



Vers la prédiction des cinétiques de rééquilibrage entre 2 milieux initialement en conditions de saturation différentes

Mohamed Abdou Ibro

► To cite this version:

Mohamed Abdou Ibro. Vers la prédiction des cinétiques de rééquilibrage entre 2 milieux initialement en conditions de saturation différentes. Matériaux composites et construction. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2020. Français. NNT : 2020TOU30069 . tel-03030742

HAL Id: tel-03030742

<https://theses.hal.science/tel-03030742>

Submitted on 30 Nov 2020

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

**En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE**

Délivré par l'Université Toulouse 3 - Paul Sabatier

**Présentée et soutenue par
Mohamed ABDOU IBRO**

Le 31 janvier 2020

**Vers la prédiction des cinétiques de rééquilibrage entre 2 milieux
initialement en conditions de saturation différentes**

Ecole doctorale : **MEGEP - Mécanique, Energétique, Génie civil, Procédés**

Spécialité : **Génie civil**

Unité de recherche :

LMDC - Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions de Toulouse

Thèse dirigée par
Sandrine GEOFFROY et Jérôme VERDIER

Jury

Mme Stéphanie BONNET, Rapporteuse

M. Frederic SKOCZYLAS, Rapporteur

M. Hugo CAGNON, Examineur

Mme Géraldine VILLAIN, Examinatrice

Mme Sandrine GEOFFROY, Directrice de thèse

M. Jérôme VERDIER, Co-directeur de thèse

M. Nicolas BURLION, Président

Résumé

Les ouvrages du génie civil sont constamment soumis à des processus de désaturation/re-saturation en fonction des conditions environnantes. C'est notamment le cas des ouvrages en béton pour le stockage de déchets radioactifs en couche profonde. La connaissance des phénomènes de transfert hydrique qui ont lieu au cours de ces phases de rééquilibrage hydrique est d'une importance fondamentale pour évaluer la durabilité de ces ouvrages. Ce travail de thèse présente une étude à la fois expérimentale et de simulation numérique sur les principaux mécanismes qui entrent en jeu au cours du rééquilibrage au sein des matériaux cimentaires. Dans un premier temps, les expériences réalisées permettent de caractériser le comportement hydrique des matériaux à travers l'acquisition des principaux paramètres de transfert (porosité, isothermes de sorption, perméabilité au liquide à la vapeur et au gaz). Cela permettra de discuter de la pertinence des différentes approches numériques et/ou empirique pour leur prédiction dans le cas des matériaux cimentaires. Dans un second temps, l'étude se focalise sur les phénomènes entrant en jeu dans un processus de rééquilibrage hydrique entre deux échantillons, à travers diverses expériences de transfert hydrique (séchage, imbibition de vapeur et d'eau liquide). Une méthodologie basée sur l'évaluation non destructive des matériaux est mise au point pour la détermination des profils de teneur en eau. Une approche adéquate est proposée pour la modélisation des mécanismes de transfert d'humidité dans les matériaux cimentaires, basée sur un modèle de réseau poreux pour la prédiction des paramètres de transfert développé par Ranaivomanana *et al.* (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013) Une meilleure prédiction de ces phénomènes pris individuellement permettra d'obtenir les informations nécessaires pour la modélisation du processus global.

Mots clés :

Transferts hydriques, rééquilibrage, matériaux cimentaires, modélisation, évaluation non destructive, résistivité électrique

Abstract

Civil engineering structures are constantly subjected to desaturation/re-saturation processes depending on the surrounding conditions. This is particularly the case when it comes to concrete structures for the deep geological storage of radioactive waste. It is fundamental to understand the water transfer phenomena that occur during these water rebalancing phases to assess the sustainability of these structures. This thesis presents both an experimental and a numerical simulation study on the main mechanisms that are involved during the rebalancing process within cement-based materials. First, the experiments carried out make it possible to characterize the hydric behaviour of the materials through the acquisition of the main transfer parameters (porosity, sorption isotherms, permeability to liquid, vapour and gas). This will allow discussion of the relevance of different numerical and/or empirical approaches to their prediction in the case of cement-based materials. Then, the study focuses on the phenomena involved in a water rebalancing process between two samples, through various water transfer experiments (drying, soaking of steam and liquid water). A methodology based on non-destructive evaluation of materials is developed for the determination of moisture content profiles. A suitable approach is proposed for the modelling of moisture transfer mechanisms in cement-based materials, based on a porous network model for the prediction of transfer parameters developed by Ranaivomanana *et al.* A better prediction of these phenomena taken individually will provide the required information for the modelling of the global process.

Keywords:

Moisture transfers, rebalancing, cement-based materials, modelling, non-destructive evaluation, electrical resistivity

Remerciements

Les travaux présentés dans ce document ont été réalisés au Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions (LMDC) et financés par l'Agence national pour la gestion des déchets radioactifs (ANDRA). Je souhaite ici exprimer ma profonde gratitude à tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation et à l'aboutissement de cette thèse.

Mes remerciements et ma gratitude s'adressent tout d'abord à mes trois directeurs de thèse Hugo Cagnon, Jérôme Verdier et Sandrine Geoffroy pour leur disponibilité et leur encadrement efficace. Je souhaite également les remercier pour leurs encouragements et leurs conseils édifiants et formateurs. Merci pour vos efforts et votre dévouement dans le suivi des travaux et la rédaction de ce manuscrit.

Je remercie Xavier Bourbon l'ANDRA pour avoir suivi de près et avec intérêt toutes les étapes de ce travail. Je remercie également Alain Sellier, directeur du LMDC, pour m'avoir accueilli dans le laboratoire et pour ses discussions très enrichissantes.

Je remercie le personnel technique du laboratoire qui m'a apporté une aide sans égale. Je remercie Marc Bégué, René Boujou, Laurent Boix, Carole Soula, Yann Bouaskeur, Sylvain Dos Santos, Vanessa Mazars, Maud Schiettekatte pour leur assistance sans laquelle mes expérimentations n'auraient pu être réalisées. Je tiens par ailleurs à exprimer ma gratitude aux personnels administratifs Ghislaine Dupouey et Fabienne Lacoste qui m'ont accompagné et aidé au cours de cette thèse.

Je tiens aussi à remercier Jean-Paul Balayssac pour ses conseils et le partage de son savoir-faire en termes de contrôle non-destructif des ouvrages. Je remercie Stéphane Laurens pour sa disponibilité et son aide précieuse dans la modélisation.

Je remercie Géraldine Villain et toute l'équipe de l'IFSTTAR qui a bien voulu nous permettre d'utiliser leurs capteurs de mesure de résistivité et partager avec nous leur expérience sur le sujet.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude au président du jury Nicolas Burlion et à l'ensemble des membres du jury pour le temps qu'ils ont bien voulu consacrer à l'évaluation de ce manuscrit. Je remercie les rapporteurs, Stéphanie Bonnet et Frédéric Skoczylas pour leurs relectures

attentives et leurs commentaires constructifs. Je remercie également les membres du Jury, Nicolas Burlion et Géraldine Villain pour avoir examiné ce travail.

Je remercie mes collègues doctorants et post-doctorants qui ont rendu agréable les nombreuses heures passées au labo. Merci à Mathilde, Billy, Nadège, Marina, Moustapha, Mariette, Jérémy Kouka, Joanna, Chantal, Florent, Thomas, Teuku et tant d'autres....

Enfin je n'oublierai jamais l'amour et le soutien de ma famille. Merci à mes parents qui m'ont beaucoup inspiré et qui ont toujours su me motiver et me pousser à aller au bout de mes projets. Merci à mes frères et sœurs qui ont suivis de loin mais avec attention mon parcours que je l'espère inspirera les juniors. Je ne saurais oublier ma femme Ousseina que je remercie pour son amour, son soutien et sa patience surtout dans les moments difficiles. Je terminerai en remerciant mon fils Ridwane, qui a su rester sage avant et après son arrivée, ce qui a énormément facilité la finalisation de ce document. En te remerciant pour cette gaieté que tu apportes dans notre quotidien, je te souhaite un avenir radieux...

Table des matières

Résumé	2
Abstract	3
Remerciements.....	4
Liste des figures.....	11
Liste des tableaux.....	22
Introduction générale.....	24
I. : Etat de l'art	30
I.1 Introduction.....	31
I.2 Caractéristiques physico-chimiques et microstructurales des matériaux cimentaires.....	31
I.2.1 Composition et hydratation du ciment	31
I.2.1.1 Composition des ciments.....	31
I.2.1.2 Hydratation du ciment portland	32
I.2.1.2.1 Hydratation des silicates de calcium.....	32
I.2.1.2.2 Hydratation des aluminates de calcium.....	33
I.2.1.3 Hydratation des ciments composés.....	34
I.2.2 Structure poreuse des matériaux cimentaires	36
I.2.2.1 Microstructure des pâtes de ciment et bétons durcis.....	36
I.2.2.2 Caractérisation de la microstructure	38
I.2.2.2.1 Porosité totale et distribution de la taille des pores.....	38
I.2.2.2.2 Méthodes de caractérisation de la microstructure	41
I.2.2.2.3 Facteurs influents.....	43
I.3 Transferts dans les matériaux cimentaires	47
I.3.1 L'eau dans la pâte de ciment.....	47
I.3.1.1 Classification de l'eau	47
I.3.1.2 Mécanismes d'adsorption et de désorption	48
I.3.1.2.1 Adsorption capillaire	48
I.3.1.2.2 Imbibition capillaire	49
I.3.1.2.3 Désorption capillaire	53
I.3.1.3 Isothermes de sorption.....	54
I.3.2 Modes de transfert de l'humidité	57
I.3.2.1 Transfert diffusif de l'humidité	57

I.3.2.2	Transfert d'humidité par perméation	60
I.3.2.2.1	Notions sur la perméabilité.....	60
I.3.2.2.2	Perméabilité au gaz.....	61
I.3.2.2.3	Perméabilité au liquide	64
I.3.2.2.4	Perméabilité à la vapeur	65
I.3.3	Modélisation des transferts hydriques en milieux poreux.....	66
I.3.3.1	Etat de l'art des modèles de transfert hydrique.....	66
I.3.3.2	Récapitulatif.....	71
I.4	Méthodes de mesure non destructives pour le suivi de la teneur en eau.....	72
I.4.1	Thermographie Infrarouge	72
I.4.2	Gammadensimétrie.....	73
I.4.3	Technologie radar	77
I.4.4	Sondes thermo-hygrométriques (THR)	78
I.4.5	Résistivité électrique	79
I.4.5.1	Définition et principe de la méthode.....	79
I.4.5.2	Mécanismes de conduction du courant électrique dans les matériaux	82
I.4.5.3	Les facteurs influençant la résistivité du béton	83
I.4.6	Récapitulatif des techniques de mesure non destructives	86
I.5	Conclusions.....	87
II	Chapitre II : Matériaux et Méthodes : Stratégies d'acquisition des paramètres de transfert et de suivi des cinétiques	90
II.1	Introduction.....	91
II.2	Matériaux d'étude	92
II.2.1	Composition	92
II.2.2	Fabrication et conservation des matériaux.....	95
II.2.3	Caractérisation à l'état frais	96
II.2.4	Caractérisation à l'état durci	97
II.2.4.1	Résistance en compression et module de Young	97
II.2.4.2	Porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente	100
II.3	Acquisition des paramètres de transferts nécessaires à la modélisation.....	102
II.3.1	Sorption de vapeur d'eau	102
II.3.2	Perméabilité au gaz	105
II.3.3	Perméabilité à la vapeur	106
II.3.4	Perméabilité au liquide	107

II.4	Méthodologie de détermination des profils de teneur en eau à partir de la résistivité électrique.....	109
II.4.1	Principe de mesure de la résistivité	109
II.4.2	Modélisation du facteur géométrique	110
II.4.3	Essais préliminaire et mise au point de dispositifs de mesure	112
II.4.4	Mesure locale de la résistivité par anneaux de cuivre	120
II.4.4.1	Configuration et protocole de mesure	120
II.4.4.2	Validation du dispositif de mesure par anneaux de cuivre.....	121
II.4.4.2.1	Facteur géométrique	122
II.4.4.2.2	Analyse des mesures.....	123
II.4.4.2.3	Calibration de la résistivité par anneaux de cuivre	125
II.4.5	Mesure locale de la résistivité par capteurs en circuit imprimé	126
II.4.5.1	Configuration et protocole de mesure	126
II.4.5.2	Validation du dispositif de mesure par capteurs en circuit imprimé.....	128
II.4.5.2.1	Facteur géométrique	129
II.4.5.2.2	Analyse des mesures.....	130
II.5	Etude des mécanismes entrant en jeu dans un processus de rééquilibrage hydrique ...	134
II.5.1	Mesure expérimentale de l'imbibition capillaire d'eau dans les bétons	134
II.5.2	Expériences de séchage/ humidification sur des bétons	136
II.5.3	Mise en place d'un dispositif de suivi du rééquilibrage hydrique entre deux matériaux	136
II.6	Conclusions	137
III	Chapitre III : Propriétés de transferts hydrique dans les matériaux cimentaires : analyses et interprétations des résultats	140
III.1	Introduction	141
III.2	Analyses des paramètres de transfert	141
III.2.1	Isothermes de sorption à la vapeur d'eau.....	141
III.2.1.1	Analyse des courbes de suivi de masse	141
III.2.1.2	Analyse des isothermes de sorption de vapeur d'eau	145
III.2.1.3	Analyse de la chute initiale de l'isotherme de désorption aux fortes humidités relatives	149
III.2.2	Perméabilité au gaz	156
III.2.2.1	Perméabilité apparente au gaz.....	156
III.2.2.2	Perméabilité intrinsèque et relative au gaz	158
III.2.3	Perméabilité au liquide	161
III.2.4	Diffusion de vapeur (Perméabilité à la vapeur).....	163

III.3	Etudes des mécanismes entrant en jeu dans un processus de rééquilibrage hydrique	167
III.3.1	Expériences de séchage/humidification sur des bétons	167
III.3.1.1	Analyse des courbes de suivi de masse	167
III.3.1.2	Analyse des profils de résistivité au cours du séchage	168
III.3.1.3	Analyse des profils de résistivité au cours de l'humidification	173
III.3.2	Mesure expérimentale de l'imbibition capillaire d'eau dans les bétons	175
III.3.2.1	Analyse des courbes d'absorption d'eau	175
III.3.2.1.1	Influence du préconditionnement et du degré de saturation initial	175
III.3.2.1.2	Influence du type de ciment et de l'épaisseur des matériaux	180
III.3.2.2	Analyse des profils de résistivité et hauteur de front d'eau au cours de l'imbibition capillaire	181
III.3.2.2.1	Mise en évidence d'un temps de redistribution de l'humidité plus long que le temps de séchage	181
III.3.2.2.2	Profils de résistivité et hauteur de remontée capillaire	182
III.3.3	Suivi du rééquilibrage hydrique entre deux matériaux	187
III.4	Conclusions	190
IV	Chapitre IV : Modélisation des transferts hydriques	194
IV.1	Introduction	195
IV.2	Modélisation macroscopique des transferts hydriques	196
IV.2.1	Hypothèses du modèle	196
IV.2.2	Equations constitutives du modèle	196
IV.2.3	Modélisation des paramètres de transfert	198
IV.2.3.1	Approches analytiques	198
IV.2.3.2	Modèle de réseaux poreux	200
IV.2.3.2.1	Modèle XDQ	200
IV.2.3.2.2	Modèle de réseau poreux de Ranaivomanana	206
IV.2.3.2.3	Choix du modèle de réseaux poreux à partir d'une étude de pertinence	215
IV.3	Validation de la modélisation des mécanismes entrant en jeu lors d'un rééquilibrage hydrique	216
IV.3.1	Propriétés des matériaux utilisés pour l'étude numérique	216
IV.3.2	Analyses des paramètres de transfert : confrontations entre les approches analytiques et le modèle de réseau poreux de Ranaivomanana	218
IV.3.2.1	Perméabilité relative au liquide	219
IV.3.2.2	Perméabilité relative au gaz	220
IV.3.2.3	Résistance à la diffusion de vapeur	223
IV.3.2.4	Harmonisation des outils de modélisation	225

IV.3.2.5	Modélisation du séchage isotherme.....	225
IV.3.2.5.1	Conditions d'essais et méthode de résolution numérique	225
IV.3.2.5.2	Comparaison des résultats expérimentaux avec la modélisation numérique	228
IV.3.2.6	Modélisation de l'imbibition capillaire	241
IV.3.2.6.1	Conditions d'essais et méthode de résolution numérique	241
IV.3.2.6.2	Comparaison des résultats expérimentaux avec la modélisation numérique	245
IV.3.2.7	Modélisation d'un cycle de séchage/humidification	254
IV.3.2.7.1	Conditions d'essais et méthode de résolution numérique	254
IV.3.2.7.2	Comparaison des résultats expérimentaux avec la modélisation numérique	255
IV.3.2.8	Modélisation de la diffusion de vapeur (perméabilité à la vapeur).....	257
IV.3.2.8.1	Méthode de résolution numérique.....	257
IV.3.2.8.2	Analyses des courbes de suivi de masse	258
IV.3.2.9	Analyse des évolutions de la perméabilité intrinsèque dans la modélisation des différents mécanismes de transfert	261
IV.3.2.10	Modélisation du rééquilibrage entre deux matériaux.....	262
IV.3.2.10.1	Conditions d'essais et méthode de résolution numérique	262
IV.3.2.10.2	Analyse des profils de saturations.....	263
IV.4	Conclusions	267
V	Annexes	296
	Conclusions générales et perspectives.....	272
	Références bibliographiques.....	280
	Annexes.....	296

Liste des Figures

Figure I-1: Microstructure d'un béton à hautes performance obtenue à partir du MEB (Baroghel-Bouny, 1994)	37
Figure I-2: Mise en évidence par porosimétrie mercure des pores capillaires et des pores des hydrates dans une pâte de ciment à $E/C=0,8$ (VERBECK, 1968)	39
Figure I-3 : Représentation de la structure des C-S-H d'après le modèle de Feldman et Sereda (Feldman et Sereda, 1970)	40
Figure I-4 : Domaine d'utilisation des principales méthodes de caractérisation en fonction des catégories de pores (Baroghel-Bouny, 1994).....	43
Figure I-5 : Influence de la nature du ciment sur la distribution de la taille des pores (Perlot, 2005).....	44
Figure I-6 : Variation de la porosité à l'eau des pâtes de ciment CEM I et CEM V en fonction du rapport E/C (Béjaoui <i>et al.</i> , 2006)	45
Figure I-7 : Influence du rapport E/C sur l'évolution porosimétrique des pâtes de ciment Portland âgées de 28 jours (Mehta, 1980).....	45
Figure I-8 : Effet de la température de cure sur la porosité capillaire des pâtes durcies (Gallucci, Zhang et Scrivener, 2013).....	46
Figure I-9 : Evolution de la porosité des bétons à base de CEM I à différentes conditions de cure.....	47
Figure I-10 : Processus d'adsorption capillaire (Collet <i>et al.</i> , 2011).....	49
Figure I-11 : Vue schématique de la loi de Jurin et concept de hauteur d'équilibre dans un tube capillaire (Nalla <i>et al.</i> , 2007).....	51
Figure I-12 : Représentation schématique de l'imbibition spontanée d'un fluide dans une matrice poreuse. (Gruener <i>et al.</i> , 2012)	52
Figure I-13 : Illustration des quatre types de transfert d'humidité possibles dans un pore cylindrique suivant l'humidité relative de l'air ambiant (Baroghel-Bouny, 1994).....	53
Figure I-14 : Schéma du principe de conservation d'humidité avec apparition d'hystérésis (Issaadi, 2015)	54
Figure I-15 : Les contributions à l'isotherme de sorption proviennent de l'eau adsorbée sur les parois des pores (a), présente dans les pores des hydrates et capillaires (b) et présente dans les espaces interfeuilletés (c). Le résultat final du modèle (rouge) obtenu en additionnant les	

trois courbes de gauche et l'isotherme expérimental (noir) d'une pâte de ciment portland (d) (Pinson <i>et al.</i> , 2015).....	55
Figure I-16 : Contribution à l'hystérésis dans les différentes familles de pores (Jiang <i>et al.</i> , 2019).....	56
Figure I-17 : Effet bouteille d'encre dans un pore idéalisé (Ishida <i>et al.</i> , 1997)	56
Figure I-18 :Variation du coefficient de diffusion en fonction du rapport E/C de deux pâtes de ciment à base de CEM I et CEM V/A (Richet, 1992)	59
Figure I-19 : Variation du coefficient de diffusion effectif des bétons en fonction de leur porosité (Carcasses, Julien et Schiettekatte, 2005).....	59
Figure I-20 : Schéma du principe de transport par perméation (Ollivier et Torrenti, 2008) ...	60
Figure I-21 : Représentation schématique de l'influence du taux de saturation sur les transferts gazeux et liquide (Verdier, 2001)	61
Figure I-22 : Variation de la perméabilité au gaz en fonction de la porosité pour des mortiers à différents états de saturation	62
Figure I-23 : Représentation du concept de Klinkenberg (Verdier, 2001)	64
Figure I-24 : Evolution de la perméabilité à l'eau en fonction de l'âge pour des mortiers contenant des cendres volantes à différents E/L (Day et Konecny, 1988)	65
Figure I-25 : Schéma de principe de la gammadensimétrie (Khelidj <i>et al.</i> , 2000)	74
Figure I-26: Perte de masse mesurée par gammadensimétrie au cours du séchage d'une éprouvette de béton ordinaire à E/C= 0,58 par une face en fonction du temps (a) et de la profondeur (b).....	75
Figure I-27 : Schéma de principe de la gammadensimétrie adopté par Villain et Thiery (Villain et Thiery, 2006)	76
Figure I-28 : Evolution des mesures de densité après un mois de séchage à 45°C sur béton à E/C=0,62 (Villain et Thiery, 2006).....	76
Figure I-29 : Schéma de principe d'une mesure Radar et radargramme associé [Laurens <i>et al.</i> 2005].....	77
Figure I-30 : Influence du degré de saturation sur l'amplitude du signal (Laurens <i>et al.</i> , 2005) ...	78
Figure I-31 : Evolution de l'humidité relative à différentes profondeurs lors du séchage d'une dalle en béton (Khelidj <i>et al.</i> , 2002)	78
Figure I-32 : Dispositif Wenner pour la mesure de résistivité du béton [Broomfield <i>et al.</i> , 2002]	80

Figure I-33 : Position des différentes électrodes pour la mesure de différents potentiels dans le cas de la cellule multi-anneaux de résistivité (Du Plooy <i>et al.</i> , 2013).....	82
Figure I-34 : Influence de la taille et du type de granulat sur la variabilité de la résistivité	83
Figure I-35 : Influence du rapport E/C sur la résistivité électrique (Lataste, 2002)	84
Figure I-36 : Influence du degré de saturation sur la résistivité électrique du béton (Laurens <i>et al.</i> 2005).....	85
Figure II-1 : Cage d'extensométrie et éprouvette cylindrique de béton B1 pour la mesure du module d'élasticité.....	98
Figure II-2 : Evolution de la résistance en compression en fonction du temps du béton B1 et B2 en cure humide, sous eau ou endogène	99
Figure II-3 : Evolution du module de Young en fonction du temps du béton B1 et B2 en cure humide, sous eau ou endogène	99
Figure II-4 : Banc de mise sous vide des échantillons pour la détermination de la porosité à l'eau	101
Figure II-5 : Echantillons de béton en tiers de disque (a) et échantillons prismatiques de pâte de ciment (b)	104
Figure II-6 : Cellules d'essais et enceinte climatique pour les isothermes de sorption.....	104
Figure II-7: Dispositif (a) et schéma de cellule (b) pour les essais de perméabilité au gaz ...	106
Figure II-8 : Dispositif de mesure de la perméabilité à la vapeur (essai à la coupelle).....	107
Figure II-9 : Dispositif pour les essais de perméabilité au liquide.....	109
Figure II-10 : Mesure de la résistivité montrant un diagramme (a) de l'application de la loi d'Ohm pour les échantillons de section transversale uniforme et (b) de la résistance de contact et de l'échantillon [33].	110
Figure II-11 : Dispositif de mesure de résistivité au potentiostat sur un béton B1	113
Figure II-12 : Intensité en fonction du potentiel imposé et du temps sur un B1 en sortie de cure humide.....	113
Figure II-13 : Caoutchouc enrobé de peinture conductrice	114
Figure II-14 : Différentes configurations de mesure de résistivité testées sur un béton B1 en sortie de cure humide	115
Figure II-15 : Histogramme des valeurs de résistivité en fonction du type d'interface électrode-béton B1 pour un béton en sortie de cure humide	116
Figure II-16 : Résistivité en fonction de la teneur en eau et de la température pour un béton	

B1 en sortie de cure humide	117
Figure II-17 : Mise en place des sondes noyées dans le béton B1	119
Figure II-18 : Mise en place des anneaux de cuivre (a), préparation des éprouvettes pour l'application de la peinture conductrice (b) et dispositif final (c).	120
Figure II-19 Dispositif de mesure de résistivité (a) et principe de mesure (b) avec anneaux en cuivre	121
Figure II-20 : Modélisation numérique du dispositif de mesure par anneaux de cuivre montrant les conditions imposées (a) ainsi que l'allure des lignes de courant (b).	122
Figure II-21 : Résistivité en fonction des positions de mesure pour 3 bétons B1 totalement saturés	124
Figure II-22 : Courbe de calibration de la résistivité en fonction du degré de saturation pour le béton B1	125
Figure II-23 : Courbe de calibration de la résistivité en fonction du degré de saturation pour le béton B2	126
Figure II-24 : Capteur en circuit imprimé comportant 19 électrodes disposées en quinconce	127
Figure II-25 Instrumentation (a) et dispositif de mesure de résistivité (a) avec capteurs en circuit imprimé	128
Figure II-26 : Appareil de mesure de la conductivité de solutions.....	129
Figure II-27 : Modélisation numérique du dispositif de mesure par capteurs en circuit imprimé montrant les conditions imposées (a) ainsi que l'allure des lignes de courant (b).	130
Figure II-28 : Résistivité en fonction des positions de mesure pour les solutions de NaCl dosées à 10, 30 et 60 mg/l	132
Figure II-29 : Résistivité en fonction des positions de mesure pour les bétons B1 et B2.....	133
Figure II-30 : Dispositif expérimental pour le test d'imbibition capillaire montrant les éprouvettes testées et le système de trop-plein	135
Figure II-31 : Dispositif mis en place pour suivre le rééquilibrage hydrique entre deux matériaux initialement en conditions de saturation différentes.....	137
Figure III-1 : Variations relatives de masse des matériaux d'étude (B1, B2, P1, P2) d'épaisseur 0,5 cm pour le suivi de séchage-humidification (1 ^{ère} désorption à 97 % HR)	142
Figure III-2 : Variations relatives de masse des matériaux d'étude (B1, B2, P1, P2) d'épaisseur 0,5 cm pour le suivi de séchage-humidification (1 ^{ère} désorption à 86 % HR)	143

Figure III-3 : Zoom sur les variations relatives de masse des bétons (B1, B2) d'épaisseur 0,5 cm pour le suivi de séchage-humidification (1 ^{ère} désorption à 86 % HR).....	143
Figure III-4 : Cycles de sorption de vapeur d'eau à 20°C pour le béton d'étude B1 comparés au béton B1* de Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010).....	145
Figure III-5 : Cycles de sorption de vapeur d'eau à 20°C pour le béton d'étude B2 comparés au béton B2* de Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010).....	146
Figure III-6 : Cycles de sorption de vapeur d'eau à 20°C pour la pâte de ciment d'étude P1 (E/C=0,43) comparés à la pâte P1* (E/C=0,5) de Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010). ..	146
Figure III-7 : Cycles de sorption de vapeur d'eau à 20°C pour la pâte de ciment d'étude P2 (E/C=0,39).....	147
Figure III-8 : Chute initiale de l'isotherme de désorption à 97 % HR pour Les bétons B1, B2 et les pâtes de ciment P1 et P2	150
Figure III-9 : Chute de l'isotherme de désorption à 65 % HR pour Les bétons B1, B2 et les pâtes de ciment P1 et P2	151
Figure III-10 : Chute de l'isotherme de désorption à 95 % HR pour les bétons B1* et B2* ..	152
Figure III-11 : Chute de l'isotherme de désorption à 97 % HR pour les bétons B1, B2 et les pâtes de ciment P1 et P2 en fonction du rapport surface sur volume (S/V).....	154
Figure III-12 : Chute de l'isotherme de désorption à 97 % HR pour différents bétons en fonction du rapport surface sur volume (S/V).....	155
Figure III-13 : Perméabilité apparente au gaz du béton B1 en fonction de l'inverse de la pression moyenne pour différents états de saturations	157
Figure III-14 : Perméabilité apparente au gaz du béton B2 en fonction de l'inverse de la pression moyenne pour différents états de saturations	158
Figure III-15 : Evolution de la constante de Klinkenberg β en fonction de la saturation pour les bétons d'étude B1 et B2.....	160
Figure III-16 : Perméabilité relative au gaz en fonction de la saturation pour les bétons B1 et B2.....	161
Figure III-17 : Evolution de l'endommagement hydrique en fonction du degré de saturation (Sogbossi, Verdier et Multon, 2020)	161
Figure III-18 : Moyennes des variations relatives de masse pour le béton B1 en fonction du temps pour quatre couples d'humidités relatives	164
Figure III-19 : Variations relatives de masse des trois éprouvettes pour le béton B1 en fonction	

du temps pour quatre couples d'humidités relatives	164
Figure III-20 : Moyennes des variations relatives de masse pour le béton B2 en fonction du temps pour deux couples d'humidités relatives	165
Figure III-21 : Variation relative de masse des trois éprouvettes pour le béton B2 en fonction du temps pour deux couples d'humidités relatives	165
Figure III-22 : Variation relative de masse à 20°C des bétons lors du suivi de séchage à 8% d'HR puis humidification à 97% d'HR	167
Figure III-23 : Profils de résistivité évalués grâce aux anneaux de cuivre en fonction de l'épaisseur et du temps de séchage pour les bétons B1 et B2	169
Figure III-24 : Profils de résistivité évalués grâce aux capteurs en circuits imprimés en fonction de l'épaisseur et du temps de séchage pour les bétons B1 et B2	172
Figure III-25 : Variation des profils de résistivité par rapport aux profils initiaux évalués grâce aux capteurs en circuits imprimés fonction de l'épaisseur et du temps de séchage pour les bétons B1 et B2	172
Figure III-26 : Profils de résistivité évalués grâce aux anneaux de cuivre en fonction de l'épaisseur et du temps de séchage pour les bétons B1 et B2	174
Figure III-27 : Profils de résistivité évalués grâce aux capteurs en circuits imprimés en fonction de l'épaisseur et du temps de séchage pour les bétons B1 et B2	174
Figure III-28 : Variation des profils de résistivité par rapport aux profils initiaux évalués grâce aux capteurs en circuits imprimés fonction de l'épaisseur et du temps d'humidification pour les bétons B1 et B2	175
Figure III-29 : Absorption d'eau en fonction de l'état de saturation et de la racine carré du temps pour le béton B1 à 5, 10 et 20 cm d'épaisseur	176
Figure III-30 : Absorption d'eau en fonction de l'état de saturation et de la racine carré du temps pour le béton B2 à 5, 10 et 20 cm d'épaisseur	177
Figure III-31 : Absorption d'eau pour des pâtes de ciment : mise en évidence d'écarts dus au mouillage de la surface libre	179
Figure III-32 : Absorption totale d'eau des matériaux testés (B1 et B2) à différents états de saturations et épaisseurs	181
Figure III-33 : Evolution du profil de résistivité d'un béton B2 après séchage jusqu'à 60% de saturation lorsque le temps de redistribution de l'humidité est multiplié par deux	182
Figure III-34 : Suivi local de résistivité lors de l'essai d'imbibition sur le béton B1 20 cm.....	183

Figure III-35 : Suivi local de résistivité lors de l'essai d'imbibition sur le béton B2 20 cm.....	184
Figure III-36 : Suivi local de résistivité lors de l'essai d'imbibition sur le béton B1 10 cm.....	184
Figure III-37 : Suivi local de résistivité lors de l'essai d'imbibition sur le béton B2 10 cm.....	185
Figure III-38 : Exemple d'observation du front de remontée capillaire sur un béton B2 initialement à l'état sec et de hauteur 20 cm	185
Figure III-39 : Suivi local de résistivité à partir des anneaux de cuivre lors de l'essai de rééquilibrage sur le béton B1 humide.....	188
Figure III-40 : Suivi local de résistivité à partir des anneaux de cuivre lors de l'essai de rééquilibrage sur le béton B1 initialement séché à 60% de saturation.....	189
Figure III-41 : Suivi local de résistivité à partir des capteurs en circuits imprimés lors de l'essai de rééquilibrage sur le béton B1 humide.....	189
Figure IV-1 Illustration schématique des processus de superposition (Gallé et Daian, 2000)	200
Figure IV-2 : Effet du rapport surface/volume et mise en évidence de la troncature (Daian, 2007).....	202
Figure IV-3: Reconstitutions possibles des perméabilités apparentes au gaz à différentes pressions pour les mortiers à base de CEM I et CEM V à granulats calcaires et siliceux.....	204
Figure IV-4 : Perméabilités apparentes de différents scénarios comparés aux données expérimentales mesurées pour des argilites (Boulin, 2008)	205
Figure IV-5: Confrontations des perméabilités apparentes au gaz expérimentales pour les mortiers à base de CEM I et CEM V à granulats calcaires et siliceux avec les restitutions XDQ les plus proches	205
Figure IV-6 : Mode poral idéalisé à partir de la jonction de 4 tronçons paraboliques (Ranaivomanana, 2010)	207
Figure IV-7 : Gestion de l'hystérésis via la distribution de taille des pores (Ranaivomanana, 2010).....	208
Figure IV-8 : Cycles de séchage-humidification sur béton B1* à 20°C.....	212
Figure IV-9 : Perméabilité relative au gaz en fonction de la saturation pour plusieurs bétons : C1 (Ranaivomanana <i>et al.</i> , 2011), BO et BH (Baroghel-Bouny, 1994, 2007a, 2007b)	212
Figure IV-10 : Confrontations de différentes remontées pour le béton B1* en fonction des hypothèses considérées dans la modélisation	214
Figure IV-11 : Confrontations de différentes remontées pour le béton B2* en fonction des	

hypothèses considérées dans la modélisation	214
Figure IV-12 : Confrontations de différentes remontées pour le béton T1 en fonction des hypothèses considérées dans la modélisation	215
Figure IV-13 : Confrontations de différentes remontées pour le béton T3 en fonction des hypothèses considérées dans la modélisation	215
Figure IV-14 : Confrontations de différentes approches d'évaluation de la perméabilité relative au liquide pour les bétons d'étude et issus de la littérature	220
Figure IV-15 : Confrontations de différentes approches d'évaluation de la perméabilité relative au gaz pour les bétons issus de la littérature.....	222
Figure IV-16 : Confrontations de différentes approches d'évaluation de la perméabilité relative au gaz pour les bétons d'étude en considérant une perméabilité intrinsèque mesurée à 105°C (a) et 80°C (b)	223
Figure IV-17 : Confrontations de différentes approches d'évaluation du facteur de résistance à la diffusion de vapeur pour les bétons d'étude et issus de la littérature	224
Figure IV-18 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton BH	229
Figure IV-19 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour la pâte de ciment CH	230
Figure IV-20 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton BO.....	230
Figure IV-21 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour la pâte de ciment CO	231
Figure IV-22 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton B1*	232
Figure IV-23 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton B2*	232
Figure IV-24 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton T1.....	233
Figure IV-25 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton T3.....	233
Figure IV-26 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton B1	234

Figure IV-27 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton B2	234
Figure IV-28 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton B1* en considérant $K_i = K_l$ expérimental	235
Figure IV-29 : Profils de saturation en eau dans les bétons BH et B1* pour les 3 approches d'évaluation des paramètres de transfert	236
Figure IV-30 : Pression totale du gaz dans le béton BH ($HR_{ext}=50\%$) et B1* ($HR_{ext}=44\%$) pour les 3 approches d'évaluation des paramètres de transfert.....	238
Figure IV-31 : Confrontations entre les approches théoriques et les profils de saturation évalués à partir d'essais de résistivité par anneaux de cuivre pour le béton B1.....	239
Figure IV-32 : Confrontations entre les approches théoriques et les profils de saturation évalués à partir d'essais de résistivité par anneaux de cuivre pour le béton B2.....	240
Figure IV-33 : Conditions initiales et aux limites pour les essais d'imbibition capillaire	241
Figure IV-34 : Isothermes d'adsorption à partir de différents états de saturation pour le béton B1.....	243
Figure IV-35 : Influence du nombre de lois de remontées considérées pour la modélisation	245
Figure IV-36 : Evolution de la saturation au cours de l'imbibition en partant d'un profil initial non linéaire (S_r global = 60%) : modélisation avec 10 lois de remontée (a) et 12 lois de remontée (b)	245
Figure IV-37 : Absorption d'eau à partir de l'état sec sur 5 cm d'épaisseur pour les bétons B1 et B2	246
Figure IV-38 : Absorption d'eau en fonction de l'état de saturation pour le béton B1 à 5, 10 et 20 cm d'épaisseur.....	248
Figure IV-39 : Absorption d'eau en fonction de l'état de saturation pour le béton B2 à 5, 10 et 20 cm d'épaisseur.....	249
Figure IV-40 : Cinétiques de variations de masse expérimentales comparées à l'approche théorique du mod.3 pour le béton B1	256
Figure IV-41 : Cinétiques de variations de masse expérimentales à l'approche théorique du mod.3 pour le béton B2	256
Figure IV-42 : Profils de saturation au cours de l'humidification ($t=0$ correspond au début de l'humidification) pour les bétons B1 et B2.....	257

Figure IV-43 : Conditions initiales et aux limites imposées par exemple pour le couple d'HR (76-9%)	258
Figure IV-44 : Confrontations entre approches théoriques et variations de masse expérimentales pour les bétons B1 et B2	259
Figure IV-45 : Confrontations des profils de saturation du béton B1 entre les différentes approches théoriques	260
Figure IV-46 : Confrontations des profils de saturation du béton B2 entre les différentes approches théoriques	261
Figure IV-47 : Evolution de K_i en fonction des mécanismes de transfert et approches considérées pour un béton B1	262
Figure IV-48 : Conditions initiales et aux limites imposées.....	263
Figure IV-49 : Profils de saturation au cours du rééquilibrage entre deux bétons B1 pour $K_l=1E-19 \text{ m}^2$ (a) et $K_l=5E-19 \text{ m}^2$ (b).....	264
Figure IV-50 : Comparaison des pertes de masse expérimentales relevées au début et à la fin de l'essai avec les cinétiques de séchage du béton B1 humide simulées pour différentes valeurs de K_l	264
Figure IV-51 : Confrontations entre les profils de saturation simulés et ceux évalués à partir d'essais de résistivité par anneaux de cuivre pour le béton B1-humide	266
Figure IV-52 : Confrontations des variations expérimentales et numériques de saturation entre échéances de mesures	266
Figure V-1 : Profil de saturation à l'issue du séchage pour un béton B1 à 60% S_r global	307
Figure V-2 : Isothermes générées à partir du profil de saturation et considérées dans la modélisation.....	308
Figure V-3 : Absorption d'eau en fonction de l'état de saturation pour le béton B1 initialement à 60%	308
Figure V-4 : Influence de R_d sur la cinétique de séchage pour le béton B1	311
Figure V-5 : Influence de R_d sur la cinétique d'absorption d'eau pour le béton B1 initialement à 60%	311
Figure V-6 : Cinétique de séchage avec et sans prise en compte de la contribution gazeuse	312
Figure V-7 : Cinétique de diffusion de vapeur avec et sans prise en compte de la contribution gazeuse	313

Liste des Tableaux

Tableau I-1 : Composition minéralogique moyenne typique d'un clinker de ciment Portland.....	32
Tableau I-2 : Rapport C/S en fonction du type de quantité d'addition minérale	35
Tableau I-3 : Gamme de résistivité électrique de différents bétons (Polder <i>et al.</i> , 2000)	79
Tableau II-1 : Formulation des bétons d'étude B1 et B2	93
Tableau II-2 : formulations des bétons et des pâtes de ciment pour les séries 2 et 3	94
Tableau II-3 : Caractéristiques à l'état frais des matériaux d'étude B1 et B2.....	97
Tableau II-4 : Valeurs de porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente sèche des matériaux B1, B2, P1 et P2	102
Tableau II-5 : Influence de l'interface de contact sur les résultats de résistivité pour un béton B1 en sortie de cure humide	115
Tableau II-6 : Valeurs de résistivité en fonction du type d'interface électrode-béton pour un béton B1 en sortie de cure humide.....	116
Tableau II-7 : Comparaison entre facteurs géométriques analytiques et ceux issus de la modélisation.....	123
Tableau II-8 : Facteurs géométriques issus de la modélisation	130
Tableau II-9 : Caractéristiques des solutions de test	131
Tableau III-1 : Variation relative de saturation des matériaux d'étude entre 1 cm et 2 cm d'épaisseur à 97% et 65% d'HR.....	151
Tableau III-2 : Perméabilités à l'air des matériaux d'études comparées à celles de (Ranaivomanana, 2010)	158
Tableau III-3 : Perméabilités à l'eau des matériaux d'études comparées à celles de (Ranaivomanana, 2010)	163
Tableau III-4 : Valeurs de perméabilité à la vapeur du béton B1 en fonction des couples d'humidités relatives.....	166
Tableau III-5 : Valeurs de perméabilité à la vapeur du béton B2 en fonction des couples d'humidités relatives.....	166
Tableau III-6 : Hauteur du front d'eau des bétons de 10 et 20 cm aux différents états de saturation	187
Tableau IV-1 : Formulation des matériaux considérés.....	203

Tableau IV-2 : formulations et les principales caractéristiques des bétons et des pâtes de ciment pour les séries 2 et 3	217
Tableau IV-3 : Valeurs des paramètres de modélisation pour le modèle de réseaux poreux	218
Tableau IV-4 : Caractéristiques et conditions d'essais des matériaux testés pour les différentes séries	226
Tableau IV-5 : Valeurs des paramètres de la relation pression capillaire-saturation obtenus à partir des isothermes de désorption expérimentales.....	227
Tableau IV-6 : Perméabilités intrinsèques obtenues expérimentalement et valeurs évaluées par calibrage.....	228
Tableau IV-7 : Valeurs des paramètres de la relation pression capillaire-saturation obtenus à partir des isothermes d'adsorption.....	243
Tableau IV-8 : Perméabilités intrinsèques expérimentales et valeurs évaluées par calibration pour les matériaux de la série 1	247
Tableau IV-9 : Perméabilités intrinsèques obtenues expérimentalement et valeurs évaluées par calibrage.....	253
Tableau IV-10 : Caractéristiques et conditions d'essais des matériaux testés	255

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

L'Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs (Andra) créée en 1979 est chargée de la gestion à long terme des déchets radioactifs produits en France. Dans le cadre de cette mission, l'Andra met son expertise et son savoir-faire pour trouver, mettre en œuvre et garantir des solutions de gestion sûres pour l'ensemble des déchets radioactifs afin de protéger les générations présentes et futures du risque que peuvent représenter ces déchets.

En France, les déchets radioactifs sont classifiés par le niveau de radioactivité et la période radioactive : les déchets de haute activité (HA), les déchets de moyenne activité à vie longue (MA-VL), les déchets de faible et moyenne activité à vie courte (FMA-VC), les déchets de faible activité à vie longue (FA-VL) et les déchets de très faible activité (TFA). Dans le cadre du projet Cigéo (centre industriel de stockage géologique) (Figure 1), l'Andra envisage le stockage des déchets hautement et moyennement radioactifs et à durée de vie longue (HA ou MA-VL). La solution de stockage envisagée est d'enfouir ces déchets dans des tunnels de stockage souterrains dont le soutènement sera assuré par des matériaux à base cimentaires permettant un isolement et un confinement efficace et durable de la radioactivité. La formation géologique profonde sélectionnée est celle du Callovo-Oxfordien constituée d'argilite de très faible perméabilité située à environ 500 mètres sous la surface. Les déchets MA-VL seront stockés dans des alvéoles probablement en béton construites à base de CEM I et/ou CEM V/A (Figure 1). Ces deux bétons ont été formulés pour résister chimiquement et physiquement aux conditions de stockage. La différence de ciment employé modifie les propriétés initiales des bétons et a aussi des conséquences sur les aspects microstructuraux ainsi que les propriétés de transfert de chacun.

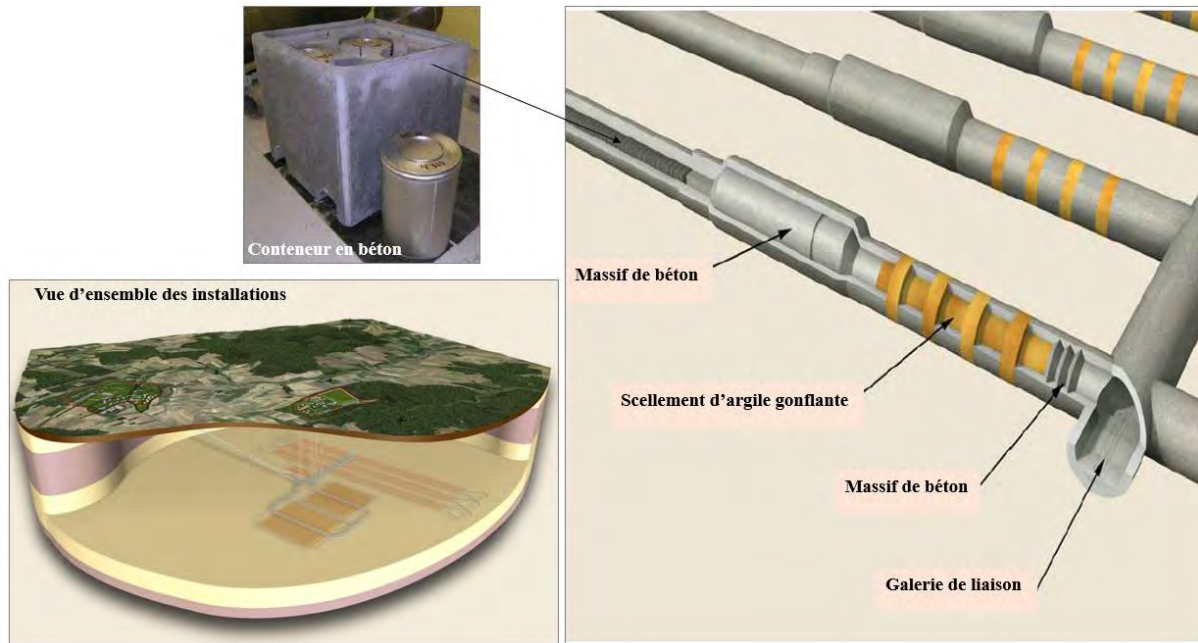


Figure 1 : Représentation du concept de stockage en couche profonde dans le cadre du projet Cigéo géré par l'Andra

Les différentes conditions mises en jeu dans l'évolution phénoménologique des ouvrages de stockage du fait même des conditions environnementales variables sont multiples. Il s'agit essentiellement de processus Thermiques, Hydriques, Biologiques, Chimiques et Mécaniques (THBCM), qui vont affecter les ouvrages de stockage tout au long de leur durée de vie. Ces sollicitations multi-physiques et couplées auxquelles sont soumis les ouvrages ont fait l'objet de nombreuses études (Cagnon, 2015 ; Camps, 2008 ; Chen, 2011 ; Ladaoui, 2010 ; Li, 2016 ; Mercado, 2012 ; Ranaivomanana, 2010 ; Vu, 2009 ; Wu, 2014). Il ressort de ces études que l'ensemble des sollicitations pouvant nuire à la durabilité des ouvrages est liée à de nombreux facteurs et en outre aux variations hydriques. L'état de saturation varie en fonction des mécanismes de transfert mis en jeu. Il est donc primordial pour assurer la durabilité de ces ouvrages de comprendre et de prévoir comment s'effectuent les différents mécanismes de transfert, notamment par rapport au milieu environnant. Dans le cadre de cette thèse, nous nous intéressons uniquement aux matériaux cimentaires constituant les ouvrages et qui vont subir des cycles partiels de désaturation/saturation (Figure 2). En effet, pendant la phase de construction des ouvrages souterrains, un rééquilibrage hydrique va se mettre en place entre l'argilite du Callovo-Oxfordien préalablement séchée après excavation et le béton coulé en place. Ensuite, en phase d'exploitation, un état relativement désaturé sera maintenu du fait du système de ventilation qui sera mis en place. Au cours de cette période, le séchage du

béton va créer des gradients de teneur en eau amenant ainsi les ouvrages à des états partiellement saturés. Une fois le site de stockage fermé, la période de re-saturation s'initie avec la pénétration d'eau souterraine contenue dans la formation hôte. Cette reprise s'effectue essentiellement par la perméation d'eau et l'imbibition capillaire (Liu, 2011). Ces processus influenceront le comportement des bétons du stockage souterrain et s'étendront sur quelques milliers voire quelques dizaines de milliers d'années. Dans le cadre de cette thèse, nous nous intéressons uniquement aux processus hydriques sans prendre en compte la thermique associée aux variations de température.

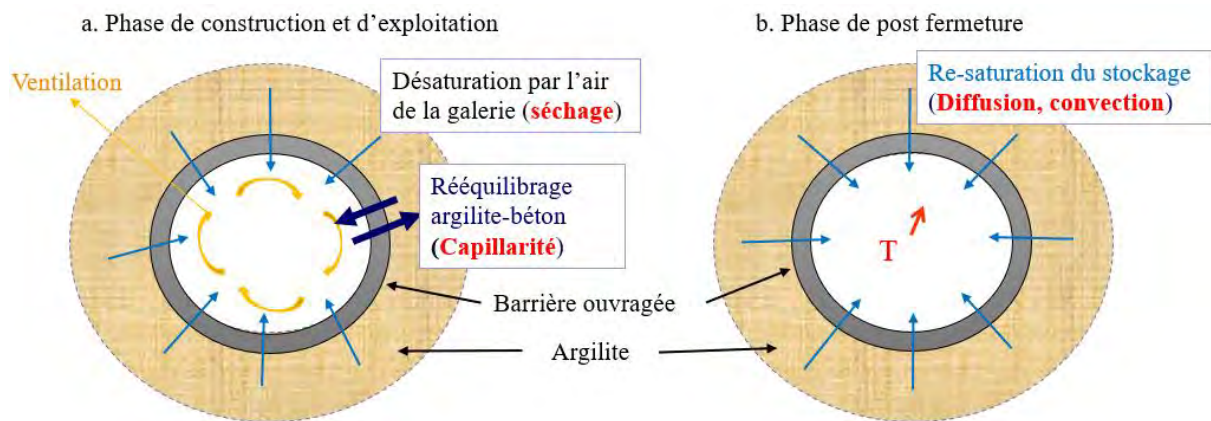


Figure 2 : Représentation du processus de désaturation/re-saturation dans les tunnels de stockage des déchets MA-VL en couche profonde

Les enjeux de ces travaux concernent la caractérisation du comportement des structures à base de matériaux cimentaires et le développement des modélisations associées lors des transitoires hydriques dans les ouvrages de stockage. Ainsi, du point de vue de la modélisation, l'objectif principale de cette thèse est la prédiction des transferts en fonction de l'état de saturation des matériaux cimentaires. L'objectif de la partie expérimentale est de caractériser les propriétés de transfert des bétons hautes à performances en conditions de saturation variables. Ces caractérisations doivent permettre de prédire le comportement à long terme des ouvrages et colis de stockage de déchets radioactifs. Ce mémoire s'articule autour de quatre chapitres :

Le premier chapitre de ce travail apporte les éléments nécessaires à la compréhension et à la prédiction des cinétiques des principaux mécanismes qui interviennent au cours du rééquilibrage hydrique entre deux matériaux cimentaires. Les principales caractéristiques physico-chimiques et microstructurales des matériaux cimentaires et leur liaison étroite avec

les propriétés de transfert en milieu cimentaire sont abordées. Ensuite, une attention particulière est apportée à l'évaluation expérimentale et numérique des paramètres de transfert qui conditionnent les mouvements d'eau au sein des matériaux cimentaires. Enfin, différentes méthodes d'évaluation non destructives permettant le suivi de l'état hydrique des bétons sont présentées. L'ensemble des éléments apportés dans ce chapitre ont permis de tracer la ligne directrice des travaux expérimentaux et numériques.

Le deuxième chapitre est consacré à la description et la justification des différents essais retenus dans la phase expérimentale de ce travail en accord avec les résultats obtenus sur plusieurs études préliminaires menées dans le cadre de cette thèse. La caractérisation à l'état frais et durci ainsi que la stratégie de détermination des profils de teneur en eau au sein des matériaux est présentée.

Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux qui constituent la base de données fournissant à la fois les données d'entrée nécessaires à la modélisation mais aussi les cinétiques expérimentales sur lesquelles les modèles seront validés.

Le quatrième chapitre de ce travail, consacré à la modélisation des transferts hydriques, rappelle dans un premier temps les bases théoriques des approches numériques et les équations constitutives des modèles utilisés. Ensuite, la pertinence des différentes approches d'évaluation des paramètres de transfert dans le cas des matériaux cimentaires est discutée. Enfin, nous procédons à la validation de la modélisation des principaux mécanismes entrant en jeu lors d'un rééquilibrage hydrique à partir de données expérimentales issues de la littérature et de nos propres expériences.

CHAPITRE I

ETAT DE L'ART

I.1 Introduction

Le rééquilibrage hydrique entre deux matériaux cimentaires fait intervenir de nombreux mécanismes de transfert. L'objectif de ce premier chapitre est d'apporter les éléments nécessaires à la compréhension et à la prédiction des cinétiques de ces différents mécanismes. Pour cela, nous rappelons, dans un premier temps, les principales caractéristiques physico-chimiques et microstructurales des matériaux cimentaires. La liaison étroite soulignée dans la littérature entre la structure poreuse et les propriétés de transferts est étudiée.

La deuxième partie est consacrée à l'étude des propriétés de transferts en milieu cimentaire. La constante recherche d'équilibre du matériau en son sein et avec le milieu extérieur est complexe. La prédiction de ce rééquilibrage à la fois à l'échelle du réseau poral mais aussi à l'échelle macroscopique ne peut s'effectuer qu'avec la connaissance de certains paramètres que nous allons identifier dans cette partie et qui sont propres au matériau étudié.

Ensuite, nous faisons le point sur l'état actuel des connaissances en termes de modélisation des phénomènes et paramètres de transfert, ceci afin de choisir les outils de modélisation les plus pertinents dans le cadre de notre étude.

La dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'étude des techniques d'évaluation non destructive permettant de caractériser les propriétés de transfert des matériaux. Nous allons principalement nous intéresser au suivi de la teneur en eau à travers ces méthodes. L'objectif est de choisir le procédé expérimental le plus adapté pour rendre compte des évolutions de saturation liquide locale t à l'échelle du matériau.

I.2 Caractéristiques physico-chimiques et microstructurales des matériaux cimentaires

I.2.1 Composition et hydratation du ciment

I.2.1.1 Composition des ciments

Le ciment est un liant hydraulique dont le principal composant est le clinker. Il est obtenu par un mélange de calcaire et d'argile chauffé à environ 1450°C. La composition minéralogique moyenne du clinker de ciment portland est donnée dans le Tableau I-1 suivant (Taylor, 1997):

Tableau I-1 : Composition minéralogique moyenne typique d'un clinker de ciment Portland

Constituants	Notation cimentière	Formule brute	% massique des différentes phases
Silicate tricalcique (alite)	C ₃ S	Ca ₃ SiO ₅	60-65
Silicate bicalcique (bélite)	C ₂ S	CaSiO ₄	10-20
Aluminate tricalcique	C ₃ A	Ca ₃ Al ₂ O ₆	8-12
Aluminoferrique tétracalcique	C ₄ AF	Ca ₄ Al ₂ O ₁₀ Fe ₂	8-10

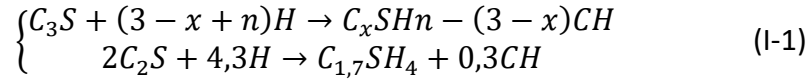
Pour des raisons économiques et écologiques, des ciments composés ont été mis au point en se basant principalement sur la valorisation des matériaux locaux et disponibles d'origines naturelles ou issus des déchets industriels. Dans ces ciments composés, une partie du clinker est remplacée par des composés minéraux plus ou moins réactifs. L'industrie cimentière utilise notamment des fillers calcaires, des ajouts pouzzolaniques (fumées de silice, cendres volantes, schistes calcinés) et des ajouts potentiellement hydrauliques (laitiers de haut fourneaux). Dans le cas de notre étude, nous allons plus particulièrement nous intéresser aux additions présentes dans le ciment composé de CEM V/A (laitiers de hauts fourneaux et cendres volantes) à partir duquel nous allons formuler une partie de nos matériaux.

I.2.1.2 Hydratation du ciment portland

Le ciment étant une matière minérale finement moulue, dès qu'on le mélange avec de l'eau, il forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réactions d'hydratation. Il se produit alors des réactions chimiques de dissolutions et de précipitations qui donnent lieu à la formation de nouveaux composants.

I.2.1.2.1 Hydratation des silicates de calcium

Les produits d'hydratation des silicates de calcium sont essentiellement constitués de deux composés dont le principal est une phase amorphe de silicates de calcium hydratés (C-S-H) et l'hydroxyde de calcium Ca(OH)₂ ou portlandite (CH). En effet, ils sont tous deux formés à partir des C₃S et C₂S selon les réactions simplifiées suivantes (Gartner *et al.*, 2002):

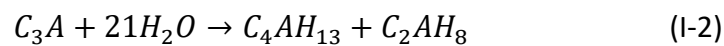


Les silicates de calcium hydratés (C-S-H) constituent la majeure partie de la phase liante de la pâte de ciment. En ce qui concerne sa stabilité, le C-S-H est très peu soluble dans une solution saturée par rapport à la portlandite (quelques $\mu\text{mol/L}$, soit de l'ordre de 1 mg/L), sa solubilité augmente quand la concentration en hydroxyde de calcium en solution diminue et si le pH descend au-dessous de 10, il se dissout au profit de la silice qui devient moins soluble (Greenberg, Chang et Anderson, 1960). Par rapport à sa structure, différents modèles apparaissent dans la littérature, nous en parlerons dans la partie I.2.2.2.

La phase la plus soluble de la pâte de ciment hydratée est celle de l'hydroxyde de calcium ou portlandite (CH) qui a une structure cristalline de type hexagonal. C'est un composé important car même s'il contribue peu à la résistance mécanique de la pâte de ciment, sa présence, par son équilibre de solubilité, maintient le pH (environ 12,5) élevé dans la solution interstitielle (Taylor, 1997). Le béton constitue ainsi un milieu basique qui protège les aciers contre les phénomènes de corrosion.

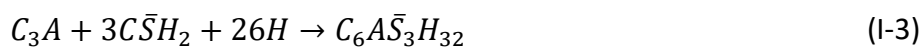
I.2.1.2.2 Hydratation des aluminates de calcium

Parmi les anhydres présents dans le ciment, le C_3A est le plus réactif et est connu pour avoir une influence significative sur le début de prise du ciment portland. En présence d'eau, il forme des hydrates hexagonaux selon l'équation suivante :



Ces hydrates hexagonaux sont instables et sous l'effet de la forte exothermicité, ils se transforment en hydrogénéat C_3AH_6 cristallisant dans le système cubique.

Pour les phases aluminates, on ajoute une faible quantité de sulfate de calcium sous forme de gypse ($\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$), d'hémihydrate ($\text{CaSO}_4, 1/2\text{H}_2\text{O}$), ou d'anhydrite (CaSO_4) afin de ralentir la prise du ciment. En présence de gypse, la réaction devient :



Lorsque le gypse est entièrement consommé, le trisulfoaluminate de calcium hydraté ou ettringite noté AFt se dissout et forme avec les aluminates excédentaires les monosulfoaluminates de calcium hydratés noté AFm.

I.2.1.3 Hydratation des ciments composés

Les ciments composés sont obtenus à partir du mélange par cobroyage ou après broyage séparé du clinker avec d'autres éléments minéraux. Nous allons particulièrement nous intéresser au ciment composé qui sera utilisé dans cette étude à savoir le CEM V/A. Les additions présentent dans ce ciment composé sont essentiellement les laitiers de hauts fourneaux et les cendres volantes :

- **Les laitiers de hauts fourneaux** : ce sont des sous-produits de l'industrie sidérurgique. Ils partagent des caractéristiques similaires avec les particules du ciment, comme la finesse, la surface, et ils contiennent une quantité très limitée de cristaux. Ils sont utilisés comme agents cimentaires pour le béton depuis plus d'un siècle (Bijen, 1996).
- **Les cendres volantes** : ce sont des particules très fines récupérées à partir du système de dépoussiérage des centrales thermiques.

D'après les recherches de Hwang et Shen (Hwang et Shen, 1991), le mécanisme d'hydratation des ciments à cendres volantes et laitiers de hauts fourneaux est identique à celui du ciment portland ordinaire. L'observation par microscopie optique montre que pour les ciments contenant des cendres volantes et laitiers de hauts fourneaux, les cristaux de CH se développent rapidement et contribuent, aux jeunes âges, au développement de la résistance de la pâte à l'état plastique. Les réactions pouzzolaniques engendrées par les additions minérales consomment la portlandite déjà formée et réduisent à un faible pourcentage cet hydrate au profit de celui des C-S-H (Powers, 1958).

Duchesne et Bérubé (Duchesne et Bérubé, 1995) montrent que les silicates de calcium hydratés issus des réactions pouzzolaniques ou hydrauliques (C-S-H secondaires) sont à distinguer des C-S-H formés par hydratation du clinker (primaire). Le rapport C/S est généralement plus faible, du fait que les ciments composés sont plus riches en silice que les ciments portland ordinaires. En effet, de nombreux auteurs ont étudié la composition des produits d'hydratation du ciment selon le type d'addition minérale, la variété et la quantité

utilisée en substitution du ciment. Nous reportons dans le Tableau I-2 quelques relevés sur la composition des hydrates de silicates de calcium.

Tableau I-2 : Rapport C/S en fonction du type de quantité d'addition minérale

C/S	Constituants	Références
1,90	Ciment portland ordinaire	(Uchikawa, 1986)
1,43	10% fumée de silice	
1,32	40% cendre volante	
1,65	40% laitier de haut fourneau	
1,71	Ciment portland ordinaire	(Rayment et Majumdar, 1982)
1,55	20% cendre volante	
0,8 - 1,2	Liants bas pH (35% fumée de silice et 30% cendres volantes)	(Leung Pah Hang, 2015)

La connaissance de la composition minéralogique ainsi que celle des hydrates formés au cours des différentes réactions d'hydratation est importante car elle permet notamment d'évaluer les différents types de porosités. De nombreux auteurs (Bary et Sellier, 2004 ; Hyvert, 2009 ; Ranaivomanana, 2010) ont repris l'approche proposée par Adenot (Adenot, 1992) afin de déterminer les quantités d'hydrates formés dans une pâte de ciment durcie à partir du degré d'hydratation et de la composition chimique du ciment. Ainsi, à partir du système d'équations des quantités molaires (I-4), il est possible de déterminer les pores des hydrates (C-S-H) d'une pâte de ciment. Nous présentons plus en détail les différents types de porosités dans le paragraphe suivant portant sur la structure poreuse des matériaux cimentaires.

$$\begin{cases} [C_aO] = [CH] + 1,7[CSH] + 4[AFm] + 6[Aft] \\ [SiO_2] = [CSH] \\ 2[Al_2O_2] = [Aft] \\ [SO_3] = 3[Aft] \end{cases} \quad (I-4)$$

I.2.2 Structure poreuse des matériaux cimentaires

I.2.2.1 Microstructure des pâtes de ciment et bétons durcis

À l'état durci, les matériaux cimentaires se présentent sous la forme d'un matériau solide poreux dont les propriétés de transferts sont dépendantes des caractéristiques géométriques et topologiques du réseau poreux.

La microstructure de la pâte de ciment ou du béton durci peut être décrite comme étant constituée d'un solide poreux et de phases liquide et gazeuse présentes dans les pores. Les matériaux cimentaires présentent des microstructures différentes en fonction de leur formulation et de leur mise en œuvre. Lors de l'hydratation du ciment, les différents hydrates formés se développent dans les espaces situés entre les grains de ciment anhydres initiaux. Ce mode de remplissage des vides originels crée un réseau poreux complexe et tortueux. Les pores présents dans les pâtes de ciment ont donc une géométrie particulière et des dimensions très variables (Baroghel-Bouny, 1994).

Dans l'étude des transferts de masse, l'interconnexion des pores est une caractéristique très importante car elle modifie fortement la dimension des chemins de pénétration des agents extérieurs. On distingue ainsi trois types de pores :

- **Les pores interconnectés** : ils forment un espace connecté dans le milieu poreux et participent au transport de matière à travers le matériau.
- **Les pores aveugles ou bras morts** : ils sont interconnectés d'un seul côté et peuvent être accessibles à un fluide extérieur mais ils ne participent pas au transport de matière à l'échelle globale.
- **Les pores isolés** : ils ne communiquent pas avec le milieu extérieur.

La microstructure des bétons dépend à la fois de celle de la pâte de ciment mais aussi de celle de la zone constituée à l'interface pâte-granulat. En effet, dans les bétons durcis, en plus de la porosité de la matrice cimentaire, un autre type de porosité appelé auréole de transition apparaît lors de l'ajout de granulats à une pâte de ciment. Cette interface qui s'établit ainsi entre la pâte et les granulats au moment de l'hydratation du ciment dépend de plusieurs facteurs à savoir la nature des deux phases, la teneur en ciment du mélange et les conditions de conservation après coulage. La formation de cette zone à l'interface pâte-granulat est souvent attribuée à l'effet de paroi exercé localement par les surfaces des granulats sur les

grains de ciment (Maso, 1996 ; Monteiro, Maso et Ollivier, 1985). Bajja (Bajja, 2016) explique que lors du gâchage, les espaces entre les grains de ciment anhydre, à proximité de la surface du granulat, deviennent plus grands du fait de l'effet de paroi, ce qui engendre une accumulation d'eau qui vient combler ce vide et donc créer un gradient du rapport E/C local. Cette interface présente de ce fait un rapport E/C plus élevé que le reste de la pâte et donc une porosité plus importante que le reste de la matrice. Aussi, du point de vue mécanique, c'est une zone de faiblesse du fait de la concentration des contraintes, initiant ainsi plus généralement la fissuration. Les pores, plus grossiers dans cette zone, deviennent un réseau de cheminement privilégié pour les transferts. L'épaisseur de cette zone, généralement inférieure à 50µm augmente avec la taille du granulat et le rapport E/C (Chen, 2011 ; Diamond, 1984 ; Larbi et Bijen, 1990). Baroghel-Bouny (Baroghel-Bouny, 1994) montre l'existence de cette auréole de transition sur un béton à hautes performances. La Figure I-1 montre la microstructure de ce béton faisant apparaître cette zone que l'on retrouve aussi sur des bétons ordinaires.

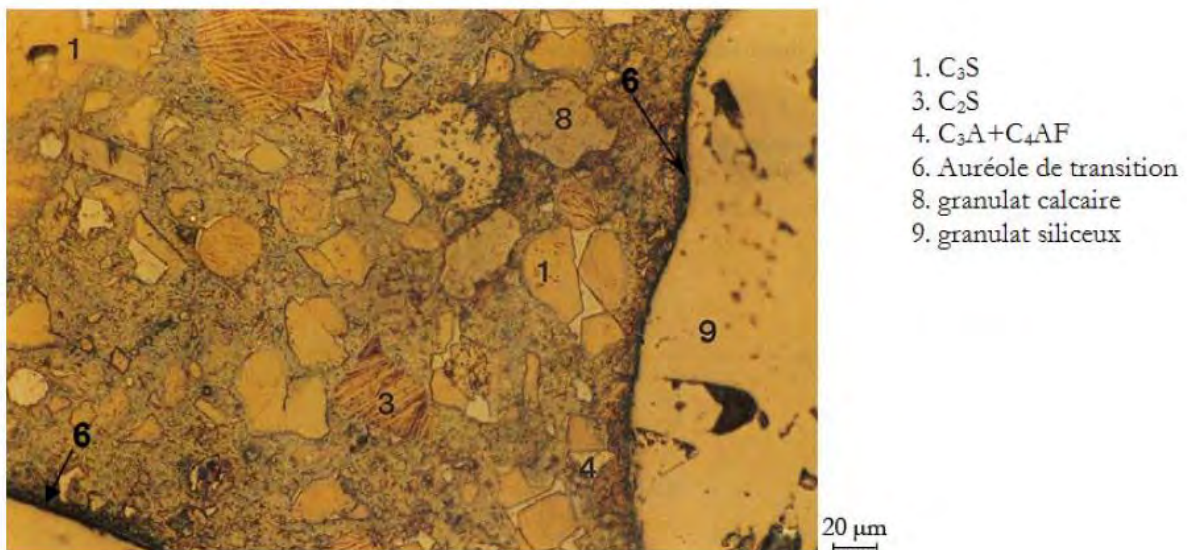


Figure I-1: Microstructure d'un béton à hautes performance obtenue à partir du MEB (Baroghel-Bouny, 1994)

Concernant la porosité des bétons, il convient aussi d'ajouter à la porosité de la pâte de ciment précédemment décrite, les pores dus aux inclusions d'air durant le malaxage et/ou dus à l'air entraîné par les adjuvants, qui sont le plus souvent des cavités sphériques d'un rayon compris entre 1 et 50µm environ (Chen, 2011).

I.2.2.2 Caractérisation de la microstructure

I.2.2.2.1 Porosité totale et distribution de la taille des pores

Plusieurs paramètres physiques peuvent être utilisés pour décrire la porosité, tels que le volume total poreux et le diamètre des pores.

❖ La porosité volumique totale

La porosité volumique totale d'un matériau est définie (en %) par la formule suivante :

$$p = \frac{v_p}{v_a} \times 100 \quad (I-5)$$

v_p = volume poreux de l'échantillon

v_a = volume apparent du matériau

En pratique, la porosité est déterminée par pesée hydrostatique puis dans l'air à partir de la formule suivante :

$$p = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \times 100 \quad (I-6)$$

Où M_{sec} est la masse de l'échantillon sec obtenue généralement après séchage à 105°C ; M_{air} est la masse de l'échantillon saturé pesé dans l'air ; M_{eau} est la masse de l'échantillon saturé pesé dans l'eau.

Cette méthode qui donne également accès à la masse volumique apparente sèche et humide du matériau fait l'objet d'une recommandation qui fixe en particulier la taille minimale de l'échantillon et les modalités du séchage (AFPC, 1997 ; GranDuBé, 2007).

Il existe divers procédés d'investigations visant à caractériser la microstructure d'un matériau poreux par la « distribution de la taille des pores » qui peut s'étendre du nanomètre au millimètre (Diamond, 2000). Le diagramme ci-dessous (Figure I-2), obtenue à partir d'une analyse porosimétrique au mercure, montre pour une pâte de ciment hydratée la présence de deux pics de distribution de porosité mettant principalement en évidence une distribution bimodale de porosité, caractérisée par le réseau de pores capillaires et celui des hydrates.

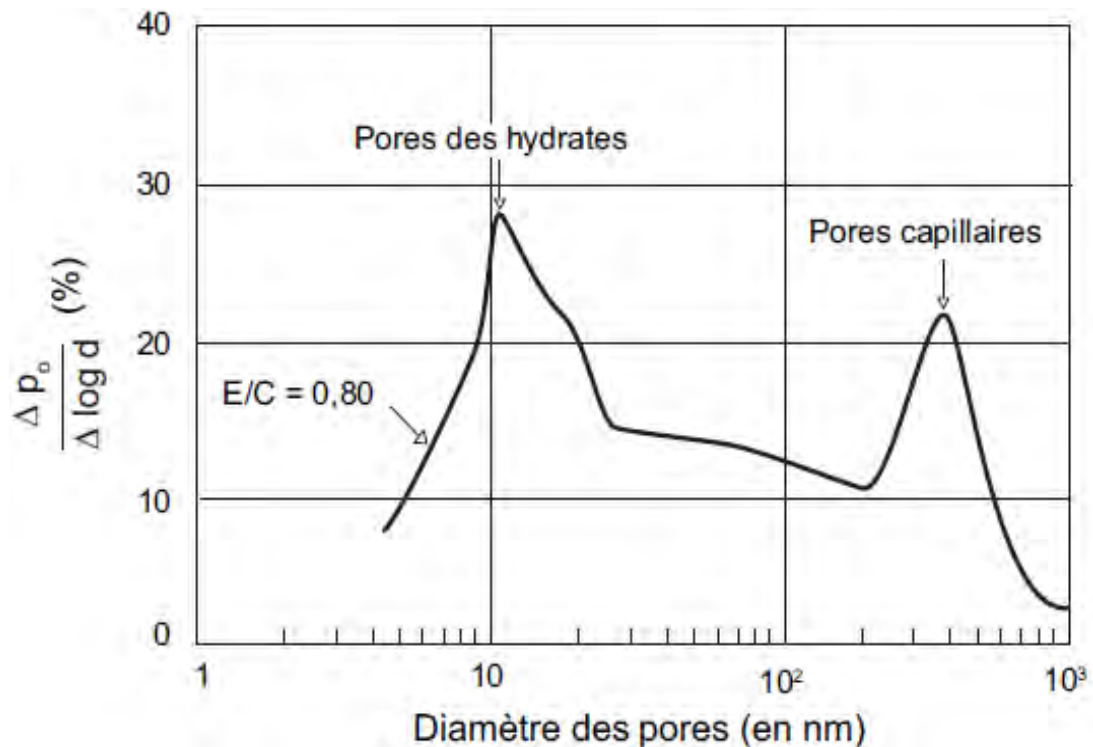


Figure I-2: Mise en évidence par porosimétrie mercure des pores capillaires et des pores des hydrates dans une pâte de ciment à E/C=0,8 (VERBECK, 1968)

Les pores capillaires, issus des espaces intergranulaires de la pâte de ciment initialement remplis d'eau découlent de la porosité originelle implicitement définie à partir du rapport E/C utilisé pour hydrater le ciment. En effet, l'essentiel de la porosité capillaire est issu de l'eau en excès restée dans les espaces intergranulaires lors de l'hydratation et constitue un réseau d'autant plus important et connecté que le dosage en eau est élevé (Brue, 2009). Les propriétés de transfert seront donc en étroite relation avec cette porosité capillaire.

Les pores relatifs aux hydrates se trouvant dans les espaces inter-lamellaires et interfeuilletés sont de dimensions plus petites. Ces derniers sont dus à certains hydrates dont essentiellement les C-S-H. Nous trouvons dans la littérature, différents modèles décrivant la structure des C-S-H comme celui de Feldman et Sereda (Feldman et Sereda, 1970) en Figure I-3.

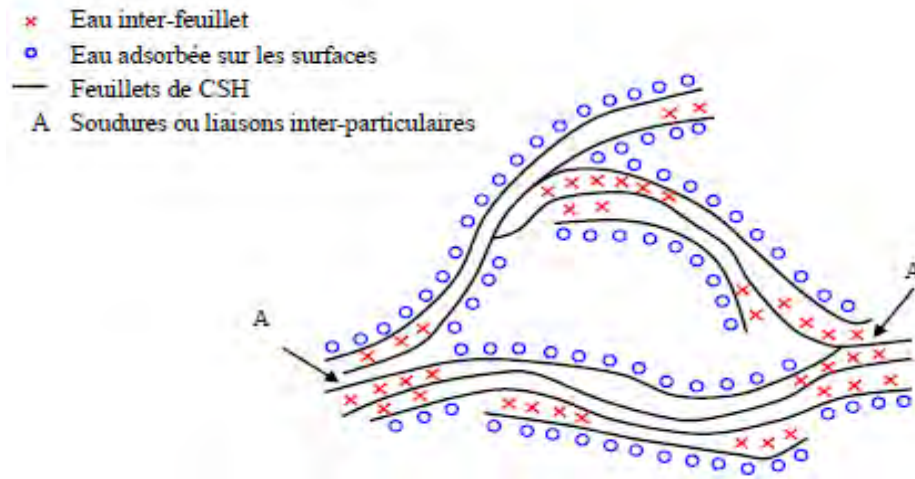


Figure I-3 : Représentation de la structure des C-S-H d'après le modèle de Feldman et Sereda (Feldman et Sereda, 1970)

❖ Surface spécifique

La surface spécifique (ou volumique) d'un matériau est le rapport exprimé en m^{-1} entre la surface externe S du matériau et son volume. On peut aussi l'exprimer par rapport à sa masse m (en g), on parle alors de surface massique S_s (cm^2/g) (Ollivier et Vichot, 2008):

$$S_s = \frac{S}{m} \quad (\text{I-7})$$

C'est une donnée essentielle des matériaux poreux dans la mesure où elle conditionne les phénomènes d'adsorption. La valeur de la surface spécifique d'un matériau dépend de la méthode de mesure utilisée qui devra donc être précisée. Les méthodes classiques utilisées sont notamment l'intrusion de mercure et l'adsorption d'azote. Un modèle de réseau poreux qui permet d'évaluer la surface spécifique des matériaux cimentaires rendrait donc compte de leurs microstructures. Nous verrons par la suite que le modèle de réseau poreux qui sera utilisé dans cette étude permet cette évaluation.

❖ Autres paramètres

Afin de caractériser la géométrie du réseau poreux d'un matériau, trois notions essentielles sont utilisées :

- **La tortuosité T** est définie comme étant le carré du rapport entre la longueur moyenne de l'écoulement dans le milieu poreux L_e et la longueur du matériau mesurée dans la direction macroscopique de l'écoulement L :

$$T = \left(\frac{L_e}{L}\right)^2 \quad (I-8)$$

- **La constrictivité** δ est un paramètre qui rend compte de façon qualitative de la variation de section qu'offrent les pores à l'écoulement. Elle peut être définie par le rapport entre la plus grande et la plus petite section efficace (Van Brakel et Heertjes, 1974).
- **Le facteur de formation** F est défini par le rapport entre la conductivité électrique de la solution interstitielle contenue dans le milieu poreux et la conductivité électrique du même milieu poreux saturé par cette solution. Le facteur de formation est relié à la porosité ouverte et à la tortuosité du milieu poreux par la formule suivante :

$$\frac{1}{F} = \frac{p\delta}{T} \quad (I-9)$$

Dans ses travaux sur l'analyse du facteur de formation de différents matériaux cimentaires, (Mercado, 2012) montre que ce paramètre reflète la configuration du réseau poreux indépendamment de la force ionique et de la composition de sa solution porale. L'auteur évalue également le coefficient de diffusion des ions chlorure à partir de ce paramètre.

Ces trois grandeurs qui conditionnent donc les paramètres de transfert restent néanmoins difficile à évaluer.

I.2.2.2.2 Méthodes de caractérisation de la microstructure

Les principales méthodes de caractérisation de la microstructure sont exposées dans la littérature par différents auteurs :

- **Porosité accessible à l'eau** : Cette méthode consiste à saturer le matériau sous vide puis à le sécher à 105°C. La différence de masse entre les deux états permet de calculer le volume d'eau saturant le matériau. Ce volume est assimilé au volume des vides connectés à la surface.
- **Porosité par intrusion de mercure** : Cette méthode consiste à mesurer le volume de vides ouverts par pénétration de mercure sous pressions croissantes. On peut alors obtenir le volume d'intrusion de mercure en fonction de la pression. Les pressions qui forcent le mercure à pénétrer dans les pores des échantillons peuvent être converties en tailles de pores équivalentes en utilisant l'équation dérivée par Washburn (Washburn, 1921) à partir du travail de Young et Laplace sur la tension interfaciale pour les montée et descente des liquides dans les capillaires (Aligizaki, 2005). Bien que

son utilisation soit très répandue, cette technique comporte de nombreuses limites. Elle peut constituer par exemple un risque important de microfissuration de l'échantillon poreux à cause de l'opération préalable de séchage du matériau. Aussi, pour être capable de scanner tous les pores et notamment les plus petits, on est obligé d'augmenter la pression d'intrusion ce qui peut introduire des déformations et une modification irréversible de la structure poreuse. Une autre source d'imprécision est la présence des pores en forme de bouteille d'encre qui vont engendrer les phénomènes d'hystérésis et de rétention de mercure dans les pores. De ce fait, les pores larges ayant un rayon d'accès plus étroit sont ainsi remplis à de fortes pressions et détectés comme étant plus étroit qu'ils ne le sont en réalité. La catégorie des pores larges est donc systématiquement sous-estimée et la distribution de la taille des pores est biaisée en faveur des pores les plus étroits (Aligizaki, 2005). Enfin, comme on le remarque en Figure I-4, cette méthode ne permet pas d'accéder aux pores des hydrates.

- **Analyse d'image** : Elle peut être caractérisée par microscopie électronique à balayage (MEB) ou microscopie optique. D'après Underwood (Underwood, 1968), avec cette méthode la porosité est facile à connaître car elle est égale à la fraction surfacique des vides observée sur une coupe. Cependant, la dimension des pores ne se mesure pas facilement en analyse d'image. Cette méthode est surtout utilisée pour caractériser les plus gros pores de matériaux (bulles d'air entraîné par exemple). Elle est donc peu adaptée à l'étude des matériaux cimentaires dans sa globalité car la taille des pores inaccessible par cette technique reste importante.
- **Exploitation des isothermes de sorption d'eau** : Elle suppose qu'il y a coexistence d'eau liquide condensée dans les pores et d'eau adsorbée sur les parois des pores. La distribution de la taille des pores est obtenue à partir de courbe de désorption en faisant l'hypothèse que les pores sont cylindriques, que le rayon des pores emplies d'eau est donné par la relation de Kelvin-Laplace et que les pores sont recouverts d'une couche d'eau dont l'épaisseur varie avec l'humidité relative. Cette méthode est particulièrement utilisée pour caractériser les pores dont le rayon est de l'ordre de la dizaine de nanomètre (Ollivier et Torrenti, 2008).

La Figure I-4 suivante donne les catégories de pores accessibles par différentes méthodes de caractérisation (Baroghel-Bouny, 1994). Pour résumé, la porosité accessible à l'eau est bien adaptée pour évaluer le volume poreux global mais cette méthode intègre les bras morts et ne permet pas d'évaluer la répartition de la taille des pores. La porosité au mercure ne donne pas accès à tout le volume poral car la gamme de pores accessibles est de l'ordre de quelques nanomètres, supérieure à celle des hydrates. Cela conduit donc à une répartition de la taille des pores biaisée. De même, l'analyse d'image et les isothermes sont limitées à des gammes de pores plus ou moins grossières. Il est donc nécessaire, pour l'évaluation des paramètres de transfert, d'utiliser un modèle de réseau poreux permettant de caractériser correctement la microstructure des matériaux cimentaires à une échelle plus fine.

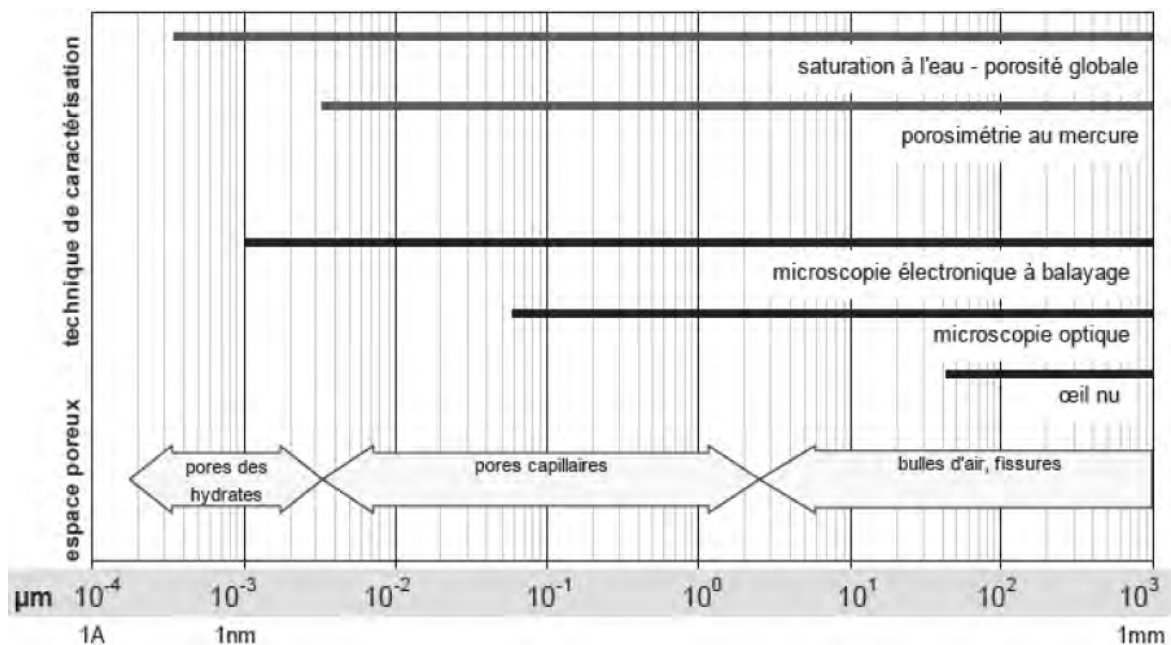


Figure I-4 : Domaine d'utilisation des principales méthodes de caractérisation en fonction des catégories de pores (Baroghel-Bouny, 1994)

I.2.2.2.3 Facteurs influents

Plusieurs types de matériaux seront utilisés dans notre étude et en fonction des expériences qui seront réalisées, les préconditionnements ou conditions d'essais peuvent avoir une influence sur la microstructure. Il est donc important de mettre en évidence les facteurs qui peuvent avoir une influence sur le réseau poreux des matériaux cimentaires.

❖ Influence du type de ciment

La porosité, tout comme sa distribution, est influencée par la nature du ciment utilisé. Les différents composants chimiques du ciment anhydre réagissent pour donner différents hydrates dont les compositions et les proportions dans le ciment hydraté conditionnent les propriétés physiques.

En étudiant la porosimétrie au mercure sur deux mortiers à base de ciment CEM I et CEM V/A, Perlot (Perlot, 2005) met en évidence un volume total poreux plus important pour le CEM V/A. Néanmoins on peut voir en Figure I-5 que la distribution porosimétrique du mortier à base de CEM V/A est décalée vers les petits pores par rapport à celle du mortier à base de CEM I. Conformément aux observations faites par (Cook, Cao et Coan, 1986), l'ajout d'additions pouzzolaniques notamment de type cendres volantes a pour avantage de réduire la porosité capillaire en augmentant celle des hydrates.

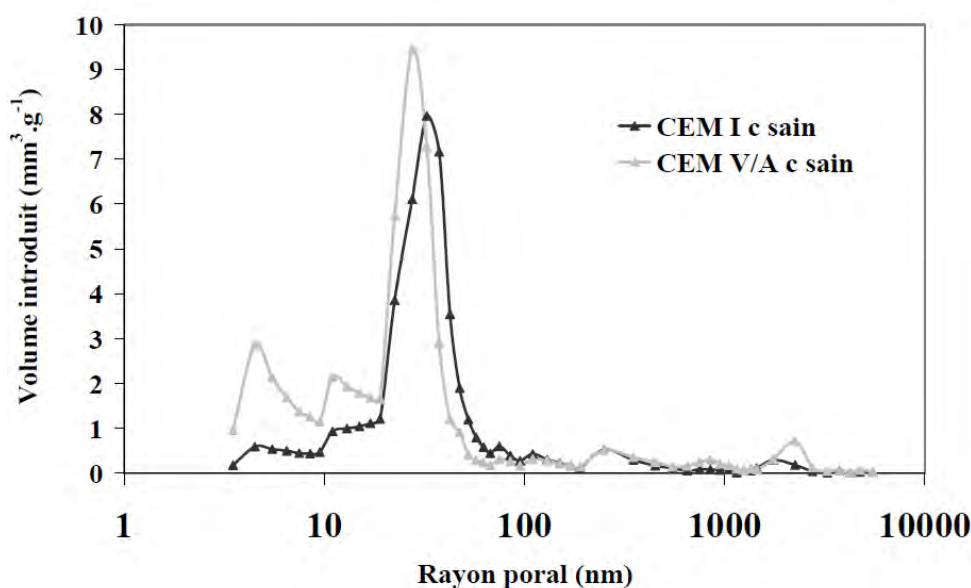


Figure I-5 : Influence de la nature du ciment sur la distribution de la taille des pores (Perlot, 2005)

❖ Influence du rapport E/C

L'essentiel de la porosité capillaire est issu de l'eau restée dans les espaces intergranulaires lors de l'hydratation et constitue un réseau d'autant plus important et connecté que le dosage en eau est élevé. La Figure I-7 montre l'augmentation de la porosité à l'eau des pâtes de ciment CEM I et CEM V au fur et à mesure que le rapport E/C augmente. L'influence du rapport E/C sur la structure porosimétrique est indiquée par les courbes cumulées de la Figure I-7. Les

pores capillaires considérés par Mehta (Mehta, 1980) comme étant de dimension supérieure à 100 nm ne subsistent que dans les pâtes gâchées avec des rapports E/C supérieurs à 0,5. Vu que ces évolutions sont obtenues à partir de la porosité au mercure, on peut penser que plus le rapport E/C sera faible et plus l'accès à la porosité capillaire se fera par des pores des hydrates non accessibles. Il en découle ainsi, une sous-estimation de la porosité capillaire.

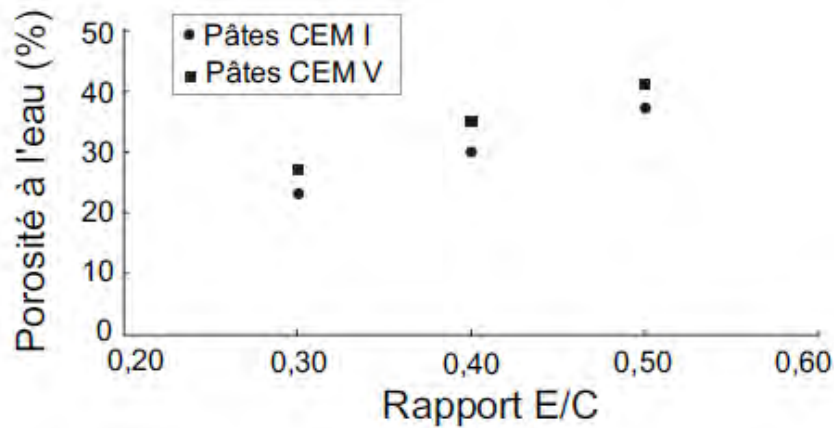


Figure I-6 : Variation de la porosité à l'eau des pâtes de ciment CEM I et CEM V en fonction du rapport E/C (Béjaoui *et al.*, 2006)

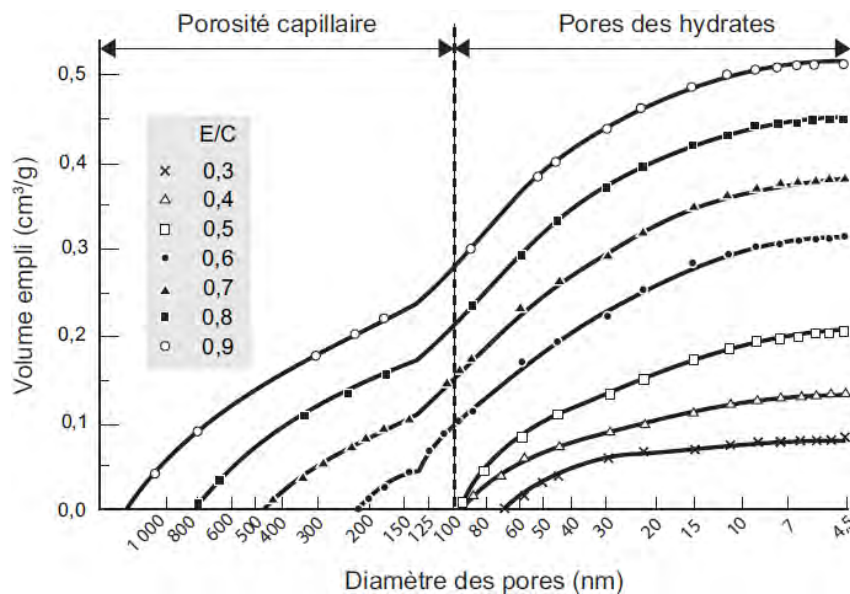


Figure I-7 : Influence du rapport E/C sur l'évolution porosimétrique des pâtes de ciment Portland âgées de 28 jours (Mehta, 1980)

❖ Influence du type de cure

La température de cure affecte les propriétés du béton par son effet sur l'hydratation du ciment et son développement microstructural associé. (Gallucci, Zhang et Scrivener, 2013) ont étudié l'évolution de la porosité sur des pâtes de ciment ayant subi une cure isotherme entre 5 et 60° C. Ces auteurs ont démontré à travers la Figure I-8 que la porosité capillaire mesurée par analyse d'image est beaucoup plus élevée à des températures plus élevées pour le même degré d'hydratation. Cette variation est associée au changement de structure et de densité apparente des C-S-H qui augmente de 25%.

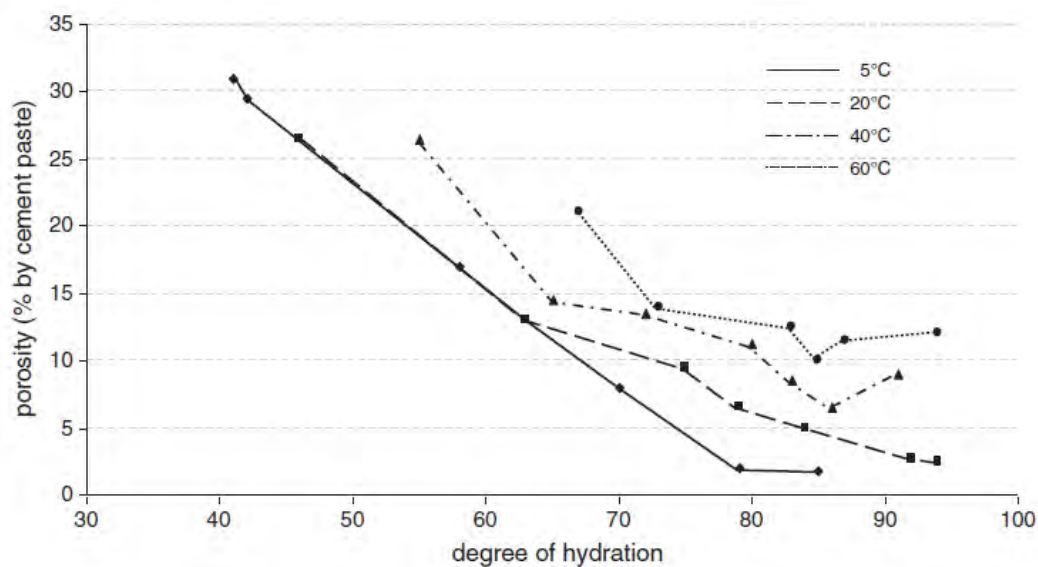


Figure I-8 : Effet de la température de cure sur la porosité capillaire des pâtes durcies (Gallucci, Zhang et Scrivener, 2013)

D'autres auteurs (Chen *et al.*, 2012) ont mis en évidence l'influence du type de cure à la Figure I-9 qui montre les courbes d'évolution de la porosité en fonction de l'âge pour les échantillons qui ont subi deux types de cure (une cure humide et une cure sous eau de mer). Ces résultats montrent que les valeurs totales de porosité obtenues à partir d'échantillons durcis dans l'eau de mer étaient inférieures à celles obtenues à partir d'échantillons durcis à l'air, quel que soit le type de béton. Cela est dû à l'effet accélérateur des chlorures de l'eau de mer sur l'hydratation du ciment.

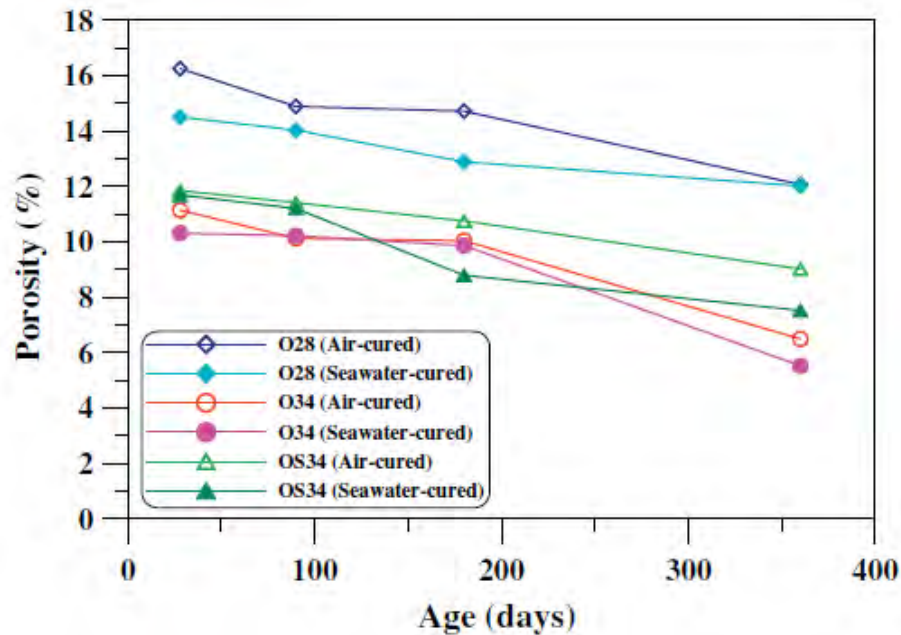


Figure I-9 : Evolution de la porosité des bétons à base de CEM I à différentes conditions de cure

I.3 Transferts dans les matériaux cimentaires

I.3.1 L'eau dans la pâte de ciment

I.3.1.1 Classification de l'eau

L'eau dans les matériaux à base de ciment peut provenir de deux sources différentes. Tout d'abord, l'eau est ajoutée au ciment sec pour l'hydratation pendant le coulage. Cette quantité d'eau est habituellement plus grande que celle nécessaire pour les réactions chimiques. Cela conduit à obtenir un excès d'eau qui sera laissé dans le matériau. Deuxièmement, lorsqu'un matériau est en phase d'utilisation, il peut absorber l'eau de la vapeur dans l'air (humidité relative ambiante) et l'eau liquide (pluie, condensation, eau souterraine), et il peut perdre de l'eau si l'air ambiant est plus sec que le matériau (Baroghel-Bouny, 1994).

L'eau joue un rôle essentiel dans les matériaux cimentaires, notamment par rapport aux transferts des différentes particules à travers le réseau poreux. D'après Powers et Brownyard (Powers et Brownyard, 1946) (Baroghel-Bouny, 1994), l'eau se trouve sous 3 catégories dans la pâte de ciment durcie :

- **L'eau chimiquement liée ou eau de constitution** : c'est l'eau consommée au cours des réactions d'hydratation, elle fait donc partie de la structure des hydrates. Cette partie de l'eau ne peut pas s'évaporer, sauf en subissant un puissant séchage à des températures élevées, mais cela modifie de manière irréversible la nature même des hydrates et de la matrice.
- **L'eau adsorbée ou eau physiquement liée** : c'est l'eau soumise à des champs de forces superficielles par l'intermédiaire des forces intermoléculaires de Van Der Waals et des forces électrostatiques.
- **L'eau de capillarité ou eau libre** : c'est l'eau contenue dans les espaces intergranulaires qui n'est plus dans le champ d'influence des forces superficielles. L'eau capillaire est la phase condensée remplissant le volume poreux et séparée de la phase gazeuse par des ménisques. Elle est appelée eau libre lorsqu'elle se trouve en équilibre avec la phase gazeuse par l'intermédiaire d'un ménisque ou d'une interface plane selon les dimensions du pore. L'évaporation de l'eau libre et capillaire s'effectuerait entre 30 et 120°C (Hager, 2004).

I.3.1.2 Mécanismes d'adsorption et de désorption

I.3.1.2.1 Adsorption capillaire

L'adsorption est un phénomène tout à fait général qui se produit chaque fois qu'un gaz ou un liquide (adsorbat) est en contact avec un solide (adsorbant) ; celui-ci est retenu par les atomes superficiels du solide et se concentre à sa surface (Rouquerol *et al.*, 2003).

