

**Université de Lille**

## **HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES**

Spécialité : Mécanique des Matériaux - Génie Civil

Par

**Franck AGOSTINI**

Unité de recherche : LaMcube – CNRS - UMR 9013 -

Titre :

### **La mesure de perméabilité comme outil d'aide à la compréhension du comportement des matériaux et des structures du génie civil**

Soutenue le 17 mai 2018 à Centrale Lille

Président :	N. Burlion	Professeur au LamCube – Polytech'Lille
Garant :	F. Skoczylas,	Professeur au LamCube - Centrale Lille
Rapporteurs :	L. Dormieux,	Professeur au Laboratoire NAVIER - ENPC
	A. Khelidj	Professeur au GeM - IUT de Saint Nazaire
	J.-M. Torrenti	Directeur délégué – MAST- IFSTTAR
Invitée :	V. Baroghel-Bouny	Chef de groupe – MAST- IFSTTAR

Ecole Doctorale SPI (072)

## RESUME :

La mesure de la perméabilité des géomatériaux revêt une importance particulière lorsqu'il s'agit d'évaluer les propriétés d'étanchéité de certains ouvrages (bâtiment réacteur de centrales nucléaires, site de stockage de déchets radioactif...), ou le potentiel de production d'un gisement de gaz conventionnel ou non. La perméabilité est également considérée comme un indicateur de durabilité pour les matériaux cimentaires. Les travaux qui sont présentés dans ce mémoire d'HDR visent à élargir le champ d'utilisation de cet outil. Il apparaît en effet que la perméabilité est extrêmement sensible aux changements de la morphologie et de la connectivité du réseau percolant. Dès lors, la perméabilité peut être vue comme un indicateur de modification de la microstructure du matériau considéré. Une étude portant sur le couplage hydro-mécanique dans les réservoirs de grès non-conventionnels a ainsi permis de mettre en évidence les mécanismes de fermeture des interfaces entre les grains pilotant le comportement poromécanique et les propriétés de transfert. L'utilisation de méthodes numériques par homogénéisation micromécanique a permis, dans une démarche explicative, de valider les comportements macroscopiques observés. Par ailleurs, la mesure de perméabilité effective a été utilisée pour mettre au point un capteur innovant, baptisé « pulse », permettant la mesure *in situ* de la saturation en eau dans les ouvrages massifs en béton. Ces capteurs ont ainsi été implantés dans des ouvrages tels que l'EPR de Flamanville ou le laboratoire souterrain de l'ANDRA, permettant de tester la faisabilité à l'échelle industrielle. Plus généralement il s'agit de développer l'usage de la perméabilité tant du point de vue recherche que normatif, via le développement de méthodes de mesures originales et une métrologie adaptée aux matériaux à très faible perméabilité et aux nouveaux matériaux.

**Mots clefs :** béton, roche, perméabilité, poro-mécanique, durabilité.

## ABSTRACT :

The measurement of geomaterials permeability is of particular importance when it comes to evaluating the sealing properties of strategic structures (reactor building of nuclear power plants, radioactive waste storage site, etc.), or for the production potential of a conventional (or not) gas field. Permeability is also considered as an indicator of durability for cementitious materials. The work presented in this HDR thesis aims to broaden the scope of this tool. It appears that the permeability is extremely sensitive to changes in the morphology and connectivity of the percolating network. Therefore, the permeability can be seen as an indicator of microstructural modification of the investigated material. A study on the hydro-mechanical coupling on unconventional sandstone reservoirs has thus allowed to highlight the closing mechanisms of the interfaces between the grains, controlling the poromechanical behaviour and the transfer properties. The use of numerical methods (micromechanical homogenization) have been used in order to provide support to these experiments and to explain (at least qualitatively) the observed macroscopic behaviours. In addition, the effective permeability measurement was used to develop an innovative sensor, called "pulse", allowing *in situ* measurement of water saturation in large concrete structures. These sensors have thus been implanted in structures such as the EPR in Flamanville or the ANDRA underground laboratory, making it possible to test the feasibility on an industrial scale. More generally, the aim is to develop the use of permeability both from a research and a normative point of view, through the development of original measurement methods and metrology adapted to very low permeability materials and new materials.

**Keywords :** concrete, rocks, permeability, poromechanics, durability.

## Sommaire

Curriculum Vitae .....	5
Activités de recherche.....	6
Activité de recherche de thèse : sédiments marins.....	7
Synthèse des encadrements M2 et Thèses .....	8
M2 encadrés .....	8
Thèses encadrées .....	11
Collaborations Scientifiques .....	16
Collaborations industrielles.....	18
Responsabilités collectives.....	24
Activités d'enseignement.....	25
La mesure de perméabilité comme outil d'aide à la compréhension du comportement des matériaux et des structures du génie civil .....	26
1. Introduction.....	26
2. Identification des mécanismes pilotant les transferts dans les milieux à faible perméabilité : application aux grès « tight » .....	27
2.1 Le défi de la mesure des faibles perméabilités .....	27
2.1.1 Protocoles et moyens expérimentaux.....	28
2.1.2 Limites expérimentales.....	29
2.2 Problématique des grès « tight » .....	29
2.3 Principaux résultats.....	32
2.3.1 Caractérisation de la microstructure .....	32
2.3.2 Sensibilité à la saturation.....	32
2.3.2.1 Conditionnement des échantillons.....	32
2.3.2.2 Mesures de perméabilités relatives au gaz.....	33
2.3.3 Effet du confinement .....	34
2.3.4 Couplage saturation confinement.....	36
2.3.5 Comparaison avec les « outils » industriels.....	38
2.4 Utilisation des outils de modélisation micro-mécaniques (Poro-mécanique, Perméabilité) .....	43
2.4.1 Mesure de la porosité et des propriétés poro mécaniques sous chargement.....	43
2.4.2 Approche micro mécanique axée sur les propriétés de transfert.....	45
2.5 Conclusion et perspectives partielles.....	48
3. La perméabilité in situ comme indicateur dans les structures en béton : la mesure « pulse » .....	49
3.1 Contexte .....	49
3.2 Origine de la mesure « pulse » .....	51
3.3 Principe de la mesure « pulse » .....	51
3.3.1 Relation saturation perméabilité effective au gaz.....	51
3.3.2 Calibration en laboratoire .....	52
3.3.3 Mesure in situ de la perméabilité effective au gaz .....	55

3.3.4	Evaluation de la saturation .....	60
3.3.5	Sensibilité de la mesure « pulse ».....	61
3.3.5.1	Différence de perméabilité intrinsèque .....	62
3.3.5.2	Fissuration ou chemin de fuite.....	62
3.3.5.3	Variation de saturation locale .....	63
3.3.5.4	Mise en évidence de la cause des disparités .....	63
3.3.5.5	Modélisation du séchage .....	64
3.4	Instrumentations en cours.....	65
3.5	Evaluation de l'endommagement via les mesures « pulse » .....	67
3.5.1	Relation endommagement perméabilité au gaz .....	67
3.5.2	Essais en laboratoire sur poutre instrumentée .....	68
4.	L'eau pour étancher les structures : .....	70
4.1	Problématique .....	70
4.2	Campagne d'essai sur éprouvettes unidimensionnelles.....	71
4.2.1	Présentation de la campagne expérimentale .....	71
4.2.1.1	Description des éprouvettes.....	71
4.2.1.2	Plan d'expérience .....	72
4.2.2	Principaux résultats de l'étude .....	72
4.2.2.1	Progression du front d'imbibition.....	72
4.2.2.2	Mesure des perméabilités au gaz .....	73
4.2.2.3	Courbe de perméabilité relative .....	73
4.3	Utilisation des résultats obtenus dans le contexte de l'étude.....	74
4.3.1	Fittage des points expérimentaux .....	74
4.3.2	Evaluation de la perméabilité des éprouvettes complètes .....	74
4.3.3	Effet de l'aspersion sur la réduction de la perméabilité .....	75
4.3.4	Effet du séchage.....	77
4.3.5	Conclusion partielle .....	78
4.4	Essais sur plaques 42 x 33 x 10 cm <sup>3</sup> .....	78
4.4.1	Description des éprouvettes .....	78
4.4.2	Plan d'expérience .....	79
4.4.3	Résultats de l'aspersion des dalles.....	81
4.5	Campagne sur mur d'essai.....	82
4.5.1	Caractérisation initiale du mur d'essai.....	82
4.5.2	Campagne expérimentale d'aspersion .....	87
4.5.3	Impact de l'aspersion sur la perméabilité .....	88
4.6	Conclusions de l'étude.....	90
5.	Perspectives.....	91
5.1	Perspectives liées à la thématiques grès « tights » .....	91
5.2	Perspectives liées à la technologie « pulse » .....	92
5.3	Perspectives liées au couplage mécanique-perméabilité .....	93
5.4	Perspectives liées aux « autres matériaux » et fabrication additive .....	94



---

5.5 Thématique liée à l'aspect normatif .....	94
6. Références .....	96
Publications .....	101

## Curriculum Vitae

Prénoms : Franck Francis Jean

Nom: Agostini

Grade : Maître de conférences

Etablissement : Centrale Lille – LamCube CNRS UMR 9013

Cité Scientifique CS20048

59651 Villeneuve d'Ascq Cedex

Date de naissance : 11/02/1979

Section CNU : 60

Contact : +33 3 20 43 43 07

Mél : franck.agostini@centralelille.fr

### Cursus académique et professionnel

Sept. 2007	<b>Membre du Laboratoire de Mécanique de Lille</b> (CNRS FRE 3723) au sein de l'équipe de recherche 4 (couplages THMC dans les géomatériaux), transformé depuis en Laboratoire de Mécanique Multiphysique et Multiéchelle (LaMcube) (enjeu GEo-Matériaux).
Sept. 2008	<b>Titularisation sur un poste de Maître de conférences</b> en 60 <sup>e</sup> section à l'Ecole Centrale de Lille.
Sept. 2007	<b>Affectation sur un poste de Maître de conférences</b> en 60 <sup>e</sup> section à l'Ecole Centrale de Lille.
Sept. 2006 à sept. 2007	<b>ATER</b> à l'Ecole Centrale de Lille au laboratoire de Génie Civil.
Fév. 2006 à août. 2006	<b>Agent contractuel pour un service d'enseignement à temps partiel</b> à l'Ecole Centrale de Lille au laboratoire de Génie Civil.
Juin 2006	Soutenance d'une <b>thèse de doctorat de l'Ecole Centrale de Lille</b> , effectuée sous la direction de Frédéric Skoczylas, « Inertage et valorisation des sédiments de dragage marins », bourse CIFRE avec l'entreprise SOLVAY FRANCE de février 2003 à février 2006, soutenu le 19 juin 2006, spécialité : Génie Civil, mention très honorable avec les félicitations.

---

## **Activités de recherche**

Les activités de recherche d'un enseignant chercheur sont fortement dépendantes du contexte dans lequel celui-ci évolue. Le hasard des rencontres avec certains partenaires universitaires et les opportunités offertes par les contrats proposés par des industriels influent beaucoup sur le déroulé d'une carrière, parfois au détriment d'une certaine cohérence d'ensemble. La forte activité contractuelle du laboratoire de génie civil de Centrale Lille a ainsi été à l'origine de la diversité des thématiques abordées pendant mon début de carrière. Loin d'être ressentie comme handicapante, cette variété m'a offert l'opportunité de sans cesse devoir repenser les dispositifs expérimentaux et les méthodes d'interprétation. Cette remise en question permanente m'a permis une prise de recul et un approfondissement des connaissances supposées acquises. De nouveaux domaines de recherche se sont également fait jour au-delà des matériaux classiques du génie civil.

Ce premier chapitre consacré à mes activités de recherche vise entre autre à rendre compte de cet éventail de thématiques au travers de mes travaux de thèse, des stages de Master 2 et des thèses que j'ai encadré ou co-encadré, de mes diverses collaborations scientifiques et industrielles.

## *Activité de recherche de thèse : sédiments marins*

Ma thèse de doctorat s'est déroulée au sein du laboratoire de génie civil de Centrale Lille, faisant partie du Laboratoire de Mécanique de Lille, sous la direction de Frédéric Skoczylas et la co-direction de Zoubair Lafhaj. Il s'agissait d'une thèse Cifre financée par l'entreprise Solvay. Celle-ci avait mis au point un procédé d'inertage des sédiments de dragage baptisé Novosol®. La problématique du devenir des sédiments de dragage représentait un enjeu économique et environnemental qui est aujourd'hui encore à l'origine de nombreux projets de recherche nationaux et internationaux. La difficulté réside dans les énormes volumes concernés et dans la teneur élevée de ces sédiments en polluants inorganiques (métaux lourds) et organiques (PCB, HAP, hydrocarbures...). La mise en décharge de ces matériaux est couteuse mais leur dépollution l'est encore plus. Pour qu'un traitement puisse être envisagé il est nécessaire de pouvoir valoriser les matériaux issus du procédé d'inertage. Une des voies de valorisation est le génie civil en raison des volumes de matériaux qu'utilise ce secteur d'activité et de la tension existante sur l'approvisionnement en granulats « naturels ». Mon mémoire de thèse s'intitule ainsi « Inertage et valorisation des sédiments de dragage marin » (Agostini, 2006). L'objectif de cette étude consistait à évaluer la faisabilité de la valorisation de sédiments de dragage issus du port autonome de Dunkerque dans des matériaux à matrice cimentaire.

Le traitement Novosol® consiste en une première étape dite de « phosphatation » permettant le piégeage des métaux lourds dans un minéral de type phospho-apatite réduisant leur mobilité. La deuxième étape consiste à calciner les sédiments afin d'éliminer la matière organique. Il en résulte des granulats présentant une forte porosité et une résistance mécanique médiocre, les apparentant à des granulats légers. L'étude a consisté à évaluer les caractéristiques mécaniques de mortiers incorporant des sédiments traités en fonction de la taille des granulats incorporés et de leur fraction volumique. La durabilité des matériaux produits a également été abordée par le biais d'essais de perméabilité au gaz, de résistance au gel/dégel et au marnage. Si les performances des matériaux obtenus se sont révélées très satisfaisantes vis-à-vis d'une utilisation non structurelle, ce sont les aspects réglementaires qui se sont révélés les plus contraignants, ce qui est aujourd'hui encore au cœur du problème des sédiments de dragage.

