment. Une pression d'injection de 20 MPa à l'entrée et une pression atmosphérique à la sortie sont définies. Le calcul est fait avec un pas de temps de 10 s et 25000 itérations, ce qui fait au total une injection d'environ 69.4 h à peu près. A noter que pour un échantillon homogène avec une perméabilité de 10^{-17} m^2 , selon darcy, le front traverse l'échantillon au bout de sept heures à peu près. Alors que dans notre simulation, on trouve que même après 70 heures, quelques lignes de flux sont arrêtées au-dessous de l'agrégat.

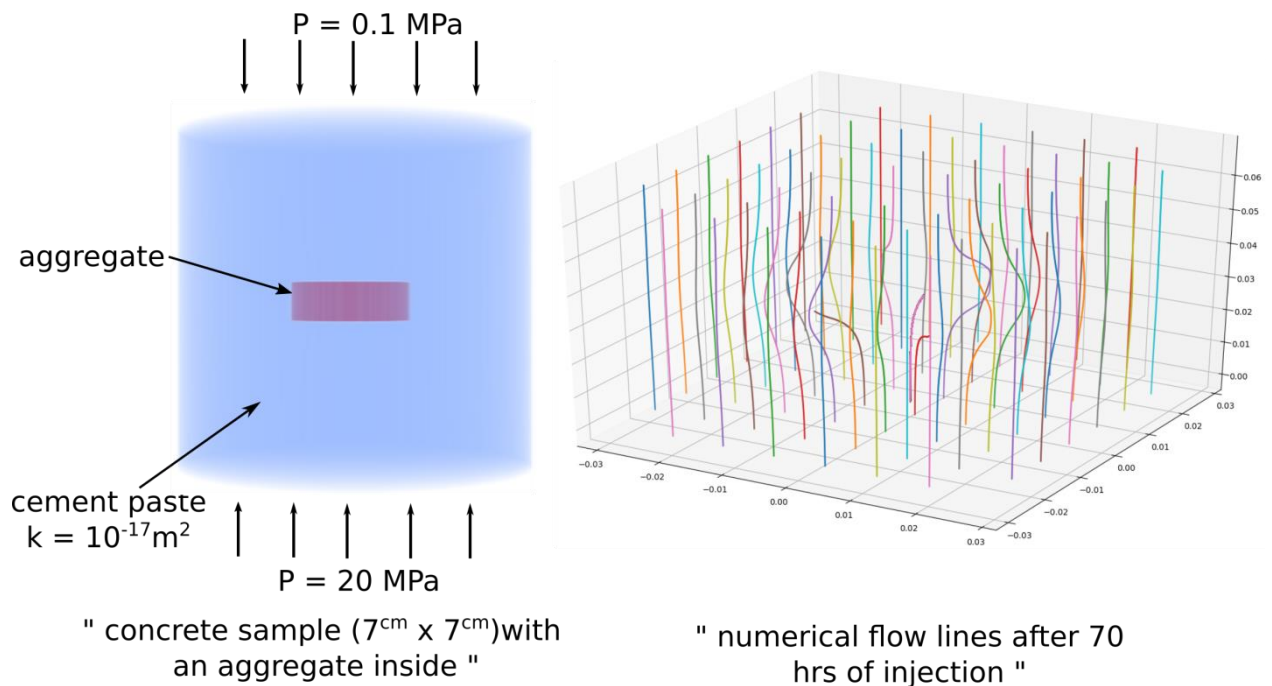


Figure B-7 : Lignes de flux numériques dans un échantillon de béton avec un granulat à l'intérieur

Dans le post traitement du problème, quelques points sont arrêtés ou retardés au-dessous des granulats. La vitesse associée à ces points est nulle. En mécanique des fluides, on les appelle des « points de stagnation ». En prenant le cas le plus simple d'un écoulement autour d'un disque, on aura un point de stagnation (en rouge) qui ne permet pas numériquement de prédire le sens de l'écoulement (voir figure B-8). Autrement, les lignes de courant épousent parfaitement la forme de l'obstacle, même à l'aval de l'écoulement. Dans notre cas, où la forme de l'obstacle devient plus compliquée, on parle d'une zone de points de stagnation.