On distingue habituellement deux types d'adsorption en fonction du type de liaisons solide/molécule gazeuse ou suivant la grandeur des énergies mises en jeu. Nous avons ainsi :

- **L'adsorption chimique ou chimisorption** : dans ce processus, l'adsorbat et l'adsorbant forment généralement des liaisons covalentes ou ioniques de courtes portées modifiant ou perturbant de manière significative leurs structures électroniques. L'énergie impliquée dans la chimisorption qui est un phénomène irréversible se compare aux énergies de réactions chimiques pouvant aller de 80 à 400 kJ/mol (Baroghel-Bouny, 1994) .
- **L'adsorption physique ou physisorption** : les molécules sont faiblement liées au solide par des liaisons intermoléculaires de Van Der Waals et des forces électrostatiques. La

physisorption est un phénomène réversible et général qui se produit avec tout système gaz-solide ou gaz-liquide quand les conditions de température et de pression sont convenables (effet de l'agitation thermique atténué) (Babaa, 2004).

Lorsque l'humidité relative de l'air ambiant augmente, l'adsorption passe d'une phase monomoléculaire puis multimoléculaire pour aboutir à la condensation capillaire (Figure I-10).

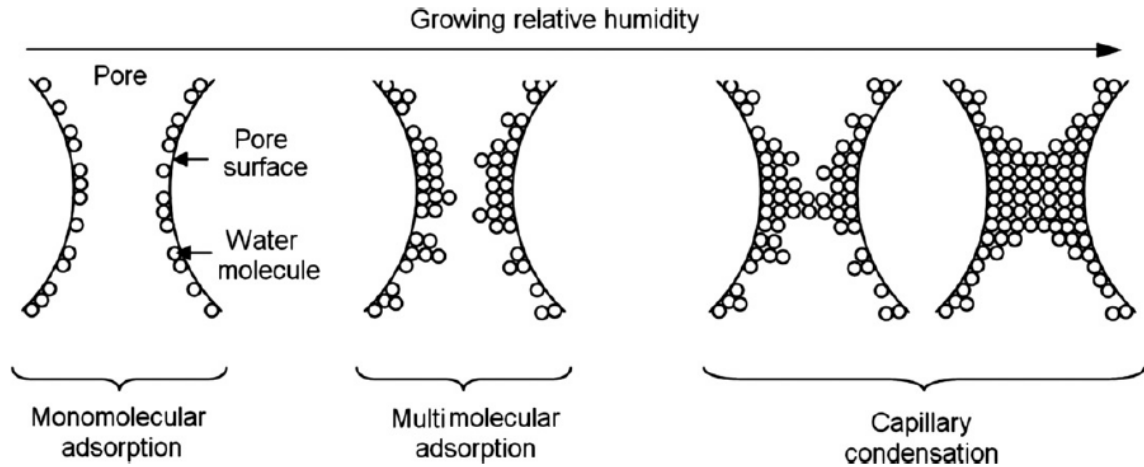


Figure I-10 : Processus d'adsorption capillaire (Collet *et al.*, 2011)

Par ailleurs, Goual *et al.* (Goual *et al.*, 2006) montrent en utilisant la loi de Kelvin-Laplace que l'adsorption sous haute humidité relative (allant jusqu'à 99%) ne peut pas complètement saturer les pores dont le rayon est plus grand que 110 nm. Pendant l'imbibition capillaire, un liquide mouillant est aspiré dans un milieu poreux par les forces capillaires. Dans ce cas, le contact avec une phase liquide permet d'assurer une humidité relative à 100% saturant ainsi de manière plus complète ces grands pores (Liu, 2011).

I.3.1.2.2 Imbibition capillaire

L'imbibition capillaire est l'infiltration d'un milieu poreux par un liquide mouillant qui pénètre le milieu en déplaçant un gaz ou un autre liquide. L'étude de la cinématique de l'imbibition capillaire dans les matériaux poreux est très importante du point de vue de la caractérisation de leur structure poreuse ainsi que de leur comportement par rapport à un liquide. Lorsque la seule force qui gouverne l'imbibition est la force capillaire, on parle d'imbibition spontanée. La pression capillaire est donnée par la loi de Young-Laplace comme suit :

$$P_{cap} = \frac{2}{r} * \gamma \cos \theta \quad (I-10)$$

Où r (m) est le rayon du tube capillaire, θ l'angle de contact entre les phases liquide et solide et γ (N/m) la tension superficielle liquide-vapeur.

L'imbibition est dite forcée si une force externe s'ajoute à la force capillaire lors de l'imbibition (Dallel, 2012). Dans notre étude, nous nous intéressons uniquement à l'imbibition spontanée. Bien qu'un milieu poreux soit bien plus complexe qu'un capillaire, la majorité des études qui abordent l'imbibition spontanée en milieu poreux se base sur les cinétiques d'imbibition décrites pour l'ascension capillaire (Dallel, 2012). La montée capillaire tend asymptotiquement vers une hauteur d'équilibre z_{eq} pour laquelle les forces capillaires et gravitationnelles s'équilibrent. Cette hauteur capillaire est également appelée hauteur de Jurin. La Figure I-11 montre un exemple d'un tel équilibre après une montée capillaire dans un tube cylindrique de rayon r .

Lorsque les forces capillaires et gravitationnelles s'équilibrent, la pression au point B est donnée par la relation suivante :

$$P_B = P_{atm} - \rho g z_{eq} \quad (I-11)$$

Où P_{atm} (Pa), z_{eq} (m), g (m²/s), ρ (kg/m³) représentent respectivement la pression atmosphérique, la hauteur de remontée capillaire, la gravité et la densité du liquide. Etant donné que la pression P_B est égale à la pression atmosphérique en A moins la pression capillaire P_{cap} qui est à l'origine de la montée capillaire, on peut écrire :

$$P_B = P_{atm} - P_{cap} \quad (I-12)$$

Les équations (I-11) et (I-12) donnent avec l'équation (I-10), la hauteur capillaire de l'équilibre statique comme suit :

$$z_{Jurin} = z_{eq} = \frac{2\gamma \cos\theta}{\rho g r} \quad (I-13)$$

L'imbibition capillaire dans un milieu poreux constitué de tubes cylindriques à sections constante a été décrite quantitativement à partir de l'équation de Lucas-Washburn (Washburn, 1921) pour un tube capillaire lorsque l'effet de gravité est négligé au début de l'imbibition :

$$z_{Washburn}=z_{eq}(t) = \sqrt{\frac{\gamma \cos \theta}{2\mu} r \sqrt{t}} \quad (I-14)$$

Cette équation découle d'une dynamique dictée par un équilibre entre capillarité et viscosité. Où h_e est la hauteur de la colonne d'eau, γ est la tension superficielle de l'interface entre l'eau et l'air, θ est l'angle de contact (l'angle entre l'interface des fluides et la paroi du tube), r est le rayon du tube.

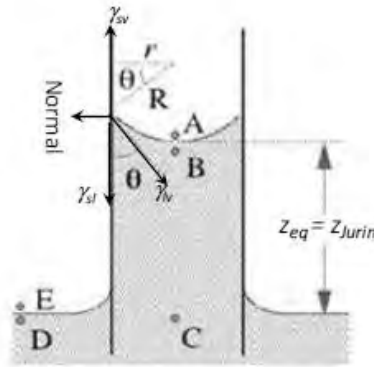


Figure I-11 : Vue schématique de la loi de Jurin et concept de hauteur d'équilibre dans un tube capillaire (Nalla *et al.*, 2007)

(Sun, Kharaghani et Tsotsas, 2016) étudient l'imbibition spontanée de différents mélanges liquide à travers un micro-modèle de verre gravé. Un réseau de pores a été créé qui pourrait imiter le réseau structural caractéristiques du micro-modèle physique. Deux règles de transport de liquide au niveau des pores, c'est-à-dire l'invasion et la rétraction, ont été combinées pour déterminer le mouvement du ménisque pendant l'imbibition du liquide dans le réseau poreux. Les mesures expérimentales avec le micro-modèle ont montré une étroite concordance avec les résultats de la simulation du réseau de pore. De plus, d'autres simulations de réseaux poreux avec des distributions bimodales de la taille des pores ont illustré l'effet de la distribution spatiale des macropores sur la dynamique de l'imbibition. Quatre types de réseaux avec différents agencements de macro-pores ont été générés à cet effet. Les auteurs ont observé que le taux d'imbibition global dépend fortement de l'orientation, de la continuité et de la distribution des macropores. Nous verrons en partie III.3.2.2 que pour le cas des matériaux cimentaires aussi, c'est essentiellement la porosité capillaire qui conditionne ce taux. Ils ont conclu que l'approche de Lucas-Washburn ne permet pas de saisir de tels effets tandis que les résultats de cette étude montrent que la modélisation

du réseau poreux est un outil puissant pour l'illustration de la dynamique d'imbibition dans des milieux poreux hétérogènes.

Gruener *et al.* (Gruener *et al.*, 2012) avancent dans leurs travaux sur l'imbibition de l'eau dans des verres nanoporeux que dans les systèmes ayant une longueur et un diamètre de pores comparables, comme le papier et le sable, la face avant du liquide de propagation forme une interface continue. En revanche, dans le cas des matériaux qu'ils étudient, les pores sont beaucoup plus longs que larges, ils montrent ainsi qu'aucune interface liquide-vapeur continue avec des ménisques coalescents ne peut se former. Ces auteurs utilisent aussi un modèle de réseau poreux représentatif de la structure du verre pour restituer les évolutions obtenues expérimentalement.

L'étude de l'écoulement capillaire dans les milieux poreux repose notamment sur l'identification des propriétés physiques du fluide pénétrant et sur la caractérisation structurelle des milieux poreux qui affectent la cinétique d'imbibition $H(t)$ (représentant la progression du front d'invasion) et les propriétés du front d'avancée liquide-gaz $w(t)$ (Figure I-12) (Gruener *et al.*, 2012).

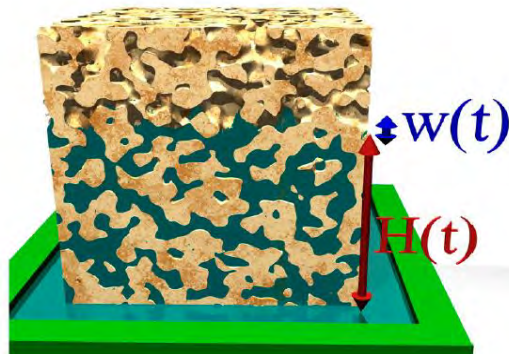


Figure I-12 : Représentation schématique de l'imbibition spontanée d'un fluide dans une matrice poreuse.

(Gruener *et al.*, 2012)

La plupart des études d'imbibition capillaire sur matériaux cimentaires sont réalisées sur des matériaux secs (Benavente *et al.*, 2002 ; Leventis *et al.*, 2000 ; Liu, 2011 ; Rabehi, 2014). De ce fait, l'absorption de l'eau dans ces matériaux est souvent décrite par la loi simple de l'absorption linéaire de l'eau par rapport à la racine carrée du temps. Or, en étudiant la capacité d'absorption d'eau de la brique céramique, (Hall, Hoff et Skeldon, 1983) observent une diminution de ce paramètre à mesure que la teneur initiale en eau du matériau augmente. (Nguyen, Jacobsen et Melandsø, 2012) ont mis en évidence l'influence de la hauteur, des

échantillons sur l'évolution de l'absorption capillaire en fonction de la racine carrée du temps. Ces auteurs remarquent une déviation par rapport au comportement linéaire attendu qui s'accroît au fur et à mesure que la hauteur des échantillons augmente. Nous verrons en partie II.5.1 que ces facteurs influents (teneur initiale en eau, hauteur des échantillons) sont pris en compte dans notre programme expérimental. Les différentes tendances évoquées plus haut sont également constatées sur nos matériaux cimentaires en partie III.3.2.

I.3.1.2.3 Désorption capillaire

La désorption est un processus qui est dû à un déséquilibre hygroscopique tel qu'une diminution d'humidité relative de l'air ambiant. Les molécules d'eau se détachent du solide poreux, il y a alors une diminution de la teneur en eau qui conduit au séchage du matériau. Ce séchage peut être le résultat de plusieurs processus de transport : diffusion en phase gazeuse, migration des films de molécules d'eau adsorbées et écoulement en phase d'eau liquide.

Baroghel-Bouny (Baroghel-Bouny, 1994) met en exergue quatre types de transfert d'humidité possibles lors du séchage de la pâte de ciment, comme présenté dans la Figure I-13 :

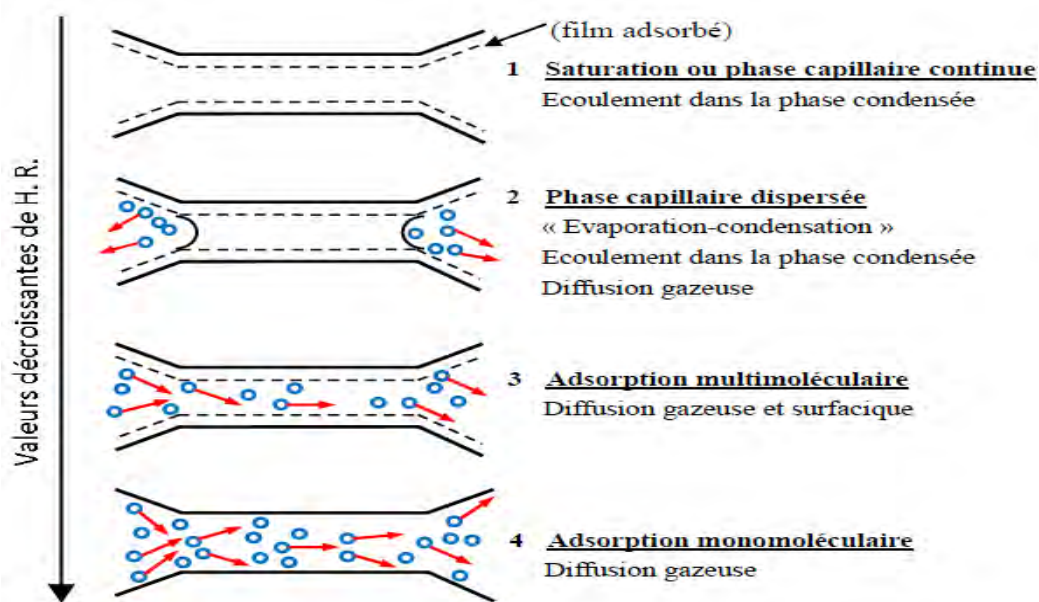


Figure I-13 : Illustration des quatre types de transfert d'humidité possibles dans un pore cylindrique suivant l'humidité relative de l'air ambiant (Baroghel-Bouny, 1994)

On observe ainsi à l'échelle du pore, dans un premier temps aux fortes humidités relatives un écoulement capillaire de l'intérieur vers l'extérieur des pores. A ce stade, le transfert en phase liquide et la pression capillaire gouvernent les mouvements continus d'eau décrits par la loi de Darcy. Ensuite, aux humidités relatives intermédiaires, l'écoulement des fluides par

diffusion de la vapeur d'eau décrit par la loi de Fick rend compte de présence simultanée de la phase gazeuse et liquide. Ensuite aux faibles humidités relatives, la diffusion gazeuse constitue le principal phénomène de transfert.

I.3.1.3 Isothermes de sorption

Les isothermes de sorption désignent les courbes donnant le degré de saturation (ou la teneur en eau w) du matériau en fonction de l'humidité relative de l'ambiance extérieure, lorsque la phase liquide et la phase gazeuse sont à une température donnée, en équilibre thermodynamique au sein du réseau poreux (Baroghel-Bouny, 1994).

Le degré de saturation S est donné par la formule suivante :

$$S = \frac{M_x - M_{sec}}{M_{air} - M_{sec}} \quad (I-15)$$

Avec M_x la masse de l'échantillon pour une échéance de mesure x ; M_{sec} la masse de l'échantillon sec et M_{air} la masse de l'échantillon saturé pesé dans l'air

Il est important de différencier les isothermes d'adsorption (à hygrométrie croissante) et les isothermes de désorption (à hygrométrie décroissante) du fait de l'apparition du phénomène d'hystérésis (Figure I-14).

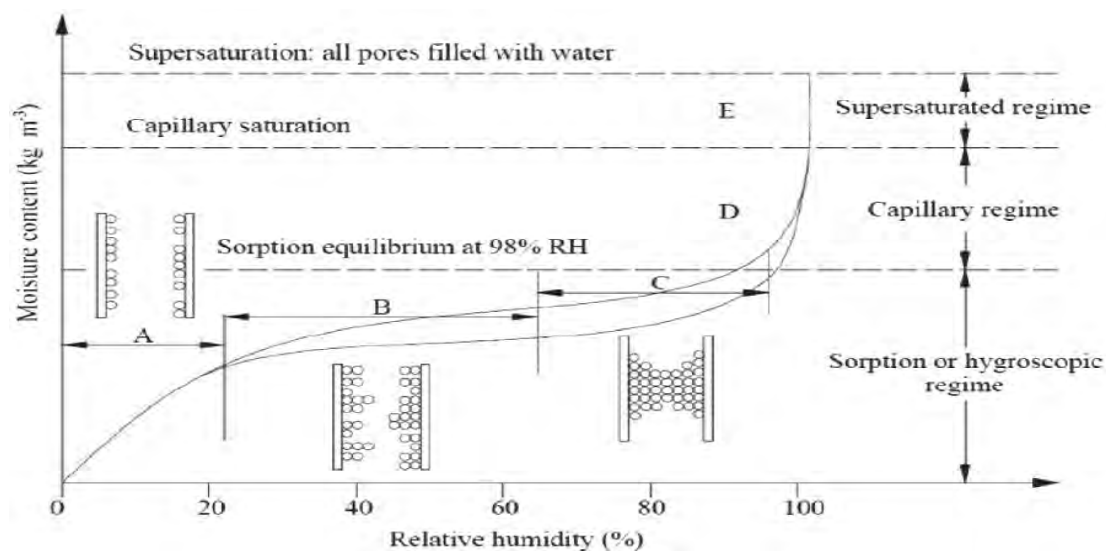


Figure I-14 : Schéma du principe de conservation d'humidité avec apparition d'hystérésis (Issaadi, 2015)

A : Monocouche de molécules adsorbées

B : Multicouche de molécules adsorbées

C : Couches interconnectées (condensation capillaire) D : Eau libre dans les pores, succion capillaire

E : Régime sursaturé

Les différentes contributions à l'isotherme de sorption de l'eau constituent la base de la modélisation méso-échelle effectuée par Pinson *et al.* (Pinson *et al.*, 2015) pour la pâte de ciment. La Figure I-15 montre en (a), (b) et (c) les contributions individuelles des surfaces adsorbées d'eau, des pores des hydrates et capillaires et des espaces interfeuillets à l'isotherme de sorption. La plus grande partie de l'eau se trouve dans les pores, bien que la teneur en eau des espaces interfeuillets soit également importante. La quantité d'eau adsorbée sur les surfaces poreuses atteint son maximum à une humidité relative relativement faible : à mesure que l'humidité relative augmente, cette eau n'est pas éliminée mais est reclassifiée en eau des pores des hydrates dès que les pores dans lesquels elle est adsorbée se remplissent. Cette reclassification provoque également l'hystérésis de la quantité d'eau de surface, puisque plus de pores sont pleins au séchage qu'au mouillage. En (d), le résultat final du modèle (rouge) obtenu en additionnant les trois courbes de gauche rendent compte de l'isotherme expérimental (noir).

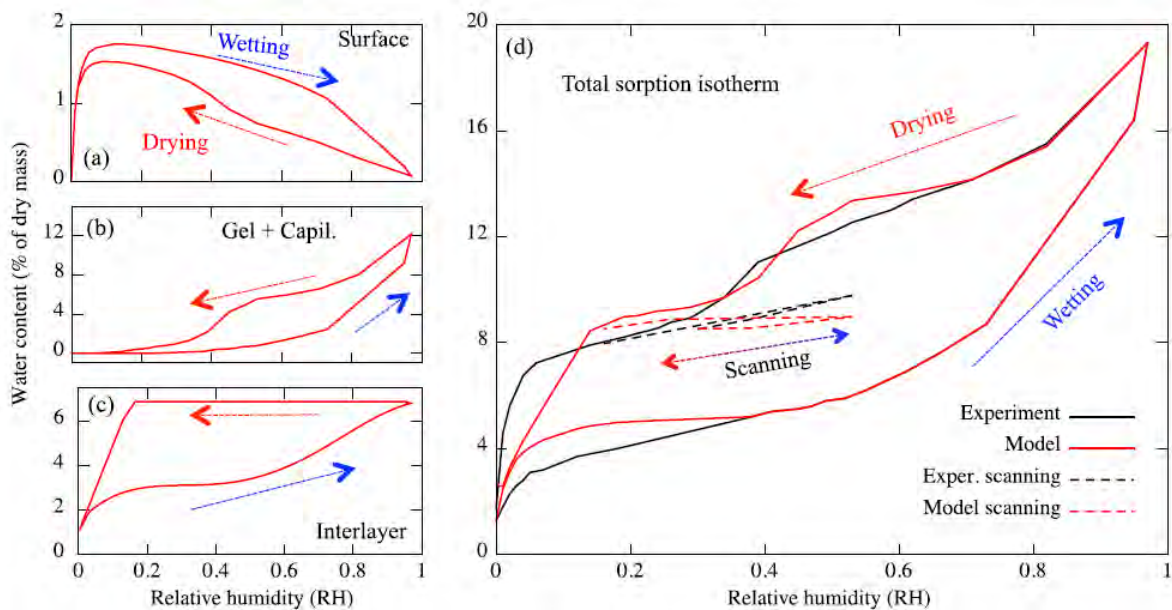


Figure I-15 : Les contributions à l'isotherme de sorption proviennent de l'eau adsorbée sur les parois des pores (a), présente dans les pores des hydrates et capillaires (b) et présente dans les espaces interfeuillets (c). Le résultat final du modèle (rouge) obtenu en additionnant les trois courbes de gauche et l'isotherme expérimental (noir) d'une pâte de ciment portland (d) (Pinson *et al.*, 2015)

Plus récemment, dans leurs travaux portant sur la modélisation de l'hystérésis de sorption de vapeur d'eau de matériaux cimentaires basée sur la distribution de la taille des pores, (Jiang *et al.*, 2019) ont mis également en évidence la contribution des différentes familles de pores

(Figure I-16). Ces contributions sont similaires à celles proposées par Pinson *et al.* (Pinson *et al.*, 2015) en Figure I-15.

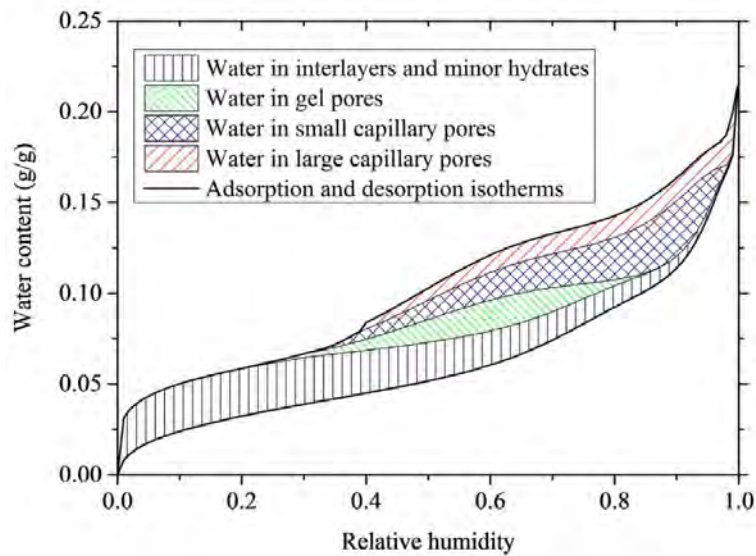


Figure I-16 : Contribution à l'hystérésis dans les différentes familles de pores (Jiang *et al.*, 2019)

Plusieurs théories ont été formulées dans la littérature afin d'expliquer la différence entre l'état de l'adsorbat lors de l'adsorption et pendant la désorption. McBain (McBain, 1935) explique l'hystérésis par la présence de pores en forme de bouteille d'encre dont la partie intérieure large est remplie aux fortes humidités relatives mais ne peut se vidanger lors de la désorption que lorsque la partie étroite est elle-même vidangée aux faibles humidités relatives. Ishida *et al.* (Ishida *et al.*, 1997) considèrent que l'eau piégée dans chaque pore par l'effet de la bouteille d'encre est supposée donner lieu à un comportement d'hystérésis (Figure I-17).

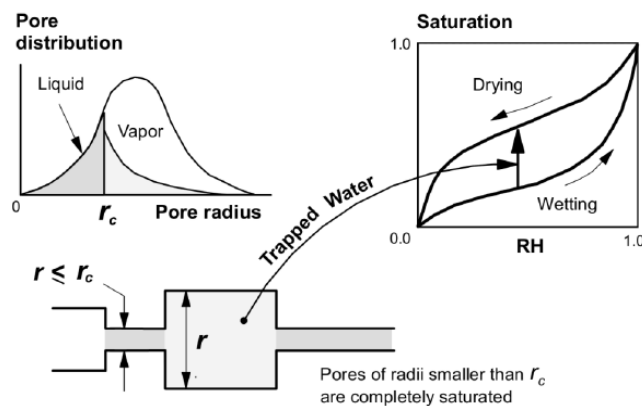


Figure I-17 : Effet bouteille d'encre dans un pore idéalisé (Ishida *et al.*, 1997)

Baroghel-Bouny (Baroghel-Bouny, 2007a), en réalisant plusieurs cycles de séchage-humidification à différents paliers d'humidité relative compris entre 3% d'humidité relative et 100% d'humidité relative observe la présence de l'hystérésis sur toute la gamme d'humidité relative. Dans la plage d'humidité relative comprise entre 33% d'humidité relative et 100% d'humidité relative, l'hystérésis obtenue est plus significative. L'auteur attribue cette étendue de l'hystérésis à la différence de mécanisme entre le processus de condensation et d'évaporation au niveau des pores à cause de leur forme ou de la possible présence de différentes formes à l'interface liquide-vapeur. En revanche, pour les humidités relatives inférieures à 33%, la modification de la microstructure à la suite du départ d'eau physiquement liée aux C-S-H serait à l'origine de l'hystérésis et associée à un endommagement.

Pour Espinoza et Franke (Espinoza et Franke, 2006), l'hystérésis n'est pas seulement due à l'effet capillaire entre la condensation et l'évaporation dans les pores. Ces auteurs associent également ce phénomène à une modification de la structure poreuse liée au mode de séchage (par étuvage à 105°C ou par lyophilisation) pour obtenir la masse sèche à la fin de la désorption ainsi qu'à l'influence du degré d'hydratation du ciment qui continue à évoluer au cours des essais.

1.3.2 Modes de transfert de l'humidité

1.3.2.1 Transfert diffusif de l'humidité

La diffusion est un processus dans lequel la matière est transportée d'une partie du système à une autre avec un flux proportionnel au gradient de concentration de cette matière sous l'effet de son agitation aléatoire à l'échelle moléculaire.

En milieu infini le processus est caractérisé par le coefficient de diffusion D défini par la première loi de Fick :

$$J_i = -D_i \frac{\partial c_i}{\partial x} \quad (I-16)$$

J_i (Kg/m².s) : flux du constituant i dans la direction x

c_i (kg/m³) : concentration du constituant i

Dans un pore, les particules peuvent entrer en collision avec les parois, cela perturbe le transport dans la direction du gradient de concentration (effet Knudsen). On obtient ainsi un coefficient de diffusion D_i^* plus petit que celui en milieu infini D_i ; le flux J_i^* s'écrit alors :

$$J_i^* = -D_i^* \frac{\partial c_i}{\partial x} \quad (I-17)$$

Dans un milieu poreux, le transport est décrit par le flux effectif $J_{e,i}$ représentant la quantité de constituants qui traverse le matériau par unité de temps et de surface du matériau dans la direction x . Le coefficient de diffusion effectif $D_{e,i}$ dépend de l'espèce diffusante, de la phase support des espèces en solution, de la structure poreuse du matériau, de la température et aussi de l'état de saturation :

$$J_{e,i} = -D_{e,i} \frac{\partial c_i}{\partial x} \quad (I-18)$$

La cinétique de pénétration d'une espèce par diffusion dans un matériau poreux non réactif est donnée par la deuxième loi de Fick. :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D_a \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (I-19)$$

D_a (m^2/s) : coefficient de diffusion apparent du matériau

Dans un milieu poreux, la relation donnant le flux d'une espèce ionique est donnée par la relation de Nernst-Planck qui est une variante de la loi de Fick (diffusion due à un champ de concentration) qu'elle généralise en présence d'un gradient de potentiel.

$$J_{e,i} = -D_{e,i} \left[\frac{\partial c_i}{\partial x} + \frac{z_i F}{RT} c_i \frac{\partial \varphi}{\partial x} \right] \quad (I-20)$$

z_i : valence de l'espèce mobile i

F : constante de Faraday (96485,3[C.mol⁻¹])

φ : potentiel électrique(V)

R : constante des gaz parfaits (8,3143 [J.mol⁻¹.K⁻¹])

T : température (K)

Les essais visant à déterminer le coefficient de diffusion au travers d'un milieu poreux sont assez répandus et diversifiés : les tests peuvent être basés sur des phénomènes de diffusion naturelle ou de migration (transfert accéléré par application d'un champ électrique) et suivre des espèces ioniques (chlorures, césium) ou moléculaires (eau tritiée, oxygène), en phase liquide comme gazeuse. Ces essais n'étant pas normalisés, les grandeurs mesurées peuvent varier (coefficient de diffusion effectif, coefficient de diffusion apparent, etc.) et ce manque de valeur intrinsèque rend difficile la comparaison de matériaux de natures différentes.

Plusieurs données de la littérature s'accordent à affirmer que la diffusivité d'un matériau cimentaire est diminuée par l'ajout d'additions minérales. Perlot (Perlot, 2005) met en évidence entre autre les résultats de Richet (Richet, 1992) qui mesure une variation d'un ordre de grandeur dans le coefficient de diffusion à l'eau tritiée entre des pâtes de ciment à base de CEM I et CEM V/A (Figure I-18). Il ressort également de ce graphique, l'augmentation du coefficient de diffusion avec le rapport E/C. Cette même évolution a été observée par (Carcasses, Julien et Schiettekatte, 2005) en Figure I-19 qui montre l'augmentation du coefficient de diffusion avec l'augmentation de la porosité à l'eau. Malgré des porosités à l'eau relativement plus élevées, les bétons à base de ciments composés ont des coefficients de diffusion plus faibles que les bétons à base de CEM I.

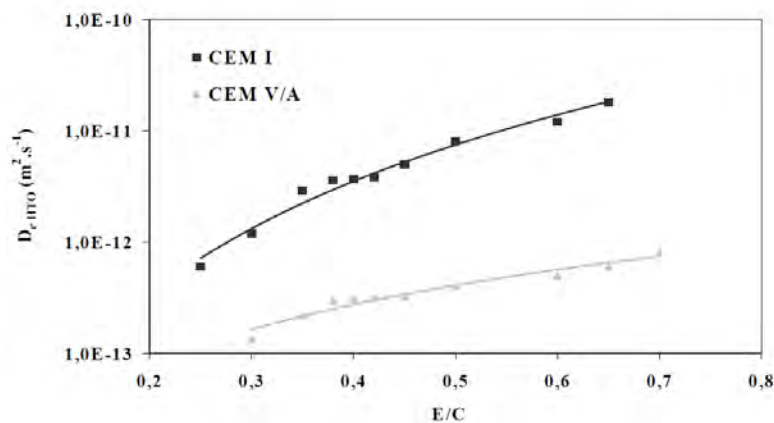


Figure I-18 :Variation du coefficient de diffusion en fonction du rapport E/C de deux pâtes de ciment à base de CEM I et CEM V/A (Richet, 1992)

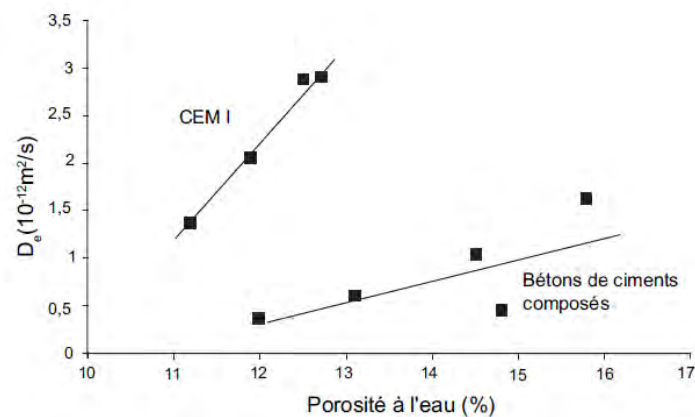


Figure I-19 : Variation du coefficient de diffusion effectif des bétons en fonction de leur porosité (Carcasses, Julien et Schiettekatte, 2005)

I.3.2.2 Transfert d'humidité par perméation

I.3.2.2.1 Notions sur la perméabilité

La perméabilité d'un matériau est définie comme son aptitude à se laisser traverser par un fluide sous l'effet d'un gradient de pression. Ainsi, son évolution dépend en grande partie de la porosité totale, la distribution de la taille des pores et surtout de la connectivité entre ces pores. La perméabilité est définie par la relation de Darcy qui exprime le débit volumique Q d'un fluide de viscosité μ qui traverse une épaisseur dx de matériau de section apparente A sous la différence de pression dP (Figure I-20) :

$$Q = \frac{k}{\mu} A \frac{dP}{dx} \quad (I-21)$$

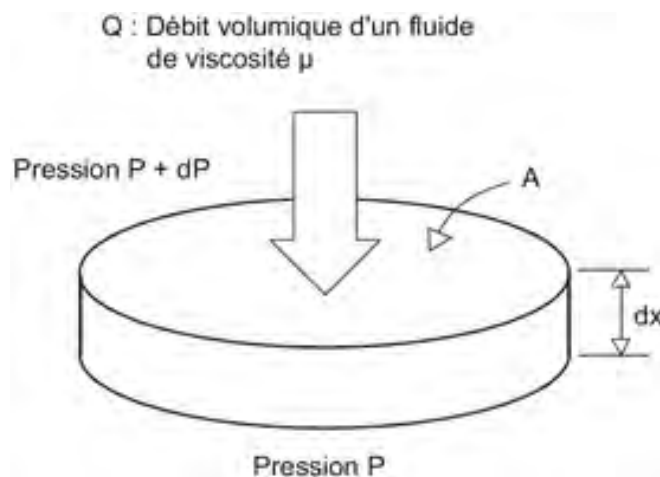


Figure I-20 : Schéma du principe de transport par perméation (Ollivier et Torrenti, 2008)

Cette relation suppose que le régime d'écoulement est laminaire dans les pores du matériau et que le fluide est inerte vis-à-vis du matériau. D'après la loi et les hypothèses de Darcy, la perméabilité est une propriété qui est intrinsèque au matériau, elle ne dépend donc pas du fluide injecté. Dans le cas des matériaux cimentaires, les interactions entre le fluide et la matrice ne sont pas négligeables si le fluide utilisé est réactif avec le ciment notamment.

Loosveldt *et al.* (Loosveldt, Lafhaj et Skoczylas, 2002) ont obtenu des résultats qui montrent que la perméabilité à l'eau était systématiquement plus faible (d'1 à 2 ordres de grandeur) que la perméabilité au gaz. Plus généralement, la différence entre les valeurs de perméabilité au gaz et à l'eau est expliquée en partie par la théorie du glissement de gaz ou effet Klinkenberg (Klinkenberg, 1941) développé dans la partie qui suit. L'eau fréquemment utilisée

dans les essais de perméabilité au fluide sur matériaux cimentaires n'est pas inerte et des phénomènes de lixiviation/précipitation peuvent avoir lieu. Nous verrons là aussi dans la suite du manuscrit que la différence d'écoulement et les interactions fluide-matrice ne sont pas les seuls paramètres expliquant les écarts.

I.3.2.2.2 Perméabilité au gaz

La perméabilité au gaz est obtenue après séchage préalable, soit en appliquant une charge constante (gradient de pression constant), soit une charge variable.

L'état hydrique du béton est primordial pour les mesures de perméabilité au gaz car, selon le taux de saturation du matériau, différentes tailles de pores sont accessibles et donc différents chemins de percolation. La perméabilité au gaz augmentera avec le séchage du matériau à la différence de la perméabilité au liquide qui augmentera lors de l'imbibition du fait de la connectivité du réseau poreux (Figure I-21). Le caractère intrinsèque de la perméabilité n'est donc pas avéré. La perméabilité à l'eau obtenue sur matériau saturé (accessibilité totale du réseau au fluide) devrait correspondre à celle obtenue au gaz sur matériau sec, si le phénomène était parfaitement intrinsèque. Les travaux de divers auteurs (Loosveldt, Lafhaj et Skoczylas, 2002 ; Ranaivomanana, 2010) montrent que ce n'est pas le cas. L'évolution du réseau poreux en séchage conduit inexorablement à des augmentations de perméabilité. Cela est mis en évidence tout au long du présent manuscrit.

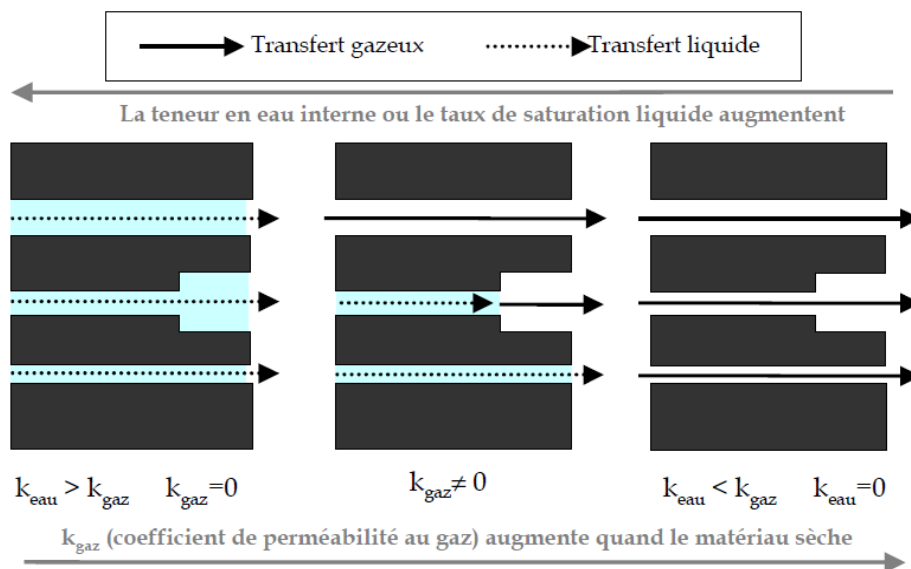


Figure I-21 : Représentation schématique de l'influence du taux de saturation sur les transferts gazeux et liquide (Verdier, 2001)

Les résultats de la Figure I-22 présentent les mesures de perméabilité au gaz par rapport à la porosité, pour des échantillons de mortier secs et partiellement saturés. Dans ce graphique, les auteurs (Lafhaj *et al.*, 2006) ont défini 3 plages de saturations : saturation totale (FS) lorsque la teneur en eau est supérieure à 85 % de l'échantillon totalement saturé, saturation partielle (PS) lorsqu'elle se situe entre 45 % et 55 % et sec (D) lorsque la saturation est inférieure à 10 %. Il ressort que la dépendance de la perméabilité à la porosité et à la teneur en eau est très importante. Par exemple, la perméabilité au gaz augmente progressivement de 7 E-18 à 16 E-18 m^2 lorsque la porosité passe de 8 % à 13,5 %. Pour une valeur donnée de la porosité ($p = 13,5\%$), la perméabilité au gaz augmente de 1 E-17 à 15 E-18 m^2 , lorsque la teneur en eau diminue d'un échantillon partiellement saturé à un échantillon sec. Même si la relation entre la perméabilité et la porosité semble être naturelle, les auteurs soulignent le fait que la perméabilité ne dépend pas seulement de cette porosité, mais aussi de la tortuosité, de la surface spécifique, de la distribution de la taille des pores et de la connectivité des pores.

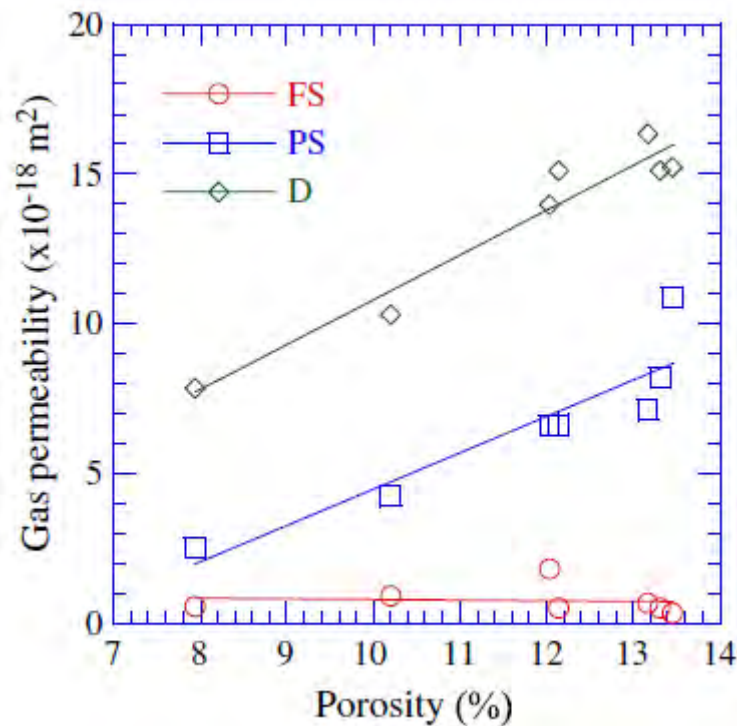


Figure I-22 : Variation de la perméabilité au gaz en fonction de la porosité pour des mortiers à différents états de saturation

La mesure de la perméabilité au gaz dépend du degré de saturation de l'échantillon mais aussi du gradient de pression appliqué, de la température et de la microstructure du matériau. Pour cette raison, la mesure de la perméabilité au gaz est généralement considérée comme apparente à une pression donnée, K_a (m^2) pouvant être déterminée à partir de la loi de Hagen Poiseuille en régime permanent qui rend compte de la compressibilité du gaz :

$$K_a = \frac{2\mu Q L P_2}{A(P_1^2 - P_2^2)} \quad (I-22)$$

A (m^2) : section de l'échantillon

μ (Pa.s) : viscosité dynamique du gaz à la température de l'essai

Q (m^3/s) : débit volumique du gaz à la pression P_2 (généralement $P_2 = Pa$)

L (m) : longueur de l'échantillon

P_1 et P_2 (Pa) : respectivement pression d'entrée et de sortie du gaz

En réalité dans un milieu poreux à porométrie étendue, l'écoulement n'est pas purement laminaire ou visqueux et une fraction de celui-ci est liée à des phénomènes de glissement aux parois tels que considérés par Klinkenberg et Knudsen. En effet, lorsqu'un gaz saturant un milieu poreux est à faible pression, le libre parcours moyen des molécules de gaz peut devenir du même ordre de grandeur voire dépasser la taille des pores. Il s'en suit alors un plus grand nombre de collisions moléculaires avec la surface de pore par rapport aux collisions entre les molécules de gaz. En conséquence, la condition aux limites d'adhérence du fluide sur la paroi du solide (modèle de Poiseuille décrivant l'écoulement d'un fluide dans un tube) n'est plus valable à l'échelle du pore et la loi de Darcy n'est donc plus vérifiée à l'échelle macroscopique. L'observation de Klinkenberg des effets de la pression sur les perméabilités au gaz a conduit à introduire un terme correctif tendant vers zéro quand la pression moyenne P_m tend vers l'infini (Figure I-23), et il a proposé une relation entre la perméabilité apparente K_a et la perméabilité intrinsèque K qui permet de visualiser la part de l'écoulement visqueux et celle de l'écoulement de glissement.

$$K_a = K \left(1 + \frac{\beta}{P_m} \right) \quad (I-23)$$

$P_m = \frac{P_1 + P_2}{2}$ et β : constante de Klinkenberg

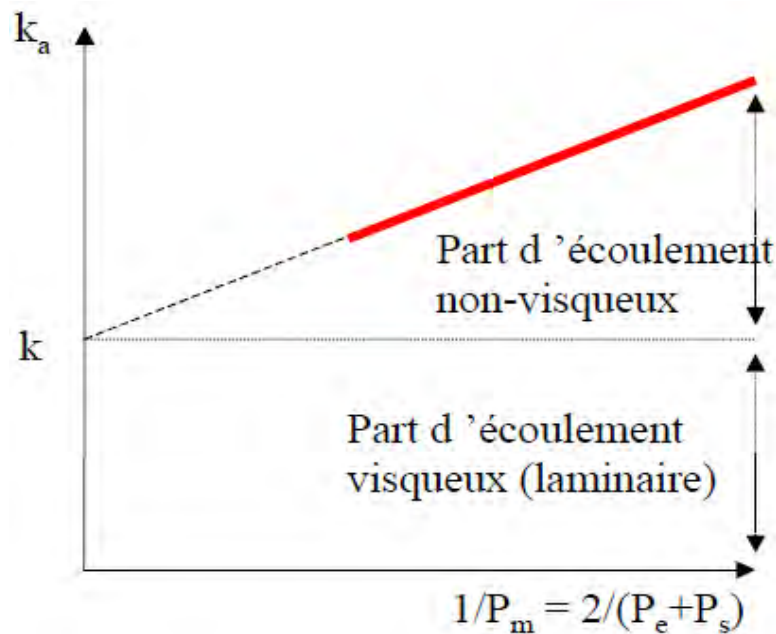


Figure I-23 : Représentation du concept de Klinkenberg (Verdier, 2001)

La perméabilité apparente dépend également fortement de l'état de fissuration, comme l'a montré Picandet (Picandet, 2001) qui établit une corrélation entre ces deux paramètres pour un endommagement diffus obtenu par sollicitation thermique.

I.3.2.2.3 Perméabilité au liquide

L'eau liquide est mise en mouvement sous l'effet d'un gradient de pression. Pour décrire ces mouvements en milieux saturés, on fait généralement appel à la loi de Darcy (I-21).

D'après Perlot (Perlot, 2005), la perméabilité à l'eau de matériaux cimentaires est diminuée de plus d'un ordre de grandeur par la simple présence d'additions minérales car elles développent une matrice de porosité plus fine comportant des chemins de percolation plus discontinus et tortueux. De façon plus générale ; la perméabilité au liquide dépend du type de liquide utilisé car les interactions avec la matrice cimentaire seront plus ou moins importantes. Pour le cas de l'eau par exemple, il peut y avoir l'hydratation du ciment n'ayant pas encore réagi modifiant de ce fait localement les équilibres chimiques. Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010) a trouvé deux ordres de grandeur entre la perméabilité mesurée à l'eau et celle mesurée à l'éthanol, conformément aux observations de Loosveldt *et al.* (Loosveldt, Lafhaj et Skoczylas, 2002). On peut penser aussi que le déséquilibre entre le fluide plus ou moins neutre et la matrice basique conduit à de la lixiviation d'espèces à l'amont

associée à une précipitation plus loin dans la profondeur du matériau, du fait des faibles vitesses d'écoulement.

Day et Konecny (Day et Konecny, 1988) démontrent que la perméabilité à l'eau est très sensible à la microstructure puisque sa valeur peut varier jusqu'à quatre ordres de grandeur entre le jeune âge (7 jours) et une cure prolongée (160 jours) (Figure I-24), pour des mortiers à base de ciment ordinaire ou contenant des cendres volantes et à divers E/L. Pour Hooton (Hooton, 1986), qui relève une diminution significative de la perméabilité à l'eau sur des pâtes contenant des cendres volantes et d'autres pâtes contenant des laitiers âgées de 91 et 182 jours, ce mode de transfert est plutôt fonction des pores de rayons compris entre 30 et 80 nm, mais c'est surtout la forte densité des CSH à faible rapport C/S, comme ceux présents dans les pâtes de ciments composés, qui empêcheraient le passage de l'eau. Enfin, Perlot (Perlot, 2005) avance que la perméabilité à l'eau de matériaux cimentaires est diminuée de plus d'un ordre de grandeur par la simple présence d'additions minérales car elles développent une matrice de porosité plus fine comportant des chemins de percolation plus discontinus et tortueux.

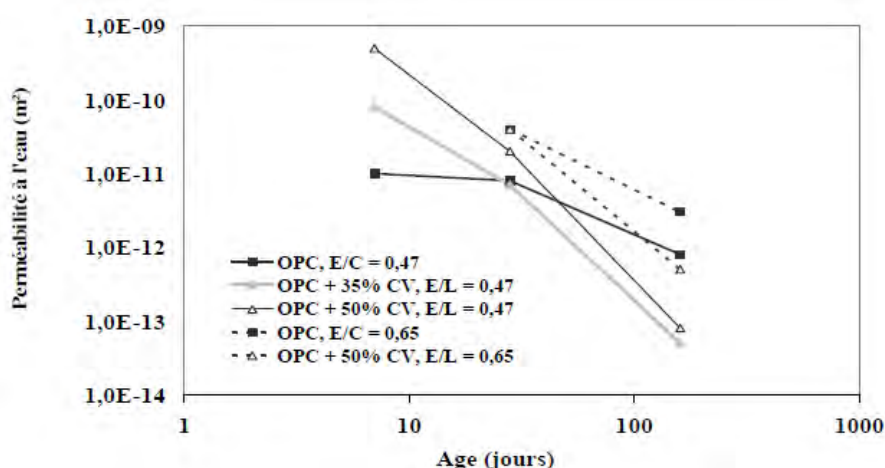


Figure I-24 : Evolution de la perméabilité à l'eau en fonction de l'âge pour des mortiers contenant des cendres volantes à différents E/L (Day et Konecny, 1988)

I.3.2.2.4 Perméabilité à la vapeur

La perméabilité à la vapeur désigne le rapport de la quantité de vapeur d'eau traversant un matériau par unité d'épaisseur, de temps et par unité de différence de pression de vapeur régnant de part et d'autre du matériau. Afin de caractériser ce paramètre, la méthode utilisée est celle dite de la coupelle, présentée sous la norme (NF EN ISO standard 12571). Cette

méthode consiste à imposer un gradient de pression unidimensionnelle en condition isotherme à un échantillon d'épaisseur e .

$$\delta = \frac{e \cdot \varphi_m}{\Delta P_v} \quad (I-24)$$

δ est la perméabilité à la vapeur d'eau (kg/m.s.pa), φ_m est la densité de flux massique (g/s.m²) définit par le rapport du flux massique ϕ_m (g/s) par la surface A (m²). ΔP_v est le gradient de la pression de vapeur entre les deux surfaces de l'échantillon (Pa).

Les mesures de perméabilité à la vapeur d'eau en coupelle sèche donnent des renseignements sur la performance du matériau en humidité faible quand le transfert d'humidité est dominé par la diffusion de vapeur. Les mesures de la perméabilité en coupelle humide fournissent quant à elles des indications sur la performance du matériau en conditions très humide ainsi que l'accessibilité de la phase gazeuse au réseau.

La perméabilité à la vapeur augmente avec l'humidité relative (Chamoin, 2013). Cette augmentation est généralement attribuée à l'apparition du transfert liquide. (Derome *et al.*, 2008) proposent pour des matériaux hystérétiques, une description de l'évolution de la perméabilité à la vapeur en fonction de la teneur en eau.

I.3.3 Modélisation des transferts hydriques en milieux poreux

I.3.3.1 Etat de l'art des modèles de transfert hydrique

La littérature fournit de nombreux modèles macroscopiques décrivant les transferts hydriques en milieux poreux. Ces modèles sont alimentés par des paramètres de transferts qui sont pour certains difficiles à évaluer expérimentalement. De ce fait, les modèles ont été développés afin de prédire les paramètres de transfert tels que les isothermes de sorption, les perméabilités relatives au liquide et au gaz et la diffusivité. La prédiction des isothermes de sorption peut aussi servir indirectement à la détermination de certains paramètres de transfert du fait de son lien étroit avec la microstructure. Dans ce paragraphe, nous identifions les principales contributions afin de choisir les approches les plus adaptées comme base de la modélisation qui sera réalisée dans ce travail.

Dans la littérature, la modélisation du transport de l'humidité dans les matériaux à base de ciment se concentre généralement sur le processus de séchage qui est la cause principale de la modification de la saturation. En effet l'évolution des pressions capillaires en séchage agit

sur les déformations différées du matériau (retrait, fluage), son endommagement... d'où l'intérêt de pouvoir prédire correctement le séchage. Dans le cadre d'un ouvrage réel, il faudra bien entendu considérer l'effet de cycles humidification séchage prédire son comportement. Lewis (Lewis, 1921) et Sherwood (Sherwood, 1929) sont à l'origine des premières contributions importantes à l'analyse du séchage en milieux poreux. Le séchage est ainsi décomposé en une première période à vitesse constante qui correspond à l'évaporation du liquide à la surface du solide. La seconde période à vitesse décroissante correspond au transfert essentiellement interne à travers les pores du solide poreux. Le mécanisme de transport de l'humidité est associé au seul transfert diffusif de la vapeur d'eau.

Bénet (Bénet, 1981) considère que la phase gazeuse est constituée d'air sec et de vapeur d'eau. Son modèle est basé sur une étude thermodynamique des processus irréversibles permettant d'analyser la source d'entropie. Il peut alors identifier les moteurs de chaque forme de transferts grâce à cette source. Le changement de phase de l'eau est pris en compte et la pression de gaz est constante. L'équilibre liquide-vapeur est modifié en fonction de la teneur en eau (occasionnant des effets capillaires plus ou moins importants) par la loi de Kelvin-Laplace.

Daïan (Daïan, 1987) décrit les processus fondamentaux de transfert isotherme en milieu poreux pour les phases gazeuse et liquide. Il prend en compte les contributions moléculaires dans les pores de diamètre inférieur au libre parcours moyen du gaz. La viscosité dynamique de l'eau évolue pour les pores de diamètre inférieur à 25 Å.

En se concentrant sur les matériaux cimentaires, on constate que la modélisation du séchage de ces matériaux poreux est souvent abordée en supposant que la pression gazeuse du mélange vapeur-air reste constamment égale à la pression atmosphérique (Bažant et Najjar, 1972 ; Leivo et Rantala, 2005 ; West et Holmes, 2005 ; Xi, Bažant et Jennings, 1994). Ces approches considèrent une équation simple de diffusion non linéaire utilisant un coefficient de diffusion hydrique appelé diffusivité hydrique (D).

Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Baroghel-Bouny, 2001 ; Mainguy, Coussy et Eymard, 1999) montrent la difficulté d'évaluer l'importance de chaque phénomène de transfert à partir de la seule diffusivité hydrique et développent ainsi un modèle multiphasique prenant en compte les variations de pression gazeuse en fonction des mouvements de la phase gazeuse et de l'eau liquide. La phase gazeuse est constituée d'un mélange à deux constituants qui sont l'air

sec et la vapeur d'eau dont la pression totale varie. Le mouvement des constituants gazeux est régi par la diffusion et la perméation. Les auteurs utilisent la même perméabilité intrinsèque pour le transport darcéen du gaz et de l'eau liquide. Cependant, même pour cette approche plus complète, il est nécessaire pour la modélisation d'ajuster ce paramètre de transfert important qui est la perméabilité intrinsèque par analyse inverse des cinétiques de séchage expérimentales. De plus, ces cinétiques se retrouvent généralement avec des valeurs très faibles de perméabilité intrinsèque par rapport à celles qui sont obtenues expérimentalement (2 à 3 ordres de grandeur).

Il est donc essentiel d'évaluer correctement les paramètres de transfert spécifiques des matériaux étudiés afin de prévoir correctement les transferts d'humidité dans les matériaux cimentaires.

De nombreuses contributions ont été apportées à la modélisation des paramètres de transfert. Sur la base des recherches de Mualem (Mualem, 1976), Van Genuchten (Van Genuchten, 1980) a proposé pour les sols une relation analytique dérivée des isothermes de désorption pour prédire la perméabilité relative des liquides et des gaz. De nombreux autres auteurs ont développé des modèles pour prédire la perméabilité des liquides et des gaz à partir de modèles de réseaux poreux (Breyse et Gerard, 1997 ; Aït-Mokhtar *et al.*, 2002 ; Dullien, 1975 ; Ye, Lura et van Breugel, 2006 ; Monlouis-Bonnaire, Verdier et Perrin, 2004 ; Amiri, Aït-Mokhtar et Sarhani, 2005).

Carmeliet *et al.* (Carmeliet, Descamps et Houvenaghel, 1999) suggèrent un modèle probabiliste 2D d'un réseau poreux multi-échelle. Leur modèle est capable de reproduire l'hystérésis, il a été développé pour les matériaux d'une répartition de taille de pores bimodale. La première étant choisie avec un rayon équivalent supérieur ou égal à 1000 nm et la seconde avec un rayon équivalent compris entre 1nm et 1000 nm, ce qui est suffisant pour décrire les matériaux cimentaires. La version 3D du modèle de réseau poreux est également largement utilisée. Elle consiste en deux entités : les sites (cavités sphériques) interconnectés par des liaisons (pores cylindriques).

Yiotis *et al.* (Yiotis *et al.*, 2005) présentent les résultats d'un modèle de réseaux poreux 2D pour le séchage isotherme en milieux poreux qui tient compte des différents processus à l'échelle du pore. Ceux-ci comprennent le transfert de masse par advection et diffusion dans

la phase gazeuse, l'écoulement visqueux dans la phase liquide et gazeuse et les effets capillaires à l'interface gaz-liquide.

Merakeb *et al.* (Merakeb, Dubois et Petit, 2009) proposent un modèle analytique d'adsorption/désorption, dans un matériau hygroscopique, qui dérive d'une étude thermodynamique de l'équilibre de phase de l'eau libre avec sa pression de vapeur saturante. Le modèle présente les aspects liés aux hystérésis et aux phénomènes cycliques de variation aléatoire de l'humidité de l'air ambiant. Les isothermes de sorption traduisent l'équilibre de phase de l'eau liée au matériau avec la pression de vapeur de l'environnement. Ce modèle permet de calculer l'équilibre pour des variations totales ou partielles de l'humidité relative, et ce, dans des conditions de température variable.

De nombreux auteurs utilisent la dynamique moléculaire afin de prédire les phénomènes de transfert à l'échelle du pore de l'ordre du nanomètre (Rovere *et al.*, 1998 ; Sedghi, Piri et Goual, 2014 ; Yamashita et Daiguji, 2015 ; Yang, Yang et Liu, 2015). Dans une simulation numérique par dynamique moléculaire, l'étude des propriétés thermodynamiques, structurales et de transport se fait à travers l'histoire d'un échantillon de N particules représentatif du système macroscopique réel. On fait ainsi l'hypothèse que les différentes configurations du système peuvent être générées par intégration des équations de mécanique classique de Newton :

$$F_i = m_i \times a_i \quad (I-25)$$

m_i = masse de l'atome ; a_i =accélération de l'atome i ; F_i = force agissante sur l'atome i

Le résultat de cette intégration donne les trajectoires et les vitesses des atomes au cours du temps. En dynamique moléculaire, le paramètre essentiel est le potentiel qui spécifie l'interaction entre particules. Le mouvement d'un atome dans un solide est gouverné par les forces dues aux atomes voisins. La force (F) qui s'exerce sur un atome i de coordonnées $r(i)$ au temps t est déterminée par dérivation de la fonction d'énergie potentielle (E).

$$\vec{F}_i = - \frac{d\vec{E}(r_i, \dots, r_n)}{dr_i(t)} \quad (I-26)$$

L'objectif n'est pas de prédire de façon exacte la trajectoire d'un atome particulier (la nature chaotique du mouvement à N-corps rend impossible cette prédiction), mais bien de prédire un comportement d'ensemble, avec comme critère principal de convergence et la conservation de l'énergie.

Pour décrire la contribution de la diffusion de vapeur dans le transport de l'humidité des matériaux insaturés, un facteur de réduction à la diffusion de vapeur d'eau noté R_d est généralement considéré comme une fonction de saturation (Akcasu, 1981 ; Park et Crank, 1968) pour corriger le flux de vapeur dans le matériau en fonction de sa saturation. Millington (Millington, 1959) a proposé pour des matériaux granulaires une équation qui prend en compte, outre la saturation, la microstructure du matériau. Philippi et Souza (Philippi et Souza, 1995) ont mis au point un modèle géométrique à trois échelles de rétention d'humidité et de transfert isotherme dans un mortier de ciment et de chaux. Ishida *et al.* (Ishida, Maekawa et Kishi, 2007) généralisent un modèle de transport de l'humidité et un modèle d'équilibre de l'humidité en tenant compte des phénomènes d'hystérésis des pores à l'échelle nanométrique et micrométrique. De Burgh *et al.* (De Burgh, Foster et Valipour, 2016) ont proposé un modèle physique des isothermes de sorption de la vapeur d'eau basé sur des principes thermodynamiques établis, appliqués à une microstructure prévue. Ce modèle est construit sur une forme moderne du modèle d'hydratation de Powers et Brownyard (Hansen, 1986).

(Gallé et Daian, 2000 ; Xu, Daian et Quenard, 1997a, 1997b) développent le modèle XDQ pour la caractérisation des matériaux poreux par porosimétrie mercure. Ce modèle basé sur la théorie de la percolation est fondé sur une structure d'espace poreux dans laquelle les pores sont des troncs cylindriques distribués aléatoirement sur des grilles à mailles cubiques. Le réseau modèle qui sert à la reconstitution du milieu poreux n'est pas un réseau cubique simple, mais un réseau multi-échelle obtenu par la superposition de plusieurs réseaux cubiques élémentaires dont les mailles respectives varient selon la distribution des tailles de pores caractérisant le matériau étudié.

Ranaivomanana *et al.* (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013) développent un modèle de réseau poreux pour prédire les phénomènes d'hystérésis dans les isothermes de sorption de vapeur d'eau et ont proposé de nouvelles méthodes pour calculer les paramètres de transport en fonction de considérations physiques et statistiques.

I.3.3.2 Récapitulatif

Nous avons présenté dans cette partie différents modèles permettant de prédire les propriétés de transfert hydrique. L'approche que nous choisissons pour la modélisation du transfert hydrique est celle de Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Baroghel-Bouny, 2001 ; Mainguy, Coussy et Eymard, 1999). Cette approche synthétise au mieux les différentes contributions apportées dans la littérature. Même s'il existe des simplifications (notamment la simple équation de diffusivité hydrique où les pressions gazeuses sont considérées constantes), dans notre étude visant à simuler les cinétiques de rééquilibrage entre deux milieux, l'utilisation du modèle complet serait plus intéressante pour prendre en compte différents types de processus et notamment les surpressions gazeuses pouvant intervenir dans diverses situations. Les paramètres clés nécessaires à la modélisation des transferts hydriques via ce modèle correspondent à ceux qui seront identifiés dans la section IV.2 présentant les équations constitutives du modèle. Il s'agit notamment de la porosité ϕ , du degré de saturation en eau liquide S_l , des perméabilités relatives au liquide k_{rl} et au gaz k_{rg} et du coefficient de diffusion D des composants gazeux propres au matériau étudié. L'acquisition de ces paramètres constitue l'objectif principal de la campagne expérimentale de cette thèse présentée dans la section II.3.

Ces approches macroscopiques présentent cependant des limites pour la description de l'hystérésis, c'est pourquoi un travail à l'échelle du réseau poreux devient nécessaire pour mieux comprendre la physique des phénomènes. De nombreuses approches permettant de prédire les paramètres de transfert seront utilisées dans ce travail afin de mettre en évidence leur pertinence dans le cas des matériaux cimentaires. De ce fait, la validation de ces aspects prédictifs des propriétés de transfert se fera à partir de mesures expérimentales permettant notamment le suivi de l'évolution spatiale de la teneur en eau pour des matériaux cimentaires. Les hypothèses de base ainsi que les équations constitutives des approches retenues pour la modélisation des transferts dans le cadre de cette étude seront détaillées dans la section IV.2.

I.4 Méthodes de mesure non destructives pour le suivi de la teneur en eau

L'eau est le principal facteur qui entre en jeu dans les phénomènes de transfert en milieux cimentaire. La détermination de la quantité d'eau et son suivi au sein des matériaux cimentaires constitue donc un aspect primordial de notre étude. La teneur en eau est traditionnellement évaluée à l'aide de procédures qui nécessitent des pesées successives d'un échantillon dans le temps. Cette procédure permet de mesurer la teneur en eau globale, mais sa répartition au sein du matériau reste inconnue. Ainsi, de nombreux auteurs ont développé des techniques non destructives (CND) qui permettent d'observer la répartition spatiale de l'eau dans l'échantillon. Nous allons dans cette partie décrire la méthodologie de certaines de ces techniques identifiées dans la littérature afin de procéder au choix des techniques qui seront utilisées dans le cadre de ce travail.

I.4.1 Thermographie Infrarouge

La thermographie infrarouge est une méthode sans contact, de sorte qu'elle peut intéresser un utilisateur qui a besoin de connaître la teneur en eau d'un matériau sans possibilité d'accès à celui-ci. Les appareils de mesure infrarouge enregistrent la luminance spectrale de la surface de l'objet observé. Grâce à la connaissance de l'émissivité du matériau, et en se basant sur les lois physiques du rayonnement, il est possible d'estimer la température de surface de l'objet observé. La radiation thermique enregistrée par le système est fortement dépendante de la teneur en eau surfacique. Le dispositif de mesure se compose essentiellement d'une caméra infrarouge qui permet de visionner les rayonnements émis par la surface sous auscultation, et optionnellement d'un ordinateur pour l'enregistrement et le post-traitement des thermogrammes. En enregistrant des images de la scène thermique à différents instants pour un même matériau étant dans les mêmes conditions, les variations observées traduisent des variations de teneur en eau surfacique.

(Bianchi Janetti *et al.*, 2017) ont proposé une méthode pour la détermination expérimentale de la courbe de rétention d'eau par thermographie infrarouge et analyse gravimétrique. (Barreira *et al.*, 2016) mettent en exergue le potentiel de la thermographie infrarouge pour évaluer les phénomènes liés à l'humidité dans les bâtiments.

La thermographie infrarouge est généralement employée de deux manières distinctes (Mindeguia *et al.*, 2012) :

- Une première forme dite « active » où la surface de l'objet observé est artificiellement sollicitée par une source extérieure contrôlée de chauffage (lampes, flash...) ou par une source interne (induction, vibrations mécaniques...).
- Une seconde forme dite « passive » où l'on observe les températures en surface de l'objet en l'absence de source artificielle de chauffage.

Il faut noter cependant que la mesure de thermographie infrarouge est très sensible à de nombreux paramètres dont les conditions environnementales, la distance entre la surface de l'objet et la caméra et aussi l'émissivité du matériau. Afin d'augmenter le pouvoir émissif des matériaux, on peut recouvrir leur surface d'une couche de peinture noire à haute émissivité. On s'affranchit ainsi de la plus grande partie des effets de réflexion (Larget, 2011). Un second inconvénient de la technique reste le positionnement des mesures. Il est nécessaire de disposer des marqueurs thermiques sur la zone d'auscultation et d'avoir un protocole de mesure rigoureux. Le principal inconvénient de cette technique est qu'elle fournit des mesures de surface, le rayonnement ne pénétrant que très peu. Cela est rédhibitoire s'il existe des gradients importants de teneur en eau dans le matériau notamment dans les ouvrages massifs. Cette technique surfacique est donc écartée car elle ne permet pas d'avoir une information complète sur la répartition spatiale de la teneur en en dans les bétons.

I.4.2 Gammadensimétrie

La gammadensimétrie est une technique radiométrique permettant de déterminer expérimentalement l'évolution de la teneur en eau sur des éprouvettes en béton ayant subi un séchage (Baroghel-Bouny, 1994). Cette technique permet de déterminer la masse volumique locale d'un matériau à partir de l'atténuation par la matière de photons gamma émis par une source radioactive après traversée d'une épaisseur x de matériau (Figure I-25).

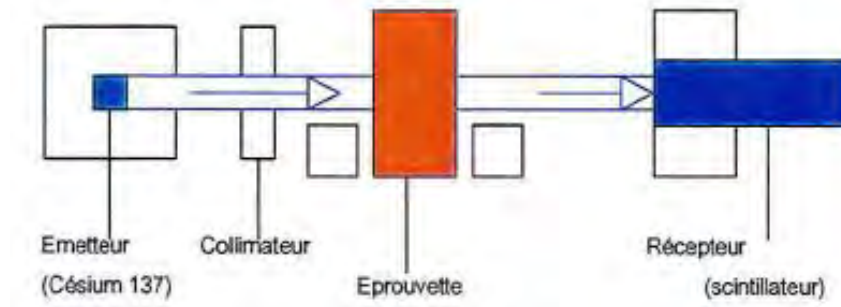


Figure I-25 : Schéma de principe de la gammadensimétrie (Khelidj *et al.*, 2000)

Le nombre N_0 de photons incidents et le nombre N de photons recueillis sont reliés par la relation :

$$N = N_0 \exp(-z \cdot \mu' \cdot \rho \cdot x) \quad (I-27)$$

z : coefficient de correction défini par la géométrie de l'appareil

μ' : coefficient d'absorption massique du matériau ($\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)

x : épaisseur du matériau (cm)

ρ : masse volumique du matériau ($\text{g} \cdot \text{cm}^3$)

Nous pouvons donc obtenir la masse volumique par la relation suivante :

$$\rho = \frac{-1}{z \cdot \mu' \cdot x} \cdot \ln\left(\frac{N}{N_0}\right) \quad (I-28)$$

Au même point de mesure, après deux essais successifs, la variation de masse volumique est reliée à la variation de teneur en eau massique de l'échantillon de matériau (en faisant l'hypothèse que le squelette ne bouge pas) par la relation suivante :

$$w(t_0) - w(t) = [\rho(t_0) - \rho(t)] \times \frac{\text{volume}}{\text{masse sèche}} \quad (I-29)$$

L'instant initial (t_0) correspond au moment où les deux échantillons sont mis en contact.

(Khelidj *et al.*, 2000) mesure par gammadensimétrie la perte de masse en fonction de la profondeur d'une éprouvette de béton ordinaire. Le séchage est fait sur une seule face dans une enceinte à 20°C et 54% d'humidité relative. On observe ainsi en Figure I-26 un séchage progressif de l'éprouvette par la face soumise à évaporation, principalement sur les deux premiers centimètres pendant les 100 premiers jours. Ensuite, le séchage se poursuit plus profondément au cœur de l'éprouvette.

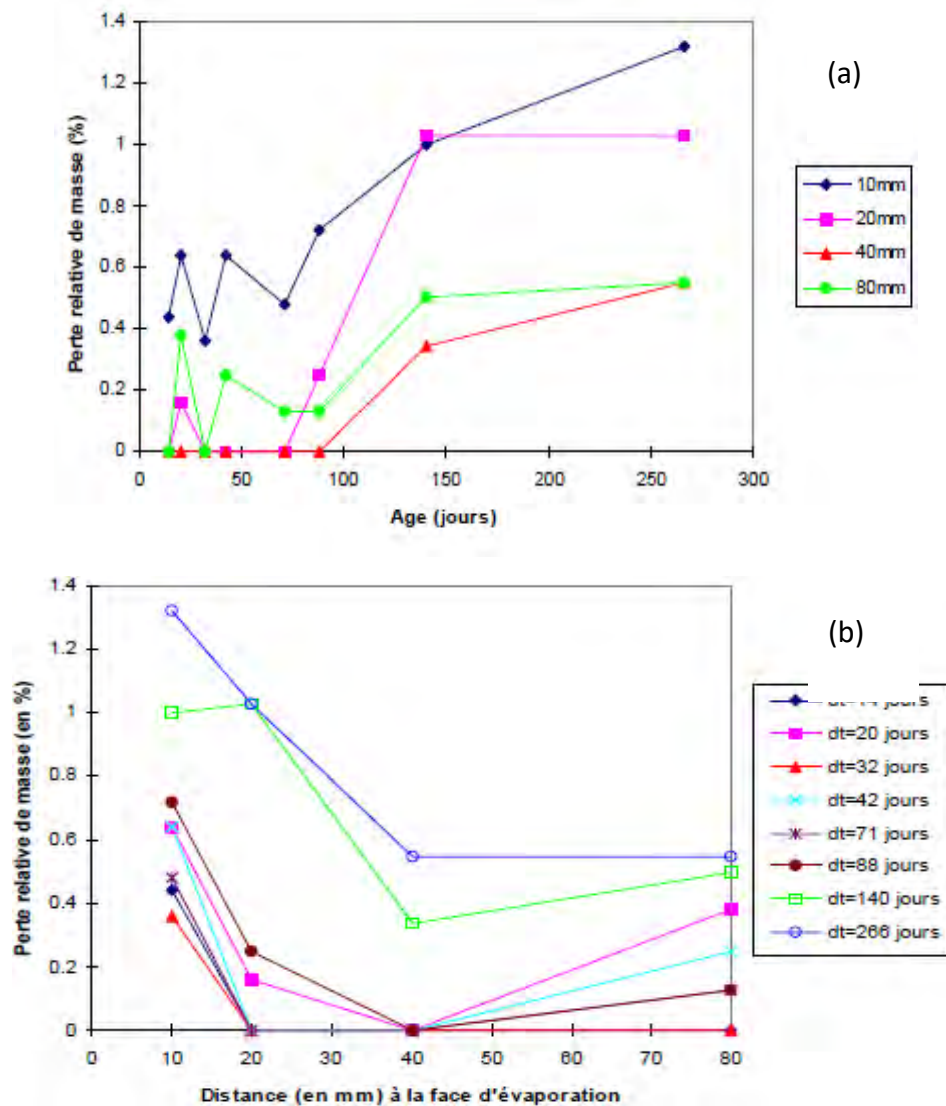


Figure I-26: Perte de masse mesurée par gammadensimétrie au cours du séchage d'une éprouvette de béton ordinaire à $E/C=0,58$ par une face en fonction du temps (a) et de la profondeur (b)

Plus récemment, Villain et Thiery (Villain et Thiery, 2006), mettent en place dans leurs travaux un échantillon cylindrique verticalement déplacé par un robot à travers le faisceau de rayon gamma afin d'être ausculté à différentes hauteurs (Figure I-27). Pour une mesure à une hauteur donnée, l'échantillon est placé dans le centre d'une plaque en rotation autour de son axe. La mesure correspond alors à la densité moyenne d'une tranche de béton dont la hauteur est égale au diamètre du faisceau. Les variations de masse volumique observées entre les différentes auscultations permettent de mettre en évidence l'évolution du profil hydrique en fonction de la distance des faces exposées au séchage. La Figure I-28 illustre la différence entre la densité mesurée initialement et celle après 1 mois de séchage à 45°C . Même si la différence maximale est observée dans la zone proche de la surface exposée au séchage, où la perte

d'eau est plus importante, on remarque une évolution assez constante du profil sur toute l'épaisseur de l'échantillon.

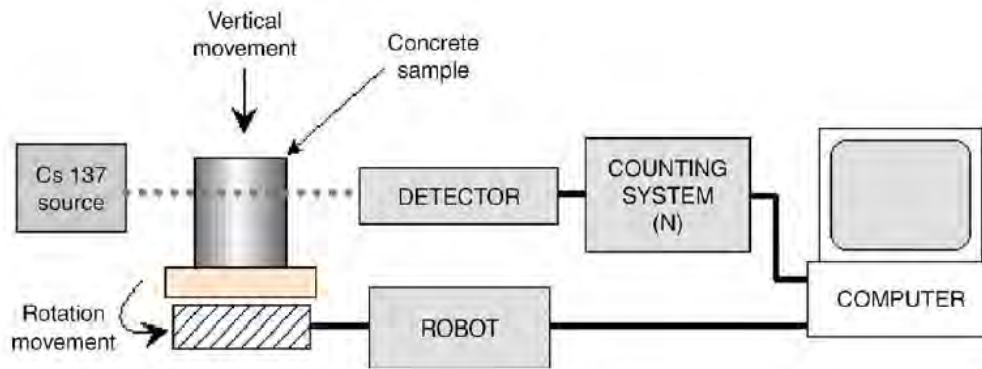


Figure I-27 : Schéma de principe de la gammadensimétrie adopté par Villain et Thiery (Villain et Thiery, 2006)

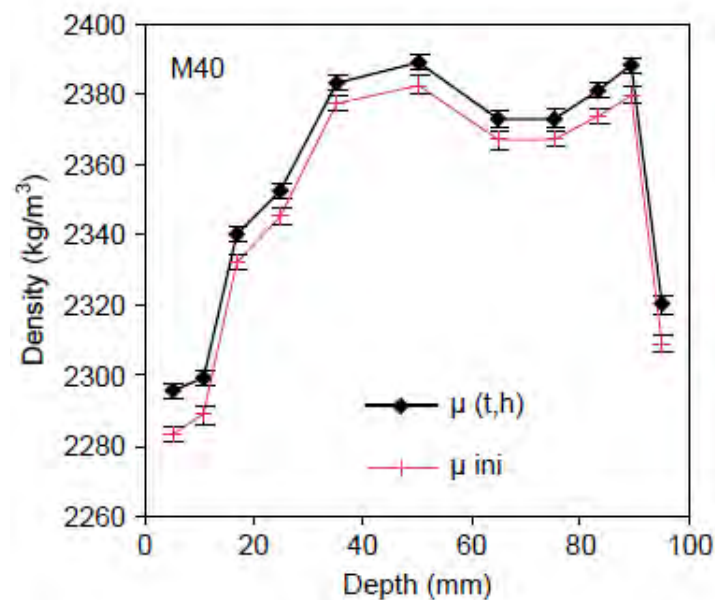


Figure I-28 : Evolution des mesures de densité après un mois de séchage à 45°C sur béton à E/C=0,62 (Villain et Thiery, 2006)

La méthode des rayons gamma, présente toutefois des limitations qui sont imposées par plusieurs exigences : l'accessibilité des deux côtés de l'échantillon, la nécessité de temps d'exposition longs et les précautions de sécurité nécessaires pour protéger les opérateurs de la radioactivité (Janz, 1997). De plus, en fonction de la position des grains des matériaux testés, les mesures sont sujettes à des dispersions trop importantes d'un échantillon à l'autre. Pour toutes ces raisons, nous écartons l'utilisation de cette technique dans notre étude.

I.4.3 Technologie radar

Le RADAR (Radio Detecting And Ranging) est une application de l'électromagnétisme. Il permet d'émettre une impulsion électromagnétique qui va se propager en s'atténuant plus ou moins dans le milieu ausculté. Les interfaces présentant un contraste de propriétés électromagnétiques réfléchissent une partie de l'énergie émise par la source. Ces réflexions sont ensuite enregistrées par le récepteur pendant un intervalle de temps et constituent ainsi un radargramme montrant l'amplitude du signal (Balayssac *et al.*, 2007), (Laurens *et al.*, 2005). Le système émet de l'énergie électromagnétique qui se propage dans l'échantillon et se réfléchit sur une interface présentant un contraste de propriétés (Figure I-29). L'analyse du signal enregistré (vitesse et atténuation) va ainsi varier jusqu'à atteindre des valeurs constantes. Dans ses travaux, Laurens *et al.* (Laurens *et al.*, 2005) met en avant les effets de la teneur en eau sur les vitesses de propagation et l'atténuation des ondes radar. En effet, lorsque la teneur en eau augmente, la vitesse diminue et le signal devient plus atténué (Figure I-30). Plus le béton est sec, plus les vitesses des ondes électromagnétiques sont importantes et plus le risque d'interaction des ondes émises avec les ondes réfléchies est important. La limite de cette technique d'après les informations que nous avons pu tirer de la littérature est qu'elle est plus adaptée aux évolutions globales de teneur en eau, les profils au sein des matériaux étant plus difficilement accessible. Cette méthode n'est donc pas adaptée à notre étude.

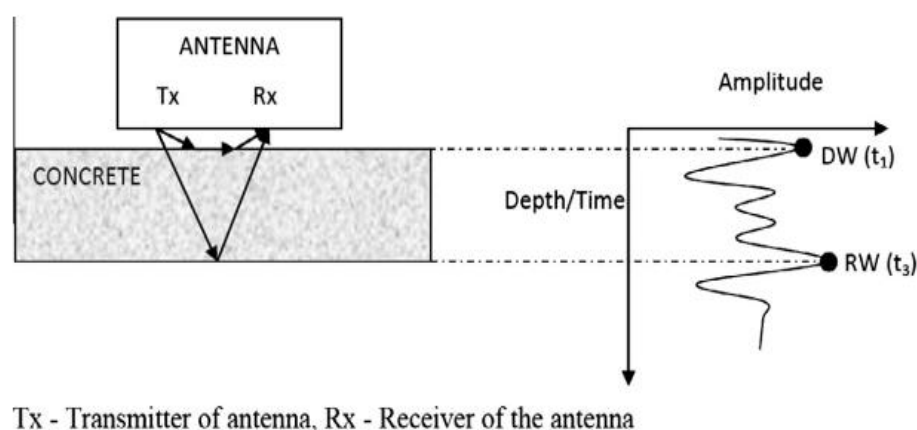


Figure I-29 : Schéma de principe d'une mesure Radar et radargramme associé [Laurens *et al.* 2005]

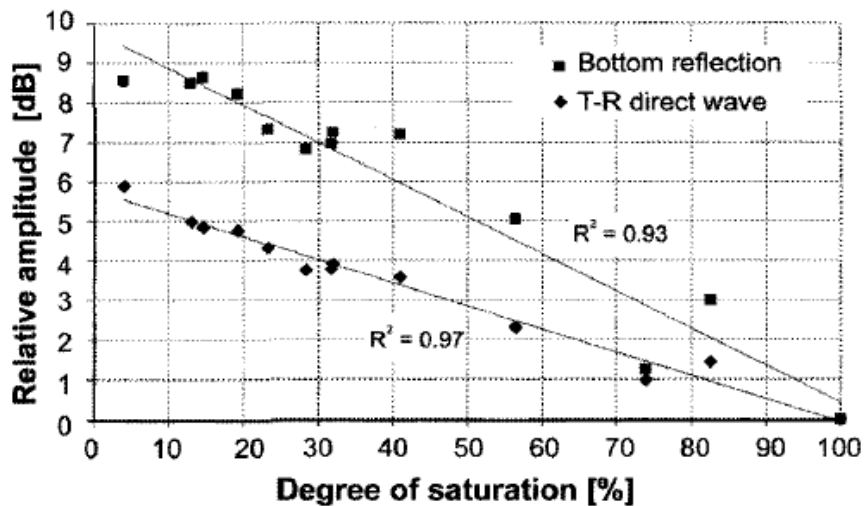


Figure I-30 : Influence du degré de saturation sur l'amplitude du signal (Laurens *et al.*, 2005)

I.4.4 Sondes thermo-hygrométriques (THR)

De nombreux auteurs ont utilisés des sondes thermo-hygrométriques (THR) afin d'évaluer l'évolution de la teneur en eau dans les matériaux cimentaires (Abraham et Métais, 2015 ; Balayssac *et al.*, 2015 ; Khelidj *et al.*, 2002). Ces sondes sont généralement placées dans des réservations placées au moment du coulage des corps d'épreuves suivant l'épaisseur. Elles fournissent ainsi la température et l'humidité relative qui sont imposées par le béton dans les cavités durant les cycles de séchage et/ou humidification. Après étalonnage des sondes, Khelidj *et al.* (Khelidj *et al.*, 2002) obtiennent des évolutions d'humidité relative à différentes profondeurs dans une dalle soumise à un séchage.

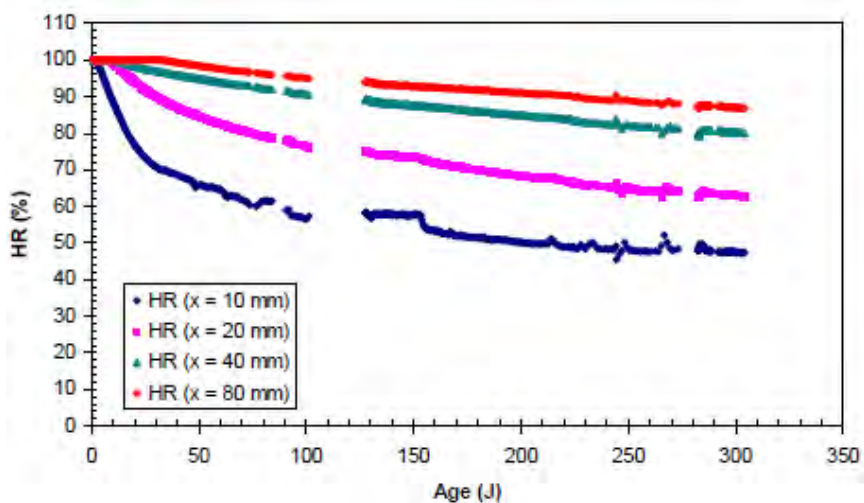


Figure I-31 : Evolution de l'humidité relative à différentes profondeurs lors du séchage d'une dalle en béton (Khelidj *et al.*, 2002)

L'évolution de saturation pourra être évaluée à partir de l'isotherme de désorption du matériau testé. L'utilisation des sondes THR, lorsqu'elles sont insérées dans des réservations, semble intéressante pour l'évaluation des profils de teneur en eau des milieux cimentaires. C'est pourquoi nous retenons cette technique que nous allons tenter d'adapter en noyant directement les sondes dans les corps d'épreuves (cf.II.4.3).

I.4.5 Résistivité électrique

I.4.5.1 Définition et principe de la méthode

La résistivité électrique est la caractéristique spécifique d'un matériau à s'opposer à la conduction du courant électrique. La résistivité s'exprime en Ohm.mètre ($\Omega.m$) dans les unités du système international, mais on trouve également dans la littérature des valeurs en $\Omega.cm$ ou $k\Omega.cm$ (Whiting *et al.*, 2003).

En fonction de la composition et des conditions environnantes, Polder *et al.* (Polder *et al.*, 2000) montrent que la gamme de résistivité du béton est très large (Tableau I-3).

Tableau I-3 : Gamme de résistivité électrique de différents bétons (Polder *et al.*, 2000)

Environnement	Résistivité électrique(*) [$\Omega.m$]	
	Ciment Portland Ordinaire (CEM I)	Ciment contenant le laitier de haut fourneau (>65%) ou cendre volante (>25%) ou fumée de silice (>5%)
Très humide, submergé, salle d'arrosage	50 – 200	300 – 1000
A l'extérieur, conditions naturelles	100 – 400	500 – 2000
A l'extérieur, protégé contre la carbonatation [20°C/80%RH]	200 – 500	1000 – 4000
Carbonaté	≥ 1000	2000 – 6000 et plus
A l'intérieur [20°C/50%RH]	≥ 3000	4000 – 10000 et plus
(*) : Mesure sur les structures existantes (âgées de plus de 10 ans)		

Il est important dans le cadre de ce travail de souligner la notion de résistivité apparente. Selon Loke (Loke, 1999), la valeur de résistivité calculée à partir de mesure effectuées en surface d'un milieu hétérogène n'est pas la résistivité réelle de ce milieu, mais une valeur apparente qui est la résistivité d'une masse homogène qui donnera la même valeur de résistance pour la même disposition d'électrodes. La résistivité apparente dépend donc des caractéristiques de chaque élément présent dans la zone d'étude, de la dimension et de la géométrie du dispositif de mesure. La relation entre la résistivité apparente et la résistivité vraie est une relation complexe. Pour déterminer la résistivité réelle du milieu hétérogène, une inversion des valeurs de résistivité apparente mesurées à l'aide d'un programme informatique doit être effectuée. Dans le cas d'un matériau homogène, la résistivité apparente est égale à la résistivité intrinsèque (Naar, 2006). Dans la suite de notre étude, nous utilisons le terme résistivité mais en réalité il s'agit bien de résistivité apparente.

La technique la plus courante de mesure *in situ* de résistivité du béton est une technique à 4 pointes en configuration Wenner, issue des techniques de prospection géophysique. Les quatre électrodes sont espacées de la même distance « a ». Un courant alternatif I est injecté entre les deux électrodes externes, générant ainsi un champ de potentiel électrique mesuré entre les électrodes intérieures (Figure I-32). La valeur de la résistivité est donnée par la formule suivante :

$$\rho = 2\pi a \frac{\Delta V}{I} \quad (I-30)$$

ρ : résistivité (Ohm.m)

I: intensité (A)

ΔV : différence de potentiel (V)

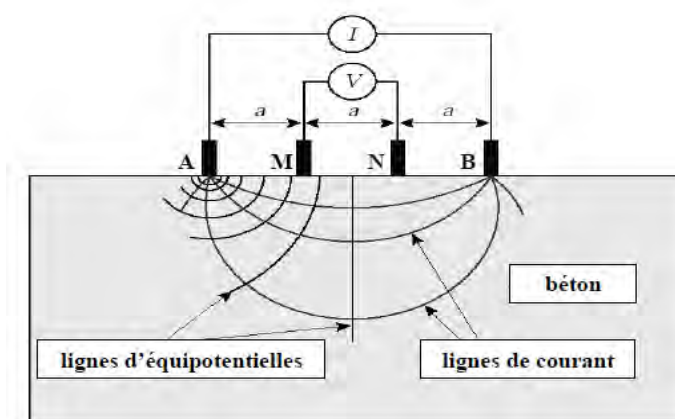


Figure I-32 : Dispositif Wenner pour la mesure de résistivité du béton [Broomfield *et al.*, 2002]

Du Plooy *et al.*, (Du Plooy *et al.*, 2013) ont développé un dispositif de mesure par transparence composé d'une cellule multi-anneaux de résistivité électrique (Figure I-33).

Cette cellule dotée de cinq électrodes uniformément écartées, utilise l'application directe de la loi d'Ohm due à la simple géométrie de l'échantillon. Selon la loi d'Ohm, la résistivité électrique de l'échantillon est directement proportionnelle à la surface de section transversale A et inversement proportionnelle à la longueur L .

$$\rho = G \frac{\Delta V}{I} = GR = \frac{A}{L} \times R \quad (I-31)$$

G : facteur géométrique dépendant du dispositif retenu (m)

A : section transversale (m^2)

L : longueur (m)

R : résistance (Ohm)

Cette équation est valable pour le cas d'échantillon homogène et isotrope. Pour les matériaux cimentaires hétérogènes, on obtient plutôt une résistivité apparente. Le facteur d'analyse géométrique n'est pas valable pour les électrodes de plaque plus petites que la section transversale de l'échantillon à moins que la hauteur soit beaucoup plus grande que le diamètre. Pour s'affranchir de ces aspects, les facteurs géométriques pour chaque plaque et anneau d'électrode peuvent être déterminés par modélisation numérique. Ce dispositif doté de cinq électrodes permet de mesurer la résistivité entre deux électrodes quelconques. Cette méthode permet ainsi d'obtenir des profils de teneur en eau à partir de gradients de résistivité. Elle est fortement conditionnée par la quantité et la continuité de la phase liquide dans le béton. La limite de cette méthode est justement associée à cette continuité de la phase liquide qui n'est plus vérifiée à des états de faible saturation. Même si dans certaines expériences de laboratoire, ces états sont atteints, dans la réalité, les ouvrages de génie civil les atteignent rarement. C'est pour cela que nous retenons cette méthode parmi celle qui seront utilisées dans ce travail. Dans les paragraphes suivants, nous présentons plus en détail les aspects théoriques et facteurs influençant la résistivité.

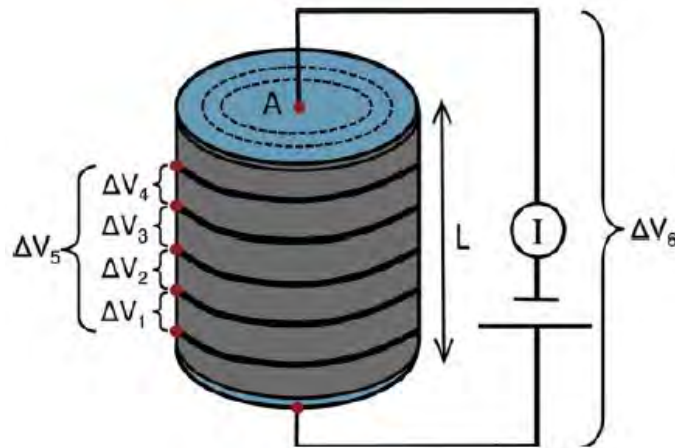


Figure I-33 : Position des différentes électrodes pour la mesure de différents potentiels dans le cas de la cellule multi-anneaux de résistivité (Du Plooy *et al.*, 2013)

I.4.5.2 Mécanismes de conduction du courant électrique dans les matériaux

Dans un matériau, la conduction électrique peut se manifester sous trois formes (Whittington *et al.*, 1981) :

- La conduction électronique se produit dans les matériaux contenant des électrons libres (comme les métaux) et est décrite par la loi d'Ohm.
- La conduction diélectrique est liée aux déplacements de charges soumises à un champ électrique externe alternatif. Ce deuxième mode de conduction pour lequel la permittivité absolue est le paramètre le plus important est prépondérant au sein des matériaux très peu conducteurs. L'influence de ce type de conduction dans le béton est mineure si on travaille avec des signaux électriques à basse fréquence (< à 400 Hz) voire continus, ce qui est le cas pour les techniques de résistivité. Ce mode de conduction est, par contre, exploité par les méthodes électromagnétiques telles que le radar (Naar, 2006).
- La conduction électrolytique ou ionique est due à la circulation des charges électriques portées par les ions qui se déplacent dans un électrolyte sous l'effet d'un potentiel. Dans le béton, les mécanismes de conduction ioniques constituent le principal mode de transport de l'électricité. De ce fait, le degré de saturation, la composition ionique de la solution interstitielle et la porosité influencent la valeur de la résistivité électrique du béton (Lopez et Gonzalez, 1993).

I.4.5.3 Les facteurs influençant la résistivité du béton

De nombreux auteurs ont étudié les facteurs influençant la mesure de résistivité [Lopez et Gonzalez 1993, Chen *et al.*, 2014, McCarter *et al.*, 2015]. Les principaux paramètres sont notamment la dimension et la géométrie du corps d'épreuve, les propriétés relatives à la formulation du béton (granulats, ciment, rapport E/C, adjuvant et additifs), la teneur en eau du béton et le contact en surface.

❖ Influence de la taille et du type de granulat

(Woelfl et Lauer, 1979) ont montré qu'il existe une corrélation entre résistivité électrique du béton et le rapport Granulat/Ciment : plus le volume de granulats est important, plus la résistivité apparente est élevée. En terme de répartition granulométrique, (Morris, Moreno et Sagüés, 1996a) font ressortir que la variabilité des mesures augmente lorsque le diamètre du plus gros granulat augmente. La Figure I-34 montre le pourcentage cumulé des résultats en fonction du rapport résistivité mesurée/résistivité moyenne pour différents granulats dont l'état hydrique est le même. On remarque ainsi une variation des résultats plus importante sur l'échantillon utilisant les plus gros granulats.

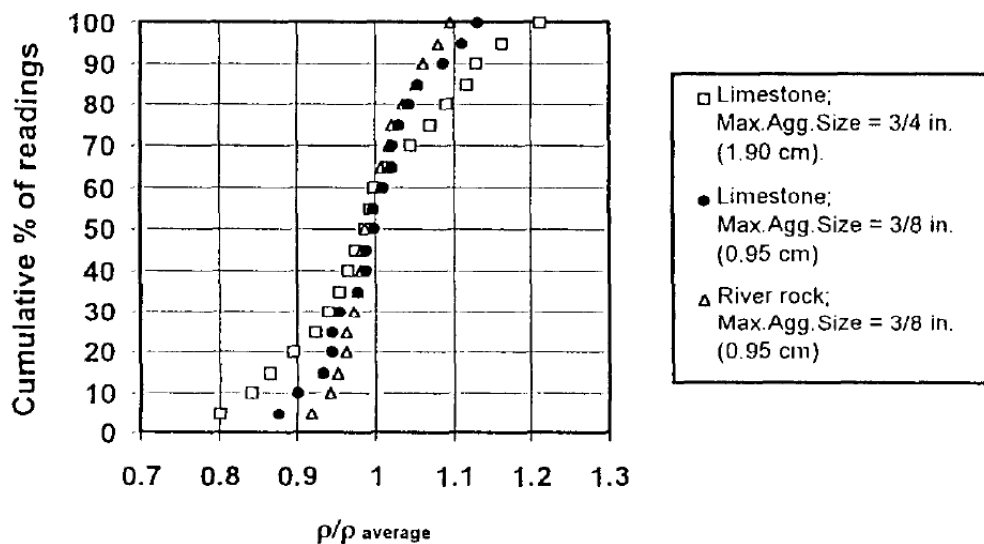


Figure I-34 : Influence de la taille et du type de granulat sur la variabilité de la résistivité

❖ Influence du type de ciment (additions pouzzolaniques)

En fonction du type de ciment utilisé, la concentration des ions présents dans la solution interstitielle peut être différente. Ce phénomène influence la circulation des charges électriques libres qui assurent la conduction électrolytique dans le béton. Les rapports de

résistivité électrique peuvent varier de 1 à 100 pour différents bétons fabriqués avec différents ciments dans les mêmes conditions de conservation et de mesure (Hammond *et al.*, ; Neville, 2000).

(Naar, 2006) a reporté que la présence de fumée de silice augmente considérablement la résistivité, jusqu'à 10 fois par rapport à un béton sans fumée de silice. En effet, en présence d'additions pouzzolaniques, la porosité plus fine associée à une connectivité plus faible (cf. I.2.2.2.3) constitue une barrière à la conduction électrolytique dans le béton. Cabrera et Ghoddoussi (Cabrera et Ghoddoussi, 1994) ont montré dans leurs études que le remplacement de 30% de ciment par des cendres volantes augmente de 20% la résistivité électrique du béton. L'ajout de ces composants dans le ciment a pour effet de réduire la porosité du béton (la taille, la connectivité, le volume) ainsi que la perméabilité (Bijen, 1996 ; Medeiros-junior *et al.*, 2016). De ce fait, plus la porosité est faible, plus sa phase liquide est en quantité faible et par conséquent la résistivité augmente.

❖ Influence du rapport E/C

D'après (Keyvani, 2013) la résistivité et le rapport E/C sont inversement liés. En effet, ce rapport joue un rôle important dans la formation de la microstructure du liant (cf. Figure I-35) et de la concentration ionique de la solution interstitielle. Plus le béton contient de pores et plus ceux-ci sont ouverts et connectés, plus le courant circule facilement dans le béton et par conséquent plus la résistivité apparente est faible.

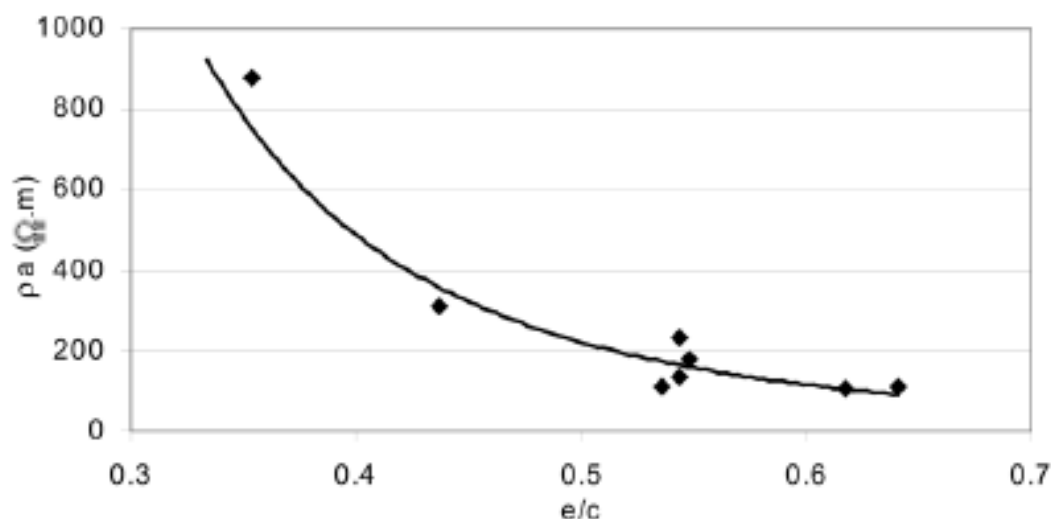


Figure I-35 : Influence du rapport E/C sur la résistivité électrique (Lataste, 2002)

❖ Influence du degré de saturation

Dans le béton, les mécanismes de conduction ioniques constituent le principal mode de transport du courant. En raison du caractère électrolytique de la solution porale du béton, la teneur en eau a une forte influence sur la résistivité électrique. Laurens *et al.* (Laurens *et al.* 2005) montrent à travers la Figure I-36, l'augmentation de la résistivité lorsque le degré de saturation diminue. De nombreux auteurs retrouvent cette même tendance selon laquelle la résistivité augmente suivant une loi de puissance lorsque le degré de saturation diminue (Balayssac *et al.*, 2006 ; Larsen *et al.*, 2006 ; Nguyen, 2016 ; Østvik *et al.*, 2006).