Outre le mémoire de thèse, cette thématique de recherche a fait l'objet de trois publications de rang A et de quatre communications dans des congrès internationaux avec actes.

## *Synthèse des encadrements M2 et Thèses*

### *M2 encadrés*

1. « Mise en place d'un banc d'essai de mesure de la corrosion aux interfaces acier/ciment »

- Etudiante : Sophie LAMOUR
- Master 2 de Génie Civil, de Centrale Lille.
- Stage réalisé au Laboratoire de Mécanique de Lille de mars à août 2008.
- Encadrement : F. Agostini (50 %) et F. Skoczylas (50 %)

Résumé :

Dans le cadre du groupement de laboratoires GL-ESC (Évolution des Structures Cimentaires) piloté par l'ANDRA, une étude a été initiée au laboratoire en 2008 (et se poursuit aujourd'hui encore) sur la corrosion aux interfaces béton/acier et argilite/acier. L'objectif du stage était de mettre en œuvre un banc d'essai de corrosion adapté à la problématique du stockage géologique profond des déchets radioactifs HAVL. Il s'agissait d'étudier les effets de la corrosion aux interfaces béton – acier et, dans un second temps, argilite – acier, en mesurant les déformations et les pressions induites par le développement des produits de corrosion aux différentes interfaces.

L'expansion des produits de corrosion dans des systèmes acier – béton ou acier – argilite est dépendante des contraintes exercées sur l'interface. Pour évaluer les pressions de gonflement occasionnées par la corrosion, ainsi que les déformations possibles, un bâti expérimental devait donc être mis en œuvre. La complexité de l'étude réside dans la difficulté de mesurer les déplacements et les pressions induits par la croissance des produits de corrosion aux interfaces acier/ciment sans que les moyens de mesure ou l'environnement expérimental ne perturbent le comportement naturel des interfaces. C'est la volonté d'obtenir des interfaces acier/ciment les plus réalistes possible qui a guidé toute la conception expérimentale. Afin que les pressions ou les déplacements induits par la corrosion soient mesurables, il était nécessaire de multiplier le nombre d'interfaces. Une conception en « mille-feuille » (cf. Figure 1-1) a donc été adoptée, permettant de multiplier les interfaces.

Si la 1<sup>ère</sup> conception issue de ce stage ne s'est pas avérée optimale, elle a été à l'origine de différentes évolutions du banc de mesure et de la mise en place des interfaces argilite/acier. Cette étude, encore unique à ce jour, du point de vue de la taille des interfaces testées et de la durée de l'expérimentation a fait l'objet de plusieurs communications lors des réunions plénières des GL-ESC puis VFA. Des collaborations avec d'autres équipes de recherches sont à l'étude afin de caractériser les produits de corrosion générés.



*Figure 1-1 : conception de type « mille-feuille » pour l'étude de la corrosion aux interfaces ciment/acier et vue d'une interface corrodée.*

2. « Caractérisation de matériau et mise au point d'un capteur de saturation *in situ* ».

- Etudiant : Zied TALEB
- Master 2 de Génie Civil, de l'USTL.
- Stage réalisé au Laboratoire de Mécanique de Lille de mars à août 2012.
- Encadrement : F. Agostini (100 %).

Résumé :

L'évaluation réalisée à Centrale Lille en collaboration avec EDF et l'ANDRA sur les technologies de mesure de la saturation *in situ* dans les ouvrages en béton a souligné le potentiel de la technologie « pulse » développée au laboratoire (cf. § 3). Dans ce cadre, seule une formulation de mortier a pu être testée au moyen de cette méthode de mesure par ailleurs très récente. Il était donc nécessaire de valider cette technique sur divers matériaux et accumuler du retour d'expérience pour fiabiliser les méthodes d'interprétation.

Deux formulations de mortiers (E/C 0,6 et 0,8) ont été réalisées dans le cadre de ce stage. La mise en œuvre de la méthode « pulse » passe par l'identification de la relation liant la perméabilité effective au gaz et la saturation en eau du matériau. Une large partie du stage a ainsi été consacrée à la mise en place du plan d'expérience et à la réalisation des essais nécessaires à cette identification. L'essai « pulse » consiste à mesurer le débit volumique d'un gaz injecté via une sonde coulée au cœur de la structure à ausculter pour en déduire une perméabilité effective au gaz. L'absence de régime permanent (en raison de la taille de la structure) nécessite une interprétation de la phase transitoire de l'essai d'injection. Le programme utilisé jusqu'alors reposait sur un développement en interne et nécessitait une validation. Le stage a été l'occasion d'amorcer la mise en place d'une modélisation de l'essai au moyen du logiciel Code-Aster développé par EDF pour confronter les différents outils d'interprétation.

3. « Perméabilité relative et isothermes de désorption sous contrainte de grès compacts : mise en place d'une méthode de mesure dynamique ».

- Etudiant : Reid Evrard NGOUAMA NGOLO
- Master 2 de Génie Civil, de l'USTL.
- Stage réalisé au Laboratoire de Mécanique de Lille de mars à août 2013.
- Encadrement : F. Agostini (100 %).

Résumé :

La caractérisation des perméabilités relatives et des isothermes de désorption des roches réservoirs est essentielle à l'industrie pétrolière afin d'évaluer le potentiel de certains sites de production de gaz naturel. Cet aspect sera plus largement développé dans le corps de ce manuscrit d'HDR (cf. § 2). Si les perméabilités relatives peuvent être mesurées sous contraintes en laboratoire, elles sont le plus souvent déduites de modèles reposant sur l'interprétation de courbes de porosimétrie par intrusion de mercure. Ces courbes étant obtenues sans confinement, leur validité pour caractériser le comportement d'un réservoir sous chargement litho-statique reste une source d'incertitude majeure. Sur la base d'une étude menée sur les écoulements diphasiques eau/huile (Ramakrishnan and Cappiello, 1991), la mise en place d'une méthode dynamique d'obtention des isothermes de désorption et des perméabilités relatives au gaz sous chargement hydrostatique a été étudiée au cours de ce stage.

Quelques verrous techniques subsistent encore aujourd'hui mais la faisabilité de l'expérience a été démontrée et la poursuite de ces travaux fait partie de mes perspectives de recherche à court terme.

4. « Mise au point d'un dispositif d'auscultation des structures béton par méthode « pulse » : étude numérique et expérimentale ».

- Etudiant : Mohamed Amine LAHLOU NABIL
- Master 2 de Génie Civil, de l'USTL.
- Stage réalisé au Laboratoire de Mécanique de Lille de Mars à août 2015.
- Encadrement : F. Agostini (100 %).

Résumé :

Dans le cadre du développement de la mesure « pulse » (cf. § 3), il a été envisagé, à la demande de partenaires industriels (EDF notamment), d'appliquer cette méthode de mesure à des ouvrages existants. En effet, cette technologie nécessite pour l'heure de couler la partie active du capteur dans l'ouvrage. L'objectif du stage était donc d'évaluer la faisabilité d'une implantation du capteur *a posteriori* après forage de la structure. L'adaptation de la méthode d'interprétation nécessitait ainsi la mise en place d'un modèle numérique permettant la simulation des écoulements de gaz dans le forage ainsi qu'une étude de sensibilité afin d'identifier les conditions d'essais les plus favorables et l'incertitude sur la mesure de la saturation *in situ*. Enfin, le dernier volet du stage visait à définir une conception de la sonde permettant d'assurer une étanchéité au gaz le long des parois du forage.

5. « Utilisation du dispositif « pulse » pour le suivi de la fissuration ».

- Etudiant : Mohamed EL MANSOURI
- Master 2 de Génie Civil, de l'USTL.
- Stage réalisé au Laboratoire de Mécanique de Lille de mars à août 2017.
- Encadrement : F. Agostini (50 %), F Skoczylas (50 %).

Résumé :

La poursuite des développements du dispositif de mesure des perméabilités *in situ* au moyen de la technologie « pulse » a conduit à la mise en place d'un partenariat avec la société chinoise d'ingénierie JSTI. Le dispositif a été initialement conçu pour déterminer la saturation en eau des ouvrages par le biais d'une mesure de perméabilité effective au gaz. Dans cette étude, l'utilisation a été détournée et l'objectif est d'exploiter la grande sensibilité à la fissuration de la perméabilité au gaz pour permettre un suivi de l'endommagement des structures (un pont dans le cas du partenariat avec JSTI). Le stage a consisté à valider le principe de mesure et à poser les bases de l'interprétation des résultats. Les essais en laboratoire ont été réalisés en flexion 3 points sur une poutre en béton armé dans laquelle 4 capteurs « pulse » avaient été noyés. Les principaux résultats de cette étude sont présentés dans le chapitre 3.5.

6. « Etude expérimentale de caractérisation du comportement de béton soumis au séchage et au fluage ».

- Etudiant : Ibrahim WETTI
- Master 2 de Génie Civil, de l'USTL.
- Stage réalisé au Laboratoire de Mécanique de Lille de mars à août 2017.
- Encadrement : F. Agostini (100 %).

Résumé :

Ce stage s'est déroulé dans le cadre d'une étude pluri-annuelle en partenariat avec EDF débutée en 2016. La problématique est celle de la prédiction des pertes de précontraintes liées au séchage et au fluage dans le cas des ancrages courts. Deux bétons sont étudiés afin de valider les mesures sur un béton de faible résistance (C20/25 XC1) et sur un béton plus représentatif du béton du parc EDF (C35/45). Le stage consistait à mettre en place le plan d'expérience permettant de caractériser ces deux matériaux. Les caractéristiques visées étaient l'affaissement et la masse volumique (pour le béton frais) et la porosité, la résistance en compression à 28 et 90 jours, la porosité, les retraits de dessiccation et endogène et les fluages propres et de dessiccation pour le béton durci. Une étude bibliographique visait également à identifier les différentes modélisations de fluage et de séchage proposées et s'assurer de leur applicabilité dans le contexte de l'étude.

7. « Modélisation du fluage et de la dessiccation des éprouvettes en béton précontrainte au moyen de Code-Aster ».
  - Etudiant : Hamza BEDDAA
  - Master 2 de Génie Civil, de Centrale Lille.
  - Stage réalisé au Laboratoire de Mécanique de Lille de mars à août 2017.
  - Encadrement : F. Agostini (100 %).

Résumé :

Le contexte du stage est le même que le précédent. L'objectif du stage était de mettre en place les outils de modélisation permettant de simuler les pertes de précontrainte liées au séchage et au fluage au moyen de Code\_Aster développé par EDF. Le stage a nécessité dans un premier temps d'identifier les lois de comportement les plus adaptées au contexte de l'étude (séchage, fluage, endommagement). Même si les données expérimentales de l'étude de caractérisation étaient, au moment du stage, absentes ou très incomplètes, le stage visait également à établir une méthodologie permettant de les exploiter pour permettre un calage des paramètres matériaux nécessaire à la modélisation.

### *Thèses encadrées*

1. « Mise au point d'un essai de caractérisation environnementale sur matériau monolithique par percolation ascendante ».
  - Etudiante : Yixuan HAN
  - Laboratoire de Mécanique de Lille, équipe Comportement des géo matériaux cohérents.
  - Encadrement : F. Agostini (60 %) et F. Skoczylas (40 %, directeur de thèse).
  - Thèse CSC, soutenue le 28 juin 2010. Jury : JF. Shao (Président), A. Loukili (Rapporteur), A. Ait-Mokhtar (Rapporteur), G. Depelsenaire et F. Bodéan.

Cette première thèse co-encadrée s'inscrit dans la continuité de mes travaux de thèse sur la valorisation des sédiments de dragage inertés dans le domaine du génie civil. Les travaux de Y. Han ont quant à eux plutôt porté sur l'aspect environnemental de cette valorisation lorsque mes propres travaux s'intéressaient principalement au comportement mécanique et à la durabilité. Ce travail de thèse s'inscrivait également dans le cadre du projet ANR Sedibet piloté par le LML et a fait l'objet d'une communication nationale (Han *et al.*, 2009).

Résumé :

« Afin de réaliser la caractérisation environnementale des déchets, valorisés ou non, les recommandations et normes en vigueur, s'appuient sur l'analyse de matériaux granulaires ou réduits en poudre pour évaluer leurs capacités à libérer une éventuelle pollution interne (métaux lourds, éléments organiques...). La modification de caractéristiques du matériau telles que la porosité, la surface spécifique ou la perméabilité sont susceptibles de fausser le relargage d'éléments polluants. L'objectif principal de ce travail de thèse est de mettre au point une méthodologie de lixiviation sur matériau monolithique contenant du déchet traité afin d'évaluer l'influence des propriétés hydrodynamiques sur la capacité du relargage de polluants.

Le déchet utilisé dans cette étude est un sédiment de dragage chargé en métaux lourds et polluants organiques et traité par le procédé NOVOSOL® de la société Solvay qui a initié cette étude. Des formulations cimentaires de type mortier ou sous-couche routière incorporant des sédiments traités par le procédé NOVOSOL® (STN) ont été réalisées. La caractérisation de ces matériaux a mis en évidence l'augmentation de la porosité, la diminution de la densité apparente et l'augmentation de la surface lors de l'ajout de STN. Les caractéristiques mécaniques sont proches de celles attendues pour des matériaux de type routier.



Une longue phase de mise au point sur un matériau de référence (grès de Fontainebleau) a permis de concevoir la cellule d'essai et le protocole permettant de tester des matériaux monolithiques en percolation à débit contrôlé. Un protocole de traçage couplé à une modélisation par un logiciel de transport a également été défini, permettant de déterminer les caractéristiques hydrodynamiques des matériaux en cours de percolation. Des essais de percolation sur les matériaux cimentaires selon le protocole établi précédemment ont été réalisés à trois débits d'injection. Ils mettent en évidence le faible relargage des éléments traces contenus dans les STN comparés aux métaux apportés par le liant cimentaire. Ainsi, pour certains métaux, l'introduction de STN tend à diminuer les quantités relarguées, pour d'autres la teneur en polluant des percolats est soit stable, soit en augmentation. Même si la complexité des phénomènes mis en jeu nous amène à considérer les données avec précaution, certains résultats tendent à montrer l'existence d'un lien entre surface de contact et relargage. La comparaison des résultats obtenus en laboratoire et des mesures réalisés *in situ* atteste de la représentativité du test mis au point » (Han, 2010).

2. « Etude expérimentale de la perméabilité relative des matériaux cimentaires et simulation numérique du transfert d'eau dans le béton ».