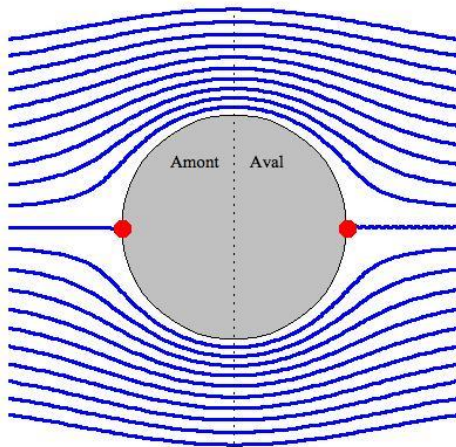
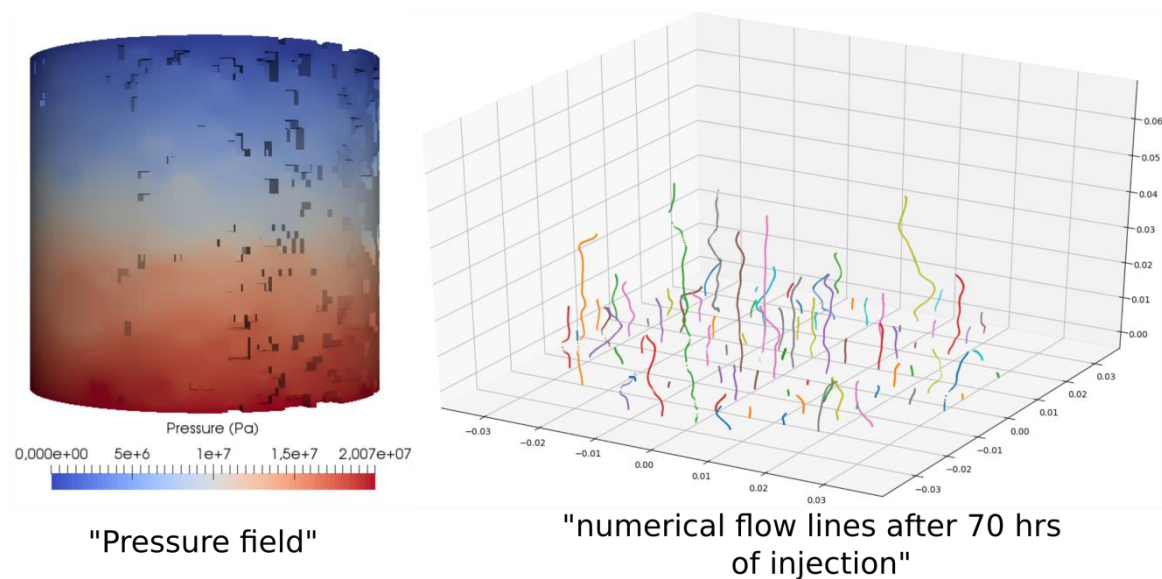


Figure B-8 : Ecoulement d'air autour d'un disque [http://images.math.cnrs.fr/quand-les-maths-donnent-des-ailes.html?id_forum=4613]

Une application du code avec les mêmes paramètres d'entrée a été faite sur l'échantillon de béton réel montré dans la figure B-1. Pour cette simulation, un maillage plus raffiné avec 100000 éléments à peu près est utilisé. Dans la figure B-8, les cavités qu'on les voit dans le champ de pression correspondent à des granulats qui sont retirés. Vu le grand nombre de granulats, presque toutes les lignes de flux sont arrêtées pour une simulation de 70 h d'injection.