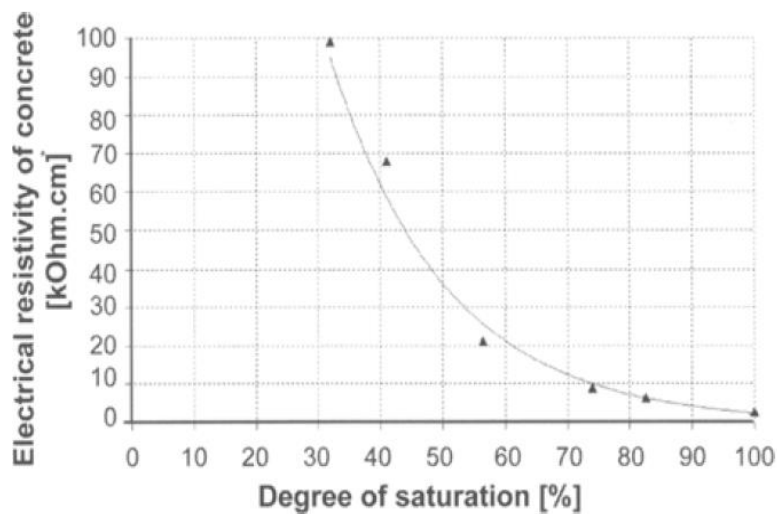


Figure I-36 : Influence du degré de saturation sur la résistivité électrique du béton (Laurens *et al.* 2005)

❖ Influence de la résistance de contact

De nombreuses études ont montré que les mesures de résistivités peuvent être modifiées de manière plus ou moins importante par la résistance de contact. Il s'agit d'une résistance superficielle en surface du matériau testé qui varie en fonction de la qualité du contact électrode-béton. Pour des essais de résistivité par transparence, McCarter *et al.* (McCarter *et al.*, 2015) utilisent comme interface de contact une éponge humide afin de favoriser le passage du courant de l'électrode au matériau. Malgré cette disposition une résistance supplémentaire due aux phénomènes interfaciaux dans la zone de contact électrode-béton existe toujours. Afin d'améliorer le contact électrode béton dans le cadre de notre étude, une étude préliminaire est réalisée en partie II.4.3 pour identifier l'interface de contact la plus adaptée à nos mesures.

I.4.6 Récapitulatif des techniques de mesure non destructives

On retrouve dans la littérature de nombreuses applications permettant d'évaluer l'évolution spatiale de la teneur en eau comme la résonance magnétique nucléaire (Gummerson *et al.*, 1979 ; Leventis *et al.*, 2000) , la radiographie neutronique (Justnes, Bryhn-Ingebrigtsen et Rosvold, 1994 ; Hanžič et Ilić, 2003 ; Shafizadeh *et al.*, 2015), l'absorption des rayons X (Sant et Weiss, 2009), la thermographie infrarouge (Barreira, Almeida et Delgado, 2016 ; Bianchi Janetti *et al.*, 2017), les rayons gamma (Cid, Alquier et Crausse, 1992 ; Kumaran et Bomberg, 1985 ; Villain et Thiery, 2006), la résistivité électrique (Du Plooy *et al.*, 2013 ; Saleem *et al.*, 1996 ; Su *et al.*, 2002). Selon le domaine d'application, il est essentiel de connaître les limites de ces techniques. La résonance magnétique nucléaire est utile pour l'observation de matériaux comme l'argile ou le sable, mais pour les matériaux de construction de base comme le béton ou la brique en terre cuite, le signal est trop faible (Gummerson *et al.*, 1979) et cette méthode ne permet de tester que des échantillons relativement petits (Nizovtsev *et al.*, 2008). La radiographie neutronique permet des mesures très sensibles de la concentration d'humidité dans les matériaux poreux dans une large gamme, mais les données expérimentales obtenues avec cette technique sont significativement affectées par le bruit expérimental et par les hétérogénéités dans la porosité du matériau à tester (Nizovtsev *et al.*, 2008). Le principal inconvénient des rayons X et de la thermographie infrarouge est qu'ils fournissent des mesures de surface, avec très peu de rayonnement pénétrant, limitant ainsi l'investigation aux échantillons de faible épaisseur (Priyada et Ramar, 2014). Avec la méthode des rayons gamma, les limitations sont imposées par plusieurs exigences : l'accessibilité des deux côtés de l'échantillon, la nécessité de temps d'exposition longs et les précautions de sécurité nécessaires pour protéger les opérateurs. La limite de résistivité apparaît lors de l'évaluation à des états de faible saturation qui en réalité sont rarement atteints dans les ouvrages de génie civil. En effet, la résistivité du béton est fortement conditionnée par la continuité de sa phase liquide. De plus, le retour d'expérience au sein du laboratoire quant à l'utilisation de cette technique a montré l'intérêt de la résistivité que nous choisissons d'utiliser dans cette étude. L'emploi des sondes thermo-hygrométriques pourrait également permettre de compléter les informations sur l'évolutions de la teneur en eau au sein du matériau en fournissant la température et l'humidité relative qui y règnent.

I.5 Conclusions

Cette synthèse bibliographique nous a permis de mettre en évidence le lien entre le matériau étudié et la problématique qui lui est associée, à savoir l'analyse des transferts hydriques entre deux matériaux initialement en conditions de saturation différentes. Ainsi, les éléments bibliographiques inscrivent les matériaux cimentaires comme des milieux poreux dont les caractéristiques microstructurales sont conditionnées par de nombreux paramètres tels que la nature du ciment, le rapport E/C, le type de granulat et l'ajout d'adjuvants. Plusieurs types de matériaux cimentaires seront étudiés dans le cadre de ces travaux afin de mettre en évidence la variabilité associée à ces différents paramètres.

L'influence des caractéristiques de la structure poreuse sur les propriétés de transfert hydrique a également été évoquée. Nous avons vu dans la partie consacrée aux transferts hydriques, une présentation des mécanismes développés en milieu poreux. Une étude approfondie sur les cinétiques de ces mécanismes nous permettra d'avoir une base de données qui servira à alimenter le modèle de transfert hydrique.

La perméabilité est un paramètre important qui conditionne les transferts au sein des matériaux poreux. Il est important de distinguer la perméabilité intrinsèque à l'eau liquide (K_l) et la perméabilité intrinsèque au gaz (K_g). Il est en effet reconnu qu'il existe plusieurs ordres de grandeurs de différence entre ces deux propriétés selon la méthode de détermination et les préconditionnements utilisés. Dans le cas de matériaux aussi peu perméables que les bétons, K_l est nettement inférieure à K_g . Ces écarts sont amplifiés par les interactions entre le fluide et la matrice, par la texture extrêmement fine des matériaux cimentaires pour lesquels la notion de perméabilité intrinsèque ne peut être appliquée, puisque les écoulements de gaz à l'échelle des pores s'écartent d'écoulements purement visqueux, et à l'endommagement en relation avec l'histoire hydrique du matériau. En effet, la perméabilité définie par Darcy, uniquement valable pour les écoulements visqueux amène à considérer la part d'écoulement de glissement mis en évidence par Klinkenberg lorsque le fluide est un gaz. Cette même représentation à différents degrés de saturation illustre la difficulté d'existence d'une perméabilité intrinsèque.

Parmi les nombreux modèles proposant l'étude des transferts hydriques, nous allons dans notre étude utiliser celle de Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Eymard, 1999) parce que cette

approche synthétise au mieux les différentes contributions apportées dans la littérature. La nécessité d'y intégrer une approche à l'échelle du réseau poreux a été mise en évidence.

En soulignant la relation entre la teneur en eau et les propriétés issues des techniques d'évaluations non destructives, nous avons justifié notre choix d'utiliser la méthode électrique essentiellement. Enfin, cette revue bibliographique nous a servi de base pour élaborer notre programme expérimental présenté dans la partie 0 qui suit.

CHAPITRE II

MATERIAUX ET METHODES : STRATEGIES

D'ACQUISITION DES PARAMETRES DE

TRANSFERT ET DE SUIVI DES CINETIQUES

II.1 Introduction

Ce second chapitre a pour but principal la description et la justification des moyens et méthodes retenus dans la phase expérimentale de ce travail. Les essais menés ont été établis dans le but de caractériser les matériaux d'étude puis d'acquérir et de suivre les paramètres de transferts nécessaires pour la modélisation des transferts hydriques.

La première partie de ce chapitre présente les matériaux utilisés dans le cadre de cette étude en traitant de leur composition, fabrication, conservation et caractérisation à l'état frais comme durci. Les données de caractérisation sont confrontées aux données existantes sur des matériaux proches en termes de formulation, utilisés dans les études précédentes afin d'évaluer leur variabilité.

La deuxième partie de ce chapitre présente les protocoles expérimentaux utilisés pour l'acquisition des paramètres de transferts. Cette partie consiste à caractériser le comportement hydrique des matériaux pour les besoins de la modélisation des transferts. Les isothermes de sorption/désorption d'eau en ambiance azotée sont déterminées à travers des cycles d'imbibition-drainage permettant entre autres de quantifier l'hystérésis. La perméabilité au gaz est évaluée sur tout le domaine de saturation des bétons et donne à travers la perméabilité relative des informations complémentaires sur la continuité des phases liquide et gazeuse. La caractérisation des transferts de vapeur d'eau dans les matériaux cimentaires constitue une donnée importante dans cette étude. La perméabilité à la vapeur est ainsi évaluée avec des essais à la coupelle. En fonction des gradients de pression de vapeur et de l'état de saturation du matériau, les cinétiques pour atteindre l'équilibre sont différentes. Ces cinétiques d'évolution de masses fournissent des informations supplémentaires pour la modélisation. Pour compléter l'étude sur ces aspects de perméation, la perméabilité à l'eau est déterminée sur l'ensemble des matériaux d'études.

La troisième partie de ce chapitre présente dans un premier temps la méthodologie retenue pour la détermination des profils de teneur en eau à travers les matériaux cimentaires. L'étude bibliographique réalisée sur ce sujet dans la section 1.4 a permis de choisir la méthode la plus adaptée à notre étude. Ainsi, cette partie de l'étude expérimentale présente les dispositifs de mesure de résistivité adoptés ainsi que leur pertinence. Dans un second temps, les dispositifs de mesure retenus sont mis en application au cours d'expériences diverses de transfert

hydrique afin de suivre à travers l'évolution de la résistivité, les gradients de teneur en eau dans les matériaux. La prédiction de la cinétique de re-saturation d'un milieu cimentaire par un flux liquide est difficilement reproductible actuellement pour des durées d'essais supérieure à 24h. C'est pourquoi des essais d'imbibition capillaires sur des échantillons à états de saturation variables seront réalisés afin d'obtenir des données pour la modélisation. Les cycles de séchage/humidification réalisées sur des éprouvettes épaisses fournissent des informations importantes pour la compréhension du rééquilibrage hydrique. Enfin, sur la base des expériences réalisées, nous proposons un banc de rééquilibrage hydrique entre deux matériaux initialement en conditions de saturation différentes. L'ensemble des essais réalisés dans ce chapitre sont effectués sur au moins trois échantillons pour une bonne représentativité des mesures.

II.2 Matériaux d'étude

II.2.1 Composition

Dans le cadre des études de l'Andra sur le stockage de déchets radioactifs en formation géologique profonde, deux formulations de bétons de référence ont été établies pour les études dédiées au comportement de ces ouvrages de stockage. Le choix des constituants de ces bétons dont la principale différence est la nature du ciment utilisé a été fait sur la base de critères bien déterminés visant essentiellement la performance mécanique et la durabilité à très long terme. Ceci afin de constituer une barrière de protection efficace permettant le bon conditionnement des déchets radioactifs. Les ciments entrant dans la composition de ces deux bétons dénommés « B1 » et « B2 » ainsi que les pâtes de ciment correspondantes dénommées « P1 » et « P2 » sont respectivement le ciment CEM I 52,5 N SR3 PM Val d'Azergues fabriqué par la société LAFARGE et le ciment CEM V/A 42,5 N PM-ES Rombas fabriqué par la société CALCIA. La formulation du béton à base de CEM V/A (B2) a été mise au point durant l'étude réalisée par l'entreprise Bonna Sabla [Andra C RP OBON 04-415 2005]. Celle du béton à base de CEM I a été ajustée lors de l'étude réalisée par Camps (Camps, 2008) tout en cherchant à obtenir les mêmes caractéristiques à l'état frais et durci que celles données dans le rapport de décembre 2000 [Andra C RP 0 CTP 01-001/A 2000]. Par rapport à ces formulations de références, le dosage en superplastifiant a dû être ajusté dans notre étude afin d'obtenir les caractéristiques aux états frais et durci attendues. En effet, le superplastifiant « Glénium 27 »

utilisé dans les précédentes études n'étant plus disponible sur le marché, il a été convenu en accord avec les partenaires de l'Andra d'utiliser le « MasterGlénium SKY 537 ». A travers les premières gâchées réalisées, nous avons remarqué que ce dernier a un effet beaucoup plus marqué sur les bétons. Nous avons donc, après différentes gâchées visant à déterminer la quantité optimale de superplastifiant, diminué cette dernière dans la formulation de référence afin d'obtenir les mêmes caractéristiques à l'état frais puis à l'état durci données dans les études précédentes (Cagnon, 2015 ; Camps, 2008 ; Ladaoui, 2010 ; Ranaivomanana, 2010). Ainsi, pour le B1, la quantité de superplastifiant est prise égale à 0,8 % de la masse de ciment au lieu de 2,5 %. Pour le B2, elle est de 1 % de la masse de ciment au lieu de 2,5 %. La documentation du fabricant indique que la masse d'extrait sec du superplastifiant « MasterGlénium SKY 537 » est de 20 % tout comme le « Glénium 27 ». Afin de mettre en évidence l'effet de la présence de granulats sur la chute de l'isotherme aux fortes humidités relatives, des pâtes de ciment sont également utilisées dans cette étude. Ces pâtes sont confectionnées sans superplastifiant afin de réduire le phénomène de ressuage. En effet, De Larrard et Ferraris (De Larrard et Ferraris, 1998) ont étudié ce phénomène et ils ont souligné que l'ajout de superplastifiant pour un dosage faible à modéré en ciment augmente le ressuage. La formulation des bétons d'étude B1 et B2 est donnée dans le Tableau II-1. Le choix de ces bétons a été réalisé en accord avec l'ANDRA afin de poursuivre l'acquisition des données sur des matériaux connus et mesurer la variabilité des caractéristiques en fonction des modifications de constituants. Les fiches techniques des deux types de ciment utilisés ainsi que celles des granulats et du superplastifiant sont fournies en Annexe 1.

Tableau II-1 : Formulation des bétons d'étude B1 et B2

Matériaux (kg/m ³)	B1	B2
CEM I 52,5 N SR3 PM, Val d'Azergues, Lafarge	400	-
CEM V/A 42,5 N PM-ES, Rombas, Calcia	-	450
Sable 0/4 mm, Boulonnais	858	800
Gravillon 4/12 mm, Boulonnais	945	984
Superplastifiant MasterGlénium SKY 537	3,0	4,5
Eau efficace	171,0	173,1
E_{eff}/C	0,43	0,38

En plus de nos propres matériaux d'étude (B1 et B2), l'étude numérique présentée en section IV est réalisée sur des matériaux issus de la littérature afin de constater, sur une base de données plus large, la pertinence des modélisations effectuées. Ainsi, en plus des bétons B1 et B2 de la série 1, un total de 8 formulations de matériaux ont été testées. Deux pâtes de ciment et 6 bétons classés en 2 séries. La série 2, constituée de matériaux à base de ciment CEM I 52.5, et basée sur les travaux de Baroghel Bouny *et al.* (Baroghel-Bouny, 1994, 2007a, 2007b), est constituée de béton ordinaire (BO), de béton à très haute performance (BH) et des pâtes ciment, CO et CH correspondantes. La série 3 comprend les formulations de béton à base de CEM I 52.5 (B1*) et CEM V 42.5 (B2*) ainsi que des "bétons à faible chaleur d'hydratation connus sous le nom de bas pH" conçus comme matériaux pour une application future dans le dépôt en profondeur des déchets radioactifs en couches géologiques profondes (Ranaivomanana *et al.*, 2011). Les liants ternaires des deux bétons à faible teneur en pH étudiés sont composés de CEM I 52.5 et de deux additions pouzzolaniques : la fumée de silice, commune aux deux, et les cendres volantes (T1) ou laitiers (T3). Le séchage de cette troisième série de matériaux a été réalisé dans le cadre d'expériences de longue durée (près de deux ans), ce qui est rare dans la littérature, d'où l'intérêt d'utiliser cette base de données. Les formulations et les principales caractéristiques des bétons et des pâtes de ciment issues de la littérature sont résumées dans le Tableau II-2.

Tableau II-2 : formulations des bétons et des pâtes de ciment pour les séries 2 et 3

Series reference	2				3			
Material reference	BO	BH	CO	CH	B1*	B2*	T1	T3
Gravel content (kg/m ³) (min/max grain size in mm)	1192 (4/20)	1265 (4/20)			945 (5/12.5)	984 (5/12.5)	185 (5/8) 850 (8/12)	185 (5/8) 850 (8/12)
Sand content (kg/m ³) (min/max grain size in mm)	744 (0/5)	652 (0/5)			858 (0/4)	800 (0/4)	813 (0/5)	813 (0/5)
Cement content (kg/m ³)	353	421			400	450	148	79
Silica fume content (kg/m ³)		42,1					128	128
Fly ash content (kg/m ³)							119	
Slag content (kg/m ³)								188
Superplasticizer (kg/m ³)		7,59			10	11,25	5,14	5,14
Water-to-cement ratio (W/C)	0,43	0,27	0,35	0,20	0,45	0,40		
Water-to-binder ratio (W/B)			0,35	0,18			0,40	0,43

II.2.2 Fabrication et conservation des matériaux

La procédure de coulage des bétons mise en œuvre dans le cadre de cette thèse est la même que celle utilisée dans les études précédentes (Cagnon, 2015 ; Camps, 2008 ; Ladaoui, 2010 ; Ranaivomanana, 2010). La procédure suivie en respect avec les références normatives (NF EN 12390-1 2001, NF EN 12390-2 2001) est la suivante :

- Humidification du malaxeur et des ustensiles à utiliser pour le coulage
- Introduction des gravillons et du sable
- Malaxage des granulats (30 secondes)
- Introduction du ciment
- Malaxage à sec (1 minute)
- Introduction progressive de l'eau mélangée avec la moitié de la quantité du superplastifiant
- Malaxage mouillé (1 minute)
- Rajout progressif de l'autre moitié du superplastifiant en extrait tout en surveillant la consistance du mélange (malaxage en cours)
- Vérification des propriétés d'ouvrabilité
- Malaxage final (2 minutes)
- Vidange du malaxeur (15 secondes)

Les moules cylindriques préalablement huilés sont ensuite remplis en 2 couches vibrées à l'aide d'une table vibrante. Ils sont ensuite recouverts d'un film plastique puis immédiatement entreposés dans une salle de conservation humide ($T=20\text{ °C} \pm 2$, $HR=95\% \pm 5$) afin d'éviter les phénomènes de dessiccation trop important. Les éprouvettes sont démoulées 24h après le coulage et conservées en cure humide. Pour s'affranchir des effets de l'hydratation, la durée minimale de cure est d'un minimum de 28 jours pour les bétons à base de CEM I (B1) et 3 mois pour les bétons à base de CEM V (B2).

Les pâtes sont fabriquées dans un malaxeur normalisé en suivant la procédure ci-dessous suivi par Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010):

- Introduction de l'eau puis du ciment
- Malaxage à vitesse lente pendant 90s

- Temps d'arrêt de 30s pour ramener la pâte adhérente à la cuve du malaxeur dans la zone de malaxage
- Nouvelle séquence de malaxage à vitesse lente pendant 90s

Après le malaxage, la pâte est introduite en deux couches dans un moule de trois éprouvettes prismatiques 4cm x 4cm x 16cm, préalablement huilé afin de permettre un décoffrage facile. Chaque couche est vibrée à l'aide de 60 coups imprimés par une table à choc sur laquelle est fixé le moule. Après avoir arasé le moule, celui-ci est recouvert d'un film cellophane pour empêcher le départ d'eau des échantillons et stocké dans une salle de conservation humide ($T=20\text{ °C} \pm 2$, $HR=95\% \pm 5$) afin d'éviter les phénomènes de dessiccation trop important. Les éprouvettes sont démoulées 24h après le coulage et conservées en cure humide. Comme pour les bétons, pour s'affranchir des effets de l'hydratation, la durée minimale de cure est de 28 jours pour les pâtes à base de CEM I (P1) et 3 mois pour les pâtes à base de CEM V (P2).

II.2.3 Caractérisation à l'état frais

Trois caractéristiques sont mesurées à l'état frais sur les bétons afin de vérifier que les différentes gâchées réalisées sont identiques et conformes à celles des bétons de références. L'essai d'affaissement au cône d'Abrams est réalisé suivant les prescriptions de la norme [NF EN 12350-2]. La masse volumique à l'état frais du béton est calculée lors de chaque coulage conformément à la réglementation en vigueur [NF EN 12350-6]. Enfin la teneur en air occlus des bétons est déterminée à l'aide d'un aéromètre, suivant la réglementation AFNOR [NF P 18-353]. Ainsi, les valeurs d'affaissement, de masse volumique apparente et de teneur en air occlus mesurées sur les bétons B1 et B2 sont données dans le Tableau II-3 .

Tableau II-3 : Caractéristiques à l'état frais des matériaux d'étude B1 et B2

	Bétons	Affaissement (cm)	Masse volumique apparente (kg/m ³)	Air occlus (%)
Bétons d'étude	B1	19	2433	2,1
	B2	18,6	2413	1,7
(Cagnon, 2015)	B1	23	2405	1,2
(Ladaoui, 2010)	B1	22,7	2450	
	B2	19,2	2440	
(Camps, 2008)	B1	24		
	B2	20		
(Ranaivomanana, 2010)	B1	17	2468	1,9
	B2	15	2410	1,7

Les valeurs obtenues sont comparables à celles des précédentes études (Cagnon, 2015 ; Camps, 2008 ; Ladaoui, 2010 ; Ranaivomanana, 2010). En effet, pour le béton B1, les affaissements sont compris entre 17 cm et 24 cm et la masse volumique varie de 2383 kg/m³ à 2468 kg/m³. Pour le béton B2, les affaissements sont compris entre 15 cm et 20 cm et la masse volumique apparente varie de 2410 kg/m³ à 2440 kg/m³. Ces observations à l'état frais font ressortir la variabilité des matériaux confectionnés qui ne sont pas identiques entre eux et à ceux des études précédentes mais restent toutefois similaires.

II.2.4 Caractérisation à l'état durci

Quatre caractéristiques sont mesurées à l'état durci afin de vérifier que les matériaux confectionnés soient conformes aux références. Il s'agit de la résistance en compression, le module de Young, la porosité accessible à l'eau et la masse volumique apparente.

II.2.4.1 Résistance en compression et module de Young

Les mesures de résistance en compression sur béton durci (f_{cm}) sont déterminées conformément à la norme [NF EN 12390-3]. L'essai consiste à appliquer une précharge et à augmenter la contrainte de manière continue avec une vitesse constante de 0,5 MPa/s jusqu'à

la rupture. Les mesures de module de Young sont déterminées grâce à des essais de compression en suivant la recommandation RILEM [RILEM, CPC8]. L'essai consiste à fixer sur une éprouvette une cage d'extensométrie (Figure II-1) centrée à mi-hauteur de manière à éviter les zones de frettage. Trois capteurs de déplacement longitudinaux de type LVDT sont disposés suivant trois génératrices espacées de 120°. Ces trois capteurs sont reliés à une chaîne d'acquisition qui enregistre les évolutions des déplacements en fonction de la force appliquée sur l'éprouvette.

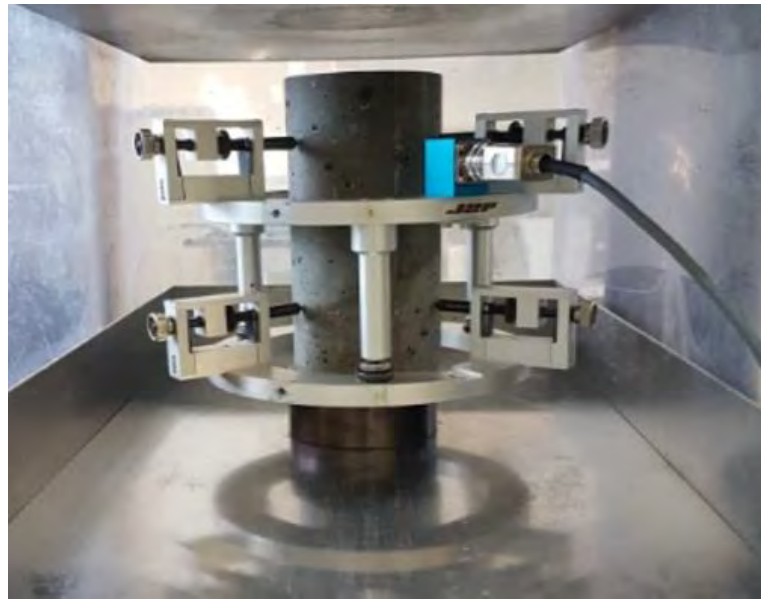


Figure II-1 : Cage d'extensométrie et éprouvette cylindrique de béton B1 pour la mesure du module d'élasticité

La résistance en compression et le module de Young sont mesurés sur des éprouvettes cylindriques $\varnothing 11 \times 22$ cm en sortie de cure humide pour les bétons B1 et B2. Les évolutions de ces paramètres en fonction du temps sont confrontées avec celles obtenues dans les études précédentes (Cagnon, 2015 ; Camps, 2008 ; Ladaoui, 2010 ; Ranaivomanana, 2010) en Figure II-2 et Figure II-3. Les résultats correspondent à des bétons conservés en cure endogène pour (Ranaivomanana, 2010), cure humide pour (Camps, 2008 ; Ladaoui, 2010) et cure sous eau pour (Cagnon, 2015).

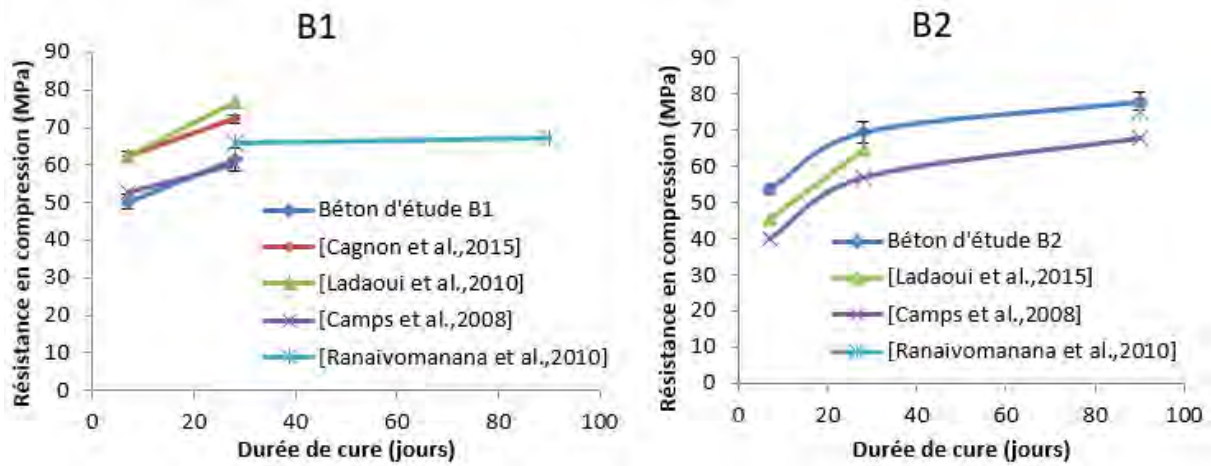


Figure II-2 : Evolution de la résistance en compression en fonction du temps du béton B1 et B2 en cure humide, sous eau ou endogène

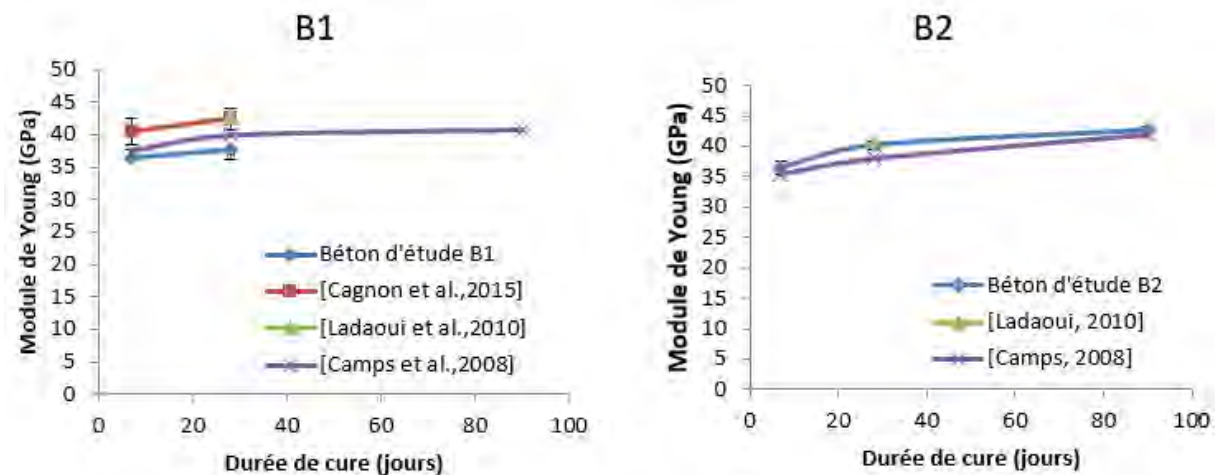


Figure II-3 : Evolution du module de Young en fonction du temps du béton B1 et B2 en cure humide, sous eau ou endogène

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont comparables à celles des précédentes études (Cagnon, 2015 ; Camps, 2008 ; Ladaoui, 2010 ; Ranaivomanana, 2010). En effet, pour le béton B1 à 28 jours, les résistances sont comprises entre 60 MPa et 77 MPa et le module de Young varie de 40 GPa à 44 GPa. Pour le béton B2 à 28 jours, les résistances sont comprises entre 57 MPa et 64 MPa et le module de Young varie de 38 GPa à 40 GPa. Ces écarts dus aux adaptations des formulations au cours des différentes études et aux opérateurs reflètent la variabilité observée sur les caractéristiques à l'état frais. A travers ces graphiques, on remarque aussi que les caractéristiques mécaniques du béton B1 présentent une légère augmentation entre 28 et 90 jours car fabriqué à partir d'un ciment portland classique (CEM I

52,5). Ce n'est pas le cas pour le béton B2 fabriqué à partir d'un ciment composé CEM V/A 42,5. Pour ce béton, les caractéristiques évoluent même au-delà de 28 jours du fait des réactions pouzzolaniques qui continuent de se développer.

II.2.4.2 Porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente

La porosité accessible à l'eau et la masse volumique apparente sèche des échantillons de béton durci sont déterminées à partir des valeurs des pesées suivantes : la masse lorsque l'éprouvette est saturé d'eau, son volume apparent par pesée hydrostatique et la masse de l'échantillon sec. Ces mesures sont effectuées en respect des recommandations AFPC-AFREM (AFPC, 1997). Pour déterminer la masse de l'échantillon saturé, on réalise une saturation en eau sous vide dans des dessiccateurs (Figure II-4).

L'échantillon est ensuite séché à une température de $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ jusqu'à la stabilisation de la masse (en s'assurant que deux pesées successives espacées de 24h ne diffèrent pas de plus de 0,05%) afin d'obtenir sa masse sèche. Les essais sont faits sur des éprouvettes cylindriques $\varnothing 11 \times 3$ cm.

La porosité accessible à l'eau (en % en volume) est donnée par l'expression :

$$p = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \quad (\text{II-1})$$

La masse volumique apparente (en g/cm^3) est donnée par l'expression :

$$\rho_d = \frac{M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \quad (\text{II-2})$$

Où M_{sec} est la masse de l'échantillon sec ; M_{air} est la masse de l'échantillon saturé pesé dans l'air ; M_{eau} est la masse de l'échantillon saturé pesé dans l'eau.



Figure II-4 : Banc de mise sous vide des échantillons pour la détermination de la porosité à l'eau

Les valeurs de porosité accessible à l'eau et de masse volumique apparente sèche mesurées sur les bétons B1 et B2 ainsi que les pâtes de ciments P1 et P2 sont consignées dans le Tableau II-4. Ces valeurs sont comparées à celles de études précédentes afin d'évaluer la variabilité des matériaux. Pour les matériaux à base de CEM I, Ladaoui (Ladaoui, 2010) mesure une porosité de 13,2% similaire à la nôtre pour un béton après 90 jours de cure sous eau. Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010) obtient une porosité plus faible de 12,1% pour un béton conservé en cure endogène.

Le béton B2 présente une porosité de 13,9% un peu plus faible que celle obtenue par Camps (Camps, 2008) qui obtient 14,4%, ce qui explique en partie les écarts constatés en terme de résistance en compression et module de Young en Figure II-2 et Figure II-3.

Tableau II-4 : Valeurs de porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente sèche des matériaux B1, B2, P1 et P2

	Matériaux	Porosité à l'eau (%)	Masse volumique sèche (kg/m ³)
Matériaux d'étude	B1	13,2±0,1	2301±2
	B2	13,9±0,2	2252±6
	P1(E/C=0,43)	39,8±0,1	1615±5
	P2 (E/C=0,38)	42,4±0,8	1508±19
(Cagnon, 2015)	B1	12,1±0,2	2462±22
(Ladaoui, 2010)	B1	13,2±0,7	2326±19
	B2	13,6±0,2	2278±14
(Camps, 2008)	B1	12,3±0,3	2346±4
	B2	14,4±0,3	2266±15
(Ranaivomanana, 2010)	B1	12,3±0,3	2329±4
	B2	14,4±0,4	2266±15
	P1(E/C=0,5)	45±0,10	1451±1

II.3 Acquisition des paramètres de transferts nécessaires à la modélisation

II.3.1 Sorption de vapeur d'eau

Les essais de sorption de vapeur d'eau, réalisées sur un matériau donné, fournissent les isothermes d'adsorption et de désorption de ce matériau. Ils permettent de tracer les courbes représentant pour une température donnée, la variation de la saturation du matériau en fonction de l'humidité relative de l'air ambiant (HR). Ces isothermes sont des grandeurs nécessaires à la modélisation des transferts hydriques notamment parce qu'elles permettent d'exprimer la pression capillaire en fonction du degré de saturation tout en mettant en évidence l'hystérésis entre la sorption et la désorption. Différents cycles partiels sont réalisés au cours de cette expérience permettant ainsi une meilleure compréhension des phénomènes

de sorption notamment ainsi que la validation de modèles de réseaux poreux représentatifs des matériaux cimentaires.

Les essais sont réalisés dans des boîtes étanches ou en enceinte climatique à $20^{\circ}\text{C} \pm 2$. Les échantillons de béton sont obtenus par sciage de matériaux cylindrique $\varnothing 11 \times 0,5$ cm en tiers de disque (Figure II-5 (a)). Les échantillons de pâtes de ciment sont obtenus par sciage de matériaux prismatique $4 \text{ cm} \times 4 \text{ cm} \times 0,5 \text{ cm}$ (Figure II-5 (b)). D'autres échantillons de $0,5$; 1 ; 2 ; 3 et 5 cm d'épaisseur permettent d'assurer en parallèle des cycles d'isothermes une étude sur la chute initiale de l'isotherme de désorption, identifiée par de nombreux auteurs (Brue, 2009 ; Hyvert, 2009 ; Jiang *et al.*, 2019 ; Ranaivomanana, 2010 ; Wu, 2014). Avant le début des essais, les échantillons sortis de cure, ont été saturés en eau sous vide après sciage, ce qui constitue l'état initial que nous considérons à saturation totale. Au cours des expériences, les échantillons sont soumis à des ambiances de différentes d'humidités relatives régulées au sein d'une enceinte climatique ou des boîtes avec des solutions salines sursaturées et contrôlées régulièrement avec une sonde d'hygrométrie (Figure II-6). Les sels utilisés sont : le sulfate de potassium (97%), le chlorure de potassium (86%), le chlorure de sodium (76%), le nitrate d'ammonium (65%) et le carbonate de potassium (44%). Les solutions salines permettent d'assurer ces différentes humidités relatives à une température de 20°C . Nous avons donc installé des sondes thermiques afin de contrôler et s'assurer du maintien de cette température tout au long de l'essai. Un balayage à l'azote permet de protéger les échantillons du CO_2 atmosphérique afin d'éviter tout phénomène de carbonatation. L'évolution du degré de saturation des échantillons en fonction de l'humidité relative considérée est déterminée par gravimétrie. On suppose que l'équilibre est atteint lorsque la variation massique du matériau n'excède pas $0,01\%$ entre deux pesées successives espacées d'au moins une semaine. Pour réduire le temps d'obtention des isothermes, à chaque étape, deux paliers d'humidité sont réalisés en parallèle.

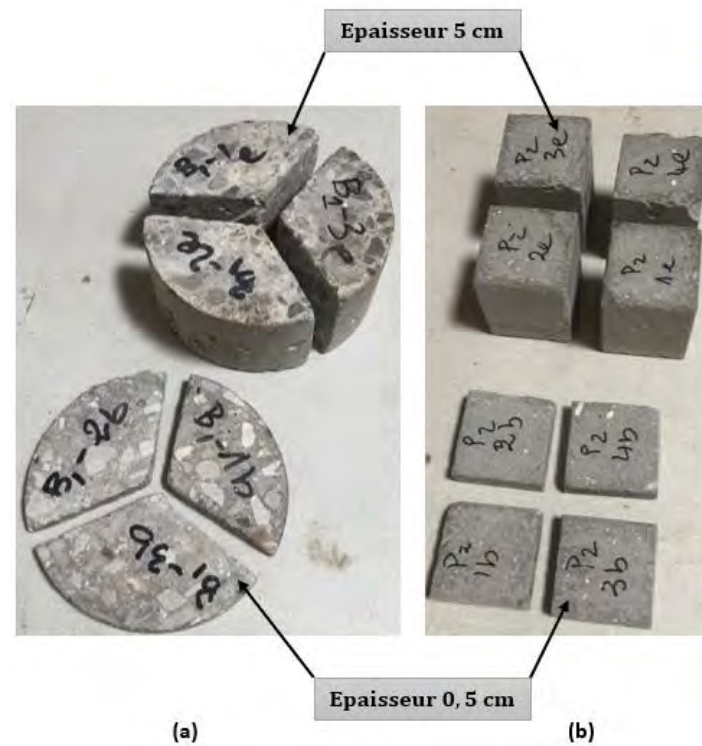


Figure II-5 : Echantillons de béton en tiers de disque (a) et échantillons prismatiques de pâte de ciment (b)

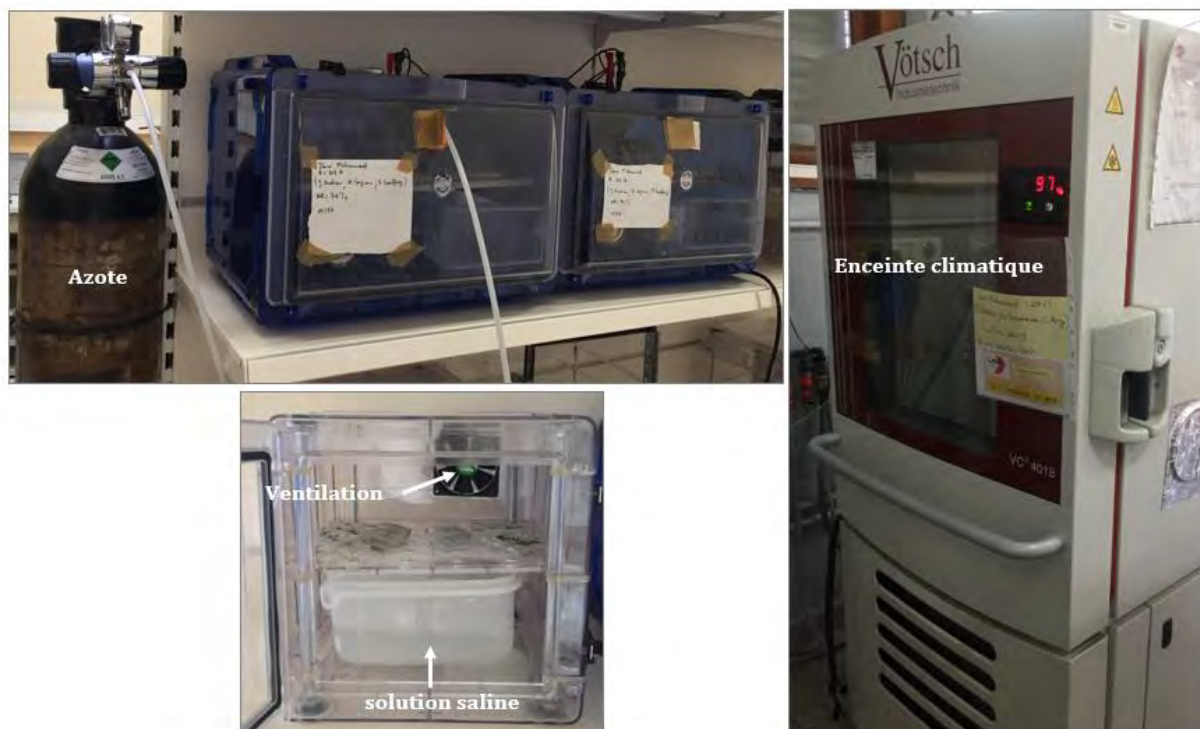


Figure II-6 : Cellules d'essais et enceinte climatique pour les isothermes de sorption

II.3.2 Perméabilité au gaz

Les essais de perméabilité au gaz sont réalisés afin de mieux comprendre la variabilité associée aux conditions d'essais et fournir les données d'entrées pour la modélisation. Le principe de l'essai consiste à mesurer le débit volumique à travers un matériau sous un gradient de pression de gaz connu en régime permanent. Le gaz utilisé est de l'air (80% d'azote et 20% d'oxygène) sec industriel dont la viscosité dynamique est de $1,85 \cdot 10^{-5}$ Pa.s à $20^\circ\text{C} \pm 2$. Les essais sont menés sur des éprouvettes cylindriques $\varnothing 15 \times 5$ cm à l'aide d'un perméamètre à charge constante de type Cembureau (Figure II-7) en suivant les directives d'utilisation définies par Kollek (Kollek, 1989). La perméabilité apparente au gaz est évaluée pour 4 pressions d'essai : 1, 2, 3, et 4 bars, permettant ainsi comme expliqué dans la section I.3.2.2.2, d'estimer la perméabilité intrinsèque selon l'approche de Klinkenberg.

Les mesures de perméabilité à l'air sont effectuées sur des éprouvettes à différents états de saturation (90 ; 80 ; 70 ; 60 ; 50 ; 30 ; 15 ; 6 et 0 %). L'état de saturation est estimé par rapport à la perte de masse et à la porosité accessible à l'eau mesurée en amont de l'essai. Les éprouvettes ont été séchées progressivement à l'étuve à 50°C pour arriver aux états de saturation de 90% à 50% de saturation, puis à 80°C pour atteindre 30% à 6% et enfin à 105°C pour arriver à l'état sec considéré ici. Le préconditionnement est finalisé par une phase de redistribution de l'humidité conforme à la méthodologie définie par Carcasses *et al.*, (Carcasses *et al.*, 2002). Les éprouvettes ont ainsi été recouvertes de deux couches de film cellophane et mis en sac étanche pour limiter les échanges avec l'extérieur, puis conservées dans l'étuve pendant une durée au moins égale à celle de séchage. Avant le lancement des essais, l'échantillon est recouvert latéralement d'une feuille d'aluminium autocollant puis mis en place dans un manchon en polyuréthane autour duquel est exercée une pression de confinement d'au moins une fois et demie la pression d'injection, grâce à une chambre à air gonflable en caoutchouc alimentée par une bouteille d'air industriel. Le confinement appliqué est généralement de 8 bars quelle que soit la pression d'injection. Nous avons pu vérifier que la variation de la pression de confinement ne modifie pas le débit percolant tant que celle-ci est supérieure à 1,5 fois la pression d'injection.

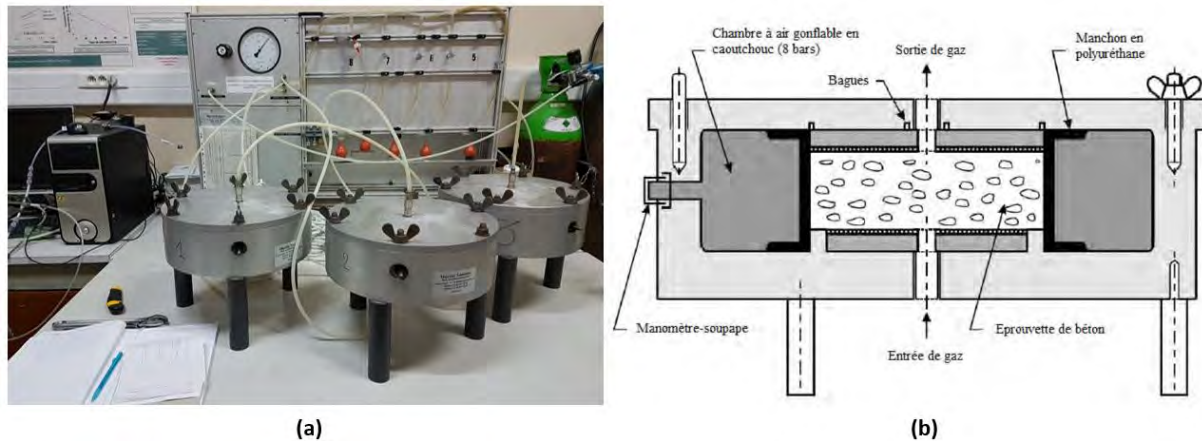


Figure II-7: Dispositif (a) et schéma de cellule (b) pour les essais de perméabilité au gaz

II.3.3 Perméabilité à la vapeur

La mesure de la perméabilité à la vapeur d'eau des bétons a été effectuée en se basant sur la norme (ISO 12572, 2001) par la méthode de la coupelle sèche et celle de la coupelle humide. Le principe d'essai consiste à imposer à un échantillon d'épaisseur e un gradient de pression de vapeur constant et unidimensionnel dans des conditions isothermes.

Avant l'essai, les éprouvettes cylindriques $\varnothing 11 \times 5$ cm sont soumises à un préconditionnement consistant à les amener à une saturation globale qui correspond à la moyenne entre l'humidité relative à l'intérieur de la coupelle et celle à l'extérieur de la coupelle. Cet état de saturation moyen de l'échantillon est obtenu par utilisation de l'isotherme de désorption. L'éprouvette est ensuite scellée à la cire d'abeille sur la coupelle contenant la solution saline sursaturée tout en assurant une bonne étanchéité latérale. L'assemblage coupelle-échantillon est ensuite placé dans une boîte à $20^{\circ}\text{C} \pm 2$ dont l'humidité relative diffère de celle qui est créée à l'intérieur de la coupelle pour assurer un gradient de pression. Un suivi de la variation de la masse est effectué par des pesées de l'assemblage coupelle-échantillon régulièrement, à l'aide d'une balance ayant une précision au millième de gramme. Les pesées sont effectuées jusqu'à l'obtention, pour chaque assemblage, de cinq points de mesure successifs.



Figure II-8 : Dispositif de mesure de la perméabilité à la vapeur (essai à la coupelle)

En régime permanent, la densité de flux de vapeur g_h traversant la surface A est donnée par l'expression :

$$g_h = \frac{\Delta m}{\Delta t \cdot A} \quad (\text{II-3})$$

La perméance à la vapeur d'eau W est donnée par l'expression :

$$W = g_h \cdot \frac{1}{\Delta p_v} \quad (\text{II-4})$$

En condition isotherme, la pression de vapeur p_v est proportionnelle à l'humidité relative (Hr). La pression partielle de vapeur est ainsi donnée par l'expression suivante (ISO 12572, 2001):

$$p_v = Hr \cdot 6,105 \cdot e^{\frac{17,269 \cdot T}{273,15 + T}} \quad (\text{II-5})$$

La perméabilité à la vapeur d'eau δ d'un matériau d'épaisseur e peut ainsi être évaluée à partir de l'expression suivante :

$$\delta = W \cdot e \quad (\text{II-6})$$

II.3.4 Perméabilité au liquide

L'évaluation de la perméabilité au liquide en fonction de l'histoire thermo-hydrigue des matériaux constitue une information importante au vu du rôle prépondérant du mouvement liquide au cours du séchage. Le principe de l'essai est le même que celui de la perméabilité à

l'air décrit précédemment. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes cylindriques Ø11 x 3 cm complètement saturée à l'eau, positionnées dans un perméamètre à eau (Figure II-9). L'accumulateur à membrane est alimenté par une bouteille d'azote pour le maintien de la pression de liquide dans le circuit. Cet accumulateur est relié à la cellule d'essai par un circuit de distribution sur lequel un manomètre est monté pour permettre de mesurer la pression d'injection, régulée par le détendeur placé en amont. Au début de l'essai, la pression est fixée à 3 Bars puis progressivement augmentée jusqu'à atteindre 10 Bars après 24h. Elle est ensuite maintenue à cette valeur tout le long de l'essai. L'étanchéité latérale de l'éprouvette est assurée par un manchon en latex sur lequel est appliquée une pression de confinement à l'aide d'un circuit pneumatique. Comme pour la perméabilité à l'air, cette pression est au moins une fois et demie supérieure à la pression d'injection. L'évolution du débit sortant de la cellule de percolation en fonction du temps est mesurée par une balance (précise à $\pm 0,001$ g) reliée à un ordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition. La perméabilité à l'eau est déterminée à partir de la mesure du débit en régime permanent (environ 2 semaines sur nos matériaux d'étude).

$$K_l = \frac{Q}{S} \times \frac{L}{\Delta P} \times \mu \quad (\text{II-7})$$

Où K_l (m^2) est la perméabilité au liquide, Q (m^3/s) le débit sortant de la cellule de percolation, S (m^2) la surface de l'échantillon, L (m) la longueur de l'échantillon, ΔP (Pa) la différence de pression et μ (Pa.s) la viscosité du liquide.

Le premier type de liquide utilisé est l'eau malgré le fait qu'elle présente l'inconvénient de réagir avec la matrice cimentaire. Dans des études précédentes (Leung Pah Hang, 2015 ; Ranaivomanana, 2010), l'éthanol a été utilisé pour son caractère inerte par rapport à la matrice cimentaire. Cependant, la mesure avec ce fluide nécessite un préconditionnement qui consiste à sécher le matériau jusqu'à l'état sec pour évacuer toute l'eau libre avant de le saturer à l'éthanol. Ce séchage endommage le matériau et donc modifie sa perméabilité, biaisant ainsi les résultats. Pour éviter la dégradation du milieu par l'eau agressive ou le séchage, la perméabilité sera aussi mesurée avec une solution en équilibre avec le pH de la solution interstitielle. Pour cela, une extraction de solution interstitielle est réalisée sur les deux types de bétons utilisés. Le pH de ces solutions est ensuite mesuré puis synthétisé à travers une solution à base de NaOH. Dans le but de mettre en évidence l'effet de l'endommagement sur les mesures de perméabilité au liquide, des essais sont réalisés à l'eau sur des éprouvettes avant et après avoir subi un séchage en température.

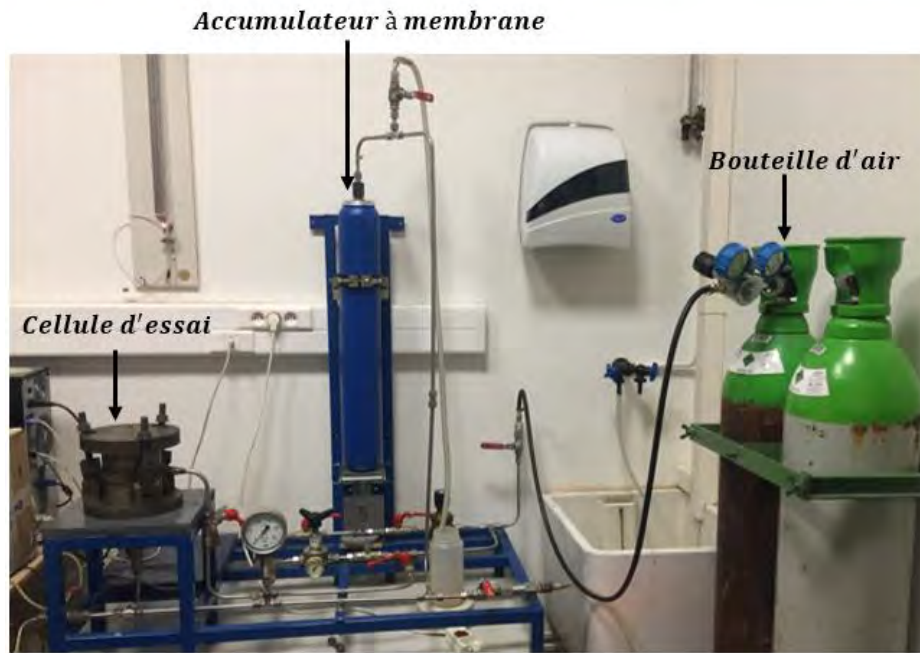


Figure II-9 : Dispositif pour les essais de perméabilité au liquide

II.4 Méthodologie de détermination des profils de teneur en eau à partir de la résistivité électrique

II.4.1 Principe de mesure de la résistivité

La résistance électrique R (Ohm) est mesurée directement par l'appareil de test en appliquant la loi d'Ohm. En administrant un courant I (A) entre les deux sections d'un échantillon à l'aide d'électrodes d'injection, une chute de potentiel ΔV (V) est mesurée entre ces deux électrodes permettant ainsi de déduire la résistance électrique globale de l'éprouvette (Figure II-10). La résistivité globale de l'échantillon ρ (Ohm.m) est ensuite évaluée en prenant en compte un facteur géométrique qui dépend de la forme de l'éprouvette et de la position des électrodes. Nous rappelons comme évoqué en partie I.4.5.1 que les mesures réalisées dans le cadre de cette thèse correspondent à des valeurs de résistivités apparentes. L'équation (1) décrit la relation entre la résistivité et la résistance :

$$\rho = k \cdot R = k \cdot \frac{\Delta V}{I} \quad \text{With } k = \frac{A}{L} \quad (\text{II-8})$$

Où R est la résistance du béton ; k (m) est un facteur géométrique qui dépend de la taille et de la forme de l'échantillon ainsi que de la distance entre les électrodes du dispositif de mesure ; A (m²) est la surface de la section transversale et L (m) est la longueur de l'échantillon.

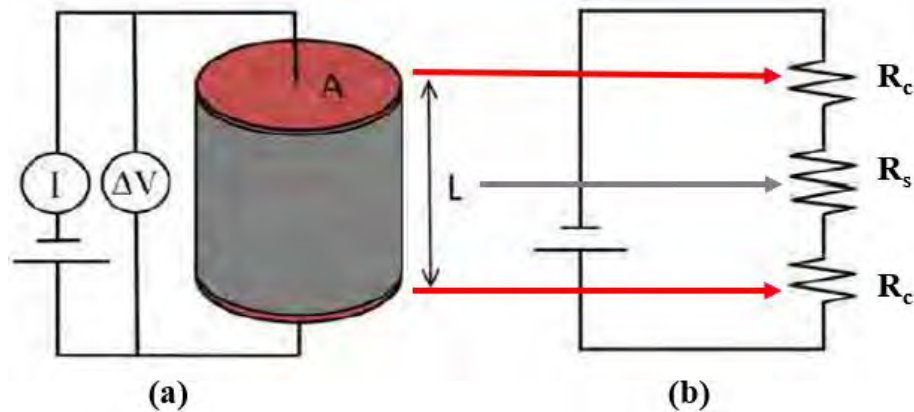


Figure II-10 : Mesure de la résistivité montrant un diagramme (a) de l'application de la loi d'Ohm pour les échantillons de section transversale uniforme et (b) de la résistance de contact et de l'échantillon [33].

La Figure II-10 montre une incertitude sur la résistance de l'échantillon (R_s) due à une résistance de contact (R_c) qui se produit à l'interface électrode-échantillon. R_c est fonction de l'état de surface et du taux d'humidité de l'échantillon. C'est à cette interface que se passe le passage du mode de conduction du courant électrique qui est de type électronique dans les électrodes au mode électrolytique au sein du matériau.

Plusieurs approches ont été suggérées pour améliorer le contact entre les électrodes et le béton, comme le recouvrement de la surface avec des éponges humides, des gels conducteurs, des solutions électrolytiques ou des peintures conductrices (Du Plooy *et al.*, 2013 ; Nguyen, 2016). Une étude préliminaire adaptée à notre problématique a permis de choisir dans le cadre de ce travail les peintures conductrices à base de cuivre et les éponges humides comme moyens de réduction de la résistance de contact.

Plusieurs configurations ont été utilisées dans cette étude afin d'obtenir un maximum d'informations sur les échantillons investigués. Les mesures globales de résistivité permettent de rendre compte de la teneur en eau globale des échantillons. L'évolution locale de la teneur en eau à travers l'échantillon est évaluée par des mesures locales de résistivité.

II.4.2 Modélisation du facteur géométrique

L'évaluation analytique du facteur géométrique dérivé de la loi d'Ohm (Equation (II-8)) est uniquement applicable lorsque le courant est imposé sur des plaques d'électrodes dont la section transversale est au moins égale à celle de l'échantillon. Pour toutes les autres configurations, une modélisation numérique réalisée sur le logiciel commercial d'éléments

finis COMSOL Multiphysics est nécessaire afin de retrouver les facteurs géométriques correspondants. Les simulations sont réalisées avec le module courant électrique AC/DC utilisé pour calculer les distributions de champ électrique, de courant et de potentiel dans les milieux conducteurs dans des conditions où les effets inductifs sont négligeables, c'est-à-dire lorsque la profondeur de la paroi est plus importante que l'appareil étudié. L'interface physique résout une équation de conservation du courant basée sur la loi d'Ohm (Equations (II-9), (II-10) et (II-11)) en utilisant le potentiel électrique scalaire comme variable dépendante. Une étude de sensibilité nous a permis de choisir un maillage adapté dont la taille maximale de tétraèdre est de 0,5 mm sur les dispositifs de mesure et 4 mm sur les éprouvettes de béton.

$$\Delta \cdot J = Q_j \quad (II-9)$$

$$J = \sigma E + J_e \quad (II-10)$$

$$E = -\nabla V \quad (II-11)$$

Avec

J : densité de courant électrique (A/m)

σ : conductivité électrique (S/m)

E : champs électrique (V/m)

V : potentiel électrique (V)

Q_j : Terme source (W)

Les conditions aux limites sont des flux de courant nuls sur tous les bords pour simuler une isolation parfaite. Le milieu est considéré homogène et de dimension correspondant à l'échantillon étudié. Afin de modéliser le facteur géométrique des électrodes représentées en respectant leur géométrie et leur positionnement sur les échantillons, l'approche proposée par Marescot *et al.* (Marescot *et al.*, 2006) est considérée :

$$k = \rho_m \cdot \frac{I_m}{\Delta V_m} \quad (II-12)$$

ρ_m , I_m et ΔV_m sont respectivement la résistivité, l'intensité de courant et la différence de potentiel pour un modèle géométriquement identique à l'échantillon. En assignant au milieu une résistivité $\rho_m = 1 \Omega.m$ et en injectant un courant $I_m = 1 A$, l'expression du facteur

géométrique se déduit de la mesure de la différence de potentiel à partir de la relation suivante :

$$k = \frac{1}{\Delta V_m} \quad (\text{II-13})$$

II.4.3 Essais préliminaire et mise au point de dispositifs de mesure

L'étude bibliographique nous a permis de choisir dans le cadre de nos travaux, une première méthode par résistivité électrique. La sensibilité de cette méthode par rapport à de nombreux paramètres a été également mise en évidence. De ce fait, des essais préliminaires ont été conduits dans le but de tester différentes configurations de mesure et choisir la plus stable et qui soit la plus adaptée à notre étude.

❖ Courant d'injection

Plus généralement, le courant alternatif est utilisé pour les mesures de résistivité électrique du béton car ce mode d'injection permet d'éviter la polarisation des électrodes. Dans ses travaux, Nguyen (Nguyen, 2016) a utilisé un générateur de courant qui permet à l'opérateur de relever les intensités de courant correspondant au potentiel imposé. Ces valeurs évoluent légèrement avant de se stabiliser. Ainsi, en fonction de l'opérateur, des valeurs légèrement différentes peuvent être relevées. Ayant constaté cette légère dépendance de l'opérateur, nous avons testé un autre type de mesure permettant de récupérer de manière automatique les valeurs d'intensité. Ceci afin de réduire les facteurs influant la mesure de résistivité.

Nous avons donc effectué des mesures en courant continu grâce au potentiostat (Figure II-11). Pour ces mesures, le premier pic de courant obtenu correspond au courant dépourvu des problèmes de polarisation. On constate en Figure II-12 qu'après le premier pic, le courant commence à diminuer dans le temps du fait de l'apparition du phénomène de polarisation. Les mesures sont effectuées au potentiostat afin de récupérer l'intensité de courant correspondant au premier pic qui apparaît dans les premières millisecondes. La résistivité est évaluée à partir des intensités relevées en imposant au moins 3 potentiels différents. Les résultats obtenus en courant continu donnent les mêmes valeurs que ceux obtenus en courant alternatif. En prenant en compte cela et aussi le fait que la mesure en courant alternatif

permet aussi d'assurer une bonne répétabilité (cf. II.4.4.2.2) avec un temps de traitement des données plus rapide, nous avons retenu cette dernière méthode pour la suite de l'étude.



Figure II-11 : Dispositif de mesure de résistivité au potentiostat sur un béton B1

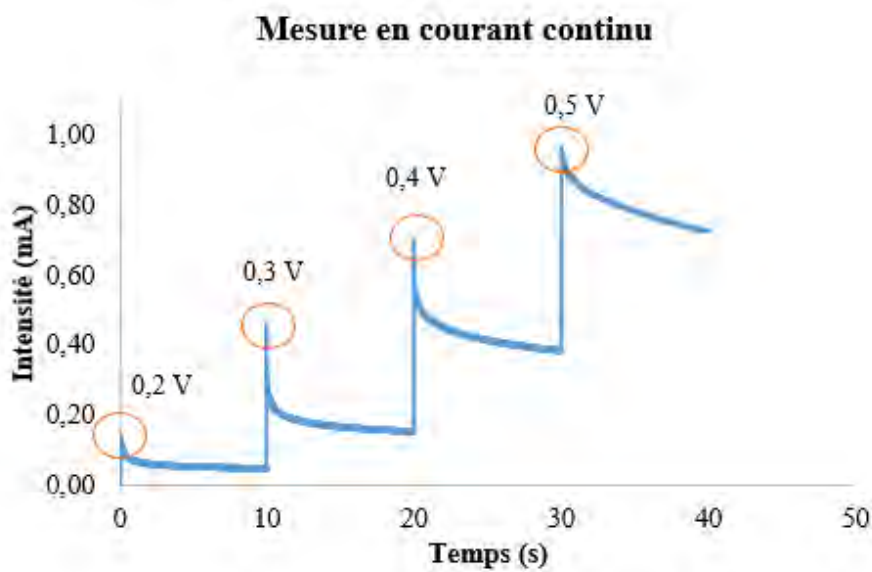


Figure II-12 : Intensité en fonction du potentiel imposé et du temps sur un B1 en sortie de cure humide

❖ Résistance de contact

Une des difficultés principales de la mesure de résistivité sur matériaux cimentaires est d'assurer le bon contact entre les électrodes et l'éprouvette. Dans la plupart des études retrouvées dans la littérature (Du Plooy *et al.*, 2013, Presuel-Moreno *et al.*, 2013, McCarter *et al.*, 2015, Chen *et al.*, 2014), une humidification de la surface de mesure est nécessaire afin d'assurer un bon contact électrode-béton (emploi d'éponges humidifiées ou de gel conducteur). Pour notre étude du suivi de rééquilibrage, cette humidification va engendrer un

apport d'eau qui pourrait modifier les profils hydriques et être préjudiciable à l'interprétation des résultats obtenus.

Nous avons donc essayé plusieurs dispositifs permettant de nous affranchir de cette humidification. Dans un premier temps, nous avons utilisé comme interface de contact électrode-béton un disque en caoutchouc percé et enrobé de peinture conductrice (Annexe 2), le caoutchouc permettant une bonne application de l'électrode sur la surface de l'échantillon et la peinture assurant la continuité électrique (Figure II-13). Nous avons aussi utilisé un gel conducteur à base d'hydroxyde de potassium (KOH) utilisé pour assurer le contact entre électrodes et surface du corps d'épreuve. Nous avons choisi de tester ce gel car il est très conducteur grâce à sa forte alcalinité et il reste en surface du matériau ne modifiant pas ou très peu l'état de saturation au sein de ce dernier.



Figure II-13 : Caoutchouc enrobé de peinture conductrice

Le Tableau II-5 nous montre les résultats obtenus sur un même matériau pour trois types d'interface de contact (caoutchouc peint, éponge humidifiée, gel conducteur). On remarque la forte résistance créée par le système pour le caoutchouc enrobé de peinture conductrice. Cela pourrait s'expliquer par le fait que la conduction du courant électrique est électrolytique au sein de l'éponge humide tout comme le matériau ausculté. Il n'y a donc pas de changement de mode de conduction à l'interface béton/éponge humide contrairement à l'interface béton/caoutchouc enrobé de peinture conductrice. En effet, la peinture conductrice étant constituée d'éléments métalliques, la conduction au sein de cette dernière est de type électronique. Ce changement de mode à l'interface pourrait aussi justifier la présence plus ou moins importante de la résistance de contact.

Tableau II-5 : Influence de l'interface de contact sur les résultats de résistivité pour un béton B1 en sortie de cure humide

Type d'interface	Caoutchouc peint	Éponge humidifiée	Gel conducteur
Résistivité (Ohm.m)	388	74	68

L'utilisation du caoutchouc enrobé de peinture conductrice ne permettant pas d'assurer un bon contact électrode-béton, nous avons opté pour un système qui consiste à appliquer de la peinture conductrice directement sur la surface de l'échantillon. Différentes configurations décrites dans le

Tableau II-6 ont été testées sur un même béton afin d'améliorer la qualité du contact béton-électrode (Figure II-14).

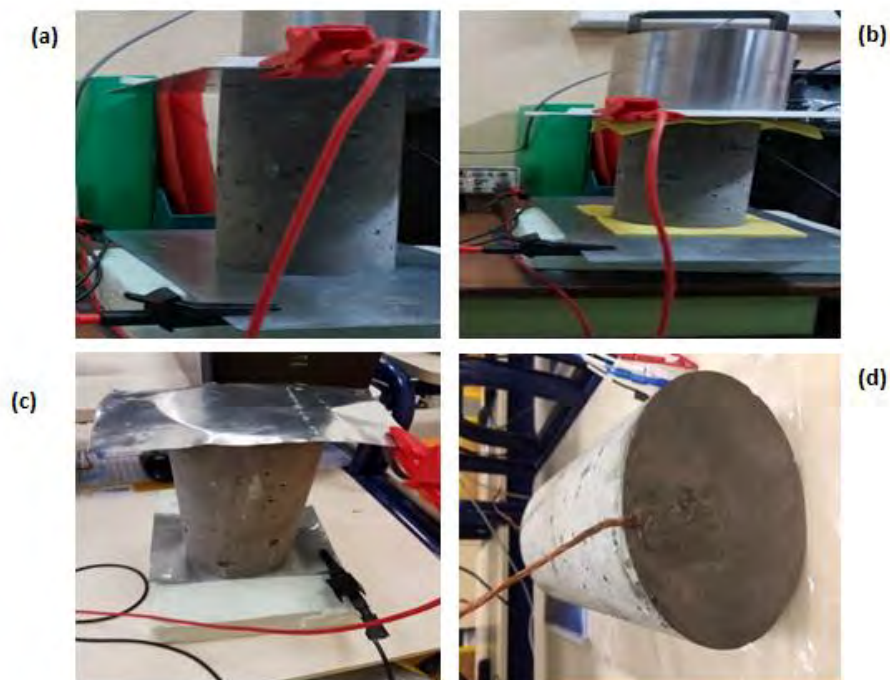
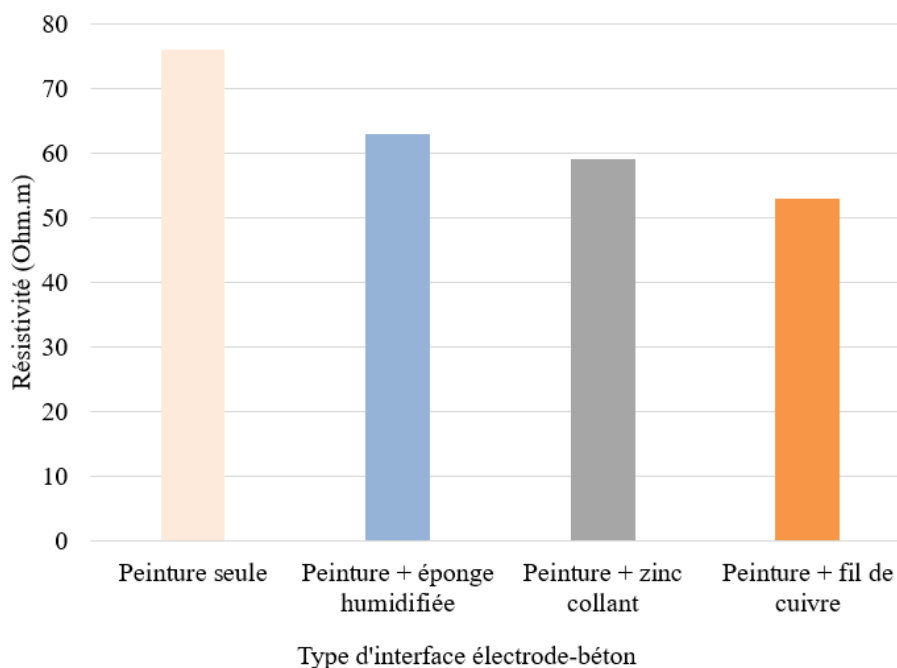


Figure II-14 : Différentes configurations de mesure de résistivité testées sur un béton B1 en sortie de cure humide

**Tableau II-6 : Valeurs de résistivité en fonction du type d'interface électrode-béton pour un béton B1 en
sortie de cure humide**

Interface béton- électrodes	Explication de la configuration	Résistance (Ohm)	Résistivité (Ohm.m)
(a) Peinture seule	Seule la peinture sur la surface du béton constitue l'interface entre les électrodes en plaque d'acier et le béton	1668	76
(b) Peinture + Éponge Humidifiée	En plus de la peinture, l'éponge humide aussi est utilisée comme interface entre les électrodes en plaque d'acier et le béton	13858	63
(c) Peinture +zinc collant	En plus de la peinture, une plaque de zinc est collée à la surface du béton tout en jouant le rôle d'électrodes	1306	59
(d) Peinture +fil de cuivre	Des fils de cuivre jouant le rôle d'électrodes sont noyés dans la peinture sur la surface du béton	1174	53



**Figure II-15 : Histogramme des valeurs de résistivité en fonction du type d'interface électrode-béton B1 pour
un béton en sortie de cure humide**

Ces résultats (

Tableau II-6 et Figure II-15) montrent que les résistances de contact sont moindres lorsqu'on couple l'utilisation des fils de cuivre avec de la peinture conductrice permettant une meilleure adhérence à la surface du matériau testé. Etant donné que dans nos expériences, le transfert s'effectue par les bases circulaires des éprouvettes cylindriques, nous ne pouvons pas appliquer de peinture sur ces faces. Cependant, nous allons utiliser le couplage fils de cuivre et peinture conductrice pour développer un nouveau dispositif de mesure sur la face latérale des éprouvettes. Ce dispositif est présenté en partie II.4.4.

❖ Température et degré de saturation

En général, d'après (Millard, 1991) plus la température est haute plus la résistivité est faible en raison de l'augmentation de la mobilité des ions dans la solution porale. En effet, comme nous l'avons évoqué en partie I.4.5.2 les mécanismes de conduction ioniques constituent le principal mode de transport du courant dans le béton. De même, la résistivité du béton étant fortement conditionnée par sa phase liquide, une diminution de la teneur en eau entraîne l'augmentation de la résistivité. Des essais de mesure de résistivité ont été menés en fonction de la température et du degré de saturation pour faire ressortir les évolutions en fonction de ces paramètres. Le béton initialement en sortie de cure est séché progressivement pour atteindre différents états de saturation et les mesures de résistivités sont réalisées après une phase de re-répartition de l'eau.

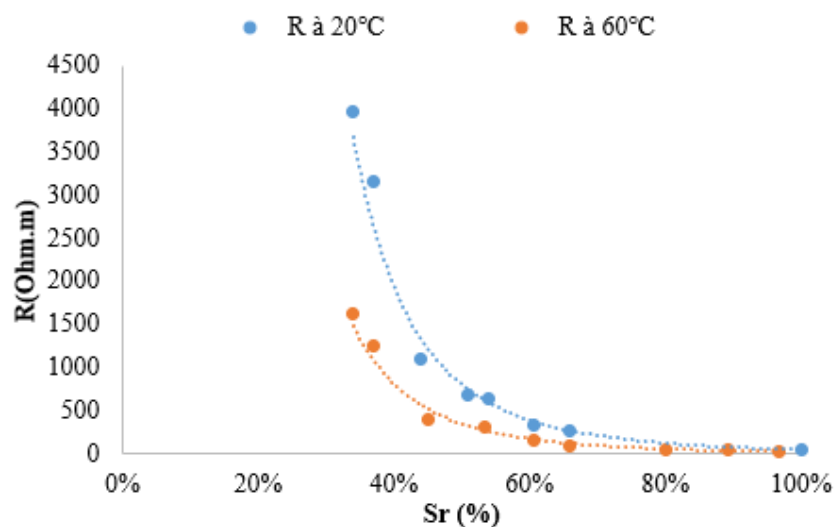


Figure II-16 : Résistivité en fonction de la teneur en eau et de la température pour un béton B1 en sortie de

cure humide

La Figure II-16 montre que la résistivité augmente fortement avec la diminution du degré de saturation jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de continuité de la phase liquide (à environ 30 % de saturation) limitant ainsi les mesures. Cette même évolution a été mise en évidence par (Lopez et Gonzalez, 1993, Laurens *et al.*, 2005). De plus, il ressort de ce graphique, une diminution de la résistivité avec l'augmentation de la température. Cet effet est dû à l'influence de la température sur la mobilité des ions et sur la thermodynamique des réactions ion-ion et ion-solide dans la matrice cimentaire et dans la solution interstitielle (Polder *et al.*, 2000). On remarque aussi que l'effet de la température varie suivant l'état hydrique du béton. En effet, la diminution de la résistivité avec l'augmentation de la température est d'autant plus accentuée lorsque l'état de saturation du béton est faible. Dans (Polder *et al.*, 2000) cette même tendance est expliquée par le fait qu'à une humidité relative plus faible la solution interstitielle est plus concentrée et se trouve dans les pores plus petits. La surface de contact du liquide aux pores est donc plus élevée et par conséquent l'interaction entre le solide et les ions est plus forte. Il faudra donc assurer l'ensemble des essais à une même température afin de pouvoir comparer l'évolution de la résistivité en fonction de la saturation. Ainsi, dans la suite de cette étude, tous les essais sont réalisés une fois que les corps d'épreuve reviennent à la température ambiante de $20^{\circ}\text{C} \pm 2$ en salle climatisée.

❖ Sondes thermo-hygrométriques (THR)

Afin d'évaluer les gradients de teneur en eau suivant l'épaisseur des matériaux, l'étude bibliographique nous a permis d'identifier l'utilisation des sondes thermo-hygrométriques (THR) (Abraham et Métais, 2015 ; Balayssac *et al.*, 2015 ; Khelidj *et al.*, 2002). Dans (Khelidj *et al.*, 2002) les sondes THR sont introduites dans des réservations faites dans les corps d'épreuves à ausculter puis les réservations sont colmatées de façon à les rendre bien étanches. Pour tenter d'être plus représentatif de l'humidité des corps d'épreuve, nous avons testé un dispositif dans lequel les sondes sont directement noyées dans le béton lors du coulage (Figure II-17). Sur la base du projet national collaboratif EvadéOS (EvadéOS, 2015), nous avons choisi une première catégorie de sonde de marque « Honeywell ». Afin d'évaluer la variabilité associée au type de capteur, une seconde catégorie de sonde de marque « TE Connectivity » a été utilisée dans ce travail. Les fiches techniques des deux types de capteur

THR sont fournies en Annexe 3. Avant la mise en place des capteurs, plusieurs calibrations dans des dessiccateurs au-dessus de solutions salines saturées ont été réalisées pour s'assurer que les mesures d'humidité relative soient correctes.

Après 28 jours de cure, les échantillons de béton B1 sont étanchés sur la face latérale avec de la résine puis soumis à un séchage à 40°C. Après 3 mois de séchage, les sondes indiquent toujours des humidités relatives supérieures à 100% quel que soit leur positionnement or le suivi de masse indique, quant à lui, un état de saturation moyen de l'échantillon de l'ordre de 60%. Même si certaines sondes ont été protégées de l'eau liquide à l'aide d'une membrane de type Goretex, elles renvoient aussi 100% d'humidité relative après plusieurs mois de séchage. D'autres sondes ont cessé de fonctionner car elles ne fournissaient plus aucun signal. Il semble donc que les sondes d'hygrométrie ne soient pas adaptées lorsqu'il s'agit de les noyer directement dans le béton. Nous avons donc écarté leur utilisation et opté pour l'utilisation d'un nouveau dispositif de mesure de résistivité par capteur en circuit imprimé pouvant être noyé dans le béton (cf. II.4.5).



Figure II-17 : Mise en place des sondes noyées dans le béton B1

II.4.4 Mesure locale de la résistivité par anneaux de cuivre

II.4.4.1 Configuration et protocole de mesure

Un dispositif inspiré de la cellule de résistivité multi-anneaux développée par Du Plooy *et al.* (Du Plooy *et al.*, 2013) est mis au point pour évaluer, en plus de la résistivité globale, l'évolution locale de la résistivité à travers les corps d'épreuve. Le nouveau dispositif développé dans cette étude se compose d'anneaux en fil de cuivre d'une largeur de 0,2 cm uniformément espacés sur toute la hauteur de l'échantillon à des intervalles de 2 cm, permettant ainsi de mesurer la chute de potentiel entre deux électrodes d'anneaux quelconques (Figure II-18(a)). Une peinture conductrice à base de cuivre appliquée sur l'interface anneau-béton réduit la résistance de contact (R_c) en assurant un contact électrode-béton meilleur et continu. Du ruban adhésif est placé entre chaque anneaux afin d'assurer une bonne application de cette peinture uniquement sur le contour des anneaux (Figure II-18(b)). Le ruban adhésif est retiré une fois que la peinture à fait prise au bout de 24 heures.



(a: Mise en place des anneaux de cuivre)



(b: Mise en place de ruban adhésif entre anneaux afin d'appliquer la peinture uniquement sur les surfaces latérales en contact avec les anneaux)



(c: Après application de la peinture aux interfaces anneaux-béton, la résine est appliquée sur toute la surface latérale)

Figure II-18 : Mise en place des anneaux de cuivre (a), préparation des éprouvettes pour l'application de la peinture conductrice (b) et dispositif final (c).

Le dispositif quadripolaire de type Wenner a été utilisé pour les configurations de mesure par anneaux de cuivre, avec deux électrodes extérieures injectant le courant (appelées « électrodes d'injection ») et deux électrodes intérieures (appelées « électrodes de potentiel ») permettant la mesure de la différence de potentiel. Les électrodes d'injection (qui sont des plaques métalliques de section transversale au moins égale à la section des échantillons) restent immobiles alors que les électrodes de potentiel sont placées le long de la hauteur des échantillons. Des éponges humides ont été utilisées pour assurer un meilleur contact entre le béton et les électrodes d'injection connectées à un générateur. Le courant utilisé dans la campagne expérimentale est un courant alternatif à une fréquence de 15 Hz. La Figure II-19 montre l'ensemble du dispositif de mesure avec une masse constante placée sur l'électrode d'injection supérieure pour assurer un contact uniforme. Pour toutes les configurations, la profondeur de la mesure de résistance est estimée au milieu des électrodes où le potentiel est mesuré.

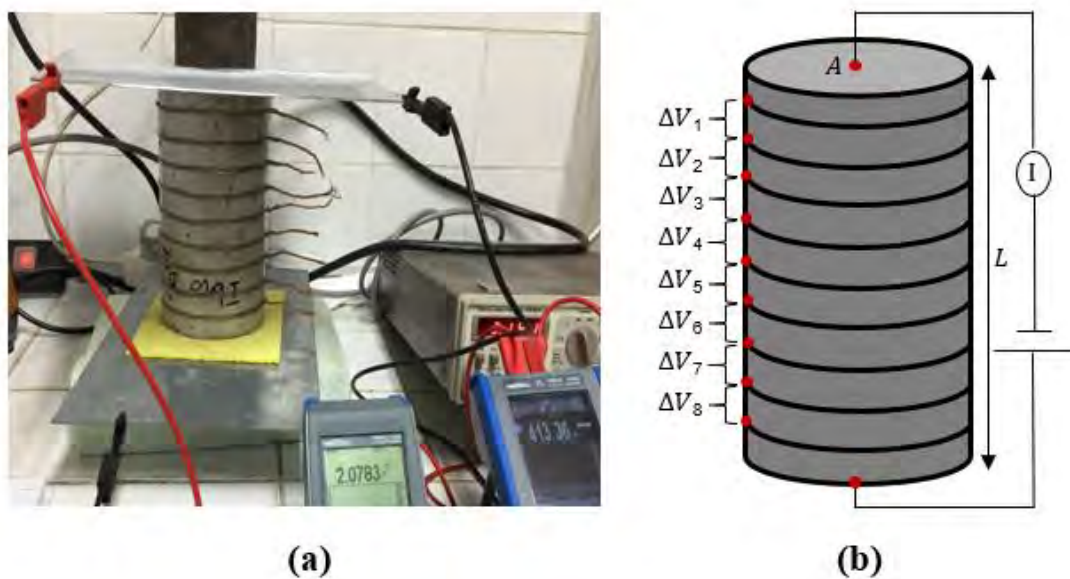


Figure II-19 Dispositif de mesure de résistivité (a) et principe de mesure (b) avec anneaux en cuivre

II.4.4.2 Validation du dispositif de mesure par anneaux de cuivre

Afin de valider le dispositif de mesure par anneaux de cuivre, l'aptitude à mesurer la résistivité avec une moindre variabilité a été évaluée. Pour cela, des échantillons saturés de béton B1 de dimension cylindrique $\varnothing 11,2 \times 20$ cm en sont instrumentés. A partir des gammes de résistivités fournies dans la littérature pour différents types de béton, une première appréciation peut être apportées sur la pertinence du dispositif. En plus de cela, la résistivité

globale des échantillons pouvant être évaluée à partir de la méthode par transmission communément utilisée, nous pouvons par comparaison évaluer notre dispositif.

II.4.4.2.1 Facteur géométrique

Un modèle par éléments finis dont la géométrie et la configuration des électrodes sont identiques à prototype expérimental est réalisé avec une résistivité assignée $\rho_m = 1 \Omega.m$ et en injectant un courant $I_m = 1 A$ (Figure II-20). La différence de potentiel mesurée entre les anneaux permet de déduire le facteur géométrique numérique qui est validé par comparaison aux valeurs analytiques.

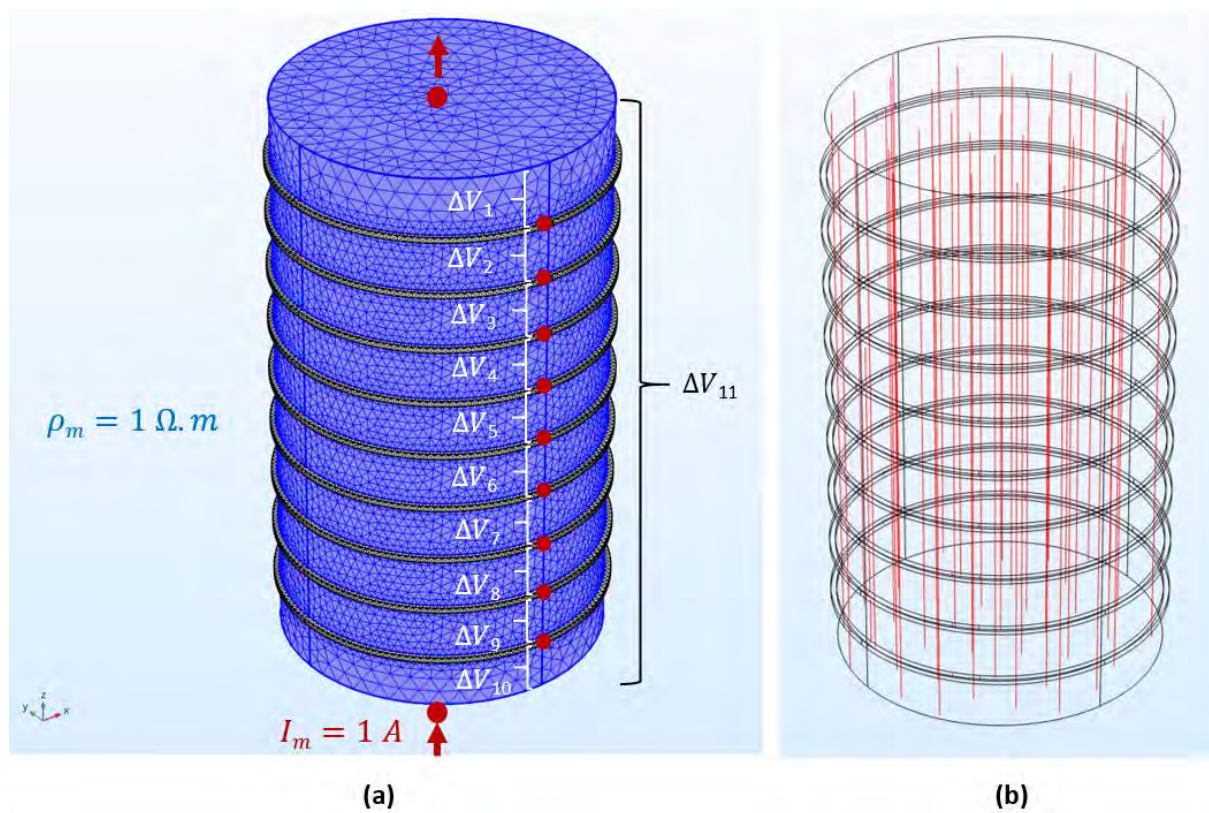


Figure II-20 : Modélisation numérique du dispositif de mesure par anneaux de cuivre montrant les conditions imposées (a) ainsi que l'allure des lignes de courant (b).

Le courant injecté sur les deux surfaces transversales génère des lignes de courant pratiquement parallèle pour toutes les positions de mesure. Le Tableau II-7 présente les facteurs géométriques analytiques et numériques pour chaque position de mesure. Le pourcentage de différence entre ces deux approches reste inférieur à 0,2 % pour toutes les positions de mesure entre anneaux ou entre électrodes d'injection. Du Plooy *et al.* (Du Plooy

et al., 2013) ont trouvé pour des configurations similaires des pourcentages de différence allant jusqu'à 1,85%. On obtient de faibles pourcentages de variation entre les facteurs géométriques analytiques et issues de la modélisation avec une valeur maximale de 0,18. Ces faibles variations qui peuvent provenir d'erreurs numériques associées à l'incorporation des anneaux sur la surface de l'échantillon confirment la validité du facteur géométrique modélisé qui converge correctement vers le facteur géométrique analytique.

Tableau II-7 : Comparaison entre facteurs géométriques analytiques et ceux issus de la modélisation

Position de mesure	Facteur géométrique (m)		Variation (%)
	Analytique (ka)	Modélisé (Km)	
ΔV_1	0,4691	0,4692	0,021
ΔV_2	0,4926	0,4935	0,174
ΔV_3	0,4926	0,4933	0,150
ΔV_4	0,4926	0,4933	0,150
ΔV_5	0,4926	0,4933	0,144
ΔV_6	0,4926	0,4933	0,145
ΔV_7	0,4926	0,4933	0,150
ΔV_8	0,4926	0,4933	0,150
ΔV_9	0,4926	0,4935	0,189
ΔV_{10}	0,5185	0,5187	0,039
ΔV_{11}	0,0493	0,0493	0,130

II.4.4.2.2 Analyse des mesures

Les facteurs géométriques modélisés sont appliqués aux valeurs de résistance relevées grâce au dispositif expérimental pour obtenir les résistivités entre chaque position de mesure. La Figure II-21 montre les valeurs de résistivité en fonction des positions de mesure pour le béton B1 à base de CEM I 52.5. Il ressort à travers ces graphiques que les valeurs de résistivités locales (ΔV_1 à ΔV_{10}), et globales (ΔV_{11}) restent dans la gamme de résistivités fournies par Polder (Polder, 2001) et Nguyen (Nguyen, 2016). En effet, ces auteurs trouvent pour des bétons à base de CEM I à l'état saturé des valeurs de résistivité autour de 50 Ohm.m.

Les essais réalisés sur 3 échantillons permettent d'évaluer la variabilité entre échantillon qui prend en compte non seulement la variabilité en termes de caractéristiques des matériaux (porosité, connectivité, tortuosité...) mais aussi les différentes conditions de contact entre chaque opération de mesure. Le coefficient de variation entre les 3 échantillons testés oscille entre 2,46 % et 5,43 % pour les mesures globales et entre 0,25 % et 10,87 % pour les mesures locales avec un écart type compris entre 1,52 et 6,51 Ohm.m. Aussi, sur chaque échantillon testé, l'écart type calculé sur toute la profondeur est compris entre 5,61 et 7,05 Ohm.m et le coefficient de variation spatiale des mesures locales entre anneaux de cuivre (ΔV_2 à ΔV_9), varie de 7,05 % à 9,50 %. Ces coefficients de variation obtenus entrent dans la gamme des valeurs reportées dans la littérature par Du Plooy *et al.* (Du Plooy *et al.*, 2013) qui trouvent des valeurs variant de 0,8 % à 10,5 % et Morris *et al.* (Morris, Moreno et Sagüés, 1996b) qui trouvent des valeurs variant de 4 % à 11 %.

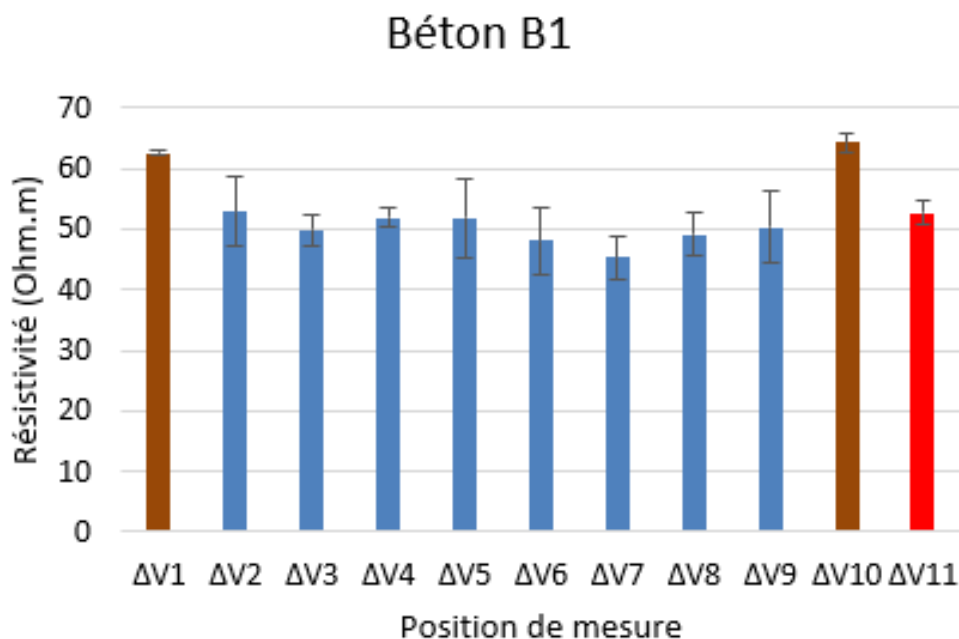


Figure II-21 : Résistivité en fonction des positions de mesure pour 3 bétons B1 totalement saturés

On remarque aussi sur tous les échantillons que les mesures locales entre anneaux et électrodes d'injection présentent des résistivités plus élevées. Comme évoqué dans la section I.4.5, l'existence d'une résistance de contact à l'interface électrode-béton justifie l'augmentation de la résistivité dans ces zones. Il nous faudra donc être vigilant quant à l'interprétation des valeurs de résistivité obtenues sur les bords des échantillons.

II.4.4.2.3 Calibration de la résistivité par anneaux de cuivre

Afin de calibrer les mesures par anneaux de cuivre, la relation entre la résistivité et le degré de saturation est établie expérimentalement. Les éprouvettes de béton sont conditionnées à différents degrés de saturation. Pour déterminer la résistivité électrique correspondante, nous avons utilisé la méthodologie par anneaux de cuivre présentée dans les paragraphes précédents. Ainsi, pour chaque degré de saturation globale donné, nous considérons une résistivité globale correspondant à la moyenne des résistivités mesurées entre les anneaux de cuivre sur toute la hauteur des échantillons. Les courbes de calibration résistivité en fonction du degré de saturation sont présentées en Figure II-22 pour le béton B1 et Figure II-23 pour le béton B2. Ces courbes sont valables pour nos matériaux dont l'état de saturation après séchage est resté au-dessus de 70% S_r . Pour le béton B1, la courbe présentée en Figure II-22 se superpose à celle présentée en Figure II-16 obtenu sur d'autres bétons B1. Ainsi, pour des états de saturation plus faibles, pour le béton B1, la courbe présentée en Figure II-16 peut être utilisée car elle présente une loi d'évolution sur un domaine de saturation plus large allant jusqu'à 30% S_r .

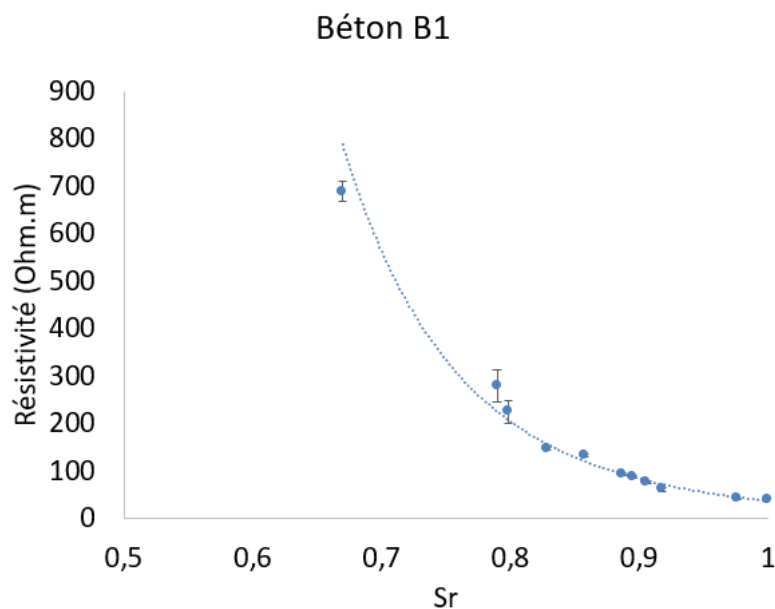


Figure II-22 : Courbe de calibration de la résistivité en fonction du degré de saturation pour le béton B1

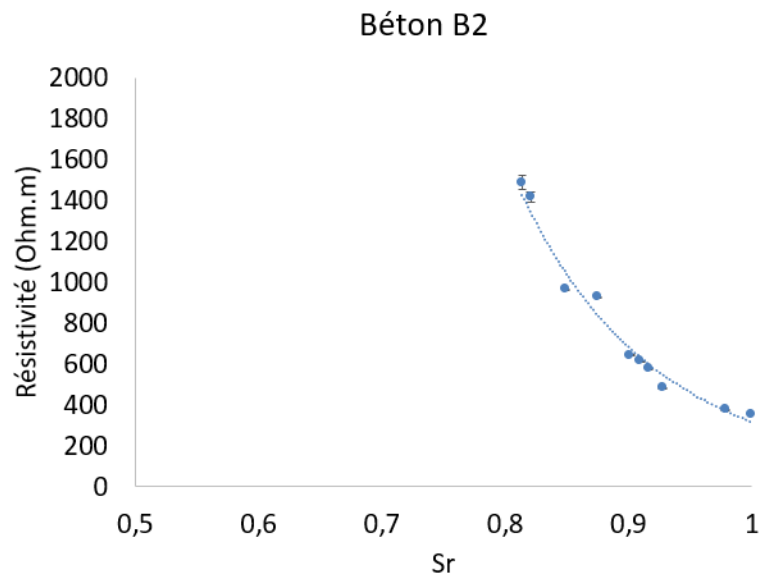


Figure II-23 : Courbe de calibration de la résistivité en fonction du degré de saturation pour le béton B2

II.4.5 Mesure locale de la résistivité par capteurs en circuit imprimé

II.4.5.1 Configuration et protocole de mesure

Des capteurs en circuit imprimé sont mis en place au cœur des échantillons au cours du coulage. Ces capteurs nous ont été fournis par les équipes de l'IFSTTAR que nous remercions ici et qui ont bien voulu nous permettre de les utiliser alors même qu'ils étaient encore en cours de développement. Ce capteur développé dans le cadre des travaux de Badr *et al.* (Badr *et al.*, 2019) se compose de 19 électrodes, chacune ayant une dimension de 5 x 1,5 mm² et disposées en quinconce de part et d'autre du circuit. Un boîtier contenant 19 entrées et connecté au circuit imprimé par l'intermédiaire d'un câble DB25 permet de solliciter les différentes électrodes. L'espacement entre les électrodes est de 2 cm de chaque côté du capteur. Afin d'augmenter la résolution à travers la profondeur, les lignes d'électrodes droites et gauches sont décalées de manière à placer une électrode tous les centimètres (Figure II-24).

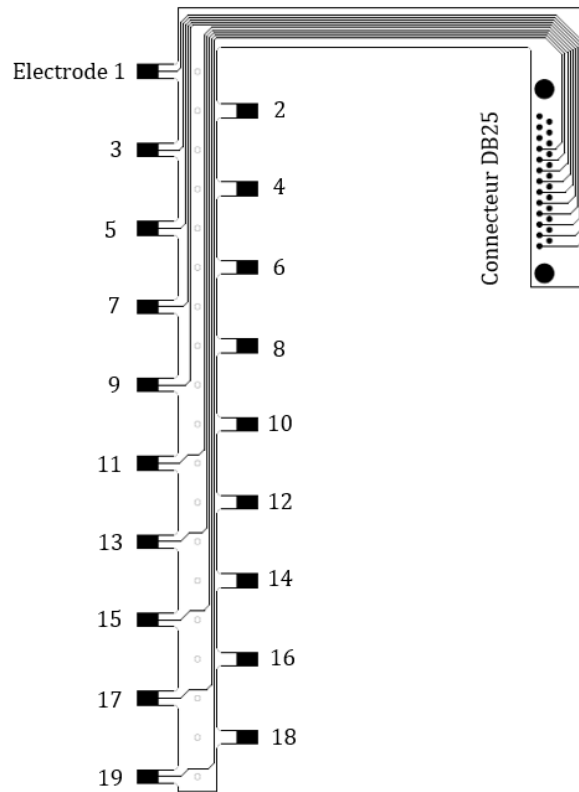


Figure II-24 : Capteur en circuit imprimé comportant 19 électrodes disposées en quinconce

Le dispositif bipolaire a été utilisé pour les configurations de mesure par capteurs en circuit imprimé, avec deux électrodes connectées à un résistivimètre, formant avec le matériau un seul circuit (Figure II-25). Le résistivimètre fournit directement les valeurs de résistance par application de la loi d'Ohm grâce aux mesures d'intensité et de différence de potentiel. Les mesures sont réalisées entre deux électrodes consécutives de part et d'autre du capteur. Pour toutes les configurations, la profondeur de la mesure de résistance est estimée au milieu des électrodes où le potentiel est mesuré.