- Etudiant : Jian LIU
- Laboratoire de Mécanique de Lille, équipe Comportement des géo matériaux cohérents.
- Encadrement : F. Agostini (30 %), F. Skoczylas (60 %, directeur de thèse) et Z. Lafhaj (10 %).
- Thèse CSC, soutenue le 13 décembre 2011. Jury : JF. Shao (Président), M. Carcassès (Rapporteur), C. Galle (Rapporteur) et J. Talandier.

Résumé :

« Les matériaux cimentaires sont largement utilisés dans les ouvrages de stockage de déchets radioactifs. L'activité de déchets et la présence d'eau dans les matériaux cimentaires contribuent à une importante production de gaz (hydrogène en particulier) qui amène de l'endommagement par excès de pression de l'ouvrage de stockage. Pour évaluer et prévoir ce phénomène, il est crucial d'avoir une connaissance précise des transferts de gaz et d'eau dans ces matériaux. Ce mémoire de thèse a été consacré à étudier expérimentalement la perméabilité relative au gaz et à l'eau des matériaux cimentaires partiellement saturés, et à simuler numériquement le transfert d'eau dans le béton.

La perméabilité relative d'un mortier de référence (« mortier de référence ») et d'un béton utilisé dans un centre de stockage de déchets radioactifs (« béton de Soulaing ») a été mesurée. La courbe de la perméabilité relative au gaz en fonction de la saturation en eau peut être modélisée par le modèle de van Genuchten-Mualem. La perméabilité intrinsèque au gaz du mortier de référence a un ordre de grandeur de  $10^{-17}$  m<sup>2</sup> tandis que celle du béton est de l'ordre de grandeur de  $10^{-18}$  m<sup>2</sup>. L'isotherme de sorption des deux matériaux a aussi été estimée par la simulation du processus de sorption sous humidité relative.

Une méthode de mesure de la perméabilité relative à l'eau de deux bétons CEM I et CEM V, qui seront utilisés dans un stockage profond, a été proposée par essayer d'isoler, dans l'écoulement partiellement saturé, ce qui relève de l'imbibition capillaire et de la perméation. Cependant les cinétiques des deux phénomènes sont très contrastées et les quantités d'eau mis en jeu n'ont pas permis d'exploiter cette approche. On a pu mettre en évidence la prépondérance de la capillarité sur la perméation lors du processus de saturation du matériau. Par ailleurs, la perméabilité intrinsèque à l'eau de deux bétons est très faible et a un ordre de grandeur de  $10^{-21}$  m<sup>2</sup>.

On a ensuite mesuré la sorption capillaire de deux bétons CEM I et CEM V. La courbe de sorption capillaire en fonction de racine du temps dévie de l'équation de Lucas-Washburn. A la même saturation en eau, la perméabilité relative au gaz de l'échantillon pré-traité par imbibition capillaire est plus faible que celle de l'échantillon pré-traité par adsorption sous humidité relative.

Un double-modèle de rétention a été proposé qui reproduit bien l'isotherme de sorption des bétons CEM I et CEM V. Avec le modèle de Purcell, le modèle de Burdine et le modèle de Mualem, la perméabilité relative au gaz et à l'eau de bétons CEM I et CEMV sont déduites. L'hystérésis de l'isotherme de sorption entraîne celle de la perméabilité relative à l'eau tandis que la perméabilité relative au gaz n'a pas d'hystérésis remarquable. Avec le double-modèle de rétention et les courbes de la perméabilité relative à l'eau, on a pu simuler le processus de sorption sous humidité relative en utilisant une propre perméabilité intrinsèque à l'eau, qui est dans le domaine des valeurs mesurées ; tandis que l'on n'a pas réussi à simuler l'imbibition capillaire à cause de la cinétique différente. Par ailleurs, avec un modèle de diffusion de saturation en eau, on a pu simuler l'essai de désorption sous humidité relative 50 % et l'essai d'adsorption sous humidité relative 100 % pendant une période de 5 semaines. » (Liu, 2011).

3. « Coupure Hydraulique et Potentiel de Production en Gaz de Réservoirs de Grès « Tight » : Etude Expérimentale».

- Etudiant : Xiao Jian FU
- Laboratoire de Mécanique de Lille, équipe Comportement des géo matériaux cohérents.
- Encadrement : F. Agostini (60 %) et F. Skoczylas (40 %, directeur de thèse).
- Thèse CSC, soutenue le 19 décembre 2013. Jury : JF. Shao (Président), B. Ledesert (Rapporteur), L. Dormieux (Rapporteur), E. Bemmer et L. Jeannin.

Résumé :

« Les réservoirs dits « tight gas » sont constitués de grès de faible perméabilité ayant des propriétés pétro-physiques susceptibles de nuire à la productivité du gisement. Leur perméabilité intrinsèque est faible (inférieure à 0,1 mD soit  $10^{-16}$  m<sup>2</sup> sans chargement hydrostatique), leur porosité connectée est inférieure à 10 % et ils présentent une forte sensibilité aux contraintes *in situ* comparé aux réservoirs conventionnels. De plus, une importante zone de transition est observée *in situ*, dans laquelle le matériau est partiellement saturé d'eau et qui peut s'étendre sur plusieurs centaines de mètres au-dessus de la nappe phréatique. Dans cette zone, dans laquelle la saturation est de l'ordre de 40 à 50 %, ni l'eau ni le gaz ne sont suffisamment mobiles pour permettre une extraction industrielle : c'est ce que l'on appellera le « permeability jail ». Cette étude vise principalement à caractériser l'influence du chargement mécanique (via l'utilisation de différentes pressions de confinement) et de la nature des roches (roches provenant de différents puits et prélevées à différentes profondeurs) sur les courbes de perméabilité relative au gaz et les caractéristiques poro-mécaniques de ces roches. La porosité accessible à l'eau a été mesurée après séchage à 60 °C puis saturation en eau sous vide et a effectivement mis en évidence des porosités faibles de 2 à 12 %. La perméabilité intrinsèque au gaz a mis en évidence de fortes disparités sans lien avec la porosité des échantillons. Une grande sensibilité de la perméabilité relative au confinement a également été observée dès l'application de pressions de confinement de 15 à 30 MPa. Deux familles d'échantillons ont ainsi été identifiées. Les échantillons les plus perméables (perméabilité comprise entre 100 – 1000  $\mu$ D), sont peu sensibles au confinement et leur perméabilité relative ne chute qu'à partir de saturations de l'ordre de 50 %. Les échantillons les moins perméables apparaissent beaucoup plus sensibles à la fois au confinement et à la saturation. Des méthodes classiquement utilisées dans le domaine pétrolier reposant sur l'interprétation d'essais de porosimétrie par intrusion mercure, ont également été mise en œuvre pour évaluer les perméabilités relatives et les comparer aux mesures expérimentales. » (Fu, 2013).

4. « Péetrophysique et micromécanique des grès "tight" en relation avec leur microstructure ».

- Etudiant : Yi WANG.
- Laboratoire de Mécanique de Lille, équipe Comportement des géo matériaux cohérents.
- Encadrement : F. Agostini (60 %) et F. Skoczylas (40 %, directeur de thèse).
- Thèse CSC, soutenue le 8 décembre 2016. Jury : JF. Shao (Président), B. Ledesert (Rapporteur), L. Dormieux (Rapporteur) et L. Jeannin.

Résumé :

« Ce travail de thèse consiste à identifier les propriétés pétrophysiques et de transfert de roches provenant d'un réservoir de grès « tight » en Afrique du nord exploité par ENGIE EPI. Il s'agit d'identifier les liens entre les propriétés de transfert, les propriétés poro-mécanique, la sensibilité au chargement mécanique ou à la saturation en eau, et quelques indicateurs comme la porosité, la distribution des tailles de pores, la perméabilité intrinsèque, les caractéristiques pétrographiques etc. Le but est de pouvoir prédire le comportement de matériaux différents de ceux étudiés dans cette thèse, en utilisant des données d'entrée « facilement » accessibles, fournissant ainsi des outils permettant d'évaluer la qualité d'un nouveau réservoir sans passer par une caractérisation exhaustive, longue et couteuse du matériau constituant ce réservoir. » (Wang, 2016).

5. « Optimisation de l'efficacité et de la durabilité des traitements de puits à base de géopolymères dans un contexte de réduction des venues de sable ».

- Etudiant : Baptiste MARCHAND.
- Laboratoire de Mécanique de Lille, équipe Comportement des géo matériaux cohérents.
- Encadrement : F. Agostini (50 %) et C. Davy (50 %, directrice de thèse).
- Thèse de Centrale Lille, soutenance prévue mi-2019.

Résumé :

Une difficulté fréquente de productivité des puits à gaz provient de la fragilisation du massif, marquée par une diminution du débit du fluide extrait afin de limiter la production de particules solides fines en surface (venues de sable). Ceci est primordial dans le contexte de l'exploitation du gaz, pour lequel les grandes vitesses induisent une capacité abrasive importantes des sables produits dans les installations de surface. Une production de sable est donc doublement pénalisante car elle se traduit par une diminution de la production et une augmentation des coûts de maintenance.

De nombreuses solutions existent pour pallier ces difficultés, dont la séparation des solides et du gaz en fin de ligne ou la séparation entre le puits et la formation (contrôle mécanique), ou la consolidation chimique à base de liants minéraux (oxyde d'aluminium, nickel métallique ou silice à partir d'une solution aqueuse) ou organiques (résines phénoliques, furfuranes ou époxydiques, polyacrylamide –PAM- ou microgels). Les limitations actuelles des traitements par polymères (PAM, microgels) résident dans leur résistance limitée dans le temps (avec une perte significative d'efficacité après 4-5 ans de mise en place), dans leur comportement limité en température et en pression, dans leur sensibilité à la salinité des eaux souterraines (saumure). Compte tenu des plages usuelles de température et de salinité des réservoirs à gaz, ces limitations peuvent clairement poser un problème pour la durabilité des traitements de type chimique que ce soit pour la réduction des venues de sable ou la réduction des venues d'eau (*water shut off* avec des gels formés de polymères concentrés).

Les matériaux alcali-activés et les géopolymères sont des ciments (des colles) à matrice minérale. Ils ont été mis au point en remplacement des ciments Portland dans le but de limiter leur impact environnemental (production de CO<sub>2</sub> moindre), et présentent des propriétés mécaniques à haute performance, comme les ciments Portland. Au laboratoire de Génie Civil de Centrale Lille, la performance de différentes formulations de ciments alcali-activés et de géopolymères à base de silice amorphe, laitier, cendres volantes, ou métakaolin alcali-activés (silicate de soude, soude) a été évaluée

dans le but de renforcer des matériaux granulaires (siliceux ou calcaires) à 5 % en masse. D'excellentes performances mécaniques ont été obtenues sur mortier normalisé curé à l'air à 60 °C, avec des résistances à la compression à 7 jours pouvant atteindre 60 MPa, *i.e* l'ordre de grandeur d'un ciment Portland à haute performance. Ces résultats très prometteurs et l'analyse préliminaire de la littérature indiquent un très fort potentiel de ces solutions dans le contexte (peu étudié) de la consolidation de puits.

Un brevet est en cours de dépôt par le partenaire de cette thèse : Storengy.

## *Collaborations Scientifiques*

1. Projet ANR SediBet : Utilisation de sédiments inertés et de fines dans la conception de nouveaux bétons.

- Programme ANR : Programme Génie Civil et Urbain (RGCU) 2006,
- Référence projet : ANR-06-RGCU-0010
- Coordinateur du projet : Ecole Centrale de Lille
- Partenaire : ARMINES, BRGM, CERIB, Ecole Centrale de Lille, Ecole Centrale de Nantes, Université d'Artois, Université de Lille I et Solvay.
- Aide de l'ANR : 521 830 euros
- Début et durée du projet scientifique : 2006-2009 (36 mois)

« Chaque année, le secteur BTP consomme en France 400 millions de tonnes de granulats dont 40 % environ sont réservées au secteur « ouvrages en béton ». D'un point de vue global, notre pays doit faire face à une raréfaction à terme de ressources non renouvelables, telles les granulats, liée en partie à la difficulté (réglementaire, environnementale) d'ouvrir de nouveaux sites de production. Les solutions à envisager résident en premier lieu dans l'économie de granulats « haut de gamme » que l'on réserverait aux bétons à hautes performances et en deuxième lieu à l'emploi de granulats plus ordinaires pour des bétons standards. Des ressources minérales existent cependant, parmi celles-ci, les fines et fillers sous employés, dont les apports sont limités par les normes, et les sédiments. Ces derniers sont un problème environnemental très sérieux dans tous les pays. Les canaux et zones portuaires s'ensavent naturellement et il faut constamment les draguer pour maintenir les tirants d'eau nécessaires à la circulation maritime et fluviale et pour lutter contre les risques de crues. Rien qu'en France, ces opérations produisent 50 millions de tonnes de sédiments qui acquièrent le statut de déchet quand ils sont pollués. Les activités industrielles et agricoles engendrent de fait une importante pollution retenue par les éléments fins des sédiments : métaux lourds (Pb, Cd, As, Cr, Zn, Cu...), hydrocarbures, dioxines, pesticides. Cette pollution se retrouve plus volontiers dans les canaux ou les eaux stagnantes des zones portuaires (bassins d'entretien par exemple). La gestion de ces déchets a un coût : écologique, social, énergétique et foncier car la démarche actuelle se limite à un stockage en décharge contrôlée, voire en centre d'enfouissement technique parfois après traitement au liant hydraulique dont la pérennité n'est pas assurée. La pollution organique est incompatible avec la prise du ciment. Des recherches menées depuis 5 ans (3 thèses CIFRE) par le Laboratoire de Mécanique de Lille ont permis d'isoler un procédé efficace d'inertage des sédiments et de montrer que les produits ainsi traités trouvent leur place dans certains matériaux de construction (briques terre cuite, route). Le procédé de traitement a été mis au point par la société Solvay, son principe sera exposé plus loin dans la présentation de ce projet. A l'issue de celui-ci, le sédiment traité est une fine minérale (80 % siliceuse et 20 % calcaire en moyenne-sans phase argileuse) dans laquelle les métaux lourds sont immobilisés et totalement débarrassée de la pollution organique ce qui la rend apte à être employée dans un béton. Les enjeux environnementaux du projet sont donc extrêmement clairs et ciblés : préservation de ressources naturelles, utilisation et valorisation d'un matériau produit en grande quantité plutôt que de le stocker et le léguer aux générations futures. Atteindre ces deux cibles principales aura, par effet d'entraînement, d'autres répercussions favorables à l'environnement et socioéconomiques que des écobilans démontreront. » (<http://www.agence-nationale-recherche.fr/Projet-ANR-06-RGCU-0010>).