"Pressure field"

"numerical flow lines after 70 hrs of injection"

Figure B-9 : Champ de pression numérique (à gauche) et lignes de flux numériques d'un échantillon de béton réel (à droite)

Afin de surmonter ce problème, les points doivent être guidés et forcés pour qu'ils continuent leurs chemins sans qu'ils s'arrêtent. Des développements sont ainsi nécessaires pour améliorer le code et trouver les valeurs de perméabilité locale qui correspondent à la carte du temps expérimentale obtenue des radiographies et des tomographies neutroniques.

Bibliographie

[**Anderson et al. 2009**] Anderson I.S., McGreevy R., Bilheux H.Z. Neutron imaging and applications: A reference for the imaging community, Series: Neutron scattering applications and techniques. *Springer*, 2009.

[**Banthia et al. 2005**] Banthia N., Biparva A., Mindess S. Permeability of concrete under stress. *Cement and Concrete Research*, 35:1651–1655, 2005.

[**Baroghel-Bouny 1994**] Baroghel-Bouny V. Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons. Méthodes, analyse, interprétations. *Edition du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris*, 1994.

[**Bary 1996**] Bary B. Etude du couplage hydraulique-mécanique dans béton endommagé. *Thèse de Doctorat, Laboratoire de Mécanique et Technologie, Cachan*, 1996.

[**Benboudjema 2002**] Benboudjema F. Modélisation des déformations différées du béton sous sollicitations biaxiales. Application aux enceintes de confinement de bâtiments réacteurs des centrales nucléaires. *Thèse de doctorat, Université de Marne la Vallée*, 2002.

[**Bisschop et van Mier 2002**] Bisschop J., van Mier J.G.M. Effect of aggregates on drying shrinkage microcracking in cement-based composites. *Materials and Structures*, 35(8): 453–461, 2002.

[**Bourdarot 1991**] Bourdarot E. Application of a prodamage model to the analysis of concrete dams, *Note EDF/CNEH*, 1991.

[**Burlion et al. 2003**] Burlion N., Skoczylas F., Dubois T. Induced anisotropic permeability due to drying of concrete. *Cement and Concrete Research*, 33 (5): 679–687, 2003.

[**Burlion et al. 2005**] Burlion N., Bourgeois F., Shao J.-F. Effects of dessication on the mechanical behavior of concrete. *Cement and Concrete research*, 27: 367–379, 2005.

[**Bye 1999**] Bye G.C. Portland cement: Composition, production and properties. *Thomas Telford (Edition 2). London, UK*, 1999.

[**Brew et al. 2009**] Brew D.R.M., de Beer F. C., Radebe M. J., Nshimirimana R., McGlenn P.J., Aldridge L.P., Payne T.E. Water transport through cement-based barriers-A preliminary study using neutron radiography and tomography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 605(1-2): 163–166, 2009.

[**Carman 1956**] Carman P.C. Flow of gases though porous media. *New York, Academic Press*, 1956.

[Choinska 2006] Choinska M. Effet de la température, du chargement mécanique et de leurs interactions sur la perméabilité du béton de structure. *Thèse de Doctorat, École centrale de Nantes*, 2006.

[Christensen et al. 1985] Christensen A.N., Fjellvag H. A time resolved powder neutron diffraction investigation of reactions of Portland cement components with water. *Acta Chemica Scandinavica*, 39: 593–604, 1985.

[Colin 1990] Colin M.S. Stress-induced fluid flow anisotropy in fractured rock. *Transport in Porous Media*, 5(3): 287–297, 1990.

[Comsan 2011] Comsan M.N.H. *Proceedings of the 8 th Conference on Nuclear and Particle Physics, 20-24 Nov. 2011, Hurghada, Egypt*.

[Dahal et al. 2012] Dahal U., Adhikari N.P. Molecular dynamics study of diffusion of heavy water in normal water at different temperatures. *Journal of Molecular Liquids*, 167: 34–39, 2012.

[Dana 1999] Dana E. Contribution à la caractérisation des écoulements biphasiques dans les matériaux poreux. Etude expérimentale sur trois grès. *Thèse de Doctorat, Université Lille 1*, 1999.