Ce dispositif a été choisi afin de diversifier les techniques de mesures mais aussi parce que l'étude préalable réalisée avec le dispositif Wenner sur les capteurs en circuit imprimé a révélé de nombreux sauts de mesure. L'appareil de mesure de type résistivimètre TIGRE ne parvenait pas à fournir les résultats de la plupart des configurations testées. Cette incompatibilité est sûrement associée à l'électronique même des capteurs puisque Badr *et al.* (Badr *et al.*, 2019) ont réussi à utiliser cet appareil avec une meilleure compatibilité.



Figure II-25 Instrumentation (a) et dispositif de mesure de résistivité (a) avec capteurs en circuit imprimé

II.4.5.2 Validation du dispositif de mesure par capteurs en circuit imprimé

Afin de valider le dispositif de mesure par capteurs en circuit imprimé, l'aptitude à mesurer la résistivité correspondant à un milieu donné a été évaluée. Puisqu'il s'agit d'un nouveau dispositif en cours de développement dans le cadre des travaux de Badr *et al.* (Badr *et al.*, 2019), nous avons dans un premier temps testé sa pertinence en solutions avant de procéder à des tests sur des bétons. Pour cela, les capteurs ont été testés dans des moules cylindriques Ø 11,2 x 22 cm remplis de solutions de chlorures de sodium NaCl dosées à 10, 30 et 60 mg/l. Les dosages ont été choisis de telle sorte que la résistivité de ces solutions soit équivalente à la gamme de résistivité des bétons d'étude. La résistivité de ces solutions peut être évaluée à partir de mesures de conductivité (inverse de la résistivité) effectuées grâce à un conductimètre de laboratoire ayant une précision inférieure à 0,5% de la plage de mesure (Figure II-26). Cet appareil de la marque HACH permet de mesurer des conductivités comprises entre 0,01 $\mu\text{S}/\text{cm}$ et 500 mS/cm pour des températures ambiantes allant de 0 à 40°C. Les mesures sont effectuées après une phase d'étalonnage sur des solutions de conductivités connues.

Cette campagne de test permettra d'évaluer la capacité des capteurs à rendre compte de la résistivité et de son évolution en milieux saturés. De ce fait, le facteur géométrique modélisé pourra également être validé.



Figure II-26 : Appareil de mesure de la conductivité de solutions

II.4.5.2.1 Facteur géométrique

Un modèle par éléments finis dont la géométrie et la configuration des électrodes sont identiques au prototype expérimental est réalisé avec une résistivité assignée $\rho_m = 1 \Omega.m$ et en injectant un courant $I_m = 1 A$ (Figure II-27 (a)). La différence de potentiel mesurée entre les électrodes permet de déduire le facteur géométrique numérique qui est validé grâce aux essais en solutions.

On remarque en Figure II-27 (b) que le courant injecté entre les deux électrodes de mesure génère des lignes de courant curvilignes. L'évaluation analytique du facteur géométrique dérivé de la loi d'Ohm n'est donc pas valide pour ce type de dispositif. Le

Tableau II-8 présente les facteurs géométriques numériques pour chaque position de mesure.

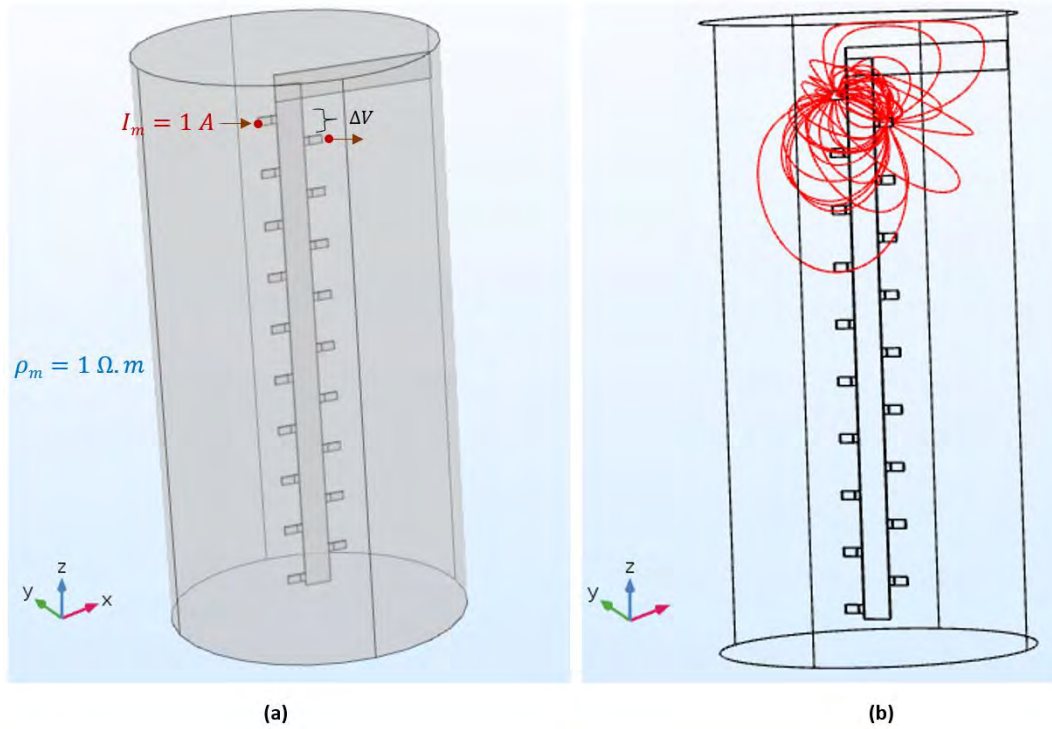


Figure II-27 : Modélisation numérique du dispositif de mesure par capteurs en circuit imprimé montrant les conditions imposées (a) ainsi que l'allure des lignes de courant (b).

Tableau II-8 : Facteurs géométriques issus de la modélisation

Position	Facteur géométrique (m)
ΔV_1 (Entre électrodes 1 et 2)	0,0111
ΔV_2 (Entre électrodes 2 et 3)	0,0111
ΔV_3 (Entre électrodes 3 et 4)	0,0111
De ΔV_4 à ΔV_{17}	0,0112
ΔV_{18} (Entre électrodes 18 et 19)	0,0111
ΔV_{19} (Entre électrodes 1 et 19)	0,0093

II.4.5.2.2 Analyse des mesures

Les facteurs géométriques modélisés sont appliqués aux valeurs de résistance relevées grâce au dispositif expérimental pour obtenir les résistivités entre chaque position de mesure. Les caractéristiques des solutions dans lesquelles sont testés les capteurs sont données dans le Tableau II-9 suivant :

Tableau II-9 : Caractéristiques des solutions de test

Caractéristiques	Solution 1	Solution 2	Solution 3
Concentration en NaCl (mg/l)	10	30	60
Conductivité mesurée (S/m)	$3,65.10^{-3}$	$7,80.10^{-3}$	$1,30.10^{-2}$
Résistivité correspondante (Ohm.m)	274	128	77

La Figure II-28 montre les valeurs de résistivité en fonction des positions de mesure pour les différentes solutions de NaCl. Contrairement aux sondes hygrométriques que nous avons testées, on constate que les capteurs en circuits imprimés sont adaptés pour fournir des mesures même en étant noyés en solutions. Les résultats montrent que les valeurs de résistivité mesurées grâce aux capteurs en circuit imprimé sont comparables aux résultats calculés à l'aide du conductimètre de laboratoire. Ces concordances obtenues par l'application des facteurs géométriques modélisés nous permettent de mettre en évidence la pertinence de l'approche numérique. On remarque cependant sur l'ensemble des solutions une surestimation plus ou moins forte de résistivité sur certaines positions de mesure, ce qui fait apparaître une évolution en dent de scie. Cet effet est attribué d'une part à la petite taille des électrodes ainsi que leur espacement (centimétrique) dans le milieu. D'autre part, les configurations sont effectuées entre électrodes situées de part et d'autre du circuit afin de garantir une résolution centimétrique. Nous avons donc pensé que cet effet provenait essentiellement des configurations mais des essais supplémentaires où les électrodes d'un même côté étaient sollicitées entre elles ont montré aussi une évolution en dent de scie moins marquée. Du fait de ces observations, nous pensons que l'électronique des capteurs est également en cause.

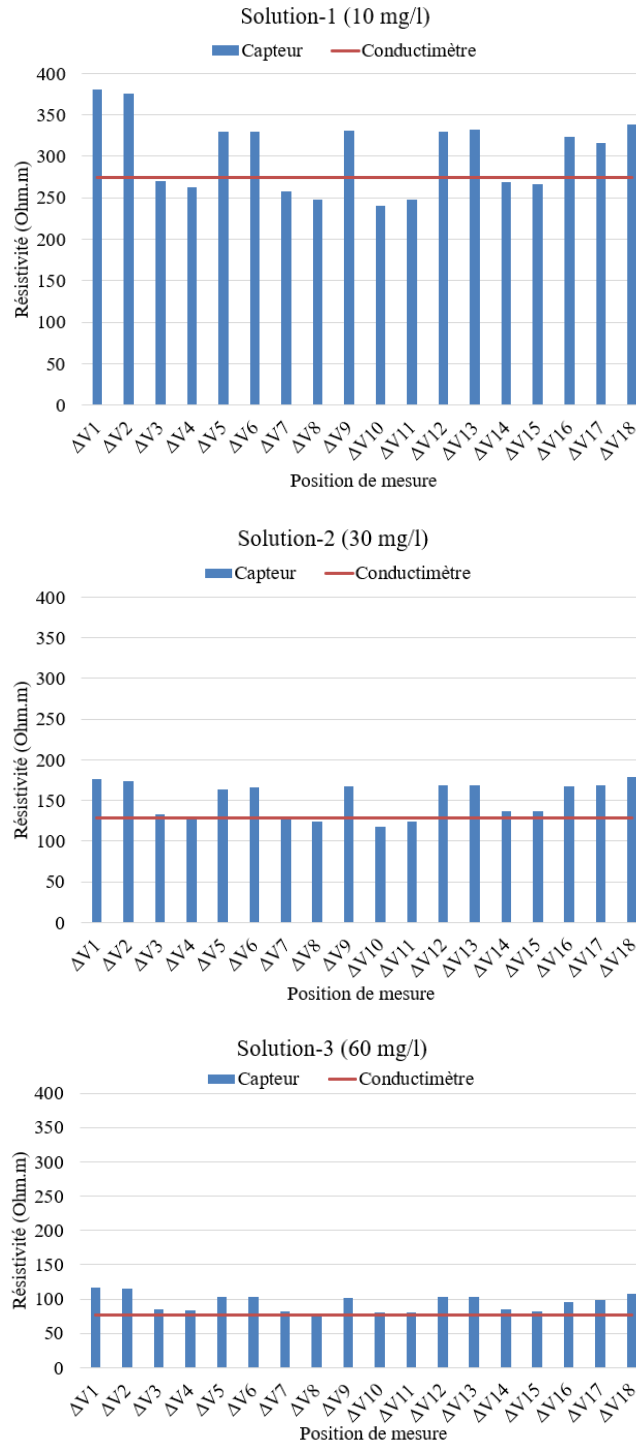


Figure II-28 : Résistivité en fonction des positions de mesure pour les solutions de NaCl dosées à 10, 30 et 60 mg/l

Après avoir évalué les capteurs en circuit imprimé en solutions, ces derniers sont noyés dans le béton au moment du coulage afin d'évaluer la pertinence des mesures en milieux cimentaires. Les tests réalisés sur le béton B1 et B2 après 3 mois de cure humide montrent les valeurs de résistivité en fonction des positions de mesures en Figure II-29. Comme pour les

mesures en solutions, on constate une évolution en dent de scie avec des résistivités plus élevées en partie supérieure. Cette dispersion peut être associée à un état de saturation non uniforme au sein des matériaux car ces derniers n'ont pas subi une saturation sous vide qui pourrait permettre de les saturer totalement. En effet, Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010) avance dans ses travaux que le fait d'entreposer des matériaux dans une ambiance à 95% $\pm$ 5 ne permet pas d'atteindre une saturation totale au sein de ces derniers. Les valeurs de résistivité du béton B2 sont au moins 5 fois plus importantes que celles du béton B1. Cela va dans le sens des observations faites dans la littérature en partie I.4.5.3. Nous verrons plus en détail dans le chapitre suivant que cette tendance ne fait que rendre compte de la microstructure du B2 qui est plus fine.

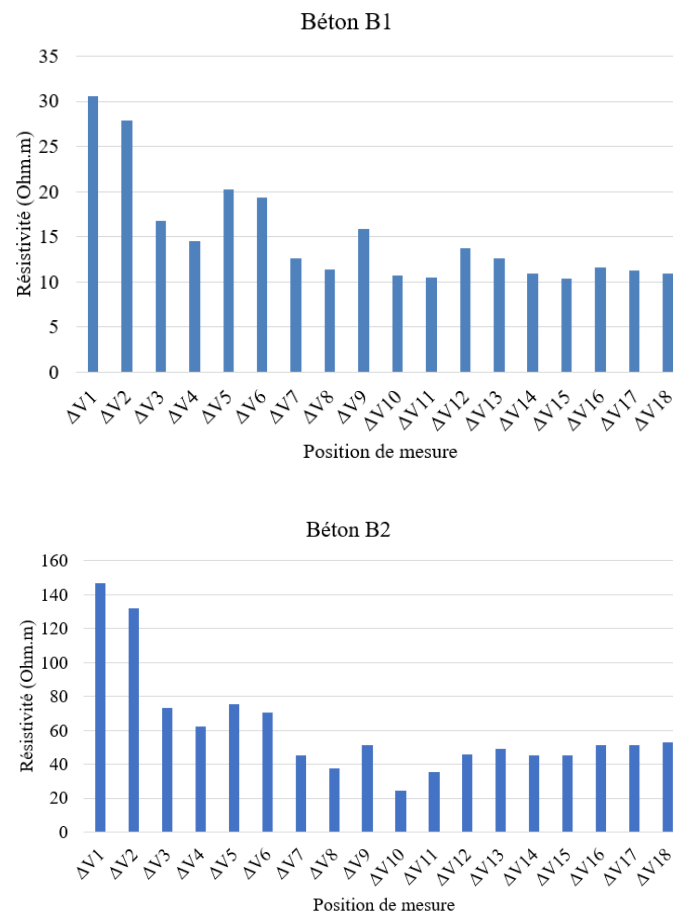


Figure II-29 : Résistivité en fonction des positions de mesure pour les bétons B1 et B2

Dans le cadre de notre étude, l'objectif est de suivre l'évolution des gradients de teneur en eau à partir des évolutions de résistivité. Même si le profil initial n'est pas linéaire, ce qui est important c'est de pouvoir suivre l'évolution de la résistivité de chaque position de mesure en fonction des conditions auxquelles sont soumises les corps d'épreuve. Ces essais préliminaires ont montré la capacité des dispositifs de résistivité testés (anneaux de cuivre et capteurs en circuit imprimé) à évaluer la résistivité et son évolution en solution tout comme en milieux cimentaires. C'est pourquoi il nous a semblé judicieux d'instrumenter les matériaux destinés à différentes expériences de transfert hydrique de ces dispositifs de suivi de résistivité.

II.5 Etude des mécanismes entrant en jeu dans un processus de rééquilibrage hydrique

II.5.1 Mesure expérimentale de l'imbibition capillaire d'eau dans les bétons

L'étude des cinétiques d'imbibition capillaire dans les matériaux poreux est très importante du point de vue de la caractérisation de leur structure poreuse ainsi que de leur comportement par rapport à un flux liquide. Ces essais sont réalisés dans le but de mieux comprendre et prédire les cinétiques de re-saturation des matériaux cimentaires par un flux liquide.

Les expériences sont réalisées sur les deux bétons d'étude B1 et B2 sur des épaisseurs de 5, 10 et 20 cm afin de rendre compte de l'influence de la microstructure associée au type de ciment et au rapport E/C ainsi que l'épaisseur. Les tests d'imbibition capillaire sont effectués sur des éprouvettes avec un degré de saturation initiale variable. Ainsi, 3 états de saturations différents sont considérés pour rendre compte de l'effet de la saturation initiale sur le potentiel de succion des matériaux. Les éprouvettes sont séchées à 50°C pour atteindre les degrés de saturation globale de 60 % et 30 % puis à 80°C pour atteindre l'état sec (état de saturation globale approximative de 6 % en considérant que l'eau libre totale est éliminée pour un séchage à 105°C). Le préconditionnement est finalisé par une phase de redistribution de l'humidité. Les éprouvettes sont ainsi enveloppées dans du papier cellophane, puis scellés avec une feuille d'aluminium autocollante et retournées à la même température de séchage pendant une durée égale ou supérieure au temps de séchage. Les éprouvettes, qui ont été préconditionnées aux différents états de saturation, sont ensuite instrumentées avec des anneaux de cuivre pour assurer des mesures de résistivité sur toute la hauteur des

éprouvettes. Cela afin de suivre de manière spatiale la hauteur de remontée capillaire au cours de l'essai d'imbibition.

Du fait des durées de préconditionnement qui sont importantes, les essais d'imbibition capillaire ont été lancés avant la mise au point des capteurs en circuit imprimé. C'est pour cela que pour cette expérience, seuls les anneaux de cuivre ont été utilisés.

La surface latérale des éprouvettes est ensuite imperméabilisée avec de la résine supposant ainsi un transfert unidirectionnel. Ensuite, la base circulaire inférieure des éprouvettes est mise en contact avec de l'eau liquide, à seulement deux millimètres sous le niveau d'eau qui est maintenu constant pendant toute la période d'essai par un système de trop-plein (Figure II-30). Le taux d'absorption d'eau est évalué à partir de la prise de masse des éprouvettes qui sont pesées à des échéances données. La mesure de l'absorption d'eau s'effectue généralement en quelques heures. Mais il est nécessaire d'étudier l'imbibition capillaire sur une plus longue période de temps pour les matériaux utilisés pour le stockage à long terme. Ainsi, dans cette étude, le test est effectué jusqu'à ce que la masse se stabilise, ce qui peut aller au-delà d'un mois pour certaines conditions.



Figure II-30 : Dispositif expérimental pour le test d'imbibition capillaire montrant les éprouvettes testées et le système de trop-plein

II.5.2 Expériences de séchage/ humidification sur des bétons

Les expériences de séchage/humidification sont réalisées sur des éprouvettes de béton B1 et B2 de dimension cylindrique $\varnothing 11,2 \times 20$ cm. Ces éprouvettes sont instrumentées par les deux dispositifs de mesure de résistivité présentés dans la partie précédente (cf. II.4.3). Le couplage du dispositif de mesure par anneaux de cuivre ainsi que celui par capteurs en circuit imprimé vont permettre d'obtenir des informations plus complètes sur l'évolution spatiale de l'eau dans les matériaux étudiés. La température est fixée à 20°C et la face latérale de l'échantillon est protégée des transferts d'eau par une résine. L'essai commence avec une phase de séchage des éprouvettes initialement en sortie de cure humide qui sont placés dans une enceinte climatique à une humidité relative de 8% pendant 154 jours. Ensuite, la condition à la limite d'humidité relative est passée à 97 % pendant 86 jours. La variation globale de masse au cours du temps est évaluée par pesée.

II.5.3 Mise en place d'un dispositif de suivi du rééquilibrage hydrique entre deux matériaux

Nous proposons à la suite des nombreuses expériences réalisées, un banc expérimental permettant le suivi du rééquilibrage hydrique entre deux matériaux initialement en conditions de saturation différentes. Deux éprouvettes de béton B1 de dimension cylindrique $\varnothing 11,2 \times 20$ cm préalablement rectifiées sont mises en contact. Ces deux éprouvettes sont chacune instrumentées par les deux dispositifs de mesure de résistivité présentés dans la partie précédente (cf. II.4.3). A part les bases circulaires à l'interface d'échange, l'ensemble des autres faces sont étanchées avec de la résine de telle sorte que les transferts ne soient possibles qu'à l'interface entre les deux éprouvettes. La première éprouvette « humide » a été conservée en cure humide alors que la seconde éprouvette « sèche » a subi un séchage à 50°C jusqu'à atteindre environ 60% de saturation. L'éprouvette humide va donc perdre de l'eau au profit de l'éprouvette sèche du fait du rééquilibrage hydrique qui va se mettre en place.

Le bon contact entre les deux corps d'épreuve est obtenu grâce à un dispositif de maintien constitué de plaques supports et de 3 tiges filetées en acier et des boulons. L'ensemble est serré à l'aide d'une clé dynamométrique. Afin d'assurer une bonne étanchéité de l'interface, un adhésif souple en silicone est appliqué puis recouvert après avoir fait prise par du ruban adhésif. Ce dispositif devrait permettre ainsi de réduire au maximum le risque de fuite par

l'interface entre les deux matériaux. Le suivi du rééquilibrage est fait par pesée de masse de chaque échantillon et à partir des mesures de résistivité par les deux dispositifs de mesure (anneaux de cuivre et capteur en circuit imprimé). Le suivi de masse de l'ensemble du banc permet d'identifier une éventuelle contribution hydrique qui sort du système.



Figure II-31 : Dispositif mis en place pour suivre le rééquilibrage hydrique entre deux matériaux initialement en conditions de saturation différentes

II.6 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons mis en évidence la correspondance de nos matériaux par rapport à ceux de références. La variabilité observée en termes de caractérisation à l'état frais et durci d'une part et aussi la variabilité des résultats en fonction des conditions d'essais nous ont amené à mettre au point une campagne d'acquisition des paramètres de transfert propres aux matériaux étudiés. Ensuite, une campagne d'essais préliminaires nous a permis de mettre au point les méthodologies de détermination des profils de teneur en eau à partir de mesure de résistivité électrique. L'étude préliminaire a permis de tester plusieurs configurations visant à minimiser la résistance de contact. Ce cheminement nous a amené à utiliser la peinture conductrice à base de cuivre qui assure la performance du dispositif par anneaux de cuivre que nous avons développé. Les mesures sont réalisées soit par le biais d'anneaux de cuivre soit à partir des systèmes en cours de développement que sont les capteurs en circuit imprimés ont montré une bonne capacité à suivre l'évolution de la résistivité du béton. Enfin,

ces dispositifs de mesure sont utilisés pour l'étude des mécanismes intervenant dans un processus de rééquilibrage hydrique. Pour les expériences d'imbibition capillaire, ce suivi permettra d'évaluer notamment la hauteur de remontée capillaire. La répartition de l'humidité au cours des expériences de séchage/humidification et de rééquilibrage hydrique pourra aussi être évaluée à partir des gradients (d'humidification ou de séchage) de résistivité mesurée. Toute cette démarche a été réalisée dans le but de mieux comprendre et modéliser les différents mécanismes étudiés.

CHAPITRE III
PROPRIETES DE TRANSFERTS HYDRIQUE
DANS LES MATERIAUX CIMENTAIRES :
ANALYSES ET INTERPRETATIONS DES
RESULTATS

III.1 Introduction

Ce troisième chapitre est consacré à l'analyse et à l'interprétation des résultats expérimentaux. Ils sont nécessaires pour fournir certains paramètres de transfert qui sont des données d'entrée à la modélisation et évaluer leur pertinence. Ils peuvent aussi permettre de vérifier l'adéquation entre les prédictions des modèles et les cinétiques expérimentales.

La première partie de ce chapitre est consacrée à l'analyse de certains paramètres de transfert nécessaires à la modélisation. L'évolution de ces paramètres acquis grâce à la campagne expérimentale permettra de discuter de la pertinence des différentes approches numériques et/ou empirique pour leur prédiction dans le cas des matériaux cimentaires. Ces résultats vont aussi permettre d'apporter de légères modifications au modèle de réseaux poreux développé par Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010).

L'objectif de la deuxième partie de ce chapitre est d'étudier les phénomènes entrant en jeu dans un processus de rééquilibrage hydrique entre deux éprouvettes, à travers diverses expériences. Une meilleure compréhension de ces phénomènes pris individuellement permettra d'obtenir les informations nécessaires pour la modélisation du processus global.

III.2 Analyses des paramètres de transfert

III.2.1 Isothermes de sorption à la vapeur d'eau

III.2.1.1 Analyse des courbes de suivi de masse

Le suivi de masse dans un processus de sorption de vapeur d'eau est indispensable afin d'obtenir les isothermes représentatives des matériaux étudiés. En effet, il faut attendre des échéances plus ou moins importantes pour obtenir les points d'équilibre qui constitueront les isothermes d'adsorption et de désorption. En fonction de l'état de saturation du matériau et l'humidité relative imposée, le temps nécessaire pour atteindre la stabilisation de la masse sur l'ensemble des matériaux testés peut varier de 1 à 7 mois selon le palier d'humidité relative associé, ce qui va dans le sens des résultats expérimentaux de précédentes études (Baroghel-Bouny, 1994 ; Brue, 2009). C'est pourquoi il est nécessaire de travailler sur des épaisseurs d'échantillons faibles, inférieures à 5 mm, afin d'atteindre l'équilibre le plus rapidement possible. Les évolutions de la variation relative de masse des matériaux d'étude d'épaisseur 0,5 cm en fonction du temps et des différents paliers d'humidité relative sont représentées

en Figure III-1, Figure III-2 et Figure III-3. Ces figures représentent les deux séries de mesures lancées en parallèle afin de limiter les temps d'acquisition des points d'équilibre nécessaires pour l'établissement des isothermes. Pour chaque palier considéré, la variation relative de masse est maximale dans les premiers jours, puis se réduit avec le temps, du fait de la réduction des gradients hydriques internes. De manière générale, sur l'ensemble des évolutions, les pâtes de ciment P1 et P2 présentent des variations de masse plus importantes que celles des bétons B1 et B2. Cette tendance est attribuée à la porosité accessible à l'eau des pâtes de ciment (de l'ordre de 40%) qui est au moins 3 fois plus importante que celles des bétons (de l'ordre de 13%) (cf. II.2.4.2).

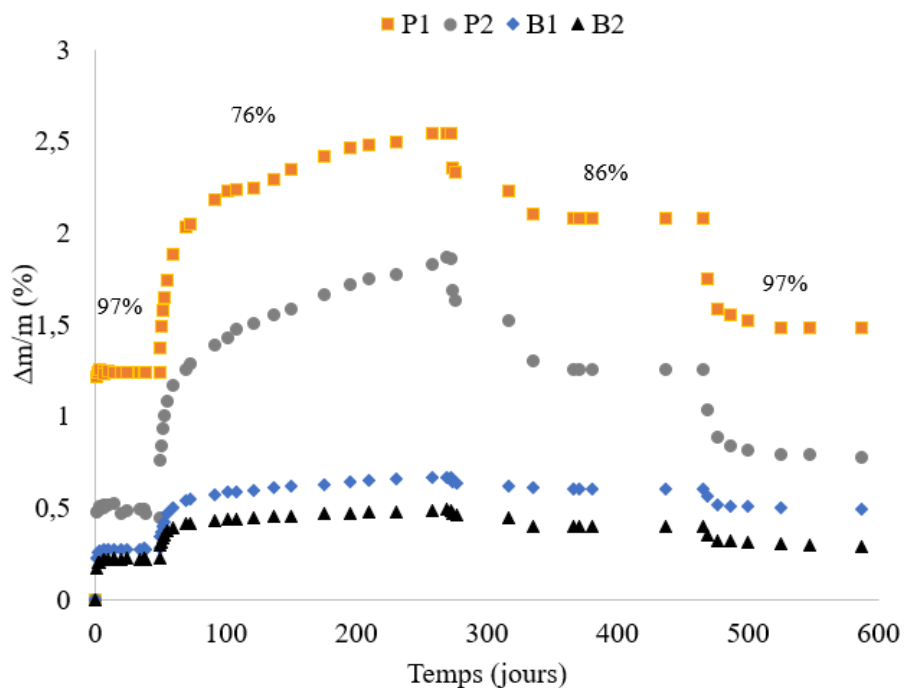


Figure III-1 : Variations relatives de masse des matériaux d'étude (B1, B2, P1, P2) d'épaisseur 0,5 cm pour le suivi de séchage-humidification (1^{ère} désorption à 97 % HR)

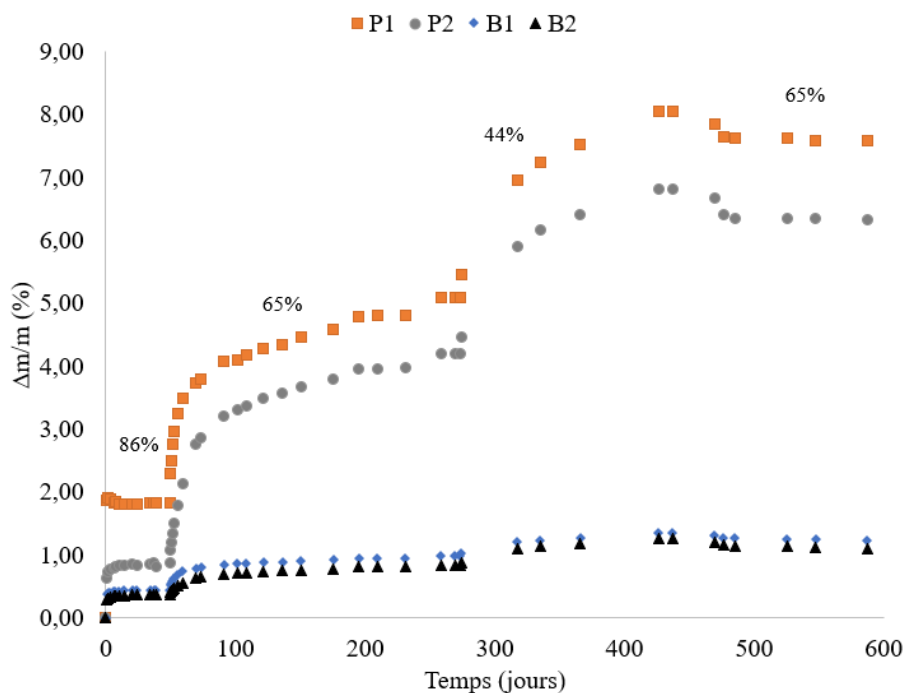


Figure III-2 : Variations relatives de masse des matériaux d'étude (B1, B2, P1, P2) d'épaisseur 0,5 cm pour le suivi de séchage-humidification (1^{ère} désorption à 86 % HR)

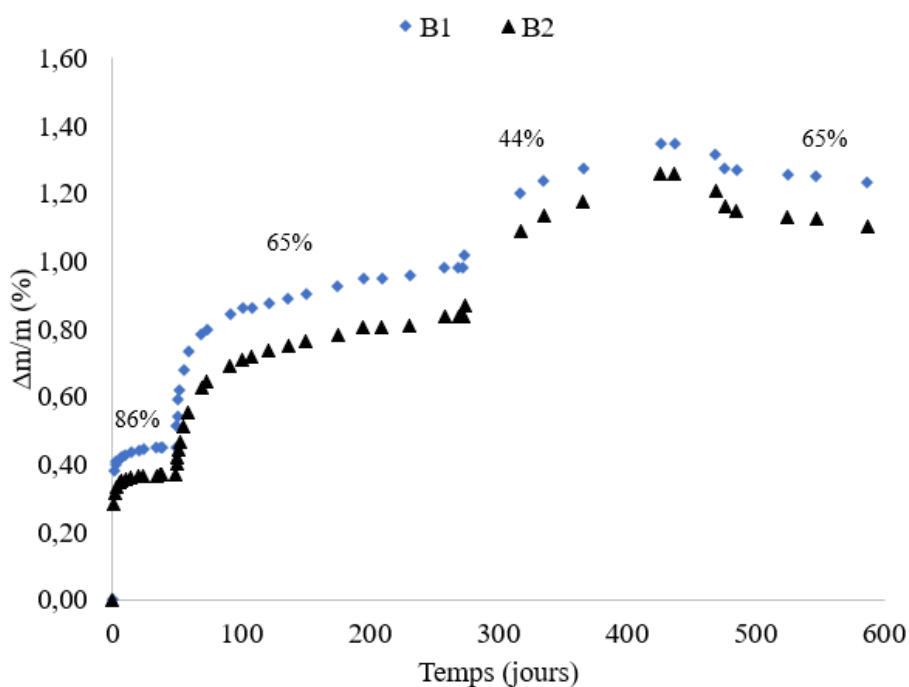


Figure III-3 : Zoom sur les variations relatives de masse des bétons (B1, B2) d'épaisseur 0,5 cm pour le suivi de séchage-humidification (1^{ère} désorption à 86 % HR)

Ensuite, si on s'intéresse aux évolutions des pâtes de ciment et des bétons séparément, il apparaît que la pâte de ciment P1 à base de CEM I présente des variations relatives de masse plus importantes que celle à base de CEM V (P2). On distingue cette même évolution pour les bétons, avec le B1 qui présente des variations de masse plus importante que le B2 quel que soit le palier d'humidité relative considéré. Ceci est dû à la présence d'additions pouzzolaniques dans les matériaux à base de CEM V qui ont ainsi une porosité plus fine avec un pourcentage élevé des pores des hydrates (Bijen, 1996 ; Hwang et Shen, 1991). Dans son étude sur les rôles de la température et de la composition sur le couplage thermo-hydro-mécanique des bétons, Brue (Brue, 2009) a analysé le processus de désaturation à 20 °C et 60°C sur les matériaux à base de CEM I et CEM V . A 20°C, sur plusieurs paliers d'humidité relative allant de 98% à 60%, l'auteure retrouve aussi des variations de masse plus importantes pour les matériaux à base de CEM I par rapport au CEM V. Cette même tendance a été observée dans les cycles de séchage-humidification réalisés par Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010). Dans ces conditions d'essais à 20°C, la perméation en phase liquide, prépondérante sur les autres mécanismes de transports, est favorisée dans la microstructure des matériaux à base de CEM I qui présente une porosité plus grossière. Cela explique les variations relatives de masse plus importantes observées pour les matériaux à base de CEM I sur l'ensemble des évolutions. Néanmoins, en soumettant ces matériaux à un séchage à 60°C (avec moins de 10% d'humidité relative), les évolutions de pertes de masse obtenues par Brue (Brue, 2009) montrent que les matériaux à base de CEM I perdent moins d'eau par rapport à ceux à base de CEM V. Une telle condition de séchage crée des gradients importants qui conduisent rapidement à une discontinuité de la phase liquide associée à un drainage des pores les plus fins où les transports en phase gazeuse prédominent (diffusion). Le fait que la porosité totale (mesurée après séchage à l'étuve à 60°C) du CEM V (13,6%) est supérieure à celle du CEM I (9,1 %) et que le séchage atteint la porosité des hydrates plus importante dans les matériaux à base de CEM V explique dans ce cas une variation relative de masse plus importante par rapport au CEM I.

Aussi, il ressort sur l'ensemble des évolutions que les variations relatives de masse lors de la désorption à un palier donné sont différentes de celles observées pour ce même palier lors de l'adsorption. Ces phénomènes sont attribués à la variabilité du réseau poral et de sa connectivité, présentant des pores de dimensions et formes variables associées à des

interfaces et de la fissuration selon les conditions. Il est usuel de parler de pores en forme de bouteilles d'encre dans lesquels la partie intérieure large du pore remplie aux fortes humidités relatives ne pourra se drainer lors de la désorption que lorsque la partie extérieure étroite sera drainée aux faibles humidités relatives. Cette eau piégée à l'intérieur des pores conduit à l'hystérésis (cf.I.3.1.3) qui sera observée sur l'ensemble des isothermes de sorption.

III.2.1.2 Analyse des isothermes de sorption de vapeur d'eau

Les points d'équilibre obtenus grâce au suivi de masse réalisé aux différents paliers d'humidité relative à 20°C permettent de tracer les différents cycles d'isothermes. Ces isothermes reflètent la microstructure des matériaux cimentaires par leurs interactions avec l'humidité relative externe. La capacité à comprendre et à prédire les phénomènes d'adsorption et de désorption est ainsi essentielle à l'application d'approches d'analyses des transferts hydriques. Les évolutions du degré de saturation en fonction de plusieurs cycles d'humidités relatives sont ainsi représentées en Figure III-4 à Figure III-7. Ces isothermes sont comparés à ceux obtenus par Ranaivomanana sur des matériaux similaires (B1*, B2* et P1*).

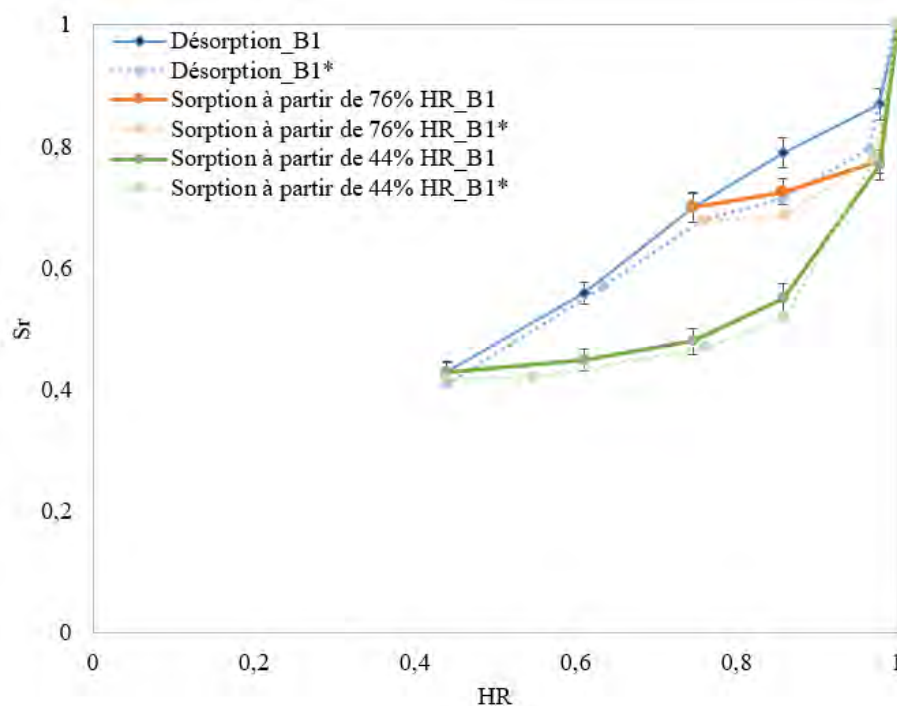


Figure III-4 : Cycles de sorption de vapeur d'eau à 20°C pour le béton d'étude B1 comparés au béton B1* de Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010)

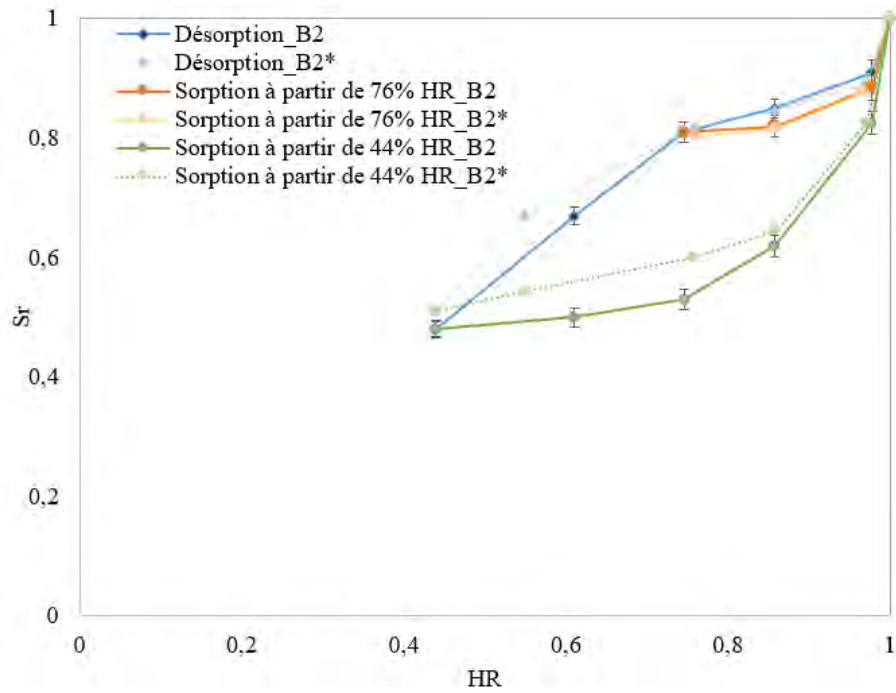


Figure III-5 : Cycles de sorption de vapeur d'eau à 20°C pour le béton d'étude B2 comparés au béton B2* de Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010)

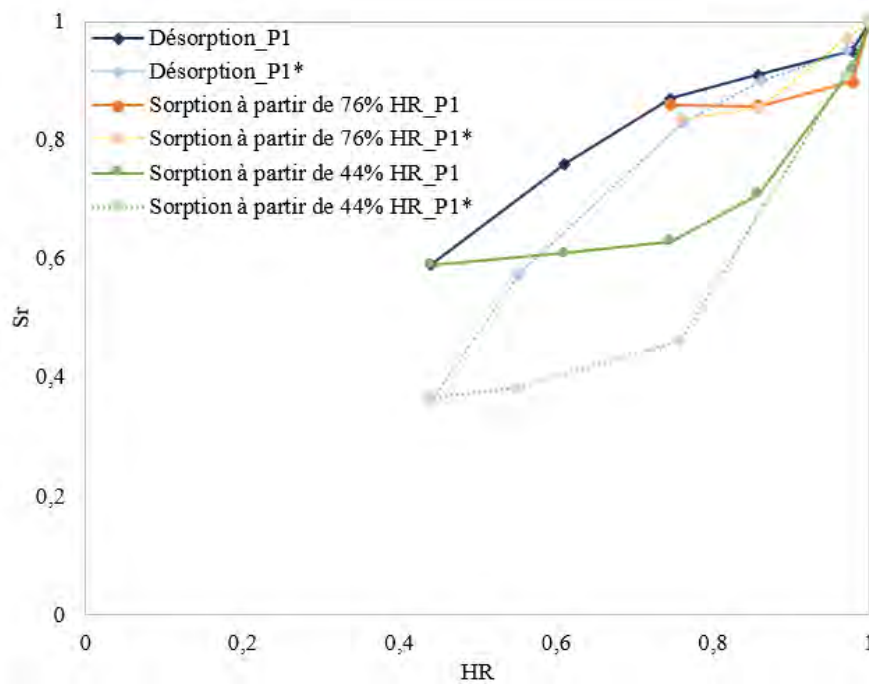


Figure III-6 : Cycles de sorption de vapeur d'eau à 20°C pour la pâte de ciment d'étude P1 (E/C=0,43) comparés à la pâte P1* (E/C=0,5) de Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010)

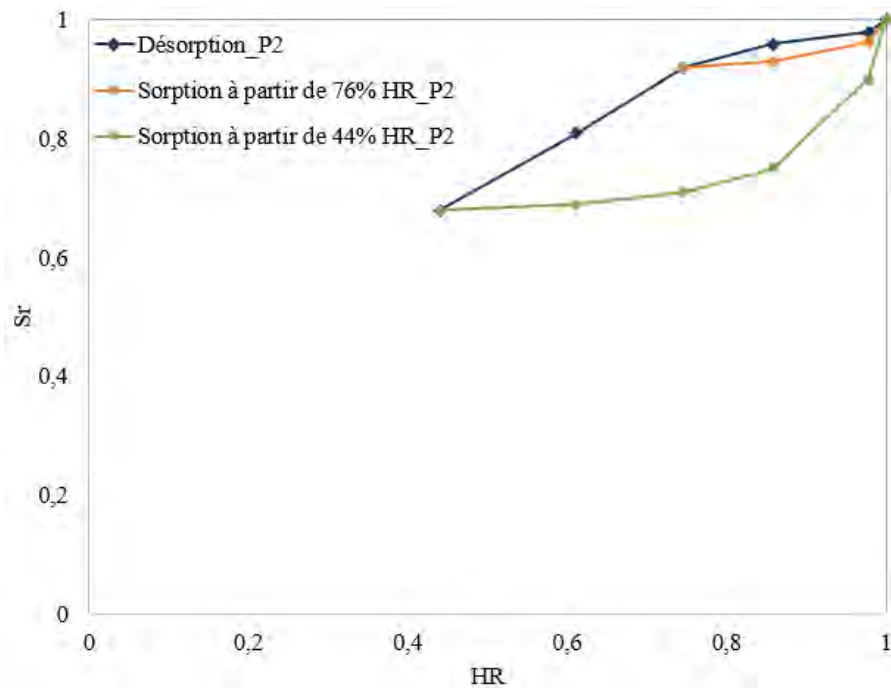


Figure III-7 : Cycles de sorption de vapeur d'eau à 20°C pour la pâte de ciment d'étude P2 (E/C=0,39)

On retrouve de façon plus évidente l'hystérésis mise en exergue sur les courbes de variations de masse. Ce phénomène devient particulièrement marqué au fur et à mesure que les cycles font intervenir des humidités relatives faibles et donc des pores plus fins plus, cela ajouté à un probable endommagement hydrique du fait des tensions développées. Afin de prédire correctement l'isotherme, il est donc important d'évaluer correctement en plus de la porosité capillaire, les pores les plus fins. A partir de ces isothermes, le rayon d'accès des pores à chaque palier d'humidité peut être évalué à partir de la loi de Kelvin Laplace. Néanmoins, la fraction des pores et défauts à la source de l'hystérésis sera constituée de pores de rayon supérieur à celui donné par cette loi. La comparaison des isothermes obtenues pour les matériaux de la présente étude avec celles obtenues par Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010) fait ressortir certaines variabilités en fonction des matériaux considérés mais dans l'ensemble la reproductibilité des propriétés est assurée. Pour le béton B1, une chute de l'isotherme moins importante est observée aux fortes humidités relatives par rapport au béton B1*. Pour le béton B2, on observe un décalage au niveau des humidités relatives intermédiaires avec une chute de saturation plus importante que le béton B2*. Ces différences d'évolutions sont associées à la variabilité des caractéristiques microstructurales liée d'une part à l'adaptation de la composition des bétons la variabilité des matériaux, de mise en œuvre et d'autre part au type de cure différent. La pâte de ciment P1* a été confectionnée avec un

rapport E/C plus élevé ($E/C=0,5$) que celui de P1 ($E/C=0,43$), ce qui explique la chute de saturation plus importante qui s'accroît au fur et à mesure que l'humidité relative diminue, la proportion et la connectivité des pores capillaires étant plus importantes pour P1*. Ces écarts observés comme les similitudes justifient une fois de plus l'intérêt d'établir sur nos propres matériaux une base de données expérimentales complète des propriétés de transfert afin de prédire correctement les différents mécanismes entrant en jeu dans un processus de rééquilibrage.

Sur l'ensemble des matériaux étudiés, on observe une chute plus ou moins importante de l'isotherme de désorption dès le premier palier ayant une forte humidité relative de 97%. De nombreux auteurs (Brue, 2009 ; Hyvert, 2009 ; Jiang *et al.*, 2019 ; Ranaivomanana, 2010 ; Wu, 2014) observent également cette chute brutale lors de la désorption aux fortes humidités relatives. Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010) l'attribue à un réseau de pores percolant qui se draine très rapidement dès que l'humidité relative diminue. Cet auteur a mis en évidence ce réseau percolant à travers des essais de porosité au mercure et de perméabilité au gaz. Néanmoins, cette chute n'apparaît pas de manière évidente sur les isothermes obtenues par Baroghel Bouny (Baroghel Bouny, 1994) pour des éprouvettes saturées à une ambiance de 100% d'humidité relative sans immersion dans l'eau. Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010) justifie cela par le fait que le protocole considéré ne permet pas d'atteindre une saturation totale au sein des éprouvettes. Une ambiance à 100% d'humidité relative étant difficile à contrôler et à maintenir, la loi de Kelvin-Laplace nous permet de confirmer la difficulté d'atteindre la saturation totale des matériaux dans de telles conditions. En effet, à 99,9 % d'humidité relative nous obtenons un rayon de pores vidangés de 1107 nm qui passe à 110 nm à 99,0% d'humidité relative. Nous remarquons ainsi qu'à des humidités relatives très proches de 100%, les pores les plus grossiers (interfaces pâtes-granulats, bulles d'air) sont déjà drainés.

Par voie de conséquence, la chute initiale lors de la désorption aux fortes humidités relatives représente une partie importante de l'isotherme car elle a un effet sur l'amplitude des saturations considérées pour une humidité relative donnée. Aussi, une bonne évaluation de ce phénomène est primordiale pour prédire correctement les isothermes de désorption. Partant de ce constat, une analyse plus poussée est réalisée pour confirmer l'existence de cette chute initiale et mieux comprendre les phénomènes à l'origine de cette dernière.

III.2.1.3 Analyse de la chute initiale de l'isotherme de désorption aux fortes humidités relatives

La Figure III-8 présente pour un palier d'humidité relative de 97 %, l'évolution de la chute du degré de saturation en fonction de l'épaisseur et du type de matériau considéré. L'analyse de cette chute initiale sur l'ensemble des matériaux testés fait ressortir que cette dernière est inversement proportionnelle à l'épaisseur du matériau. Nous avons confirmé cette tendance en soumettant à 97 % d'humidité relative des éprouvettes cylindriques 11x22 cm des bétons B1 et B2 initialement saturés sous vide. A partir des états de saturation obtenus après 60 jours de séchage, il apparaît que la chute initiale de l'isotherme de désorption à 97% d'humidité relative devient très faible sur ces éprouvettes plus épaisses. Cependant l'équilibre est loin d'être atteint après 60 jours de séchage à 97% d'humidité relative, ce qui veut dire que les chutes obtenues sur les éprouvettes épaisses sont sous-estimées. Nous avons donc extrapolé à partir d'un modèle de séchage afin d'obtenir les états de saturation lorsque les échantillons s'approchent de l'équilibre (après environ 150 jours de séchage). Les résultats ont donné une diminution de 2% en termes de degré de saturation par rapport aux valeurs expérimentales relevées à 60 jours. Même en prenant en compte cette diminution, on remarque en Figure III-8 que la chute reste moins importante sur ces éprouvettes qui sont plus épaisses. Pour les bétons B1 et B2, les résultats montrent une chute plus importante sur les matériaux dont l'épaisseur est inférieure à la taille maximale des granulats (D_{max}). Quand l'épaisseur est inférieure à la taille maximale des granulats (D_{max}), l'interface pâte-granat est exposée à la surface et se draine rapidement même à forte humidité relative. En effet, ces zones de porosité préférentielle communément appelées auréoles de transition favorisent les transferts. Ceci conduit à une chute plus importante que lorsque l'interface est piégée dans la matrice cimentaire et accessible simplement via la pâte alentour. Cette hypothèse se confirme à travers la faible chute observée sur les pâtes de ciment qui serait dans ce cas associée à la porosité et aux défauts de surface voire éventuellement à une microfissuration dû à un retrait empêché anhydres-hydrates. Aussi, contrairement aux bétons qui mettent en évidence un décalage important de chute dû au D_{max} , aucun décalage important entre les différentes épaisseurs de pâte de ciment n'est observé.

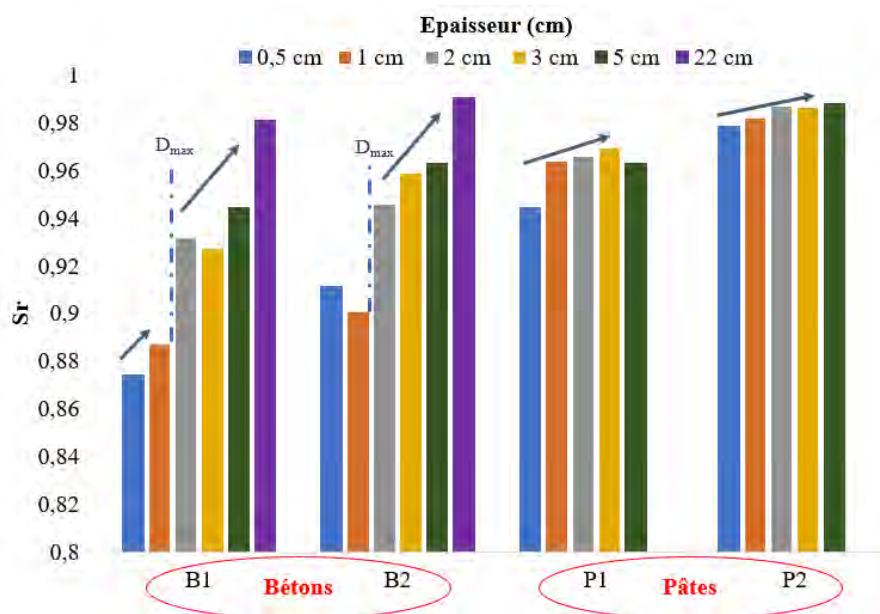


Figure III-8 : Chute initiale de l'isotherme de désorption à 97 % HR pour Les bétons B1, B2 et les pâtes de ciment P1 et P2

Au cours des phénomènes de séchage les matériaux cimentaires sont généralement soumis à des humidités relatives moyennes voire faibles. Au vu de ces évolutions observées sur l'isotherme de désorption à 97 % d'humidité relative, nous avons soumis les matériaux d'études d'épaisseurs allant de 1 à 5 cm à un séchage à 65% d'humidité relative afin de constater si la chute était simplement superficielle et donc maintenue aux paliers d'humidités relatives plus faibles ou si elle devenait structurelle, c'est-à-dire si l'écart initial de saturation observé à 97% entre les différentes épaisseurs se réduisait à 65% d'humidité relative. Les points à l'équilibre permettent de représenter en Figure III-9 l'évolution de la chute de l'isotherme à 65% d'humidité relative en fonction de l'épaisseur et du type de matériau. On remarque que l'effet de l'épaisseur sur la chute de l'isotherme se réduit considérablement pour les bétons et un peu moins pour les pâtes pour lesquelles cet effet était déjà peu marqué. On peut voir en Tableau III-1 que la variation relative de saturation pour les bétons entre 1 cm et 2 cm ($D_{max} = 12$ mm) se réduit en passant par exemple pour le B1 de 5,02% à 97% d'humidité relative à 4,78% à 65% d'humidité relative. Cette réduction est encore plus importante sur le béton B2 qui passe de 5,03% à 97% d'humidité relative à 1,19% à 65% d'humidité relative. Ces évolutions rendent ainsi compte d'une augmentation des interfaces accessibles avec le séchage des matériaux. En fonction de l'histoire thermo-hydrigue des matériaux, des microfissures interconnectées et orientées de manière aléatoire peuvent modifier de façon

irréversible la structure poreuse. Sur la chute de l'isotherme de désorption, cela a pour conséquence de réduire l'effet de taille en obtenant des valeurs de saturations similaires quelle que soit la hauteur considérée.

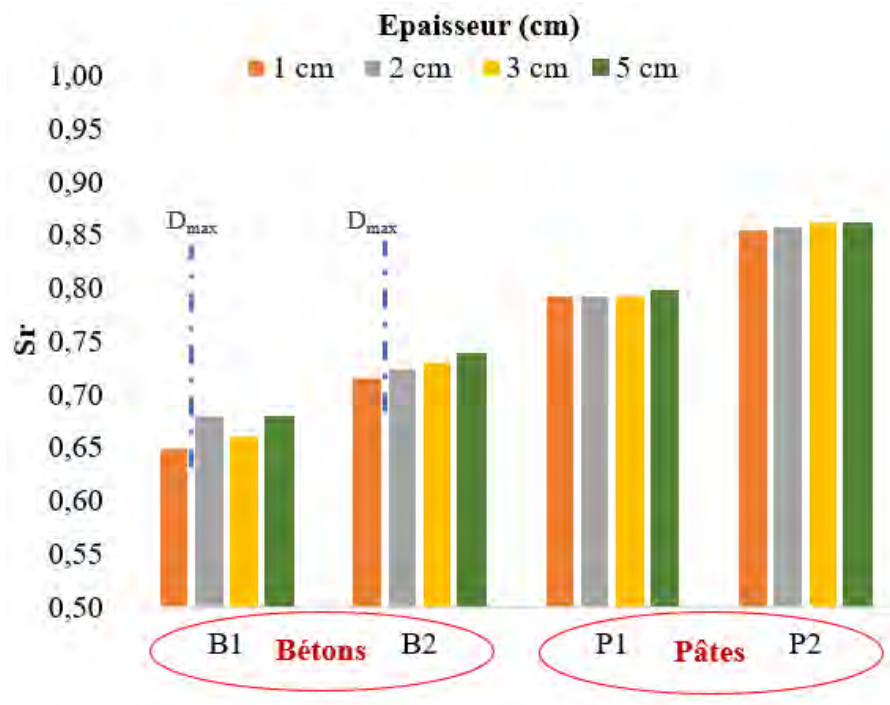


Figure III-9 : Chute de l'isotherme de désorption à 65 % HR pour Les bétons B1, B2 et les pâtes de ciment P1 et P2

Tableau III-1 : Variation relative de saturation des matériaux d'étude entre 1 cm et 2 cm d'épaisseur à 97% et 65% d'HR

HR (%)	Variation relative de saturation entre 1 cm et 2 cm d'épaisseur (%)			
	B1	B2	P1	P2
97	5,02	5,03	0,19	0,47
65	4,78	1,19	0,13	0,48

Ces observations vont dans le même sens que l'étude préalable réalisée avec les matériaux de Ranaivomanana (B1* et B2*) d'épaisseur 3 cm afin de mettre en évidence l'influence des cycles de séchage sur la chute initiale (Ibro *et al.*, 2016). En dehors des échantillons témoins

qui ont été conservés en cure sous eau, les autres échantillons initialement saturés ont été soumis à un séchage aux conditions suivantes :

- 20° C et 50% d'humidité relative pendant 30 jours
- 40°C et 50% d'humidité relative pendant 30 jours
- 80° C et moins de 10% d'humidité relative pendant 20 jours

En fonction des conditions de séchage, les états de saturation sont plus ou moins important au sein des matériaux. Plus la température est importante et l'humidité relative faible, plus le rayon de pore drainé est petit. Tous les échantillons sont ensuite saturés sous vide puis placés dans une enceinte à 95% d'humidité relative. La Figure III-10 montre les degrés de saturation obtenus à l'équilibre pour les matériaux témoins (non soumis à un séchage préalable) et ceux ayant subi au préalable un cycle de séchage puis re-saturation.

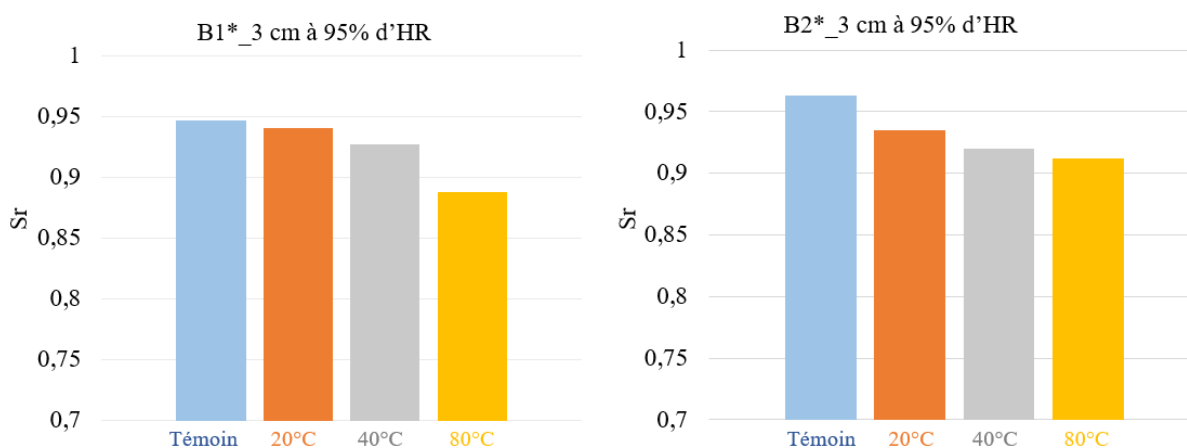


Figure III-10 : Chute de l'isotherme de désorption à 95 % HR pour les bétons B1* et B2*

Ces résultats font ressortir le fait qu'un séchage de plus en plus sévère va causer des microfissures de plus en plus importantes se propageant vers le cœur du matériau et accentuant ainsi la chute de l'isotherme de désorption. Dans ses travaux, Care (Care, 2008) montre que le traitement thermique induit un réseau macroscopique de fissures isotropes, qui se caractérise par l'ouverture moyenne des fissures et par l'espacement moyen des fissures et une modification de la porosité totale donnée par la porosimétrie d'intrusion de mercure. Une microfissuration diffuse va se créer causant l'augmentation de la chute initiale. Les ouvrages massifs comme par exemple ceux dédiés au stockage de déchets radioactifs sont généralement soumis à des cycles de désaturation/ re-saturation plus ou moins importants. La chute initiale représentative de ces ouvrages ayant déjà subi un premier séchage

correspondrait donc à celle observée sur des échantillons de faibles épaisseurs. Dans (Sellier *et al.*,2019), (Bucher *et al.*,2017), des expériences ont été réalisées sur l'évaluation de la chute initiale de l'isotherme de désorption entre la saturation sous eau et une ambiance à 97% d'humidité relative sur des échantillons issus de séchages différents. Deux conditions de séchage ont été testés (40°C-23% HR et 20°C-50% HR) sur 3 types de matériaux (béton, mortier et pâte de ciment) à trois épaisseurs différentes (0,5 ; 1 et 3 cm). Ces auteurs ont montré que plus le séchage est sévère et plus la chute est élevée, ce qui traduit une connectivité de surface plus importante. Sur témoin (non soumis au séchage), la chute diminue avec l'épaisseur, le phénomène est donc plutôt superficiel, associé à la porosité de surface et à une connectivité accentuée au réseau sec, grâce aux interfaces pâtes-granulats. Pour les échantillons séchés puis re-saturés, cette chute semble augmenter avec l'épaisseur et la température, traduisant plutôt un effet structurel. Ces résultats vont dans le sens des observations faites sur l'ensemble de nos expériences décrites précédemment. Il apparaît donc que la chute initiale de l'isotherme dépend de plusieurs paramètres tels l'épaisseur de l'échantillon, son préconditionnement initial, la taille du plus gros granulats etc... Analysons dans un premier temps l'amplitude de la chute en fonction du rapport surface d'échange au volume de l'échantillon.

La Figure III-11 fait ressortir les évolutions de la chute initiale en fonction de ce rapport surface/volume (S/V) pour nos 4 matériaux d'études. Vu l'influence du préconditionnement sur la chute initiale, nous rappelons que ces évolutions ont été obtenus sur des matériaux initialement saturés sous vide en sortie de cure et n'ayant subi aucun processus préalable de séchage. A travers ces évolutions, on peut voir que pour des rapports S/V de plus en plus faibles, la chute initiale s'atténue progressivement. Deux catégories d'évolution se distinguent par le changement de pente ; une pour les bétons B1 et B2 et l'autre pour les pâtes de ciment P1 et P2. Cela nous permet d'avancer une fois de plus que la chute initiale est influencée par la présence de granulats. Ensuite, on remarque que l'amplitude de cette chute est aussi influencée par le type de ciment utilisé ainsi que le rapport E/C comme nous avons pu le noter sur les courbes de suivi de masse. L'établissement de ces évolutions pour nos matériaux d'étude présente un intérêt particulier. En effet, en fonction du rapport S/V des échantillons testés, l'évaluation correcte de la chute initiale pourrait permettre d'utiliser des isothermes se rapprochant le plus de la réalité dans la modélisation des transferts hydriques.

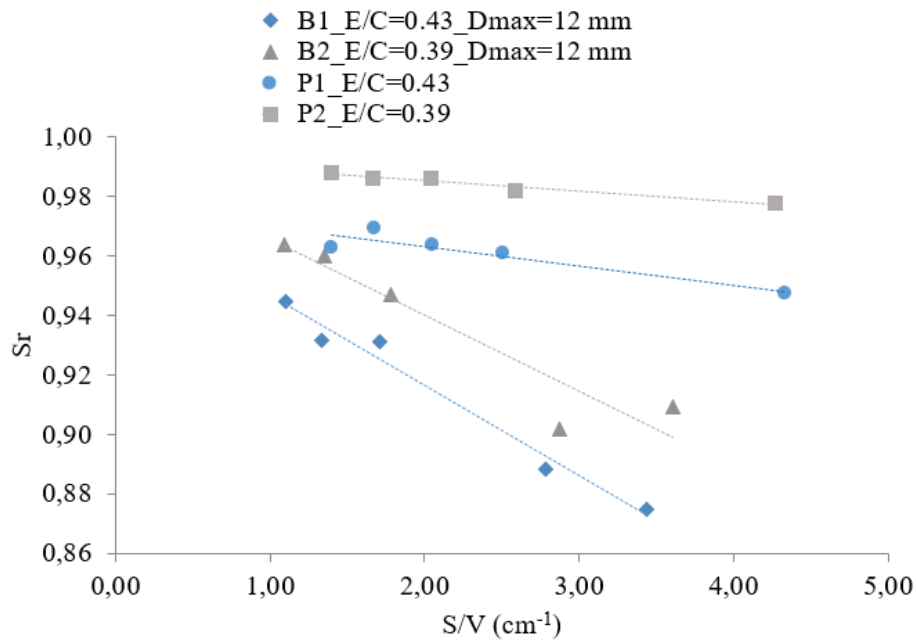


Figure III-11 : Chute de l'isotherme de désorption à 97 % HR pour les bétons B1, B2 et les pâtes de ciment P1 et P2 en fonction du rapport surface sur volume (S/V)

Afin de découpler les effets du rapport E/C ainsi que le diamètre maximal des granulats, une nouvelle campagne d'essais est menée sur 3 nouveaux matériaux (Figure III-12) :

- E1 : Béton avec E/C=0,52 et $D_{\max}$ = 12 mm
- M1 : Mortier avec E/C =0,43 et $D_{\max}$ = 4 mm
- D1 : Béton avec E/C=0,49 et $D_{\max}$ = 45 mm

La comparaison entre le béton B1 (E/C=0,43) et E1 (E/C=0,52) ayant un même $D_{\max}$ de 12 mm fait ressortir de manière évidente l'effet du E/C sur la chute initiale qui augmente lorsque ce paramètre devient important. En effet, la porosité augmente avec le rapport E/C qui conditionne l'eau qui reste dans les espaces intergranulaires formant ainsi lors de l'hydratation, les pores capillaires (Wu, 2014). Par ailleurs, comme évoqué en partie I.2.2.1, lorsque le rapport E/C augmente, l'épaisseur de l'interface pâte-granat augmente aussi (Chen, 2011 ; Diamond, 1984 ; Larbi et Bijen, 1990). De ce fait, plus le dosage en eau au moment du coulage est important plus le réseau poreux est important et connecté donnant ainsi une chute de l'isotherme plus conséquente. Pour ce qui est de l'influence du $D_{\max}$, on constate qu'à même E/C (B1 et M1), la chute de l'isotherme est plus importante lorsque le $D_{\max}$ est faible sur des éprouvettes ayant un rapport S/V faible. En effet, sur une éprouvette

donnée, à même proportion volumique de granulats, plus le $D_{\max}$ des granulats est faible et plus la surface développée des interfaces sera importante occasionnant ainsi une chute plus importante. Cette tendance se confirme sur le D1 ayant un rapport E/C= 0,49 et $D_{\max}$ =45 mm. Même si ce béton présente un rapport E/C légèrement supérieure au B1 et M1, ce béton ayant le $D_{\max}$ le plus grand présente les chutes initiales les moins importantes.

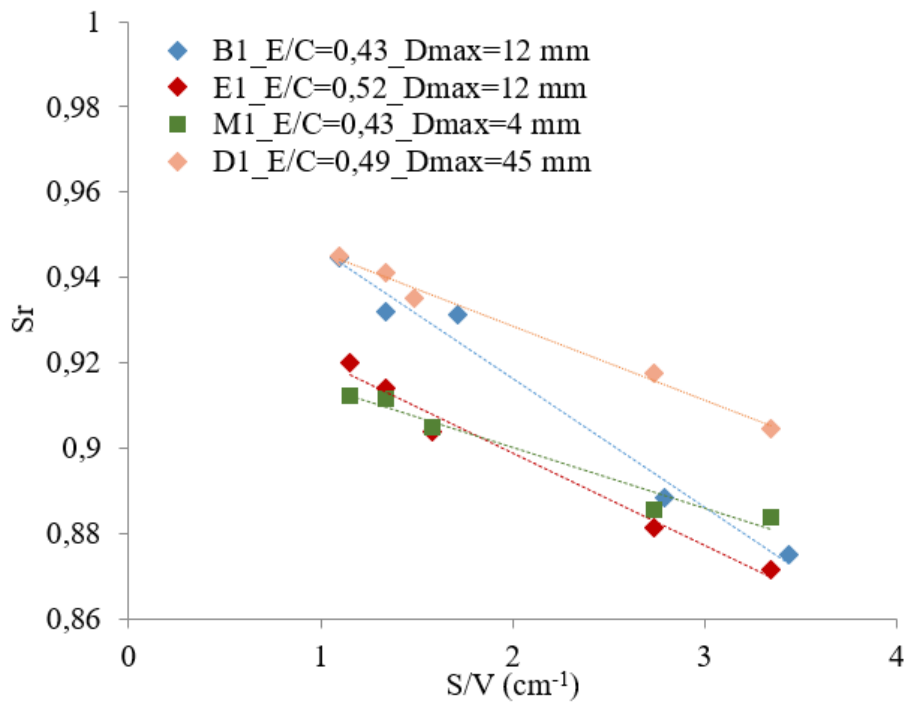


Figure III-12 : Chute de l'isotherme de désorption à 97 % HR pour différents bétons en fonction du rapport surface sur volume (S/V)

Pour récapituler, l'ensemble des évolutions constatées ainsi que les résultats obtenus dans (Ibro *et al.*, 2016) et (Bucher *et al.*, 2019) montrent que la chute de l'isotherme de désorption à 97% d'humidité relative est influencée par de nombreux facteurs. La chute augmente avec le rapport E/C par son action sur la porosité volumique totale, la connectivité du réseau poreux et l'épaisseur des interfaces pâte-granulats. Cette chute est moins importante sur les matériaux à base de CEM V du fait de la présence d'additions pouzzolaniques qui rendent leur porosité plus fine avec une connectivité réduite. Pour une même proportion volumique de granulats, au fur et à mesure que le $D_{\max}$ diminue, la surface développée des interfaces pâte-granulat devient plus importante, occasionnant ainsi une chute de l'isotherme plus conséquente. Cette contribution des interfaces, associée à la porosité de surface conduit naturellement d'une part à une évolution inversement proportionnelle de la chute initiale en

fonction de l'épaisseur et d'autre part, une évolution proportionnelle en fonction du rapport surface/volume (S/V). Les expériences réalisées à l'issue de séchages différents nous permettent d'avancer que la chute est superficielle lorsqu'on part d'un matériau saturé sain qui subit un premier séchage. Au fur et à mesure du séchage, les chutes s'harmonisent, ce qui fait penser à une propagation en profondeur des défauts qui étaient initialement superficiels. Cela semble ainsi traduire un effet structurel. Cette étude est intéressante d'un point de vue qualitatif car elle a permis de mettre en avant les facteurs influençant la chute mais pour pouvoir proposer une loi de prédiction quantitative de la chute initiale, il faudra élargir la base de données et réaliser un plan d'expérience afin de faire varier les paramètres influents deux à deux pour faciliter l'analyse de leur impact. On peut aussi penser que la nature de l'interface pâte-granulat est variable en fonction de la minéralogie des granulats et que cette variabilité jouera probablement un rôle dans la chute. Les investigations sur ce sujet devront donc être poursuivies au-delà de ce travail.

III.2.2 Perméabilité au gaz

Afin d'obtenir les données d'entrée nécessaires à la modélisation et aussi valider les différentes approches permettant d'évaluer la perméabilité au gaz intrinsèque ainsi que celle relative à la saturation, des essais de perméabilités à l'air ont été réalisés.

III.2.2.1 Perméabilité apparente au gaz

Les évolutions de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne pour des éprouvettes cylindriques $\Phi 15 \times 5$, calculées à partir des débits mesurés au Cembureau sont représentées en Figure III-13 et Figure III-16. Pour les deux bétons testés, la perméabilité apparente augmente lorsque le degré de saturation diminue. En effet, l'état hydrique du béton est primordial pour les mesures de perméabilité au gaz car, selon le degré de saturation du matériau, différentes tailles de pores sont accessibles. A 90% de saturation, la perméabilité apparente au gaz s'est avérée non mesurable pour les deux bétons d'étude. Cela s'explique soit par le fait que même si, à cet état de saturation élevée une partie de la porosité capillaire est drainée, elle n'est pas suffisamment connectée pour former un chemin de percolation du fait de l'épaisseur de l'échantillon, soit par l'utilisation d'une gamme trop grossière de débitmètres ne permettant pas d'atteindre des perméabilités inférieures à 10^{-19} m^2 . Ce résultat valide en partie les différences de chutes initiales observées en fonction de l'épaisseur

des éprouvettes. On peut penser par exemple qu'un échantillon de 5 mm ou d'1 cm d'épaisseur aurait présenté un débit non nul dans les mêmes conditions. Les augmentations de perméabilité observées au fur et à mesure du séchage deviennent plus importantes au-dessous de 15% et jusqu'à l'état sec où les échantillons sont soumis à des préconditionnements à des températures de 80 à 105°C. De nombreux auteurs (Carcasses *et al.*, 2002 ; Day *et al.*, 1985 ; Nagataki et Ujike, 1980) ont mis en évidence l'augmentation de la perméabilité au gaz avec la température de séchage. Ces auteurs expliquent que des préconditionnements à des températures élevées peuvent provoquer des effets secondaires comme un développement du réseau microfissural du béton ou encore une modification de la microstructure. Nagataki et Ujike (Nagataki et Ujike, 1980) estiment que cela provoque une augmentation supplémentaire de perméabilité au gaz due, non pas à un drainage accru du réseau poreux, mais à la formation de microfissures. L'apparition de microfissures dues à des tensions de plus en plus importantes pourrait justifier l'écart observé sur les matériaux aux états sec et très peu saturés. Cet effet est certainement accentué en température et aux faibles saturations mais on peut penser au vu des résultats précédents sur l'isotherme que cette évolution dans la connectivité apparaît à des niveaux de saturation bien supérieurs à 15%.

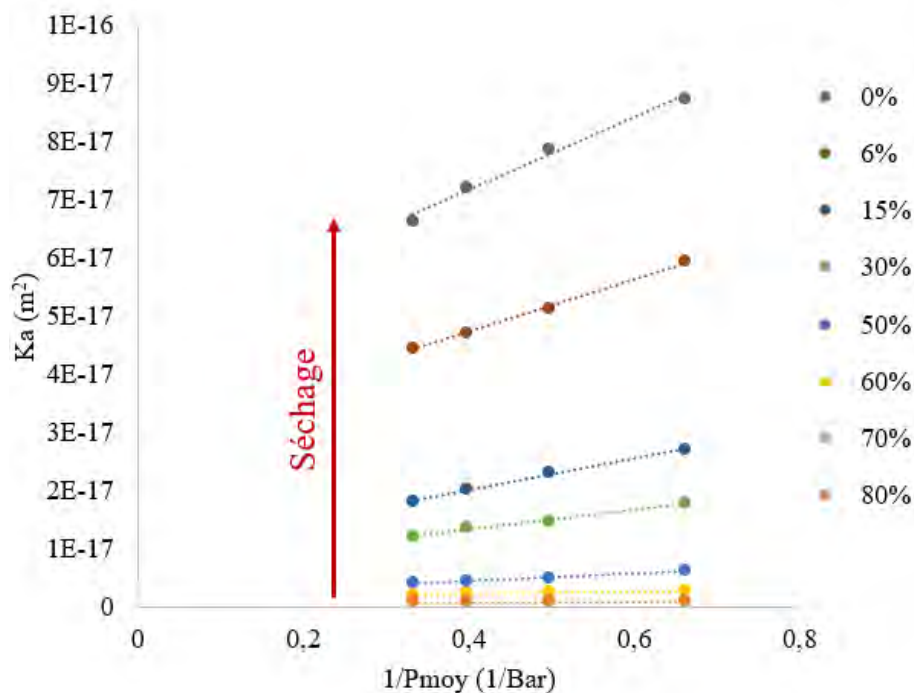


Figure III-13 : Perméabilité apparente au gaz du béton B1 en fonction de l'inverse de la pression moyenne pour différents états de saturations

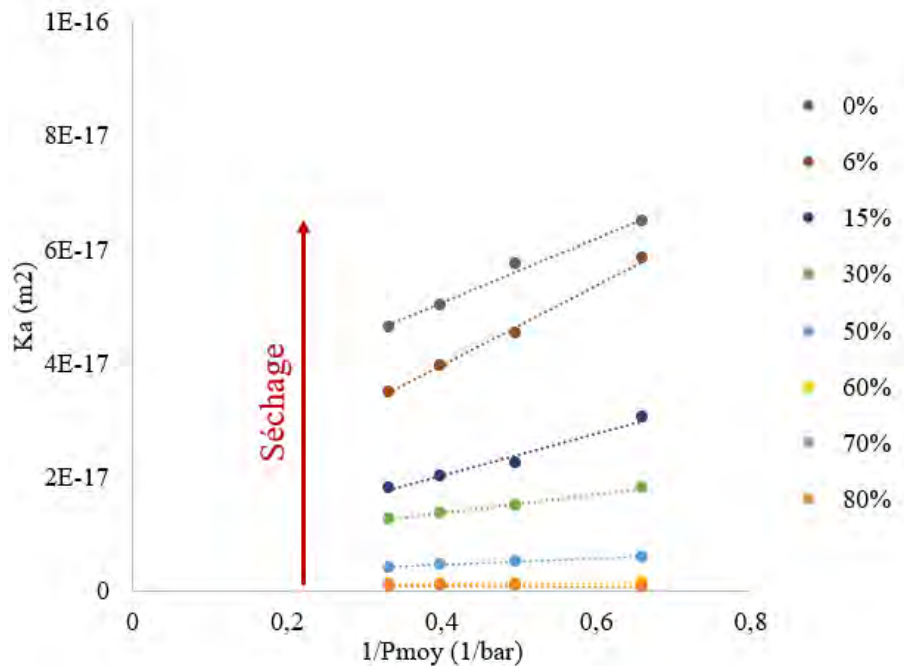


Figure III-14 : Perméabilité apparente au gaz du béton B2 en fonction de l'inverse de la pression moyenne pour différents états de saturations

III.2.2.2 Perméabilité intrinsèque et relative au gaz

La perméabilité intrinsèque, déterminée par l'approche de Klinkenberg, est l'ordonnée à l'origine de la droite liant les perméabilités apparentes à un état de saturation donné. Les perméabilités intrinsèques à l'air (K_g) des bétons B1 et B2 séchés jusqu'à masse constante à 105°C sont représentées dans le Tableau III-2 et comparés avec celles de Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010).

Tableau III-2 : Perméabilités à l'air des matériaux d'études comparées à celles de (Ranaivomanana, 2010)

	Béton d'étude		(Ranaivomanana, 2010)		(Andra 01a ; Andra01b)	
	B1	B2	B1*	B2*	CEM I	CEM V
$K_g (10^{-17} \text{ m}^2)$	4,20	2,25	0,43	3,00	8,5	1,9

Les résultats obtenus sur nos bétons sont proches des bétons de référence (Andra 01a ; Andra01b). On retrouve néanmoins près d'un ordre de grandeur de différence sur les valeurs de perméabilité intrinsèque à l'air quand on compare notre béton B1 au B1* de Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010). Dans ses travaux, cet auteur avait obtenu des fortes pentes de perméabilités apparentes en fonction de l'inverse de la pression moyenne pour le

béton B1*. De ce fait, l'extrapolation basée sur la théorie de Klinkenberg conduit à une valeur de perméabilité sous-estimée. C'est ce qui justifie les valeurs négatives de perméabilité qu'il retrouve sur un béton carbonaté à base de CEM I.

Pour nos matériaux d'étude, le béton B1 présente une perméabilité intrinsèque supérieure au B2 alors qu'on retrouve une tendance inverse sur les matériaux de Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010). Perlot (Perlot, 2005) a mis en évidence que la variabilité des résultats de perméabilité au gaz rencontrée dans la littérature et obtenue pour des formulations diverses ne permet pas d'affirmer une tendance concernant le rôle d'additions minérales sur la perméabilité au gaz des matériaux cimentaires. En outre, même si ces résultats sont entachés par la microfissuration due au préconditionnement, nous pouvons quand même justifier la légère augmentation de perméabilité au gaz observée sur notre béton B1 par rapport au B2. En effet, bien que moins poreux, le B1 qui présente une porosité plus grossière est plus perméable que le B2. Ce résultat rejoint donc les constatations faites sur les microstructures des matériaux à base de CEM I et CEM V. En termes de perméabilité au gaz les bétons B1 et B2 restent néanmoins très proches et semblables.

En utilisant l'expression proposée par Klinkenberg (I-23), la constante de Klinkenberg β peut être déterminée en fonction du degré de saturation des matériaux testés (cf. Figure III-15).

(Thiery *et al.*, 2007) ont remarqué que plus le béton a une résistance importante (correspondant à une porosité faible et une distribution poreuse fine), plus la fonction β est élevée. En effet, plus la taille des pores est petite (et donc du même ordre de grandeur que le libre parcours moyen des molécules de gaz) et plus la composante de glissement dans l'écoulement est marquée. En revanche, nous remarquons en Figure III-15 la décroissance de β quand le degré de saturation augmente. Cette tendance également observée par Abbas *et al.* (Abbas, Carcasses et Ollivier, 1999) est plus difficile à interpréter. Ce phénomène est expliqué par le fait que lorsque le taux de saturation diminue (correspondant au séchage du matériau, généralement à partir d'un état saturé), on vide les pores par diamètre décroissant : on libère ainsi des pores de plus en plus petits au fur et à mesure du séchage, ce qui conduit à une augmentation de la part de l'écoulement dit de Klinkenberg.

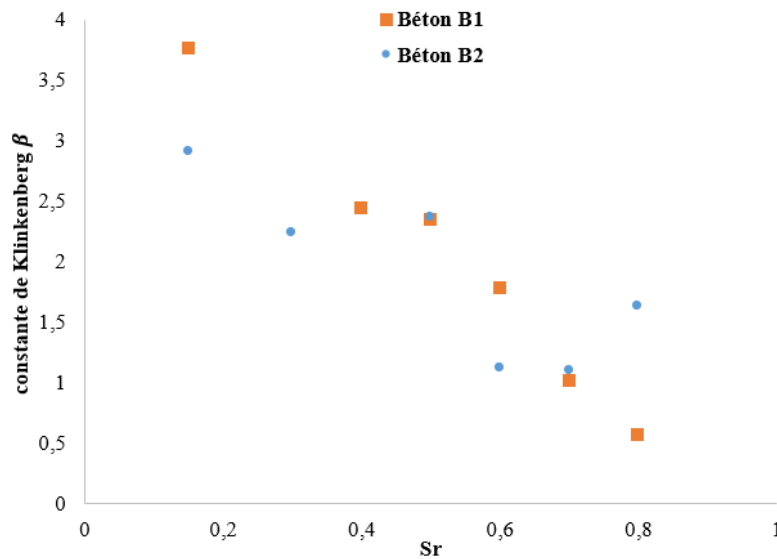


Figure III-15 : Evolution de la constante de Klinkenberg β en fonction de la saturation pour les bétons d'étude B1 et B2

Le ratio de la perméabilité intrinsèque (obtenue par extrapolation basée sur la théorie de Klinkenberg) mesurée à un état de saturation donné sur la perméabilité intrinsèque à l'état sec K_g permet d'obtenir la perméabilité relative au gaz des matériaux testés. Ce paramètre marque la diminution de l'espace poreux accessible au gaz quand la saturation liquide augmente et inversement (Verdier, 2001). La Figure III-16 présente l'évolution de la perméabilité relative au gaz en fonction du degré de saturation pour les bétons B1 et B2 en considérant K_g de deux manières. On remarque que les valeurs de perméabilité relative sont plus importantes lorsqu'on considère le K_g à 80°C par rapport à sa considération classique à 105°C. Cette augmentation serait associée à l'endommagement supplémentaire induit par le préconditionnement à une température plus élevée (Sogbossi, Verdier et Multon, 2020) (Sogbossi, 2017). En effet, on observe en Figure III-17 une variation non linéaire de l'endommagement qui intervient entre 30% et 0% S_r , ce qui explique en grande partie la variation de perméabilité entre 30% et 0% de saturation. De ce fait, les modèles de réseau poreux ne rendant pas compte de cet endommagement hydrique devraient plus rendre compte de la perméabilité relative au gaz lorsqu'on considère K_g à 80°C.

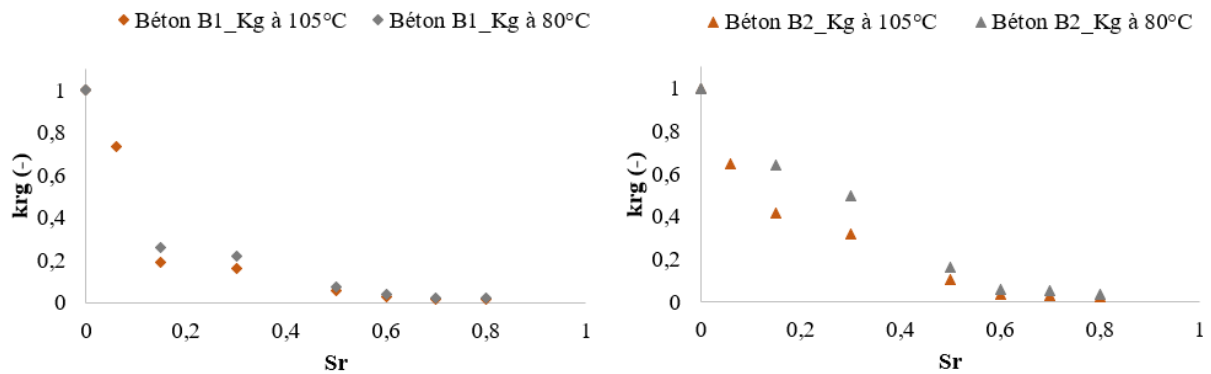


Figure III-16 : Perméabilité relative au gaz en fonction de la saturation pour les bétons B1 et B2

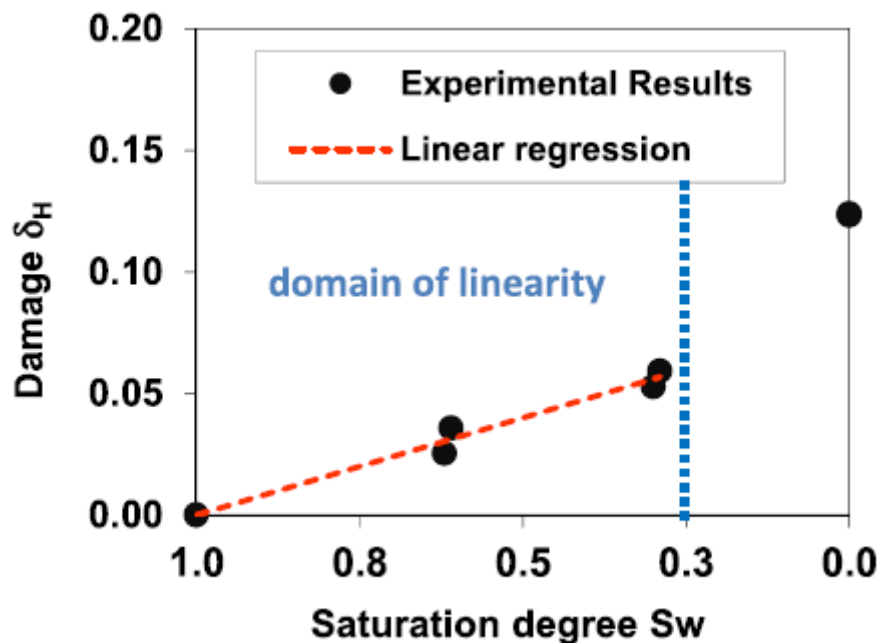


Figure III-17 : Evolution de l'endommagement hydrique en fonction du degré de saturation (Sogbossi, Verdier et Multon, 2020)

III.2.3 Perméabilité au liquide

Les valeurs de perméabilité au liquide obtenues dans le Tableau III-3 montrent plusieurs ordres de grandeurs de différence par rapport aux valeurs de perméabilité au gaz obtenues dans la partie précédente. Ces écarts tiennent à la texture extrêmement fine des matériaux cimentaires pour lesquels la notion de perméabilité intrinsèque ne peut pas être appliquée, puisque les écoulements de gaz à l'échelle des pores s'écartent d'écoulements purement visqueux (Thiery *et al.*, 2007). D'un autre côté, nous avons vu que l'endommagement créé au

cours d'un séchage peut avoir un impact sur les paramètres de séchage, notamment la chute de l'isotherme de désorption. Etant donné le rôle important que joue la perméabilité au liquide dans les processus de transfert hydrique, il est important d'évaluer comment ce paramètre évolue en fonction de l'histoire thermo-hydrique des matériaux. Dans cette partie, des essais sont réalisés afin de mettre en évidence l'influence d'un préconditionnement en température sur les résultats de perméabilité au liquide.

Les perméabilités à l'eau des bétons B1 et B2 avant et après un processus de séchage à 105° C sont représentées dans le Tableau III-3 et comparés avec les valeurs de Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010). A l'état sain, les valeurs de perméabilités à l'eau des bétons B1 et B2 sont identiques à celles de (Ranaivomanana, 2010). La tendance semble quand même inversée par rapport à la perméabilité au gaz pour laquelle le B1 était plus perméable que le B2 mais les perméabilités sont proches dans tous les cas. Leung Pah Hang (Leung Pah Hang, 2015) avait constaté cette même tendance inversée sur les perméabilités à l'oxygène et à l'eau de deux types de bétons bas pH. Les propriétés de transfert sont donc différentes en fonction de l'état de saturation des matériaux. Nous avons ensuite mis en évidence l'influence d'un éventuel endommagement sur les résultats de perméabilité au liquide. Les échantillons testés à l'état sain ont été séchés à 105°C jusqu'à masse constante puis re-saturés avant de reprendre l'essai. Les résultats montrent une augmentation de perméabilité allant jusqu'à 2,6 fois la valeur initiale pour le béton B1. On peut donc raisonnablement penser que le béton a été endommagé lors du séchage, que de nouveaux chemins de percolation associés à de la microfissuration sont apparus. Cependant ce facteur est à considérer avec précaution. L'eau n'étant pas inerte vis à vis du matériau, il est probable que certains cheminements créés lors du séchage aient ensuite été obturés par dépôt ou précipitation. En effet dans les mêmes conditions ou quasiment Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010) a obtenu une perméabilité à l'éthanol (après séchage) deux ordres de grandeur plus grande que celle à l'eau (avant séchage). L'augmentation de perméabilité avant et après séchage est donc certainement comprise entre un facteur 2 et 100. Il est important de noter ici que la perméabilité du milieu évolue donc avec le séchage et que cette évolution n'est pas simplement associée au départ d'eau. Nous verrons par la suite que le fait de considérer cette modification de perméabilité du milieu permet de reproduire plus précisément les différentes cinétiques obtenues expérimentalement. La tentative de mesure de perméabilité à partir d'une solution en

équilibre avec le pH de la solution interstitielle n’a pas aboutie. En effet, même après deux mois de mise sous pression du liquide, nous n’avons pas réussi à mesurer un débit. Cela est certainement dû à la surconcentration injectée dans le milieu qui a probablement créée des précipitations empêchant le transfert.

**Tableau III-3 : Perméabilités à l’eau des matériaux d’études comparées à celles de
(Ranaivomanana, 2010)**

	Béton d’étude		(Ranaivomanana, 2010)	
	B1	B2	B1*	B2*
K_I mesurée à l’eau (10^{-19} m^2)	0,82	1,20	0,95	1,37
K_I mesurée à l’éthanol (10^{-19} m^2)			51	130
K_I après un cycle de séchage à 105° C puis re-saturation (10^{-19} m^2)	2,14	2,17		

III.2.4 Diffusion de vapeur (Perméabilité à la vapeur)

Les moyennes des variations relatives de masse pour les bétons B1 et B2 en fonction du temps pour différents couples d’humidités relatives sont représentées en Figure III-18 et Figure III-20. Un zoom de chacune des évolutions pour l’ensemble des éprouvettes testées est présenté en Figure III-19 et Figure III-21. A partir du suivi de masse de l’ensemble coupelle-échantillon, le flux de vapeur traversant les matériaux peut être déterminé. Ce flux de vapeur est représenté en régime permanent par la pente de la droite de régression entre la variation relative de la masse et le temps. On remarque sur l’ensemble des matériaux testés, une phase initiale non linéaire (environ 1 mois) qui n’est pas prise en compte dans l’évaluation de la pente de la droite de régression. Cette durée importante de la phase initiale peut s’expliquer d’une part par la faible perméabilité de ces bétons à haute performance et donc un régime permanent long à atteindre et d’autre part par le préconditionnement adopté dans notre étude. En effet, en début d’essai, les échantillons ont une saturation qui correspond à la moyenne entre l’humidité relative à l’intérieur de la coupelle et celle à l’extérieur de la coupelle. La saturation des matériaux étant moyenne au sein de l’échantillon, il faut un certain temps au profil hydrique pour se rééquilibrer avec les humidités relatives des conditions aux limites. Du fait des longues durées de préconditionnement requises pour le béton B2, les essais pour les

couples à 76-33% d'humidité relative et 44-9% d'humidité relative n'ont pas pu être réalisés pour ce béton. Les éprouvettes sont encore en phase d'homogénéisation depuis au moins 3 mois.

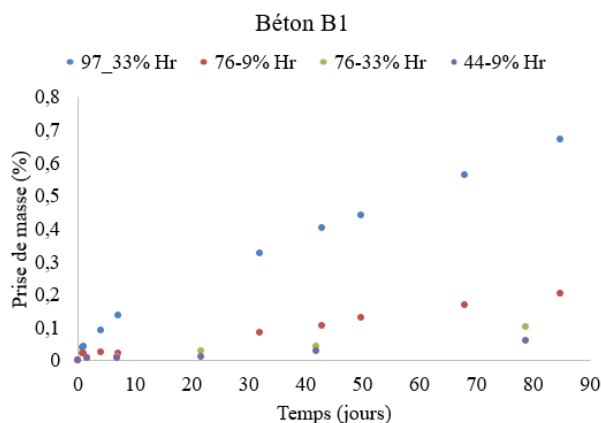


Figure III-18 : Moyennes des variations relatives de masse pour le béton B1 en fonction du temps pour quatre couples d'humidités relatives

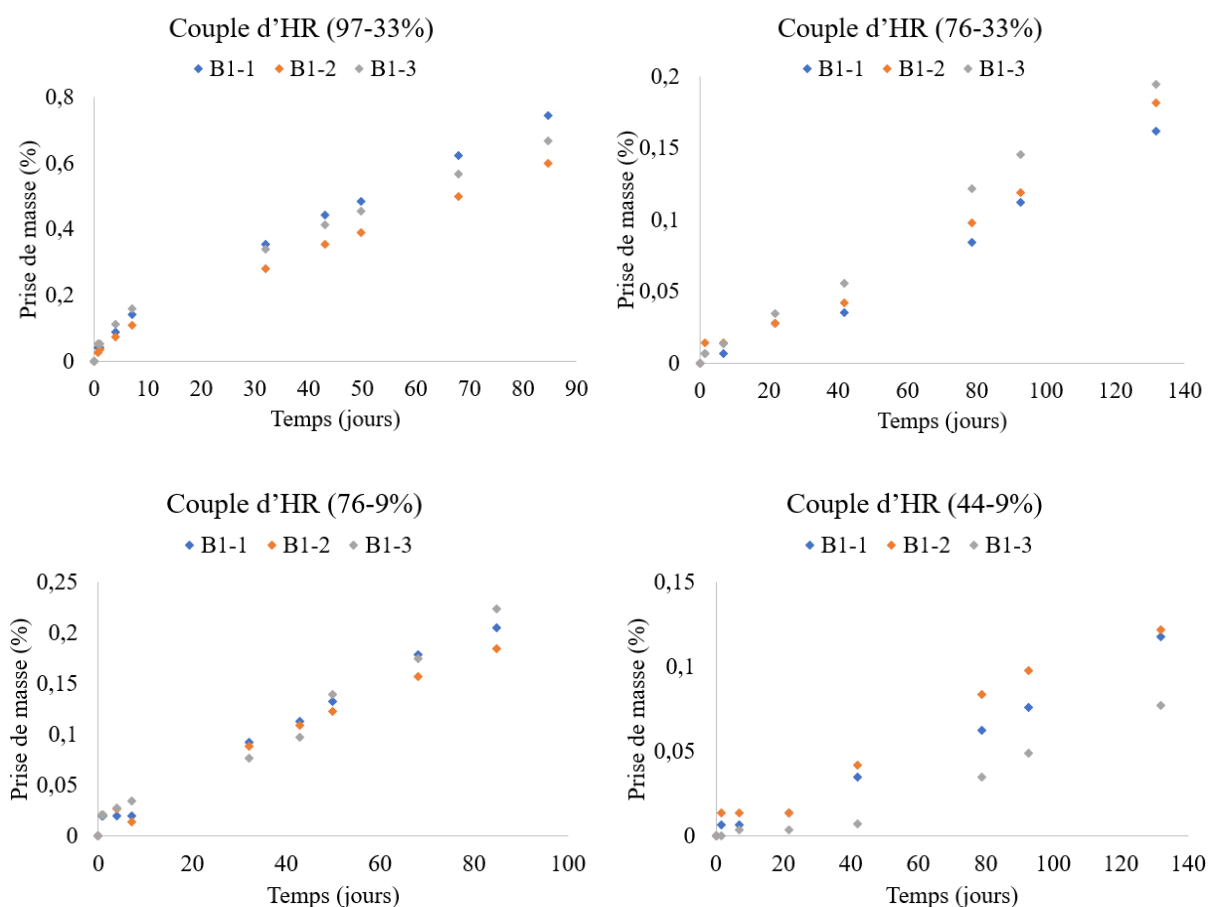


Figure III-19 : Variations relatives de masse des trois éprouvettes pour le béton B1 en fonction du temps pour quatre couples d'humidités relatives

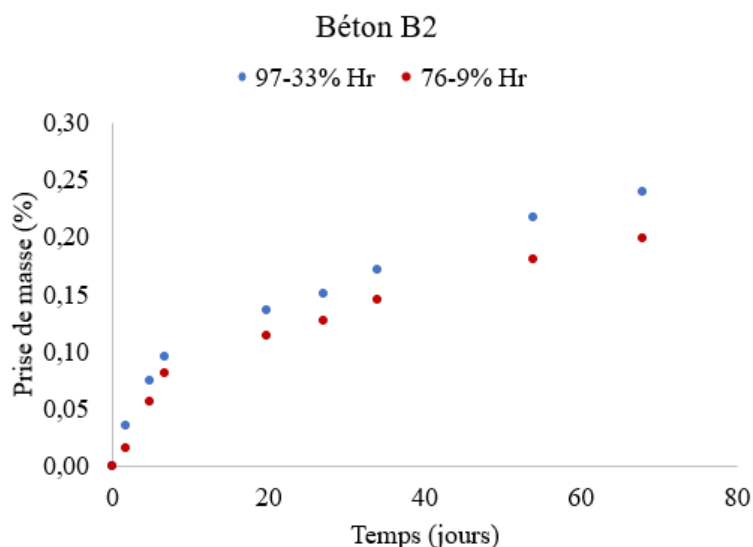


Figure III-20 : Moyennes des variations relatives de masse pour le béton B2 en fonction du temps pour deux couples d'humidités relatives

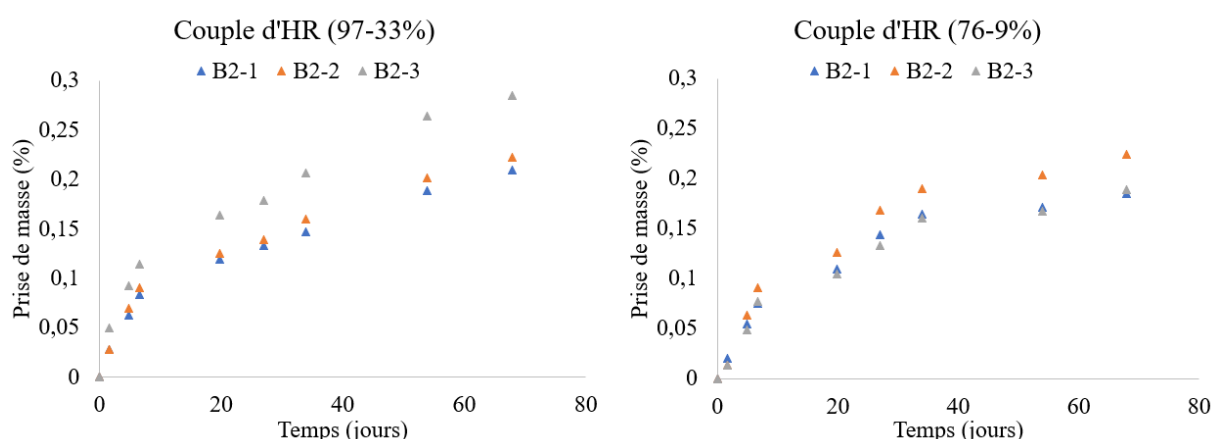


Figure III-21 : Variation relative de masse des trois éprouvettes pour le béton B2 en fonction du temps pour deux couples d'humidités relatives

Le Tableau III-4 et

Tableau III-5 présente les valeurs de perméabilité à la vapeur obtenues pour différents couples d'humidité relative. Nous constatons que la perméabilité à la vapeur augmente lorsque l'humidité relative moyenne augmente, ce qui illustre la contribution du transfert sous forme liquide au flux assuré. Pour Chamoin (Chamoin, 2013), l'augmentation de la perméabilité à la vapeur en fonction de l'humidité relative est liée au transfert liquide associé à la diffusion liquide surfacique puis à la condensation capillaire. Verdier (Verdier, 2001) trouve des valeurs du même ordre de grandeur avec une évolution similaire sur des bétons haute performance dédiés aux ouvrages de centrale nucléaire. On constate quand même que pour le couple

d'humidité relative (76-33 %), les valeurs sont légèrement inférieures à celles du couple d'humidité relative (76-9 %). Cela pourrait venir de la réalisation des essais de ces deux couples d'humidité relative avec un jeu d'échantillons différents. Ainsi, pour des couples d'humidité relative très proche, l'effet de la variabilité des matériaux prend le dessus sur le transfert.