La participation à ce projet a pris la forme d'une thèse de doctorat (celle de Yixuan Han).

2. Participation au comité technique de la Rilem TC-MMB 248 : « Methods of measuring moisture in building materials and structures » (<https://www.rilem.net/groupe/248-mmb-methods-of-measuring-moisture-in-building-materials-and-structures-294>).
- Piloté par Pr. Lars-Olof Nilsson
  - Début et durée : 2012-2016 (48 mois).

J'ai été contacté pour participer à ce comité technique suite aux travaux publiés sur la technologie « pulse » de mesure de la saturation *in situ* dans les ouvrages. L'objectif de ce comité technique était d'établir un état de l'art des méthodes existantes pour mesurer la teneur en eau dans les structures de génie civil, avec leurs avantages, inconvénients et limitations. Les différents partenaires du projet apportaient leurs connaissances sur les diverses techniques présentées : méthodes gravimétriques, chimiques, électromagnétiques, radiographiques (neutron, rayons X et gamma), par tomographie infrarouge, résistivité électrique, hygrométrie, RMN, IRM, TDR... et perméabilité. J'ai contribué à la rédaction de deux chapitres du rapport de cette étude (dont 1 en tant que seul auteur).

3. Participation au projet national PerfDuB (Approche Performantielle de la Durabilité des Ouvrages en Béton).

- Piloté par l'IRES
- Programme de recherche collaborative (51 partenaires) de 2015 à 2019.

« L'objectif principal du Projet National PERFDUB est de définir une méthodologie à l'échelle nationale de justification de la durabilité des bétons (et des structures en béton) par une approche performantielle, incluant la méthode « absolue » et la méthode « comparative ». Il s'agit d'agréger les connaissances et le retour d'expérience, de combler les manques, dans un cadre réunissant tous les acteurs concernés de manière à ce que l'approche performantielle devienne opérationnelle et d'usage courant. » (<http://www.perfdub.fr/>).

Le laboratoire a participé au thème 1 sur les essais de durabilité, sous la forme d'une étude paramétrique de l'essai normalisé de perméabilité au gaz en collaboration avec le GeM. L'objectif était d'identifier les conditions expérimentales de réalisation des essais susceptibles d'accroître la pertinence des mesures de perméabilité au gaz pour évaluer le potentiel de durabilité de divers bétons (5 formulations testées dans cette étude). Au travers de la participation à ce projet, la volonté du laboratoire était de promouvoir l'utilisation de méthodes de mesures, développées au laboratoire et validées par de nombreuses études et publications, susceptibles d'accroître significativement la représentativité de cet essai. En effet, les outils de mesure commerciaux tels que le Cembureau présentent un certain nombre de limitations (pression d'injection et de confinement, outils de mesure des débits) pénalisant la fiabilité des résultats notamment pour les nouveaux bétons moins perméables et permettant difficilement d'évaluer la perméabilité dès lors que le matériau est partiellement saturé. Il n'est alors plus possible de faire clairement la distinction entre des bétons de moyenne et haute durabilité.

Outre la validation du dispositif de mesure développé au laboratoire, l'étude a permis de mettre en évidence différents paramètres de mesure susceptibles de nuire à la représentativité de l'essai. Les dimensions de l'échantillon testé notamment (50 mm de hauteur conformément à la norme XP P 18-463) favorisent l'existence de chemins de percolation à l'interface pâte granulat pouvant conduire à une surestimation de la perméabilité au gaz. Les conditions de séchage ont également été discutées. Il est apparu qu'un séchage à 105 °C (comparé à un séchage à 80 °C), pouvait conduire à l'apparition d'une fissuration induisant une surestimation de la perméabilité sèche du matériau. En effet, l'écart de teneur en eau résiduelle entre les deux conditions de séchage, ne pouvait pas expliquer l'augmentation de perméabilité et l'augmentation de la dispersion des résultats avec l'augmentation de la température était vu comme la marque de cette fissuration.

## *Collaborations industrielles*

Le laboratoire de génie civil de Centrale Lille présente depuis plusieurs années une forte activité contractuelle, avec comme principaux partenaires EDF, l'ANDRA et ENGIE. Les quelques études présentées ci-après figurent parmi celles (plus nombreuses) pour lesquelles j'ai significativement contribué à la conception de l'étude, à la réalisation des essais et rédigé les rapports de synthèse. Pour certaines, elles illustrent également la démarche du laboratoire visant à étendre les domaines d'emploi de la perméabilité au gaz comme indicateur de durabilité et d'évolution de leurs propriétés (mécanique et de transfert).

1. « Etude de revêtements minces traités thermiquement : évaluation de la contrainte et de la déformation à la rupture lors d'un essai de cloquage ».
  - Partenaire : EDF-R&D
  - Période : 2011-2012

L'étude a pour objet le comportement de revêtements minces lors d'essais de cloquage. Les revêtements sont testés sains ou après traitement thermique (de 70 à 110 °C) de durées variables (de 100 à 5000 h). Les revêtements sont soumis à une augmentation de pression de gaz dans un dispositif permettant la formation d'une cloque sous une température régulée de 100 °C. Le déplacement au centre de la cloque et la pression appliquée sont enregistrés en cours d'essais. La contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le faciès de rupture en fonction de l'intensité et de la durée du traitement thermique sont les données de sortie attendues. Le but est d'évaluer la tenue du revêtement en conditions d'APRP (Accident par Perte de Réfrigérant Primaire). Lors d'un APRP, l'augmentation de pression et de température sont susceptibles de provoquer un cloquage de ce revêtement. Cette campagne de validation consiste à évaluer le risque de générer une quantité importante de fragments de revêtements susceptibles de boucher les pompes d'aspirations mises en œuvre en cas d'accident. La Figure 1-2 illustre les différents types de faciès de rupture obtenus.



*Figure 1-2 : différents faciès de rupture obtenus.*

La méthodologie d'essai a permis de mettre en évidence la cinétique de vieillissement en fonction de la température permettant de prédire la durée de vie des revêtements dans les conditions d'utilisation de service (cf. Figure 1-3).

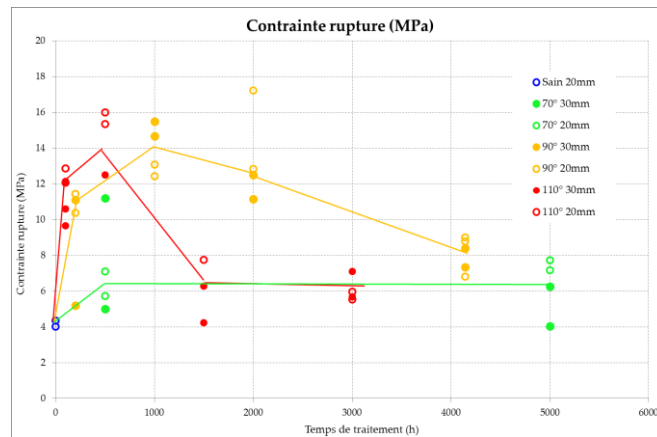


Figure 1-3 : évolution de la contrainte à la rupture des revêtements en fonction de la température et de la durée de traitement thermique.

Cette étude a nécessité l'adaptation des cellules de mesure classiquement utilisées pour la perméabilité.

## 2. « Essais de perméabilité et contre-pression sur revêtement extrados ».

- Partenaire : EDF-CEIDRE/TEGG
- Période : 2011-2012

Cette étude a pour but d'élaborer un programme expérimental permettant d'identifier et de quantifier les mécanismes de vieillissements des composants des dispositifs d'étanchéité (PU et époxy) au contact du béton. Ces essais devaient permettre de statuer sur la conservation des propriétés d'usage des différents dispositifs d'étanchéité retenus (propriétés barrière aux gaz et tenue à la contre-pression) sur des temps longs.

Là encore, il a fallu adapter les dispositifs de mesure afin de caractériser les propriétés de transferts de matériau très peu perméables (de l'ordre de  $10^{-22}$  m<sup>2</sup>) appliqués sur un support béton (cf. Figure 1-4). Il a également été nécessaire de concevoir un dispositif original permettant de générer des contre pressions de gaz élevées (jusqu'à 6 MPa) à l'interface entre le béton support et le revêtement à tester (cf. Figure 1-5).

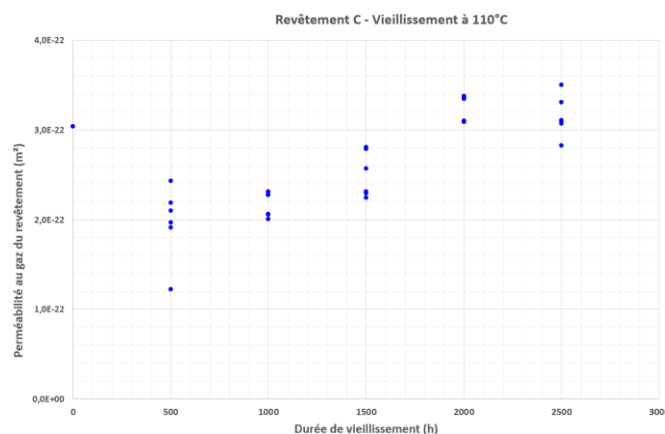


Figure 1-4 : évolution de la perméabilité au gaz des revêtements en fonction de la durée de vieillissement.





*Figure 1-5 : faciès de rupture à l'interface béton support/revêtement, lors d'un essai de tenue à la contre pression.*

3. « Etude du BFUP en complément d'étanchéité appliqué à l'extrados de la paroi interne des enceintes de confinement ».
  - Partenaire : EDF
  - Période : 2011-2012

Pour renforcer l'étanchéité de certaines enceintes internes des paliers, EDF étudie la possibilité d'appliquer des produits ou dispositifs à l'extrados de la paroi. Dans ce cas, le dispositif doit en particulier résister à la sous pression potentielle lorsque l'enceinte est mise en pression. Les capacités de dispositifs envisagés à base de BFUP sont étudiées dans le cadre de cette utilisation. La mise en œuvre de cette solution impose sur chantier la réalisation de reprise de bétonnage et de zones de recouvrement des couches de BFUP. Cette étude visait à tester la résistance mécanique et l'étanchéité des solutions envisagées dont certaines ont été testées à l'échelle 1 sur le mur d'essai de Centrale Lille (cf. § 4.5).

Des dalles d'essai équipées de dispositifs d'injection de gaz ont ainsi été réalisées permettant de simuler les défauts de mise en œuvre. La Figure 1-6 par exemple montre la préparation d'une dalle permettant de tester la tenue à la sous pression à l'aplomb d'une reprise de bétonnage sur 2 couches avec recouvrement. L'étude a principalement permis de mettre en évidence l'impact des effets d'échelle sur ce type d'essai. En effet, le retrait différentiel entre la dalle support et le béton coulé en place a conduit à un affaiblissement de l'interface et généré une baisse significative de la capacité d'accroche du complément. Cet effet n'aurait pu être mis en évidence sur des échantillons de petite taille. Ce type d'étude illustre la nécessité de coupler les études à l'échelle du matériau et à l'échelle de la structure. Pour le laboratoire, ce type d'évolution des moyens expérimentaux apparaît ainsi souhaitable afin de pouvoir répondre au mieux aux besoins industriels.



*Figure 1-6 : coulage de BFUP sur une dalle support simulant une reprise de bétonnage avec chevauchement.*

4. « Evaluation de la durée de vie de rubans de réparation de voiles inox ».

- Partenaire : EDF R&D
- Période : 2015-2016

Les ouvrages de stockage de combustible usé sont revêtus d'un liner en acier inoxydable dont certaines parties sont soudées bord à bord et d'autres assemblées par soudure à clin. Au total 160 mètres linéaires constituent l'ensemble des soudures. Avec le temps, les soudures deviennent moins étanches et développent des micro-défauts parfois traversant. Depuis 2010, EDF/R&D/MMC a entrepris de développer une nouvelle technique de réparation des voiles inox basée sur la mise en œuvre robotisée d'un ruban à base de polymère. Cela a donné lieu au dépôt d'une demande de brevet couvrant le procédé de réparation le 31 juillet 2012. MMC teste actuellement 2 rubans commerciaux (10 ans minimum de durée de vie en service). Cette technologie vise à changer l'approche de la maintenance des BK en termes de sécurité et de maîtrise des coûts.

La méthodologie et le plan d'expérience ont été bâtis de manière à être le plus représentatifs possible des conditions d'exposition in situ. Les piscines de stockage du combustible contiennent de l'eau borée et la proximité du combustible expose les matériaux à des doses de radiation. Les piscines étant profondes de 14 m au maximum, la pression hydrostatique maximale atteint 2,4 bars absolus.

Afin d'estimer la durée de vie des revêtements de réparation ceux-ci sont placés dans de l'eau borée à 2400 ppm de  $H_3BO_4$ . Le but étant de valider une durée de vie de 10 ans, le vieillissement est accéléré en plaçant les cuves d'eau borée contenant les échantillons à deux températures : 60 et 80 °C pendant 6000 h. L'objectif est de pouvoir utiliser les résultats ainsi obtenus pour extrapoler la durée de vie correspondant à la température de service de 20°C sur les bases d'une loi d'Arrhenius. 3 échantillons de chaque type de revêtement sont régulièrement testés à l'état initial puis après 2000, 3000, 4000, 5000 et 6000h de vieillissement. Afin de simuler le vieillissement dû au rayonnement  $\gamma$  à proximité du combustible, les échantillons ont été traités par le Centre d'étude de l'énergie nucléaire (SCK.CEN) de Mol en Belgique. 3 échantillons de chaque type de revêtement ont été ainsi exposés à des doses totales de 250, 500, 750, 1000, 3000 et 6000 kGy.

Un dispositif expérimental spécifique a été conçu afin de pouvoir tester ces rubans de réparation. Il s'agit d'une évolution technologique significative pour les moyens de mesure de perméabilité du laboratoire. En effet, la forme des éprouvettes, leur déformabilité (comparée à des éprouvettes de béton) et leur faible perméabilité représentaient un défi du point de vue expérimental.