[Dandachy 2016] Ezzedine El Dandachy M. Caractérisation et modélisation de la perméabilité des bétons endommagés : Applications aux structures en béton armé. *Thèse de Doctorat, Université Grenoble Alpes*, 1999.

[Dandachy et al. 2016] Ezzedine El Dandachy M., Briffaut M., Dal Pont S., Dufour F. Induced anisotropic gas permeability of concrete due to coupled effect of drying and temperature. *Key Engineering Materials*, 711: 871–878, 2016.

[Dauti et al. 2018] Dauti D., Tengattini A., Dal Pont S., Toropovs N., Briffaut M., Weber B. Analysis of moisture migration in concrete at high temperature through in-situ neutron tomography, *Cement and Concrete Research*, 111: 41–55, 2018.

[De Beer et Middleton 2006] De Beer F.C., Middleton M. Neutron radiography imaging, porosity and permeability in porous rocks. *South African Journal of Geology*, 109: 541–550, 2006.

[De Beer et al. 2005] De Beer, F.C., Le Roux, J.J., Kearsley, E.P. Testing the durability of concrete with neutron radiography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 542(1-3): 226–231, 2005.

[Desmettre 2011] Desmettre C. Contribution à l'étude de la perméabilité du béton armé sous sollicitations statiques et cycliques. *Thèse de Doctorat, École Polytechnique de Montréal*, 2011.

[Dhir et al. 1989] Dhir R.K., Hewlett P.C., Chan Y.N. Near surface characteristics of concrete: intrinsic permeability. *Magazine of concrete Research*, 41(147): 87–97, 1989.

[Duarte Pento et al. 2017] Duarte Pinto S., Ortega R., Ritzau S., Pasquale D., Laprade B., Mrotek S., Gardell S., Zhou Z., Plomp J., Eijck L., Bilheux H., Dhiman I. *19th International Workshop on Radiation Imaging Detectors (iWoRiD) 2-6 July 2017, Krakow, Poland.*

[Dullien 1992] Dullien F.A.L. Porous media, fluid transport and pore structure. *2nd edition, Academic Press, San Diego, 1992.*

[Duval et Hornain 1992] Duval R., Hornain H. La durabilité du béton vis-à-vis des eaux agressives. *Presses de l'ENPC, chapitre 9, 351–391, 1992.*

[Edvardsen 1999] Edvardsen C. Water permeability and autogeneous healing of cracks in concrete. *ACI Materials journal*, 96(4): 448–454, 1999.

[Fischer et al. 2015] Fischer N., Haerdtl R., McDonald P.J. Observation of the redistribution of nanoscale water filled porosity in cement based materials during wetting, *Cement and Concrete Research*, 68:148–155, 2015.

[Forchheimer 1901] Forchheimer P. Wasserbewegung durch boden. *Z. Ver. Deutsch. Ing.*, 45: 1782–1788, 1901.

[Gawin et al. 2002] Gawin D., Pesavento F., Schlegler B.A. Simulation of damage-permeability coupling in hygro-thermo-mechanical analysis of concrete at high temperature, *Communications in Numerical Methods in Engineering*, 18: 113–119, 2002.

[Gawin et al. 2005] Gawin D., Alonso C., Andrade C., Majorana C. E., Pesavento F. Effect of damage on permeability and hygro-thermel behaviour of HPCs at elevated temperatures: Part 1. Experimental results. *Computers and Concrete*, 2(3): 189–202, 2005.

[Guenot-Delahaie 1997] Guenot-Delahaie I. Contribution à l'analyse physique et à la modélisation du fluage propre du béton. *Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1997.*

[Guo et al. 2012] Guo, X., Tang, C., Zhang, H., Chang, Z. Automatic thresholding for defect detection. *ICIC Express Letters*, 6(1):159–164, 2012.

[Hall et al. 1995] Hall C., Hoff W.D., Taylor S.C., Wilson M.A., Yoon B.-G., Reinhardt H.W., Sosoro M., Meredith P., Donald A.M. Water anomaly in capillary absorption by cement-based materials, *Journal of Materials Science Letters*, 14 (17): 1178–1181, 1995.