Tableau III-4 : Valeurs de perméabilité à la vapeur du béton B1 en fonction des couples d'humidités relatives

Couple d'HR (%)	(97-33)	(76-33)	(76-9)	(44-9)
HR moyen (%)	65	54,5	42,5	26,5
δ moyen (kg/m.Pa.s)	5,62E-12	1,20E-12	1,94E-12	7,23E-13
B1-1	6,37E-12	1,17E-12		
B1-2	5,37E-12	1,31665E-12		
B1-3	5,12E-12	1,12405E-12		
B1-4			2,32E-12	7,76952E-13
B1-5			1,95E-12	7,41841E-13
B1-6			1,55E-12	6,49048E-13

Tableau III-5 : Valeurs de perméabilité à la vapeur du béton B2 en fonction des couples d'humidités relatives

Couple d'HR (%)	(97-33)	(76-9)
HR moyen (%)	65	42,5
δ moyen (kg/m.Pa.s)	1,81E-12	8,99E-13
B2-1	2,13E-12	
B2-2	1,69E-12	
B2-3	1,59E-12	
B2-4		1,02E-12
B2-5		7,26E-13
B2-6		9,53E-13

III.3 Etudes des mécanismes entrant en jeu dans un processus de rééquilibrage hydrique

III.3.1 Expériences de séchage/humidification sur des bétons

III.3.1.1 Analyse des courbes de suivi de masse

La Figure III-22 présente la variation relative de masse à 20° C des bétons B1 et B2 lors du suivi de séchage à 8% d'humidité relative puis humidification à 97% d'humidité relative. Les évolutions observées ne font que corroborer les courbes de variations de masses obtenues dans la partie III.2.1.1 sur des échantillons de plus faible épaisseur. Les bétons B2 présentent une variation relative de masse légèrement plus faible du fait de la finesse du réseau poreux. Après 154 jours de séchage, le degré de saturation global évalué à partir de la perte de masse est de 78 % pour le B1 alors qu'il est de 80 % pour le B2. On retrouve ensuite ces 2% d'écart après 86 jours d'humidification avec le B1 ayant un degré de saturation de 92 % alors qu'il est de 94 % pour le B2.

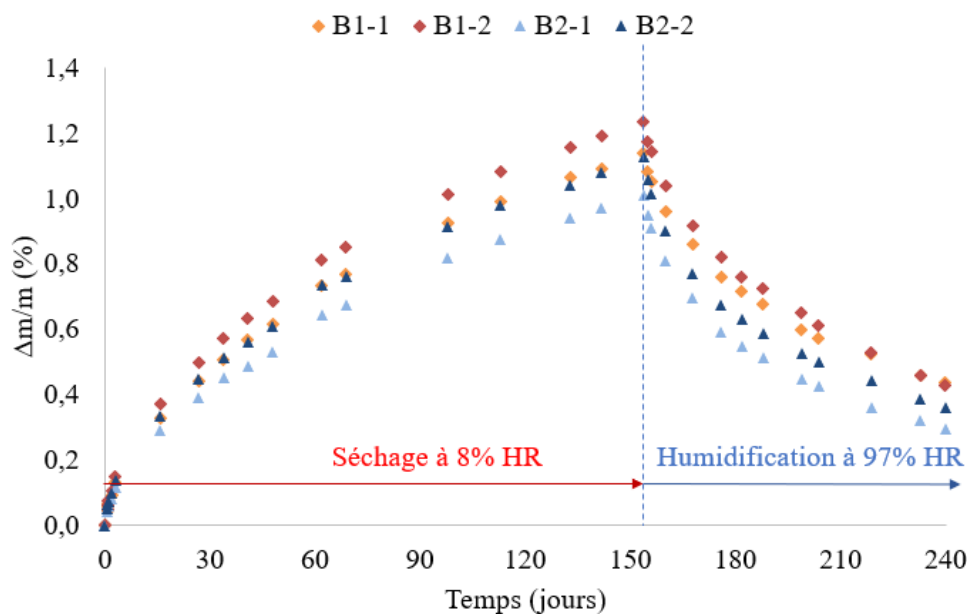


Figure III-22 : Variation relative de masse à 20°C des bétons lors du suivi de séchage à 8% d'HR puis humidification à 97% d'HR

Cette expérience présente un intérêt particulier grâce aux instrumentations mises en place sur les corps d'épreuve. Au fur et à mesure que le réseau poreux des matériaux testés se draine en phase de séchage ou se re-sature en phase d'humidification, un contrôle local de la résistivité est effectué suivant l'épaisseur des échantillons. Ainsi, que ce soit au cours du séchage ou de l'humidification, l'analyse des profils de résistivité réalisée à partir du dispositif

de mesure en surface par anneaux de cuivre et du dispositif de mesure par capteurs en circuit imprimé noyé, permet de rendre compte des évolutions de teneur en eau des matériaux testés.

III.3.1.2 Analyse des profils de résistivité au cours du séchage

La Figure III-23 montre l'évolution des profils de résistivité évalués à partir des anneaux de cuivre en fonction de l'épaisseur et du temps de séchage. En Figure III-24, l'évolution des profils de résistivité évalués à partir des capteurs en circuit imprimé en fonction de l'épaisseur et du temps de séchage est présentée. Sur l'ensemble des matériaux testés et pour les deux types de dispositif de mesure, on constate une augmentation de la résistivité au cours du temps qui traduit la perte d'eau due au séchage auquel ces matériaux sont exposés. La résistivité près des surfaces séchantes augmente rapidement alors que dans les autres canaux plus au cœur des échantillons, l'évolution est moins forte. Cela peut s'expliquer par l'évaporation de l'eau à partir des surfaces de séchage qui crée un gradient de teneur en eau qui s'établit au fur et à mesure dans l'épaisseur des différents bétons. Ces mêmes ont été retrouvés dans la littérature à partir de mesure de gammadensimétrie (Verdier, 2001 ; Villain et Thiery, 2006) D'autres part, ces fortes augmentations observées près des surfaces de séchage qui correspondent aux bords des échantillons peuvent être attribuées aux effets de bord sur les mesures de résistivité mis en évidence par plusieurs auteurs (Bungey et Grantham, 2006 ; Nguyen, 2016). Ces résultats montrent l'aptitude du dispositif par anneaux de cuivre et par capteurs en circuit imprimé à rendre compte des gradients occasionnés par les pertes d'eau dues au séchage.

A l'état initial, avant le début du séchage, on remarque une dispersion sur les valeurs de résistivité suivant l'épaisseur des matériaux. Cette dispersion est encore plus marquée sur les évolutions obtenues à partir des capteurs en circuit imprimé. Les matériaux testés sont placés en condition de séchage directement après la sortie de la cure humide. Une saturation non effective des échantillons issus de ce type de cure pourrait expliquer la non-linéarité des valeurs de résistivité mesurées à l'état initial. Comme évoqué dans la partie III.2.1.2, Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010) considère que ce type de protocole ne permet pas d'atteindre une saturation totale au sein des éprouvettes, l'auto dessiccation à cœur durant l'hydratation, les conditions d'ambiance ($HR=95\% \pm 5$) et la faible perméabilité des matériaux

ne permet pas la re-saturation totale à cœur, sans immersion et pression liquide plus importantes sur l'échantillon. En plus, pour des éprouvettes cylindriques $\varnothing 11 \times 20$ cm, du fait de l'épaisseur importante, il n'est pas évident d'atteindre une saturation totale même en saturant sous vide.

Des profils non-linéaires à l'état initial ont été aussi observés par d'autres auteurs (Baroghel-Bouny et Chaussadent, 2004 ; Khelidj *et al.*, 2002), dans le cadre de l'évaluation des gradients de teneur en eau par gammadensimétrie et sondes thermo-hygrométriques. Ces auteurs ont éliminé pour les sondes les perturbations à l'origine de la non-linéarité en considérant qu'à l'état initial, l'humidité relative était de 100% sur matériau saturé. Dans notre étude, aucune modification n'a été apportée aux valeurs mesurées expérimentalement, l'objectif étant de rendre compte de l'évolution de la résistivité associée à la variation de masse au cours du séchage ou de l'humidification.

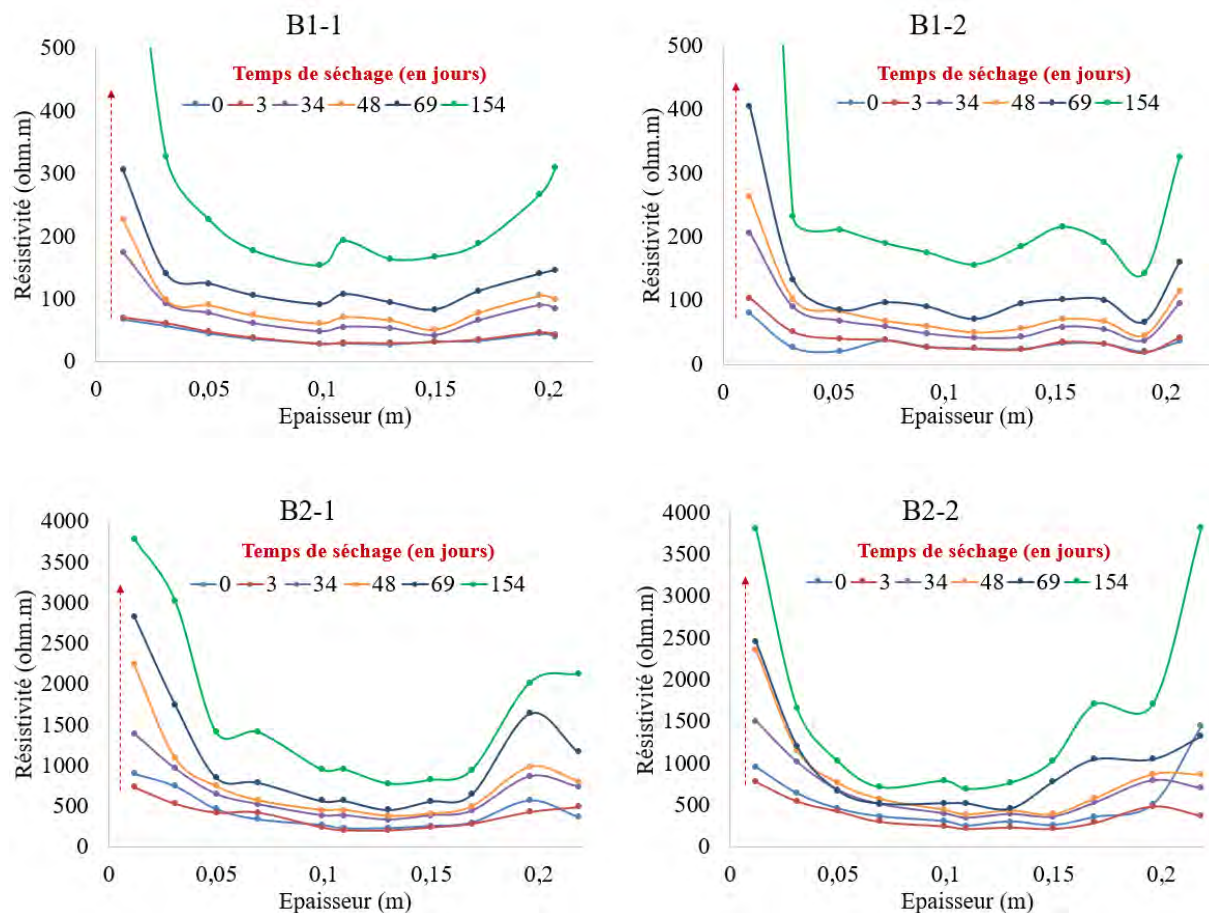


Figure III-23 : Profils de résistivité évalués grâce aux anneaux de cuivre en fonction de l'épaisseur et du temps de séchage pour les bétons B1 et B2

Pour les mesures effectuées avec les anneaux de cuivre (Figure III-23), à l'état initial, le béton B1-1 par exemple a une résistivité globale de 40 Ohm.m qui augmente jusqu'à 280 Ohm.m après 154 jours de séchage. Le béton B2-1 a une résistivité globale initiale de 425 Ohm.m qui augmente jusqu'à 1660 Ohm.m après 154 jours de séchage. On retrouve ainsi environ un ordre de grandeur de différence en termes de résistivité entre ces deux bétons à l'état initial. Cette résistivité plus faible observée sur le B2 corrobore avec les évolutions des différents paramètres de transferts évoqués précédemment et particulièrement le coefficient de diffusion. Le B2 présente aussi une perméabilité au gaz plus faible avec un réseau poreux moins connecté et plus fin. Medeiros-Junior et Lima (Medeiros-Junior et Lima, 2016) ont mis en évidence dans leur travaux que les ciments contenant du laitier de haut fourneau et des ajouts de pouzzolane ont une résistivité plus élevée. Ces auteurs expliquent cette forte résistivité par le fait que ces ajouts contribuent à affiner les pores de la microstructure du béton et à réduire considérablement la diffusivité. Ils avancent ainsi que la résistivité augmente avec la porosité, la diffusivité et l'interconnectivité du réseau poreux. Naar (Naar, 2006) a reporté dans ses travaux que la présence de fumée de silice augmente considérablement la résistivité, jusqu'à 10 fois par rapport à un béton sans fumée de silice. Il en est de même si on compare un CEM I à un CEM V.

Pour les mesures effectuées avec les circuits imprimés (Figure III-24), à l'état initial, le béton B1-1 par exemple a une résistivité globale de 15 Ohm.m qui augmente jusqu'à 114 Ohm.m après 154 jours de séchage. Le béton B2-1 a une résistivité globale initiale de 60 Ohm.m qui augmente jusqu'à 320 Ohm.m après 154 jours de séchage. Comme nous l'avons observé en partie II.4.5.2, le suivi de résistivité montre une surestimation plus ou moins forte de résistivité sur certaines positions de mesure, ce qui fait apparaître une évolution en dent de scie principalement associée à l'électronique des capteurs. Afin de bien mettre en évidence les gradients de teneur en eau associés au séchage, nous présentons en Figure III-25 les variations de résistivité par rapport au profil initial en fonction du temps. On constate que le gradient de séchage s'établit de manière quasi-constante dans les premiers jours. Ensuite, au fur et à mesure que le temps de séchage augmente, la variation de résistivité devient plus importante dans la zone proche de la surface exposée au séchage, où la perte d'eau est plus importante. Le fait que la variation soit plus importante en partie supérieure par rapport au bas des éprouvettes s'explique par la position des électrodes au sein des corps d'épreuve. En effet, en

partie supérieure, la première électrode est située à environ 2 cm de la surface exposée alors qu'en partie basse, la dernière électrode est située à environ 3 cm de la surface exposée. La confrontation avec les évolutions obtenues avec les anneaux en cuivre sur ce même échantillon permet de relever les points suivants :

- ❖ Les valeurs de résistivité obtenues avec les anneaux en cuivre sont plus élevées que celle obtenues avec les capteurs en circuit imprimé. Cela peut provenir du fait que les anneaux de cuivre permettent de faire des mesures en surface alors que les capteurs en circuit imprimé sont noyés au cœur des échantillons. Ainsi, les résistances de contact moins importantes dans le cas des capteurs qui sont noyés dans le béton au cours du coulage pourraient expliquer les faibles valeurs de résistivité. Aussi, les mesures de résistivité globale réalisées avec le dispositif en transmission classiquement utilisé ont montré des valeurs similaires à celles relevées avec les anneaux en cuivre.
- ❖ Le rapport entre la résistivité initiale et celle relevée avec les anneaux en cuivre après 154 jours de séchage pour le béton B1-1 est de 0,14 similaire à celui relevé avec les capteurs en circuit imprimé qui est de 0,13. Cependant, pour le béton B2-1 ce rapport passe de 0,25 pour les anneaux en cuivre à 0,19 pour les circuits imprimés. Les anneaux de cuivre font état d'une variation relative de masse similaire pour le béton B1 pour les deux dispositifs de mesure. Cette variation devient plus importante avec les anneaux de cuivre pour le béton B2.

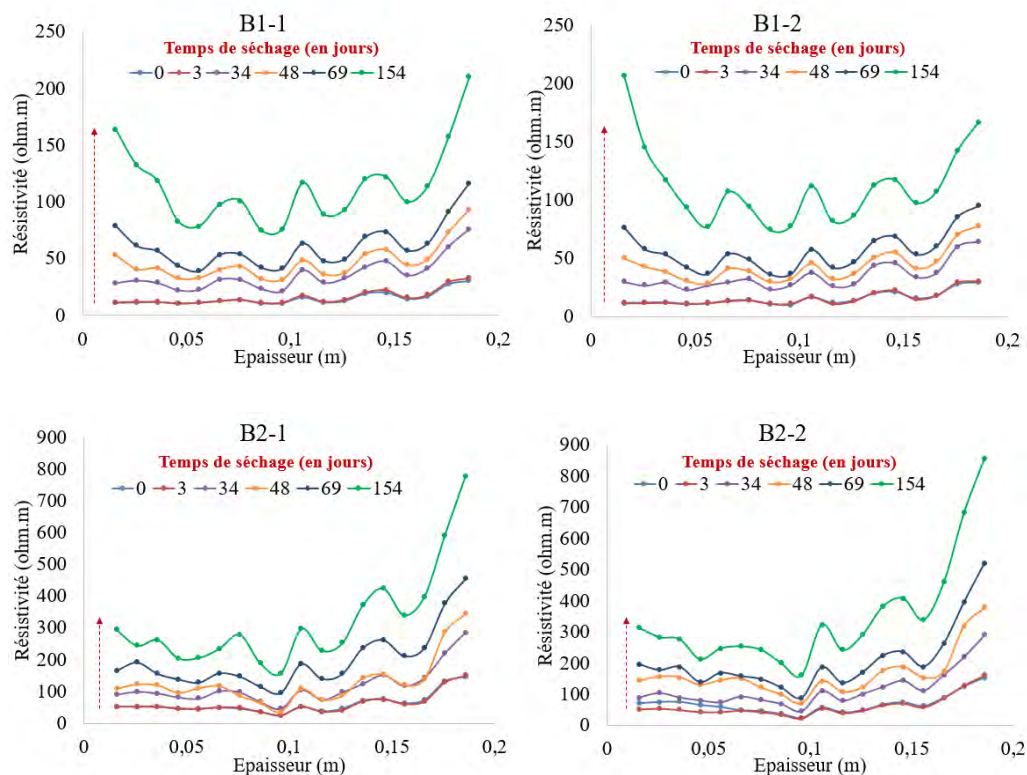


Figure III-24 : Profils de résistivité évalués grâce aux capteurs en circuits imprimés en fonction de l'épaisseur et du temps de séchage pour les bétons B1 et B2

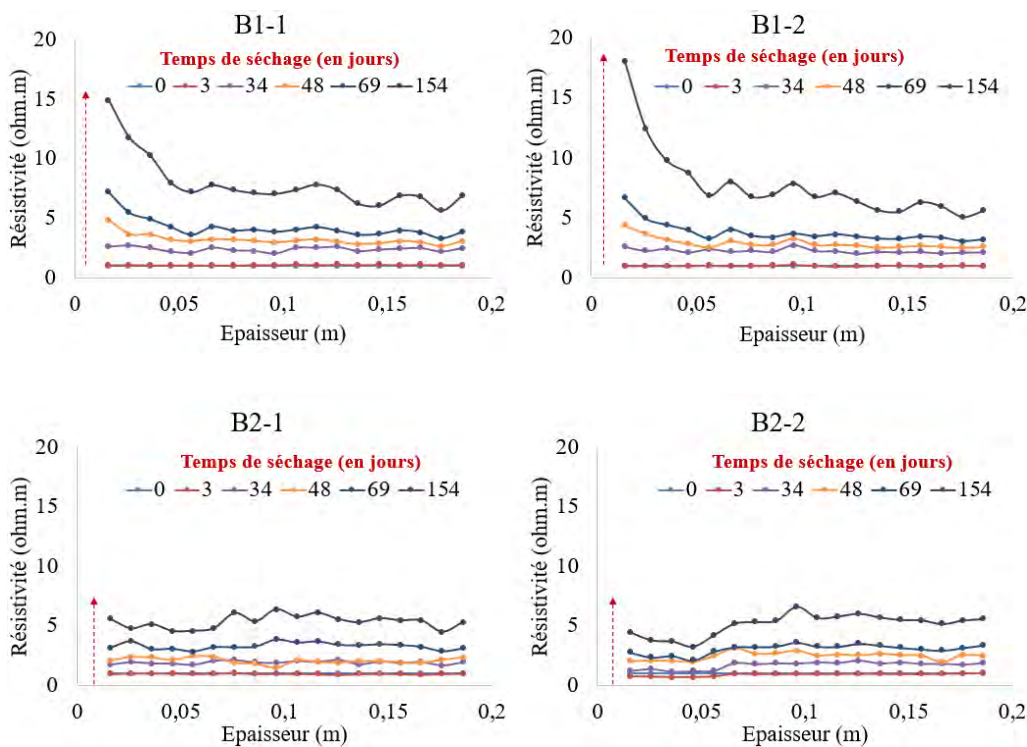


Figure III-25 : Variation des profils de résistivité par rapport aux profils initiaux évalués grâce aux capteurs en

circuits imprimés fonction de l'épaisseur et du temps de séchage pour les bétons B1 et B2

III.3.1.3 Analyse des profils de résistivité au cours de l'humidification

La Figure III-26 montre l'évolution des profils de résistivité évalués à partir des anneaux de cuivre en fonction de l'épaisseur et du temps d'humidification. En Figure III-27, l'évolution des profils de résistivité évalués à partir des capteurs en circuit imprimé en fonction de l'épaisseur et du temps d'humidification est présentée. Afin de bien mettre en évidence les gradients de teneur en eau associés à l'humidification, nous présentons en Figure III-28 les variations de résistivité par rapport au profil initial en fonction du temps. Sur l'ensemble des matériaux testés et pour les deux types de dispositif de mesure, on constate une diminution de la résistivité au cours du temps qui traduit la prise de masse due à l'humidification à 97% d'humidité relative à laquelle ces matériaux sont exposés. Les évolutions observées corroborent en sens inverse à celles identifiées en séchage au paragraphe précédent. Sur le béton B2, on avait identifié en séchage que les capteurs en circuit imprimé rendaient compte d'une perte de masse plus faible. Cette tendance se confirme en humidification où on remarque que les capteurs en circuit imprimé ne parviennent pas à rendre totalement compte de la prise de masse à travers les résistivités mesurées. Cela pourrait s'expliquer par le fait que les électrodes des capteurs et donc les points d'injection de courant soient de petites tailles. Ainsi, dans un milieu ayant une porosité très fine, des électrodes d'injection plus grandes permettraient d'améliorer considérablement le passage du courant. Cependant, cela pourrait créer des chemins préférentiels de transfert au sein des matériaux en fonction de la taille et limiter ainsi l'intérêt. La mesure par capteur intégré reste donc prometteuse mais mérite encore quelques ajustements pour exprimer son réel potentiel.

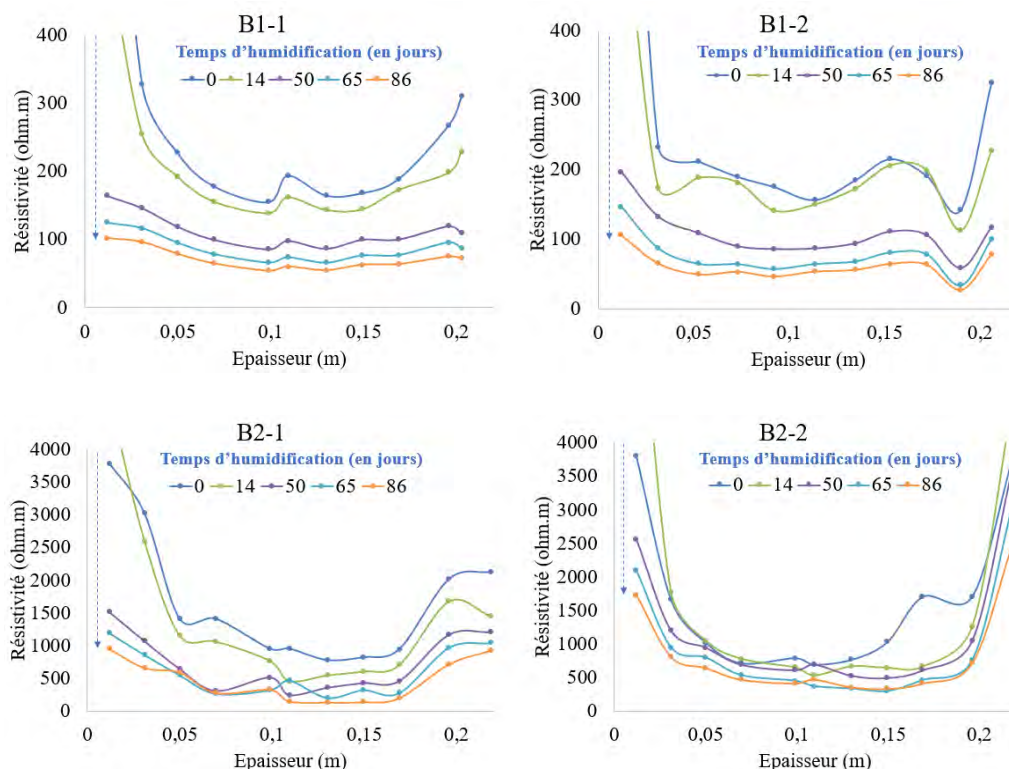


Figure III-26 : Profils de résistivité évalués grâce aux anneaux de cuivre en fonction de l'épaisseur et du temps de séchage pour les bétons B1 et B2

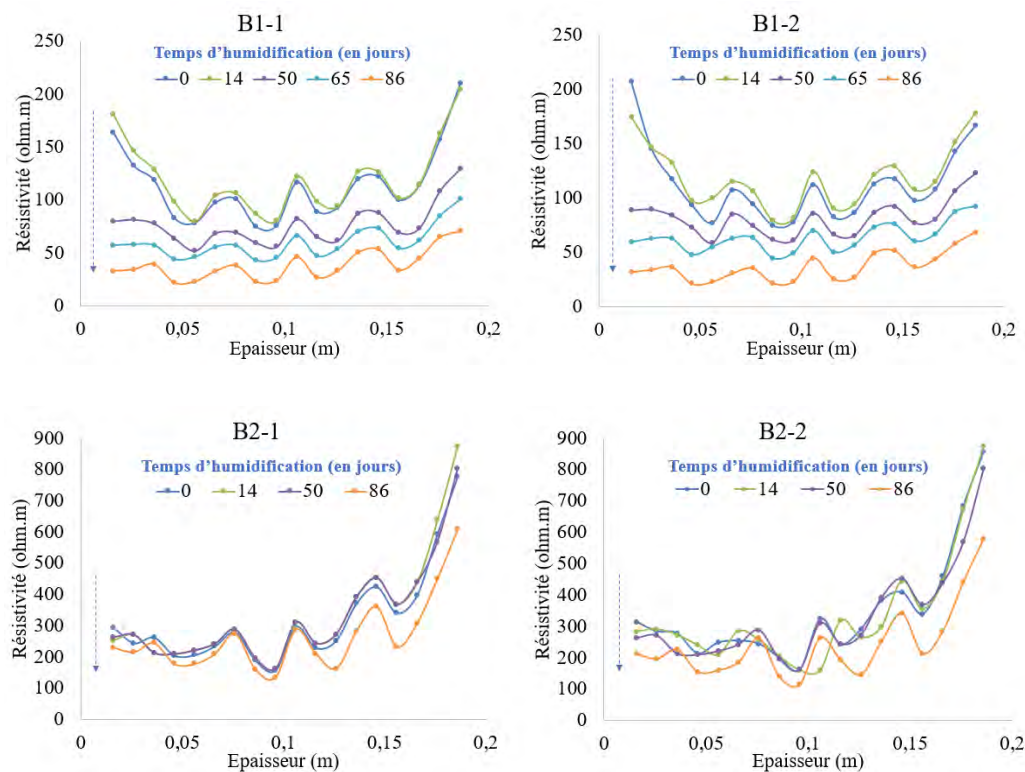


Figure III-27 : Profils de résistivité évalués grâce aux capteurs en circuits imprimés en fonction de l'épaisseur et du temps de séchage pour les bétons B1 et B2

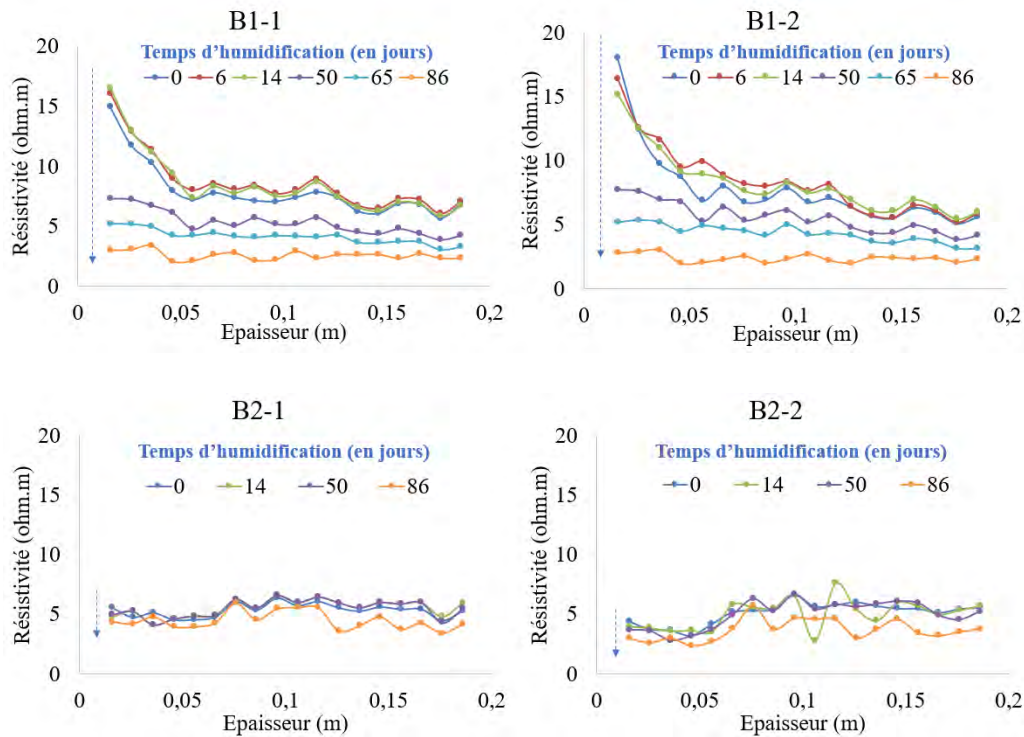


Figure III-28 : Variation des profils de résistivité par rapport aux profils initiaux évalués grâce aux capteurs en circuits imprimés fonction de l'épaisseur et du temps d'humidification pour les bétons B1 et B2

III.3.2 Mesure expérimentale de l'imbibition capillaire d'eau dans les bétons

III.3.2.1 Analyse des courbes d'absorption d'eau

III.3.2.1.1 Influence du préconditionnement et du degré de saturation initial

Les résultats des cinétiques d'absorption d'eau en fonction de la racine carré du temps sont présentés en Figure III-29 pour les bétons B1 et Figure III-30 pour les bétons B2. L'imbibition capillaire est caractérisée en fonction du temps par deux paramètres principaux à savoir la quantité d'eau absorbée par unité de surface (g/cm^2) et la hauteur du front d'imbibition capillaire (cm). Généralement, la pénétration de l'eau liquide dans la matrice cimentaire est proportionnelle à la racine carrée du temps et peut être divisée en deux périodes (Alderete, 2018 ; Lockington et Parlange, 2003 ; Rabehi, 2014). Une période initiale ou primaire de remplissage des plus gros pores régie par les forces capillaires et une période secondaire de remplissage des pores les plus fins où la diffusion semble être le phénomène dominant.

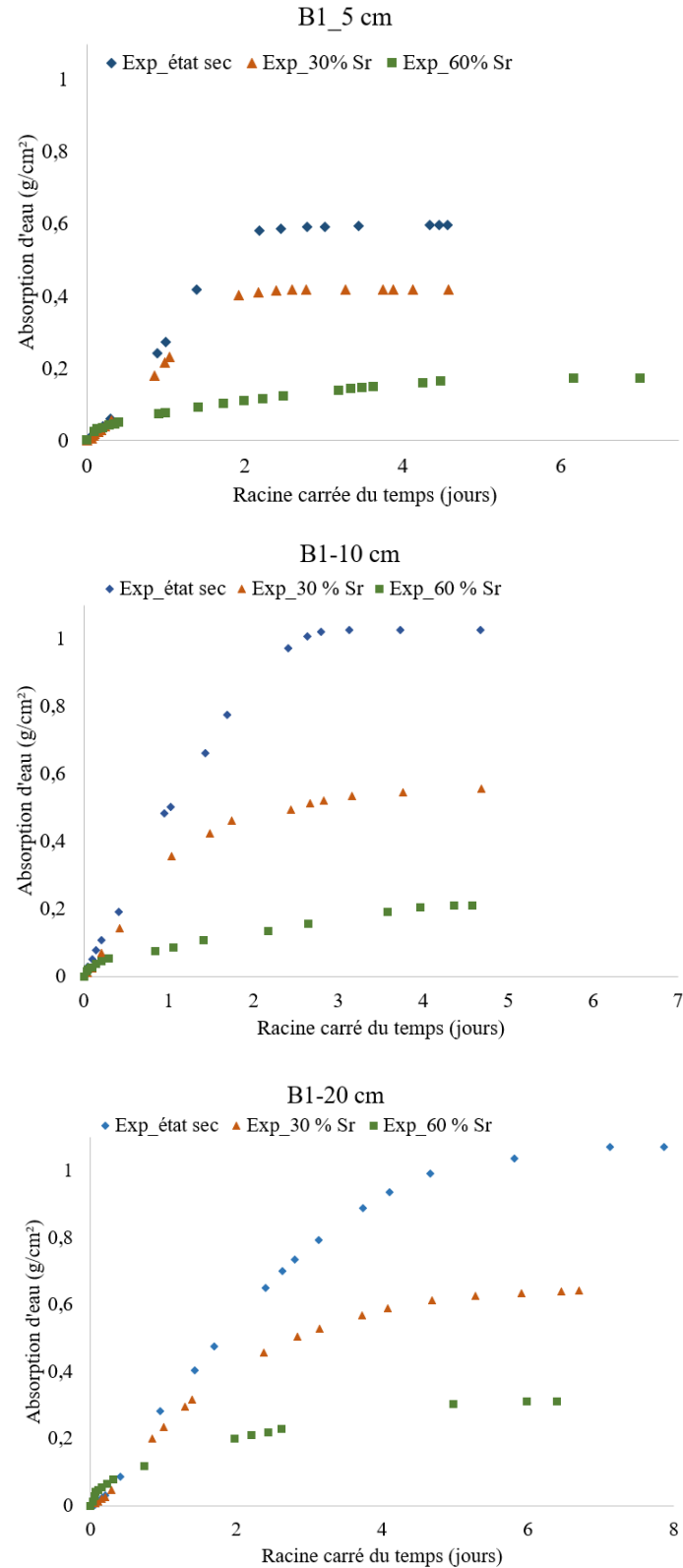


Figure III-29 : Absorption d'eau en fonction de l'état de saturation et de la racine carré du temps pour le béton B1 à 5, 10 et 20 cm d'épaisseur

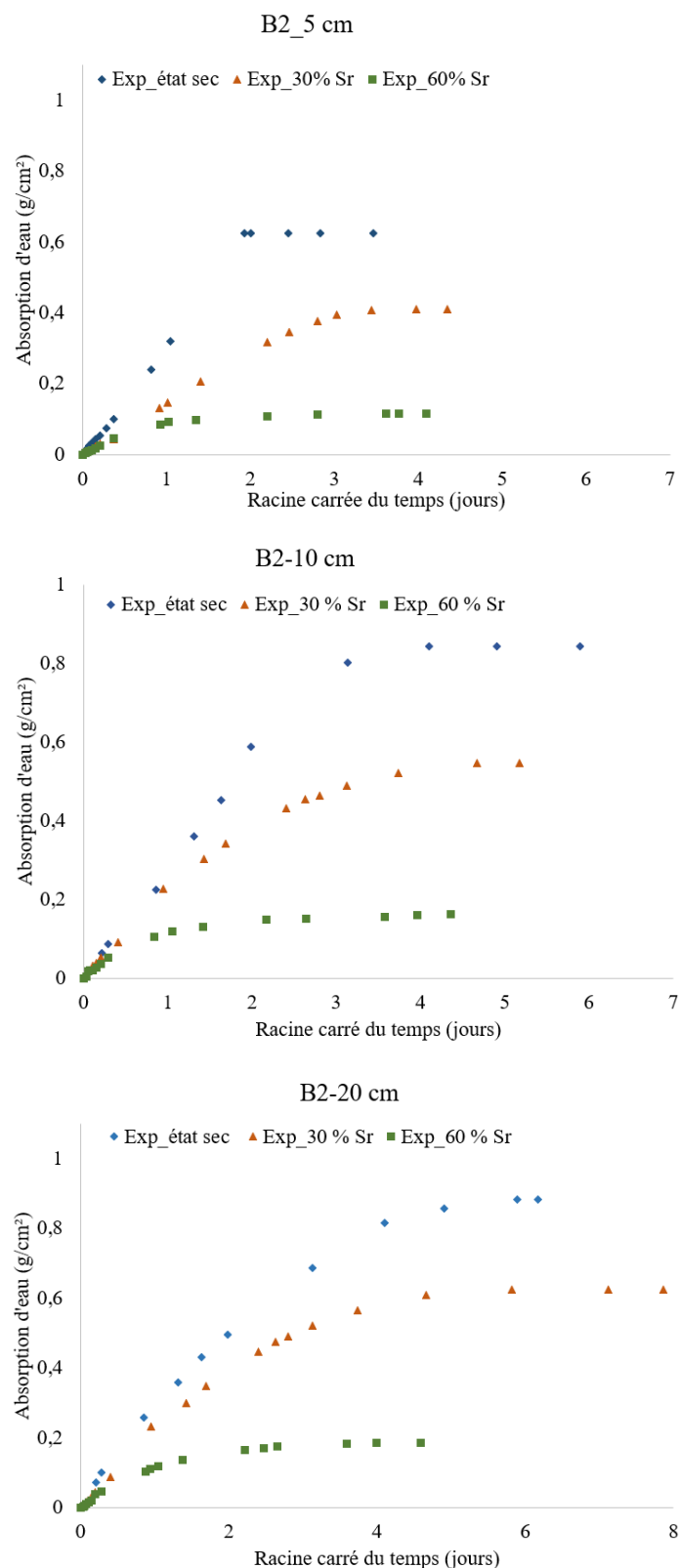


Figure III-30 : Absorption d'eau en fonction de l'état de saturation et de la racine carré du temps pour le béton B2 à 5, 10 et 20 cm d'épaisseur

Une déviation par rapport à l'attente théorique d'une relation linéaire de l'absorption d'eau par rapport à la racine carré du temps est observée tant à court terme qu'à long terme. Cette déviation pratiquement inexistante sur les matériaux initialement secs est particulièrement marquée sur les matériaux partiellement saturés à l'état initial.

Cette anomalie consistant en un ralentissement considérable du taux d'absorption par rapport à sa valeur initiale en début d'essai a déjà été observée par des auteurs comme Hall *et al.* (Hall *et al.*, 1995) et Hanžič et Ilić (Hanžič et Ilić, 2003). Ils expliquent ce phénomène par une nouvelle hydratation, qui se produit en présence d'eau et provoque une augmentation de la taille effective des grains et tend à bloquer les micropores. Dans notre cas, cette hypothèse est peu probable car les essais sont réalisés sur des échantillons ayant subi au moins 3 mois de cure humide. Alderete (Alderete, 2018) montre dans ses travaux que l'expansion due au gonflement des pores (en l'occurrence les C-S-H) pendant l'imbibition capillaire pourrait être à l'origine de la déviation. Après avoir montré que l'affinité des C-S-H avec l'eau entraîne leur gonflement, l'auteur explique que ce gonflement des C-S-H affecte la distribution de la taille des pores des matériaux préalablement séchés.

Dans notre étude, cette obstruction au mouvement de l'eau à travers la structure poreuse des matériaux partiellement saturés peut être attribuée à la présence d'un profil hydrique dans le réseau poreux plus marqué à cœur qui constituerait une barrière au phénomène d'imbibition. En effet, les courbes d'absorption d'eau pour différents états de saturation initiale (Figure III-29 et Figure III-30) ont montré que l'absorption d'eau diminue au fur et à mesure que la saturation initiale d'eau augmente dans le matériau. Plus le matériau est saturé à cœur et plus l'absorption d'eau sera réduite. Selon le profil initial, ce ralentissement intervient plus ou moins tôt dans la cinétique.

Afin de mettre en évidence l'effet de frein à la capillarité que peut constituer l'eau contenue dans les pores des matériaux partiellement saturés, des expériences d'imbibition capillaire ont été réalisées sur des pâtes de ciment. Quatre pâtes de ciment à base de CEM I (P1) de dimension prismatique 4x4x8 cm ont été séchées à 30°C pendant une semaine puis à 50°C jusqu'à atteindre 50% de saturation. La surface latérale des éprouvettes est ensuite imperméabilisée avec de la résine afin d'imposer un transfert unidirectionnel. Ensuite, la base inférieure des éprouvettes est mise en contact avec de l'eau liquide, à seulement deux millimètres sous le niveau d'eau qui est maintenu constant pendant toute la période d'essai par un système de

trop-plein comme présenté dans la partie II.5.1. Sur les deux premières éprouvettes (P1-1 et P1-2), une éponge mouillée est appliquée sur la surface libre après chaque suivi de masse. La face supérieure des deux autres éprouvettes reste libre de toute humidification pendant toute la durée de l'essai. On remarque en Figure III-31 que les deux pâtes de ciment dont la surface libre est sèche présentent une adsorption d'eau plus importante que les pâtes dont la surface libre est perturbée par une arrivée d'eau due à l'humidification. Lorsque l'eau pénètre dans un matériau sec, la phase gazeuse présente dans les pores est évacuée pour donner place à la phase liquide. L'obstruction du chemin d'évacuation de la phase gazeuse par le mouillage de la surface libre pourrait donc expliquer les écarts observés.

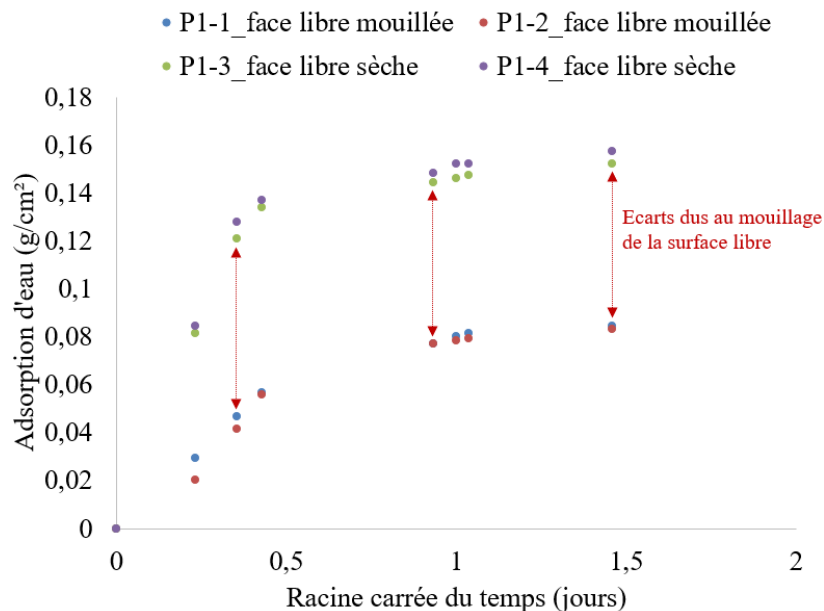


Figure III-31 : Absorption d'eau pour des pâtes de ciment : mise en évidence d'écarts dus au mouillage de la surface libre

Hall *et al.* (Hall, Hoff et Skeldon, 1983) ont montré dans leur étude sur les briques que la sorptivité de la brique céramique diminue avec l'augmentation de la teneur initiale en eau, mais que le taux de pénétration du front humide augmente. Dans une étude plus récente portant sur la concomitance de la sorptivité et de l'avancement du front capillaire sur différents bétons, Lion (Lion, 2019) fait également ressortir l'impact du degré de saturation initial en eau du béton sur le ralentissement de l'imbibition. En étudiant l'absorption et l'ascension de l'eau pour un degré de saturation de 0 et 17 %, l'auteur observe un écart qu'il traduit par une incapacité du réseau poreux à favoriser l'ascension capillaire au fur et à mesure que le degré de saturation augmente. Il reprend aussi l'hypothèse selon laquelle les

dimensions des pores contenant de l'eau augmentent au fur et à mesure que le degré de saturation augmente, ce qui conduit à une moindre ascension capillaire dans les pores.

L'évolution de l'absorption en fonction du degré de saturation peut aussi être attribuée en partie au développement de microfissures dans la structure poreuse. En effet, Wong *et al.* (Wong *et al.*, 2009) rapportent qu'il peut y avoir apparition de quelques microfissures à la suite d'un séchage à partir de 50°C. De ce fait, lorsqu'un matériau est séché pour atteindre des états de saturation de plus en plus bas, de nouvelles microfissures apparaissent qui pourraient créer de nouvelles voies d'accès aux pores qui n'étaient pas accessibles voire se propagent dans la profondeur du matériau. Ceci traduirait donc une absorption d'eau plus importante. En menant des essais d'imbibition capillaire sur des bétons fracturés par fendage, Lion (Lion, 2019) observe une valeur de sorptivité trois fois supérieure à celle d'un béton sain. Même si dans ce cas, l'orientation de la fissuration dans le sens de l'ascension favorise inévitablement l'augmentation de sorptivité, ces résultats confirment l'hypothèse selon laquelle l'endommagement de la structure poreuse favorise l'absorption d'eau par capillarité et les transferts hydriques au sens large.

III.3.2.1.2 Influence du type de ciment et de l'épaisseur des matériaux

Les quantités d'eau absorbées en fin d'essais pour l'ensemble des matériaux sont représentées en Figure III-32. Pour un degré de saturation initiale en eau donné, des différences d'absorption d'eau plus ou moins importantes sont observées entre les bétons B1 et B2. Les faibles écarts observés à 0 et 30% peuvent s'expliquer par une différence de microstructure plus fine à cause des additions pouzzolanique du béton B2 à laquelle s'ajoute des porosités à l'eau légèrement supérieures au béton B1. A 60% de saturation, le béton B2 présente une absorption moins importante que le béton B1 quel que soit l'épaisseur considérée. La finesse du réseau poreux associée à l'atténuation de l'ascension capillaire due à un degré de saturation élevé dans les pores réduit de manière importante l'absorption d'eau. Des différences d'évolution en fonction de la hauteur sont également observées en Figure III-29 et Figure III-30. La Figure III-32 fait également ressortir le fait que l'absorption d'eau augmente avec l'épaisseur du matériau jusqu'à atteindre une valeur seuil.

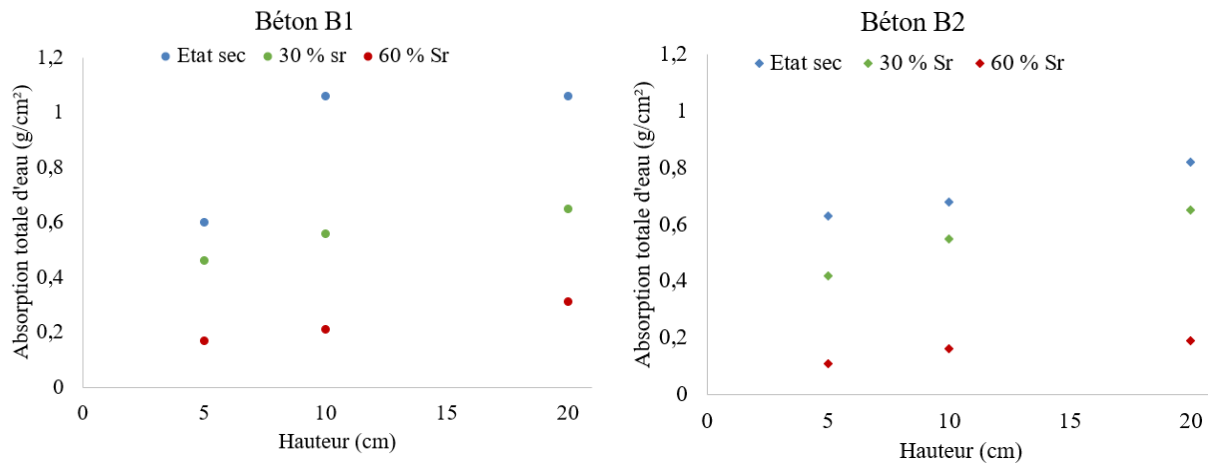


Figure III-32 : Absorption totale d'eau des matériaux testés (B1 et B2) à différents états de saturations et épaisseurs

III.3.2.2 Analyse des profils de résistivité et hauteur de front d'eau au cours de l'imbibition capillaire

III.3.2.2.1 Mise en évidence d'un temps de redistribution de l'humidité plus long que le temps de séchage

L'évolution de la résistivité en fonction de la hauteur des éprouvettes pendant l'essai d'imbibition est représentée en Figure III-34 à Figure III-37. Le suivi des résistivités a été effectué sur les échantillons de 10 cm et 20 cm saturés à 60 % avant le début de l'imbibition. Etant donné que les mesures sont effectuées en transmission, les valeurs de résistivités locales ne sont pas accessibles à 30% et l'état sec du fait de la discontinuité de la phase liquide au sein du matériau. Au fur et à mesure que le front d'eau avance, on pourrait envisager d'effectuer des mesures de type Wenner entre les anneaux situés sur les parties visuellement imbibées. Dans ce cas, le modèle numérique devra être modifié afin d'évaluer les nouveaux facteurs géométriques. Seules les mesures en transmission ont été maintenues dans ce travail pour les anneaux en cuivre. Les points représentés correspondent à la résistivité moyenne calculée entre deux électrodes. Il est à noter qu'en réalité, entre deux électrodes, la partie la plus saturée de l'échantillon doit avoir une résistivité inférieure.

Malgré le préconditionnement avec une phase de redistribution de l'humidité, un profil de résistivité non constant est observé avant de commencer le test d'imbibition. Le préconditionnement consistant à redistribuer l'humidité pendant un temps correspondant au temps de séchage n'a pas permis d'atteindre un profil constant dans le matériau. En effet,

même si les fortes résistances aux extrémités des éprouvettes sont attribuées aux résistances de contact, on constate que les profils à cœur ne sont pas totalement linéaires. Des essais de suivi de résistivité en fonction du temps de redistribution de l'humidité ont été réalisés afin d'observer l'évolution du profil de résistivité. La Figure III-33 montre l'évolution du profil de résistivité d'un béton B2 après séchage jusqu'à 60% de saturation globale jusqu'à atteindre un temps de redistribution de l'humidité qui est multiplié par deux. On observe une diminution de résistivité sur les bords qui semble associée à une meilleure continuité de la phase liquide. Généralement, le temps de redistribution est considéré comme équivalent au temps de séchage selon les protocoles AFPC-AFREM (AFPC, 1997). Néanmoins, lorsque les épaisseurs des matériaux testés sont importantes, ce temps devient aussi plus important.

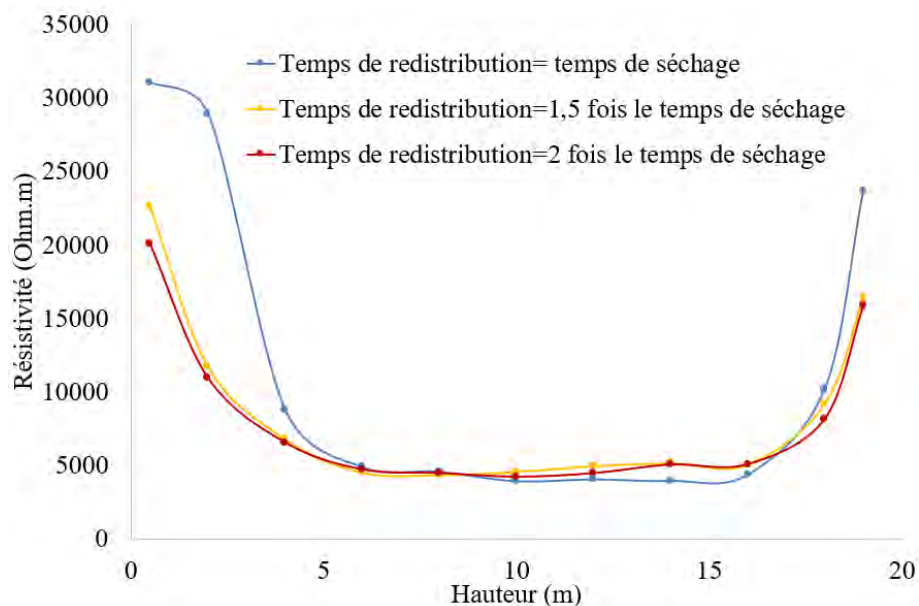


Figure III-33 : Evolution du profil de résistivité d'un béton B2 après séchage jusqu'à 60% de saturation lorsque le temps de redistribution de l'humidité est multiplié par deux

III.3.2.2.2 Profils de résistivité et hauteur de remontée capillaire

La diminution des valeurs de résistivité dans l'épaisseur pendant le temps d'imbibition révèle l'évolution du front d'eau dans le béton jusqu'à sa stabilisation (Figure III-34 à Figure III-37). En effet, l'imbibition à la surface augmente la teneur en eau volumique dans la matrice au fur et à mesure que le temps d'imbibition est long. On constate par exemple en Figure III-34 pour le B1 20 cm une chute progressive des résistivités qui après un certain temps correspond à la résistivité mesurée en condition saturée. Cela traduit le fait que les points représentés correspondent comme évoqué précédemment à la résistivité moyenne calculée entre deux

électrodes. La chute progressive de résistivité qui intervient en même temps sur plusieurs positions de mesure proches de la surface imbibée fait ressortir le fait que l'interface du front liquide n'est pas complètement continue. Les valeurs obtenues en condition saturée correspondent donc au moment où l'ensemble des nœuds entre deux électrodes atteignent une saturation totale. Dans leurs travaux, Gruener *et al.* (Gruener *et al.*, 2012) avancent que dans les systèmes ayant une longueur et un diamètre de pores comparables, comme le papier et le sable, la face avant du liquide de propagation forme une interface continue. Ces auteurs mettent en évidence la discontinuité de cette interface dans le cas d'un matériau nanoporeux dans lequel les pores sont beaucoup plus longs que larges.

La diminution de la résistivité observée sur la surface supérieure de l'échantillon est un artefact dû à l'utilisation d'une éponge humide au moment du test. Le manque de connaissance sur la résistance de contact associé aux effets de bord conduit à des incertitudes sur les plages de mesure les plus proches des électrodes d'injection.

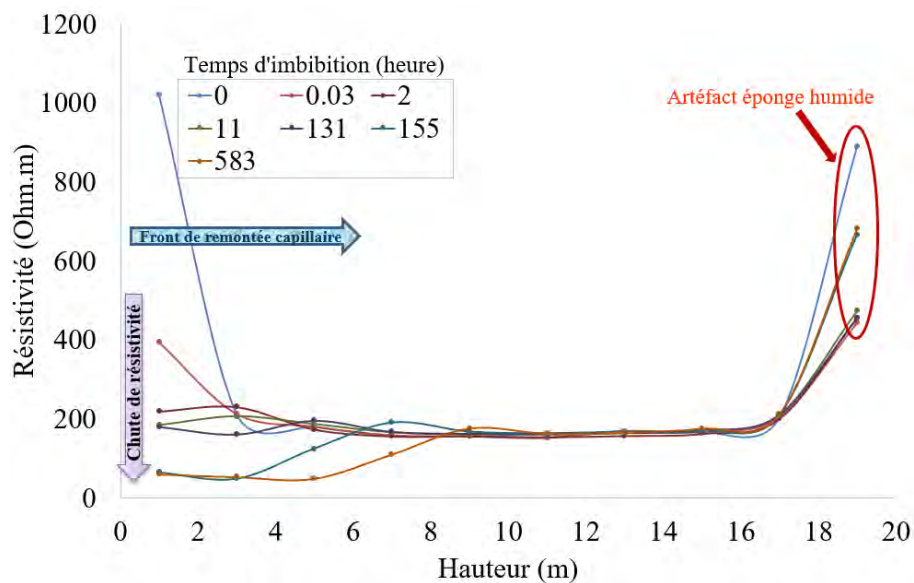


Figure III-34 : Suivi local de résistivité lors de l'essai d'imbibition sur le béton B1 20 cm

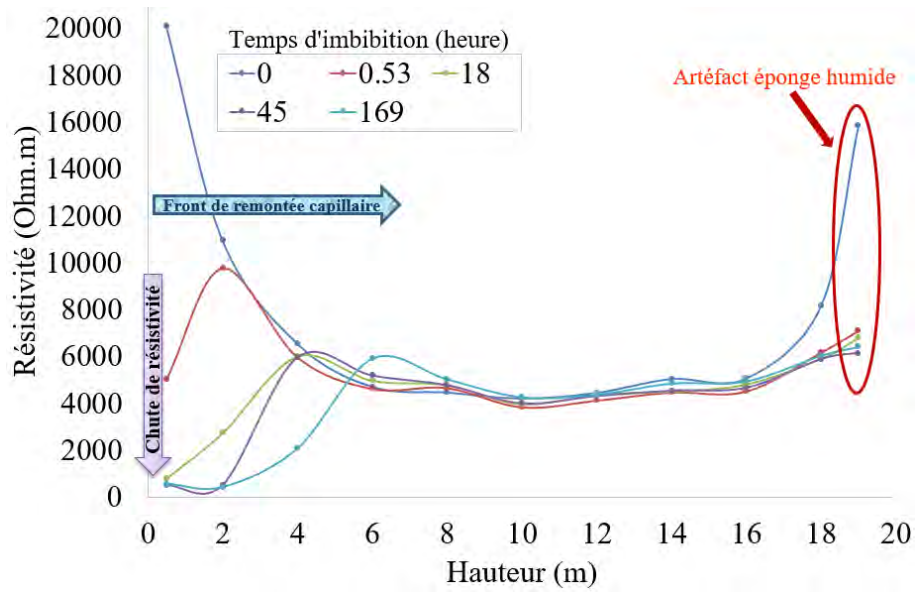


Figure III-35 : Suivi local de résistivité lors de l'essai d'imbibition sur le béton B2 20 cm

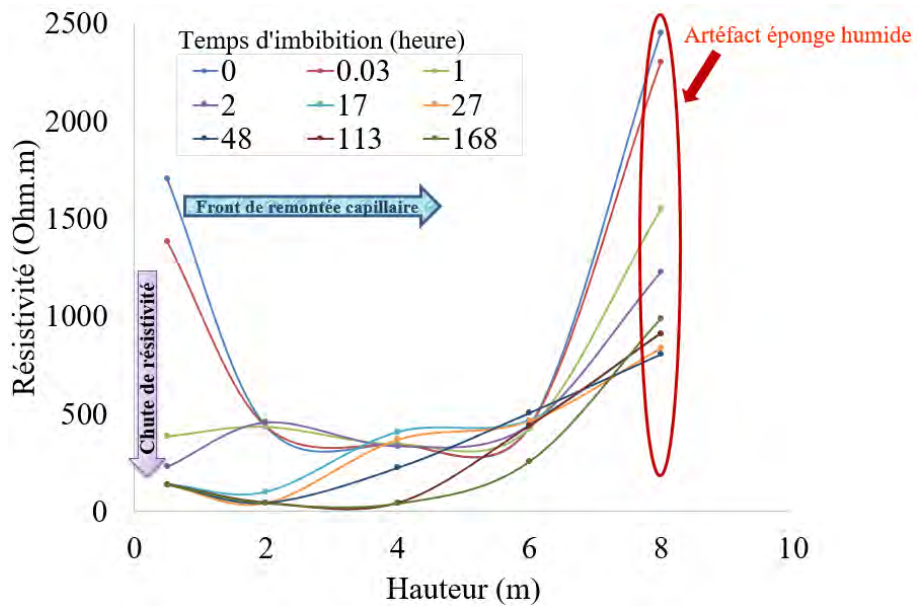


Figure III-36 : Suivi local de résistivité lors de l'essai d'imbibition sur le béton B1 10 cm

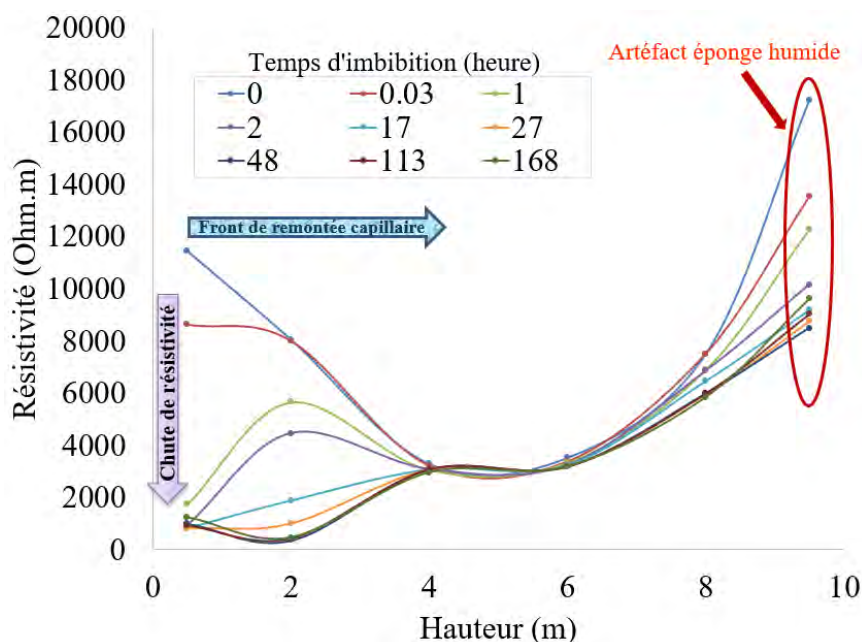


Figure III-37 : Suivi local de résistivité lors de l'essai d'imbibition sur le béton B2 10 cm

Dans leurs travaux portant sur l'imbibition spontanée et forcée (sous pression hydraulique) des bétons, Li *et al.* (Li *et al.*, 2017) mesure la profondeur de pénétration du front de mouillage par observation visuelle. Cette même procédure est adoptée dans cette étude. La Figure III-38 montre un exemple d'observation du front de remontée capillaire au cours de l'imbibition pour un béton B2 de 20 cm.



Figure III-38 : Exemple d'observation du front de remontée capillaire sur un béton B2 initialement à l'état sec et de hauteur 20 cm

Les hauteurs de remontée capillaire observées à la fin de l'imbibition sont consignées dans le Tableau III-6. On remarque ainsi par comparaison aux évolutions de résistivité pour les échantillons de 20 cm et 10 cm initialement saturés à 60% que la diminution de résistivité est observée jusqu'à la hauteur correspondant à la hauteur expérimentale atteinte par le front de mouillage. Pour les échantillons les plus épais (20 et 10 cm), on constate que quel que soit l'état de saturation initial, le front d'eau n'atteint jamais la hauteur totale des échantillons. La présence d'une phase liquide au sein des matériaux ne constitue donc pas le seul frein à la remontée capillaire. Il est connu que la montée capillaire tend asymptotiquement vers une hauteur d'équilibre pour laquelle les forces capillaires et gravitationnelles s'équilibrent (cf. I.3.1.2.2). Ainsi, de nombreux auteurs ont évoqué l'influence de la gravité sur la remontée capillaire (Hall et Hoff, 2007 ; Liu *et al.*, 2014 ; Ramezanzadeh, Khasi et Ghazanfari, 2019). Cependant, ces auteurs ont mis en évidence le fait que les forces capillaires sont dominantes et que le drainage gravitationnel joue un rôle mineur. En effet, (Hall et Hoff, 2007) montrent pour le cas d'un mur en brique une comparaison de la cinétique de la remontée capillaire pour deux exemples dans lesquels les hauteurs de remontée à l'état d'équilibre, négligeant le drainage gravitationnel, sont de 500 et 1000 mm. Pour ces valeurs particulières, la gravité réduit ces hauteurs à l'état d'équilibre à environ 488 et 951 mm. La gravité n'est donc pas à l'origine du frein à la remontée capillaire dans le cas de nos éprouvettes de béton de hauteur maximale 20 cm. Cela pourrait être associé à un l'enchaînement successif des pores en forme de bouteilles d'encre qui va finir par freiner la remontée notamment lorsque la partie large présente une longueur plus importante que celle de la hauteur de Jurin. Nous tenterons de développer plus en détail cette hypothèse dans la partie IV.3.2.6.2 du chapitre modélisation.

Tableau III-6 : Hauteur du front d'eau des bétons de 10 et 20 cm aux différents états de saturation

Matériaux	Epaisseur (cm)	Sr initial (%)	H _l (cm)
B1	5	60	4
		30	5
		0	5
	10	60	4,7
		30	6,2
		0	8
	20	60	6,3
		30	7,6
		0	8,8
B2	5	60	2,5
		30	5
		0	5
	10	60	3,2
		30	6
		0	6,5
	20	60	3,5
		30	6,5
		0	7

III.3.3 Suivi du rééquilibrage hydrique entre deux matériaux

Au cours des quatre premiers jours de l'essai, les deux matériaux mis en contact sont pesés individuellement afin d'évaluer les prises ou pertes de masse dû au rééquilibrage. Nous avons constaté au cours de ces suivis de masse que seul le béton humide perdait de la masse alors que la masse du béton sec restait constante. Cela montre que l'apport d'humidité libéré par le béton humide s'échappe en dehors du système au lieu de pénétrer dans le béton sec. Ces observations laissent à penser que les précautions prises à l'interface (cf. II.5.3) n'ont pas permis de la rendre totalement étanche. Il se peut aussi que le fait de peser les deux parties en démontant le système perturbe les échanges à l'interface. Nous avons donc suspendu le

suivi de masse individuelle en appliquant l'adhésif souple en silicone sur une largeur plus importante de part et d'autre de l'interface. Seul le suivi de masse du système complet est réalisé afin de détecter une éventuelle fuite par l'interface. Le suivi du rééquilibrage a donc été principalement effectué à partir des mesures de résistivités grâce aux dispositifs de mesure par anneaux de cuivre (Figure III-39) et capteurs en circuits imprimés (Figure III-41). On constate sur le béton humide une augmentation de la résistivité au cours du temps qui traduit la perte d'eau due au séchage imposé par la condition du béton sec. La résistivité près des surfaces séchantes augmente rapidement alors que dans les autres canaux plus au cœur des échantillons, l'évolution est moins forte. Cela peut s'expliquer par l'évaporation de l'eau à partir de l'interface de séchage qui crée un gradient de teneur en eau qui s'établit au fur et à mesure dans l'épaisseur du béton. Aucune évolution de résistivité n'a été constatée sur le béton sec au cours des 187 jours de rééquilibrage laissant penser que la tendance observée les quatre premiers jours (pas de variation de masse du béton sec) s'est maintenue. Pour vérifier cela, le système a été démonté à 187 jours afin de peser la masse des deux bétons. L'état de saturation du béton humide a montré une variation de 10% alors que le béton sec n'a montré aucune variation, ce qui explique l'absence de variation des mesures de résistivité. Malgré les tentatives pour améliorer l'interface, sa forte perméabilité par rapport à celle du béton sec qui est plus faible peut expliquer le fait que l'apport d'humidité s'échappe par cette dernière.

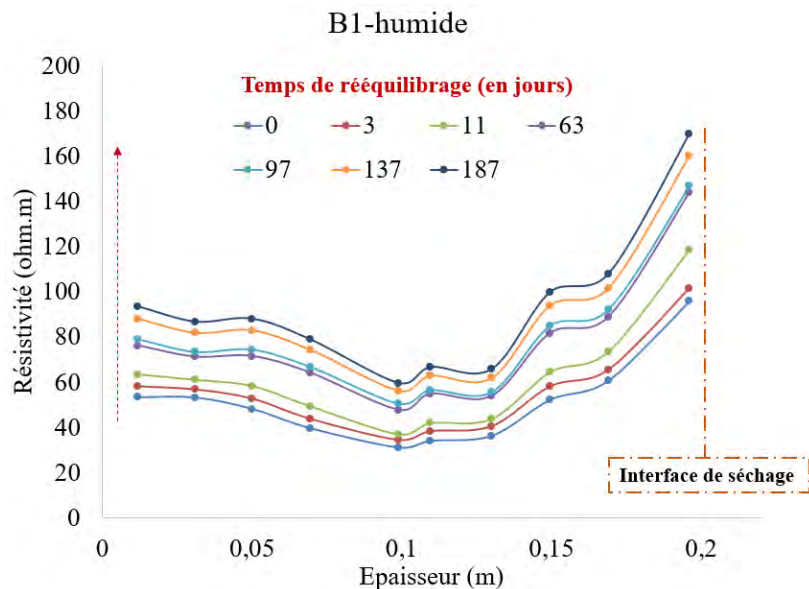


Figure III-39 : Suivi local de résistivité à partir des anneaux de cuivre lors de l'essai de rééquilibrage sur le béton B1 humide

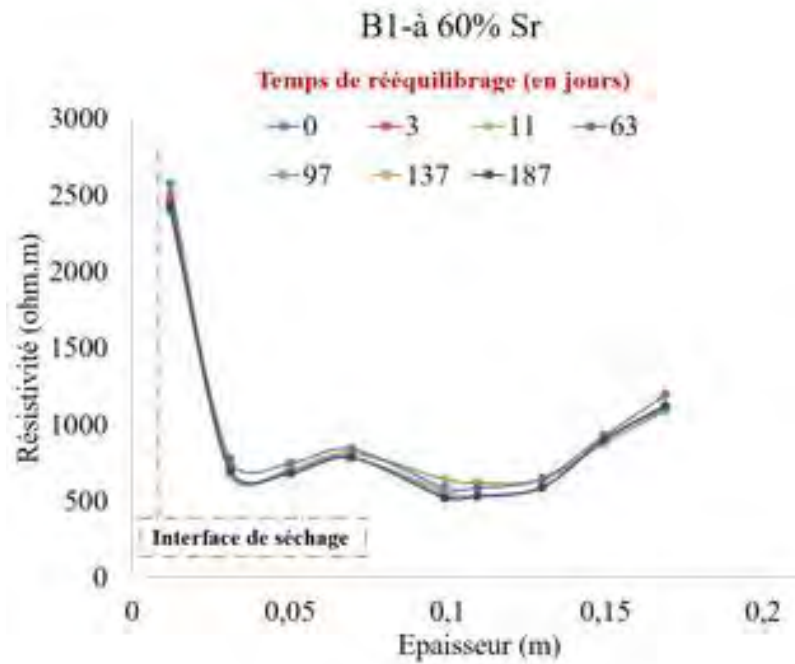


Figure III-40 : Suivi local de résistivité à partir des anneaux de cuivre lors de l'essai de rééquilibrage sur le béton B1 initialement séché à 60% de saturation

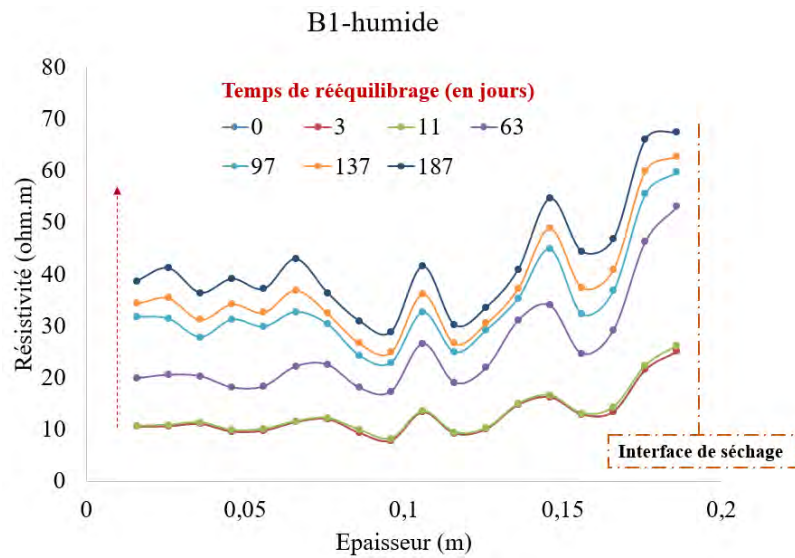


Figure III-41 : Suivi local de résistivité à partir des capteurs en circuits imprimés lors de l'essai de rééquilibrage sur le béton B1 humide

III.4 Conclusions

Ce chapitre a permis d'établir une base de données expérimentales fournissant les données d'entrée nécessaires à la modélisation qui permettront par la suite de vérifier l'adéquation entre les prédictions des modèles et les cinétiques expérimentales. Cette étude a permis de mettre en évidence les principaux résultats suivants :

La chute du degré de saturation en eau aux fortes humidités est attribuée à un réseau percolant constitué d'interfaces et de gros pores qui sont interconnectés. L'analyse de cette chute liée à l'histoire thermo-hydrigue des matériaux montre une dépendance à de nombreux paramètres. La chute augmente avec le rapport E/C étant donné son action sur la porosité volumique totale et notamment capillaire, la connectivité du réseau poreux et la nature des interfaces pâte-granulats. Cette chute est moins importante sur les matériaux à base de CEM V du fait de la présence d'additions pouzzolaniques qui rendent leur porosité plus fine avec une connectivité réduite. Pour une même proportion volumique de granulats, au fur et à mesure que le $D_{\max}$ diminue, la surface développée des interfaces pâte-granulat devient plus importante, occasionnant ainsi une chute de l'isotherme plus conséquente. Cette contribution des interfaces, associée à la porosité de surface conduit naturellement d'une part à une évolution inversement proportionnelle de la chute initiale en fonction de l'épaisseur et d'autre part, une évolution proportionnelle en fonction du rapport surface/volume (S/V). Les expériences réalisées à l'issue de séchage différents ont permis d'avancer que la chute est superficielle lorsqu'on part d'un matériau saturé sain qui subit un premier séchage mais qu'au fur et à mesure du séchage, les chutes s'harmonisent, traduisant ainsi un effet structurel et une propagation des défauts dans la profondeur.

Les préconditionnements à des températures élevées peuvent provoquer des effets secondaires comme un développement de microfissures au sein du béton ou encore une modification de la microstructure. Par voie de conséquence, les résultats les paramètres de transferts mesurés à la suite de ces préconditionnements peuvent être plus ou moins biaisés. Les perméabilités intrinsèques au gaz sont plus importantes lorsqu'elles sont mesurées à l'issue d'un préconditionnement à 105°C par rapport à celles mesurées à 80°C. Cette augmentation est associée à l'endommagement induit par le préconditionnement à une température plus élevée. De ce fait, les perméabilités relatives au gaz sont plus importantes lorsqu'elles sont évaluées à partir d'une perméabilité intrinsèque mesurées à 80°C. La

perméabilité intrinsèque au liquide mesurée après séchage à 105°C puis re-saturation a augmentée jusqu'à 2,6 fois la valeur initiale, ce qui permet de penser que de nouveaux chemins de percolation associés à de la microfissuration sont apparus à la suite du séchage. Nous avons noté que ce facteur est à considérer avec précaution puisque du fait des interactions entre la matrice et l'eau et est probablement sous-estimé. Dans la partie modélisation qui va suivre, nous allons considérer en première approche la perméabilité intrinsèque comme étant celle mesurée à l'eau car même si cette dernière est peut-être sous-estimée du fait des interactions eau-matrice, elle est certainement plus pertinente que celle au gaz, mesurée sur matériaux endommagés (à la suite du séchage).

L'étude des mécanismes entrant en jeu dans un processus de rééquilibrage ont permis une meilleure compréhension de ces derniers pris séparément. Les expériences de séchage/humidification et d'imbibition capillaire ont l'intérêt de permettre d'une part l'application des techniques de mesure de résistivité et d'autre part la validation de la modélisation. Les anneaux de cuivre développés dans ce travail ainsi que les capteurs en circuit imprimé ont montré une bonne capacité à rendre compte de l'évolution spatiale de la teneur en eau dans les bétons. Néanmoins, les capteurs en circuit imprimé ont montré une limite dans le cas de l'humidification dans un béton ayant une porosité fine. Aussi, même si les valeurs des deux dispositifs ne sont pas identiques, ils font état pour la majorité des matériaux d'une variation relative similaire.

Une déviation par rapport à l'attente théorique d'une relation linéaire de l'absorption d'eau par rapport à la racine carré du temps est observée tant à court terme qu'à long terme. Cette déviation est associée à la présence d'une phase liquide au sein des matériaux partiellement saturé. La hauteur des échantillons joue aussi un rôle important sur la hauteur de remontée capillaire. Malgré le préconditionnement avec une phase de redistribution de l'humidité, un profil de résistivité non constant est observé avant de commencer le test d'imbibition. Le préconditionnement consistant à redistribuer l'humidité pendant un temps correspondant au temps de séchage n'a pas permis d'atteindre un profil constant dans le matériau. Les mesures de résistivités ont permis de montrer que le temps nécessaire pour la redistribution de l'humidité est beaucoup plus important que le temps de séchage. Enfin, le suivi du rééquilibrage a permis d'identifier la difficulté associée à l'étanchéité de l'interface. L'humidité perdu par le béton humide n'a pas pu être transmise au béton sec qui a gardé une

masse constante durant toute l'expérience. Néanmoins, les mesures de résistivité à partir des deux dispositifs ont permis de suivre l'évolution des résistivités associée au départ de l'eau dans le béton le plus humide.

CHAPITRE IV
MODELISATION DES TRANSFERTS
HYDRIQUES

IV.1 Introduction

Ce quatrième chapitre est consacré à l'introduction des éléments de la modélisation des transferts en milieux poreux utilisés dans le cadre de ce travail. L'étude bibliographique sur ce sujet nous a permis de choisir comme base de la modélisation, une approche synthétisant les travaux portant sur la modélisation des transferts hydriques. Cette modélisation ne peut s'effectuer qu'avec la connaissance de certains paramètres de transfert propres au matériau étudié, généralement approchés par des relations analytiques. Dans le cadre de ce travail, plusieurs approches analytiques et de réseaux poreux sont utilisées afin de mettre en évidence la pertinence des paramètres de transfert prédits dans le cas des matériaux cimentaires.

Dans la première partie de ce chapitre, les bases théoriques des approches numériques sont rappelées et les équations constitutives des modèles sont présentées. La pertinence de deux modèles de réseaux poreux est évaluée afin de choisir le mieux adapté pour la modélisation. Il s'agit du modèle XDQ gratuit et accessible, développé par Gallé et Daian (Gallé et Daian, 2000) largement référencé dans la littérature. Le second modèle disponible en local au LMDC, développé par Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010) a montré sa bonne capacité à rendre compte de nombreux paramètres de transfert (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013).

La seconde partie de ce chapitre est consacrée à la validation de la modélisation des mécanismes entrant en jeu lors d'un rééquilibrage hydrique à partir de données expérimentales issues de la littérature et de nos propres expériences. L'évolution des paramètres de transfert acquis expérimentalement permet de discuter de la pertinence des différentes approches numériques dans le cas des matériaux cimentaires. L'harmonisation des outils de modélisation permet par la suite de proposer différentes restitutions des mécanismes de transfert en fonction de l'approche considérée pour la prédiction des paramètres d'entrée. Enfin, sur la base de la restitution de ces différents mécanismes pris individuellement, nous proposons une modélisation du processus de rééquilibrage hydrique entre deux matériaux cimentaires initialement en conditions de saturation différentes.

IV.2 Modélisation macroscopique des transferts hydriques

IV.2.1 Hypothèses du modèle

Basé sur l'approche thermodynamique des transferts de masse en milieux poreux continu développé par Coussy *et al.* (Coussy, 1995 ; Coussy *et al.*, 2001 ; Coussy, Eymard et Lassabatere, 1998), Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Baroghel-Bouny, 2001 ; Mainguy, Coussy et Eymard, 1999) ont développé un modèle multiphasique où les transferts d'humidité sont décrits par les mouvements de la phase gazeuse et de l'eau liquide. Ce modèle repose sur les principales hypothèses suivantes :

- Le squelette solide est considéré comme indéformable.
- La phase liquide est considérée comme de l'eau pure malgré la présence de différentes espèces ioniques dans la solution interstitielle des matériaux cimentaires. En effet, ces espèces sont considérés en faible concentration et donc leur effet sur les phénomènes étudiés sont négligés. Cette phase liquide est aussi supposée incompressible.
- La phase gazeuse est composée d'un mélange de deux gaz parfaits que sont l'air sec de pression partielle P_a et la vapeur d'eau de pression partielle P_v . La pression totale P_g du mélange est supposé idéale :

$$P_g = P_a + P_v \quad (IV-1)$$

- Les forces de gravité sont négligées devant les forces capillaires.
- Les transferts hydriques sont isothermes à 20° C.

IV.2.2 Equations constitutives du modèle

La démarche est basée sur la résolution des équations macroscopiques de conservation de la masse de chacun des constituants mobiles présents au sein du milieu poreux à savoir l'eau liquide, la vapeur d'eau et l'air sec.

$$\begin{cases} \frac{\partial(\phi S_l \rho_l)}{\partial t} = -div \vec{w}_l - \dot{\mu} \\ \frac{\partial[\phi \rho_v (1 - S_l)]}{\partial t} = -div \vec{w}_v + \dot{\mu} \\ \frac{\partial[\phi \rho_a (1 - S_l)]}{\partial t} = -div \vec{w}_a \end{cases} \quad (IV-2)$$

ρ_i désigne la masse volumique du constituant $i = l, v$ ou a dont le flux massique correspondant est w_i . $\emptyset$ et S_l désignent respectivement la porosité totale et le degré de saturation en eau liquide. Les quantités $[\emptyset \rho_v(1 - S_l)]$; $(\emptyset S_l \rho_l)$; $[\emptyset \rho_a(1 - S_l)]$ dans les termes de dérivation temporelle correspondent respectivement aux masses de vapeur d'eau, d'eau liquide et d'air sec contenues dans un volume unitaire de matériau. Les opérateurs de divergence portant sur les flux massiques correspondent aux échanges de masse avec l'extérieur. Enfin, $\dot{\mu}$ désigne les changements de phase, la masse d'eau qui passe de la phase liquide à la phase gazeuse et inversement. De ce fait, lorsque la masse d'eau s'évapore en vapeur, le terme de changement de phase est pondéré du signe négatif alors que la part de la vapeur qui se condense en eau fait intervenir un terme de changement de phase positif. Le flux massique w_i de chaque constituant i est égal au produit de sa masse m_i par sa vitesse v_i . Pour résoudre le système, les 3 équations de conservations de masse sont discrétisées à partir de la méthode des volumes finis. L'équilibre thermodynamique entre les deux phases de l'eau est régi par l'égalité des potentiels massiques de Gibbs de l'eau liquide et de la vapeur d'eau (Mainguy, 1999).

La masse de chaque constituant peut être exprimée en fonction de la porosité totale $\emptyset$, de la saturation en eau liquide S_l et de sa masse volumique ρ_i .

$$\begin{cases} m_l = \rho_l \emptyset S_r \\ m_v = \rho_v \emptyset (1 - S_r) \\ m_a = \rho_a \emptyset (1 - S_r) \end{cases} \quad (IV-3)$$

Le flux massique de l'eau liquide exprimé par la loi de Darcy est donné par la relation suivante :

$$\vec{w}_l = -\rho_l \frac{K_l}{\mu_l} k_{rl} \overrightarrow{\text{grad}} P_l \quad (IV-4)$$

Le flux massique de chaque constituant gazeux i ($\vec{w}_i$) est la somme du flux convectif ($\vec{w}_i^c$) gouverné par la loi de Darcy et du flux diffusif ($\vec{w}_i^d$) gouverné par la loi de Fick :

$$\vec{w}_i = \vec{w}_i^c + \vec{w}_i^d \quad (IV-5)$$

$$\vec{w}_i^c = -\frac{P_i M_i K_g}{RT \mu_g} \left(k_{rg} + \frac{\beta}{P_g} \right) \overrightarrow{\text{grad}} P_g \quad (IV-6)$$

$$\vec{w}_i^d = -\frac{P_i M_i}{RT} D \overrightarrow{\text{grad}} \left(\frac{P_i}{P_g} \right) \quad (IV-7)$$

K_i est la perméabilité intrinsèque du fluide i (m^2) ; k_{ri} est la perméabilité relative du fluide i ; R est la constante des gaz parfait ($8,32 \text{ J/mol/kg}$) ; T est la température (K) ; M_i est la masse molaire du fluide i ; D est le coefficient de diffusion des composants gazeux (m^2/s).

Comme évoqué dans la partie III.2.2.2, l'évolution en fonction de la saturation de la constante de Klinkenberg β intervenant dans les équations du modèle de transfert hydrique (IV-6) devrait être prise en compte du fait de la dépendance de la perméabilité apparente à la pression. Néanmoins, afin de faciliter la résolution des équations, nous avons comme Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Eymard, 1999) considéré ce paramètre constant. En effet, en prenant en compte une évolution linéaire de β en fonction de la saturation, il n'y a pas de différence de prédiction de cinétique par rapport à celle prédite avec le profil évolutif de β (Abbas, Carcasses et Ollivier, 1999). Il pourra être intéressant d'intégrer son évolution dans des travaux futurs, notamment pour rendre compte de cas réels intégrant de fortes variations de pressions gazeuses (épreuve de centrale nucléaire par exemple), ce qui n'est pas l'objectif de ce présent travail.

IV.2.3 Modélisation des paramètres de transfert

IV.2.3.1 Approches analytiques

Les paramètres clés nécessaires à la modélisation des transferts hydriques correspondent à ceux identifiés dans la section précédente présentant les équations constitutives du modèle. Il s'agit notamment de la porosité $\emptyset$ obtenue expérimentalement, du degré de saturation en eau liquide S_l , des perméabilités relatives au liquide k_{rl} et au gaz k_{rg} et du coefficient de diffusion D des composants gazeux propres au matériau étudié.

Afin d'exprimer en continu le taux de saturation en fonction de l'humidité relative, Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Eymard, 1999) ont utilisé une fonction définie par Van Genuchten (Van Genuchten, 1980) dans laquelle a et m sont des paramètres de calibration.

$$P_c(S_l) = a \left(S_l^{1/m} - 1 \right)^{1-m} \quad (IV-8)$$

Les perméabilités relatives au liquide et au gaz sont classiquement approximées par les relations analytiques obtenues pour les sols par Van Genuchten (Van Genuchten, 1980) à partir du modèle de Mualem (Mualem, 1976) :

$$k_{rl}(S_l) = S_l^{0,5} \left[1 - \left(1 - S_l^{1/m} \right)^m \right]^2 \quad (IV-9)$$

$$k_{rg}(S_l) = (1 - S_l)^{0,5} \left(1 - S_l^{1/m} \right)^{2m} \quad (IV-10)$$

Thiery *et al.* (Thiery *et al.*, 2007) ont montré plus récemment que les lois de transfert choisies par Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Eymard, 1999) ne sont pas adaptées au béton et adoptent donc les expressions modifiées de k_{rl} et k_{rg} proposées par Monlouis Bonnaire *et al.* (Monlouis-Bonnaire, Verdier et Perrin, 2004).

$$k_{rl}(S_l) = S_l^{5,5} \left[1 - \left(1 - S_l^{\frac{1}{m}} \right)^m \right]^2 \quad (IV-11)$$

$$k_{rg}(S_l) = (1 - S_l)^{5,5} \left(1 - S_l^{\frac{1}{m}} \right)^{2m} \quad (IV-12)$$

Le coefficient de diffusion D des composants gazeux dans la contribution diffuse de vapeur d'eau est donné par la relation suivante :

$$D = R_d D_o \quad (IV-13)$$

Où D_o (m^2/s) est le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air. Elle est donnée par l'expression de De Vries et Kruger (De Vries et Kruger, 1966).

$$D_o = 0,217 \times 10^{-4} \times \frac{P_{atm}}{P_g} \times \left(\frac{T}{T_o} \right)^{1,88} \quad (IV-14)$$

P_{atm} est la pression atmosphérique (Pa) et T_o est la température de référence (273 K).

Le facteur de résistance à la diffusion de vapeur corrige le flux de vapeur à travers le matériau en fonction des variations du degré de saturation. Ce paramètre est approché par Millington (Millington, 1959) par la relation suivante :

$$R_d(\phi, S_l) = \phi^a (1 - S_l)^b \quad (IV-15)$$

Comme le suggère Millington (Millington, 1959), les valeurs a et b sont respectivement égales à 1,33 et 3,33 pour Mainguy. Cependant, observant que ces valeurs conduisent à une surestimation du coefficient de diffusion D , Thiery *et al.* (Thiery *et al.*, 2007) ont suggéré par l'ajustement des données expérimentales sur matériaux cimentaires les valeurs de 2,74 et 4,2 pour a et b respectivement.

IV.2.3.2 Modèle de réseaux poreux

IV.2.3.2.1 Modèle XDQ

IV.2.3.2.1.1 Structure et hypothèse du modèle

Le modèle XDQ développé par (Gallé et Daian, 2000 ; Xu, Daian et Quenard, 1997a, 1997b) est un outil destiné à aider à l'interprétation de la caractérisation des matériaux poreux en s'appuyant sur des courbes d'injection de mercure. Ce modèle basé sur la théorie de la percolation (percolation des liens) est fondé sur une structure d'espace poreux dans laquelle les pores sont des troncs cylindriques distribués aléatoirement sur des grilles à mailles cubiques.

Le réseau modèle qui sert à la reconstitution du milieu poreux n'est pas un réseau cubique simple, mais un réseau multi-échelles obtenu par la superposition de plusieurs réseaux cubiques élémentaires dont les mailles respectives varient selon la distribution des tailles de pores caractérisant le matériau étudié (Figure IV-1).

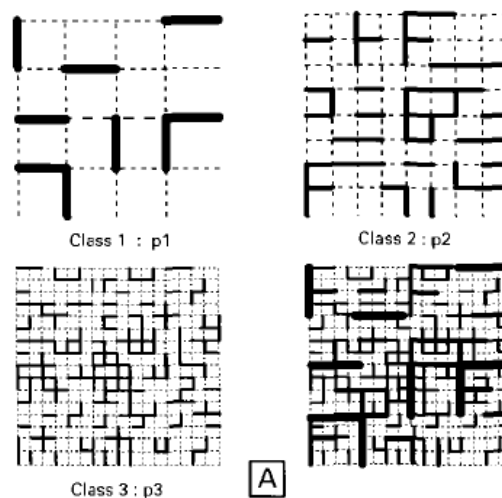


Figure IV-1 Illustration schématique des processus de superposition (Gallé et Daian, 2000)

L'espace poreux est généré par un nombre n de grilles dont les pas sont en progression géométrique de raison 2. Chaque maille cubique peut-être occupé par 0, 1, 2 ou 3 pores ; on peut ainsi définir le taux d'occupation des liens de la grille. Le modèle ne retient que la partie de l'espace poreux qui est interconnectée, éliminant ainsi les pores ou amas de pores qui restent isolés à l'issue du processus d'occupation des grilles. La reconstitution consiste à déterminer, au moyen d'un procédé itératif, les taux d'occupation des mailles de manière à

obtenir les points de la caractéristique d'injection simulée exactement sur la caractéristique expérimentale. Ces reconstitutions sont réalisées pour six valeurs de l'indice de rugosité voisine de 1,2,4,9,18,32 en fonction du rapport surface sur volume et six valeurs de l'indice de compacité du réseau fonction de la densité d'occupation des grilles. Nous serons alors face à 36 reconstitutions pour chaque troncature choisie.

L'aspect de la distribution cumulative des diamètres de pores peut servir comme critère de choix entre les reconstitutions. Un choix inadéquat des paramètres d'ajustement, particulièrement du niveau de la troncature et de l'indice de rugosité, génère souvent des irrégularités de forme, notamment des ruptures de pente.

Les reconstitutions dont l'indice de connexion n'apparaît pas comme égal à l'unité ou à la rigueur supérieur à 0,9 sont en général peu recommandables.

Lorsqu'on dispose d'une mesure digne de confiance d'un coefficient de transport, il est clair qu'elle doit être utilisée en priorité comme critère de choix entre les reconstitutions XDQ (Daïan, 2007).

IV.2.3.2.1.2 Données d'entrée du modèle et paramètres obtenus en sortie

Afin d'effectuer une étude avec le modèle XDQ, les données d'entrée sont les suivantes :

- Courbe d'injection de mercure : Avant l'exécution du modèle, l'utilisateur doit créer dans un répertoire XDQ un fichier texte contenant la caractéristique d'injection. Ce fichier se présente en 2 colonnes dont celle de gauche contient les diamètres de pores en microns dans l'ordre décroissant. La colonne de droite contient les volumes cumulés de mercure injecté correspondant (en mL/mL de volume extérieur de l'échantillon).
- Paramètres d'ajustement : Les trois paramètres à entrer avant le lancement des calculs sont le diamètre de troncature qui permet de supprimer le volume poreux dû à la rugosité de l'échantillon, la taille du réseau modèle et la fraction non poreuse du matériau (fraction de granulats pour le cas d'un mortier et d'un béton). Nous pouvons voir sur la figure suivante un exemple de troncatures pour un même matériau, de même volume dont le premier (en bleu) est de taille centimétrique et les deux autres concassés en granulés (Figure IV-2).

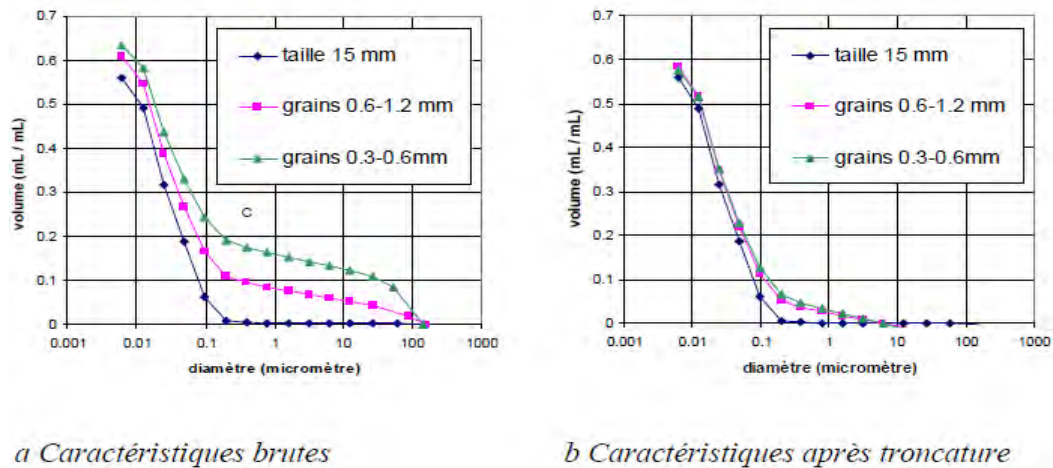


Figure IV-2 : Effet du rapport surface/volume et mise en évidence de la troncature (Daïan, 2007)

Le modèle XDQ permet d'obtenir les paramètres suivants :

- Une estimation de la tortuosité et de son évolution avec l'état de saturation, pour la diffusion et la conduction en phase liquide saturante ou non,
- La perméabilité intrinsèque,
- La perméabilité au gaz prenant en compte de l'effet Knudsen, en fonction du niveau de pression et de l'état de saturation,
- Le coefficient de diffusion hydrique équivalent ainsi qu'une estimation de la diffusivité hydrique pour l'adsorption.

La perméabilité au gaz k_o (m^2) au niveau de chaque lien (classe de pores de diamètre d), est calculée en considérant le transport visqueux (loi de poiseuille) ainsi que la diffusion de Knudsen :

$$k_o = \frac{d^2}{32} + d \frac{\mu}{P} \sqrt{\frac{2RT}{\pi M}} \quad (IV-16)$$

d : diamètre d'accès de la classe de pore (m)

μ : viscosité dynamique du gaz (Pa.s)

P : pression (Pa)

M : masse molaire (g/mol)

T : température (K)

R : constante des gaz parfaits ($8,3144 \text{ J.mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

Le porosimètre au mercure ne permet pas d'exploiter la totalité de la porosité (cf. I.2.2.2.2), il laisse en effet de côté la partie la plus fine de la porosité. Cependant, cela n'a pas une grande influence sur les propriétés de transport ayant lieu de façon privilégiée dans la partie grossière de la porosité (Daïan, 2007). En revanche, la mise à l'écart des pores de faible diamètre aura des conséquences sur l'évaluation de la surface spécifique par exemple que prédit ce modèle.

IV.2.3.2.1.3 Pertinence du modèle pour l'étude des matériaux cimentaires

Afin d'évaluer la pertinence de ce modèle pour la modélisation des transferts en milieux cimentaires, une confrontation est réalisée avec les résultats expérimentaux de Céline Perlot (Perlot, 2005).

Dans ses travaux, Perlot (Perlot, 2005) caractérise la microstructure de différents types de mortier par porosimétrie mercure. La pression maximale appliquée au mercure est de 200 MPa permettant d'accéder aux pores de rayons compris entre 3 et 5000 nm. Des échantillons prismatiques (2 cm x 1 cm x 1 cm) sont découpés dans les éprouvettes afin d'être les plus représentatifs possible. L'auteur mesure également la perméabilité apparente à l'oxygène en présentant les résultats à l'état sec mesurés pour trois pressions d'entrée : 0,1 ; 0,25 et 0,4 MPa. Les mesures sont effectuées au moyen d'un perméamètre à gaz à charge constante de type Cembureau. Les formulations des mortiers étudiés sont les suivantes (Tableau IV-1) :

Tableau IV-1 : Formulation des matériaux considérés

Constituants	Mortier à base de CEM I		Mortier à base de CEM V/A	
	Calcaire	Siliceux	Calcaire	Siliceux
Ciment CEM I (Kg/m ³)	627			
Ciment CEM V/A (Kg/m ³)			683	
Granulat calcaire (Kg/m ³)	1385		1255	
Granulat siliceux (Kg/m ³)		1385		1255
Superplastifiant (% de la masse en ciment)	1		1	
Eau efficace (Kg/m ³)	268		279	

Après avoir inséré les données d'entrée, le modèle XDQ donne des résultats de plusieurs reconstitutions possibles. La Figure IV-3 montre l'évolution des valeurs de perméabilités

apparentes possibles en fonction de l'inverse de la pression moyenne d'essais. Nous remarquons pour une pression donnée que le modèle XDQ fournit une multitude de valeurs de perméabilité dont l'écart peut atteindre ou même dépasser un ordre de grandeur. En utilisant uniquement le modèle XDQ, nous ne pourrions obtenir que des valeurs approchées des coefficients de transport. Boulin (Boulin, 2008) retrouve aussi plusieurs scénarios possibles lorsqu'il modélise la perméabilité au gaz des argilites du Callovo-Oxfordien à partir du modèle XDQ (Figure IV-4).