5. « Effet de l'exposition de service et de la sollicitation dynamique de type séisme sur les propriétés mécaniques et de perméabilité des mastics de calfeutrement ».

- Partenaire : EDF CEIDRE/TEGG
- Thèse de Nicolas Gay
- Période : 2015-2018

Ce travail de thèse porte sur le vieillissement des mastics de calfeutrement de joints assurant l'étanchéité de l'infrastructure des bâtiments réacteurs de centrale nucléaire. Ces joints doivent conserver leur capacité à former une barrière étanche après vieillissement (thermo-oxydation) et endommagement mécanique (sollicitations de type séisme). Ces travaux de thèse ont été à l'origine de la conception d'un nombre important de dispositif originaux permettant de répondre à la problématique posée. Il s'agissait ainsi de pouvoir évaluer les propriétés de transfert d'un matériau souple et très peu perméable après différents traitements permettant de simuler son vieillissement ou de mesurer l'évolution des propriétés de transfert à l'interface béton support/mastic. Une conception d'éprouvette originale a par exemple été conçue permettant de mesurer l'évolution des propriétés de transfert et la résistance à l'arrachement de l'interface avant, après, ou pendant une sollicitation mécanique de type traction pure, torsion pure ou sollicitation combinée.



*Figure 1-7 : conception d'éprouvette permettant de caractériser les interfaces béton/mastic.(Gay et al., 2017)*

Ces travaux de thèse marquent également une volonté d'élargissement des techniques de mesure du laboratoire avec le développement d'un banc d'essai permettant de coupler les mesures de diffusivité et les mesures de perméabilité, ouvrant la voie à l'étude de nouveaux matériaux.

6. « Ancrages actifs courts : Essais pour la caractérisation des pertes de précontrainte à long terme».
  - Partenaire : EDF SEPTEN
  - Période : 2016-2021

Je gère en autonomie depuis 2016 un projet de recherche en partenariat avec EDF qui s'éloigne de mon domaine de recherche habituel à savoir la perméabilité. Ce projet est planifié sur une durée de 5 ans pour un budget dépassant les 350 k€.

La problématique concerne les ancrages précontraints dans les centrales nucléaires EDF. Ils sont situés à la frontière entre les équipements mécaniques et la structure de Génie Civil, ce qui génère des difficultés en termes de conception et de construction. Aujourd'hui, le dimensionnement se fait conjointement via le RCC-M, code mécanique, pour la barre d'ancrage et ses équipements (écrous, rondelles), tandis que la platine et le béton sont conçus par le RCC-CW, code Génie Civil. La cohabitation de ces codes est complexe car ils présentent des différences en termes de matériaux, de combinaisons d'actions, de contraintes admissibles etc. L'objectif d'EDF/SEPTEN est la constitution d'une doctrine homogène traitant de l'ancrage actif dans sa globalité, en introduisant ces ancrages dans les codes Génie Civil.

Cependant, les référentiels européens actuels (ETAG013, Eurocode 2 et 3), ont pour objet les ouvrages d'art, soit les dispositifs de précontrainte de grandes longueurs. Une adaptation est nécessaire pour utiliser ces documents pour la conception des ancrages actifs courts. Des essais réalisés dans de précédentes études montrent d'ailleurs que les formules de l'Eurocode 2 sous-estiment très largement les pertes de précontrainte différées, car elles considèrent un état de contrainte uniforme entre les deux platines, hypothèse raisonnable pour un dispositif de précontrainte de grande longueur, mais non sécuritaire pour un ancrage court.

Le rôle des essais est d'obtenir des lois de prédiction des pertes de précontrainte à long terme, afin de mettre à disposition des centres d'ingénierie un référentiel complet et homogène, directement applicable aux projets neufs et sur le parc existant. Le résultat des essais doit également être exploitable

---

pour prédire les pertes de précontraintes des ancrages actifs déjà installés, afin de mieux cibler les opérations de maintenance.

Cette étude impose une approche réglementaire, la conception et la réalisation d'expériences complexes, la mise au point d'un système d'acquisition multi capteurs et le recours à des modèles numériques sous Abaqus ou Code\_Aster.

## *Responsabilités collectives*

Ci-dessous sont résumées les différentes responsabilités collectives auxquelles j'ai pu participer en tant que maître de conférences à Centrale Lille depuis ma prise de fonction en septembre 2007.

### **Aspect recherche**

- Depuis janvier 2016 : animateur (avec N. Burlion – Polytech'Lille), de l'enjeu GEOM du LamCube (LML).
- Depuis janvier 2016 : membre du Conseil de Laboratoire du LamCube (LML).
- Membre du comité d'organisation et du comité scientifique du colloque français Transfert 2012 tenu du 20 au 22 mars 2012 à l'Ecole Centrale de Lille (90 participants, avec un workshop en anglais dans le cadre du projet européen Forge) : F. Skoczylas, C.A. Davy, F. Agostini, N. Burlion (Eds.) Transfert 2012, Colloque national sur les propriétés de transfert des géomatériaux, Lille, 20-22 mars 2012. - ISBN : 978-2-915913-28-6.
- Participation à l'organisation du Congrès français de mécanique 2017 (du 28 août au 1<sup>er</sup> septembre 2017 à Lille).
- Activité d'expertise pour le conseil régional de la région aquitaine dans le cadre de l'Appel à Projets annuel 2014.
- Expertise d'articles scientifiques pour les revues internationales : Construction and Building Materials (Ed. Elsevier), Materials and Structures (Ed. Springer), Journal of Natural Gas Science and Engineering (Ed. Elsevier), Engineering Geology (Ed. Elsevier).

### **Aspect enseignement :**

- Depuis septembre 2014 : Responsable de l'option d'approfondissement Génie Civil en 3<sup>e</sup> année de la formation d'ingénieur Centrale Lille (effectif variable, de 8 à 27 étudiants).
- Depuis septembre 2011 : responsable à Centrale Lille du Master 2 Génie Civil « Géo matériaux et structures en génie civil » co-accrédité avec l'université de Lille 1 (responsable à Lille 1 : J.F. Shao) : de 5 à 10 étudiants inscrits à Centrale Lille.
- Jusqu'à 2017 : Responsable du module de tronc commun « Mécanique des structures » à destination des élèves de 1<sup>ère</sup> année de la formation d'ingénieur Centrale Lille : 240 élèves.
- Responsable de deux électifs disciplinaires à destination des élèves de 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> année de la formation d'ingénieur Centrale Lille : 12 à 16 élèves.

### *Activités d'enseignement*

Ci-dessous sont résumés les différents enseignements auxquels j'ai participé en tant que maître de conférences à Centrale Lille depuis ma prise de fonction en septembre 2007.

Période	Elève ingénieur	Nbr. d'élèves	Nom du module d'enseignement	Type d'enseignement	Nbr. d'heures
<b>2007-2009</b>	1 <sup>ère</sup> année	30	Mécanique des milieux continus	TD	24
<b>2010-2012</b>	2 <sup>ème</sup> année	12	Acquisition de données et méthodes numériques pour l'ingénieur	TD	8
<b>2007-2016</b>	1 <sup>ère</sup> année	30	Mécanique des Structures	TD	48
<b>2010-</b>	2 <sup>ème</sup> année	12	Durabilité des Géomatériaux	Cours/TD	4
<b>2012-</b>	2 <sup>ème</sup> année	16	Méthodes expérimentales en mécanique des matériaux	TP	16
<b>2007-</b>	3 <sup>e</sup> année	8 à 27	Travaux Pratiques	TP	40 à 80
	2 <sup>ème</sup> année	16	Approfondissement en calcul de structures	Cours/TD	8 à 16
	3 <sup>ème</sup> année	8 à 27	Projet Structures métalliques et béton	TD	40
<b>2013-</b>	3 <sup>e</sup> année	8 à 27	Béton armé aux EC2	Cours/TD	40

# La mesure de perméabilité comme outil d'aide à la compréhension du comportement des matériaux et des structures du génie civil

## 1. Introduction

La perméabilité d'un matériau caractérise son aptitude à se laisser traverser par un fluide (liquide ou gazeux) sous un gradient de pression. Cette caractéristique est directement utilisable dès lors qu'il s'agit de répondre à des problématiques de type étanchéité d'une structure ou potentiel d'exploitation d'une ressource (gisement de gaz naturel par exemple). Il s'agit, la plupart du temps de pouvoir quantifier cette perméabilité, soit dans un état standard (perméabilité intrinsèque), soit d'évaluer l'influence de divers facteurs (saturation liquide ou chargement mécanique par exemple). Certains matériaux (sable ou grès) présentent de fortes perméabilités et leur mesure n'est pas réellement difficile. Cette quantification relève parfois du défi dès lors que les perméabilités sont très faibles. Il s'agit néanmoins d'une part importante des matériaux qui sont étudiés au laboratoire. En effet, nos partenaires industriels sont souvent confrontés aux très faibles perméabilités, que ce soit pour les bétons hautes performances (en particulier dans des états de saturation partielle), l'argilite dans le cadre du stockage des déchets radioactifs, les réservoirs de gaz non conventionnels (shale gas ou grès « tight »), ou plus récemment (dans l'histoire du laboratoire) des revêtements de réparation ou d'étanchéification de structures (silicone ou époxy). Une part importante des efforts de recherche du laboratoire a ainsi porté, ces dernières années, sur la mise au point de dispositifs expérimentaux et de moyens de mesure permettant de mesurer avec précision des perméabilités toujours plus faibles. A l'heure actuelle, la gamme de mesure de perméabilité mesurable au laboratoire s'étend de  $10^{-11}$  à  $10^{-23}$  m<sup>2</sup>.

Outre la possibilité de mesurer ces faibles perméabilités, les avancées obtenues en termes de précision de mesure ont permis de détecter avec acuité et sur une large étendue de mesure les variations de perméabilités consécutives de changement d'état (teneur en eau, degré de maturation...), de la variation des niveaux de chargement mécanique (confinement, charge déviatorique), de l'endommagement du matériau ou de son vieillissement. Cet aspect représente un pan très important des activités du laboratoire et par conséquent de mes activités de recherche. J'ai choisis de l'aborder, dans le chapitre 2 de ce manuscrit, au travers de la problématique des grès « tight ». Il s'agit de roches de réservoirs gaziers dits « non-conventionnels », en raison de leur faible perméabilité, de leur faible porosité et de leur grande sensibilité au chargement mécanique et à la saturation. Dans cette étude, au-delà de la caractérisation des propriétés de transfert de ces roches dans les conditions *in-situ*, la perméabilité est utilisée comme marqueur des modifications microstructurale du matériau. Une approche numérique basée sur un modèle d'homogénéisation micromécanique vient conforter les hypothèses issues des observations expérimentales.

Cette étude est emblématique d'une démarche plus globale du laboratoire. Il s'agit de ne pas se contenter de la mesure de perméabilité comme simple quantifieur de l'étanchéité, ou non, d'un matériau. La mesure de perméabilité, à partir du moment où elle est réalisée avec un protocole soigné et des dispositifs de mesure adaptés, est suffisamment sensible pour être un indicateur fiable de l'évolution des matériaux. Elle peut alors être employée pour observer dans le temps le vieillissement d'un matériau ou d'une structure, son endommagement, marquer des variations de chargement mécanique ou de saturation...

Une fois faite la démonstration de ce potentiel, en laboratoire, à l'échelle du matériau, l'étape suivante était naturellement de transposer ces méthodologies à l'échelle de la structure, dans des conditions *in-situ* qui plus est. Le chapitre 3 est ainsi dédié à la description du développement d'un capteur de saturation liquide *in-situ*, basé sur la mesure des perméabilités effectives au gaz. La mise au

point de ce capteur, baptisé « pulse », a débuté en 2008 et a fait depuis l'objet de nombreuses études. Au travers de plusieurs expérimentations dans des contextes industriels (EPR Fla3, maquette VeRCoRs, site de stockage et laboratoire souterrain de l'ANDRA, piles de ponts en Chine), nous avons pu démontrer la sensibilité et la fiabilité de cette technique de mesure. Le chapitre 3 s'appuie principalement sur les résultats issus de l'instrumentation de la maquette VeRCoRs d'EDF pour illustrer cet axe de recherche. S'agissant d'une technologie relativement « jeune » (comparées aux autres méthodes de mesures de la saturation comme les TDR), de nombreuses perspectives de recherche sont apparues. Si la mesure des débits, en régime permanent d'écoulement, permet de calculer assez précisément la perméabilité au gaz d'un matériau, cette mesure en phase transitoire est beaucoup plus ardue. Ici encore, la nécessité d'un dialogue modèle-expérience apparaît évident. Par ailleurs, les mesures réalisées *in-situ* ont également permis d'envisager l'utilisation du capteur « pulse » comme indicateur d'endommagement d'une structure. Une étude exploratoire menée au laboratoire est présentée dans ce chapitre. Elle servira de base pour l'interprétation d'essais en cours de réalisation dans un ouvrage d'art en Chine.

Le chapitre 4 présente une étude relativement iconoclaste menée au laboratoire. Le contexte était l'amélioration de l'étanchéité des enceintes de bâtiments réacteurs de centrales nucléaires. Si cette thématique a été, pour le laboratoire, l'occasion de tester différentes solutions industrielles (dont certaines sont évoquées dans ce manuscrit au chapitre des collaborations industrielles), elle a également suscité l'idée d'une utilisation originale de l'effet de la saturation en eau sur les propriétés de transfert des milieux poreux. Les études menées au laboratoire ont en effet montré la grande sensibilité de la perméabilité au gaz à la teneur en eau du matériau. Il a été ainsi envisagé de réduire les propriétés de transfert d'une paroi par imbibition. Si le cadre théorique était bien établi, il s'agissait ainsi de montrer la pertinence de cette idée à l'échelle de la structure. Se posaient notamment la question de la cinétique d'imbibition, la compétition entre imbibition et séchage, l'efficacité.