[Hall 2013] Hall S.A. Characterization of fluid flow in a shear band in porous rock using neutron radiography, *Geophysical Research Letters*, 40(11): 2613–2618, 2013.

[Hanžič and Ilić 2003] Hanžič L., Ilić R. Relationship between liquid sorptivity and capillarity in concrete. *Cement and Concrete Research*, 33(9): 1385–1388, 2003.

[Hawkesworth 1977] Hawkesworth M.R., Neutron Radiography: Equipment and Methods, *Atomic Energy Review*, 15(2): 169–220, 1977.

[Hearn and Lok 1998] Hearn N., Lok G. Measurement of permeability under uniaxial compression. *ACI Materials Journal*, 95: 691–694, 1998.

- [**Homma et al. 2009**] Homma D., Mihashi H., Nishiwaki T. Self-healing capability of fibre reinforced cementitious composites. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 7(2): 217–228, 2009.
- [**Kanematsu et al. 2009**] Kanematsu M., Maruyama I., Noguchi T., Iikura H., Tsuchiya N. Quantification of water penetration into concrete through cracks by neutron radiography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 605(1-2): 154–158, 2009.
- [**Kermani 1991**] Kermani A. Permeability of stressed concrete. *Building Research and Information*, 19(6): 360–366, 1991.
- [**King et al. 1988**] King T.C., Dobson C.M. Hydration of tricalcium silicate with D₂O. *Journal of materials science letters*, 7: 861–863, 1988.
- [**Klinkenberg 1941**] Klinkenberg L.J. The permeability of porous media to liquid and gaz. *American Petroleum Institute, Drilling and Production Practice*, 200–213, 1941.
- [**Lal et al. 2014**] Lal S., Poulikakos L.D., Sedighi Gilani M., Jerjen I., Vontobel P., Partl, M. N., Derome D., Investigation of water uptake in porous asphalt concrete using neutron radiography. *Transport in Porous Media*, 105(2): 431–450, 2014.
- [**Li et Li 2011**] Li M., Li V.C. Cracking and healing of engineered cementitious composites under chloride environment. *ACI Materials Journal*, 108(3): 333–340, 2011.
- [**Lion 2004**] Lion M. Influence de la température sur le comportement poromécanique et hydrauliques d'une roche carbonatée et d'un mortier. Etudes expérimentales. *Thèse de Doctorat, Université Lille 1*, 2004.
- [**Loosveldt et al. 2002**] Loosveldt H., Lafhaj Z., Skoczylas F. Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar. *Cement and Concrete research*, 32(9): 1357–1363, 2002.
- [**Mack J. et al. 2013**] J. Mack J., Youssef K., D.V. Noel O., P. Lake M., Wu A., Iruela-Arispe M.L. Bouchard L. Real-time maps of fluid flow fields in porous biomaterials. *Biomaterials*, 34 (8):1980–1986, 2013.
- [**Malvaut 2013**] Malvaut G. Détermination expérimentale de la distribution de taille de pores d'un milieu poreux par l'injection d'un fluide à seuil ou par analyse fréquentielle. *Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers*, 2013.
- [**Mehta 1986**] Mehta P.K. Concrete Structure properties and materials. *Englewood Cliff, New Jersey, Prentice-Hall*, 1986.
- [**Moranville-Regourd 1992**] Moranville-Regourd M. Microstructures des bétons à hautes performances, dans : Les bétons à hautes performances : du matériau à l'ouvrage. *Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*, 1992.