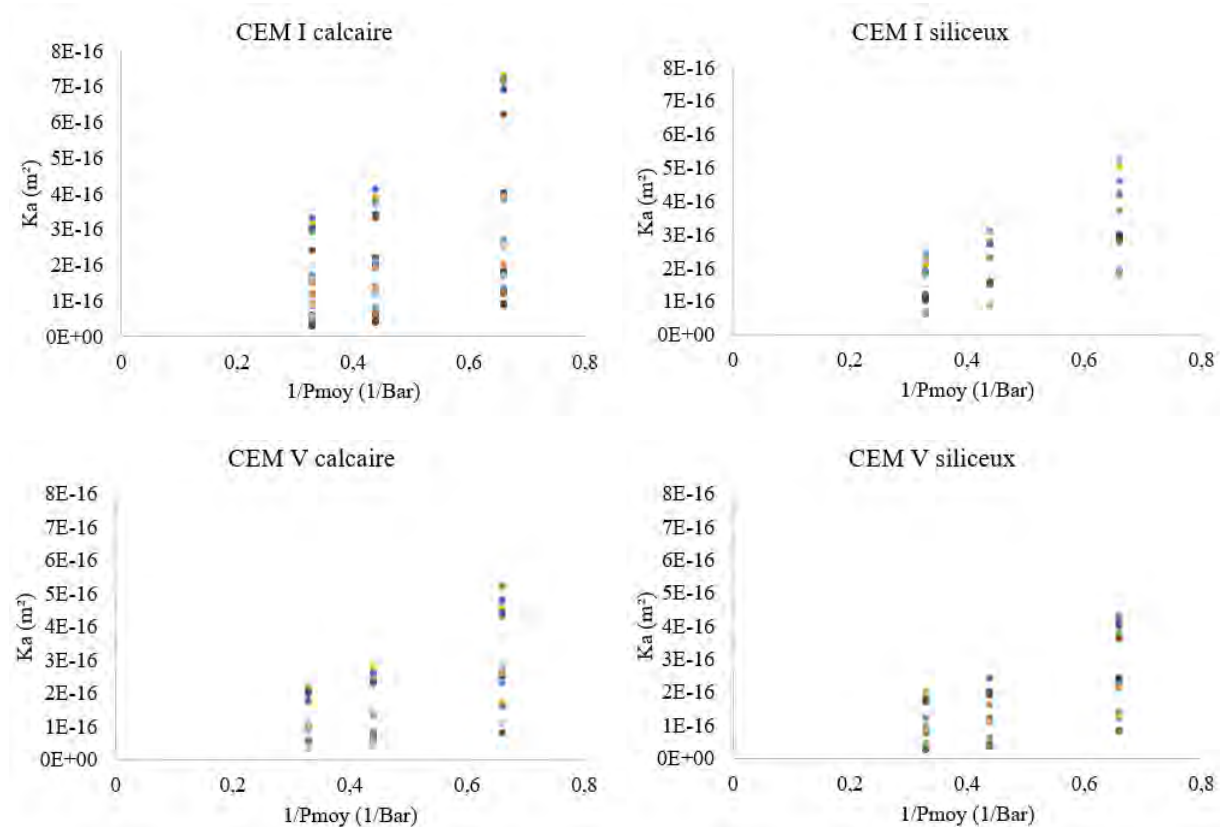


Figure IV-3: Reconstitutions possibles des perméabilités apparentes au gaz à différentes pressions pour les mortiers à base de CEM I et CEM V à granulats calcaires et siliceux

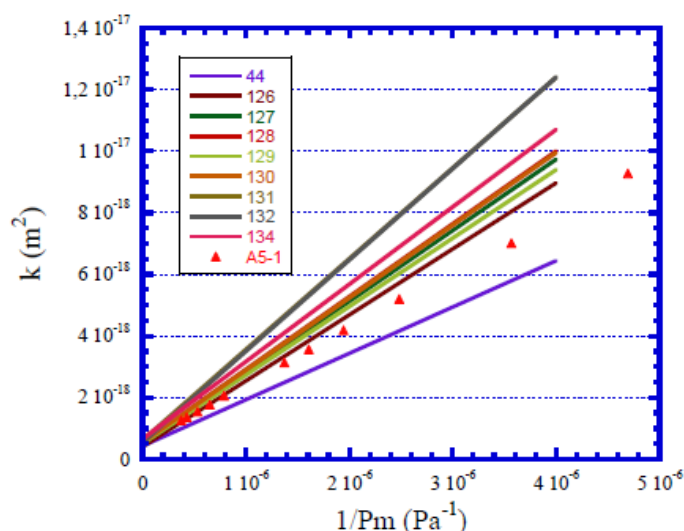


Figure IV-4 : Perméabilités apparentes de différents scénarios comparés aux données expérimentales mesurées pour des argilites (Boulin, 2008)

Vu que nous disposons des mesures expérimentales des perméabilités, nous allons les utiliser en priorité comme critère de choix entre les reconstitutions comme l'a préconisé Daïan (Daïan, 2007). Ainsi, en considérant uniquement les reconstitutions les plus proches des valeurs expérimentales, pour chaque pression d'essais, nous avons pu comparer les évolutions du modèle par rapport aux données expérimentales (Figure IV-5).

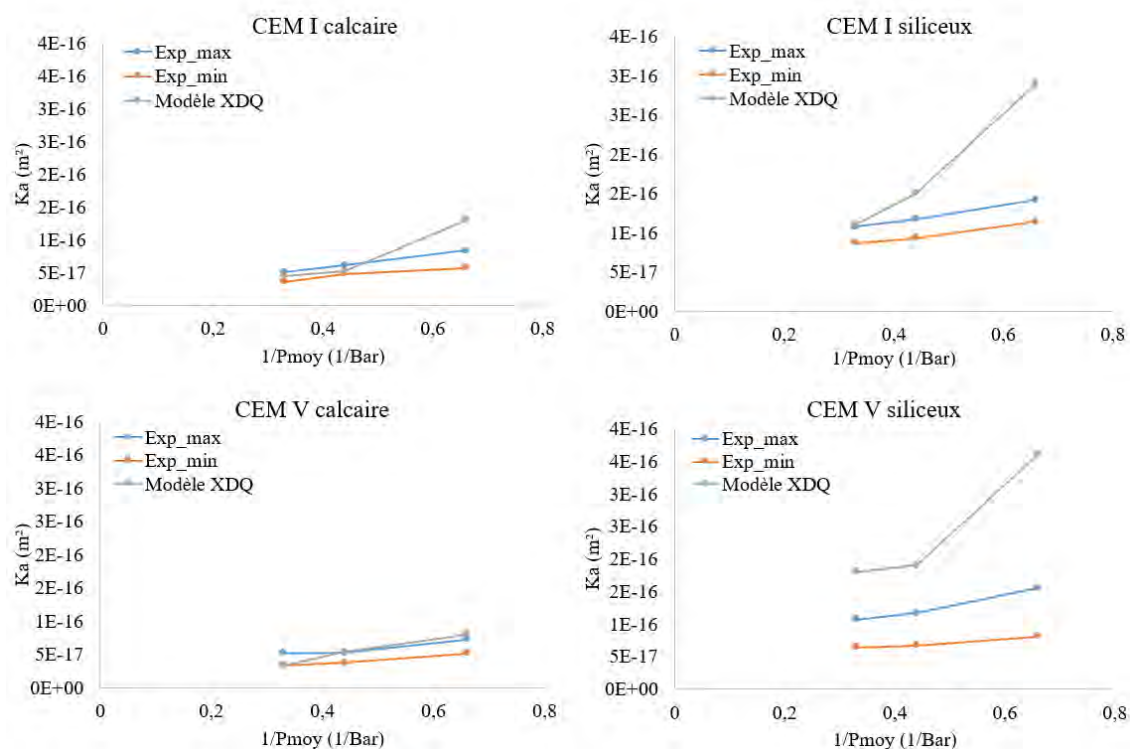


Figure IV-5: Confrontations des perméabilités apparentes au gaz expérimentales pour les mortiers à base de CEM I et CEM V à granulats calcaires et siliceux avec les restitutions XDQ les plus proches

Nous remarquons que pour les mortiers à base de granulats calcaire, pour des pressions supérieures ou égales à 0,25 MPa, les valeurs XDQ sont parfaitement dans le fuseau des résultats expérimentaux. Pour ceux à base de granulats siliceux, les valeurs sortent du fuseau en gardant le bon ordre de grandeur. Nous remarquons aussi la perte de linéarité de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne, ce qui traduit une surestimation des écoulements moléculaires dans le modèle. Il ressort donc que les résultats de modélisation acquis pour les mortiers à l'aide du modèle XDQ permettent d'évaluer la perméabilité au gaz avec un bon ordre de grandeur même si l'écart est beaucoup plus important pour des pressions d'entrée faible. D'un autre côté, les prédictions XDQ mettent en évidence une restitution moins bonne pour les mortiers à granulats siliceux par rapport à ceux ayant des granulats calcaires. Perlot (Perlot, 2005) a montré dans ses travaux qu'à l'état sec les mortiers à granulats siliceux présentent une porosité moins importante que les mortiers à granulats calcaires, probablement du fait d'une meilleure interface pâte granulats. Ces résultats semblent donc montrer que la prédiction du modèle XDQ devient de moins en moins précise au fur et à mesure que la porosité des matériaux testés se réduit.

IV.2.3.2.2 Modèle de réseau poreux de Ranaivomanana

IV.2.3.2.2.1 Principe du modèle

Ranaivomanana *et al.* (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013) ont développé pour les matériaux cimentaires un modèle physique de réseau poreux permettant de simuler les isothermes de sorption et de désorption d'eau. Aussi, pour des situations mettant en jeu des cycles de séchage-humidification, ce modèle permet de prendre en compte l'hystérésis entre l'adsorption et la désorption. Ce modèle permet également au-delà des isothermes, de rendre compte de certaines caractéristiques de la structure poreuse dont la surface spécifique et permet aussi de prédire les valeurs de perméabilité relative au liquide et au gaz.

La modélisation est basée sur une distribution de taille des pores idéalisée comportant trois modes associés respectivement aux pores des C-S-H, aux pores capillaires moyens et aux larges pores capillaires supposés, constitués en partie de défauts (bulles, interfaces pâte granulats, microfissures), jouant un rôle essentiel dans la perméabilité du matériau.

❖ La distribution de la taille des pores

La distribution de la taille des pores est représentée par des polynômes juxtaposés de degré 2 de telle sorte que chaque mode puisse être représenté par 4 tronçons de parabole comme l'indique la Figure 14 suivante :

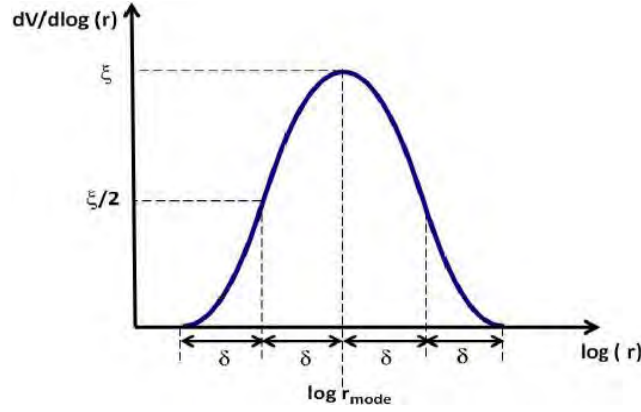


Figure IV-6 : Mode poral idéalisé à partir de la jonction de 4 tronçons paraboliques (Ranaivomanana, 2010)

La fonction de densité de la répartition de la taille des pores (pour une distribution de 3 modes) peut s'écrire par la formule suivante :

$$\frac{dV}{d \log r} = \bigcup_{i=1}^{i=3} \left(\bigcup_{j=1}^{j=4} (\beta_{ji}^1 (\log r)^2 + \beta_{ji}^2 (\log r) + \beta_{ji}^3) \right) \quad (\text{IV-17})$$

Avec β_{ji}^k coefficient dépendant de 3 paramètres qui sont :

Le rayon modal ($r_{\text{mode } i}$) fixé à 1,5 nm pour les pores des C-S-H ($r_{\text{C-S-H}}$) ; 9,5 nm pour les pores capillaires moyens (r_{moyen}) et 300 nm pour les larges pores capillaires (r_{large}). L'amplitude ($\delta = 0,4$) et la hauteur (ξ_i) sur la base de la distribution tri-modale de Mindess (Mindess *et al*, 2002).

❖ Equation de Kelvin-Laplace

La relation entre la pression capillaire P_c et l'humidité relative (HR) est décrite par l'équation de Kelvin-Laplace :

$$P_c = -\rho_l \frac{RT}{M} \ln (HR) \quad (\text{IV-18})$$

ρ_l : masse volumique de l'eau (g/cm^3)

M : masse molaire (g/mol)

R : constante des gaz ($\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

T : température (K)

❖ Hystérésis

Pour rendre compte de l'hystérésis à travers la distribution idéalisée de la taille des pores, on considère la présence d'une saturation résiduelle dans les pores censés se vidanger à une humidité relative donnée. L'évacuation de cette saturation résiduelle n'est possible que via les pores de taille inférieure auxquels les pores concernés sont connectés. En supposant les pores cylindriques et que le séchage affecte les pores de rayon r_1 lorsque l'humidité relative vaut h_1 , la portion vidangée du réseau poreux ne représente qu'une certaine fraction de volume des pores de rayon supérieur à r_1 .

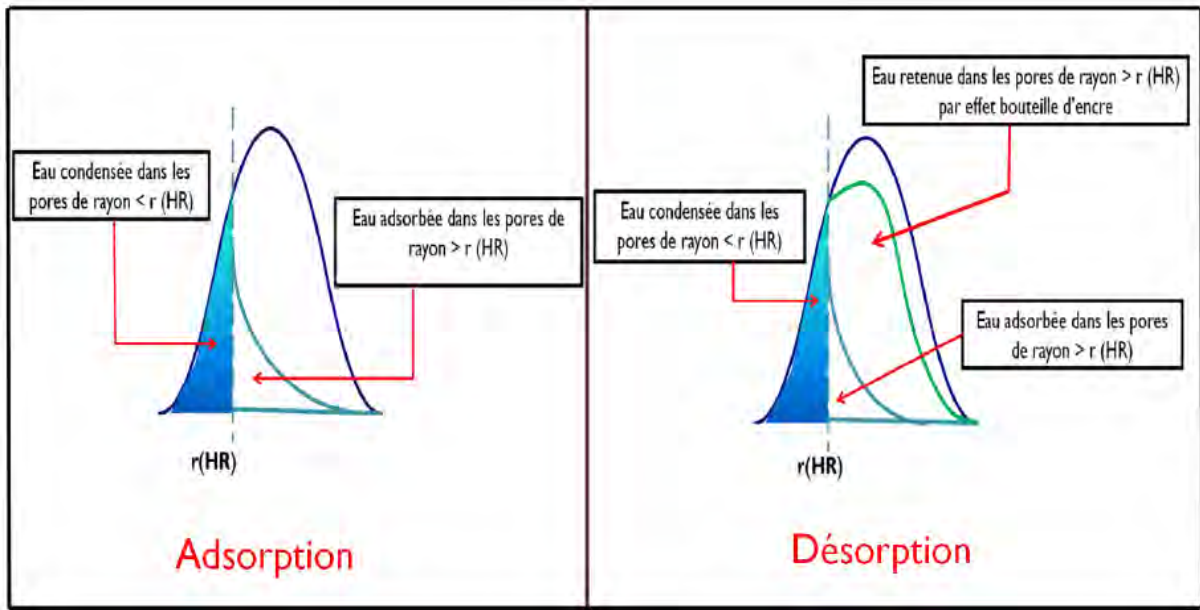


Figure IV-7 : Gestion de l'hystérésis via la distribution de taille des pores (Ranaivomanana, 2010)

Etant donné qu'il est très probable que la connectivité soit d'autant plus grande que la longueur développée de ces pores de rayon r_1 est importante, l'auteur assimile ainsi la connectivité à la probabilité d'interconnexion des pores de rayon supérieur à r_1 :

$$P_{int}(r > r_1) \approx \frac{\int_{r_1}^{r_{max}} \frac{1}{a_p(r)} \frac{dV}{d \log r} d \log r}{\int_{r_{min}}^{r_{max}} \frac{1}{a_p(r)} \frac{dV}{d \log r} d \log r} \quad (IV-19)$$

Avec $a_p(r)$: Aire de la section du pore

❖ Aplatissement des pores de C-S-H

A volume égal, plus la section $a_p(r)$ d'un pore diminue, plus sa longueur développée prend de l'ampleur. Ceci entraîne une conséquence sur la géométrie des pores. En effet, si les pores étaient considérés de forme cylindrique, les plus fins présenteraient des longueurs développées très grandes. Ils seraient alors les principaux responsables de la connexion des pores de plus grande dimension au réseau sec, ce qui conduirait à une hystérésis trop importante jusqu'aux faibles humidités relatives. Les C-S-H se présentant sous forme de particules nanométriques agrégées les unes aux autres, l'auteur a donné aux pores de plus faibles rayons, une forme aplatie approchée par une géométrie oblongue dont la section est définie par :

$$a(r) = (4(A_p(r) - 1) + \pi)r^2 \quad (IV-20)$$

$$A_p(r) = \frac{l}{2r} = \min\left(\exp\left(\frac{r_{cr}}{r}\right); 15\right) \quad (IV-21)$$

$A_p(r)$: coefficient d'Aplatissement

r_{cr} : rayon critique (nm)

Le rayon critique r_{cr} fixé à 2 nm est un paramètre interprété comme étant une valeur du rayon qui définit le passage des pores capillaires aux pores des C-S-H. Les pores de grande taille sont donc cylindriques puisque leur aplatissement A_p ne peut excéder 1 lorsque r est grand. Les pores deviennent progressivement aplatis à mesure que r diminue.

IV.2.3.2.2 Equations constitutives du modèle

Le modèle permet d'obtenir les isothermes pour des cycles de sorption et désorption en tenant compte de l'hystérésis. Le modèle permet aussi d'estimer la surface spécifique S_s en multipliant le périmètre des pores par leur longueur et en sommant les résultats obtenus. Les surfaces spécifiques obtenues sont très proches de celles mesurées en adsorption d'azote (BET). Il donne aussi accès à une estimation des perméabilités relatives au liquide et au gaz à partir des débits liquides et gazeux q_l et q_g basée sur un mode de représentation simple de l'espace poreux avec des canaux rectilignes et parallèles. Pour une telle représentation et en prenant en compte la géométrie oblongue des pores, les débits à travers un pore de rayon r sous l'effet d'un gradient de pression sont donnés par les expressions suivantes :

Cas du débit liquide ($q_l(r)$) :

$$q_l(r) = \frac{1}{\mu_l} \left[\frac{\pi}{8} + \frac{4}{3} (A_p(r) - 1) \right] r^4 \frac{P_{e,l} - P_{s,l}}{L_e} \quad (IV-22)$$

μ_l : viscosité dynamique du liquide (Pa.s)

$A_p(r)$: coefficient d'aplatissement du pore

$P_{e,l}$: pression d'entrée du liquide (Pa)

$P_{s,l}$: pression de sortie du liquide (Pa)

L_e : longueur du trajet d'écoulement (m)

Cas du débit gazeux ($q_g(r)$):

L'expression du débit gazeux associé à un écoulement laminaire $q_{g,p}(r)$ est donnée par la loi de Poiseuille selon la relation suivante :

$$q_{g,p}(r) = \frac{1}{\mu_g} \left[\frac{\pi}{8} + \frac{4}{3} (A_p(r) - 1) \right] r^4 \frac{P_{e,g} - P_{s,g}}{2P_{s,g}L_e} \quad (IV-23)$$

μ_g : viscosité dynamique du gaz (Pa.s)

$P_{e,g}$: pression d'entrée du gaz (Pa)

$P_{s,g}$: pression de sortie du gaz (Pa)

L'expression du débit gazeux associé à un écoulement moléculaire ($q_{g,k}(r)$) est donnée par la loi de Knudsen selon la relation suivante :

$$q_{g,k}(r) = \frac{[4(A_p(r) - 1) + \pi]^2}{[4(A_p(r) - 1) + 2\pi]} \frac{r^3}{P_{mg}} \frac{P_{e,g} - P_{s,g}}{L_e} \sqrt{\frac{2\pi RT}{M}} \quad (IV-24)$$

$P_{e,g}$: pression d'entrée du gaz (Pa)

$P_{s,g}$: pression de sortie du gaz (Pa)

P_{mg} : pression moyenne entre $P_{e,g}$ et $P_{s,g}$ (Pa)

M : masse molaire (g/mol)

R : constante des gaz (J.mol⁻¹.K⁻¹)

T : température (K)

Nous aurons finalement un débit total gazeux ($q_g(r)$) égal à :

$$q_g(r) = q_{g,p} + \varepsilon q_{g,k}(r) \quad (IV-25)$$

$\varepsilon = 0$ si $l_m \leq 2r$ et $\varepsilon = 1$ si $l_m \geq 2r$ Avec l_m : libre parcours moyen

Pour un réseau poreux constitué de 3 familles de pores supposé composé de N pores de différentes tailles, les perméabilités relatives au liquide et au gaz sont déterminées par les relations suivantes :

$$K_{rl} = \frac{S_r \sum_{p=1}^N l(r_p) q_l(r_p) S_{r_p}^* F_l(RH)}{\sum_{p=1}^N l(r_p) q_l(r_p)} \quad (IV-26)$$

$$K_{rg} = \frac{(1 - S_r) \sum_{p=1}^N l(r_p) q_g(r_{p,g}) S_{r_p}^* F_g(RH)}{\sum_{p=1}^N l(r_p) q_g(r_p)} \quad (IV-27)$$

A une humidité relative considérée, F_g est la connectivité aux voies de percolation drainées d'une taille de pores séchés et F_l est la connectivité d'un pore saturé aux voies de percolation saturées.

IV.2.3.2.3 Pertinence du modèle pour l'étude des matériaux cimentaires

Ce modèle a déjà été validé sur de nombreux matériaux cimentaires issus de la littérature. On voit par exemple en Figure IV-8 que le modèle permet de rendre compte correctement des cycles de séchage humidification avec prise en compte de l'hystérésis. On remarque quand même sur la remontée à partir de 44% d'humidité relative que le modèle remonte plus vite que les points expérimentaux. Nous avons observé cette même tendance de remontée importante des isothermes d'adsorption intermédiaires sur l'ensemble des matériaux testés dans le cadre de la validation de ce modèle de réseaux poreux (Ranaivomanana, 2010). Dans la partie qui suit, nous proposons une petite modification au modèle afin d'améliorer sa prédiction lors des cycles de sorption, notamment à partir d'états partiellement saturés. Pour ce qui est de la perméabilité relative au gaz, on remarque en Figure IV-9 une bonne restitution des évolutions expérimentales malgré un écart qui s'accroît pour les états de saturation très faible (inférieur à 30% S_r). Comme nous l'avons vu précédemment à la section III.2.2 le choix d'une perméabilité de référence déterminée après un séchage à 105°C peut expliquer les écarts aux faibles saturations. Si la référence avait été choisie à 80°C, ces écarts seraient moindres. Ce résultat montre aussi les limites du modèle de réseau poreux à considérer

l'endommagement évolutif du matériau au cours du séchage, simplement piloté par la probabilité d'interconnexion dans le modèle.

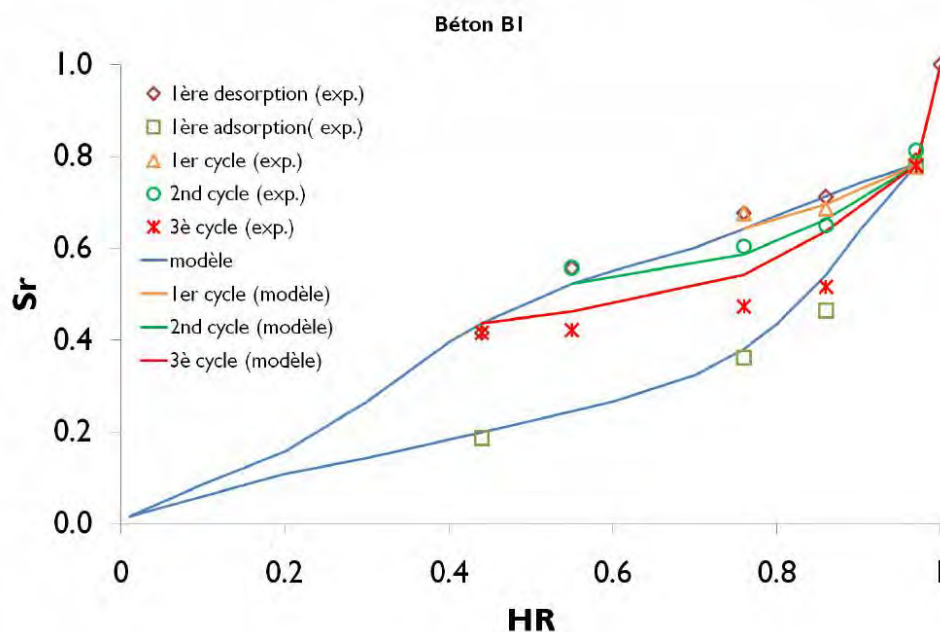


Figure IV-8 : Cycles de séchage-humidification sur béton B1* à 20°C

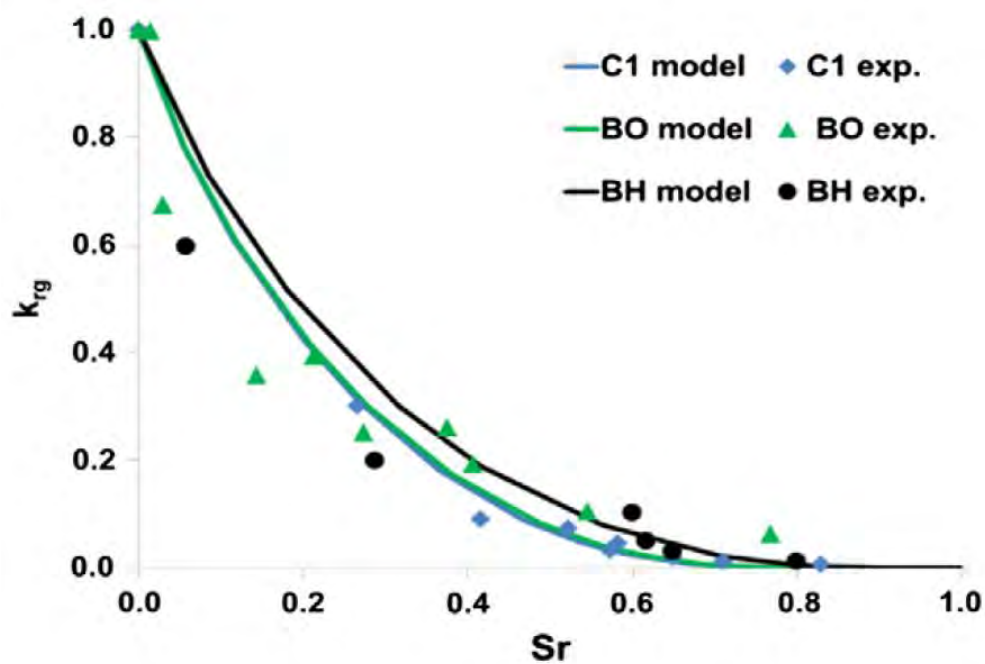


Figure IV-9 : Perméabilité relative au gaz en fonction de la saturation pour plusieurs bétons : C1 (Ranaivomanana *et al.*, 2011), BO et BH (Baroghel-Bouny, 1994, 2007a, 2007b)

IV.2.3.2.2.4 Modification du modèle pour une meilleure prédiction de l'adsorption

Le modèle de réseau poreux a été modifié pour mieux prédire les phénomènes de sorption à partir d'états partiellement saturés (Figure IV-10 ; Figure IV-11 ; Figure IV-12 ; Figure IV-13).

Pour la sorption à une humidité relative donnée, Ranaivomanana *et al.* (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013) envisagent la possibilité de saturer complètement et directement les pores de la famille plus petits que le rayon Kelvin correspondant à cette humidité relative. En réalité, cette famille de pores n'est pas complètement saturée en raison notamment de l'existence de pores en forme de bouteille d'encre. Il faudrait donc atteindre une humidité relative supérieure à celle correspondant au rayon de Kelvin pour saturer la plus grande partie de ces pores. Pour en tenir compte, nous considérons en première approximation qu'une famille de pores sera complètement saturée dès que 90% des pores de cette famille seront saturés. Bien que ce critère soit arbitraire, cela nous permet de mieux modéliser la difficulté de resaturation d'un pore en raison de son accessibilité et de la création de dommages lors du séchage préliminaire. En effet, quel que soit le choix du préconditionnement, le processus de séchage génère des microfissures (Wu *et al.*, 2015). Cette microfissuration engendrée ainsi que le drainage des interfaces pâte-granulats vont modifier le réseau poreux et les chemins préférentiels.

Le modèle ne rendant pas compte de l'évolution physique du réseau poreux et des modifications apportées avec le séchage, si ce n'est à travers la fonction de connectivité en désorption, il est difficile de lui permettre de représenter simplement la baisse de saturation associée à l'ouverture de porosité. Le fait de « retarder » la saturation avec le critère choisit permet rapidement de rendre compte de cette évolution du réseau et représente quelque part une certaine saturation gazeuse résiduelle quand l'humidité relative augmente, de la même façon que la saturation résiduelle utilisée en séchage. Il est également raisonnable de penser qu'un pore ne peut être saturé que s'il est relativement humide avant la condensation (Yurtdas *et al.*, 2006). Ainsi un pore de petite taille qui selon Kelvin-Laplace pourrait permettre la condensation à une humidité relative donnée ne peut probablement pas permettre la condensation immédiate en son sein, si son accessibilité ne se fait que via des pores de plus petites tailles et dans lesquels la condensation a déjà eu lieu (effet bouteille d'encre). Dans ce cas la cinétique de condensation est retardée et il est nécessaire d'apporter un potentiel supplémentaire de vapeur (donc d'augmenter l'humidité relative d'ambiance) pour permettre sa condensation ultérieure. Sur les matériaux testés, on remarque que le modèle modifié

apporte une amélioration sur les adsorptions intermédiaires par rapport au modèle initial, si ce n'est peut-être sur la première adsorption, où le modèle semble encore fournir trop d'hystérésis dans les pores des hydrates.

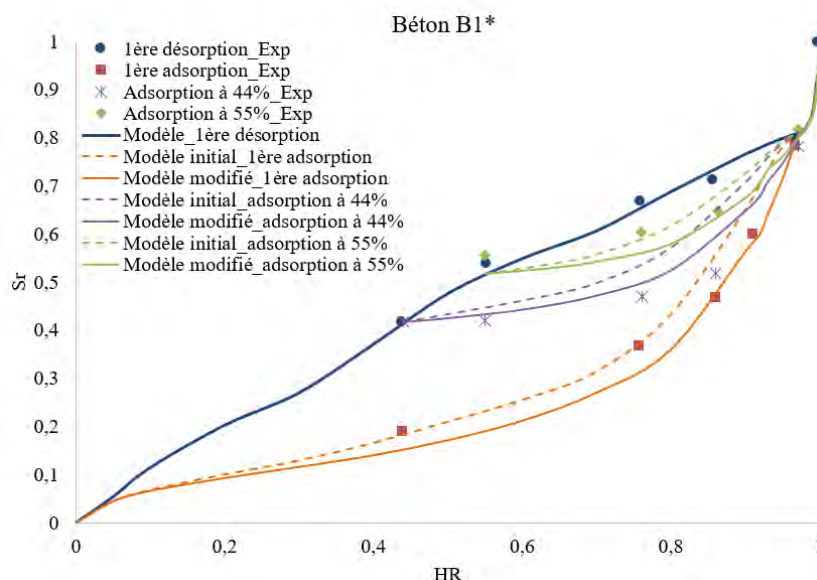


Figure IV-10 : Confrontations de différentes remontées pour le béton B1* en fonction des hypothèses considérées dans la modélisation

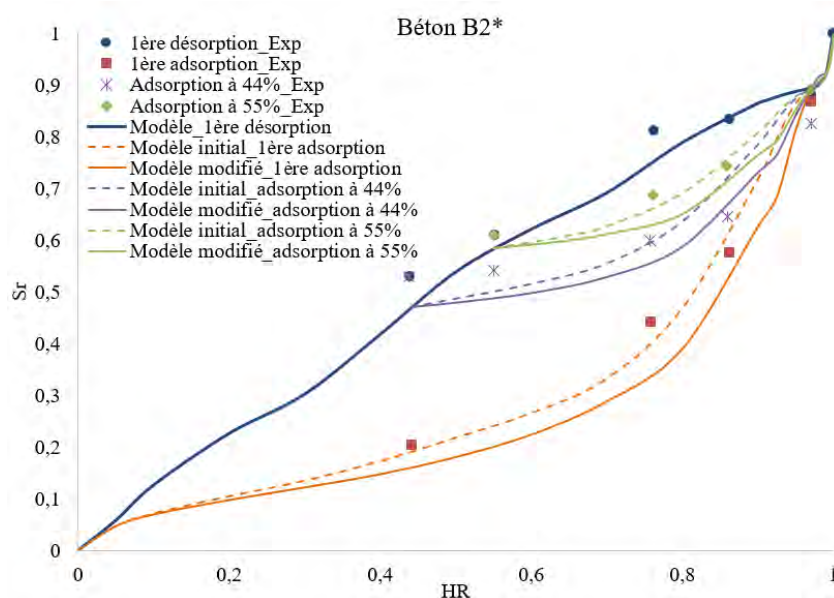


Figure IV-11 : Confrontations de différentes remontées pour le béton B2* en fonction des hypothèses considérées dans la modélisation

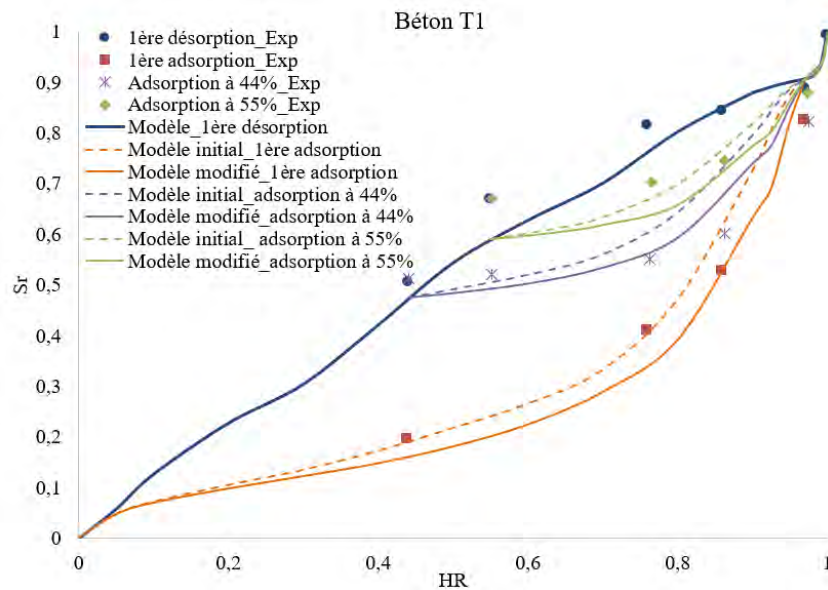


Figure IV-12 : Confrontations de différentes remontées pour le béton T1 en fonction des hypothèses considérées dans la modélisation

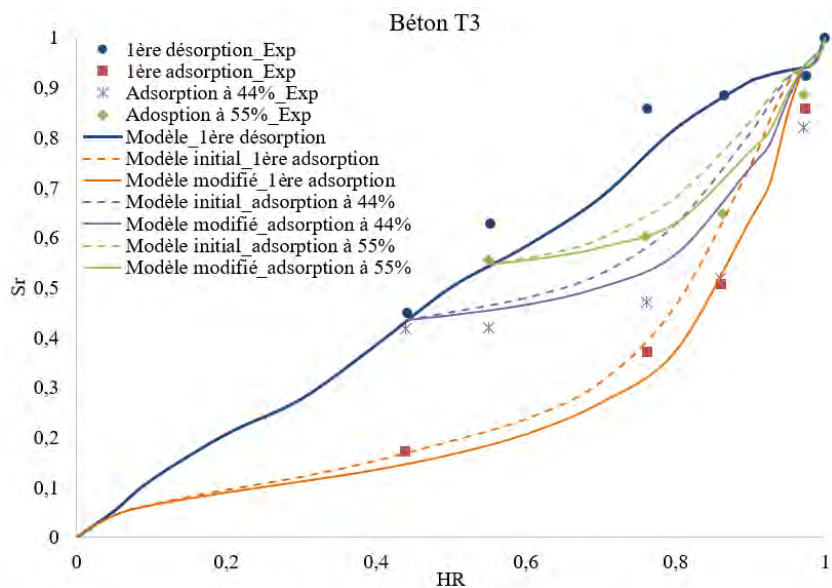


Figure IV-13 : Confrontations de différentes remontées pour le béton T3 en fonction des hypothèses considérées dans la modélisation

IV.2.3.2.3 Choix du modèle de réseaux poreux à partir d'une étude de pertinence

Au vu de l'étude sur la pertinence du modèle XDQ, il ressort qu'il n'est pas totalement prédictif puisqu'on a besoin de données expérimentales pour le choix des restitutions. De ce fait, il ne permet pas d'accéder directement aux propriétés de transferts recherchées. Les résultats ont montré que la prédiction du modèle XDQ devient de moins en moins précise au fur et à mesure

que la porosité des matériaux testés se réduit. Ceci constitue une limite pour notre étude basée essentiellement sur des bétons de hautes performances réputés pour leur faible porosité. De plus, le fait de ne pas avoir accès au code source, ce qui ne permet pas d'y apporter des modifications nous conduit à écarter XDQ des modèles de réseaux poreux qui seront utilisés pour la prédiction des transferts hydriques. Quant au modèle de réseaux poreux de Ranaivomanana *et al.* (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013), les résultats ont montré une bonne restitution des paramètres de transfert des matériaux cimentaires. De plus, le fait d'avoir accès au code source du modèle puisque développé au laboratoire nous amène à choisir ce dernier comme support de modélisation des paramètres de transfert. L'intégration de ce modèle de réseaux poreux dans le modèle macroscopique de transfert hydrique de Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Eymard, 1999) permet ensuite de prendre en compte l'hystérésis dans la simulation des expériences impliquant des phénomènes d'adsorption et de désorption. Notons ainsi que dans la suite de ce travail, le modèle de réseau poreux sera associé à celui choisi, à savoir celui de Ranaivomanana.

IV.3 Validation de la modélisation des mécanismes entrant en jeu lors d'un rééquilibrage hydrique

IV.3.1 Propriétés des matériaux utilisés pour l'étude numérique

L'étude numérique est réalisée sur des matériaux issus de la littérature en plus de nos propres matériaux d'étude afin de constater sur une base de données plus large la pertinence des modélisations effectuées. Ainsi, en plus de nos matériaux d'étude que nous allons considérer comme étant de la série 1, un total de 8 formulations de matériaux ont été testées. Deux pâtes de ciment et 6 bétons classés en 2 séries. La série 2 constituée de matériaux à base de ciment CEM I 52.5, et basée sur les travaux de Baroghel Bouny *et al.* (Baroghel-Bouny, 1994, 2007a, 2007b), est constituée de béton ordinaire (BO), de béton à très haute performance (BH) et des pâtes ciment, CO et CH correspondantes. La série 3 comprend les formulations de béton à base de CEM I 52.5 (B1*) et CEM V 42.5 (B2*) ainsi que les "bétons à faible hydratation thermique/bas pH" conçus comme matériaux pour une application future dans le dépôt en profondeur des déchets radioactifs en couches géologiques profondes (Ranaivomanana *et al.*, 2011). Les liants ternaires des deux bétons à faible teneur en pH étudiés sont composés de CEM I 52.5 et de deux additions pouzzolaniques : la fumée de silice, commune aux deux, et les cendres volantes (T1) ou laitiers (T3). Le séchage de cette troisième série de matériaux a été

réalisé dans le cadre d'expériences de longue durée (près de deux ans), ce qui est rare dans la littérature, d'où l'intérêt d'utiliser cette base de données. Les formulations et les principales caractéristiques des bétons et des pâtes de ciment issues de la littérature sont résumées dans le Tableau IV-2. Ceux de nos propres matériaux d'étude sont présentés dans la partie II.2.1.

Tableau IV-2 : formulations et les principales caractéristiques des bétons et des pâtes de ciment pour les séries 2 et 3

Series reference	2				3			
Material reference	BO	BH	CO	CH	B1*	B2*	T1	T3
Gravel content (kg/m ³) (min/max grain size in mm)	1192 (4/20)	1265 (4/20)			945 (5/12.5)	984 (5/12.5)	185 (5/8) 850 (8/12)	185 (5/8) 850 (8/12)
Sand content (kg/m ³) (min/max grain size in mm)	744 (0/5)	652 (0/5)			858 (0/4)	800 (0/4)	813 (0/5)	813 (0/5)
Cement content (kg/m ³)	353	421			400	450	148	79
Silica fume content (kg/m ³)		42,1					128	128
Fly ash content (kg/m ³)							119	
Slag content (kg/m ³)								188
Superplasticizer (kg/m ³)		7,59			10	11,25	5,14	5,14
Water-to-cement ratio (W/C)	0,43	0,27	0,35	0,20	0,45	0,40		
Water-to-binder ratio (W/B)			0,35	0,18			0,40	0,43
Silica fume to cement ratio (SF/C)				0,10				
Experimental gas permeability (10 ⁻¹⁷ m ²)	16 ^(a)	4 ^(a)			4	5,5	2,2 ^(b)	3,6 ^(b)
Experimental water permeability (10 ⁻¹⁹ m ²)					0,95	1,37	2,3 ^(b)	1,6 ^(b)

^(a) (Villain *et al.*, 2001) ^(b) (Leung Pah Hang, 2015)

Les valeurs des différents paramètres de modélisation pour le modèle de réseaux poreux de chacun des matériaux étudiés sont données dans le Tableau IV-3.

La porosité des C-S-H est calculée à partir de la quantité de CSH formée, estimée à partir de l'approche proposée par Adenot (Adenot, 1992) pour les matériaux cimentaires (cf. I.2.1). La porosité des capillaires larges, est déduite à partir de la chute initiale de l'isotherme de désorption aux fortes humidités relatives. Enfin, la porosité des capillaires moyens constitue le complément pour atteindre la porosité accessible à l'eau.

Tableau IV-3 : Valeurs des paramètres de modélisation pour le modèle de réseaux poreux

Référence de série	Matériaux	$\varnothing_{\text{Totale}} (\%)$	$\varnothing_{\text{CSH}} (\%)$	$\varnothing_{\text{moyen}} (\%)$	$\varnothing_{\text{large}} (\%)$
1	B1	13,2	2,94	8,41	1,85
	B2	13,9	3,15	9,5	1,25
2	BO	12,2	2,61	6,54	3,05
	BH	8,2	2,16	5,47	0,57
	CO	30,3	9,57	13,46	7,27
	CH	20,4	6,40	13,39	0,61
3	B1*	12,3	2,70	6,52	3,08
	B2*	14,7	3,00	9,30	1,70
	T1	15,2	3,04	10,59	1,57
	T3	16,2	2,38	12,47	1,35

IV.3.2 Analyses des paramètres de transfert : confrontations entre les approches analytiques et le modèle de réseau poreux de Ranaivomanana

L'analyse des paramètres de transfert d'humidité est effectuée sur 2 bétons de chacune des 3 séries de matériaux.

- B1 et B2 pour la série 1
- BO et BH pour la série 2
- B1* et B2* pour la série 3

Les expressions des différentes approches numériques (analytiques et modèle de réseaux poreux) mentionnées dans la partie IV.2.3 pour évaluer les paramètres de transfert (isothermes de sorption, perméabilité relative au liquide et au gaz, facteur de résistance à la diffusion de vapeur) sont mises en application. Les différentes évolutions obtenues à l'issue des simulations sont représentées et comparées aux résultats expérimentaux. Cette analyse est très importante car les différences dans l'évolution des paramètres de transfert auront forcément une influence directe sur les cinétiques de transfert prédites en fonction de l'approche considéré. Dans ce qui suit, nous considérons la légende suivante :

- Modèle : simulation obtenue par le modèle de réseau poreux de Ranaivomanana actualisé (cf.IV.2.3.2.2.4) (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013)

- Van Genuchten : simulation obtenue par l'approche de Van Genuchten (Van Genuchten, 1980) utilisée par Mainguy (Mainguy, 1999)
- Van Genuchten modifié : simulation obtenue par l'approche de Van Genuchten modifiée par Monlouis Bonnaire *et al.* (Monlouis-Bonnaire, Verdier et Perrin, 2004) et utilisée par (Thiery *et al.*, 2007)
- Millington : simulation obtenue par l'approche de Millington (Millington, 1959) utilisée par Mainguy (Mainguy, 1999)
- Millington modifié : simulation obtenue par l'approche de Millington modifiée et utilisée par Thiery *et al.* (Thiery *et al.*, 2007)

IV.3.2.1 Perméabilité relative au liquide

La perméabilité relative au liquide est un paramètre clé qui conditionne les transferts d'humidité. Néanmoins, ce paramètre est difficilement accessible par des mesures classiques. C'est pourquoi nous proposons ici une confrontation entre les différentes approches malgré l'incertitude qui demeure par manque de données expérimentales. En Figure IV-14, la perméabilité relative au liquide évaluée par le modèle de réseau poreux est comparée à celle calculée par le modèle de Van Genuchten ainsi qu'à celle modifiée par Monlouis Bonnaire *et al.* (Monlouis-Bonnaire, Verdier et Perrin, 2004). Il apparaît sur les deux matériaux testés que le modèle de réseau poreux prédit une baisse plus significative de k_{rl} à des niveaux de saturation plus élevés que les autres modèles. Cette baisse est plus importante sur les matériaux présentant une porosité plus fine. La contribution de chaque mode de transport a été étudiée par de nombreux auteurs (Mainguy, Coussy et Eymard, 1999 ; Zhang, Thiéry et Baroghel-Bouny, 2012) qui ont montré qu'il existe une région de transition d'humidités relatives de la diffusion de vapeur d'eau dominante au transport liquide dominant, selon la microstructure du matériau, sa teneur initiale en humidité et la condition limite d'humidité relative. Cette zone de transition est située dans la plage d'humidité relative plus élevée pour les matériaux poreux et dans la plage d'humidité relative plus faible pour les matériaux moins poreux. A des niveaux de saturation élevés, le processus de séchage est essentiellement régi par l'apport convectif de la phase liquide (IV-4). Par conséquent, il est évident que pour une même valeur de perméabilité intrinsèque (qui correspond en première approche à la perméabilité au liquide K_l), la cinétique de transfert prévue sera différente selon la méthode utilisée pour évaluer k_{rl} et k_{rg} . Aussi, dans cette contribution, les parties les plus importantes

sont les produits $K_l.k_{rl}$ et $K_l.k_{rg}$. Même si les deux paramètres sont différents individuellement, la même cinétique de transfert peut être obtenue à court terme par différentes approches si les produits donnent la même contribution sur les flux totaux. Cependant, il serait raisonnable de penser qu'un mauvais ensemble de valeurs conduirait inévitablement à des divergences dans le temps, d'où l'intérêt de disposer d'un suivi de séchage assez long.

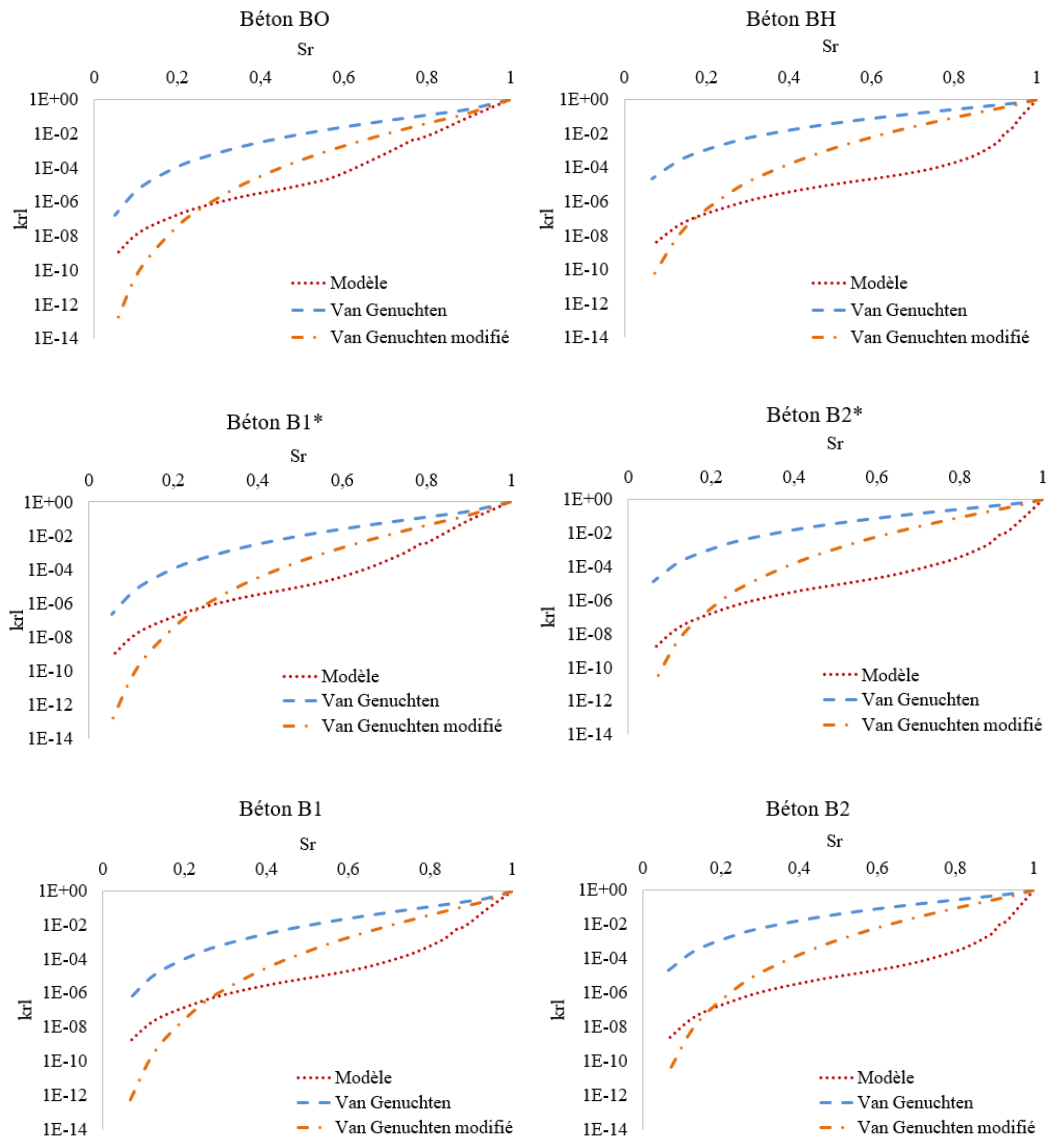


Figure IV-14 : Confrontations de différentes approches d'évaluation de la perméabilité relative au liquide pour les bétons d'étude et issus de la littérature

IV.3.2.2 Perméabilité relative au gaz

Une estimation expérimentale du k_{rg} est obtenue à partir de mesures de la perméabilité gazeuse intrinsèque d'échantillons de béton à différents niveaux de saturation par l'approche de Klinkenberg (cf. III.2.2). En Figure IV-15, cette perméabilité relative au gaz évaluée

expérimentalement est comparée aux différentes approches théoriques. Le modèle de réseau poreux montre une bonne concordance avec les résultats expérimentaux malgré une légère surestimation aux faibles niveaux de saturation. Ranaivomanana (Ranaivomanana, 2010) explique cette légère surestimation par le fait que la non-homogénéité des profils de teneur en eau à l'issue du préconditionnement pourrait limiter l'écoulement du gaz à travers le matériau en laissant des zones potentiellement plus saturées à cœur si l'homogénéisation du profil n'est pas terminée pendant le préconditionnement. Il en résulte de ce fait une sous-estimation de la perméabilité relative du gaz mesurée expérimentalement. Cette sous-estimation est moins marquée sur les matériaux les plus perméables, permettant ainsi une homogénéisation plus facile. Nous avons vu précédemment que cette sous-estimation pouvait aussi être associée au préconditionnement et notamment au séchage à 105°C conduisant à un endommagement supplémentaire par rapport à un séchage à des températures inférieures (Sogbossi *et al.*, 2020). On observe que le modèle de Van Genuchten modifié par Monlouis Bonnaire *et al.* (Monlouis-Bonnaire, Verdier et Perrin, 2004) est proche des points expérimentaux, alors que le modèle initial de Van Genuchten validé pour les sols donne des valeurs qui sont largement surestimées. On peut observer qu'à des niveaux de saturation élevés, le modèle initial et modifié de Van Genuchten ne tient pas compte du fait que le k_{rg} expérimental est plus important pour les bétons à haute performance par rapport aux bétons ordinaires. Ceci est dû à l'isotherme de désorption associée. En effet, pour atteindre le même niveau de saturation, par exemple 60%, le béton performant a besoin d'atteindre une humidité relative plus faible que le béton ordinaire et donc des tensions capillaires plus importantes se développent dans BH ce qui pourrait conduire à un endommagement plus important. Même si Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Baroghel-Bouny, 2001) ont montré pour les matériaux à base de ciment l'apport négligeable du transfert gazeux darcéen (Equation ((IV-6))), ainsi que la prédominance du transfert sous forme liquide, il est important d'évaluer correctement les paramètres de transfert dans leur globalité afin de prévoir correctement les cinétiques de transfert hydrique sur le long terme.

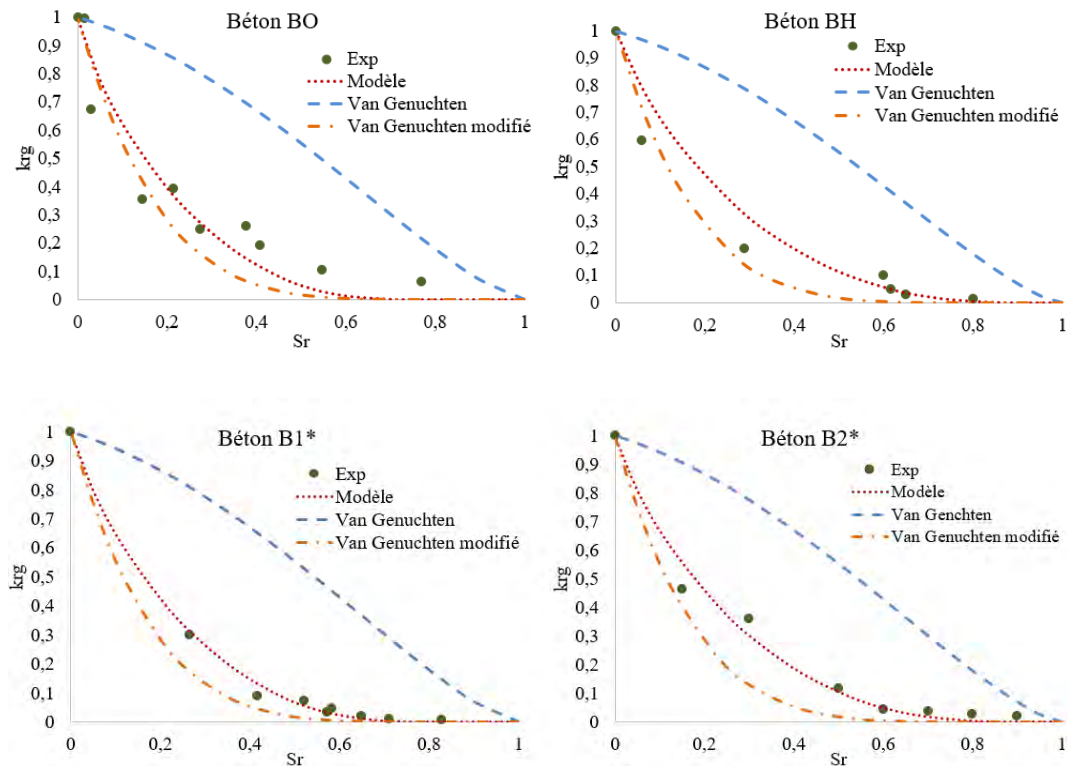


Figure IV-15 : Confrontations de différentes approches d'évaluation de la perméabilité relative au gaz pour les bétons issus de la littérature

La Figure IV-16 présente l'évolution de la perméabilité relative au gaz en fonction du degré de saturation pour les bétons d'étude B1 et B2 en considérant la référence K_g à 80°C et 105°C (cf. III.2.2.2). L'augmentation de la perméabilité K_g entre ces deux conditions est principalement associée à l'endommagement induit par le préconditionnement à une température plus élevée, la variation de saturation entre les deux états étant limitée à quelques pourcents (<10%). Par rapport au modèle de réseau poreux, on remarque une meilleure restitution des évolutions lorsque la perméabilité considérée est celle mesurée à 80°C. Pour le béton B2, aux faibles états de saturation, on passe d'une sous-estimation de perméabilités relatives lorsque K_g est considérée à 105°C à une surestimation si on considère K_g à 80°C. Le passage de K_g de 105°C à 80°C fait apparaître une sous-estimation quant aux restitutions faites à partir de l'approche de Van Genuchten modifié alors que le modèle initial de Van Genuchten surestime toujours les perméabilités relatives au gaz. La sur estimation aux faibles saturations de la prédiction de perméabilité relative par le modèle de réseau poreux peut provenir de plusieurs sources. Ranaivomanana les attribue à une différence entre saturation locale et globale conduisant à une sous-estimation de la perméabilité expérimentale alors que nous venons de montrer que selon l'état de référence considéré (80 ou 105°C), les prédictions peuvent être

améliorées. Dans ce cas ce serait la non prise en compte dans le modèle de l'endommagement additionnel obtenu entre les deux températures de séchage qui conduirait aux écarts si on considère une référence à 105°C. Les deux approches ont certainement une contribution et il est actuellement difficile de quantifier la part de chacune. Une perspective à notre travail sera d'intégrer au modèle l'évolution physique du réseau poreux au cours du séchage et notamment la prise en compte de l'endommagement dans l'évolution des coefficients de transfert.

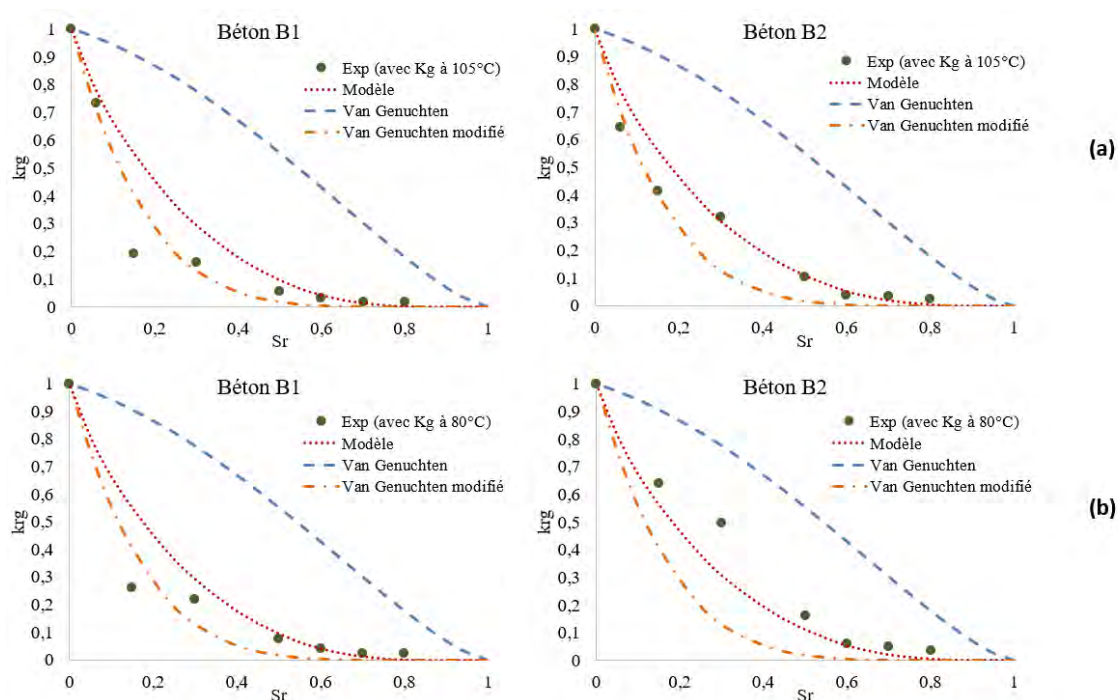


Figure IV-16 : Confrontations de différentes approches d'évaluation de la perméabilité relative au gaz pour les bétons d'étude en considérant une perméabilité intrinsèque mesurée à 105°C (a) et 80°C (b)

IV.3.2.3 Résistance à la diffusion de vapeur

Lorsque la phase liquide devient discontinue à des niveaux de saturation relativement faibles, le processus de séchage commence à être régi par l'apport diffusif de la phase vapeur (Equation (IV-7)). En Figure IV-17, le modèle de réseau poreux fournit des valeurs du facteur de réduction de la diffusion de vapeur d'eau R_d , qui sont supérieures à celles calculées avec le modèle de Millington, modifié par Thiery *et al.* (Thiery *et al.*, 2007). Des essais de perméabilité à la vapeur d'eau ont été réalisés sur du béton B1 selon la norme NF EN ISO 12571 (ISO 12571, 2000). Ceci a été fait afin de trouver, par application de la norme EN ISO 12572 (ISO 12572, 2001), les valeurs expérimentales de R_d . Le modèle du réseau poreux

montre une concordance suffisante avec les résultats expérimentaux tandis que le modèle de Millington, modifié par Thiery *et al.* (Thiery *et al.*, 2007), sous-estime les effets de résistance. La surestimation de R_d à partir du modèle de Millington pourrait s'expliquer par le fait que cette relation est d'abord calibrée pour les milieux granulaires, pour lesquels la taille des pores est significativement supérieure à celle des pores d'un béton où l'effet Knudsen est non négligeable (Thiery *et al.*, 2007). L'influence de ce paramètre est étudiée en Annexe 5.

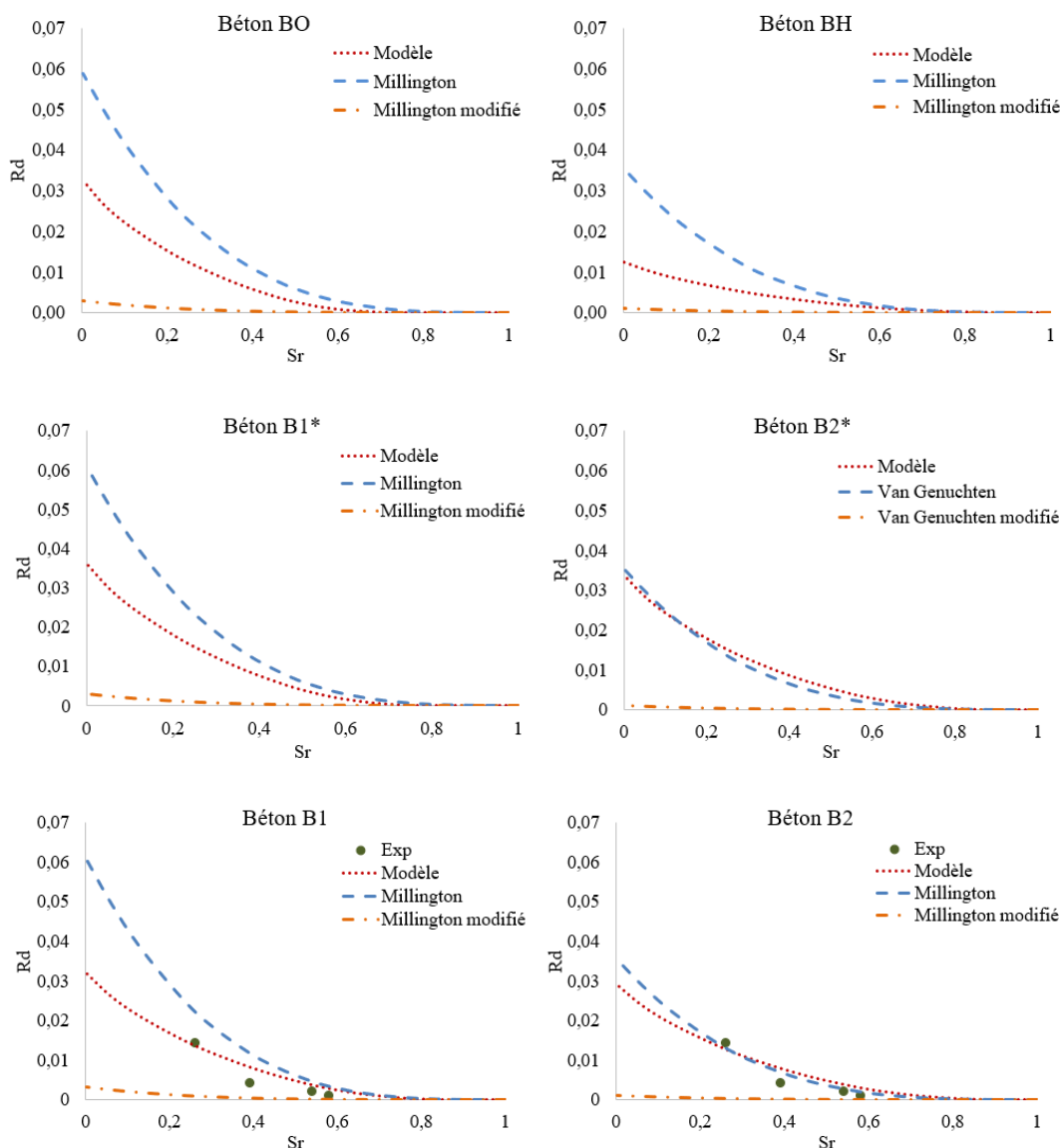


Figure IV-17 : Confrontations de différentes approches d'évaluation du facteur de résistance à la diffusion de vapeur pour les bétons d'étude et issus de la littérature

IV.3.2.4 Harmonisation des outils de modélisation

L'harmonisation des outils constitue une étape importante dans la modélisation des processus de transfert à partir de différentes approches, ceci afin d'intégrer le modèle de réseaux poreux au modèle de transfert hydrique. En effet, les divers outils sélectionnés pour cette étude étaient initialement codés sur des supports différents. Le modèle macroscopique de transfert hydrique codé en langage C a été converti sous Matlab afin de se l'approprier plus facilement : mieux comprendre les hypothèses, les équations et les termes considérés dans la modélisation. Le modèle de réseaux poreux était initialement codé en deux parties. La première partie était programmée sur le logiciel libre Scilab pour l'évaluation de la distribution de la taille des pores ainsi que les isothermes de sorption-désorption. La seconde partie permettant d'estimer les évolutions des perméabilités relatives au liquide et au gaz ainsi que le facteur de résistance à la diffusion de vapeur était programmé sur le module VBA d'Excel. Nous avons donc regroupé ces deux parties en un seul modèle programmé sur Matlab afin de travailler sur les mêmes supports de modélisation et faciliter ainsi les interactions. Dans cette étude, nous considérons la légende suivante :

- **mod.1** : correspond aux simulations obtenues par le modèle de transfert hydrique en utilisant l'approche originale de Van Genuchten et Millington pour l'évaluation des paramètres de transfert ;
- **mod.2** : correspond aux simulations obtenues par le modèle de transfert hydrique en utilisant l'approche modifiée de Van Genuchten et Millington ;
- **mod.3** : correspond aux simulations obtenues par le modèle de transfert hydrique en utilisant le modèle de réseau poreux pour évaluer les paramètres de transfert.

IV.3.2.5 Modélisation du séchage isotherme

IV.3.2.5.1 Conditions d'essais et méthode de résolution numérique

Les expériences de séchage de la première série de matériaux sont décrites dans la partie II.5.2. La température est fixée à 20°C et la face latérale des échantillons est protégée des transferts d'eau par une résine. L'essai commence avec le séchage des éprouvettes initialement en sortie de cure humide qui sont placées dans une enceinte climatique à une humidité relative de 8% pendant 154 jours. Pour la deuxième et troisième série de matériaux,

les expériences sont respectivement décrites dans (Baroghel-Bouny, 1994) et (Ranaivomanana, 2010). La température des essais a été fixée à 20°C et la face latérale de l'échantillon a été protégée des transferts hydriques par de l'aluminium adhésif pour la série 2 et de la résine pour la série 3. On considère donc que le séchage est unidirectionnel. Les caractéristiques et conditions d'essais des matériaux testés sont données dans le Tableau IV-4 suivant :

Tableau IV-4 : Caractéristiques et conditions d'essais des matériaux testés pour les différentes séries

Référence de série	1		2				3			
Matériaux	B1	B2	BO	BH	CO	CH	B1*	B2*	T1	T3
Dimensions	Echantillons cylindriques Diamètre :11,2 cm Hauteur : 22 cm		Echantillons cylindriques Diamètre :16 cm Hauteur : 10 cm				Echantillons prismatiques Longueur : 6 cm Largeur : 3,5 cm Epaisseur : 5 cm			
Masse (kg)	5,6318	5,5959	4,9076	5,0436	4,1954	4,6647	0,2608	0,2391	0,2471	0,2432
HR initiale (%)	100	100	90	65	85	75	100	100	100	100
HR extérieure (%)	8		50				44			

Les simulations du mod.1 et mod.2 requièrent la connaissance des paramètres de calage a et b intervenant dans les équations présentées en partie IV.2.2. Dans le cas d'expériences de séchage, ces paramètres sont calés à partir de l'isotherme de désorption des matériaux étudiés à partir de la relation suivante :

$$S_l = \left[1 + (-a \ln (HR))^{\frac{1}{1-m}} \right]^{-m} \quad (IV-28)$$

Avec $\alpha = -\frac{1}{a\rho_w g}$ et $m = \frac{1}{b}$

Les valeurs des paramètres de chaque matériau sont présentées dans le Tableau IV-5.

Tableau IV-5 : Valeurs des paramètres de la relation pression capillaire-saturation obtenus à partir des isothermes de désorption expérimentales

Référence de série	Matériaux	Paramètre a (MPa)	Paramètre b (-)
1	B1	35,29	2,33
	B2	33,23	2,98
2	BO	18,62	2,27
	BH	46,94	2,06
	CO	37,55	2,17
	CH	96,28	1,95
3	B1*	17,98	3,23
	B2*	22,43	3,85
	T1	29,96	3,45
	T3	54,92	2,13

Les simulations du mod.3 sont obtenues en intégrant le modèle de réseaux poreux au modèle de transfert hydrique. L'isotherme considérée est celle de la désorption étant donné qu'il s'agit d'un séchage uniquement.

A ce stade, tous les paramètres nécessaires à la modélisation sont connus à l'exception de la perméabilité intrinsèque des matériaux testés. Ainsi, comme Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Baroghel-Bouny, 2001) l'ont fait précédemment, ce paramètre est calibré avec la valeur permettant la meilleure restitution de la cinétique de séchage expérimentale dans son ensemble (respectant au mieux la cinétique à court et long termes). De nombreux auteurs (Mainguy, Coussy et Baroghel-Bouny, 2001), (Thiery *et al.*, 2007) ont proposé d'établir une distinction entre les perméabilités intrinsèques à l'eau liquide et au gaz, puisque le concept de perméabilité intrinsèque, indépendant de la nature du fluide, ne s'applique pas aux matériaux cimentaires. Les valeurs expérimentales de perméabilité intrinsèque déterminées à partir des essais de perméabilité au liquide (K_l) ainsi que celles identifiées pour les matériaux testés selon les différentes approches considérées sont données au Tableau IV-6.

Tableau IV-6 : Perméabilités intrinsèques obtenues expérimentalement et valeurs évaluées par calibrage

Référence de série	Matériaux	K_I (expérimental) ($\times 10^{-20} \text{m}^2$)	K_I (mod.1) ($\times 10^{-20} \text{m}^2$)	K_I (mod.2) ($\times 10^{-20} \text{m}^2$)	K_I (mod.3) ($\times 10^{-20} \text{m}^2$)
1	B1	8,2	0,25	0,95	14
	B2	12	1,3	0,9	15
2	BO		0,3	5	100
	BH		0,05	1,5	30
	CO		0,1	0,8	130
	CH		0,003	0,01	23
3	B1*	9,5	0,3	3	8
	B2*	13,7	0,04	0,012	0,85
	T1	2,3	0,007	0,02	0,37
	T3	1,6	0,0035	0,008	0,5

IV.3.2.5.2 Comparaison des résultats expérimentaux avec la modélisation numérique

IV.3.2.5.2.1 Analyses des courbes de suivi de masse

Les courbes expérimentales de perte de masse relative et l'équilibre à atteindre par les matériaux testés sont illustrées de la Figure IV-18 à la Figure IV-25. Sur ces mêmes graphiques sont représentées les pertes de masse relatives obtenues à partir des trois approches utilisées pour évaluer les paramètres de transfert identifiés dans la partie IV.2.3. En Figure IV-18 et Figure IV-19, malgré une légère surestimation par rapport au point expérimental final (obtenu après environ 1 an de séchage) du mod. 1 et du mod. 2 dans une moindre mesure, les trois approches permettent de prédire correctement les cinétiques de perte de masse relative. Même si l'écart au point expérimental final reste acceptable pour le mod.1 et le mod.2, on peut s'attendre à ce qu'à plus long terme, la cinétique soit plus décalée des résultats expérimentaux. Ceci peut expliquer le fait que l'équilibre pour BO et CO (Figure IV-20 et Figure IV-21) est presque atteint autour de 700 jours pour le mod.1 alors que les autres courbes sont encore loin de l'équilibre. On remarque en Tableau IV-6 qu'en fonction de l'approche utilisée, les perméabilités intrinsèques prises en compte pour les simulations ont des valeurs dispersées avec plusieurs ordres de grandeur. Aussi, il ressort que le mod.1, basé

principalement sur du transfert liquide, a besoin de caler des valeurs de perméabilités intrinsèques très faibles pour restituer au mieux les cinétiques expérimentales. On observe que pour BO et CO, les mod.2 et mod.3 sont très proches alors qu'ils diffèrent légèrement sur BH et CH. Ainsi, selon les matériaux considérés, il semblerait que le mod.2 ne tienne pas suffisamment compte des variations de perméabilité relative au liquide, biaisant ainsi les simulations sur certains matériaux. Le manque de données sur la perméabilité intrinsèque expérimentale de cette série de matériaux (BH, CH, BO, CO) nous amène à discuter de la pertinence des valeurs de perméabilité considérées sur les matériaux de la série 3 (Tableau IV-6). Il a déjà été identifié que la différence fondamentale entre les trois approches pour évaluer les paramètres de transfert est la contribution liquide. La perméabilité relative au liquide k_{rl} est un paramètre qui peut très difficilement être mesuré expérimentalement directement, contrairement à la perméabilité apparente au liquide K_l des matériaux de la série 3. On ne peut donc vraiment valider sa pertinence qu'en comparant la cinétique restituée à celle réellement observée.

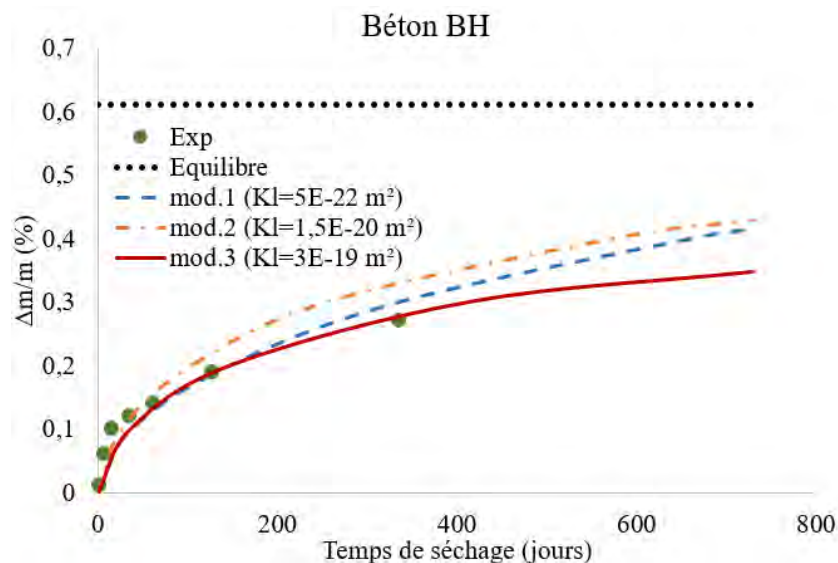


Figure IV-18 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton BH

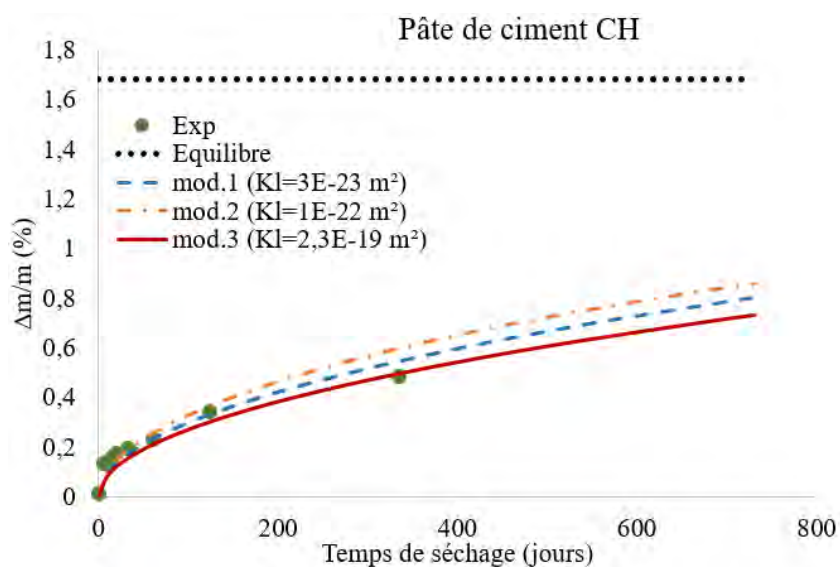


Figure IV-19 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour la pâte de ciment CH

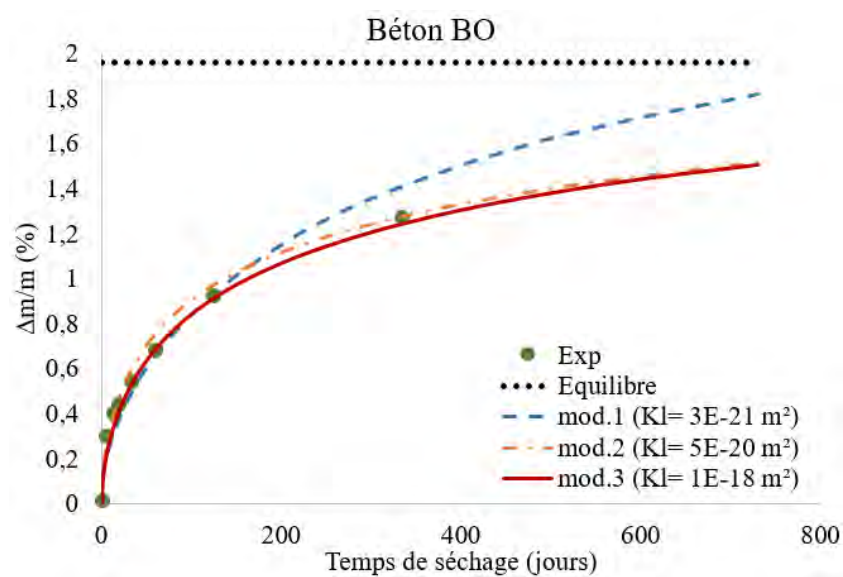


Figure IV-20 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton BO

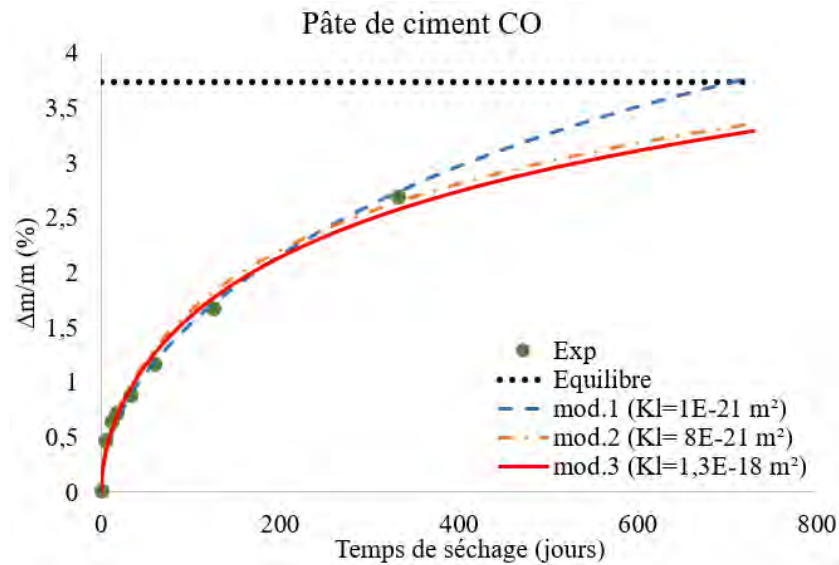


Figure IV-21 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour la pâte de ciment CO

Les pertes de masse relatives des matériaux de la série 3 pour un temps de séchage d'environ 3 ans sont représentées en Figure IV-22 à Figure IV-25. Ces cinétiques expérimentales sur une période de temps plus longue permettent d'identifier les limites du mod.1 en ce qui concerne la prédiction de la cinétique de séchage à long terme. En effet, sur B2*, T1 et T3, la cinétique est correcte jusqu'à environ 200 jours et devient ensuite trop rapide par rapport à la cinétique réelle. Cela s'explique par le fait qu'outre la surestimation de l'apport liquide malgré une très faible perméabilité intrinsèque, le coefficient de diffusion est également surestimé comme le mentionnent Thiery *et al.* (Thiery *et al.*, 2007). On peut voir que l'expression modifiée de k_{rl} et R_d permet de trouver une meilleure cinétique à long terme. L'analyse des perméabilités considérées pour les simulations par rapport aux perméabilités expérimentales montre une sous-estimation significative (une différence d'environ 2 ordres de grandeur) de ce paramètre pour les mod.1 et mod.2 (Tableau IV-6). Zhang *et al.* (Zhang, Thiéry et Baroghel-Bouny, 2012) ont conclu par une étude comparative que le modèle de Mainguy (qui considère l'approche du mod.1) surestime la contribution de l'eau liquide en utilisant une perméabilité relative légèrement supérieure. Ainsi, sur la base de la réduction considérable de la perméabilité intrinsèque, on pourrait conclure que le modèle basé sur l'approche originale et modifiée de Van Genuchten pour l'évaluation des perméabilités relatives reflète un processus de séchage qui se produit trop rapidement par rapport aux pertes relatives de masse expérimentales. L'approche utilisant le modèle de réseau poreux (mod.3) est celle qui prédit le plus

précisément la cinétique de perte de masse à long terme, en considérant des perméabilités intrinsèques proches de celles des expériences.

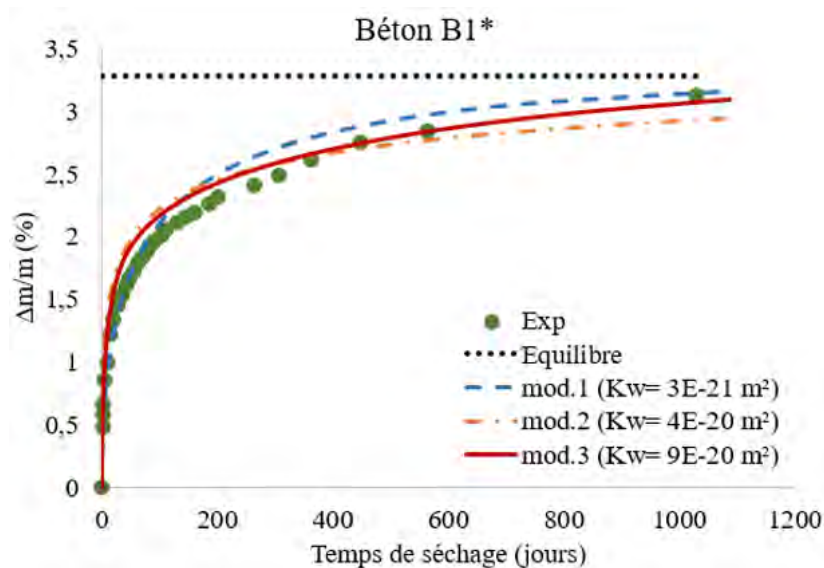


Figure IV-22 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton B1*

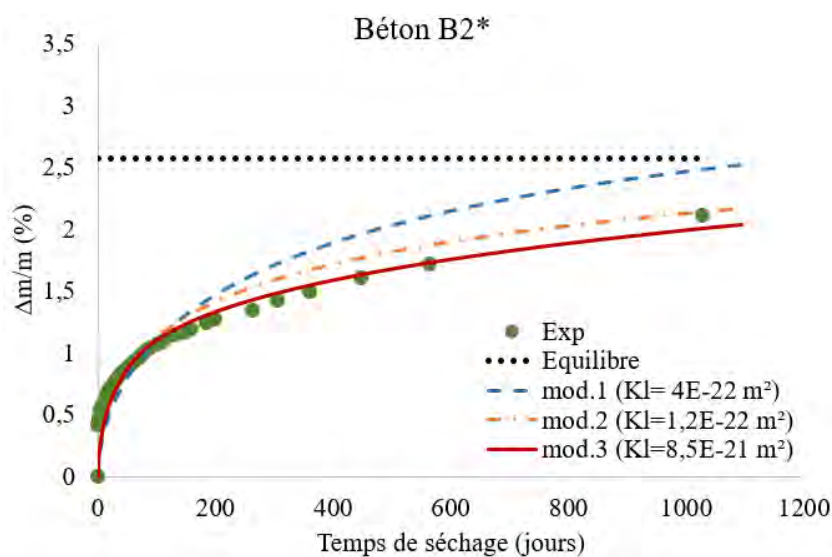


Figure IV-23 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton B2*

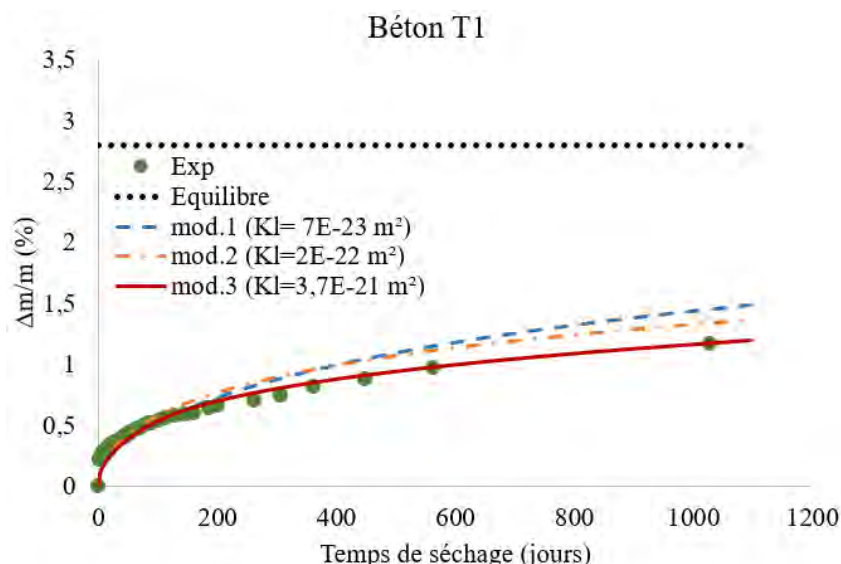


Figure IV-24 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton T1

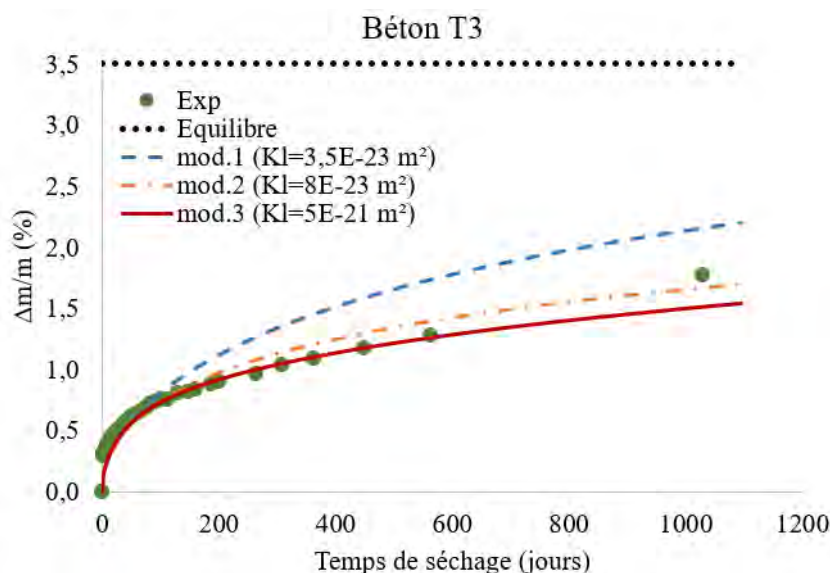


Figure IV-25 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton T3

Les pertes de masse relatives des matériaux de la série 1 pour un temps de séchage d'environ cinq mois sont représentées en Figure IV-26 et Figure IV-27. On constate que, malgré une légère surestimation de la cinétique initiale, les mod. 1 et mod. 3 restaurent correctement les pertes de masse relatives finales jusqu'à 153 jours. Pour le mod. 2, outre la surestimation observée au début du séchage, les pertes de masse relatives sont de plus légèrement sous-estimées à plus long terme pour B1. Il faut noter ici qu'il y a eu un problème de régulation d'humidité dans la chambre climatique sur cette série de tests pendant les 50 premiers jours

(humidité supérieure à la consigne). En effet, on constate un saut de cinétique au-delà de 50 jours sur les deux bétons dont les tendances expérimentales sont similaires. Pour les autres expériences, les cinétiques expérimentales sont plus correctement reproduites car les conditions aux limites ont été mieux maintenues. Comme on l'a observé dans les simulations précédentes, on constate que les perméabilités intrinsèques considérées pour les différentes approches de simulation ont des valeurs dispersées sur plusieurs plages de grandeur. Les valeurs expérimentales de perméabilité déterminées à partir des essais de perméabilité aux liquides KI (cf. II.3.4) et celles identifiées pour les matériaux testés selon les approches considérées sont données Tableau IV-6. On observe que le mod.3 considère des valeurs proches de celles observées expérimentalement alors que les deux autres modes ont tendance cette fois encore à sous-estimer la perméabilité intrinsèque.

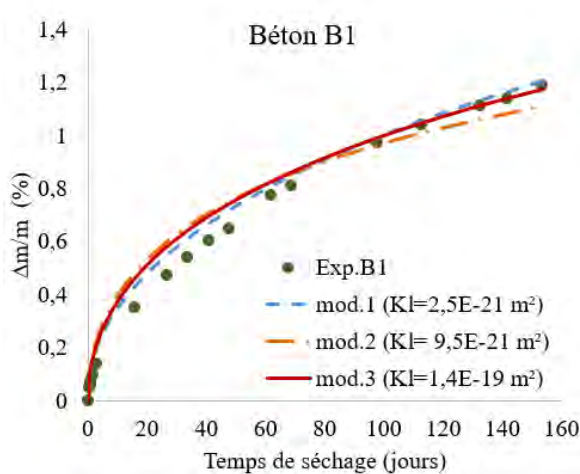


Figure IV-26 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton B1

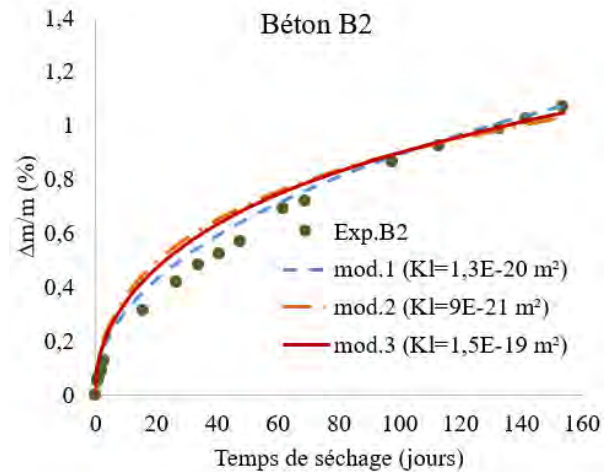


Figure IV-27 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton B2

Pour conclure cette section, nous avons simulé les cinétiques de séchage du béton B1* en considérant la perméabilité expérimentale pour l'ensemble des approches. Les résultats des simulations obtenus en Figure IV-28 confirme la pertinence du mod.3 qui utilise le modèle de réseau poreux pour estimer les paramètres de transfert. En effet, en considérant K_i expérimental, seul le mod.3 permet une restitution correcte des cinétiques de séchage à long terme alors que le mod.2 surestime les cinétiques et le mod.1 atteint l'équilibre dès les premiers jours de séchage ce qui paraît peu vraisemblable. Le phénomène observé ici se

reproduit à l'identique ou presque sur l'ensemble des matériaux testés, mettant en avant l'incohérence de certains paramètres de transfert utilisés dans la modélisation.

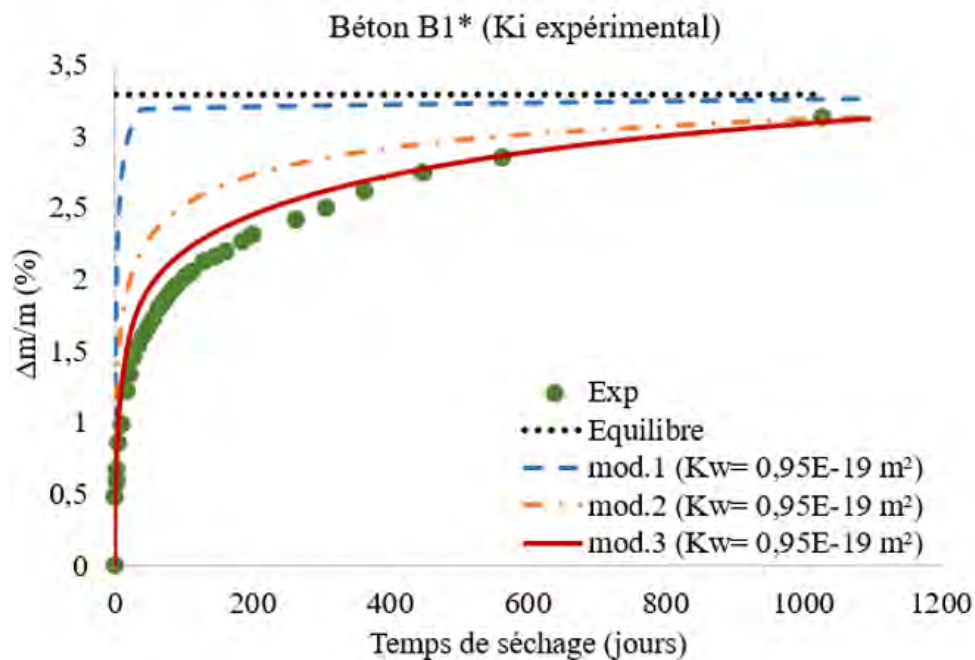


Figure IV-28 : Cinétiques de pertes de masse expérimentales comparées aux différentes approches théoriques pour le béton B1* en considérant $K_i = K_i$ expérimental

IV.3.2.5.2 Analyse des profils de saturation et des surpressions et sous-pressions de gaz

Les profils de saturation en eau dans les bétons BH et B1* obtenus à partir de simulations utilisant les différentes approches d'évaluation des paramètres de transfert sont représentés à la Figure IV-29. Les profils de saturation pour les 3 approches sont similaires pour BH tandis que des variations sont observées pour le béton B1*. Le béton BH est séché à une humidité relative de 50% avec une saturation correspondant à une humidité relative interne initiale de 65%. Le béton B1* est séché à une humidité relative de 44% avec une saturation correspondant à une humidité relative interne initiale estimée à 100%. Les variations des profils de saturation en eau, qui n'apparaissent que lorsque le gradient de séchage est important, montre que la différence fondamentale entre les 3 approches d'évaluation des paramètres de transfert est l'apport liquide. Ceci est en adéquation avec Thiery *et al.* (Thiery *et al.*, 2007) qui, pour un matériau initialement saturé, ont trouvé des profils de saturation similaires après modélisation avec et sans prise en compte du transport en phase gazeuse. Pour le béton BH, il apparaît un décalage des profils de saturation entre les mod.1 ainsi que le mod.2 utilisant la fonction définie par Van Genuchten (Van Genuchten, 1980) pour évaluer

l'isotherme de désorption (Equation (IV-8)) et le mod.3 utilisant l'isotherme de désorption fourni par le modèle du réseau poreux. Ceci est dû à la sous-estimation à 50% d'humidité relative de l'isotherme de désorption évalué selon l'approche de Van Genuchten en utilisant deux paramètres de calibration.