## **2. Identification des mécanismes pilotant les transferts dans les milieux à faible perméabilité : application aux grès « tight »**

### **2.1 Le défi de la mesure des faibles perméabilités**

Le laboratoire de génie civil de Centrale Lille s'est, depuis deux décennies, spécialisé dans les mesures des très faibles perméabilités, essentiellement au gaz. Dès 1995, la méthode de mesure de la perméabilité en régime quasi permanent a été employée pour déterminer les propriétés de transfert d'un granite dans des conditions d'écoulement cylindrique (Skoczylas and Henry, 1995). La difficulté ne réside pas dans l'obtention d'un régime permanent, dans la maîtrise des conditions aux limites ou la connaissance du profil de pression dans le matériau, mais dans la capacité à évaluer précisément de faible (voire très faibles) débits volumiques de gaz. Les gammes de mesure offertes aujourd'hui encore par les appareils de mesure commerciaux (type débitmètres massiques) ne permettent pas d'atteindre des débits volumiques inférieurs à quelques dizaines de  $\mu\text{L}/\text{min}$  (inférieurs à environ  $10^{-6} \text{ L/s}$ ).

La technique de mesure employée consiste à placer en amont ou en aval de l'échantillon un volume tampon calibré dans lequel on mesure la variation de la pression. En utilisant un gaz approprié, il est alors possible d'utiliser la loi des gaz parfaits pour en déduire le débit volumique entrant ou sortant de l'échantillon. La force de cette technique réside dans la possibilité d'adapter facilement le dispositif de mesure à des matériaux présentant des perméabilités très différentes. En gardant une pression de mesure satisfaisante il est possible de mesurer des perméabilités inférieures à  $10^{-22} \text{ m}^2$  et pouvant atteindre  $10^{-13} \text{ m}^2$ . Il est simplement nécessaire de choisir un volume tampon de capacité adaptée (plus la perméabilité est faible, moins le volume est grand) et un capteur de pression suffisamment résolu. Nous verrons dans la suite de ce document comment cette technique a pu être employée pour étudier des matériaux présentant des géométries et des propriétés extrêmement variées.



### 2.1.1 Protocoles et moyens expérimentaux

L'outil de base pour la mesure des faibles perméabilités est une cellule hydrostatique de type Hassler (Figure 2-1). L'échantillon, généralement cylindrique, y est placé à l'intérieur d'une manchette en Viton® le protégeant de l'huile remplissant la cellule et assurant le confinement de l'échantillon. Le but de la pression de confinement (toujours supérieure à la pression du fluide utilisé pour mesurer la perméabilité) est de forcer le passage du fluide à l'intérieur de l'échantillon. Pour certaines études, la pression de confinement est employée pour solliciter mécaniquement le matériau et simuler par exemple les contraintes litho statiques.

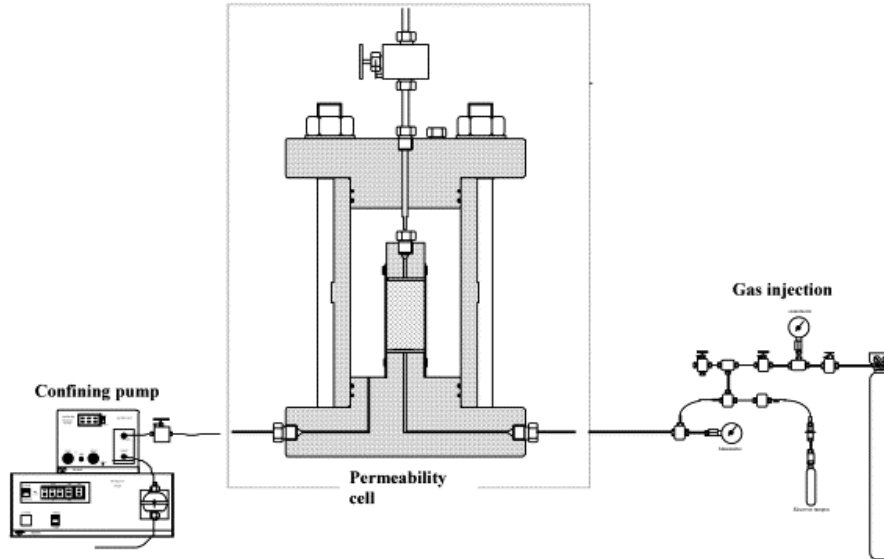


Figure 2-1: cellule de type Hassler modifiée pour la mesure des perméabilités (ici au gaz) (Loosveldt et al., 2002).

La perméabilité caractérisant l'aptitude d'un matériau à se laisser traverser par un fluide sous un gradient de pression, une pression d'injection ( $P_i$ ) de gaz est générée sur la face amont de l'échantillon à tester au moyen d'un réservoir sous pression équipé d'un détendeur de sensibilité appropriée. Cette pression est maintenue la plus constante possible jusqu'à obtention d'un régime permanent. L'extrémité aval de l'échantillon est quant à elle laissée à pression atmosphérique ( $P_0$ ). Dans le cas d'une mesure de la perméabilité telle que présentée dans la Figure 2-1, le réservoir tampon de volume  $V_t$  est placé en amont de l'échantillon. C'est le débit volumique entrant qui sera alors mesuré. Une fois le régime permanent établi, le protocole d'essai consiste à isoler le réservoir tampon du réservoir sous pression au moyen d'une vanne. L'application de la loi des gaz parfait permet alors d'utiliser la variation de pression dans le volume tampon  $dP_i/dt$  pour calculer le débit volumique moyen de gaz entrant  $Q_{i,m}$  :

$$Q_{i,m} = \frac{V_t \cdot dP_i}{P_m \cdot dt} \quad \text{Eq. 2-1}$$

Où  $P_m$  est la pression moyenne d'injection, telle que :

$$P_m = P_i - \frac{dP_i}{2} \quad \text{Eq. 2-2}$$

L'approximation du régime quasi permanent implique que la chute de pression dans le réservoir soit petite par rapport à la pression initiale (de l'ordre de 5 à 10 % de  $P_i$ ). Une fois le régime permanent établi, le profil de pression de gaz dans l'échantillon est défini par :

$$P(x) = \sqrt{P_i^2 \cdot \left(1 - \frac{x}{L}\right) + P_0^2 \cdot \frac{x}{L}} \quad \text{Eq. 2-3}$$

Où  $x$  varie de 0 (sur la face amont de l'échantillon soumis à la pression  $P_i$ ) à  $L$  (la longueur de l'échantillon) au niveau de la face aval où la pression vaut  $P_0$ .

C'est alors la loi de Darcy qui est utilisée pour calculer la perméabilité au gaz  $K_g$ . Selon celle-ci, adaptée aux fluides compressibles :

$$K_g = \frac{\mu \cdot Q_{i,m} \cdot 2 \cdot L \cdot P_m}{A \cdot (P_m^2 - P_0^2)} \quad \text{Eq. 2-4}$$

Où  $A$  est la section de l'échantillon et  $\mu$  la viscosité dynamique du gaz (en Pa.s).

Nous parlerons de perméabilité apparente lorsque le calcul de perméabilité n'est pas corrigé des effets de glissement aux parois ou effet Klinkenberg (Klinkenberg, L. J., 1941), ou des effets inertiels (Forchheimer P., 1901). Nous parlerons de perméabilité effective lorsque le matériau n'est que partiellement saturé par le fluide percolant. Nous pourrions parler de perméabilité intrinsèque (notée  $K_i$ ) sinon.

### 2.1.2 Limites expérimentales

Il n'y a pas de limite théorique à l'utilisation de cette technique de mesure des débits volumiques puisque l'on peut imaginer un volume amont tendant vers 0. Dans la pratique, les volumes « morts », nécessaires pour assurer le raccordement de la cellule au volume tampon, au manomètre et aux différentes valves, imposent un volume tampon minimal de quelques mL. Les incertitudes liées à l'estimation précise de ce volume deviennent alors préjudiciables à la précision de la mesure de débit. Par ailleurs, lorsque le débit à mesurer devient trop faible, les erreurs liées aux inévitables fuites dans le montage (si petites soient elles) ou aux effets thermiques, ne permettent plus une mesure fiable.

Il est également nécessaire de se poser la question de l'évolution du matériau en cours de mesure. La première précaution à prendre consiste à choisir un fluide qui n'interagisse pas avec le matériau. Par exemple, mesurer une perméabilité à l'air d'un matériau cimentaire entraîne inévitablement un changement de microstructure de celui-ci par carbonatation notamment. Outre le fait qu'il soit un gaz parfait, c'est pour cette raison que nous utilisons généralement l'Argon pour les mesures de perméabilité au gaz sur les géo matériaux. Malgré cela, la capacité de l'Argon à s'adsorber sur les parois des pores (Yuan *et al.*, 2017) pourrait causer un biais dans le cas d'une interprétation d'un essai de perméabilité dans une phase transitoire (cf. § 3.3).

Dans le cas des mesures en état partiellement saturé, l'évolution du degré de maturité des matériaux cimentaire peut également se poser, ainsi qu'une éventuelle désaturation de l'échantillon sous l'effet de la pression de gaz en fonction des tailles de pores (cf. § 4.5.3) et du balayage par un gaz sec. Enfin, lorsque les perméabilités sont faibles et les temps de mesure long, le fluage du matériau du au chargement mécanique (pression de confinement) peut entraîner une modification de la structure percolante du matériau et remettre en cause la possibilité d'atteindre un régime permanent permettant d'appliquer les méthodes de calcul précédentes.

## 2.2 Problématique des grès « tight »

La problématique associée aux réservoirs compacts de faible perméabilité est abordée au laboratoire par le biais de thèses proposées par ENGIE et STORENGY. Les essais expérimentaux de la thèse de François Bignonnet (Bignonnet, 2014), encadré par le Pr. Luc Dormieux de l'Ecole des Ponts, ont ainsi été réalisés au laboratoire de GC de Centrale Lille. Ce travail de thèse s'intéressait aux propriétés de transfert, de résistance et de plasticité de roches argileuses. Les enjeux industriels étaient la détermination du potentiel de production de gaz naturel des roches mères (type « shale gas ») et de la capacité de rétention des roches de couvertures utilisées pour les stockages de gaz ou de déchets en milieu souterrain.

J'ai ensuite eu l'occasion de co-encadrer deux thèses réalisées à Centrale Lille sous la direction du Pr. Frédéric Skoczylas. La première a été soutenue par Xiao-Jian Fu le 19 décembre 2013 et s'intitulait « Coupure hydraulique et potentiel de production en gaz de réservoirs de grès « tight » : étude expérimentale » (Fu, 2013). Dans la continuité de cette thèse, Yi Wang a soutenu sa thèse intitulée « Pétrophysique et micromécanique des grès "tight" en relation avec leur microstructure » le 8 décembre 2016 (Wang, 2016).

La problématique associée au grès « tight » est liée à la raréfaction des ressources en gaz naturel issus de gisements dits conventionnels c'est-à-dire qui sont facilement exploitables dans le contexte technico économique actuel. L'industrie gazière est donc poussée à se tourner vers les gisements non-conventionnels. Les roches composant ces réservoirs présentent des propriétés pétrophysiques (faibles porosité et perméabilité) rendant l'extraction plus difficile et pénalisant la rentabilité économique du gisement (Naik, 2008), ce qu'illustre la représentation des ressources sous forme de triangle des ressources (cf. Figure 2-2). Ainsi les grès « tight » présentent une perméabilité inférieure à 0,1 mD (soit  $10^{-16}$  m<sup>2</sup>) soit 100 à 10 000 fois moins perméables que les réservoirs conventionnels. En revanche les volumes potentiellement exploitables sont très importants.

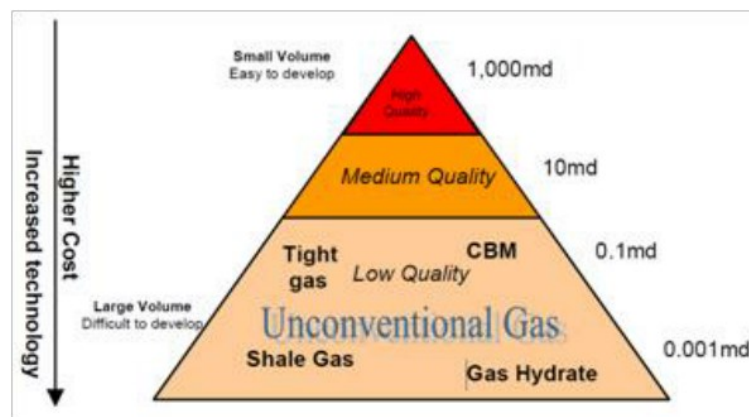


Figure 2-2 : triangle des ressources en gaz naturel (Norbeck, 2011).

Les caractéristiques pétro physiques particulières des réservoirs « tight » sont liées à leur diagenèse. Les lames minces présentées en Figure 2-3, d'un grès conventionnel et d'un grès « tight » illustrent bien l'impact de cette diagenèse sur la microstructure de ces roches et sur les difficultés d'exploitation qui en découlent.

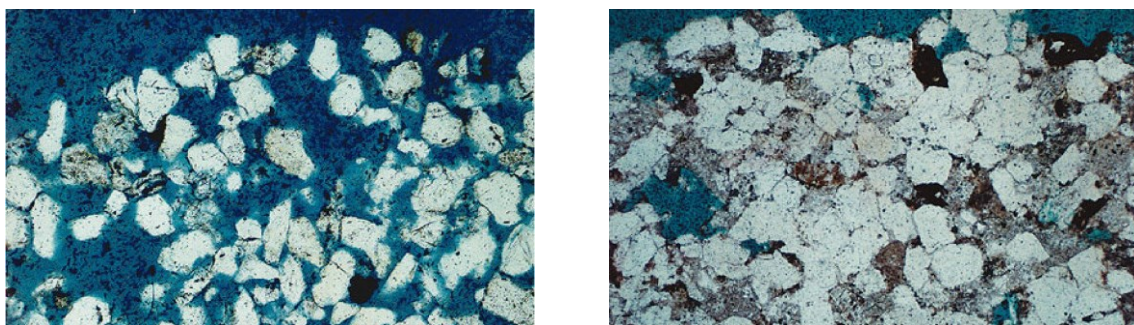


Figure 2-3 : lames minces d'un grès conventionnel (à gauche) et d'un grès « tight » (à droite) (Naik, 2008).