- [Murason et al. 2015]** Murison J., Moosavi R., Schulz M., Schillinger B., Schröter M. Neutron tomography as a tool to study immiscible fluids in porous media without Chemical dopants. *Energy & Fuels*, 10: 6271– 6276, 2015.
- [Ollivier et al. 2002]** Ollivier J.-P., Torrenti J.-M., Carcassès M. Propriétés physiques du béton et de ses constituants. *Hermes/Lavoisier, Génie civil*, 2002.
- [Otsu 1975]** Otsu N. A threshold selection method from gray-level histograms. *Automatica*, 11:285-296, pp. 23–27, 1975.
- [Perfect et al. 2011]** Perfect E., Cheng C.L., Lehmann C-L. Neutron imaging and applications: A reference for the imaging community. *Vadose Zone Journal*, 10: 1336–1337, 2011.
- [Perfect et al. 2014]** Perfect E., Cheng C.L., Kang M., Bilheux H. Z., Lamanna J. M., Gragg M.J., Wright D.M. Neutron imaging of hydrogen-rich fluids in geomaterials and engineered porous media: A review. *Earth-Science Reviews*, 129: 120–135, 2014.
- [Picandet 2001]** Picandet V. Influence d'un endommagement mécanique sur la perméabilité et sur la diffusivité hydrique des bétons. *Thèse de Doctorat, Université de Nantes*, 2001.
- [Picandet et al. 2001]** Picandet V., Khelidj A., Bastian G. Effect of axial compressive damage on gas permeability of ordinary and high-performance concrete. *Cement and Concrete Research*, 31(11):1525–32, 2001.
- [Pijaudier-Cabot et al. 2009]** Pijaudier-Cabot G., Dufour F, Choinska M. Permeability due to the Increase of Damage in Concrete: From Diffuse to Localized Damage Distributions. *Journal of Engineering Mechanics*, 135(9): 1022–1028, 2009.
- [Pons and Torrenti 2008]** Pons G., Torrenti J. M., Retrait et fluage, Ollivier J. P., Vichot A. La durabilité des bétons. *Presses de l'ENPC*, 2008.
- [Poiseuille 1840]** Poiseuille J. Recherches expérimentales sur le mouvement des liquides dans les tubes de très petits diamètres. *Comptes rendus des séances de l'Académie des Sciences*, 1840.
- [Ranaivomanana et al., 2013]** Ranaivomanana H., Verdier J., Sellier A., Bourbon X. Prediction of relative permeabilities and water vapor diffusion reduction factor for cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, 48: 53–63, 2013.
- [Regourd 1982]** Regourd M. Le béton hydraulique. *Presse de l'ENPC*, 59–68, 1982.
- [Scrivener 2001]** Scrivener K. *Cours on-line, EPFL*, 2001.
- [Scrivener et al. 2004]** Scrivener K.L., Fullmann T., Gallucci E., Walenta G., Bermejo E. Quantitative study of Portland cement hydration by x-ray diffraction – Rietveld analysis and independent methods. *Cement and Concrete Research*, 39 (9): 1541–1547, 2004.

[**Sogbossi et al. 2017**] Sogbossi H., Verdier J., Multon S. Impact of reinforcement-concrete interfaces and cracking on gas transfer in concrete. *Construction and Building Materials*, 157: 521–533, 2017.

[**Stamati et al. 2018**] Stamati O., Roubin E., Andò E., Malecot Y. Phase segmentation of concrete x-ray tomographic images at meso-scale: Validation with neutron tomography. *Cement and Concrete Composites*, 88: 8–16, 2018.

[**Taylor, 1997**] Taylor H.F.W. Cement chemistry. *Thomas Telford. London. UK*, 1997.

[**Tengattini et al. 2017**] Tengattini A., Atkins D., Giroud B., Andò E., Beaucour J., Viggiani G. NeXT Grenoble, a novel facility for Neutron and x-ray Tomography in Grenoble. *Proceedings ICTMS*, 2017.

[**Tho Nguyen 2014**] Tho Nguyen P. Étude multiphysique du transfert de chlorures dans les bétons insaturés : Prédiction de l'initiation de la corrosion des aciers. *Thèse de Doctorat, Université de La Rochelle*, 2014.

[**Tittelboom et al. 2012**] Tittelboom K., Snoeck D., Vontobel P., Wittmann F.H., Belie N. Use of neutron radiography and tomography to visualize the autonomous crack sealing efficiency in cementitious materials. *Materials and Structures*, 105–121, 2012.