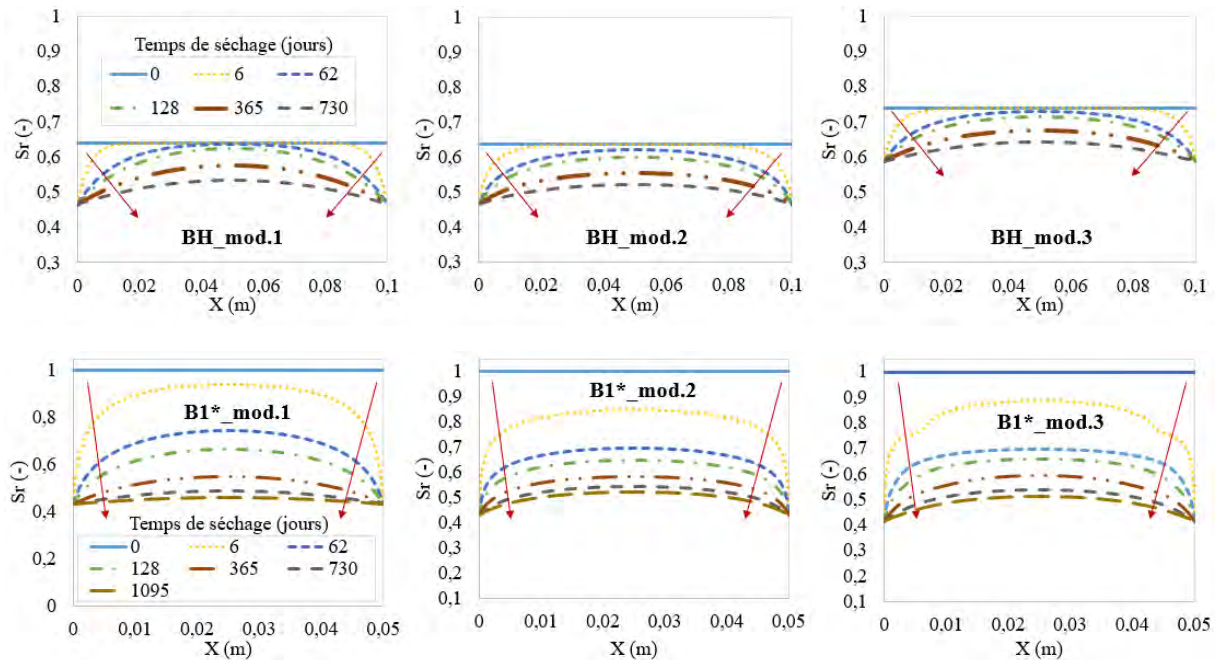


Figure IV-29 : Profils de saturation en eau dans les bétons BH et B1* pour les 3 approches d'évaluation des paramètres de transfert

La distribution de la pression totale du gaz dans les bétons BH et B1* obtenue à partir des simulations utilisant les différentes approches d'évaluation des paramètres de transfert est représentée à la Figure IV-30. La modélisation du séchage du béton BH entraîne une surpression de gaz qui se dissipe très lentement pendant le temps de séchage comme cela a été rapporté par (Mainguy, Coussy et Baroghel-Bouny, 2001 ; Thiery *et al.*, 2007 ; Zhang, 2014 ; Zhang, Thiéry et Baroghel-Bouny, 2012). Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Baroghel-Bouny, 2001) montrent que cette surpression apparaît au début du séchage à la limite de l'échantillon et se déplace progressivement vers l'intérieur de l'échantillon avant de diminuer progressivement. Ces auteurs expliquent que cette surpression de gaz est causée par l'introduction d'air sec dans le matériau. En effet, la diffusion de vapeur d'eau vers l'extérieur du matériau, alimentée par l'évaporation de l'eau à l'intérieur du matériau, est suivie d'une entrée d'air par diffusion symétrique. Les simulations sur béton BH montrent l'évolution de différentes surpressions en fonction des approches utilisées pour estimer les propriétés de transfert. A 6 jours, la surpression maximale est observée en mod.1 tandis que les valeurs

minimales sont observées en mod.2, ce qui correspond aux évolutions de R_d qui est surestimé en mod.1 par rapport au mod.2 (Figure IV-17). Ainsi, le coefficient de diffusion élevé conduit à un processus de diffusion de vapeur élevé qui provoque une arrivée importante d'air extérieur. A 730 jours, la surpression maximale est toujours observée en mod.1 tandis que les valeurs minimales sont observées en mod.3. En raison du transport convectif de la phase gazeuse considérée, la modélisation à partir du modèle de réseau poreux permettrait donc une dissipation plus rapide des surpressions de gaz. Pour le béton B1*, initialement saturé, une surpression significative apparaît au bord de l'échantillon avec une dépression de gaz observée dans la partie interne de l'échantillon à 6 jours. Thiery *et al.* (Thiery *et al.*, 2007) et Zhang *et al.* (Zhang, Thiéry et Baroghel-Bouny, 2012) ont également trouvé ces sous-pressions en séchant les matériaux initialement saturés à une humidité relative extérieure de 50% et 53%. Ils expliquent que d'une part, le séchage d'un matériau qui est initialement proche de la saturation montre des mouvements importants d'eau liquide dus au fort gradient de pression capillaire. D'autre part, le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau est faible en raison de sa forte teneur en eau, de sorte que la diffusion de la vapeur d'eau est limitée et ne peut pas se déplacer à l'intérieur de l'échantillon. Dans ce processus, la désaturation de la porosité causée par l'écoulement d'eau liquide contribue à diminuer la pression dans le matériau. On observe que les valeurs de pression de gaz maximale et minimale sont différentes pour le BH ($HR_i = 65\%$ et $HR_{ext} = 50\%$) et B1* ($HR_i = 100\%$ et $HR_{ext} = 44\%$). Cette même tendance a été observée par Zhang *et al.* (Zhang, Thiéry et Baroghel-Bouny, 2012) qui montrent que les valeurs maximales de pression de gaz sont principalement liées à l'humidité relative externe, alors que les valeurs minimales sont déterminées par la saturation initiale en eau liquide de l'échantillon. Même si le mod3 dissipe plus rapidement les surpressions que les autres modèles, les temps de dissipation et les valeurs de surpression obtenues semblent encore très importantes. En effet, il est difficile d'imaginer une telle situation dans la réalité d'après les cinétiques réelles de dissipation de la surpression lors d'un essai de perméabilité gazeuse. Des investigations supplémentaires au sein du modèle de séchage sont donc à prévoir en perspective à ce travail.

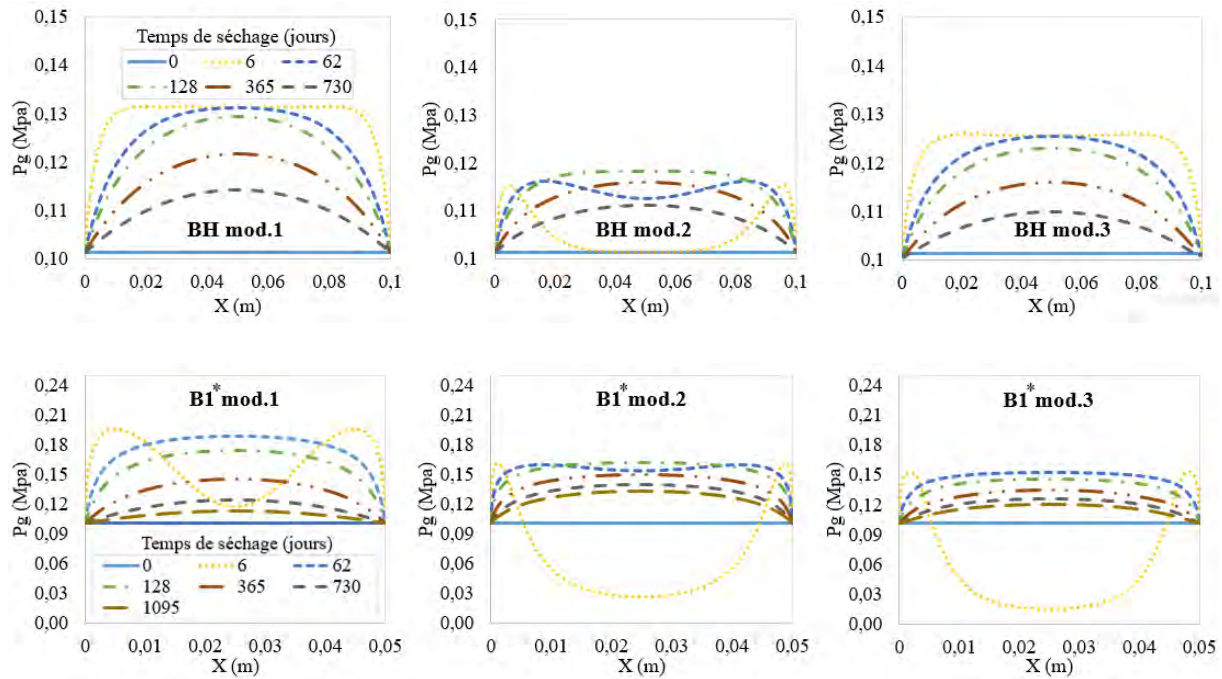


Figure IV-30 : Pression totale du gaz dans le béton BH ($HR_{ext}=50\%$) et B1* ($HR_{ext}=44\%$) pour les 3 approches d'évaluation des paramètres de transfert

IV.3.2.5.2.3 Confrontations entre les approches théoriques et les profils de saturation évalués à partir d'essais de résistivité

Pendant le séchage de nos propres bétons de la série 1 (B1 et B2), un contrôle local de la résistivité est effectué sur toute la hauteur des échantillons à certaines échéances de pesées. Ensuite, les degrés de saturation locale sont évalués à partir des lois d'évolution de degré de saturation en fonction de la résistivité établies pour nos matériaux grâce au dispositif de mesure par anneaux de cuivre (cf. Figure II-22 et Figure II-23). En Figure IV-31 et Figure IV-32 sont représentées les évolutions des profils de saturation en fonction de la hauteur des échantillons obtenus expérimentalement et à partir des différentes approches de modélisation. Il semble que, pour les trois approches, il y ait une bonne concordance entre les résultats expérimentaux de résistivité exprimés en saturation et les résultats du modèle. Pour le béton B1, mod. 2 et mod. 3 donnent une meilleure restitution des évolutions tandis que mod. 1 présente des profils plus courbés que ceux observés expérimentalement, du fait de la faible perméabilité intrinsèque. Cela est particulièrement évident à long terme, à 154 jours. Cette tendance se dessine moins clairement pour le béton B2. Pour le mod.3, on observe une discontinuité due à la chute de l'isotherme à forte saturation. Cette discontinuité se dissipe beaucoup plus rapidement pour le B2, dont la chute de l'isotherme est inférieure à celle du

B1. On remarque aussi que le mod.2 et encore plus le mod.3 présentent un profil de séchage assez linéaire dans l'épaisseur des matériaux. Ce résultat est intéressant, la moindre résistance au transfert à cœur, associée aux jeux des coefficients en entrée des modèles, permet d'homogénéiser le profil sur une épaisseur importante. Pour affiner les conclusions sur ces aspects, il serait nécessaire de confirmer la linéarité plus ou moins marquée des profils expérimentaux sur des épaisseurs et des temps de séchage plus importants.

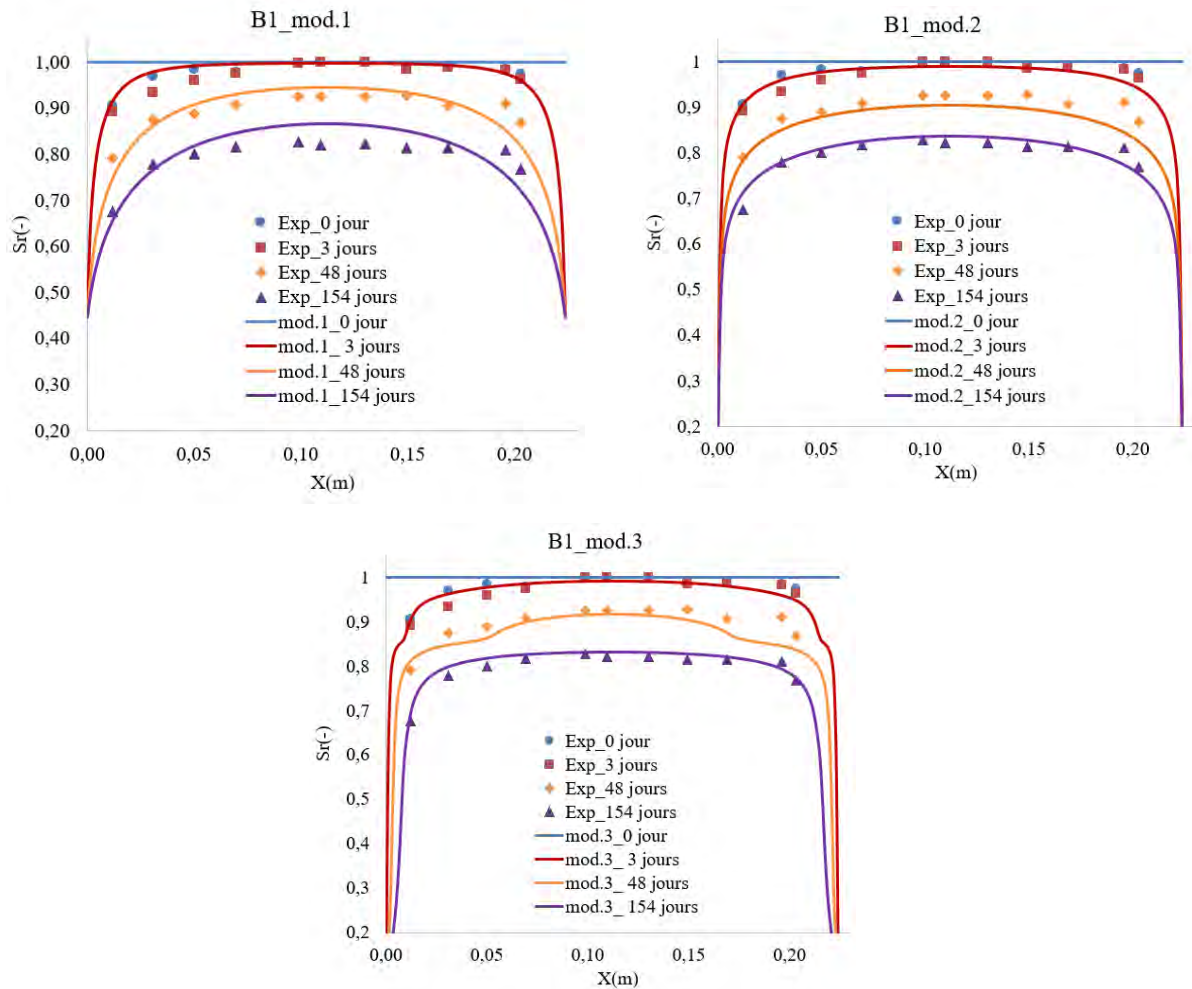


Figure IV-31 : Confrontations entre les approches théoriques et les profils de saturation évalués à partir d'essais de résistivité par anneaux de cuivre pour le béton B1

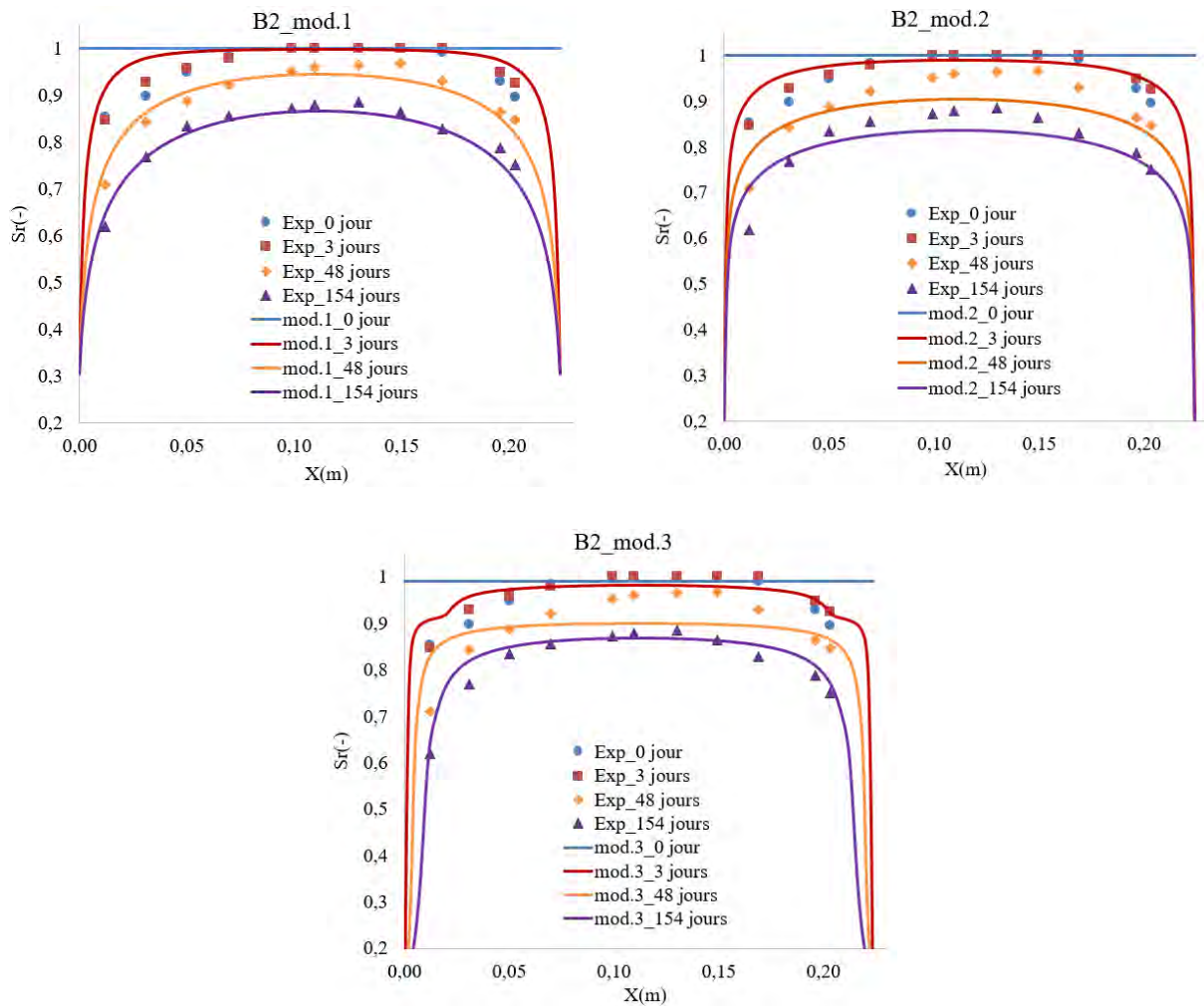


Figure IV-32 : Confrontations entre les approches théoriques et les profils de saturation évalués à partir d'essais de résistivité par anneaux de cuivre pour le béton B2

Les simulations du séchage obtenues par le modèle de transfert hydrique en utilisant le modèle de réseau poreux pour évaluer les paramètres de transfert (mod.3) ont montré une meilleure adéquation aux résultats expérimentaux. C'est donc cette approche qui sera principalement considérée pour la modélisation des mécanismes de transfert présentée dans les paragraphes suivants. Les deux autres approches (mod.1 et mod.2) seront utilisées sur certaines simulations afin de comparer les évolutions.

IV.3.2.6 Modélisation de l'imbibition capillaire

IV.3.2.6.1 Conditions d'essais et méthode de résolution numérique

Les expériences d'imbibition capillaire sont réalisées sur nos matériaux de la série 1 (B1 et B2) suivant le protocole présenté en partie II.5.1. Elles sont menées sur les deux bétons d'étude B1 et B2 sur des épaisseurs variables de 5, 10 et 20 cm afin de rendre compte de l'influence de la microstructure associée au type de ciment ainsi que l'épaisseur. La surface latérale des éprouvettes est ensuite imperméabilisée avec une résine supposant ainsi un transfert unidirectionnel. Les éprouvettes sont séchées à 50°C pour atteindre les degrés de saturation globale de 60% et 30% puis à 80°C pour atteindre l'état sec (état de saturation globale approximative de 6% en considérant que l'eau libre totale est éliminée pour un séchage à 105°C). Le préconditionnement est finalisé par une phase de redistribution de l'humidité. Ensuite, la base circulaire inférieure des éprouvettes est mise en contact avec de l'eau liquide, à seulement deux millimètres sous le niveau d'eau qui est maintenu constant pendant toute la période d'essai par un système de trop-plein (cf. Figure II-30). Le taux d'absorption d'eau est évalué à partir de la prise de masse des éprouvettes qui sont pesées à des échéances données. Nous résumons en Figure IV-33 les conditions initiales et aux limites des essais.



Figure IV-33 : Conditions initiales et aux limites pour les essais d'imbibition capillaire

Le modèle de transfert hydrique de Mainguy *et al.* (Mainguy, Coussy et Baroghel-Bouny, 2001 ; Mainguy, Coussy et Eymard, 1999) généralement utilisé pour simuler le séchage a été inversé dans le cadre de ce travail pour simuler les cinétiques d'imbibition capillaire. De nombreux auteurs (Arfvidsson, 1999 ; Arfvidsson et Claesson, 2000 ; Derluyn *et al.*, 2012) modélisent les transferts d'humidité sans prendre en compte les effets d'hystérésis des isothermes de sorption. Ils utilisent ainsi généralement l'isotherme de désorption pour la modélisation des mécanismes de séchage ou d'humidification. Cependant, cette démarche

qui ne prend pas en compte l'évolution de l'isotherme en fonction de l'histoire hydrique du matériau conduit forcément à des écarts plus ou moins importants par rapport aux données expérimentales. Johannesson et Janz (Johannesson et Janz, 2009) rapportent que le fait de ne pas prendre en compte l'hystérésis peut amener à des erreurs d'évaluation du degré de saturation pouvant aller jusqu'à 35%. Derluyn *et al.* (Derluyn *et al.*, 2012) ont conclu que les risques de durabilité peuvent être sous-estimés en omettant l'hystérésis. Pour toutes ces raisons, nous utilisons les isothermes de sorption prenant en compte la saturation initiale des matériaux au moment de l'essai pour la modélisation de l'imbibition capillaire.

L'analyse des profils de résistivité avant le début de l'imbibition a montré que le préconditionnement consistant à redistribuer l'humidité pendant un temps correspondant au temps de séchage n'a pas permis d'atteindre un profil complètement constant dans les matériaux (cf. III.3.2.2). Même si ce n'est que sur les premiers centimètres que l'on remarque une non-linéarité, la prise en compte de différentes conditions de saturation permettra de mieux restituer les expériences. Dans l'idéal il faudrait donc considérer pour chaque point du profil de saturation issu du préconditionnement, une loi de remontée pour l'isotherme de sorption qui lui est propre. En première approche, 10 lois de remontée sont considérées pour la modélisation de l'imbibition afin de prendre en compte l'existence d'un profil initial de saturation non homogénéisée au sein des matériaux. Ainsi, en fonction de l'état de saturation des différents nœuds, le modèle choisit parmi les 10 remontées, l'isotherme d'adsorption la plus proche par défaut de la saturation du nœud considéré et dans lequel cet état de saturation est défini. Les isothermes de sorption à partir de différents états de saturation sont fournies par le modèle de réseaux poreux de Ranaivomanana (Figure IV-34).

Les simulations à partir des approches du mod.1 et mod.2 sont uniquement réalisés sur le B1 et B2 de 5 cm de hauteur et initialement à l'état sec (Figure IV-37). Dans le cas d'expériences d'humidification, les paramètres de la relation pression capillaire-saturation sont calés à partir de l'isotherme de sorption correspondant à la saturation initiale des matériaux étudiés à partir de la relation (IV-28). Les valeurs des paramètres de chaque matériau sont présentées dans le Tableau IV-7.

Tableau IV-7 : Valeurs des paramètres de la relation pression capillaire-saturation obtenus à partir des isothermes d'adsorption

Matériaux	Sr initial (%)	Paramètre a (MPa)	Paramètre b (-)
B1	0	8,48	2,44
B2	0	10,45	2,36

Puisque les pressions capillaires sont évaluées pour le mod.3 à partir de la relation de Kelvin Laplace (IV-18) en fonction de l'humidité relative, les fonctions réciproques des remontées $sr=f(HR)$ en Figure IV-34 (a) sont établies en Figure IV-34 (b).

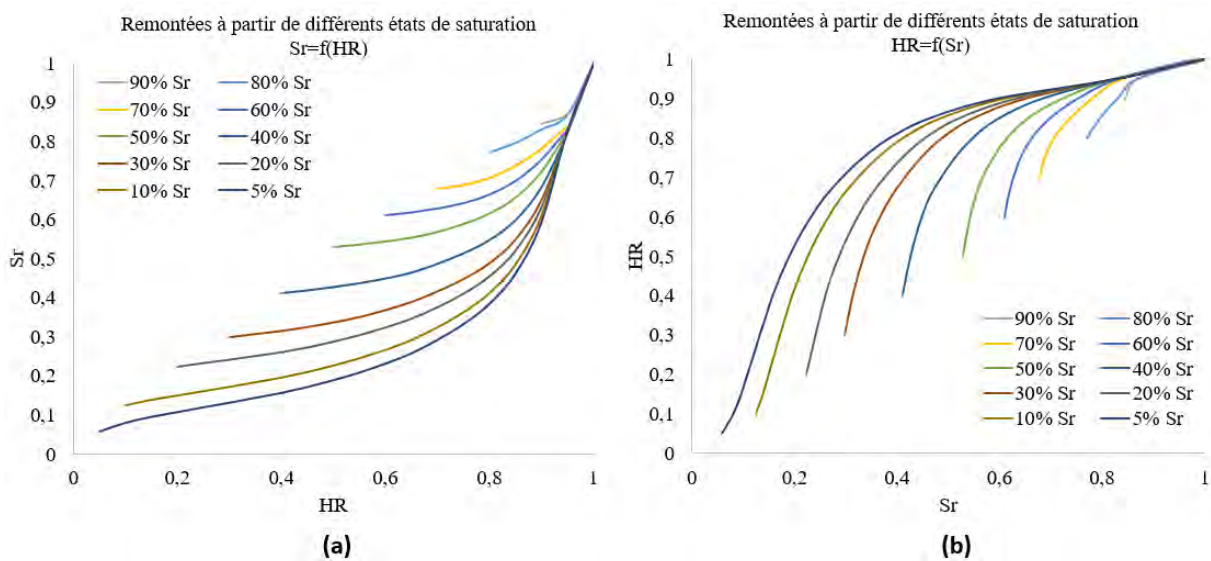


Figure IV-34 : Isothermes d'adsorption à partir de différents états de saturation pour le béton B1

Les simulations préliminaires que nous avons effectuées ont montré les limites de cette approche. La première limite mise en évidence dans la Figure IV-35 concerne l'influence du nombre de lois considérées pour la modélisation. En effet, si nous considérons 10 lois de remontée, nous remarquons en Figure IV-35 (a) que pour des degrés de saturation de 0,34 et 0,48 ; les isothermes considérées correspondent respectivement aux remontées à partir de 30% et 40%. L'humidité relative correspondant à une saturation de 0,34 est donc de 0,55 et celle correspondant à une saturation de 0,48 est de 0,70. Considérons cette fois-ci 12 lois de

remontées en rajoutant celles depuis 35% et 45%. Nous remarquons en Figure IV-35 (b) que pour des degrés de saturation de 0,34 et 0,48 ; les isothermes considérées correspondraient respectivement aux remontées non pas à partir de 30% et 40% mais plutôt celles à partir de 35% et 45%. L'humidité relative correspondant à une saturation de 0,34 est donc de 0,35 au lieu de 0,55 et celle correspondant à une saturation de 0,48 est de 0,45 au lieu de 0,70. Il ressort donc de ces observations que la relation saturation/humidité relative est surestimée au fur et à mesure que les lois considérées sont réduites. La deuxième limite essentiellement d'ordre numérique correspond aux sauts qui sont observés dans les profils de saturation en Figure IV-36. Ces sauts sont dus au fait que deux états de saturations très proches peuvent en fonction du choix de l'isotherme fournir des valeurs d'humidités relatives très différentes. Aussi, l'influence du nombre de lois se confirme à travers les profils de saturations dont la progression ralentit lorsque le nombre de lois augmente. Pour pouvoir correctement rendre compte des phénomènes, il faudrait autant de lois de remontée que de nœuds à différents états de saturation au sein du matériau. Cela nous a conduits à amorcer une étude numérique pour l'intégration dans le modèle de transfert hydrique de l'évolution de chaque nœud en fonction de son état de saturation initial mais cette étude n'a pu aboutir qu'après la remise initiale du manuscrit. C'est pourquoi cette approche sera développée en annexe 4. Cependant dans un premier temps, étant donné que les profils de résistivité restent assez linéaires au cœur des matériaux testés, notamment aux forts degrés de saturation, comme nous avons pu le mettre en évidence en partie III.3.2.2, nous allons considérer en première approche, un profil initial de saturation qui soit constant pour l'ensemble des matériaux comme si le rééquilibrage hydrique avait été parfaitement atteint. Dans ce cas, une seule remontée à partir de la saturation initiale moyenne des matériaux étudiés sera donc considérée.

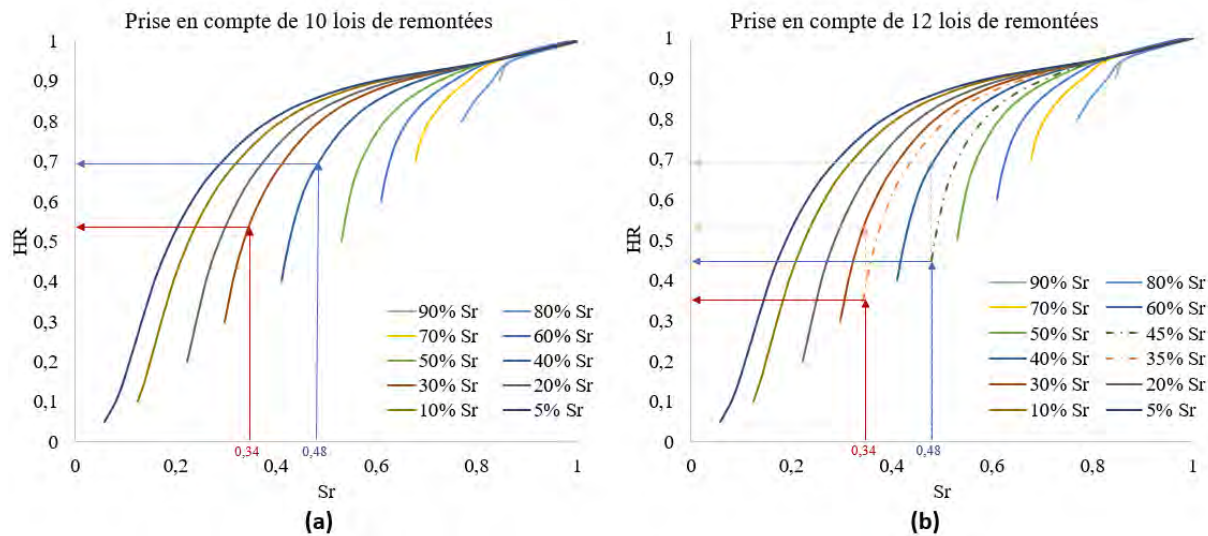


Figure IV-35 : Influence du nombre de lois de remontées considérées pour la modélisation

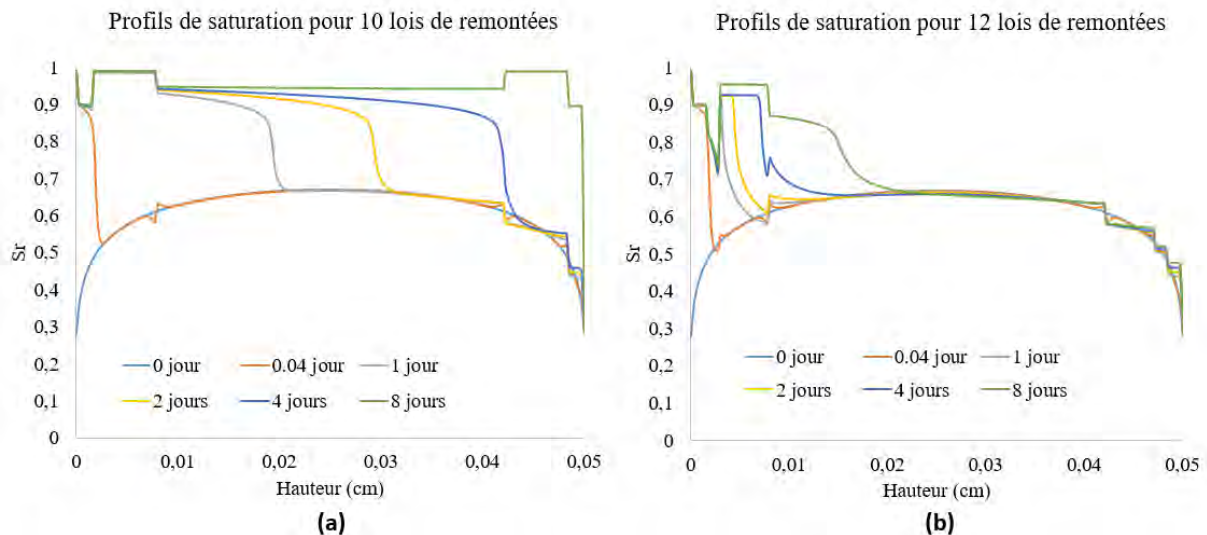


Figure IV-36 : Evolution de la saturation au cours de l'imbibition en partant d'un profil initial non linéaire (Sr global = 60%) : modélisation avec 10 lois de remontée (a) et 12 lois de remontée (b)

Comme nous l'avons fait pour le séchage, la perméabilité intrinsèque est calibrée avec la valeur permettant la meilleure restitution de la cinétique d'imbibition expérimentale dans son ensemble.

IV.3.2.6.2 Comparaison des résultats expérimentaux avec la modélisation numérique

Les résultats présentés à la Figure IV-37 comparent l'absorption d'eau obtenue expérimentalement avec les trois approches de modélisation (mod.1, mod.2 et mod.3). Ces évolutions sont tracées en fonction de la racine carrée du temps d'imbibition pour B1 et B2. Il

semble que, pour les trois approches, il y a une bonne concordance entre les résultats expérimentaux et la modélisation malgré l'écart observé pour en mod. 1 et mod. 2 lorsque B2 atteint le palier d'équilibre.

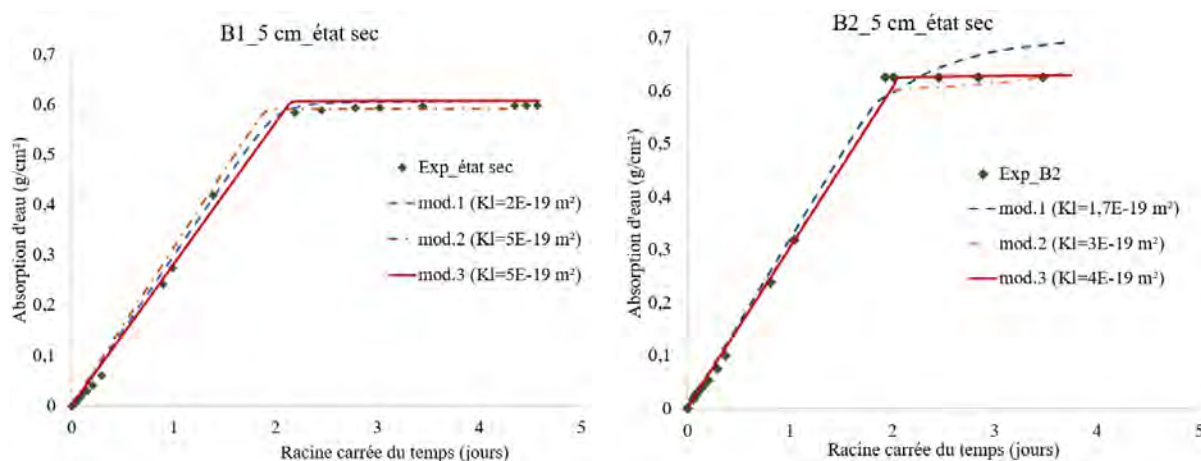


Figure IV-37 : Absorption d'eau à partir de l'état sec sur 5 cm d'épaisseur pour les bétons B1 et B2

Par rapport aux simulations de séchage sur ces mêmes matériaux (cf. IV.3.2.5), seul le mod. 3 est capable de restaurer la bonne cinétique en conservant des perméabilités intrinsèques du même ordre de grandeur que celles considérées pour le séchage (Tableau IV-8). Une légère surestimation de ce paramètre est néanmoins observée et peut s'expliquer par les dommages causés par le séchage avant l'essai. En effet comme nous avons pu le remarquer dans la partie III.2, le processus de préconditionnement utilisé pour atteindre l'état sec développe des dommages et des fissures qui augmentent la perméabilité. Cette hypothèse d'augmentation de la perméabilité sur les matériaux endommagés a été confirmée par des tests de perméabilité à l'eau réalisés sur B1 et B2 avant et après séchage (cf. III.2.3). Les résultats expérimentaux ont montré une augmentation de la perméabilité à l'eau après séchage de l'échantillon à 105°C d'environ 2,6 fois la valeur initiale. Cette variation est certes plus faible que celle qu'on retrouve dans la modélisation (2,7 à 3,6 pour B1 et B2 respectivement) mais reste du même ordre de grandeur. Il ressort que les paramètres d'entrée considérés dans l'approche du mod.3 sont plus intéressants car ils simulent correctement différents phénomènes de transfert à partir d'un ensemble de données relativement similaires. Il sera intéressant dans des études futures de s'intéresser à cette évolution de perméabilité « intrinsèque », qui n'est

donc « intrinsèque » qu'à un état de saturation donné et ne reflète pas l'évolution de la microstructure avec le séchage.

Tableau IV-8 : Perméabilités intrinsèques expérimentales et valeurs évaluées par calibration pour les matériaux de la série 1

Référence de série	1			
Type d'expérience	Séchage		Imbibition	
Matériaux	B1	B2	B1	B2
K_I Expérimental ($\times 10^{-20} \text{m}^2$)	8,2	12	8,2	12
K_I (mod.1) ($\times 10^{-20} \text{m}^2$)	0,25	1,3	20	17
K_I (mod.2) ($\times 10^{-20} \text{m}^2$)	0,95	0,9	50	30
K_I (mod.3) ($\times 10^{-20} \text{m}^2$)	14	15	50	40

Les résultats présentés en Figure IV-38 et Figure IV-39 comparent la variation expérimentale et numérique de la masse d'eau absorbée par unité de section transversale tracée en fonction de la racine carrée du temps d'imbibition. Nous présentons pour les matériaux d'étude B1 et B2 (à différentes hauteurs et degré de saturation), la modélisation obtenue par le modèle de transfert hydrique en utilisant le modèle de réseau poreux pour évaluer les paramètres de transfert (mod.3). Différentes observations peuvent être faites quant aux résultats des simulations :

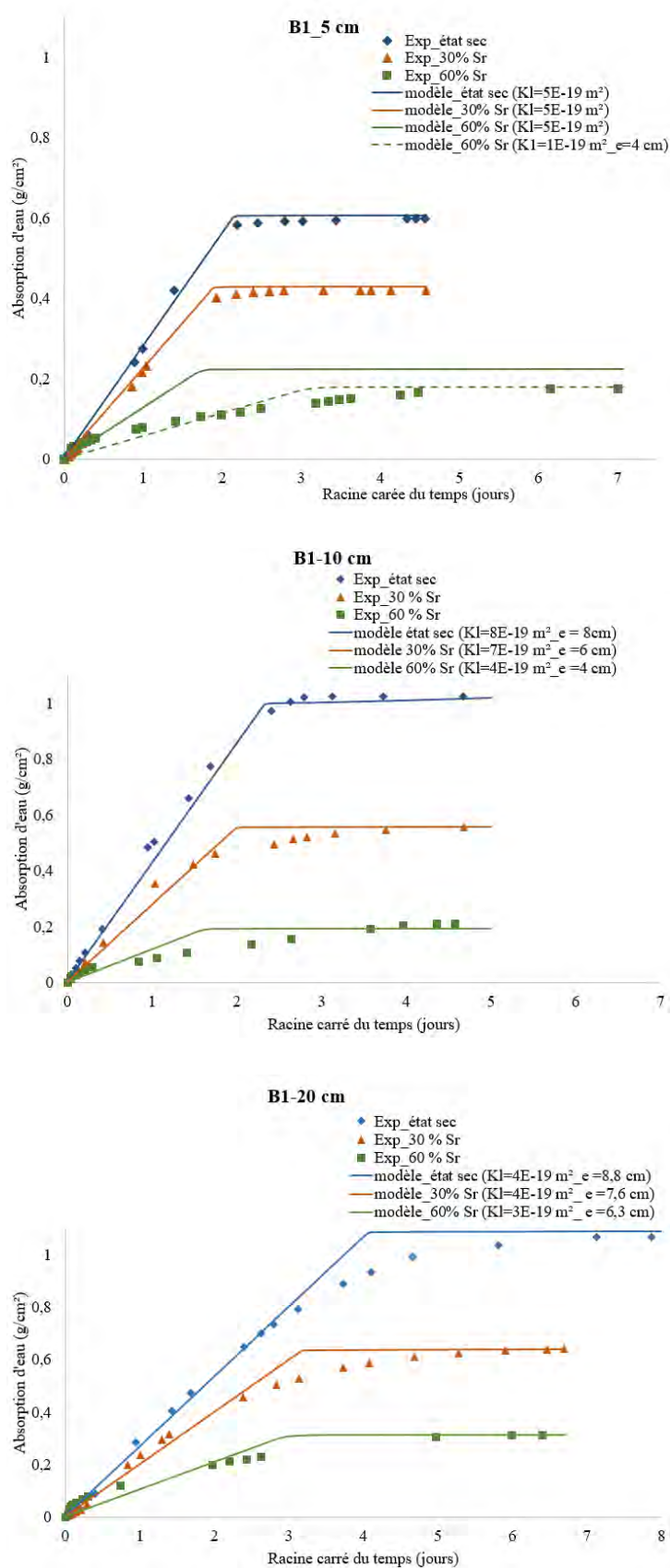


Figure IV-38 : Absorption d'eau en fonction de l'état de saturation pour le béton B1 à 5, 10 et 20 cm d'épaisseur

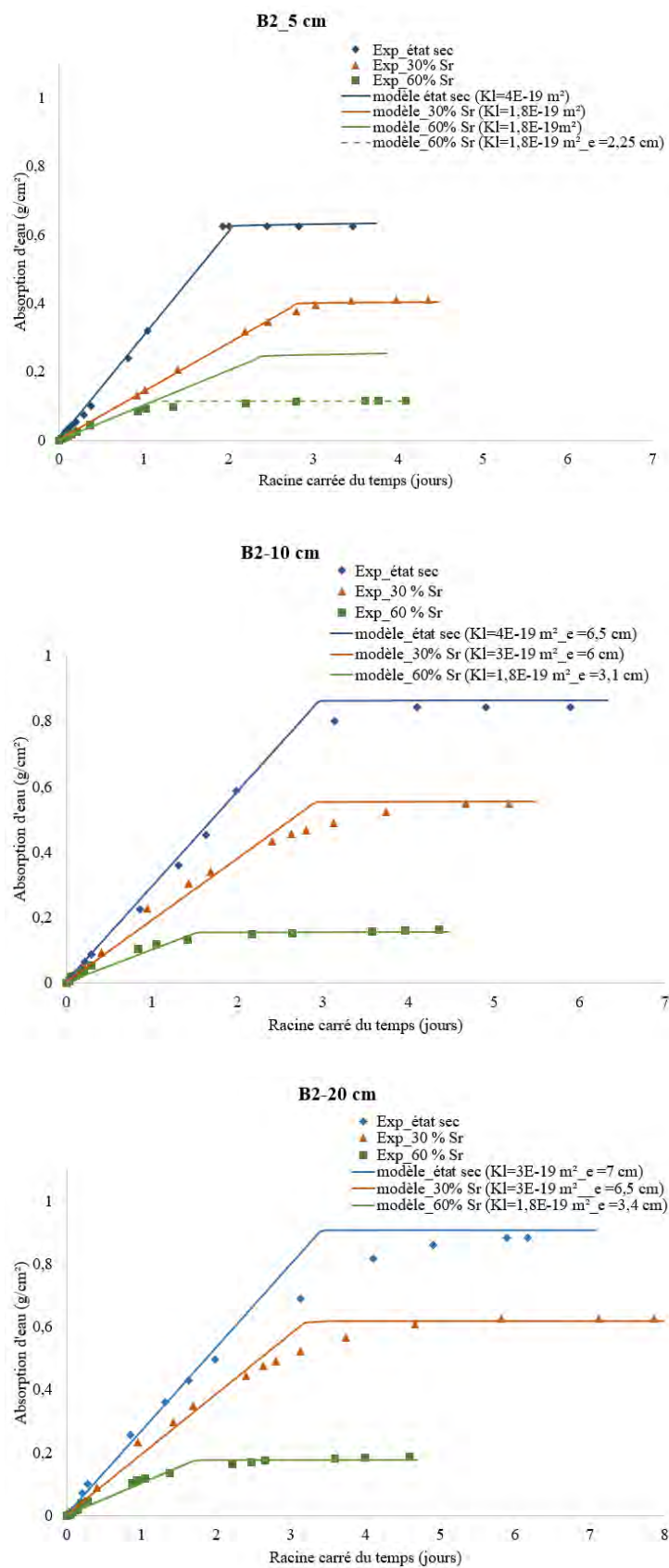


Figure IV-39 : Absorption d'eau en fonction de l'état de saturation pour le béton B2 à 5, 10 et 20 cm d'épaisseur

❖ Effet du degré de saturation initial

Sur les courbes du B1 et B2 de hauteur 5 cm, le modèle restitue correctement les cinétiques d'absorption d'eau lorsque les matériaux sont initialement à l'état sec ou faiblement saturés (30 % sr). Lorsque ces deux matériaux sont saturés à 60%, le modèle rend compte de cinétiques beaucoup plus importantes que celles obtenues expérimentalement. Comme nous l'avons discuté en partie III.3.2.1.1, la présence d'une phase liquide au sein de la microstructure engendre un ralentissement considérable du taux d'absorption d'eau au cours du temps. Cependant, le modèle ne prend pas totalement en compte ce frein à l'imbibition capillaire. Cette obstruction au mouvement de l'eau à travers la structure poreuse des matériaux partiellement saturés a été attribuée à la présence de gradients hydriques dans l'épaisseur du matériau. En effet, on remarque expérimentalement que la linéarité en fonction de la racine carrée du temps se perd au fur et à mesure que l'état de saturation initial est important. Plus la saturation globale est importante et plus on peut s'attendre à obtenir des profils marqués à l'issue du préconditionnement. Pour le modèle, quel que soit l'état de saturation considéré, l'évolution linéaire de l'absorption d'eau en fonction de la racine carrée du temps n'est pas perturbée. Cela est attribué au fait que nous considérons un profil de saturation initial constant au sein du matériau. Le travail numérique consistant à l'intégration dans le modèle d'imbibition de l'évolution de chaque nœud en fonction de son état de saturation n'ayant pas abouti, nous avons quand même pu vérifier l'influence qu'aurait eu la prise en compte du profil réel sur les cinétiques. En simulant un échantillon ayant initialement un profil de saturation non constant (avec une saturation globale de 60%) à partir des 12 lois proposées en Figure IV-35, le modèle fournit des cinétiques qui ralentissent légèrement en fonction de la racine carrée du temps. Cela constitue une première voie de réponse qui montre que la prise en compte du profil réel pourrait permettre de mieux rendre compte des cinétiques expérimentales. C'est d'ailleurs ce que l'on peut remarquer en annexe 4 Figure V-3 où la prise en compte de l'isotherme de sorption propre à chaque nœud conduit à une légère courbure de la cinétique de prise de masse modélisées.

Sur l'ensemble des matériaux testés, on constate que pour simuler correctement les cinétiques, la perméabilité à l'eau considérée augmente lorsque les états de saturations initiaux sont plus faibles. Les effets du séchage lors du préconditionnement pour atteindre des états de saturation initiaux visés ont été mis en évidence par Sellevold et Punkki (Sellevold et Punkki, 1994). Lorsqu'un matériau est séché pour atteindre des niveaux de saturation plus

bas, de nouvelles fissures apparaissent, des interfaces pâte granulats se drainent et créent de nouvelles voies d'accès aux pores qui n'étaient pas accessibles et de nouveaux chemins percolant. Ceci pourrait expliquer en partie l'augmentation observée dans le Tableau IV-9 de la perméabilité intrinsèque K_I avec le séchage pour caler correctement les cinétiques. Sur l'ensemble des matériaux testés, cette augmentation à l'état sec varie entre 1,3 et 5 fois la valeur de perméabilité considérée à 60% de saturation. Ces évolutions sont en concordance avec les résultats expérimentaux qui ont montrés une augmentation de la perméabilité à l'eau après séchage d'environ 2,6 fois la valeur initiale. De manière générale, les valeurs de perméabilité intrinsèque prises en compte pour la modélisation restent dans la même plage de grandeurs que les valeurs expérimentales (Tableau IV-9).

❖ Effet de la hauteur des éprouvettes

Quand nous reprenons les courbes du B1 et B2 de hauteur 5 cm, on remarque qu'à 60% de saturation, une simulation est proposée (trait pointillés) dans laquelle la hauteur des éprouvettes simulées est considérée comme étant égale à la hauteur de remontée capillaire relevée expérimentalement à la fin de l'essai. Cela permet d'obtenir une meilleure restitution des cinétiques expérimentales. En réalité sur les échantillons de 5 cm de hauteur, les expériences montrent qu'à 60% de saturation, la hauteur de remontée capillaire est de 4 cm pour le B1 et 2,25 cm pour le B2. Or lorsqu'on lance la modélisation, à la fin de l'échéance, le modèle considère que toute la hauteur des éprouvettes est saturée (5 cm), ce qui conduit à une surestimation de la quantité d'eau absorbée. Nous remarquons cette même tendance sur l'ensemble des autres matériaux testés. Pour les matériaux de hauteur 10 et 20 cm aux différents états de saturation, les comparaisons sont aussi effectuées entre résultats expérimentaux et numériques. Nous constatons une bonne concordance générale lorsque la hauteur de remontée capillaire expérimentale en fin d'essai est prise en compte. Dans leur travaux sur l'imbibition de matériaux cimentaires, (Nguyen, Jacobsen et Melandsø, 2012) retrouvent aussi des écarts par rapport aux expériences qui s'accroissent lorsque la hauteur des échantillons augmentent. Ces auteurs associent principalement cela à des discontinuités capillaires sous forme de passages étroits ou de vides capillaires plus importants le long du trajet d'écoulement du système poreux capillaire. A partir de la loi de Jurin (cf. I.3.1.2.2), l'imbibition peut être freinée lorsque le rayon considéré est très grand. Prenons l'exemple d'un pore vertical de rayon $r = 1\mu\text{m}$, en considérant les paramètres suivants : $\gamma = 0,075 \text{ N/m}$; $\theta = 0$; $\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$; $g = 10 \text{ m/s}^2$. La hauteur de remontée capillaire estimée est de 15 000 mm

pour un rayon d'1 μm et de 6 mm pour un rayon de 2,5 mm. On peut donc penser que l'enchainement successif des pores en forme de bouteilles d'encre peut finir par freiner la remontée notamment lorsque la partie large présente une longueur plus importante que celle de la hauteur de Jurin. Comme évoqué en partie III.3.2.2.2, de nombreux auteurs (Hall et Hoff, 2007 ; Liu *et al.*, 2014 ; Ramezanzadeh, Khasi et Ghazanfari, 2019) ont montré la faible influence de la gravité pour des hauteurs allant de plusieurs dizaines de centimètres au mètre. En prenant comme modèle de base, l'approche complète permettant d'estimer les surpressions/dépressions gazeuses, nous avons pensé en amont que ces variations de pressions pourraient permettre de freiner l'imbibition capillaire. Nous avons donc évalué les surpressions mises en jeu dans le cas de l'imbibition capillaire d'un tube circulaire dont la partie supérieure est bouchée (comme pour rendre compte d'un pore dont l'extrémité est bouchée par la présence d'une phase liquide). Cependant, les résultats obtenus n'ont pas permis d'établir une relation entre ces paramètres et la hauteur de remontée capillaire qui puisse permettre d'utiliser les surpressions/dépressions comme un critère d'arrêt de la remontée capillaire. Cette hauteur de remontée capillaire reste donc une limite dans la modélisation car à ce stade, cette donnée est fournie par l'expérience. Nous avons donc tenté d'utiliser différentes approches fournies dans la littérature permettant d'évaluer la hauteur de remontée capillaire. Lacassagne (Lacassagne, 2014) propose de définir la hauteur de remontée capillaire h en fonction de la surface du matériau A , de sa porosité P et de l'augmentation de masse mesurée (Δm), comme le montre l'équation suivante :

$$h = \frac{1}{\rho AP} \Delta m \quad (\text{IV-29})$$

Liu (Liu, 2011) considère une hauteur imbibée qui est complètement saturée à partir de la relation suivante :

$$\alpha H = \frac{V_{cap}(t_{final})}{\varphi V_{ech}} H \quad (\text{IV-30})$$

Où H est la hauteur de l'échantillon, αH est la hauteur de la partie imbibition capillaire, φ est la porosité de l'échantillon, V_{ech} est le volume de l'échantillon, $V_{cap}(t_{final})$ est le volume d'eau d'entrée dans la partie imbibition à la fin de l'essai. D'autres auteurs (Gombia *et al.*, 2008 ; Hanžič et Ilić, 2003 ; Kim et Kim, 2012) ont utilisé des expressions basées sur le volume d'eau imbibée ou la sorptivité afin d'évaluer la hauteur de remontée capillaire. Pour l'ensemble de ces approches, la hauteur est évaluée à partir de données obtenues à l'issue de l'expérience

(volume d'eau infiltré, sorptivité), ce qui constitue comme évoqué plus haut une limite dans la modélisation. De plus, en utilisant ces approches pour les matériaux testés dans notre étude, nous avons constaté qu'elles ne sont pas adaptées pour des matériaux initialement partiellement saturés (par exemple pour le B1 20 cm à 60% de S_r , nous retrouvons des hauteurs autour de 2 cm au lieu de 6,3 cm). Les valeurs expérimentales de perméabilité intrinsèque déterminées à partir des essais de perméabilité au liquide (K_l) ainsi que celles identifiées pour les matériaux testés sont données dans le Tableau IV-9. Le dernier paramètre de calage utilisé est la hauteur expérimentale atteinte par le front de remontée capillaire (H_l) permettant de retrouver le palier à la fin de l'essai d'imbibition de chaque matériau considéré pour la modélisation.

Tableau IV-9 : Perméabilités intrinsèques obtenues expérimentalement et valeurs évaluées par calibrage

Matériaux	Epaisseur (cm)	S_r initial (%)	K_l expérimental ($\times 10^{-19} \text{m}^2$)	K_l modèle (mod.3) ($\times 10^{-19} \text{m}^2$)	H_l (cm)
B1	5	60	0,82	1	4
		30		5	5
		0		5	5
	10	60		4	4
		30		7	6
		0		8	8
	20	60		3	6,3
		30		4	7,6
		0		4	8,8
B2	5	60	1,2	1,8	2,25
		30		1,8	5
		0		4	5
	10	60		1,8	3,1
		30		3	6
		0		4	6,5
	20	60		1,8	3,4
		30		3	6,5
		0		3	7

IV.3.2.7 Modélisation d'un cycle de séchage/humidification

IV.3.2.7.1 Conditions d'essais et méthode de résolution numérique

Les expériences de séchage/humidification de la première série de matériaux sont décrites dans la partie II.5.2. Elles sont réalisées sur des éprouvettes de béton B1 et B2 de dimension cylindrique $\varnothing 11,2 \times 20$ cm. La température est fixée à 20°C et la face latérale de l'échantillon est protégée des transferts d'eau par une résine étanche. L'essai commence avec une phase de séchage des éprouvettes initialement en sortie de cure humide qui sont placées dans une enceinte climatique à une humidité relative de 8% pendant 154 jours. Ensuite, la condition à la limite d'humidité relative est passée à 97 % pendant 86 jours. La variation globale de masse au cours du temps est évaluée par pesée. Nous avons déjà modélisé et analysé dans la partie IV.3.2.5 les cinétiques de pertes de masse et profils de saturation pour la première phase du cycle à savoir le séchage. Dans ce qui suit, nous allons utiliser le modèle mis au point dans la partie IV.3.2.6 pour la simulation de l'imbibition capillaire afin de restituer la deuxième phase du cycle à savoir l'humidification. Les caractéristiques et conditions d'essais des matériaux testés sont rappelées dans le Tableau IV-10 ci-dessous. Les essais sont réalisés en enceinte climatique à 20° C ± 2 .

Pendant la phase de séchage l'isotherme de désorption est prise en compte. Après 154 jours de séchage, les bétons B1 et B2 atteignent respectivement une saturation globale de 77% et 82 %. De ce fait, pendant la phase d'humidification, les isothermes d'adsorption considérées correspondent aux remontées à partir de 77% pour le B1 et 82% pour le B2. Comme pour l'imbibition capillaire, nous faisons aussi dans ce cas l'hypothèse d'un profil constant en fin de séchage. Les profils de saturation après 154 jours de séchage obtenus à partir de la modélisation (mod.2 et mod.3) et des mesures de résistivité en Figure IV-31 et Figure IV-32 de la partie IV.3.2.5.2.3, montrent que cette hypothèse n'est pas forcément éloignée de la réalité. En effet, on remarque des états de saturation faible dans la zone située jusqu'à environ 2,5 cm des bords alors que les 17 cm au cœur de l'échantillon présente une saturation quasi-constante d'environ 82%. La modélisation présentée dans cette partie correspond à celle réalisée à partir du modèle de réseaux poreux pour la prédiction des paramètres de transfert (mod.3).

Tableau IV-10 : Caractéristiques et conditions d'essais des matériaux testés

Référence de série	1	
Matériaux	B1	B2
Dimensions	Echantillons cylindriques Diamètre :11,2 cm Hauteur : 22 cm	
Masse (kg)	5,63	5,59
HR initiale (%)	100	100
HR limite séchage (%)	8	
Durée du séchage (jours)	154	
HR limite humidification (%)	97	
Durée de l'humidification	86	

IV.3.2.7.2 Comparaison des résultats expérimentaux avec la modélisation numérique

Les variations de masse des matériaux B1 et B2 pour le cycle comprenant un temps de séchage d'environ cinq mois suivi d'humidification pendant 3 mois sont représentées en Figure IV-40 et Figure IV-41. On constate que le modèle restitue correctement les variations de masse que ce soit en conditions de séchage ou d'humidification. Les perméabilités à l'eau considérées dans la modélisation sont proches de celles obtenues expérimentalement. Aussi, les valeurs de perméabilité considérées en phase de séchage et d'humidification sont proches. Il est normal qu'il n'y ait pas de variation marquée de perméabilité vu les saturations relativement importantes à l'issue du séchage, ce qui ne laisse pas penser qu'il y a eu un endommagement important. On remarque pour les deux matériaux que la perméabilité au cours de l'humidification est légèrement plus faible que celle considérée pour le séchage. Cela peut être attribué au profil constant qui est considéré en début d'humidification alors qu'en réalité, à la fin du séchage les premiers centimètres proches du bord présentent des saturations plus faibles (Figure IV-31 et Figure IV-32). Toute cette réhumidification de surface est déjà considérée dans la modélisation du fait du profil constant en entrée et il est donc normal de diminuer la perméabilité pour rendre compte de la cinétique expérimentale. Ainsi une légère réduction de la perméabilité en humidification permet de combler l'écart entre conditions

initiales de saturation réelle et celles considérées dans le modèle. De plus, du fait même que le modèle restitue correctement les cinétiques d'humidification en partant du même jeu de données que le séchage, cela montre que la contribution des premiers nœuds proches du bord (moins saturés qu'à cœur) est faible par rapport à l'évolution globale du matériau. Notre hypothèse du profil constant est donc suffisante en première approche pour l'étude simplifiée de l'adsorption sous ambiance à fortes humidités relatives. Les profils de saturation en fonction de la hauteur sont représentés en Figure IV-42 à partir du début de l'humidification ($t=0$). On remarque une saturation progressive qui se propage vers le cœur des matériaux conformément aux observations expérimentales faites en partie III.3.1.3 sur les profils de résistivité mesurés au cours de l'humidification. Au bout de 90 jours, ces profils tout comme ceux du modèle montrent une stabilisation des évolutions supposant un état proche de l'équilibre.

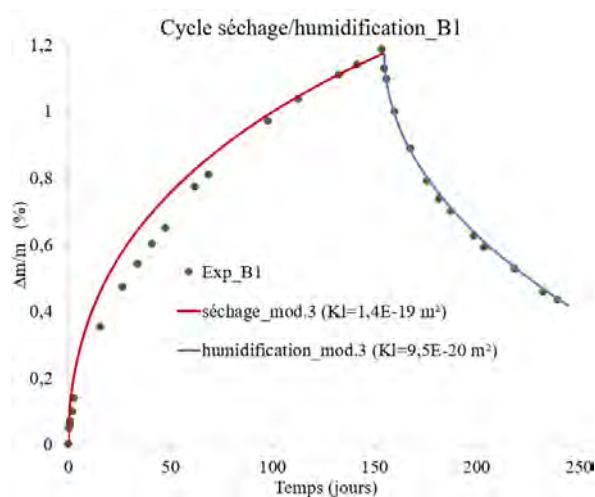


Figure IV-40 : Cinétiques de variations de masse expérimentales comparées à l'approche théorique du mod.3 pour le béton B1

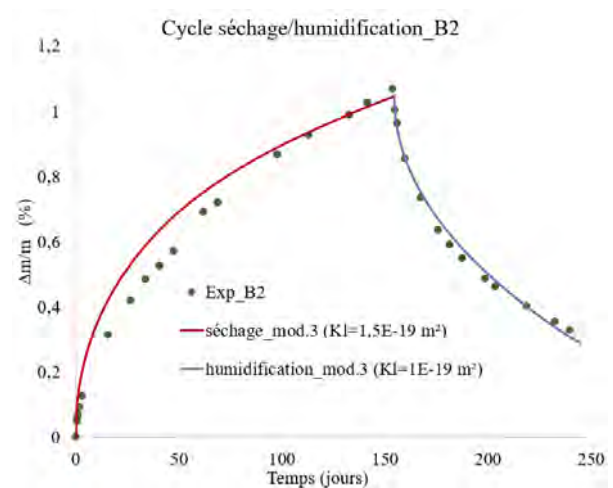


Figure IV-41 : Cinétiques de variations de masse expérimentales à l'approche théorique du mod.3 pour le béton B2

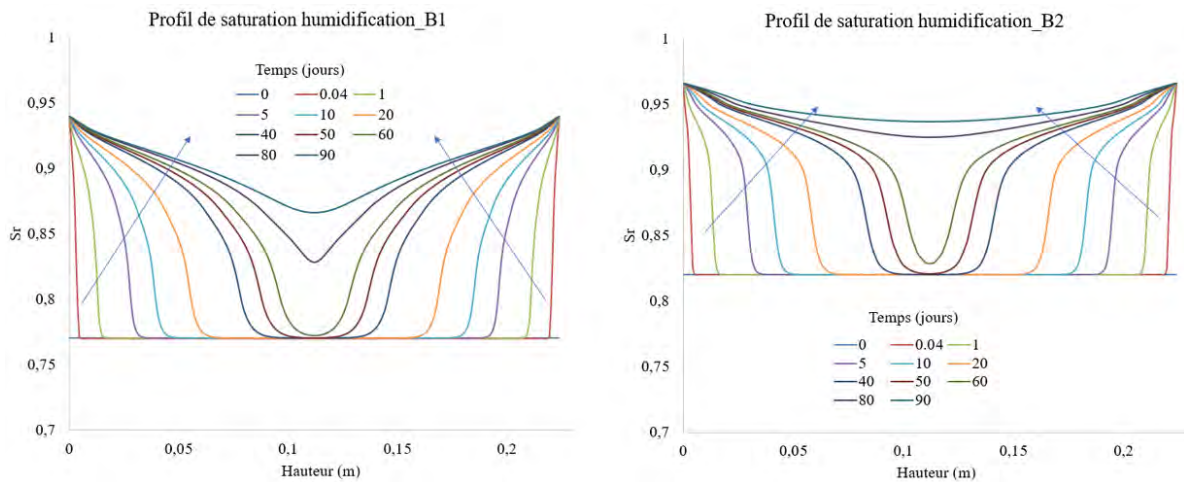


Figure IV-42 : Profils de saturation au cours de l'humidification (t=0 correspond au début de l'humidification) pour les bétons B1 et B2

IV.3.2.8 Modélisation de la diffusion de vapeur (perméabilité à la vapeur)

IV.3.2.8.1 Méthode de résolution numérique

Pour valider les paramètres de transfert dans le cas d'un transfert par diffusion de vapeur prédominante, nous avons modélisé un essai de diffusion de vapeur (perméabilité à la vapeur d'eau selon la méthode de la coupelle). Cette expérience est intéressante pour notre démarche de modélisation du rééquilibrage car elle fait intervenir différentes conditions d'équilibre en même temps. Les expériences de perméabilité à la vapeur d'eau sont réalisées sur nos matériaux de la série 1 (B1 et B2) suivant le protocole présenté en partie III.2.4. Les conditions limites imposées aux surfaces planes sont une humidité relative de 76 % à l'extérieur (dans une boîte à $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) et 9 % ou 33% à l'intérieur de la coupelle, grâce à une solution saline (respectivement hydroxyde de potassium KOH et chlorure de magnésium MgCl). Avant l'essai, les éprouvettes cylindriques $\varnothing 11 \times 5$ cm sont soumises à un préconditionnement consistant à les amener à une saturation globale qui correspond à la moyenne entre l'humidité relative à l'intérieur de la coupelle et celle à l'extérieur de la coupelle. Cet état de saturation moyen de l'échantillon est obtenu par utilisation de l'isotherme de désorption. L'éprouvette est ensuite scellée à la cire d'abeille sur la coupelle contenant la solution saline sursaturée tout en assurant une bonne étanchéité latérale. Nous résumons en Figure IV-43 les conditions initiales et aux limites.

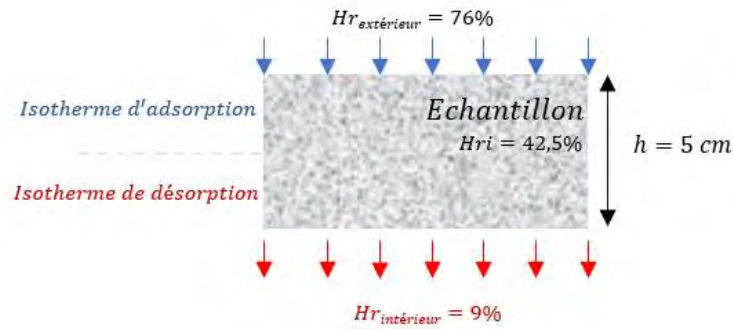


Figure IV-43 : Conditions initiales et aux limites imposées par exemple pour le couple d'HR (76-9%)

La face intérieure exposée à une ambiance d'humidité relative plus faible va donc sécher alors que la face extérieure s'humidifie. L'isotherme de désorption est considérée sur la première moitié de l'échantillon partant de la face intérieure si on fait l'hypothèse d'une distribution linéaire en régime permanent. Sur la seconde moitié allant jusqu'à la face extérieure, l'isotherme d'adsorption est considéré. Dans le cas d'essai de perméabilité à la vapeur d'eau à des humidités relatives intermédiaires à très faibles, le principal phénomène considéré est la diffusion de vapeur. Cet essai a donc l'intérêt de mettre en évidence la pertinence des différentes approches envisagées pour l'évaluation du facteur de résistance à la diffusion de vapeur R_d . Les cinétiques seront essentiellement régies par la contribution diffusive de la phase vapeur (Equation (IV-7)).

IV.3.2.8.2 Analyses des courbes de suivi de masse

Il ressort en Figure IV-44 que le mod. 1 a les perméabilités intrinsèques les plus faibles pour tous les matériaux testés. Pour le B1 du couple (76-9%), malgré une sous-estimation significative de cette perméabilité par rapport aux mesures expérimentales, la cinétique reste plus rapide en raison du facteur de résistance à la diffusion de vapeur R_d , qui présente des valeurs élevées (comme discuté en partie IV.3.2.3, Figure IV-17). D'un autre côté, mod. 2 surestime considérablement la perméabilité intrinsèque, car le R_d a des valeurs très faibles, conduisant à des temps d'établissement du régime permanent surestimés, tandis que le mod. 3 reproduit correctement la cinétique en maintenant les valeurs de perméabilité intrinsèque proches des valeurs expérimentales (cf. Annexe 5). En raison de la complexité du réseau poreux de béton B2, qui n'est peut-être pas encore complètement décrite par le modèle de réseau poreux, les valeurs de R_d semble sous-estimée, ce qui conduit à une surestimation de la perméabilité intrinsèque. L'analyse des profils de saturation en Figure IV-45 et Figure IV-46 confirment les propos précédents puisqu'on remarque que le mod.1 et mod.2 ont plus de mal

à atteindre un régime permanent du fait des perméabilités qui sont considérés. Le décalage observé entre la partie humidification et séchage est dû à l'écart en termes de saturation entre isotherme d'adsorption et de désorption pour une humidité relative donnée. Dans l'ensemble, outre la perméabilité intrinsèque, ces résultats nous permettent de valider l'évaluation du R_d fournie par le modèle de réseau poreux alors que les autres approches tendent à surestimer ou sous-estimer ce paramètre.

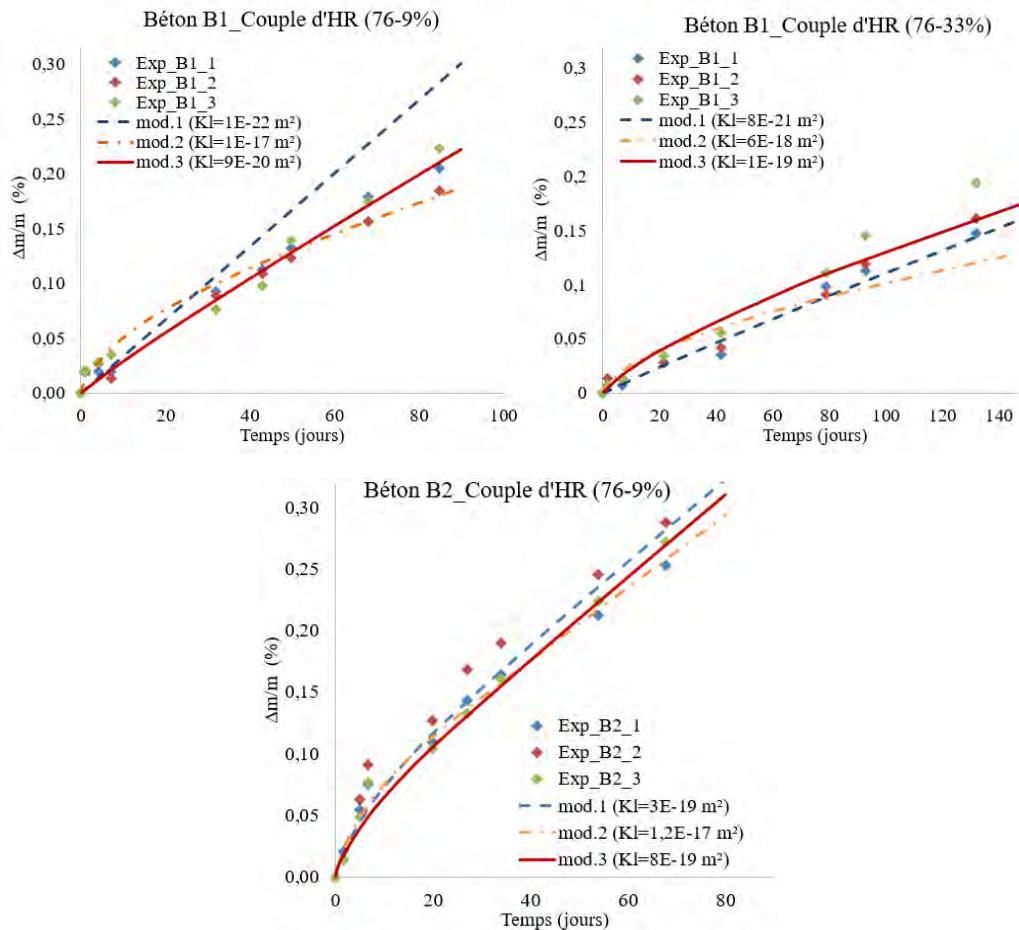


Figure IV-44 : Confrontations entre approches théoriques et variations de masse expérimentales pour les bétons B1 et B2

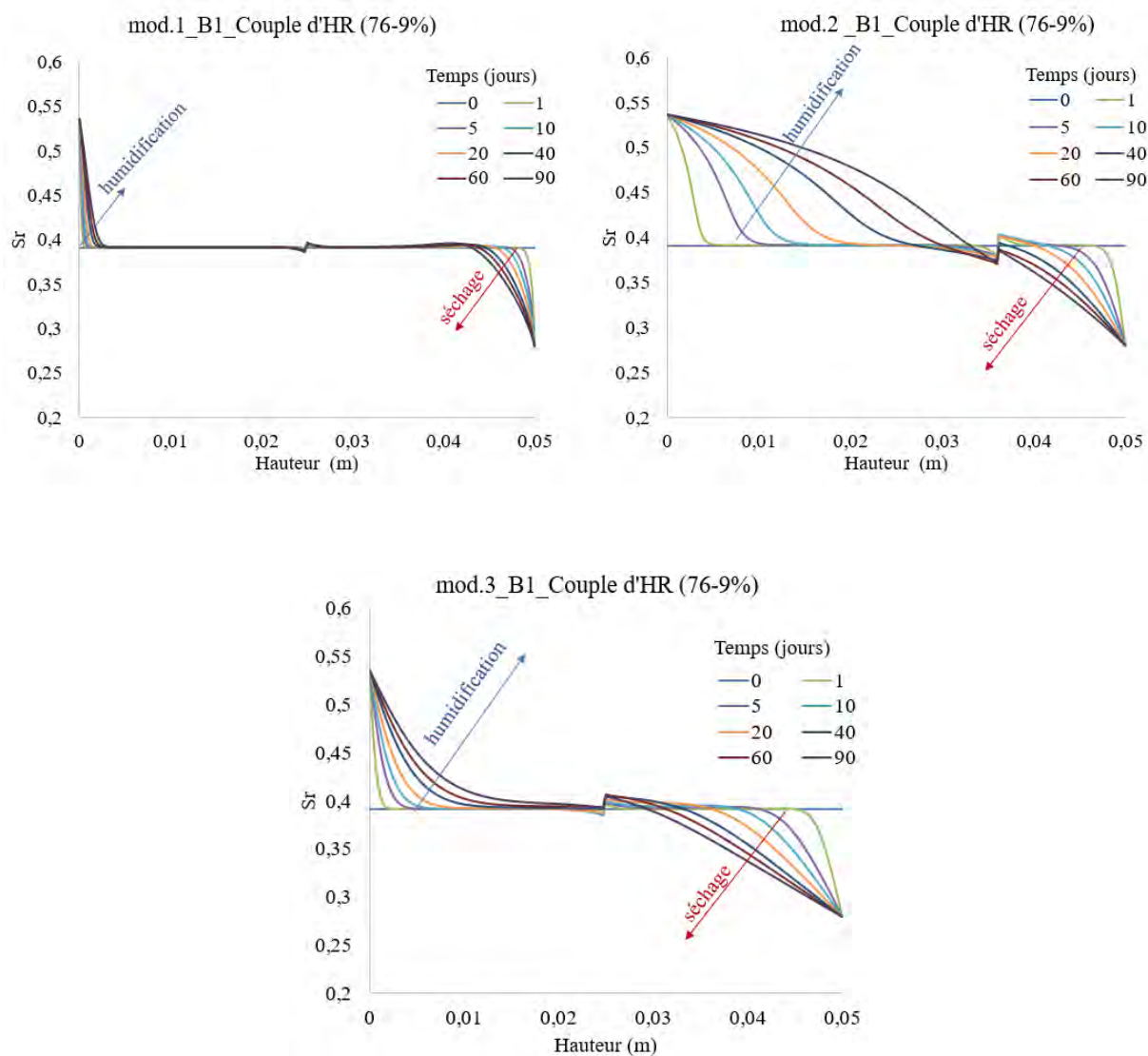


Figure IV-45 : Confrontations des profils de saturation du béton B1 entre les différentes approches théoriques

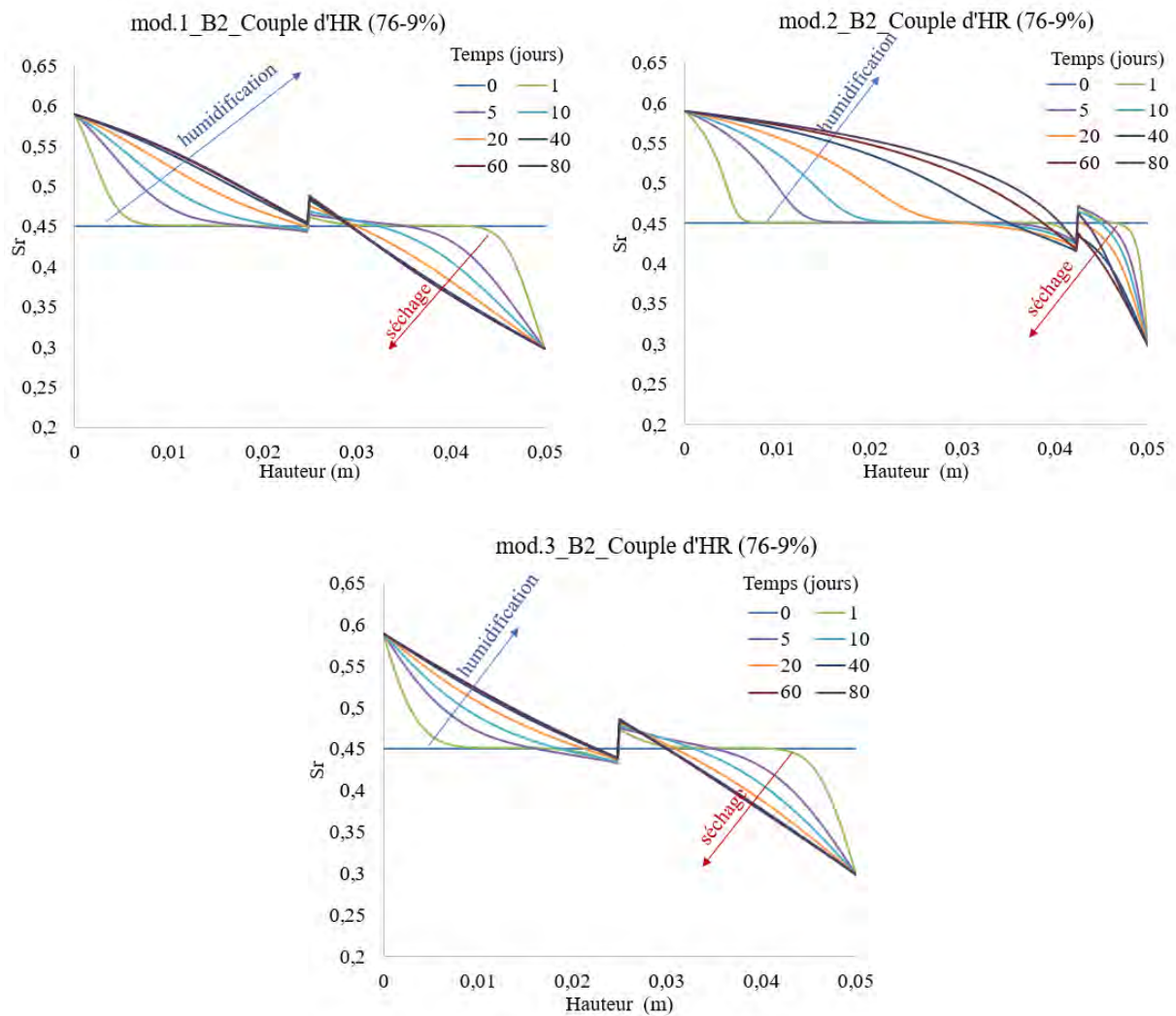


Figure IV-46 : Confrontations des profils de saturation du béton B2 entre les différentes approches théoriques

IV.3.2.9 Analyse des évolutions de la perméabilité intrinsèque dans la modélisation des différents mécanismes de transfert

Afin de prédire les transferts en milieux cimentaires à long terme, nous avons confronté dans les paragraphes précédents, différents modèles pour identifier l'approche la plus pertinente. Les confrontations réalisées sur différentes expériences de transferts hydriques (séchage, diffusion de vapeur ou perméabilité à la vapeur, imbibition capillaire) nous ont permis d'analyser les évolutions de la perméabilité « intrinsèque » considérée. En effet, la Figure IV-47 fait ressortir des fortes dispersions de perméabilité intrinsèque d'un mécanisme à un autre pour le mod.1 et le mod.2. Le mod.3 est celui qui présente l'évolution la plus stable

(moins d'un ordre de grandeur) des perméabilités intrinsèques. Cette dernière approche utilisant le modèle de réseau poreux est donc la seule permettant de simuler correctement divers mécanismes de transfert en partant d'un jeu de données semblables. C'est aussi la seule approche mettant en avant la probable augmentation de perméabilité « intrinsèque » avec le séchage. Pour ces raisons, nous allons utiliser cette approche dans la section suivante pour la modélisation du rééquilibrage faisant intervenir en même temps un processus de séchage et d'humidification.

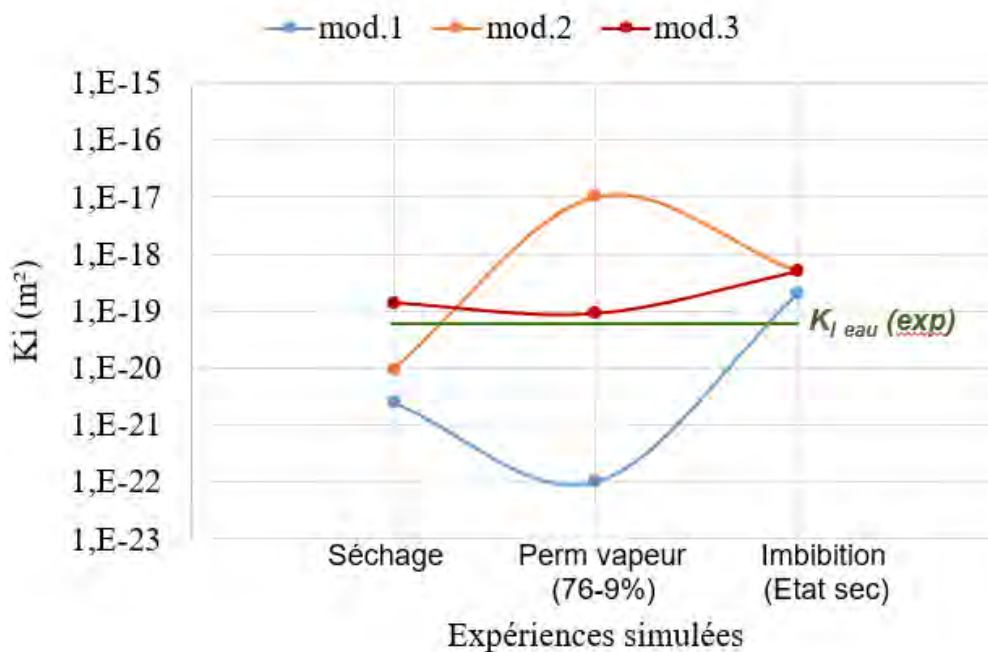


Figure IV-47 : Evolution de K_i en fonction des mécanismes de transfert et approches considérées pour un béton B1

IV.3.2.10 Modélisation du rééquilibrage entre deux matériaux

IV.3.2.10.1 Conditions d'essais et méthode de résolution numérique

Les expériences de rééquilibrage entre deux matériaux sont réalisées sur le béton B1 suivant le protocole présenté en partie II.5.3. A part les bases circulaires à l'interface d'échange, l'ensemble des autres faces sont étanchées avec de la résine (flux nul sur tout le contour) de telle sorte que les transferts ne soient possibles qu'à l'interface entre les deux éprouvettes (interface d'échange). La première éprouvette en sortie de cure humide est considérée comme étant saturée même si réalité nous avons vu en partie III.2.1 qu'il s'agit plutôt d'un état très proche de la saturation totale. La seconde éprouvette a subi un séchage jusqu'à atteindre environ 60% de saturation. L'isotherme de désorption sera donc considéré pour

l'éprouvette humide qui va perdre de l'eau au profit de l'éprouvette sèche du fait du rééquilibrage hydrique qui va se mettre en place. Pour l'éprouvette initialement saturée à 60%, l'isotherme d'adsorption à partir de 60% sera considéré pour rendre compte de l'humidification de cette dernière.

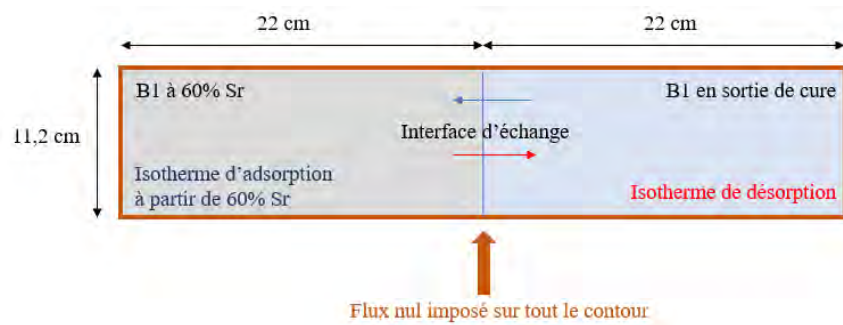


Figure IV-48 : Conditions initiales et aux limites imposées

IV.3.2.10.2 Analyse des profils de saturations

La Figure IV-49 présente les profils de saturation au cours du rééquilibrage entre les deux bétons (éprouvette humide et sèche) pour une période simulée allant jusqu'à 750 jours. Contrairement à la démarche réalisée pour la modélisation du séchage ou de l'imbibition, nous ne disposons pas des cinétiques complètes de variations de masse qui puissent permettre de calibrer correctement la perméabilité intrinsèque K_l . Nous avons donc dans un premier temps considéré la valeur de perméabilité intrinsèque ($K_l = 1,4 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$) utilisée au début du cycle séchage/humidification (cf. IV.3.2.7.2). Une seconde modélisation est proposée à partir de la valeur moyenne considérée pour la modélisation de l'imbibition capillaire ($K_l = 5 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$) en partie IV.3.2.6.2. Comme pour la perméabilité à la vapeur, le décalage observé entre la partie humidification et séchage est dû à l'écart en termes de saturation entre isotherme d'adsorption et de désorption pour une humidité relative donnée.

Vu que la modélisation est réalisée sur la base des expériences simulées précédemment (imbibition capillaire, cycle de séchage/humidification, perméabilité à la vapeur), il est normal de penser que les profils de saturation obtenus soient proches de la réalité. Pour confirmer cela, nous avons utilisé les quelques suivis de masse réalisés en début et à la fin de l'expérience pour le béton humide afin de les comparer aux cinétiques fournies par le modèle pour ce même béton. On constate en Figure IV-50, qu'en considérant $K_l = 1,4 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$, le modèle sous-

estime la perte de masse du béton humide à la fin de l'expérience. En considérant $Kl=5.10^{-19} \text{ m}^2$, le modèle surestime légèrement cette perte de masse. Il faudrait une perméabilité intrinsèque d'environ 3.10^{-19} m^2 , pour restituer correctement la perte de masse en fin d'expérience. Cette comparaison est certes qualitative car nous ne disposons pas de suffisamment de points expérimentaux pour caler correctement les cinétiques simulées mais cela permet au moins de discuter de la pertinence des paramètres considérés à un temps donné qui s'avèrent être proches des valeurs expérimentales.

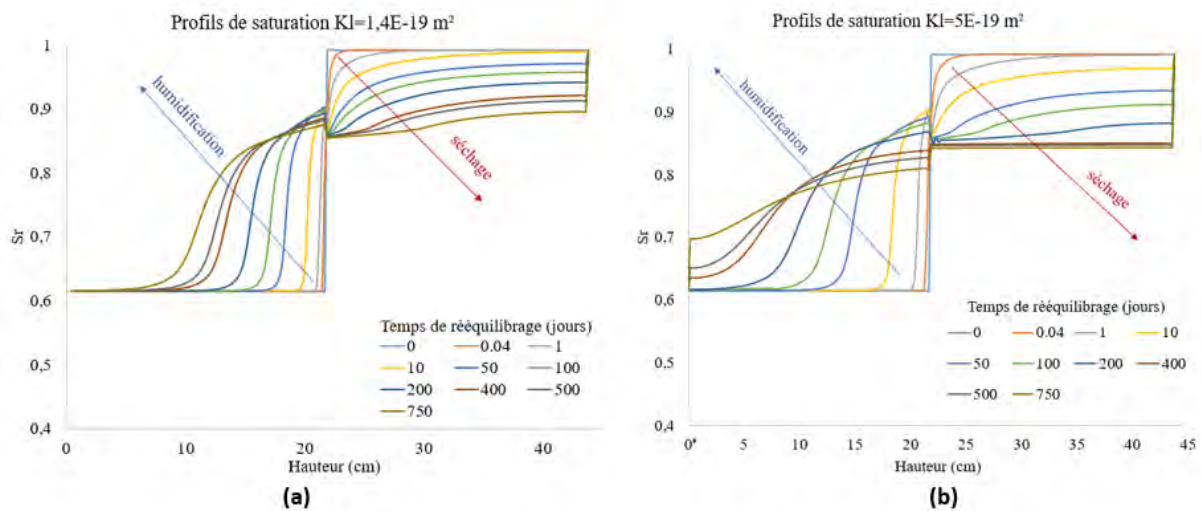


Figure IV-49 : Profils de saturation au cours du rééquilibrage entre deux bétons B1 pour $Kl=1E-19 \text{ m}^2$ (a) et $Kl=5E-19 \text{ m}^2$ (b)

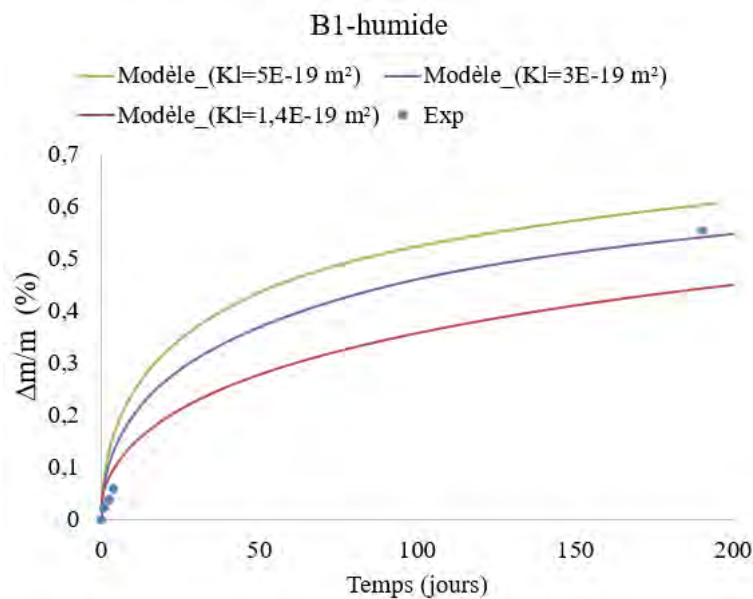


Figure IV-50 : Comparaison des pertes de masse expérimentales relevées au début et à la fin de l'essai avec les cinétiques de séchage du béton B1 humide simulées pour différentes valeurs de Kl

Les profils sont simulés à partir de la perméabilité qui permet une meilleure restitution de la perte de masse finale ($KI=3.10^{-19} \text{ m}^2$). La confrontation avec les profils de saturation issues des mesures de résistivité montre une bonne tendance générale malgré les écarts observés dès les premiers instants associés surtout à la méconnaissance du profil initial dans l'échantillon (Figure IV-51). En plus de la cure humide, le temps nécessaire pour l'instrumentation et la préparation des échantillons peut expliquer les gradients initiaux au sein des matériaux, qui rendent difficile la comparaison avec les évolutions du modèle qui partent d'un profil linéaire. Pour essayer de voir si les évolutions sont cohérentes, nous avons considéré la zone centrale qui est moins perturbée, pour évaluer les variations de saturations expérimentales et numériques entre les échéances de mesures. Ces variations sont confrontées en Figure IV-52 sur deux nœuds centraux situés à 10 et 11 cm. On remarque une tendance similaire avec des variations du même ordre de grandeur faisant apparaître un pic après environ 60 jours de rééquilibrage avant une atténuation franche. L'interface imparfaite a créé des flux parasites, ce qui explique pourquoi le béton sec n'a pas capté l'humidité transmise par le béton humide. Ainsi, il est aussi difficile en l'état d'évaluer le rôle de l'échantillon le plus sec dans le ralentissement de la cinétique d'échange à l'interface. Ces flux parasites devront cependant être considérés sur site dans le cadre du stockage souterrain, du fait de la configuration des ouvrages et de la présence des interfaces béton-argilite qui pourront ralentir fortement les échanges entre les deux milieux. Il faudra aussi étudier la nature de cette interface qui sera différente quand on coulera du béton frais sur de l'argilite support partiellement saturée, du fait de la modification de l'hydratation du béton et de l'imbibition du support.

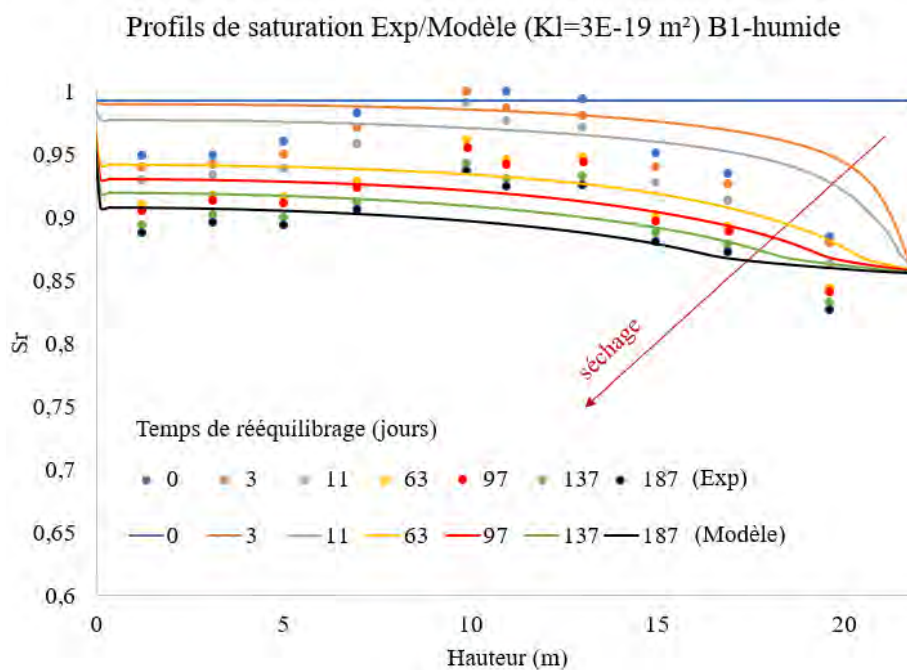


Figure IV-51 : Confrontations entre les profils de saturation simulés et ceux évalués à partir d'essais de résistivité par anneaux de cuivre pour le béton B1-humide

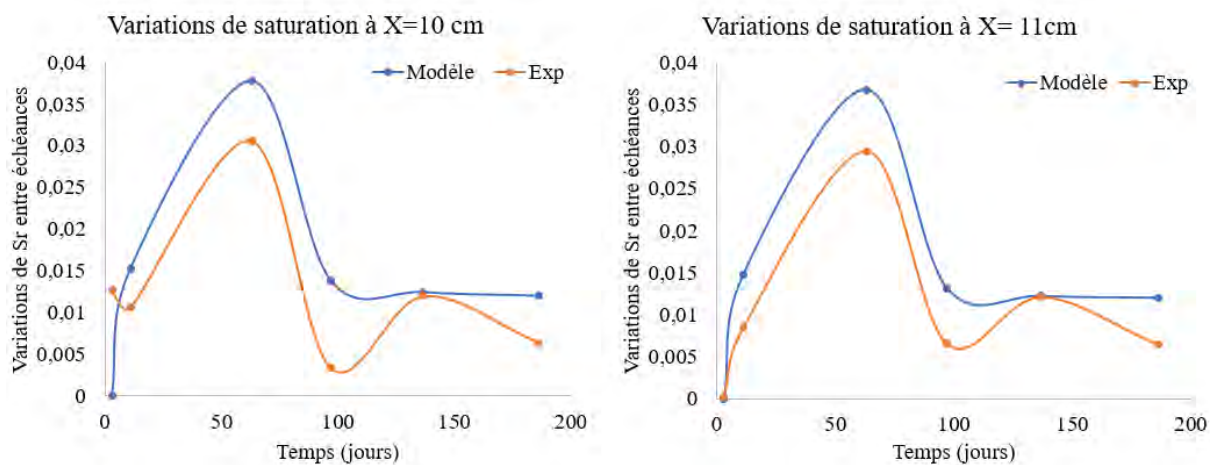


Figure IV-52 : Confrontations des variations expérimentales et numériques de saturation entre échéances de mesures

IV.4 Conclusions

Le chapitre 4 a abordé la prévision du transfert d'humidité pour les matériaux cimentaires à l'aide d'un modèle impliquant les mouvements de la phase gazeuse et de l'eau liquide. La prédiction de ces phénomènes de transfert dépend de l'évaluation des paramètres de transfert, qui peut être effectuée par différentes approches. Plus généralement, pour évaluer la perméabilité relative au liquide et au gaz ainsi que le facteur de réduction à la diffusion de vapeur d'eau, les modèles de Van Genuchten et de Millington sont respectivement utilisés. Ces approches ont été modifiées par Monlouis Bonnaire *et al.* (Monlouis-Bonnaire, Verdier et Perrin, 2004) et Thiery *et al.* (Thiery *et al.*, 2007) pour les adapter aux matériaux cimentaires. Une approche plus récente développée par Ranaivomanana *et al.* (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013), basée sur le réseau poreux des matériaux cimentaires, est proposée dans cette étude pour évaluer les paramètres nécessaires à la modélisation du transfert. Cette approche est validée sur la base des résultats obtenus dans la littérature ainsi que sur une série d'expériences portant sur les principaux mécanismes entrant en jeu lors d'un rééquilibrage hydrique. De manière générale, sur l'ensemble des matériaux testés, le modèle de réseau poreux prévoit une baisse plus importante de k_r à des niveaux de saturation élevés que les autres modèles, du fait de la présence expérimentale d'une chute initiale de l'isotherme de désorption, conduisant à une chute de saturation et donc une rupture de continuité liquide. La perméabilité relative au gaz évaluée par le modèle de réseau poreux montre une bonne concordance avec les résultats expérimentaux malgré une légère surestimation aux faibles niveaux de saturation lorsque la perméabilité intrinsèque au gaz est considérée à 105°C. L'écart se réduit si la référence sèche est considérée après un séchage à 80°C. Les cinétiques de perte de masse relative simulées montrent des différences d'évolution selon l'approche utilisée pour évaluer les paramètres de transfert. L'approche proposée pour la modélisation des transferts d'humidité dans les matériaux à base de ciment développée par Ranaivomanana *et al.* (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013) et basée sur un modèle de réseau poreux pour la prédiction des paramètres de transfert, montre une meilleure concordance avec les évolutions expérimentales. De même, les perméabilités intrinsèques considérées pour cette approche sont proches des valeurs expérimentales, alors que les autres approches ont tendance à sous-estimer (d'environ deux ordres de grandeur) ce paramètre, avec des variations significatives selon les expériences de transfert simulées. Par conséquent, les

comparaisons ont montré que la modélisation tenant compte des modèles originaux et modifiés de Van Genuchten et Millington utilisent des données d'entrée irréalistes par rapport aux données expérimentales disponibles dans la littérature. Certes un jeu de données va pouvoir rendre compte d'une expérience de transfert mais ce jeu devra être modifié pour rendre compte d'une autre, ce qui paraît absurde. De plus, même un jeu de données qui semble correct sur le court terme peut conduire à des divergences sur des périodes plus longues. Le jeu de données proposé par le modèle de réseau poreux est plus stable quelle que soit l'expérience à simuler. La prise en compte de l'hystérésis entre adsorption et désorption et son utilisation dans un modèle de transfert d'humidité est intéressante car elle permet de simuler des cycles de séchage et d'imbibition, même si des améliorations doivent être encore apportées pour intégrer plus correctement la remontée lors d'imbibitions en considérant des profils réels et non constants (voir annexe 4). Enfin, grâce à la modélisation de différents mécanismes de transfert pris individuellement, une modélisation du rééquilibrage entre deux matériaux initialement en conditions de saturation différentes est proposée. Nous avons identifié l'effet de l'interface entre les deux matériaux qui est difficile à maîtriser dans le cas de matériaux cimentaires très peu perméables. Les expériences réalisées sur la partie qui sèche ont permis de valider la modélisation à partir des concordances observées.

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES

Conclusions générales

Les travaux effectués au cours de cette thèse s'inscrivent dans le contexte de la durabilité du stockage de déchets radioactifs à moyenne activité et vie longue en couche profonde. Ces ouvrages sont soumis à des conditions environnementales variables, en humidité et en température notamment, tout au long de leur durée de vie. Dans le cadre de ce travail, nous nous sommes intéressés uniquement aux matériaux cimentaires constituant ces ouvrages qui vont subir des cycles partiels de saturation/désaturation. Ainsi, les objectifs concernaient essentiellement la caractérisation du comportement de ces structures et le développement des modélisations associées lors des phases d'échanges hydriques (gazeux ou liquide) des ouvrages de stockage, qu'ils soient avec le milieu extérieur ou au sein même du matériau.

Le premier chapitre portant sur les éléments bibliographiques a permis de faire le point sur les caractéristiques physico-chimiques et microstructurales des matériaux cimentaires. La connaissance de la composition minéralogique ainsi que celle des hydrates formés au cours des différentes réactions d'hydratation est importante car elle permet notamment d'évaluer les différents types de porosités qui jouent un rôle prépondérant sur les transferts. Cette porosité dépend du type de ciment et de granulats utilisés, augmente avec le rapport E/C et la température. Les phénomènes d'adsorption et de désorption sont à l'origine des transferts d'humidités à la suite d'un déséquilibre hygroscopique telles qu'une augmentation ou une diminution d'humidité relative de l'air ambiant. L'hystérésis qui apparaît entre ces deux phénomènes du fait, entre autres de la présence de pores en forme de bouteille d'encre, doit être prise en compte dans la modélisation des transferts hydriques puisque la différence de degré de saturation entre la sorption et la désorption entraîne d'importants changements du comportement à court et long termes du béton. Différents protocoles expérimentaux et numériques sont proposés dans la littérature afin de rendre compte de ces transferts hydriques au sein des matériaux poreux.