En plus d'une perméabilité réduite, les grès « tight » se caractérisent également par une faible porosité totale, connectée par un réseau très fin de joints de grains partiellement cimentés. La structure de ce réseau explique une autre caractéristique des grès « tight », leur grande sensibilité à la saturation et au chargement mécanique. Cette sensibilité se traduit par un phénomène appelé « permeability jail » dans la littérature pétrolière (Cluff and Byrnes, 2010; Shanley *et al.*, 2004). Comme l'illustre la Figure 2-4 (à gauche), dans les milieux poreux classiques partiellement saturés par 2 phases (du gaz et de l'eau par exemple), les perméabilités relatives de ces 2 phases varient avec leur niveau de saturation de la porosité. Lorsque le milieu est totalement saturé d'eau, la perméabilité à l'eau est maximale tandis que

la perméabilité au gaz est nulle. La perméabilité au gaz à l'inverse est maximale lorsque la porosité est totalement saturée de gaz. Entre ces 2 états extrêmes, les perméabilités des 2 phases évoluent, mais une phase au moins est toujours mobile. Dans le cas des roches « tight » (Figure 2-4 (à droite)) il existe une plage de saturation pour laquelle aucune des 2 phases n'est mobile. Les 2 fluides sont alors en quelque sorte « emprisonnés » et il n'est plus possible d'extraire l'un ou l'autre fluide du gisement. Ce comportement particulier tient à la structure du réseau poreux de ces roches et au contrôle qu'exercent sur le chemin de percolation des étranglements du réseau poreux qui interrompent la continuité du chemin de percolation. Du fait de leur faible diamètre, ces étranglements, constituant les pores d'entrée de chemin plus larges, seaturent dès les faibles humidités relatives. Il s'ensuit une coupure de l'écoulement du gaz par une phase liquide discontinue se traduisant par le phénomène de « permeability jail » (Cluff and Byrnes, 2010). En écrasant les joints de grains et donc en réduisant le diamètre de ces étranglements, le chargement mécanique exacerbe ce phénomène. La gamme de saturation susceptible de créer les conditions d'un « permeability jail » dépendent du matériau, de la nature des fluides et de l'état de contrainte, mais se situe usuellement entre 55 et 80 % de saturation en eau (Cluff and Byrnes, 2010).

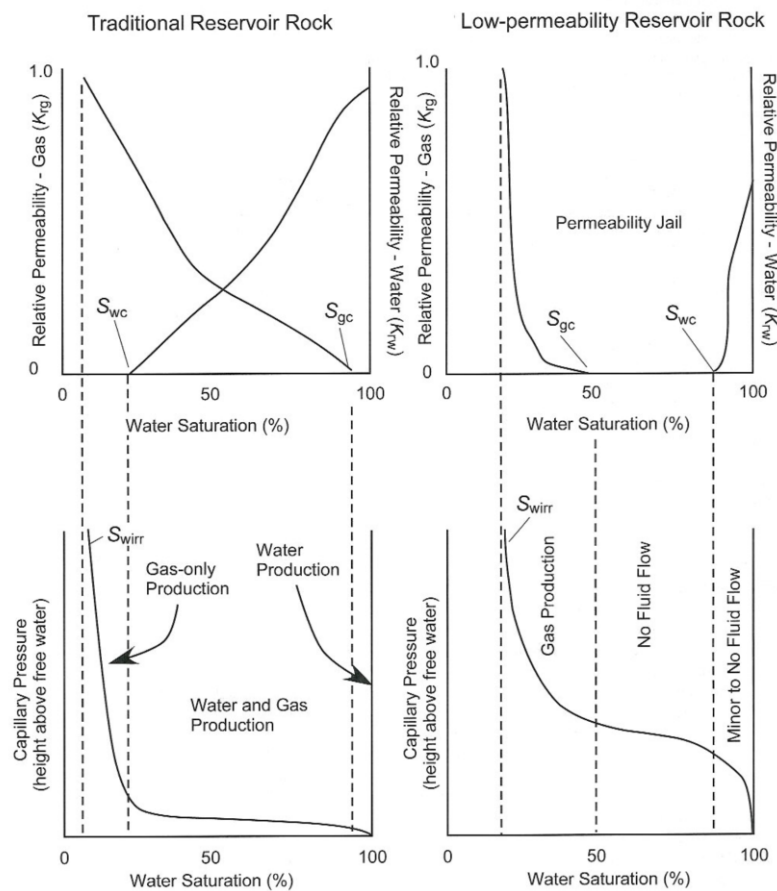


Figure 2-4 : sensibilité des réservoirs « tight » à la saturation par comparaison aux réservoirs conventionnels (Shanley et al., 2004).

Déclarer un matériau en état de « permeability jail » reste assez subjectif dans la mesure où cela dépend de la gamme de perméabilité qui est mesurable avec les moyens employés ou, d'un point de vue industriel, du débit de gaz qui est jugé acceptable économiquement. Un critère en perméabilité relative admet le « jail » lorsque les perméabilités relatives des 2 phases est inférieure à 2 %. Un critère en perméabilité effective (critère plus adapté à la problématique industrielle mais dépendant du contexte technico économique) se base sur une perméabilité minimale des 2 phases de 1  $\mu\text{D}$  (soit  $10^{-18} \text{ m}^2$ ) (Cluff and Byrnes, 2010).



D'un point de vue industriel, il est bien entendu primordial d'identifier les conditions dans lesquelles se produirait un « jail » pour garantir le potentiel de production d'un gisement. Le couplage entre l'effet de la saturation et du chargement mécanique rend néanmoins très difficile de prédire ce risque et son incidence sur la production en ne se basant que sur des données de caractérisation « classiques » (type porosimétrie mercure). C'est avec l'objectif de mieux comprendre les mécanismes de ce phénomène pour l'anticiper que les thèses de X.-J. Fu (Fu, 2013) et Y. Wang (Wang, 2016) ont été conduites. Je vais maintenant en présenter les principaux résultats.

## 2.3 Principaux résultats

### 2.3.1 Caractérisation de la microstructure

Les échantillons de roches fournies par ENGIE dans le cadre de ces 2 thèses provenaient de deux gisements différents (l'un en Allemagne, l'autre en Algérie), de puits différents et de profondeurs différentes. Leurs minéralogies étaient assez contrastées (bien que constitués en très grande majorité de quartz et de traces d'argiles).

Malgré leurs différences, tous ces échantillons présentaient les caractéristiques d'une roche « tight » dans le sens où leur perméabilité intrinsèque au gaz est inférieure à  $10^{-16}$  m<sup>2</sup> ( $10^{-17}$  m<sup>2</sup> en moyenne) et leur porosité inférieure à 8 % (moins de 2 % pour certains échantillons). Des observations réalisées au microscope optique (Figure 2-5) ont permis de mettre en évidence cette structure poreuse propre aux roches « tight », constituée d'un réseau de joints de grains plus ou moins cimentés et tortueux contrôlant l'accès à des pores plus larges pouvant atteindre une centaine de micron de diamètre. Ces deux images, provenant de deux échantillons issus du même réservoir (Algérie) mais de deux puits différents illustrent la difficulté de ce travail. La diversité des structures poreuse, des minéralogies et des propriétés pétro physiques rendant délicate les comparaisons entre échantillons.

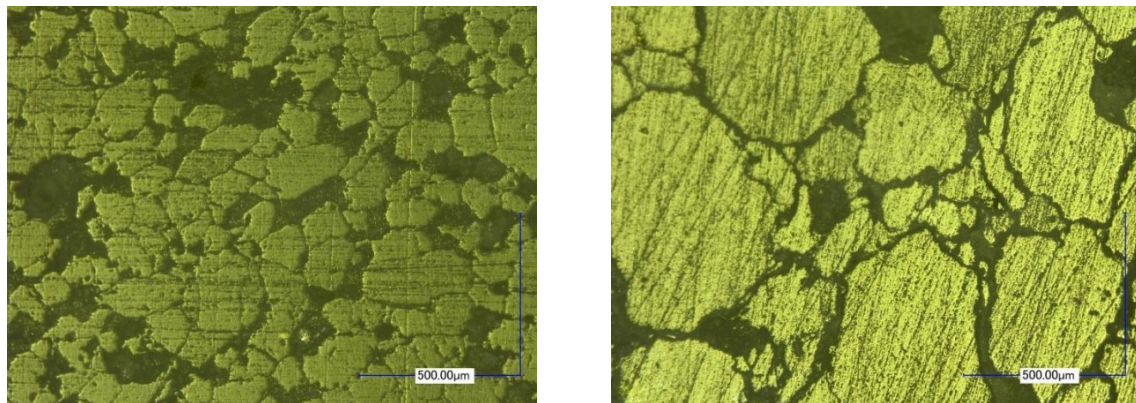


Figure 2-5 : observations au microscope optique de la structure de 2 échantillons grès « tight » (Wang, 2016).

### 2.3.2 Sensibilité à la saturation

#### 2.3.2.1 Conditionnement des échantillons

Lorsque l'on parle de « permeability jail » le paramètre principal est la saturation. C'est donc par-là que nous commencerons avant de parler des couplages avec le chargement mécanique.

Pour ces deux études, un premier verrou expérimental a consisté à obtenir les niveaux de saturation souhaités. Afin de tracer les courbes  $K_{r,g}(S_w)$  il était en effet nécessaire d'obtenir des points de saturation balayant la totalité de la gamme de saturation (de 0 à 100 %). La méthode généralement employée au laboratoire consiste à placer les échantillons dans un environnement assurant une humidité relative déterminée (et donc une pression capillaire connue). Pour cela il est possible de placer les échantillons dans des cloches hermétiques au-dessus de solution salines sur-saturées (Chen *et al.*, 2012) ou dans des enceintes climatiques (Brue *et al.*, 2012). Ces deux techniques ne permettent pas de

fixer précisément l'humidité relative au-delà de 98 %. La loi de Kelvin-Laplace permet de calculer le diamètre du plus petit capillaire drainé pour des conditions de température et d'humidité relative données. Il en ressort qu'à 98 % d'humidité relative (correspondant à une pression capillaire de 2,7 MPa), le plus petit pore drainé présente un diamètre de 0,1  $\mu\text{m}$  et tous les pores de diamètres supérieurs sont désaturés. La microstructure des échantillons de grès « tights » est telle que leur distribution de diamètre de pore est majoritairement supérieure à 0,1  $\mu\text{m}$  (voir par exemple la distribution de pore obtenue par porosimétrie mercure sur un échantillon de grès « tight » algérien, Figure 2-6). Ainsi, placé à 98 % d'humidité relative, sa saturation en eau n'est déjà plus que de quelques pourcents. Il n'est donc pas possible de balayer la gamme des saturations susceptibles de créer les conditions d'apparition du « permeability jail » dans ces conditions.

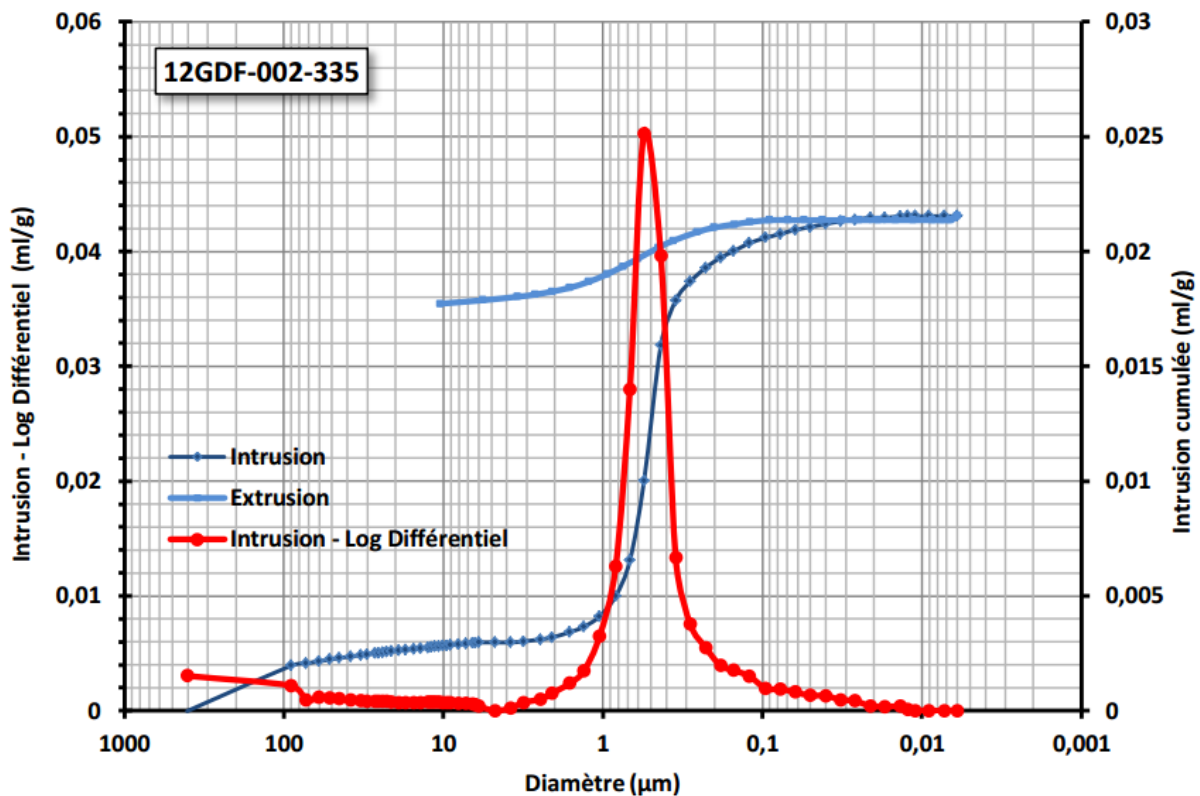


Figure 2-6 : distribution des diamètres d'accès au pores pour un échantillon de grès « tight » (Wang, 2016).

La technique employée dans ces deux études a donc consisté à fixer la masse des échantillons correspondant à la saturation désirée par imbibition, ce qui entraîne un gradient de saturation dans l'échantillon, puis à homogénéiser cette saturation. Pour ce faire, nous nous sommes inspiré d'un protocole proposé par la Rilem (Rilem TC 116-PCD, 1999), en plaçant les échantillons partiellement saturés dans une enveloppe étanche puis en étuve à 40 °C pendant un minimum de 2 semaines. Le principal désavantage de cette méthode est que la pression capillaire correspondant à cet état de saturation n'est alors pas connu et il n'est pas possible de construire l'isotherme de désorption du matériau ( $S_w(HR)$  ou  $S_w(P_{cap})$ ) qui sont pourtant des outils très utiles pour la caractérisation des matériaux et servant de paramètre d'entrée pour de nombreux modèles de réservoirs dans l'industrie pétrolière.