[**Torrenti et al. 1993**] Torrenti, J.M., Benaija, E.H., Boulay, C. Influence of boundary conditions on strain softening in concrete compression test. *Journal of Engineering Mechanics*, 119(12), 1993.

[**Toropovs et al. 2015**] Toropovs, N., Lo Monte F., Wyrzykowski M., Weber B., Sahmenko G., Vontobel P., Lura P. Real-time measurements of temperature, pressure and moisture profiles in High-Performance Concrete exposed to high temperatures during neutron radiography imaging. *Cement and Concrete Research*, 68: 166–173, 2015.

[**Trtik et al. 2011**] Trtik P., Münch B., Weiss W.J., Kaestner A., Jerjen I., Josic L., Lura P. Release of internal curing water from lightweight aggregates in cement paste investigated by neutron and x-ray tomography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 651(1): 244–249, 2011.

[**Tudisco et al. 2017**] Tudisko E., Jailin C., Mendoza A., Tengattini A., Andò E., Hall S., Viggiani C., Hild F., Roux S. An extension of digital volume correlation for multimodality image registration. *Measurement Science and Technology*, 28(9), 2017.

[**US Army COE 1992**] US Army COE, Test Method for Water Permeability of Concrete Using Triaxial Cell. *US Army Corps of Engineers Standard CRD-C163-92*, 1992.

[**Von der Hardt et al. 1981**] Commission of the European Communities, Neutron Radiography Handbook. *Edited by P. von der Hardt and H. Röttger, D. Reidel Publishing Company, Dordrecht*, 1981.

[**Vu 2007**] Vu X.H. Caractérisation expérimentale du béton sous fort confinement : influences du degré de saturation et du rapport eau/ciment. *Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier*, 2007.

[**Wong et al. 2009**] Wong H.S., Zobel M., Buenfeld N.R., Zimmerman R.W., Influence of the interfacial transition zone and microcracking on the diffusivity, permeability and sorptivity of cement-based materials after drying. *Magazine of Concrete Research*. 61: 571–589, 2009.

[**Wong et al. 2011**] Wong H.S., Pappas A.M., Zimmerman R.W. and Buenfeld N.R., Effect of entrained air voids on the microstructure and mass transport properties of concrete, *Cement and Concrete Research*, 41: 1067–1077, 2011.

[**Wu et al. 2015**] Wu Z., Wong H.S., Buenfeld N.R. Influence of drying-induced microcracking and related size effects on mass transport properties of concrete. *Cement and Concrete Research*, 68: 35–48, 2015.

[**Yehya et al. 2018**] Yehya M., Andò E., Dufour F., Tengattini A. Fluid measurements in low permeability media with high pressure gradients using neutron imaging: Application to concrete. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 890: 35–42, 2018.

[**Zhang et al. 2010**] Zhang P., Wittmann F.H., Zhao T., Lehmann E.H. Neutron imaging of water penetration into cracked steel reinforced concrete. *Physica B: Condensed Matter*, 405(7): 1866–1871, 2011.

[**Zhang et al. 2011**] Zhang P., Wittmann F.H., Zhao T.J., Lehmann E.H., Vontobel P. Neutron radiography, a powerful method to determine time-dependent moisture distributions in concrete. *Nuclear Engineering and Design*, 241(12): 4758–4766, 2011.

[**Zhang et al. 2018**] Zhang P., Wittmann F.H., Zhao T.J., Han S., Application of neutron imaging to investigate fundamental aspects of durability of cement-based materials: A review. *Cement and Concrete Research*, 108: 152–166, 2018.

[**Zhong et Yao 2008**] Zhong W., Yao W. Influence of damage degree on self-healing of concrete. *Construction and building materials*, 22(6): 1137–1142, 2008.

[**Zhou et al. 2017**] Zhou C., Ren F., Wang Z., Chen W., Wang W. Why permeability of water is anomalously lower than that to many other *fluids* for cement-based material? *Cement and Concrete Research*, 100: 373–384, 2017.