La formulation des matériaux fabriqués à base de ciment CEM I et CEM V a été adaptée étant donné que certains constituants ne sont plus disponibles sur le marché, afin de retrouver des caractéristiques à l'état frais et durci qui soient conformes à ceux de références. Un programme expérimental a été mis au point afin d'acquérir les paramètres de transferts propres aux matériaux étudiés. Un nouveau dispositif expérimental par anneaux de cuivre

basé sur les travaux de Du Plooy *et al.* (Du Plooy *et al.*, 2013) a été proposé pour la mesure de résistivité, en parallèle à l'utilisation des capteurs en circuit imprimé développés dans les travaux de Badr *et al.* (Badr *et al.*, 2019).

Du point de vue expérimental, de nombreux enseignements ont été tirés à la suite de ce travail.

La chute du degré de saturation en eau aux fortes humidités relatives est attribuée à un réseau percolant d'interfaces constitué de gros pores qui sont interconnectés. Cette chute augmente avec le rapport E/C du fait de son action sur la porosité volumique totale, la connectivité du réseau poreux et l'épaisseur des interfaces pâte-granulats. Pour une même proportion volumique de granulats, au fur et à mesure que le diamètre du plus gros granulat diminue, la surface développée des interfaces pâte-granulat devient plus importante, occasionnant ainsi une chute de l'isotherme plus conséquente. Cette contribution des interfaces, associée à la porosité de surface conduit naturellement, d'une part à une évolution inversement proportionnelle de la chute initiale en fonction de l'épaisseur et d'autre part, à une évolution proportionnelle en fonction du rapport surface/volume (S/V). Les expériences réalisées à l'issue de différentes conditions de séchage ont permis d'avancer que la chute est superficielle lorsqu'on part d'un matériau saturé sain qui subit un premier séchage mais qu'au fur et à mesure du séchage, les saturations s'harmonisent, traduisant ainsi un effet structurel.

En théorie, la perméabilité intrinsèque au liquide (Kl) et au gaz (Kg) devraient être les mêmes car elles correspondent à une propriété intrinsèque du matériau et dépendent uniquement de la microstructure. Cependant, les mesures expérimentales montrent que Kg est beaucoup plus grand que Kl. Aussi, les perméabilités intrinsèques au gaz (Kg) sont plus importantes lorsqu'elles sont mesurées à l'issue d'un préconditionnement à 105°C par rapport à celles mesurées à 80°C. Cette augmentation est associée à l'endommagement induit par le préconditionnement à une température plus élevée. Par voie de conséquence, les perméabilités relatives au gaz sont plus importantes lorsqu'elles sont évaluées à partir d'une perméabilité intrinsèque mesurées à 80°C. La perméabilité intrinsèque au liquide (Kl) mesurée après séchage à 105°C puis re-saturation a augmentée jusqu'à 2,6 fois par rapport à sa valeur initiale. La perméabilité au liquide comme au gaz évolue certes avec le séchage du fait du départ de l'eau mais aussi avec l'endommagement induit par les gradients hydrique et thermique.

L'étude des mécanismes entrant en jeu dans le processus de rééquilibrage a pu être appréhendée grâce au découplage de chaque phénomène. Les expériences de séchage/humidification et d'imbibition capillaire ont permis d'une part l'application des techniques de mesure de résistivité et d'autre part la validation de la modélisation. Les essais avec anneaux de cuivre développés dans ce travail ainsi que les essais avec capteurs en circuit imprimé ont montré une bonne capacité à rendre compte de l'évolution spatiale de la teneur en eau dans les bétons. Néanmoins, les capteurs en circuit imprimé ont montré une limite dans le cas de l'humidification dans un béton ayant une porosité fine. Aussi, même si les valeurs des deux dispositifs ne sont pas identiques, ils permettent de rendre compte de la même évolution de masse dans le temps.

Pour ce qui est des expériences d'imbibition capillaire, une déviation par rapport à l'attente théorique d'une relation linéaire de l'absorption d'eau par rapport à la racine carré du temps dans la phase transitoire est observée tant à court terme qu'à long terme. Cette déviation a été associée à la présence d'une phase liquide au sein des matériaux partiellement saturés. La hauteur des échantillons joue aussi un rôle important sur la hauteur de remontée capillaire. Malgré le préconditionnement avec une phase de redistribution de l'humidité, un profil de résistivité non constant est observé avant de commencer le test d'imbibition. Le préconditionnement consistant à redistribuer l'humidité pendant un temps correspondant au temps de séchage n'a pas permis d'atteindre un profil constant dans le matériau. Les mesures de résistivités ont permis de montrer que le temps nécessaire pour la redistribution de l'humidité est beaucoup plus important que le temps de séchage, ce qui est en désaccord avec les normes préconisées actuellement. Enfin, le suivi du rééquilibrage a permis d'identifier la difficulté associée à l'étanchéité de l'interface. L'eau perdue par le béton humide n'a pas pu être transmise au béton sec qui a gardé une masse constante durant toute l'expérience. Néanmoins, les mesures de résistivité à partir des deux dispositifs ont permis de suivre l'évolution des résistivités associée au départ de l'eau dans le béton le plus humide.

La dernière partie de cette thèse a été consacré à la modélisation des transferts hydriques dans les matériaux cimentaires à partir d'un modèle qui décrit les mouvements isothermes d'humidité en milieux poreux. Ce modèle est basé sur une représentation macroscopique continue des phases gazeuse et liquide occupant l'espace poreux du matériau. Le mouvement

de la phase liquide est régi par la loi de Darcy comportant deux paramètres, la perméabilité intrinsèque et relative du matériau. Le mouvement de chacun des constituants gazeux est la superposition d'un mouvement de convection gouverné par la loi de Darcy et d'un mouvement diffusif gouverné par la loi de Fick. Cette contribution gazeuse va faire intervenir d'autres paramètres en plus, à savoir la perméabilité relative au gaz et le facteur de résistance à la diffusion de vapeur. Ces paramètres sont généralement évalués à partir d'approches analytiques ou de modèles de réseaux poreux.

L'étude préliminaire sur les deux modèles de réseaux poreux envisagés nous a permis de choisir celui développé par Ranaivomanana *et al.* (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013); le modèle XDQ n'étant pas totalement prédictif du fait des nombreuses restitutions possibles. Les confrontations de trois approches pour l'évaluation des paramètres de transfert ont montré une différence d'évolution en fonction de l'approche considérée. En partant de ce constat, nous avons formulé la nécessité de simuler les cinétiques de transferts hydriques à partir de ces trois approches afin de mettre en évidence l'approche la plus pertinente pour les matériaux cimentaires.

L'approche proposée pour la modélisation des transferts d'humidité dans les matériaux cimentaires développée par Ranaivomanana *et al.* (Ranaivomanana *et al.*, 2011, 2013) et basée sur un modèle de réseau poreux pour la prédiction des paramètres de transfert, montre une meilleure concordance avec les évolutions expérimentales (en séchage comme en imbibition). Pour le séchage, le cycle séchage/humidification ainsi que la perméabilité à la vapeur, le seul paramètre de calibration reste la perméabilité intrinsèque qui est estimée à partir d'une analyse inverse des cinétiques expérimentales mais qui pourrait aussi être la perméabilité à l'eau mesurée expérimentalement. En effet, les valeurs de perméabilités intrinsèques considérées pour cette approche sont proches des valeurs expérimentales mesurées, alors que les autres approches ont tendance à sous-estimer (d'environ deux ordres de grandeur) ce paramètre. De plus, pour les différentes expériences réalisées, cette approche permet de restituer correctement les tendances expérimentales en conservant pour un même matériau des valeurs de perméabilité intrinsèque du même ordre de grandeur. Ce n'est pas le cas des deux autres approches analytiques qui ont montré des variations significatives (d'environ deux ordres de grandeur) selon les expériences de transfert simulées. Pour la modélisation de l'imbibition capillaire, l'approche basée sur le modèle de réseau poreux permet de rendre compte de l'absorption d'eau dans les deux types de bétons à des états de

saturations et hauteurs variables à condition de connaître la hauteur de remontée capillaire. Sur la base de la modélisation de différents mécanismes de transfert pris individuellement, une modélisation du rééquilibrage entre deux matériaux initialement en conditions de saturation différentes est proposée. Les données expérimentales relevées sur le béton qui sèche au cours du rééquilibrage hydrique ont permis de valider la modélisation sur cette partie du système. Les limites de la maquette expérimentale et notamment les fuites à l'interface n'ont pas permis d'obtenir des données viables pour la partie en re-saturation. Il faudra donc améliorer le système afin de pouvoir vérifier la modélisation globale du processus et l'effet de l'interface entre les deux matériaux.

Perspectives

Ce travail de thèse a fait ressortir de nombreuses perspectives tant du point de vue expérimental que numérique.

Afin d'évaluer les facteurs géométriques permettant de passer de la résistance à la résistivité, nous avons fait l'hypothèse d'un milieu homogène de résistivité constante ($\rho_m = 1 \Omega \cdot m$). Or, lorsque le matériau est soumis à un déséquilibre hygroscopique, les gradients de teneur en eau mis en jeu entraînent des gradients de résistivité. Même si les profils issus de la modélisation numérique et des expériences ont montré que cette hypothèse est cohérente du fait de la linéarité du profil au cœur des matériaux, il serait intéressant d'évaluer ces facteurs géométriques en imposant un gradient de résistivité, notamment à partir de fonctions de distribution existantes dans la littérature.

L'analyse de la chute initiale de l'isotherme de désorption aux fortes humidités relative a montré une évolution inversement proportionnelle à l'épaisseur. Les résultats d'expériences réalisées sur des échantillons allant jusqu'à 5 cm d'épaisseur ont montré qu'au fur et à mesure du séchage, les chutes s'harmonisent. Afin de rendre compte de cette chute sur les ouvrages réels, elle pourra être évaluée sur des matériaux plus épais ayant subi différentes sollicitations thermo-hydriques.

De nombreux paramètres ont été identifiés comme facteur de ralentissement à l'imbibition capillaire. Néanmoins, nous n'avons pas pu identifier le frein à cette remontée notamment au fur et à mesure que la hauteur des éprouvettes augmente, la gravité étant négligeable devant les forces capillaires sur les hauteurs concernées par notre étude. Nous avons principalement associé ce frein à des discontinuités capillaires sous forme de passages étroits ou de vides capillaires plus importants le long du trajet d'écoulement du système poreux capillaire jouant possiblement le rôle de rupteur hydrique. Une étude sur plusieurs types de matériaux (matériaux poreux modèles, pâte de ciment, mortiers, bétons) pourrait permettre d'identifier de manière plus précise ce qui freine l'imbibition capillaire en milieu poreux.

Nous avons mis en évidence le fait que le temps de redistribution de l'humidité soit plus long que le temps de séchage à travers le suivi de résistivité. Une étude plus poussée pourra être réalisée sur plusieurs matériaux dont les caractéristiques microstructurales sont connues afin de confirmer d'une part nos observations et d'autre part d'étudier les facteurs influents. Cela

est très important car la qualité du préconditionnement influence la pertinence des résultats expérimentaux et numériques associés.

Le suivi du rééquilibrage entre deux matériaux initialement en condition de saturation différente a montré des défauts à l'interface entre les deux matériaux principalement associés à la résistance du matériau récepteur qui est très forte. Il est donc nécessaire de penser à un dispositif expérimental qui assure une réelle étanchéité de l'interface. Il faudrait aussi assurer un suivi expérimental plus complet des évolutions afin de disposer des données permettant la validation de la modélisation.

Par rapport aux aspects numériques, nous avons observé des surpressions/dépressions de gaz importantes au cours des simulations numériques. Même si elles sont réduites en utilisant le modèle de réseau poreux, Il serait intéressant d'équiper les matériaux au cours du séchage ou humidification de capteurs de pression afin d'évaluer ces variations internes.

Une étude numérique pour l'intégration dans le modèle de transfert hydrique de l'évolution de chaque nœud en fonction de son état de saturation initial, quel que soit le cycle hydrique appliqué, a été amorcée mais cette étude n'est pas aboutie à ce jour. Au lieu d'utiliser les lois issues des isothermes fournies par le modèle de réseau poreux, la principale piste en vue est celle d'intégrer ce modèle directement au modèle de transfert hydrique (annexe 4).

Pour la simulation de l'imbibition capillaire, nous avons montré que la prise en compte du profil initial réel permet d'améliorer légèrement mais pas totalement les allures de prise de masse mais le principal verrou reste la hauteur de remontée capillaire que le modèle ne parvient pas à rendre compte.

Les simulations d'expériences comme la perméabilité à la vapeur et le rééquilibrage, faisant intervenir en même temps les phénomènes d'adsorption et de désorption ont montré un décalage associé à l'hystérésis. Il s'agit là aussi d'un problème numérique qu'il faudra étudier. L'ensemble des tendances expérimentales et numériques montrent qu'il y a un endommagement qui se traduit par une évolution des paramètres de transfert au fur et à mesure qu'on sèche les matériaux. Des expériences de type analyses d'images à partir d'observations au MEB pour identifier et quantifier les fissurations associées pourraient permettre de trouver un facteur d'évolution des paramètres de transfert en fonction de l'endommagement.

La prédiction du rééquilibrage entre deux milieux initialement en condition de saturation différente est en cours. Cependant quelques verrous demeurent pour valider entièrement l'approche proposée ici. Pour cela, le principal objectif sera de disposer à l'avenir d'un banc expérimental permettant de correctement suivre ce rééquilibrage, ensuite il faudra correctement évaluer l'effet de l'interface entre les deux matériaux sur les échanges.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ABBAS A., CARCASSES M., OLLIVIER J.-P., 1999, « Gas permeability of concrete in relation to its degree of saturation », *Materials and structures*, 32, 1, p. 3–8.
- ABRAHAM O., MÉTAIS V., 2015, « Influence of water gradient on surface wave measurements in concrete », International Symposium Non-Destructive Testing in Civil Engineering (NDT-CE) p. 8.
- ADENOT F., 1992, *Durabilité du béton: caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du ciment*, PhD Thesis, Orléans.
- AFPC, 1997, « Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité », *Compte rendu des journées techniques AFPC-AFREM, Durabilité des bétons*.
- AÏT-MOKHTAR A., AMIRI O., DUMARGUE P., SAMMARTINO S., 2002, « A new model to calculate water permeability of cement-based materials from MIP results », *Advances in cement research*, 14, 2, p. 43–49.
- AKCASU A.Z., 1981, « Temperature and concentration dependence of diffusion coefficient in dilute solutions », *Polymer*, 22, 9, p. 1169–1180.
- ALDERETE N.M., 2018, *Microstructure of Mortar and Concrete with Supplementary Cementitious Materials: Relation with the Capillary Imbibition Phenomenon*, PhD Thesis, Ghent University.
- ALIGIZAKI K.K., 2005, *Pore structure of cement-based materials: testing, interpretation and requirements*, CRC Press.
- AMIRI O., AÏT-MOKHTAR A., SARHANI M., 2005, « Tri-dimensional modelling of cementitious materials permeability from polymodal pore size distribution obtained by mercury intrusion porosimetry tests », *Advances in cement research*, 17, 1, p. 39–45.
- ARFVIDSSON J., 1999, « A new algorithm to calculate the isothermal moisture penetration for periodically varying relative humidity at the boundary », *Nordic Journal of Building Physics*, 2.
- ARFVIDSSON J., CLAEISSON J., 2000, « Isothermal moisture flow in building materials:: Modelling, measurements and calculations based on Kirchhoff's potential », *Building and environment*, 35, 6, p. 519–536.
- BABAA M.-R., 2004, *Contribution à l'étude de l'adsorption physique de gaz sur les nanotubes de carbone mono-et multiparois*, PhD Thesis, Université Henri Poincaré-Nancy 1.
- BADR J., FARGIER Y., PALMA-LOPES S., DEBY F., BALAYSSAC J.-P., DELEPINE-LESOILLE S., COTTINEAU L.-M., VILLAIN G., 2019, « Design and validation of a multi-electrode embedded sensor to monitor resistivity profiles over depth in concrete », *Construction and Building Materials*, 223, p. 310–321.
- BAJJA Z., 2016, « Influence de la microstructure sur le transport diffusif des pâtes, mortiers et bétons à base de CEM I avec ajout de fumée de silice », Thèse Paris saclay.

- BALAYSSAC J.-P., ARLIGUIE G., KLYSZ G., FNINE A., LATASTE J.-F., DEROBERT X., 2006, « Evaluation non destructive du béton d'enrobage: Approche multitechnique », *Revue européenne de génie civil*, 10, 8, p. 913–932.
- BALAYSSAC J.-P., GARNIER V., VILLAIN G., SBARTAI Z.-M., DÉROBERT X., PIWAKOWSKI B., BREYSSE D., SALIN J., 2015, « An overview of 15 years of French collaborative projects for the characterization of concrete properties by combining NDT methods », *Proceedings of Int. Symp. on NDT-CE*, p. 15–17.
- BAROGHEL BOUNY V., 1994, *Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances*, thesis, Marne-la-vallée, ENPC.
- BAROGHEL-BOUNY V., 1994, *Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances*, PhD Thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- BAROGHEL-BOUNY V., 2007a, « Water vapour sorption experiments on hardened cementitious materials: Part I: Essential tool for analysis of hygral behaviour and its relation to pore structure », *Cement and Concrete Research*, 37, 3, p. 414–437.
- BAROGHEL-BOUNY V., 2007b, « Water vapour sorption experiments on hardened cementitious materials. Part II: Essential tool for assessment of transport properties and for durability prediction », *Cement and Concrete Research*, 37, 3, p. 438–454.
- BAROGHEL-BOUNY V., CHAUSSADENT T., 2004, « Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages », *Bulletin du Laboratoire Ponts et Chaussées*, 248, p. 93–111.
- BARREIRA E., ALMEIDA R.M.S.F., DELGADO J.M.P.Q., 2016, « Infrared thermography for assessing moisture related phenomena in building components », *Construction and Building Materials*, 110, p. 251–269.
- BARY B., SELLIER A., 2004, « Coupled moisture—carbon dioxide—calcium transfer model for carbonation of concrete », *Cement and concrete research*, 34, 10, p. 1859–1872.
- BAŽANT Z.P., NAJJAR L.J., 1972, « Nonlinear water diffusion in nonsaturated concrete », *Matériaux et Construction*, 5, 1, p. 3–20.
- BÉJAOUI S., BARY B., NITSCHKE S., CHAUDANSON D., BLANC C., 2006, « Experimental and modeling studies of the link between microstructure and effective diffusivity of cement pastes », *Revue européenne de génie civil*, 10, 9, p. 1073–1106.
- BENAVENTE D., LOCK P., DEL CURA M.Á.G., ORDÓÑEZ S., 2002, « Predicting the capillary imbibition of porous rocks from microstructure », *Transport in porous media*, 49, 1, p. 59–76.
- BIANCHI JANETTI M., COLOMBO L.P.M., OCHS F., FEIST W., 2017, « Determination of the water retention curve from drying experiments using infrared thermography: A preliminary study », *International Journal of Thermal Sciences*, 114, p. 271–280.
- BIJEN J., 1996, « Benefits of slag and fly ash », *Construction and building materials*, 10, 5, p. 309–314.

- BOULIN P., 2008, *Expérimentation et modélisation du transfert d'hydrogène à travers des argiles de centre de stockage de déchets radioactifs*, PhD Thesis.
- BREYSSE D., GERARD B., 1997, « Modelling of permeability in cement-based materials: Part 1- Uncracked medium », *Cement and concrete research*, 27, 5, p. 761–775.
- BRUE F., 2009, « Rôles de la température et de la composition sur le couplage thermo-hydro-mécanique des bétons », Thèse Ecole Centrale de Lille.
- Bucher R, T. Vidal, A. Sellier, J. Verdier, 2017 «Effet du séchage sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires." *Congrès Français de Mécanique, Eds Association Française de Mécanique*».
- BUNGEY J.H., GRANTHAM M.G., 2006, *Testing of concrete in structures*, Crc Press.
- BURGH J.M. DE, FOSTER S.J., VALIPOUR H.R., 2016, « Prediction of water vapour sorption isotherms and microstructure of hardened Portland cement pastes », *Cement and Concrete Research*, 81, p. 134–150.
- CABRERA J.G., GHODDOUSSI P., 1994, « Influence of fly ash on the resistivity and rate of corrosion of reinforced concrete », *Special Publication*, 145, p. 229–244.
- CAGNON H., 2015, *Influence des variations thermo-hydro-mécaniques sur le comportement différé du béton*, phd, Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier.
- CAMPS G., 2008, *Etude des interactions chemo-mécaniques pour la simulation du cycle de vie d'un élément de stockage en béton*, thesis, Toulouse 3.
- CARCASSES M., ABBAS A., OLLIVIER J.-P., VERDIER J., 2002, « An optimised preconditioning procedure for gas permeability measurement », *Materials and Structures*, 35, 1, p. 22–27.
- CARCASSES M., JULIEN S., SCHIETTEKATE M., 2005, « Conclusions on the performance of materials based on chlortest project », *European Project Chlortest, Alicante*, p. 1–2.
- CARE S., 2008, « Effect of temperature on porosity and on chloride diffusion in cement pastes », *Construction and Building Materials*, 22, 7, p. 1560–1573.
- CARMELIET J., DESCAMPS F., HOUVENAGHEL G., 1999, « A multiscale network model for simulating moisture transfer properties of porous media », *Transport in porous media*, 35, 1, p. 67–88.
- CHAMOIN J., 2013, *Optimisation des propriétés (physiques, mécaniques et hydriques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation*, PhD Thesis.
- CHEN C.-T., CHANG J.-J., YEIH W., 2014, « The effects of specimen parameters on the resistivity of concrete », *Construction and Building Materials*, 71, p. 35–43.
- CHEN H.-J., HUANG S.-S., TANG C.-W., MALEK M.A., EAN L.-W., 2012, « Effect of curing environments on strength, porosity and chloride ingress resistance of blast furnace slag

cement concretes: A construction site study », *Construction and Building Materials*, 35, p. 1063-1070.

CHEN W., 2011, *Etude expérimentale de la perméabilité du béton sous conditions thermiques et hydriques variables*, thesis, Ecole centrale de Lille.

CID J., ALQUIER J.F., CRAUSSE P., 1992, « Study of moisture transfer in a deformable porous medium through attenuation of two different energy gamma rays », *Review of scientific instruments*, 63, 3, p. 2057–2064.

COLLET F., ACHCHAQ F., DJELLAB K., MARMORET L., BEJI H., 2011, « Water vapor properties of two hemp wools manufactured with different treatments », *Construction and Building Materials*, 25, 2, p. 1079–1085.

COOK D.J., CAO H.T., COAN E.P., 1986, « Pore structure development in Portland/fly ash blends », *MRS Online Proceedings Library Archive*, 85.

COUSSY O., 1995, *Mechanics of porous continua*, Wiley.

COUSSY O., BAROGHEL-BOUNY V., DANGLA P., MAINGUY M., 2001, « Evaluation de la perméabilité à l'eau liquide des bétons à partir de leur perte de masse durant le séchage », *Revue française de génie civil*, 5, 2-3, p. 269–284.

COUSSY O., EYMARD R., LASSABATERE T., 1998, « Constitutive modeling of unsaturated drying deformable materials », *Journal of Engineering Mechanics*, 124, 6, p. 658–667.

DAÏAN J.-F., 2007, « Porométrie au mercure Le modèle XDQ », *Université Joseph Fourier*, p. 1–97.

DALLEL D., 2012, *Etude expérimentale modèle de l'imbibition capillaire de substrats poreux à volume et structure de pores ajustables*, PhD Thesis, Université de Haute Alsace-Mulhouse.

DAY R.L., JOSHI R.C., LANGAN B.W., WARD M.A., 1985, « Measurement of the permeability of concretes containing fly ash », *Proc. 5th Int. Ash Utilization Symposium (Orlando, 1985)*.

DAY R.L., KONECNY L., 1988, « Relationships between permeability and microstructural characteristics of fly ash mortars », *MRS Online Proceedings Library Archive*, 136.

DE LARRARD F., FERRARIS C.F., 1998, « Rhéologie du béton frais remanié », *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, 214, p. 69–79.

DE VRIES D.A., KRUGER A.J., 1966, « On the value of the diffusion coefficient of water vapour in air », *Proc. Of Colloque Int. Du CNRS*, p. 61 à 72.

DERLUYN H., DEROME D., CARMELIET J., STORA E., BARBARULO R., 2012, « Hysteretic moisture behavior of concrete: Modeling and analysis », *Cement and Concrete Research*, 42, 10, p. 1379–1388.

DEROME D., DERLUYN H., ZILLIG W.A., CARMELIET J., 2008, « Model for hysteretic moisture behaviour of wood », *Proceedings of the Nordic Symposium on Building Physics 2008*, 2, p. 959–966.

DIAMOND S., 1984, « Very High Strength Cement-Based Materials—a Prospective », *MRS Online Proceedings Library Archive*, 42.

DIAMOND S., 2000, « Mercury porosimetry: An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials », *Cement and Concrete Research*, 30, 10, p. 1517–1525.

DU PLOOY R., LOPES S.P., VILLAIN G., DEROBERT X., 2013, « Development of a multi-ring resistivity cell and multi-electrode resistivity probe for investigation of cover concrete condition », *NDT & E International*, 54, p. 27–36.

DUCHESNE J., BÉRUBÉ M.A., 1995, « Effect of supplementary cementing materials on the composition of cement hydration products », *Advanced Cement Based Materials*, 2, 2, p. 43–52.

DULLIEN F.A., 1975, « New network permeability model of porous media », *AIChE Journal*, 21, 2, p. 299–307.

ESPINOSA R.M., FRANKE L., 2006, « Inkbottle pore-method: prediction of hygroscopic water content in hardened cement paste at variable climatic conditions », *Cement and concrete research*, 36, 10, p. 1954–1968.

EVADEOS, 2015, « Evaluation non destructive pour la prédiction de la Dégradation des structures et l'Optimisation de leur Suivi - Recherche Google »,.

FELDMAN R.F., SEREDA P.J., 1970, « A new model for hydrated Portland cement and its practical implications », *Engineering Journal*, 53, 8–9, p. 53–59.

GALLÉ C., DAIAN J.-F., 2000, « Gas permeability of unsaturated cement-based materials: application of a multi-scale network model », *Magazine of Concrete Research*, 52, 4, p. 251–263.

GALLUCCI E., ZHANG X., SCRIVENER K.L., 2013, « Effect of temperature on the microstructure of calcium silicate hydrate (C-S-H) », *Cement and Concrete Research*, 53, p. 185–195.

GARTNER E.M., YOUNG J.F., DAMIDOT D.A., JAWED I., 2002, « Hydration of Portland cement », *Structure and performance of cements*, 2, p. 57–113.

GOMBIA M., BORTOLOTTI V., BROWN R.J.S., CAMAITI M., FANTAZZINI P., 2008, « Models of water imbibition in untreated and treated porous media validated by quantitative magnetic resonance imaging », *Journal of Applied Physics*, 103, 9.

GOUAL M.S., BALI A., DE BARQUIN F., DHEILLY R.M., QUÉNEUDEC M., 2006, « Isothermal moisture properties of Clayey Cellular Concretes elaborated from clayey waste, cement and aluminium powder », *Cement and concrete research*, 36, 9, p. 1768–1776.

- GRANDUBE, 2007, *GranDuBé: grandeurs associées à la durabilité des bétons*, Presses des Ponts.
- GREENBERG S.A., CHANG T.N., ANDERSON E., 1960, « Investigation of colloidal hydrated calcium silicates. I. Solubility products », *The Journal of Physical Chemistry*, 64, 9, p. 1151–1157.
- GRUENER S., SADJADI Z., HERMES H.E., KITK A.V., KNORR K., EGELHAAF S.U., RIEGER H., HUBER P., 2012, « Anomalous front broadening during spontaneous imbibition in a matrix with elongated pores », *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 109, 26, p. 10245–10250.
- GUMMERSON R.J., HALL C., HOFF W.D., HAWKES R., HOLLAND G.N., MOORE W.S., 1979, « Unsaturated water flow within porous materials observed by NMR imaging », *Nature*, 281, 5726, p. 56.
- HAGER I., 2004, *Comportement à haute température des bétons à haute performance: évolution des principales propriétés mécaniques*, PhD Thesis, École nationale des ponts et chaussées (France).
- HALL C., HOFF W.D., TAYLOR S.C., WILSON M.A., YOON B.-G., REINHARDT H.-W., SOSORO M., MEREDITH P., DONALD A.M., 1995, « Water anomaly in capillary liquid absorption by cement-based materials », *Journal of Materials Science Letters*, 14, 17, p. 1178–1181.
- HALL C., HOFF W.D., SKELDON M., 1983, « The sorptivity of brick: dependence on the initial water content », *Journal of Physics D: Applied Physics*, 16, 10, p. 1875.
- HALL C., HOFF W.D., 2007, « Rising damp: capillary rise dynamics in walls », *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 463, 2084, p. 1871–1884.
- HANSEN T.C., 1986, « Physical structure of hardened cement paste. A classical approach », *Materials and Structures*, 19, 6, p. 423–436.
- HANŽIČ L., ILIĆ R., 2003, « Relationship between liquid sorptivity and capillarity in concrete », *Cement and concrete Research*, 33, 9, p. 1385–1388.
- HOOTON R.D., 1986, « Permeability and pore structure of cement pastes containing fly ash, slag, and silica fume », dans *Blended cements*, ASTM International.
- HWANG C.-L., SHEN D.-H., 1991, « The effects of blast-furnace slag and fly ash on the hydration of Portland cement », *Cement and concrete research*, 21, 4, p. 410–425.
- HYVERT N., 2009, *Application de l'approche probabiliste à la durabilité des produits préfabriqués en béton*, PhD Thesis, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- Ibro A.M., Verdier J., Geoffroy S. "Transferts dans les milieux cimentaires à l'échelle du pore et réseaux de pores", *Rapport de stage de M2R, LMDC Université Toulouse 3*, 2016
- ISHIDA T., CHAUBE R.P., KISHI T., MAEKAWA K., 1997, « Modeling of pore water content in concrete under generic drying wetting conditions », *Doboku Gakkai Ronbunshu*, 1997, 564, p. 199–209.

ISHIDA T., MAEKAWA K., KISHI T., 2007, « Enhanced modeling of moisture equilibrium and transport in cementitious materials under arbitrary temperature and relative humidity history », *Cement and concrete research*, 37, 4, p. 565–578.

ISO 12571 N.E., 2000, *Hygrothermal Performance of Building Materials and Products, Determination of Hygroscopic Sorption Properties*.

ISO 12572 E., 2001, « 12572: Hygrothermal performance of building materials and products- Determination of water vapour transmission properties (ISO 12572: 2001) », *CEN (European Committee for Standardization)*, Brussels, 27p.

ISSAADI N., 2015, *Effets de la variabilité des propriétés de matériaux cimentaires sur les transferts hygrothermiques: développement d'une approche probabiliste*, PhD Thesis, Université de La Rochelle; École Royale Militaire (Bruxelles).

JANZ M., 1997, « Methods of measuring the moisture diffusivity at high moisture levels », *Lund Institute of Technology, Division of Building Materials, Lund*.

JIANG Z., XI Y., GU X., HUANG Q., ZHANG W., 2019, « Modelling of water vapour sorption hysteresis of cement-based materials based on pore size distribution », *Cement and Concrete Research*, 115, p. 8-19.

JOHANNESSON B., JANZ M., 2009, « A two-phase moisture transport model accounting for sorption hysteresis in layered porous building constructions », *Building and Environment*, 44, 6, p. 1285–1294.

JUSTNES H., BRYHN-INGEBRIGTSEN K., ROSVOLD G.O., 1994, « Neutron radiography: an excellent method of measuring water penetration and moisture distribution in cementitious materials », *Advances in Cement Research*, 6, 22, p. 67–72.

KEYVANI A., 2013, « Electrical resistivity of cement types in reinforced concrete structures of electrically powered transit lines », *International Journal on "Technical and Physical Problems of Engineering"(IJTPE)*, 16.

KHELIDJ A., BAROGHEL-BOUNY V., BASTIAN G., GODIN J., VILLAIN G., 2002, « Transferts dans les betons et durabilite des ouvrages. Determination experimentale des gradients resultant d'une interaction hydratation-sechage dans une dalle de beton », *ETUDES ET RECHERCHES DES LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSEES-SERIE OUVRAGES D'ART*, OA 39.

KHELIDJ A., BAROGHEL-BOUNY V., BASTIAN G., GODIN J., VILLAIN G., 2000, « Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages », *Détermination expérimentale des gradients résultant d'une interaction hydratation-séchage dans une dalle en béton, Rapport de synthèse*, p. 57–62.

KIM J., KIM H.-Y., 2012, « On the dynamics of capillary imbibition », *Journal of mechanical science and technology*, 26, 12, p. 3795–3801.

KLINKENBERG L.J., 1941, « The permeability of porous media to liquids and gases », *Drilling and production practice*, 2 p.200.

- KOLLEK J.J., 1989, « The determination of the permeability of concrete to oxygen by the Cembureau method—a recommendation », *Materials and structures*, 22, 3, p. 225–230.
- KUMARAN M.K., BOMBERG M., 1985, *A gamma-spectrometer for determination of density distribution and moisture distribution in building materials*, National Research Council Canada. Division of Building Research.
- LACASSAGNE E., 2014, « Études des phénomènes de mouillabilité et des cinétiques d'imprégnation des électrodes positives par l'électrolyte : application aux batteries Lithium-Ion », Thèse Université Claude Bernard Lyon 1.
- LADAOUI W., 2010, *Etude expérimentale du comportement Thermo-Hydro-Mécanique à long terme des BHP destinés aux ouvrages de stockage des déchets radioactifs*, phd, Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 290 p.
- LAFHAJ Z., GOUEYGOU M., DJERBI A., KACZMAREK M., 2006, « Correlation between porosity, permeability and ultrasonic parameters of mortar with variable water/cement ratio and water content », *Cement and Concrete Research*, 36, 4, p. 625–633.
- LARBI J.A., BIJEN J.M.J.M., 1990, « Effects of water-cement ratio, quantity and fineness of sand on the evolution of lime in set portland cement systems », *Cement and Concrete Research*, 20, 5, p. 783–794.
- LARSEN C.K., SELLEVOLD E.J., ASKELAND F., ØSTVIK J.M., VENNESLAND Ø., 2006, « Electrical resistivity of concrete part II: Influence of moisture content and temperature », *Proceedings of the 2nd International RILEM Symposium on Advances in Concrete through Science and Engineering*.
- LATASTE J.-F., 2002, *Évaluation non destructive de l'état d'endommagement des ouvrages en béton armé par mesures de résistivité électrique*, PhD Thesis, Bordeaux 1.
- LAURENS S., BALAYSSAC J.P., RHAZI J., KLYSZ G., ARLIGUIE G., 2005, « Non-destructive evaluation of concrete moisture by GPR: experimental study and direct modeling », *Materials and structures*, 38, 9, p. 827–832.
- LEIVO V., RANTALA J., 2005, « Moisture behaviour of a massive concrete slab with a low temperature floor heating system during the initial drying period », *Construction and building materials*, 19, 4, p. 297–305.
- LEUNG PAH HANG T., 2015, *Les bétons bas pH : comportements initial et différé sous contraintes externes*, thesis, Toulouse 3.
- LEVENTIS A., VERGANELAKIS D.A., HALSE M.R., WEBBER J.B., STRANGE J.H., 2000, « Capillary Imbibition and Pore Characterisation in Cement Pastes », *Transport in Porous Media*, 39, 2, p. 143–157.
- LI L., 2016, *Etude de la fissuration engendrée par le séchage dans les matériaux cimentaires : influence des inclusions*, thesis, Lille 1.
- LI X., CHEN S., XU Q., XU Y., 2017, « Modeling the three-dimensional unsaturated water transport in concrete at the mesoscale », *Computers & Structures*, 190, p. 61–74.

- LION M., 2019, « Etude du lien entre sorptivité et capillarité pour différents types de bétons », *Congrès Français de Mécanique*.
- LIU J., 2011, *Etude expérimentale de la perméabilité relative des matériaux cimentaires et simulation numérique du transfert d'eau dans le béton*, PhD Thesis, Ecole centrale de Lille.
- LIU Q., YASUFUKU N., MIAO J., REN J., 2014, « An approach for quick estimation of maximum height of capillary rise », *Soils and Foundations*, 54, 6, p. 1241–1245.
- LOCKINGTON D.A., PARLANGE J.Y., 2003, « Anomalous water absorption in porous materials », *Journal of Physics D: Applied Physics*, 36, 6, p. 760.
- LOKE M.H., 1999, « Electrical imaging surveys for environmental and engineering studies », *A practical guide to, 2, User's Manual for Res2dinv. Electronic version available from <http://www.geometrics.com>*.
- LOOSVELDT H., LAFHAJ Z., SKOCZYLAS F., 2002, « Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar », *Cement and concrete research*, 32, 9, p. 1357–1363.
- LOPEZ W., GONZALEZ J.A., 1993, « Influence of the degree of pore saturation on the resistivity of concrete and the corrosion rate of steel reinforcement », *Cement and concrete research*, 23, 2, p. 368–376.
- MAINGUY M., COUSSY O., EYMARD R., 1999, « Modelisation des transferts hydriques isothermes en milieu poreux. Application au sechage des materiaux a base de ciment », *ETUDES ET RECHERCHES DES LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSEES - SERIE OUVRAGES D'ART*, OA 32.
- MAINGUY M., 1999, « Modèles de diffusion non linéaire en milieux poreux. Applications a la dissolution et au séchage des matériaux cimentaires », thèse ENPC.
- MAINGUY M., COUSSY O., BAROGHEL-BOUNY V., 2001, « Role of air pressure in drying of weakly permeable materials », *Journal of engineering mechanics*, 127, 6, p. 582–592.
- MARESCOT L., RIGOBERT S., PALMA LOPES S., LAGABRIELLE R., CHAPELLIER D., 2006, « A general approach for DC apparent resistivity evaluation on arbitrarily shaped 3D structures », *Journal of Applied Geophysics*, 60, 1, p. 55-67.
- MASO J.C., 1996, *Interfacial transition zone in concrete*, CRC Press.
- McBAIN J.W., 1935, « An explanation of hysteresis in the hydration and dehydration of gels », *Journal of the American Chemical Society*, 57, 4, p. 699–700.
- MCCARTER W.J., TAHA H.M., SURYANTO B., STARRS G., 2015, « Two-point concrete resistivity measurements: interfacial phenomena at the electrode–concrete contact zone », *Measurement Science and Technology*, Volume 26, Number 8.
- MEDEIROS-JUNIOR R.A., LIMA M.G., 2016, « Electrical resistivity of unsaturated concrete using different types of cement », *Construction and Building Materials*, 107, p. 11–16.

- MEHTA P.K., 1980, « Performance tests for sulfate resistance and alkali-silica reactivity of hydraulic cements », dans *Durability of Building Materials and Components*, ASTM International.
- MERAKEB S., DUBOIS F., PETIT C., 2009, « Modeling of the sorption hysteresis for wood », *Wood science and technology*, 43, 7-8, p. 575.
- MERCADO M., 2012, *Transferts aqueux à travers les matériaux cimentaires partiellement saturés*, thesis, Toulouse 3.
- MILLINGTON R.J., 1959, « Gas diffusion in porous media », *Science*, 130, 3367, p. 100–102.
- Mindess S, Young J.F, Darwin D, 2002, *Concrete*, 2nd Edition, Prentice Hall, Englewood Cliffs, NJ.
- MONLOUIS-BONNAIRE J.P., VERDIER J., PERRIN B., 2004, « Prediction of the relative permeability to gas flow of cement-based materials », *Cement and Concrete Research*, 34, 5, p. 737–744.
- MONTEIRO P.J.M., MASO J.C., OLLIVIER J.P., 1985, « The aggregate-mortar interface », *Cement and Concrete Research*, 15, 6, p. 953-958.
- MORRIS W., MORENO E.I., SAGÜÉS A.A., 1996a, « Practical evaluation of resistivity of concrete in test cylinders using a Wenner array probe », *Cement and Concrete Research*, 26, 12, p. 1779-1787.
- MORRIS W., MORENO E.I., SAGÜÉS A.A., 1996b, « Practical evaluation of resistivity of concrete in test cylinders using a Wenner array probe », *Cement and Concrete Research*, 26, 12, p. 1779-1787.
- MUALEM Y., 1976, « A new model for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated porous media », *Water resources research*, 12, 3, p. 513–522.
- NAAR S., 2006, *Evaluation non destructive du béton par mesures de résistivité électrique et thermographie infrarouge passive*, Thèse de doctorat, Bordeaux 1.
- NAGATAKI S., UJIKE I., 1980, « Effect of heating condition on air permeability of concrete at elevated temperature », *Transaction of the Japaneses Concrete Institute*, 10, p. 147–154.
- NALLA A.R., FUQUA M., GLANCEY J., LELIEVRE B., 2007, « A multi-segment injection line and real-time adaptive, model-based controller for vacuum assisted resin transfer molding », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38, 3, p. 1058–1069.
- NGUYEN A.Q., 2016, *Evaluation non destructive du gradient de teneur en eau dans les structures en béton armé par résistivité électrique*, thesis, Toulouse 3.
- NGUYEN H.T., JACOBSEN S., MELANDSØ F., 2012, « Capillary suction model as pipes of different sizes: flow conditions and comparison with experiments », *colloque ICDC 2012 Norway*.

NIZOVTSSEV M.I., STANKUS S.V., STERLYAGOV A.N., TEREKHOV V.I., KHAIRULIN R.A., 2008, « Determination of moisture diffusivity in porous materials using gamma-method », *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 51, 17, p. 4161-4167.

OLLIVIER J.-P., TORRENTI J.-M., 2008, « La structure poreuse des bétons et les propriétés de transfert », *La durabilité des bétons*, chapitre 3.

OLLIVIER J.-P., VICHOT A., 2008, *La durabilité des bétons: bases scientifiques pour la formulation de bétons durables dans leur environnement*, Presses de l'école nationale des Ponts et chaussées.

ØSTVIK J.M., LARSEN C.K., VENNESLAND Ø., SELLEVOLD E.J., ANDRADE M.C., 2006, « Electrical resistivity of concrete Part I: frequency dependence at various moisture contents and temperatures », *2nd International RILEM Symposium on Advances in Concrete through Science and Engineering*.

PARK G.S., CRANK J., 1968, « Diffusion in polymers », Academic Press New York.

PERLOT C., 2005, *Influence de la décalcification de matériaux cimentaires sur les propriétés de transfert: application au stockage profond de déchets radioactifs*, PhD Thesis, Université Paul Sabatier-Toulouse III.

PICANDET V., 2001, *Influence d'un endommagement mécanique sur la perméabilité et sur la diffusivité hydrique des bétons*, PhD Thesis.

PINSON M.B., MASOERO E., BONNAUD P.A., MANZANO H., JI Q., YIP S., THOMAS J.J., BAZANT M.Z., VAN VLIET K.J., JENNINGS H.M., 2015, « Hysteresis from multiscale porosity: Modeling water sorption and shrinkage in cement paste », *Physical Review Applied*, 3, 6, p. 064009.

PLOOY R. DU, PALMA LOPES S., VILLAIN G., DÉROBERT X., 2013, « Development of a multi-ring resistivity cell and multi-electrode resistivity probe for investigation of cover concrete condition », *NDT & E International*, 54, p. 27-36.

POLDER R., ANDRADE C., ELSENER B., VENNESLAND Ø., GULIKERS J., WEIDERT R., RAUPACH M., 2000, « Test methods for on site measurement of resistivity of concrete », *Materials and Structures*, 33, 10, p. 603–611.

POLDER R.B., 2001, « Test methods for on site measurement of resistivity of concrete — a RILEM TC-154 technical recommendation », *Construction and Building Materials*, 15, 2, p. 125-131.

POWERS T.C., BROWNYARD T.L., 1946, « Studies of the Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste », *Journal Proceedings*, 43, 9, p. 101-132.

POWERS T.C., 1958, « Structure and physical properties of hardened Portland cement paste », *Journal of the American Ceramic Society*, 41, 1, p. 1–6.

PRESUEL-MORENO F., WU Y.-Y., LIU Y., 2013, « Effect of curing regime on concrete resistivity and aging factor over time », *Construction and Building Materials*, 48, Supplement C, p. 874-882.

PRIYADA P., RAMAR R., 2014, « Determining the water content in concrete by gamma scattering method », *Annals of Nuclear Energy*, 63, p. 565–570.

RABEHI M., 2014, *Apport à la caractérisation de la porosité ouverte du béton d'enrobage par l'utilisation des tests d'absorption capillaire*, PhD Thesis, Université Mohamed Khider Biskra.

RAMEZANZADEH M., KHASI S., GHAZANFARI M.H., 2019, « Simulating imbibition process using interacting capillary bundle model with corner flow: The role of capillary morphology », *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 176, p. 62–73.

RANAIVOMANANA H., 2010, *Transferts dans les milieux poreux réactifs non saturés: application à la cicatrisation de fissure dans les matériaux cimentaires par carbonatation*, PhD Thesis, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.

RANAIVOMANANA H., VERDIER J., SELIER A., BOURBON X., 2011, « Toward a better comprehension and modeling of hysteresis cycles in the water sorption–desorption process for cement based materials », *Cement and Concrete Research*, 41, 8, p. 817–827.

RANAIVOMANANA H., VERDIER J., SELIER A., BOURBON X., 2013, « Prediction of relative permeabilities and water vapor diffusion reduction factor for cement-based materials », *Cement and Concrete Research*, 48, p. 53–63.

RAYMENT D.L., MAJUMDAR A.J., 1982, « The composition of the CSH phases in portland cement pastes », *Cement and Concrete Research*, 12, 6, p. 753–764.

RICHE C., 1992, *Etude de la migration des radioéléments dans les liants hydrauliques. Influence du vieillissement des liants sur les mécanismes et la cinétique des transferts*, thesis, Paris 11.

ROUQUEROL F., LUCIANI L., LLEWELLYN P., DENOYEL R., ROUQUEROL J., 2003, « Texture des matériaux pulvérulents ou poreux », *Techniques de l'ingénieur. Analyse et caractérisation*, 2, p1050.1-p1050.24.

ROVERE M., RICCI M.A., VELLATI D., BRUNI F., 1998, « A molecular dynamics simulation of water confined in a cylindrical SiO₂ pore », *The Journal of chemical physics*, 108, 23, p. 9859–9867.

SAEIDPOUR M., 2015, *Experimental studies of sorption and transport of moisture in cement based materials with supplementary cementitious materials*, Division of Building Materials, Lund University.

SALEEM M., SHAMEEM M., HUSSAIN S.E., MASLEHUDDIN M., 1996, « Effect of moisture, chloride and sulphate contamination on the electrical resistivity of Portland cement concrete », *Construction and Building Materials*, 10, 3, p. 209-214.

SANT G., WEISS J., 2009, « Using X-ray absorption to assess moisture movement in cement-based materials », *Journal of ASTM International*, 6, 9, p. 1–15.

SEDGHI M., PIRI M., GOUAL L., 2014, « Molecular dynamics of wetting layer formation and forced water invasion in angular nanopores with mixed wettability », *The Journal of chemical physics*, 141, 19, p. 194703.

- SELLEVOOLD E.J., PUNKKI J., 1994, « Capillary suction in concrete: Effects of drying procedure », *Nordic Concrete Research*, 15, p. 59–74.
- Sellier A, T. Vidal, J. Verdier, R. Bucher, 2019 «Un nouveau critère de fissuration pour les matériaux hétérogènes soumis à des sollicitations multi-physiques », *Academic Journal of Civil Engineering*.
- SHAFIZADEH A., GIMMI T., VAN LOON L., KAESTNER A., LEHMANN E., MAEDER U.K., CHURAKOV S.V., 2015, « Quantification of water content across a cement-clay interface using high resolution neutron radiography », *Physics Procedia*, 69, p. 516–523.
- SOGBOSSE H.E.A., 2017, *Etude de l'évolution de la perméabilité du béton en fonction de son endommagement: transposition des résultats de laboratoire à la prédiction des débits de fuite sur site*, PhD Thesis.
- SOGBOSSE H., VERDIER J., MULTON S., 2020, « Permeability and damage of partially saturated concrete exposed to elevated temperature », *Cement and Concrete Composites*, 109, p. 103563.
- SU J.-K., YANG C.-C., WU W.-B., HUANG R., 2002, « Effect of moisture content on concrete resistivity measurement », *Journal of the Chinese Institute of Engineers*, 25, 1, p. 117-122.
- SUN Y., KHARAGHANI A., TSOTSAS E., 2016, « Micro-model experiments and pore network simulations of liquid imbibition in porous media », *Chemical Engineering Science*, 150, p. 41–53.
- TAYLOR H.F., 1997, *Cement chemistry*, Thomas Telford.
- THIERY M., BAROGHEL-BOUNY V., BOURNETON N., VILLAIN G., STEFANI C., 2007, « Modélisation du séchage des bétons: analyse des différents modes de transfert hydrique », *Revue européenne de génie civil*, 11, 5, p. 541–577.
- UCHIKAWA H., 1986, « Effect of blending components on hydration and structure formation », *Invited Paper, 8th International Congress on the Chemistry of Cement, Rio de Janeiro*, p. 249–280.
- UNDERWOOD E.E., 1968, « Quantitative microscopy », *McGraw-Hill, New York, 1968*) p, 149.
- VAN BRAKEL J., HEERTJES P.M., 1974, « Analysis of diffusion in macroporous media in terms of a porosity, a tortuosity and a constrictivity factor », *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 17, 9, p. 1093–1103.
- VAN GENUCHTEN M.T., 1980, « A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils 1 », *Soil science society of America journal*, 44, 5, p. 892–898.
- VERBECK G.J., 1968, « Structures and Physical Properties of Cement Paste », *5th International Congress on the Chemistry of Cement, 1968*, 3, p. 1-37.

- VERDIER J., 2001, *Contribution à la caractérisation de l'évolution du taux de fuite des enceintes de confinement du parc nucléaire*, PhD Thesis, Toulouse 3.
- VILLAIN G., BAROGHEL-BOUNY V., KOUNKOU C., HUA C., 2001, « Mesure de la perméabilité aux gaz en fonction du taux de saturation des bétons », *Revue française de génie civil*, 5, 2-3, p. 251–268.
- VILLAIN G., THIERY M., 2006, « Gammadensimetry: A method to determine drying and carbonation profiles in concrete », *Ndt & E International*, 39, 4, p. 328–337.
- VU T.-H., 2009, *Caractérisation de la phase solide et transferts de gaz dans les milieux poreux insaturés : étude expérimentale et modélisation appliquées à la diffusion de l'hydrogène dans les matériaux cimentaires*, thesis, Toulouse, INSA.
- WASHBURN E.W., 1921, « The dynamics of capillary flow », *Physical review*, 17, 3, p. 273.
- WEST R.P., HOLMES N., 2005, « Predicting moisture movement during the drying of concrete floors using finite elements », *Construction and building materials*, 19, 9, p. 674–681.
- WOELFL G.A., LAUER K., 1979, « The Electrical Resistivity of Concrete with Emphasis on the Use of Electrical Resistance for Measuring Moisture Content », *Cement, Concrete and Aggregates*, 1, 2, p. 64-67.
- WONG H.S., ZOBEL M., BUENFELD N.R., ZIMMERMAN R.W., 2009, « Influence of the interfacial transition zone and microcracking on the diffusivity, permeability and sorptivity of cement-based materials after drying », *Mag. Concr. Res*, 61, 8, p. 571–589.
- WU Q., 2014, *Isothermes de désorption de matériaux cimentaires : étude d'un protocole accéléré et estimation du VER*, thesis, Lille 1.
- WU Q., ROUGELOT T., BURLION N., BOURBON X., 2015, « Experimental study of the water desorption and drying shrinkage of cement-based materials with thin slices », dans *CONCREEP 10*, p. 1099–1108.
- XI Y., BAŽANT Z.P., JENNINGS H.M., 1994, « Moisture diffusion in cementitious materials adsorption isotherms », *Advanced cement based materials*, 1, 6, p. 248–257.
- XU K., DAIAN J., QUENARD D., 1997a, « Multiscale structures to describe porous media part I: theoretical background and invasion by fluids », *Transport in porous media*, 26, 1, p. 51–73.
- XU K., DAIAN J.-F., QUENARD D., 1997b, « Multiscale structures to describe porous media part II: transport properties and application to test materials », *Transport in Porous Media*, 26, 3, p. 319–338.
- YAMASHITA K., DAIGUJI H., 2015, « Molecular dynamics simulations of water uptake into a silica nanopore », *The Journal of Physical Chemistry C*, 119, 6, p. 3012–3023.
- YANG X., YANG X., LIU S., 2015, « Molecular dynamics simulation of water transport through graphene-based nanopores: Flow behavior and structure characteristics », *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 23, 10, p. 1587–1592.

YE G., LURA P., BREUGEL VAN K. VAN, 2006, « Modelling of water permeability in cementitious materials », *Materials and Structures*, 39, 9, p. 877–885.

YIOTIS A.G., STUBOS A.K., BOUDOUVIS A.G., TSIMPANOIANNIS N., YORTSOS Y.C., 2005, « Pore-network modeling of isothermal drying in porous media », dans *Upscaling Multiphase Flow in Porous Media*, Springer, p. 63–86.

YURTDAS I., PENG H., BURLION N., SKOCZYLAS F., 2006, « Influences of water by cement ratio on mechanical properties of mortars submitted to drying », *Cement and Concrete Research*, 36, 7, p. 1286-1293.

ZHANG Z., 2014, « Modelling of sorption hysteresis and its effect on moisture transport within cementitious materials »,.

ZHANG Z., THIÉRY M., BAROGHEL-BOUNY V., 2012, « Analysis of moisture transport in cementitious materials and modelling of drying-wetting cycles », *Proc. of SSCS, Aix-en-Provence, France*.

ANNEXES

Annexe 1 : Fiches techniques des matériaux

FICHE TECHNIQUE PRODUIT

CIMENTS



LAFARGE
Construire des villes meilleures™

SERVICES EXCLUSIFS 

Centre de Relation Clientèle :

0 825 888 425 Service 0,18 € / min + prix appel

USINE DE VAL D'AZERGUES

CEM I 52,5 N - SR 3 CE PM-CP2 NF

NF EN 197-1 NF P 15-317 NF P 15-318

Déclaration de Performance n°

0333-CPR-4102




CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET MECANIQUES

	DP (min)	Stabilité (mm)	Résistances mécaniques (MPa)				MV (g/cm3)	SSB (cm³/g)	Demande en eau (%)	Q41 (J/g)	L*
			2 jours	28 jours							
Val. moyenne	164	1	32,7	61,2			3,2	3730	26,1	289	57,2
Val. garantie	> 80	< 5	> 18	> 50							

CARACTERISTIQUES CHIMIQUES

	Valeur moyenne	Valeur garantie		Valeur moyenne
SO3 (%)	2,7	≤ 3	Alcalins équivalents [Na2O + 0,658 K2O] (%)	0,5
Chlorures Cl- (%)	0,07	≤ 0,1	Alcalins actifs [suivant la norme NF P 18-454] (%)	0,5
Perte au feu 950°C (%)	1,2	≤ 3	Vc coefficient de variation des alcalins actifs	0,08
Insolubles (%)	0,4	≤ 0,75		
S- (%)	0,01	≤ 0,2		

CONSTITUANTS PRINCIPAUX ET SECONDAIRES :

Clinker Portland Val d'Azergues		99,0%		Constituant secondaire	1,0%
C3S + C2S (%)	80			Fines de cuisson	
CaO/SiO2	3				
MgO (%)	0,6				
C3S (%)	68				
C2S (%)	14				
C3A (%)	1				
C4AF (%)	15				
Al2O3 (%)	3,4				
C3A + 0,27 C3S (%)	18				
				Total des constituants	100%

AUTRES CONSTITUANTS

Gypse (%)	4
Agent de mouture ADM72 - Teneur sous forme d'extrait sec (%)	0,01
Réducteur de Chrome6 soluble - nature : solide : Teneur sous forme d'extrait sec (%)	0,4



Direction Industrielle
et Technique
Les Technodes
B.P. 01
78931 Guerville cedex

Direction Commerciale
Assistance
et Prescription Clients
Tél. : 01 34 77 78 81
Fax : 01 30 98 73 50

Version du : 25/02/2016

N° certificat CE : 0333-CPR-2209

Fiche produit de

Rombas

CEM V/A (S-V) 42,5 N CE PM-ES-CP1 NF "PMF3"

Caractéristiques physiques et mécaniques

Compression en MPa				Eau pâte pure en %	Début de prise en mn à 20 °C	Chaleur en J/g à 41h	Masse volumique en g/cm ³	Surface Blaine en cm ² /g	Stabilité en mm
1j	2j	7j	28j						
nd	19	nd	55	30.0	280	nd	nd	nd	1

Composition élémentaire (%)		Constituants (%)		Caractéristiques des constituants		
				Nature	Caractéristiques	
Perte au feu	1.4	<u>Principaux</u>		<u>Clinker (K)</u> <u>Couvrot</u>	CaO/SiO ₂	3.1
SiO ₂	30.3	Clinker (K) de	54.0		C3S+C2S	78
Al ₂ O ₃	10.9	Couvrot			MgO (%)	1.0
Fe ₂ O ₃	3.2	Laitier (S)	23.0		C3S (%)	88
TiO ₂	nd	Cendres (V)	23.0		C2S (%)	12
MnO	nd	Calcaire (L ou LL)			C3A (%)	10
CaO	47.4	Fumées de silice (D)			C4AF (%)	8
MgO	2.4	<u>Secondaires</u>		<u>Laitier (S)</u>	Laitier vitreux (%)	98.8
SO ₃	2.7	Calcaire (L ou LL)			(CaO+MgO)/SiO ₂	1.3
K ₂ O	1.00				CaO+MgO+SiO ₂ (%)	83.0
Na ₂ O	nd	Total	100.0	<u>Cendres (V)</u>	PF (%)	4.1
P ₂ O ₅	nd	<u>Sulfate de calcium</u>			CaO réactive (%)	< 7.4
S ⁻	0.23	Gypse	2.0		SiO ₂ réactive (%)	36.7
Cl ⁻	0.02	Anhydrite	3.0	<u>Calcaire</u> <u>(L ou LL)</u>	CaCO ₃ (%)	
Insoluble CEM	nd	<u>Additifs</u>			Adsorption bleu méthylène (g/100g)	
Na ₂ O éq. actif	nd	Agent de mouture	0.016		TOC (%)	
Colorimétrie (L*)	nd	Agent réducteur		<u>Fumées</u> <u>de silice (D)</u>	SiO ₂ amorphe (%)	
		Sulfate de fer	0.30		PF (%)	
					Aire massique BET (m ² /kg)	

Mouture

Broyeur(s)	5
------------	---

Stockage

Silo(s)	cf plan de silotage
---------	---------------------

Etablissement

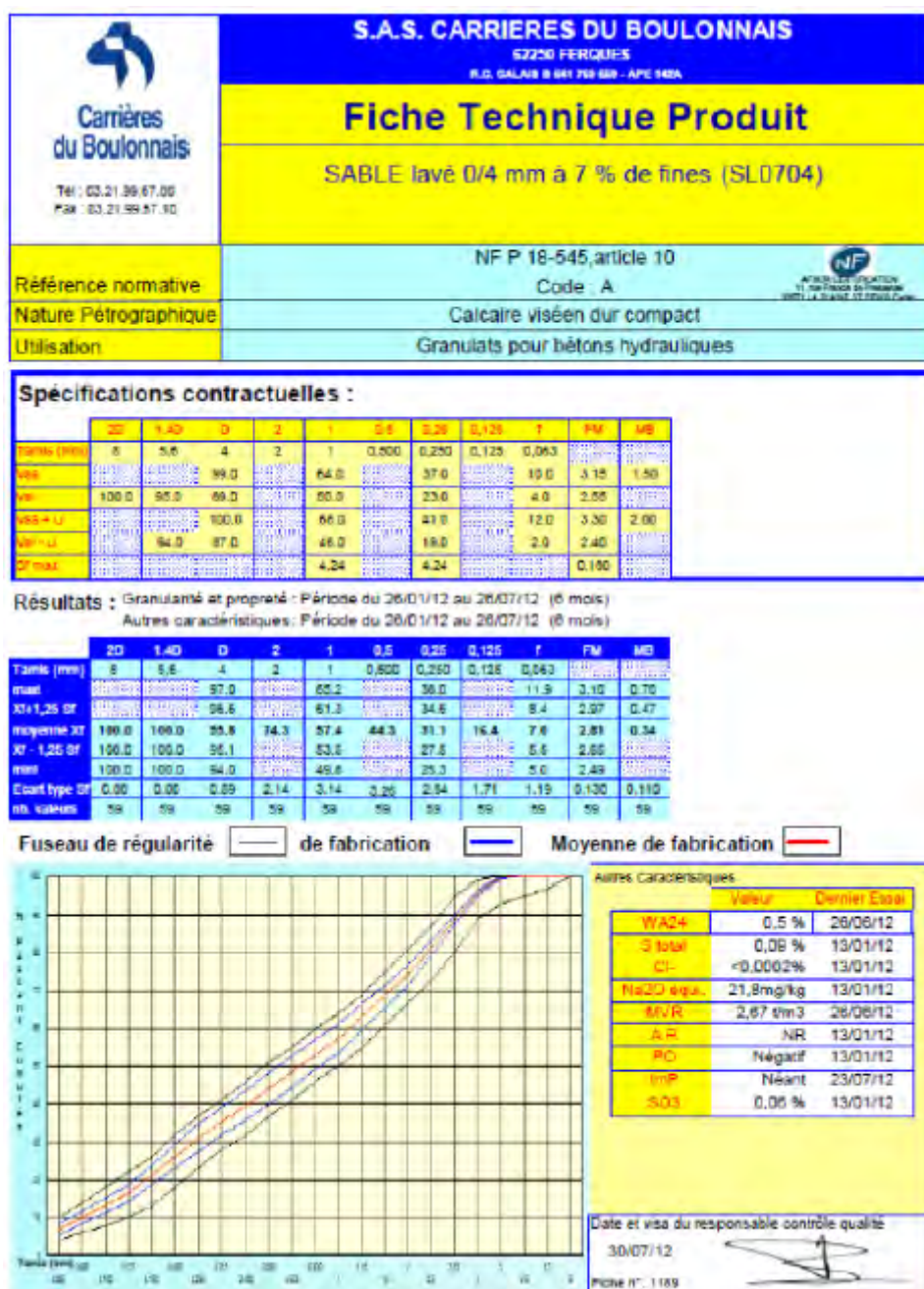
Vrac

Ensachage

Usine de Rombas

Oui

Non



 Carrières du Boulonnais Tél : 03.21.09.07.00 Fax : 03.21.09.07.10	S.A.S. CARRIÈRES DU BOULONNAIS 62250 FERQUES R.C. CALAIS 5 541 739 028 - APE 142A	
	Fiche Technique Produit GRAVILLON lavé 4/12 mm (GL0412)	
Référence normative	NF P 18-545, Article 10 Code : A	
Nature Pétrographique	Calcaire viséen dur compact	
Utilisation	Granulats pour bétons hydrauliques	

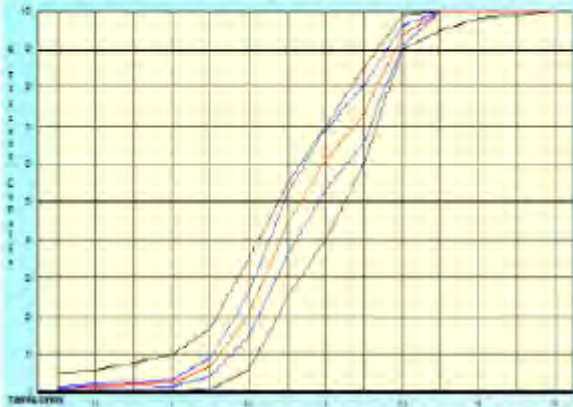
Spécifications contractuelles :

	20	140	D	D/4	d	42	f	F1	LA
Taille (mm)	25	18	12,5	9	4	2			
vis			98,0	70,0	10,0	5,0	400	20	30
vis	100,0	98,0	80,0	40,0					
vis - U			100,0	70,0	15,0	0,0	430	24	33
vis - U		97,0	65,0	34,0					
St max				0,00					

Résultats : Granularité et propreté : Période du 05/05/12 au 05/11/12 (6 mois)
 Autres caractéristiques : Période du 05/11/10 au 05/11/12 (24 mois)

	20	140	D	D/4	d	42	f	F1	LA
Taille (mm)	25	18	12,5	9	4	2			
vis			97,0	74,5	4,3	2,4	1,33	14	25
Xv1,25 St			98,2	66,4	3,4	1,7	0,81		25,2
vis - U	100,0	100,0	93,6	61,3	2,6	1,1	0,54	12,8	23,7
vis - U	100,0	100,0	91,0	60,3					
vis	100,0	100,0	87,0	42,4					
Equivalence St	0,00	0,00	2,06	6,40	0,79	0,42	0,220		1,20
vis - U	51	51	51	51	51	51	51	10	24

Fuseau de régularité 



Autres Caractéristiques

	Valeur	Dernier Essai
MOR	2,67 t/m ³	03/09/12
WA24	0,7 %	03/09/12
Na2O équ.	5,6 mg/kg	16/01/12
S total	0,03 %	16/01/12
Cl-	<0,0002%	16/01/12
MBF	1,9 g/kg	11/10/12
imp	Néant	25/10/12
A R	NR	16/01/12

 Sensibilité au gel-dégel: GA.
 Boulettes d'argile: Néant (25/10/2012)
 Présence éventuelle de nodules ferreux.

 Date et visa du responsable contrôle qualité
 05/11/12 
 Fiche n°: 1238



We create chemistry

MasterGlenium SKY 537



Superplastifiant haut réducteur d'eau pour béton à faible E/C, hautes performances et long maintien d'ouvrabilité.

Caractéristiques

Aspect	Liquide
Couleur	Jaunâtre à brun
Masse volumique à + 20° C	1,05 ± 0,02 g/cm³
pH	6,0 ± 2,0
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec	19,9 % ± 2,0
Na ₂ O eq	≤ 2 %
Transport	Non classé
Etiquetage	

Annexe 2 : Peinture conductrice



ISO 9001 Registered Quality System
Burlington, Ontario, Canada DMI File # 304008

Super Shield™ Silver Coated Copper Epoxy Conductive Coating 843ER Technical Data Sheet

843ER

Principal Components

Name	CAS Number
Part A: 2-Butanone	78-93-3
Silvered Copper	7440-22-4 + 7440-50-8
Bisphenol-A epoxy resin	25068-38-6
1-Butanol	71-36-3
Propan-2-ol	67-63-0
Part B: 2-Butanone	78-93-3
Polyamide Polymer	68410-23-1
Propan-2-ol	67-63-0
1-Butanol	71-36-3
Triethylenetetramine	112-24-3

Properties of Cured 843ER

<i>Physical Properties</i>	<i>Method</i>	<i>Value</i>
Color	Visual	Metallic brown
Resin Technology		Epoxy
Conductive Filler		Silver coated copper
Density @25 °C [77 °F]	ASTM D 792	1.0 g/mL
<i>Mechanical Properties</i>	<i>Method</i>	<i>Value</i>
Adhesion ^{a)}	ASTM D3359	5B
Pencil Hardness ^{a)}	ASTM D3363	6H, hard
<i>Electric & Magnetic Properties</i>	<i>Method</i>	<i>Value</i>
Volume Resistivity @0.078"	Method 5011.5 in MIL-STD-883H	<i>Resistance</i> <i>Conductance</i>
Surface Resistance ^{b)}	MG-ELEC-121	1.80 x 10 ⁻³ Ω·cm 556 S/cm
1 coat @2 mil	"	0.26 Ω/sq 3.8 S
2 coats @4 mil	"	0.19 Ω/sq 5.3 S
Magnetic class		Diamagnetic (Non-magnetic)
Relative Permeability		<1.0
Shielding Attenuation for 51 μm [2.0 mil]	IEEE STD 299-1997	
>10 to 100 kHz	"	84 dB to 89 dB
>100 kHz to 1 MHz	"	67 dB to 87 dB
>1 MHz to 10 MHz	"	42 dB to 62 dB
>10 MHz to 100 MHz	"	34 dB to 54 dB
>100 MHz to 1 GHz	"	54 dB to 65 dB
>1 GHz to 10 GHz	"	54 dB to 63 dB
>10 GHz to 18 GHz	"	43 dB to 64 dB

Annexe 3 : Sondes thermo-hygrométriques

Honeywell

HIH-4000 Series Humidity Sensors



DESCRIPTION

The HIH-4000 Series Humidity Sensors are designed specifically for high volume OEM (Original Equipment Manufacturer) users.

Direct input to a controller or other device is made possible by this sensor's near linear voltage output. With a typical current draw of only 200 μ A, the HIH-4000 Series is often ideally suited for low drain, battery operated systems.

Tight sensor interchangeability reduces or eliminates OEM production calibration costs. Individual sensor calibration data is available.

FEATURES

- Molded thermoset plastic housing
- Near linear voltage output vs % RH
- Laser trimmed interchangeability
- Low power design
- Enhanced accuracy
- Fast response time
- Stable, low drift performance
- Chemically resistant

The HIH-4000 Series delivers instrumentation-quality RH (Relative Humidity) sensing performance in a competitively priced, solderable SIP (Single In-line Package).

Available in two lead spacing configurations, the RH sensor is a laser trimmed, thermoset polymer capacitive sensing element with on-chip integrated signal conditioning.

The sensing element's multilayer construction provides excellent resistance to most application hazards such as wetting, dust, dirt, oils and common environmental chemicals.

POTENTIAL APPLICATIONS

- Refrigeration equipment
- HVAC (Heating, Ventilation and Air Conditioning) equipment
- Medical equipment
- Drying
- Metrology
- Battery-powered systems
- OEM assemblies

HIH-4000 Series

Table 1. Performance Specifications (At 5 Vdc supply and 25 °C [77 °F] unless otherwise noted.)

Parameter	Minimum	Typical	Maximum	Unit	Specific Note
Interchangeability (first order curve)	—	—	—	—	—
0% RH to 50% RH	-5	—	5	% RH	—
60% RH to 100% RH	-8	—	8	% RH	—
Accuracy (best fit straight line)	-3.5	—	+3.5	% RH	1
Hysteresis	—	3	—	% RH	—
Repeatability	—	±0.5	—	% RH	—
Settling time	—	—	70	ms	—
Response time (1/e in slow moving air)	—	5	—	s	—
Stability (at 50% RH)	—	1.2	—	% RH	—
Voltage supply	4	—	5.8	Vdc	2
Current supply	—	200	500	µA	—
Voltage output (1 st order curve fit)	$V_{OUT} = (V_{SUPPLY})(0.0062(\text{sensor RH}) + 0.16)$, typical at 25 °C				
Temperature compensation	True RH = (Sensor RH)/(1.0546 - 0.00216T), T in °C				
Output voltage temperature, coefficient at 50% RH, 5 V	—	-4	—	mV/°C	—
Operating temperature	-40[-40]	See Figure 1.	85[185]	°C[°F]	—
Operating humidity	0	See Figure 1.	100	% RH	3
Storage temperature	-50[-58]	—	125[257]	°C[°F]	—
Storage humidity	See Figure 2.			% RH	3

Specific Notes:

1. Can only be achieved with the supplied slope and offset.
For HIH-4000-003 and HIH-4000-004 catalog listings only.
2. Device is calibrated at 5 Vdc and 25 °C.
3. Non-condensing environment.

General Notes:

- Sensor is ratiometric to supply voltage.
- Extended exposure to ≥90% RH causes a reversible shift of 3% RH.
- Sensor is light sensitive. For best performance, shield sensor from bright light.

FACTORY CALIBRATION DATA

HIH-4000 Sensors may be ordered with a calibration and data printout. See Table 2 and the order guide on the back page.

Table 2. Example Data Printout

Model	HIH-4000-003
Channel	92
Wafer	030998M
MRP	337313
Calculated values at 5 V	
V_{OUT} at 0% RH	0.826 V
V_{OUT} at 75.3% RH	3.198 V
Linear output for 3.5% RH accuracy at 25 °C	
Zero offset	0.826 V
Slope	31.483 mV/%RH
RH	$(V_{OUT} - \text{zero offset})/\text{slope}$ $(V_{OUT} - 0.826)/0.0315$
Ratiometric response for 0% RH to 100% RH	
V_{OUT}	$V_{SUPPLY} (0.1652 \text{ to } 0.7952)$



HM1500LF – Relative Humidity Module



- Small size product
- Product free from Lead, Cr(6+), Cd and Hg
- Humidity calibrated within $\pm 2\%$ @55%RH
- Typical 1 to 3.6 Volt DC output for 0 to 100% RH at 5Vdc supply
- Ratiometric to voltage supply from 4.75Vdc to 5Vdc
- Patented solid polymer structure

DESCRIPTION

Based on the rugged HS1101LF capacitive humidity sensor, HM1500LF is a dedicated humidity transducer designed for OEM applications where a reliable and accurate measurement is needed. Direct interface with a micro-controller is made possible with the module's linear voltage output.

FEATURES

- Full interchangeability
- High reliability and long term stability
- Not affected by water immersion
- Very low temperature dependence
- Suitable for 3 to 10 Vdc supply voltage

Humidity Sensor Specific features

Instantaneous de-saturation after long periods in saturation phase

Fast response time

Part could be washed with distilled water

(1) Soldering temperature profiles available on request / contact us at humidity.application@meas-spec.com

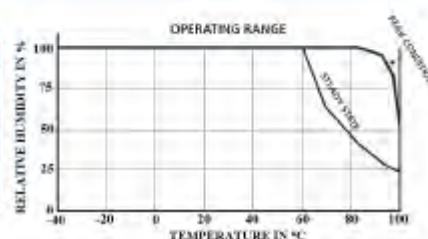
APPLICATIONS

- Industrial
- Process control
-

PERFORMANCE SPECS

MAXIMUM RATINGS

Ratings	Symbol	Value	Unit
Storage Temperature	Tstg	-30 to 70	°C
Storage Humidity	RHstg	0 to 100	% RH
Supply Voltage (Peak)	Vs	10	Vdc
Humidity Operating Range	RH	0 to 100	% RH
Temperature Operating Range	Ta	-40 to 60	°C



HM1500LF – Relative Humidity Module

ELECTRICAL CHARACTERISTICS

(Ta=23°C, Vs=5Vdc +/-5%, RL>1MΩ unless otherwise stated)

Humidity Characteristics	Symbol	Min	Typ	Max	Unit
Humidity Measuring Range	RH	0		100	%RH
Relative Humidity Accuracy (10 to 95% RH)	RH		+/-3	+/-5	%RH
Supply Voltage (regulated at 5Vdc*)	Vs		5		Vdc
Nominal Output @55%RH (at 5Vdc)	Vout	2.42	2.48	2.54	V
Current consumption	Ic		1.4	2	mA
Temperature Coefficient (10 to 50°C)	Tcc		-0.05	-0.1	%RH/°C
Average Sensitivity from 33% to 75%RH	$\Delta V_{out}/\Delta RH$		+26		mV/%RH
Sink Current Capability (RL=33kΩ)	Is			150	μA
Humidity Hysteresis				+/-1	%RH
Time Constant (at 63% of signal, static) 33% to 75%RH	τ			10	s
Warm up time (electronic)	tw		150		ms
Humidity resolution			0.4		%RH
Output Impedance	Z		70		Ω

*Maximum power supply ramp up time to Vcc should be less than 4ms.

TYPICAL PERFORMANCE CURVES

HUMIDITY SENSOR

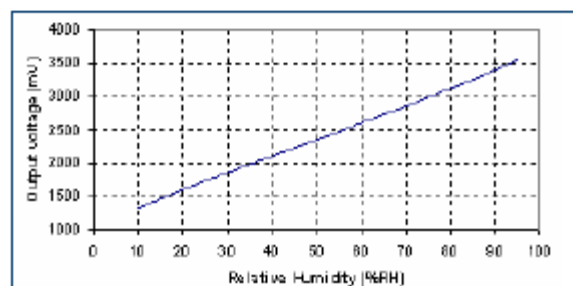
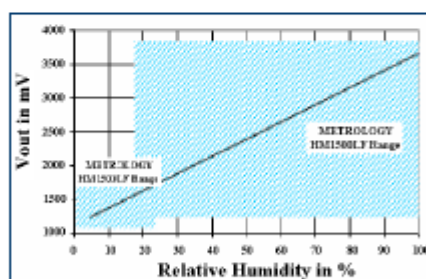
- Measurement conditions

HM1500LF is specified for accurate measurements within 10 to 95% RH.

Excursion out of this range (<10% or >95% RH, including condensation) does not affect the reliability of HM1500LF characteristics.

Dedicated HM15XX products are available for extreme RH conditions (as HM1520 for low dewpoints). Consult MEAS-FRANCE for further information.

- Modeled Signal Output



RH (%)	Vout (mV)	RH (%)	Vout (mV)
10	1325	55	2480
15	1465	60	2605
20	1600	65	2730
25	1735	70	2860
30	1860	75	2990
35	1990	80	3125
40	2110	85	3260
45	2235	90	3405
50	2360	95	3555

Annexe 4 : Modélisation de l'imbibition avec prise en compte du profil de saturation initial réel : démarche et résultats obtenus

Nous avons montré dans la partie IV.3.2.6, qu'en première approximation, l'hypothèse d'un profil initial constant permet de restituer les cinétiques d'imbibition capillaire, d'absorption ou de transfert de vapeur pour des matériaux initialement partiellement saturés. Ainsi, une seule remontée est considérée à partir de la saturation initiale moyenne des matériaux étudiés. Toutefois, nous avons souligné l'importance de la prise en compte du profil de saturation initial réel des matériaux afin de pouvoir rendre compte des phénomènes correctement. Nous avons donc considéré dans la modélisation autant de lois de remontée que nous avons de nœuds à différents états de saturation au sein du matériau. Cela a été rendu possible grâce à l'aboutissement de l'étude numérique pour l'intégration dans le modèle de transfert hydrique de l'évolution de chaque nœud en fonction de son état de saturation initial, par le biais du modèle de réseaux poreux. Les étapes de la modélisation sont les suivantes :

- Le profil de saturation initial des matériaux partiellement saturés est récupéré à partir du modèle de séchage (Figure V-1). Les différents profils de changement de phase μ et de pression correspondants sont également récupérés (pression capillaire P_c , pression d'air P_a , pression de vapeur P_v)

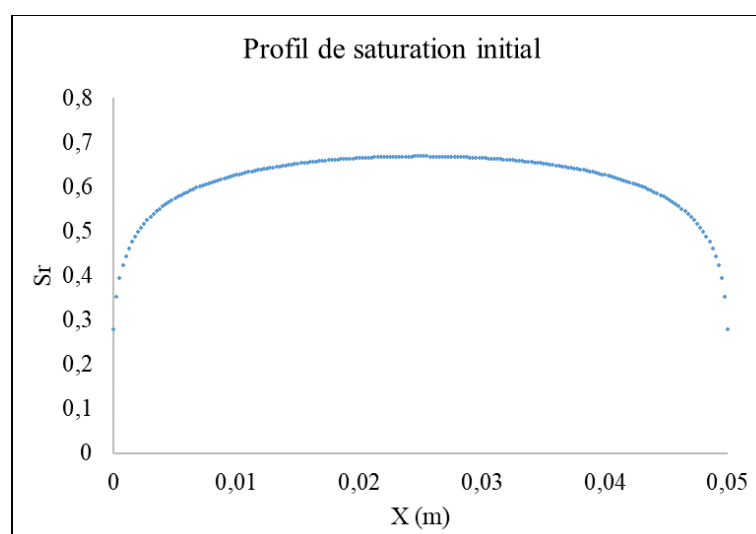


Figure V-1 : Profil de saturation à l'issue du séchage pour un béton B1 à 60% Sr global

- Les profils de saturation et de pressions récupérés sont intégrés au modèle d'imbibition en condition initiale en substitution à une saturation et pressions globales.
- Le modèle de réseau poreux est intégré au modèle d'imbibition afin de considérer pour chaque nœud une remontée correspondant à son propre état de saturation. La Figure V-2 montre les isothermes considérées qui sont générés à partir du profil de saturation de la figure V-1.

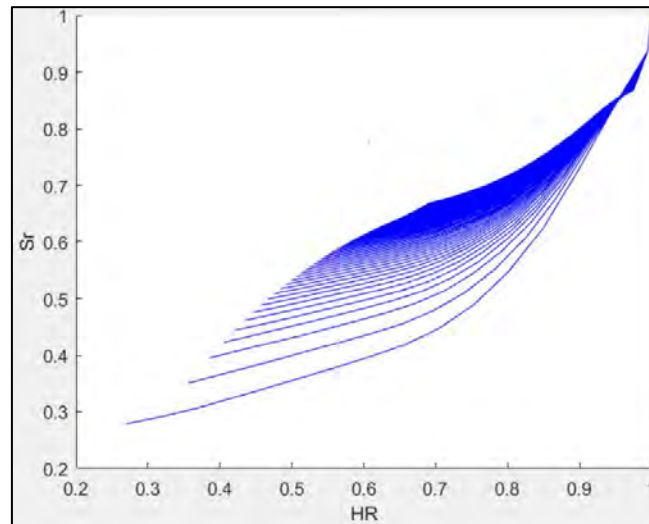


Figure V-2 : Isothermes générées à partir du profil de saturation et considérées dans la modélisation

Les résultats obtenus en Figure V-3 montre l'amélioration des cinétiques en considérant l'évolution de saturation propre à chaque nœud. En effet, la courbe en rouge obtenue à partir de cette approche se rapproche le plus des points expérimentaux sans modification de la hauteur du matériau. La perméabilité intrinsèque considérée dans la modélisation reste proche de celle obtenue expérimentalement. En revanche, la courbure expérimentale n'est pas encore totalement reproduite, les investigations devront donc être poursuivies.

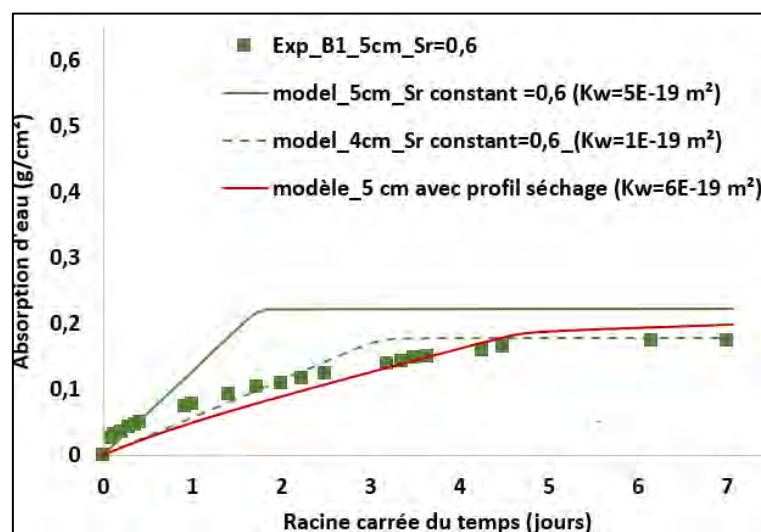


Figure V-3 : Absorption d'eau en fonction de l'état de saturation pour le béton B1 initialement à 60%

Annexe 5 : Etude paramétrique

❖ Influence de la résistance à la diffusion de vapeur R_d sur les cinétiques de transfert

L'influence de la résistance à la diffusion de vapeur R_d est mise en évidence sur les cinétiques de séchage en Figure V-4 et d'absorption d'eau en Figure V-5. Deux constats se dégagent des résultats :

- D'un part, quel que soit le R_d considéré (mod.1 ; mod.2 ou mod.3), les cinétiques de séchage à court terme (jusqu'à 200 jours) reste inchangées. A plus long terme, malgré un léger décalage, on constate que ce paramètre n'a pas d'influence notable sur les cinétiques de séchage.
- D'autre part, en considérant le mod.3 pour l'absorption d'eau par capillarité, on constate qu'en dehors du palier, une augmentation d'un facteur 100 du R_d ne joue pas sur la cinétique et une réduction d'un facteur 100 joue simplement au niveau de la stabilisation qui est retardée mais n'a pas de réelle influence sur la cinétique globale d'imbibition. On retrouve dans le cas de R_d divisé par 100 l'allure obtenue avec le mod.2 qui utilise aussi un R_d faible, celui de Millington modifié. Cela paraît normal du fait des forces motrices développées, c'est principalement le transfert liquide qui pilote la cinétique

❖ Influence de la contribution gazeuse sur les cinétiques de transfert

L'influence de la contribution gazeuse est mise en évidence sur les cinétiques de séchage en Figure V-6 et de diffusion de vapeur en Figure V-7.

Pour le séchage on reprend chaque modèle (mod1, mod2, mod3) et on supprime la contribution gazeuse apportée par le flux massique de chaque constituant gazeux i ($\vec{w}_i$) qui est la somme du flux convectif ($\vec{w}_i^c$) gouverné par la loi de Darcy et du flux diffusif ($\vec{w}_i^d$) gouverné par la loi de Fick (voir équation (V-1) et (V-2)). Dans le modèle Matlab, cette modification est effectuée dans la fonction « perte de masse ». Les résultats montrent clairement que dans les premiers jours, la perte de masse liée au mouvement de l'eau liquide joue le rôle principal, car les cinétiques avec et sans prise en compte de la contribution gazeuse sont confondues. Par la suite, l'écart s'accroît progressivement entre les deux courbes

rendant ainsi compte de la contribution gazeuse augmente progressivement. Cela s'explique par le fait que l'eau liquide est libérée du réseau de pores pendant le séchage, et qu'il y a par la suite plus d'espace disponible pour le transport de la vapeur d'eau. On peut noter l'importance de la contribution gazeuse dans le modèle 3, du fait de la perméabilité intrinsèque utilisée, plus forte que pour les autres modèles. Cette contribution est fortement réduite pour le modèle 2, malgré une perméabilité intrinsèque encore importante puisque le R_d utilisé dans ce cas est très faible (Figure IV-17). Enfin, la contribution gazeuse pour le modèle 1 se trouve réduite par l'utilisation d'une perméabilité très faible. Les fortes valeurs de R_d utilisées dans ce modèle (Millington) ne permettent pas de compenser la très faible perméabilité utilisée en entrée.

Ces effets sont encore plus marqués dans le cas de la diffusion de vapeur. Pour le mod.1 les résultats montrent que le transfert est principalement diffusif et que la contribution vapeur est très importante, la contribution liquide est très faible du fait de la perméabilité utilisée en entrée. Pourtant avec une humidité relative moyenne autour de 55% il est probable que la continuité liquide ait encore lieu localement dans l'échantillon et que la contribution liquide soit un peu plus importante que ce que prédit le mod.1, notamment du côté à 76% d'HR. Les cinétiques du mod.2 restent inchangées avec ou sans contribution gazeuse. Cela est tout à fait normal puisque la contribution gazeuse est négligeable du fait des R_d utilisés, il est donc nécessaire de grossir la contribution liquide pour pouvoir rendre compte de l'expérience, comme cela a été évoqué en partie IV.3.2.8. Enfin on remarque que le mod.3 nécessite la prise en compte de la contribution gazeuse pour reproduire l'expérience, toujours en utilisant une perméabilité en entrée proche de celle mesurée mais que la contribution liquide est dans ce cas loin d'être négligeable. C'est aussi le modèle qui rend le mieux compte de la phase transitoire.

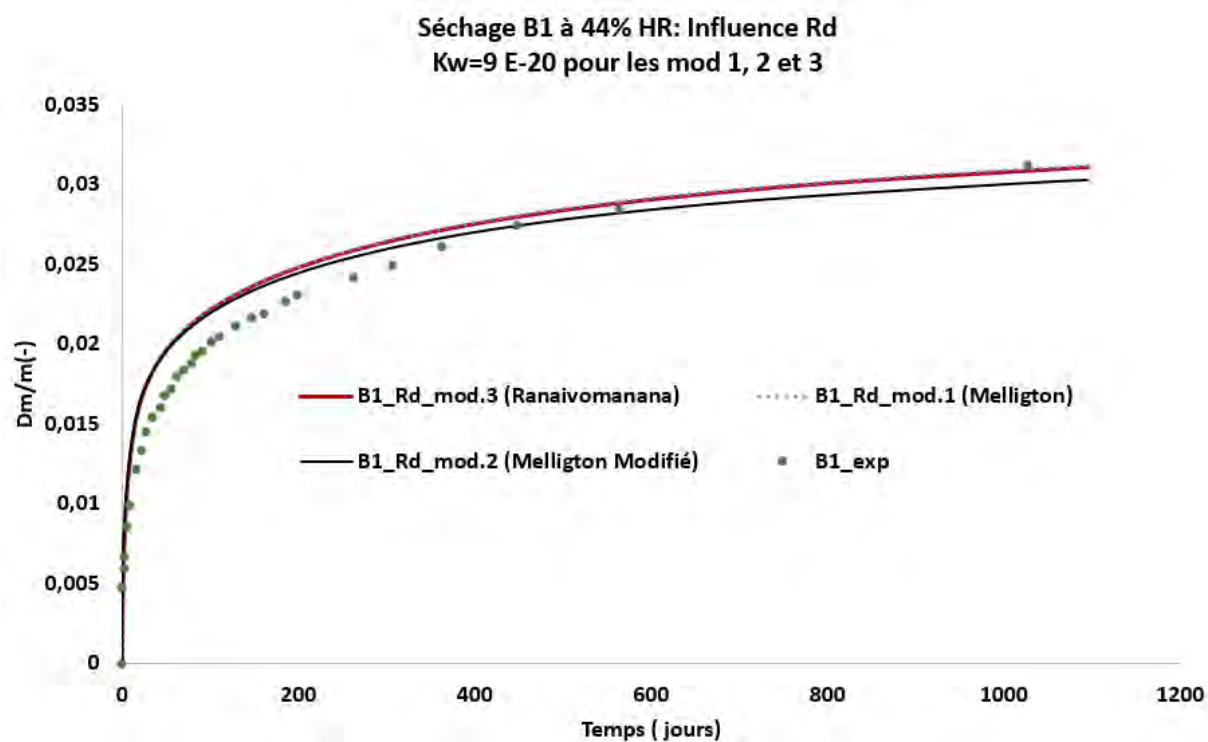


Figure V-4 : Influence de Rd sur la cinétique de séchage pour le béton B1

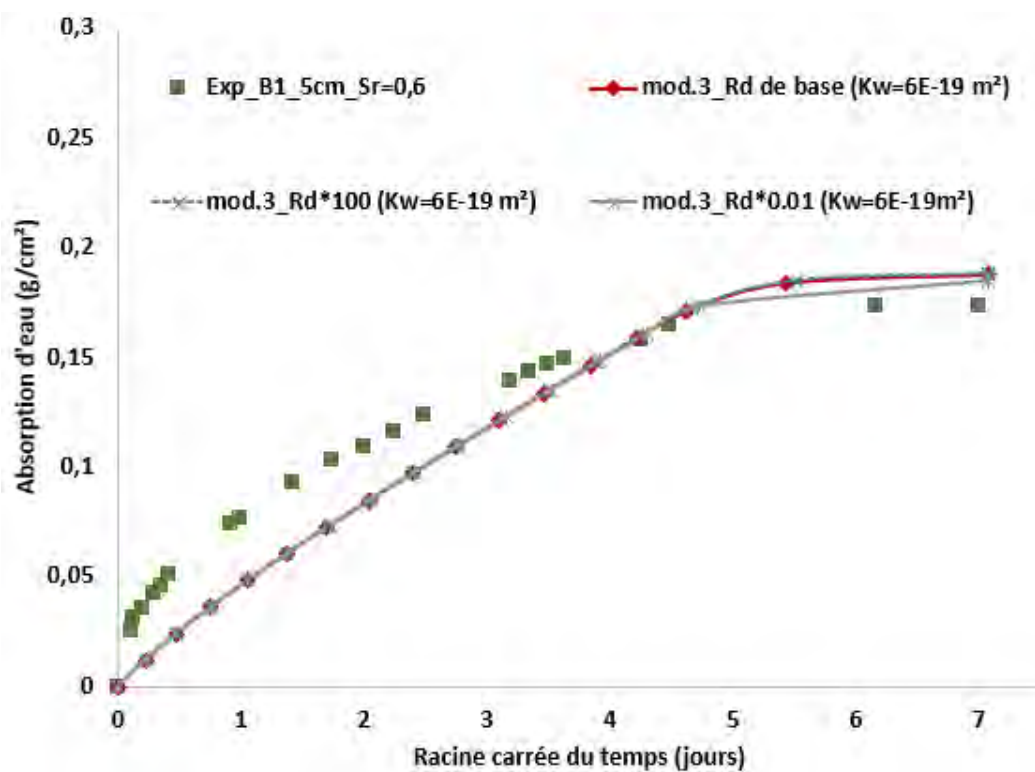


Figure V-5 : Influence de Rd sur la cinétique d'absorption d'eau pour le béton B1 initialement à 60%

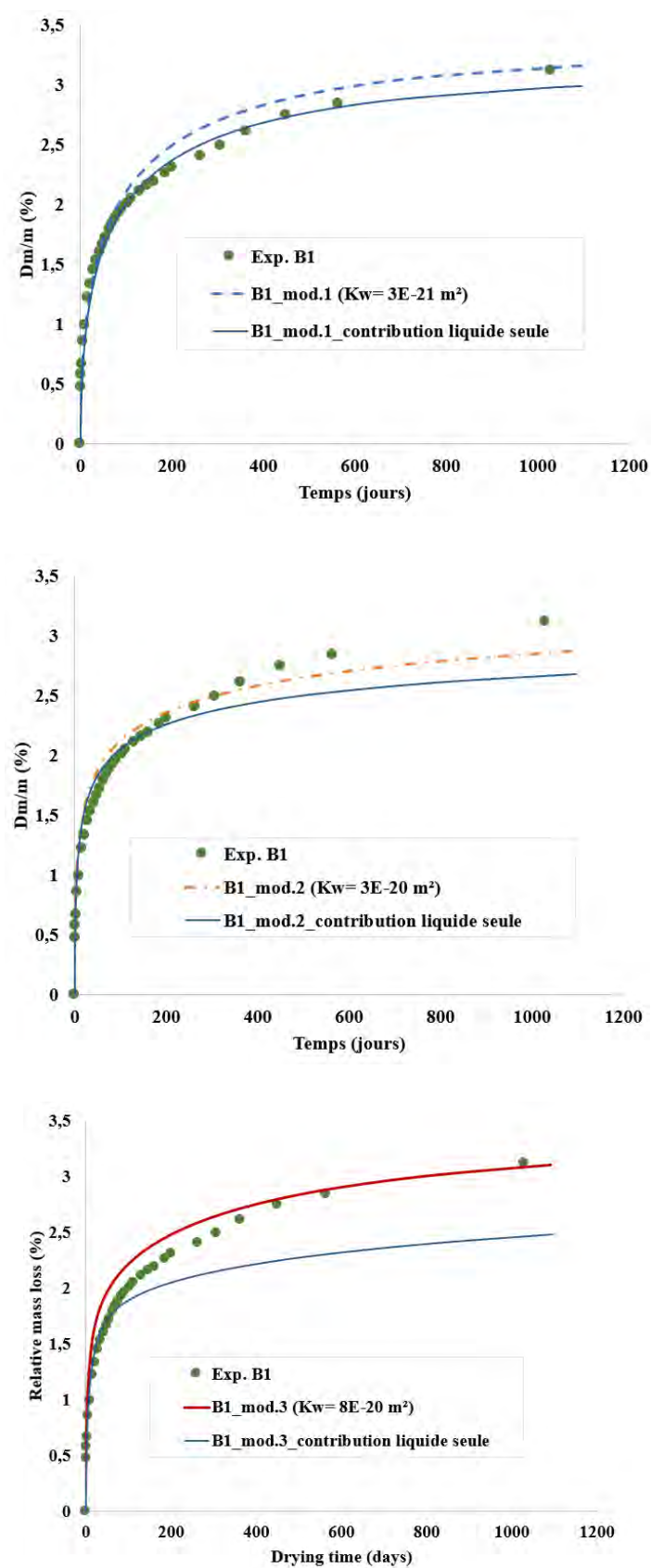


Figure V-6 : Cinétique de séchage avec et sans prise en compte de la contribution gazeuse

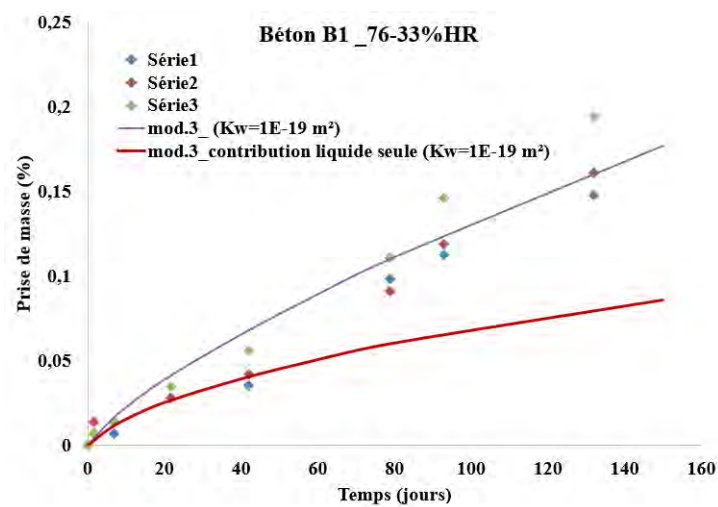
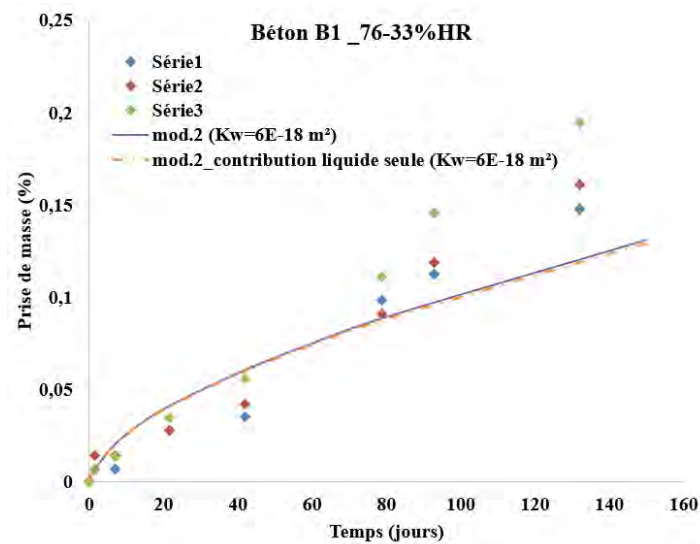
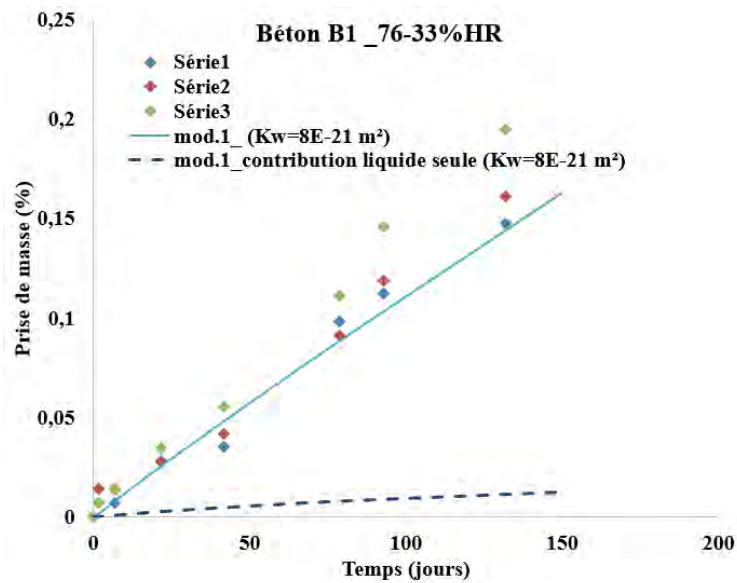


Figure V-7 : Cinétique de diffusion de vapeur avec et sans prise en compte de la contribution gazeuse