### 2.3.2.2 Mesures de perméabilités relatives au gaz

En suivant le protocole de mesure de la perméabilité au gaz présenté précédemment (cf. § 2.1.1), nous avons commencé par définir les courbes de perméabilité relative au gaz des échantillons sous faible confinement (3 MPa). La Figure 2-7 présente les courbes issues des travaux de Wang (Wang, 2016). Conformément à ce qui était attendu pour des roches « tights », une forte réduction de la perméabilité au gaz intervient dès les faibles saturations. Au-delà de 20 % de saturation en eau, tous les échantillons ont vu leur perméabilité effective divisée par 2. Un échantillon (n° 3249) se trouve en condition de

« permeability jail » (critère de perméabilité relative cf. § 2.2) dès 30 % de saturation et la quasi-totalité des échantillons sont dans cette situation au-delà de 60 % de saturation.

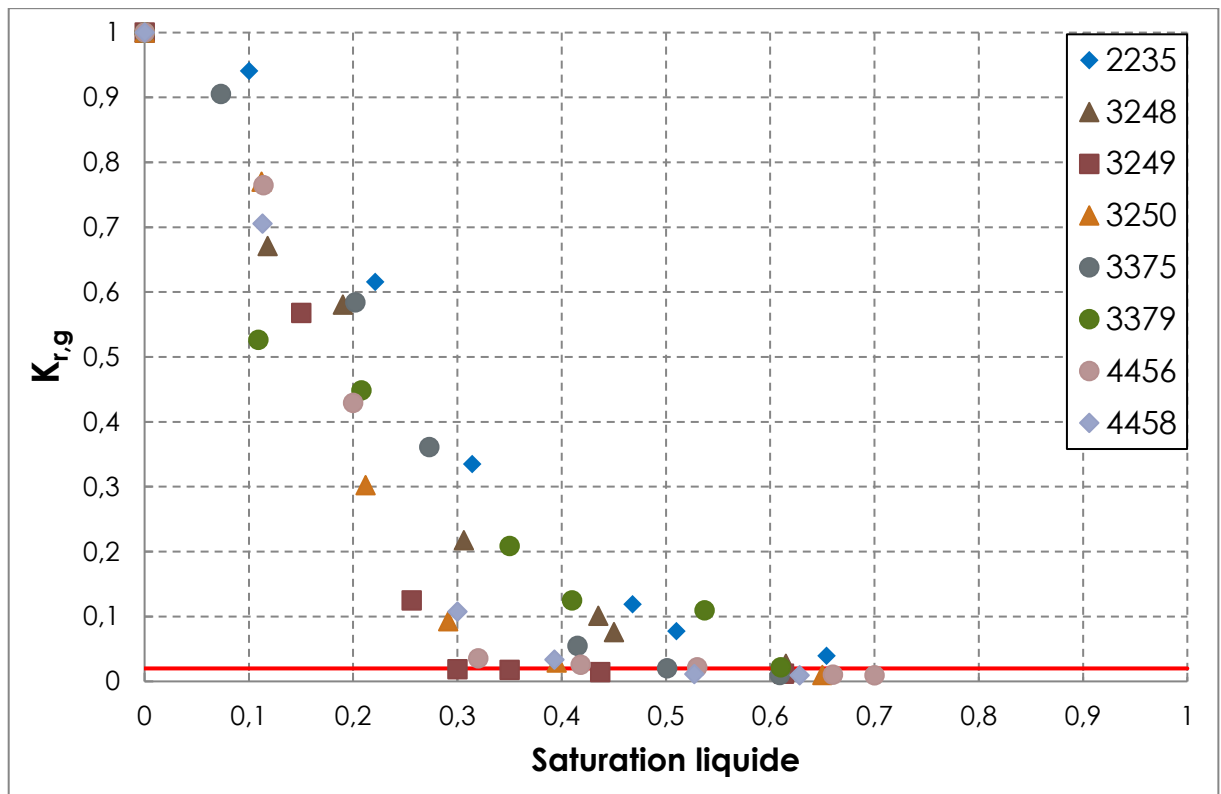


Figure 2-7 : courbes de perméabilité relative au gaz sous 3 MPa de confinement pour l'ensemble des échantillons de l'étude de Wang (Wang, 2016).

### 2.3.3 Effet du confinement

Les essais de perméabilité sur matériau sec ou partiellement saturés ont été réalisés sous différents niveaux de confinement pour simuler l'impact de la pression litho-statique. Par ailleurs, durant la production du gisement, la pression de gaz (et donc la pression effective) étant amenée à varier, il est utile d'évaluer l'effet du chargement mécanique sur l'évolution des propriétés de transfert.

Dans le cadre de la thèse de Wang, les pressions de confinement utilisées (3, 10, 20 et 40 MPa) ont permis de mettre en évidence cette sensibilité au chargement mécanique qui était une propriété attendue de ces roches « tight ». La Figure 2-8 montre l'impact du chargement hydrostatique (entre 3 et 40 MPa) sur la perméabilité sèche au gaz. Afin de s'affranchir des écarts de perméabilité effective à 3 MPa de confinement, les perméabilités aux différents confinements ont été normalisées par rapport à la perméabilité sèche sous 3 MPa de confinement. La réduction de perméabilité constatée va de 84 à 98 %. Ces réductions de perméabilité sont cohérentes avec celles observées par d'autres auteurs (Byrnes *et al.*, 1979). Du point de vue de la rentabilité économique de l'exploitation d'un gisement, l'impact de cette sensibilité au confinement est évident et la compréhension, voire la prédiction de ses effets nécessaire.

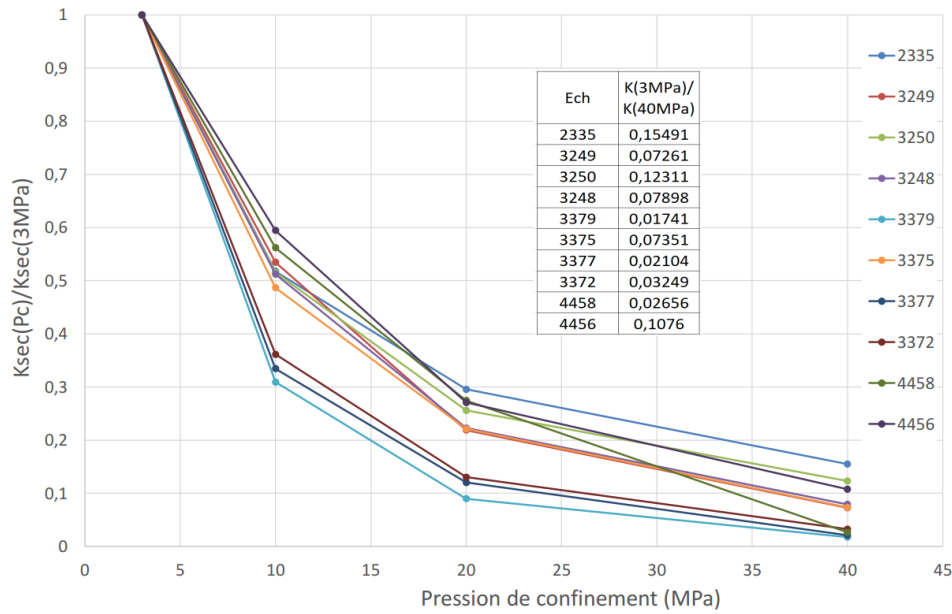


Figure 2-8 : effet du confinement sur les perméabilités sèches au gaz sur les grès « tight » (Wang, 2016).

Il est vraisemblable que cette réduction soit l'effet de la fermeture (totale ou partielle) des joints de grains qui contrôlent la connectivité du réseau poreux et donc sa perméabilité. Ainsi, Davies associait une plus grande sensibilité au chargement aux roches dont le réseau poreux était constitué de pores en fente (« slot pores ») ou avec étranglement (« pore throats ») (Davies and Davies, 1999). Byrnes avait au préalable établi que le diamètre de ces étranglements de pore pouvait être de 35 à 65 % plus petit sous confinement, notant également une corrélation entre le diamètre non confiné et le diamètre confiné (Byrnes, A.P. and Keighin, C.W., 1993).

La difficulté réside dans le fait de prédire la sensibilité au confinement sans avoir à réaliser les essais sous confinement (on ne parlerait plus de prédiction dans ce cas) malgré la variabilité des matériaux. Afin de quantifier la sensibilité au confinement de la perméabilité, il est classique d'utiliser une relation de type exponentielle (David *et al.*, 1994 ; Dong *et al.*, 2010 ; Zhang *et al.*, 2016 ; Zheng *et al.*, 2015):

$$k = k_0 \cdot e^{-\gamma(\sigma - \sigma_0)} \quad \text{Eq. 2-5}$$

Où  $k_0$  est la perméabilité initiale sous un confinement  $\sigma_0$ ,

$k$  est la perméabilité sous une pression de confinement  $\sigma$  et

$\gamma$  le coefficient de la sensibilité au confinement.

Plus le coefficient  $\gamma$  est grand plus le matériau est sensible au confinement. Le fittage des résultats au moyen de cette relation exponentielle permet d'obtenir des coefficients de corrélation très satisfaisant (supérieur à 0,96) (cf. Figure 2-9). Le coefficient de sensibilité  $\gamma$  apparaît relativement variable d'un échantillon à l'autre (de  $4,8 \cdot 10^{-2}$  à  $10,7 \cdot 10^{-2}$ ) traduisant les différences de sensibilité d'un échantillon à l'autre, même pour des roches issues d'un même réservoir. Dès lors, le choix qui s'offre est clair. Il s'agit soit de prendre un coefficient de sensibilité moyen au risque de générer des incertitudes sur le rendement du site de nature à mettre en péril sa viabilité économique, soit de déterminer de la manière la plus discrète possible les sensibilités au confinement des différentes couches de roche constituant le réservoir avec ce que cela implique en coût et en temps. Ainsi Miller (Miller *et al.*, 2007) a estimé à environ 30 % l'incertitude sur les volumes de gaz récupérables en raison des incertitudes sur



les courbes de perméabilités relatives, ce qui correspond à des centaines de milliards de m<sup>3</sup> de gaz<sup>1</sup>, à priori pour le seul territoire américain.

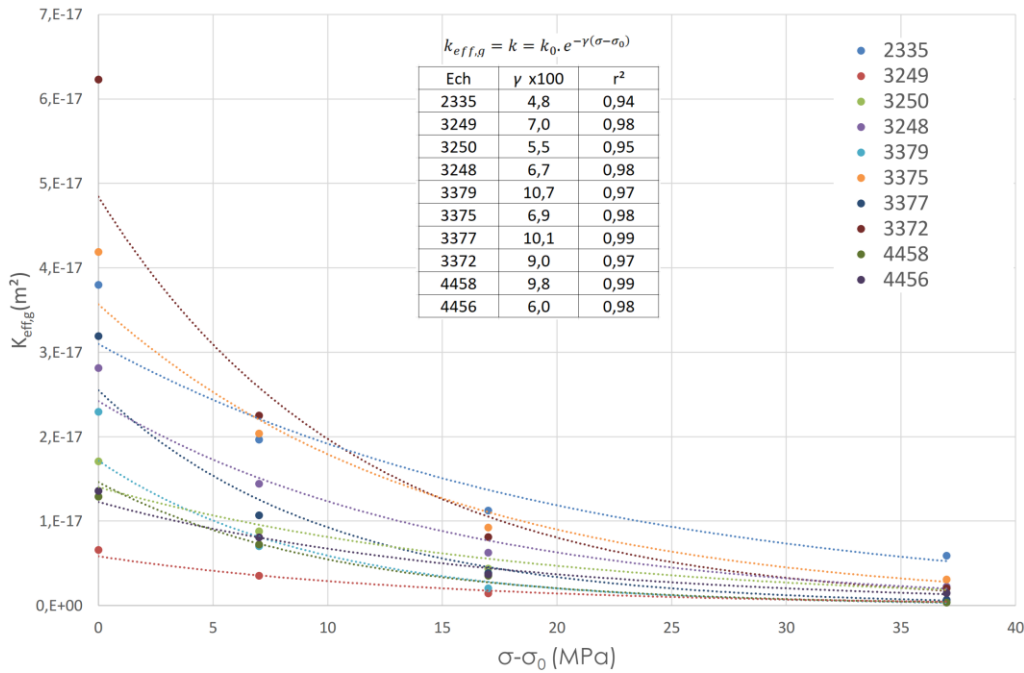


Figure 2-9 : relation perméabilité effective au gaz vs. pression de confinement et fittage exponentiel.

### 2.3.4 Couplage saturation confinement

Dans le cas des roches « tight », la littérature rapporte que l'effet couplé de la saturation et du chargement mécanique peut entraîner des réduction des propriétés de transfert en gaz d'un facteur 10<sup>1</sup> à 10<sup>4</sup> comparé aux mesures de laboratoires réalisés sans confinement ((Byrnes *et al.*, 1979; Shanley *et al.*, 2004) cités par (Miller *et al.*, 2007)).

Afin de représenter l'effet conjugué de la saturation et du confinement sur la perméabilité relative, deux représentations sont possibles.

La première consiste à calculer la perméabilité relative de manière usuelle, c'est-à-dire en normalisant la perméabilité effective à un confinement donné par la perméabilité intrinsèque (sèche) mesurée au même confinement :

$$k_{r,g}(x \text{ MPa}) = \frac{K_{eff,g}(S_w, x \text{ MPa})}{K_{i,g}(x \text{ MPa})} \quad \text{Eq. 2-6}$$

La Figure 2-10 représente l'évolution de la perméabilité relative (selon un mode de calcul « usuel ») pour des confinement allant de 3 à 40 MPa de confinement. Il apparaît un léger impact du confinement sur l'allure de la perméabilité relative allant dans le sens d'une réduction de celle-ci avec l'augmentation du confinement. Un fittage exponentiel a été utilisé mais est très peu pertinent ici au vu de la dispersion des valeurs liée à l'hétérogénéité des échantillons. La Figure 2-11 permet par exemple de voir les différences de sensibilité entre l'échantillon n° 3250 et l'échantillon n° 3375 provenant du même gisement mais de puits différents.

<sup>1</sup> « There is 30 percent uncertainty in the calculated recoverable hydrocarbon volumes when the expressions for relative permeability for the base case and the upside case are used in the simulation. Many tight gas reservoirs cover vast areas and this translates into uncertainties of 10's of trillions of cubic feet of recoverable reserves ».

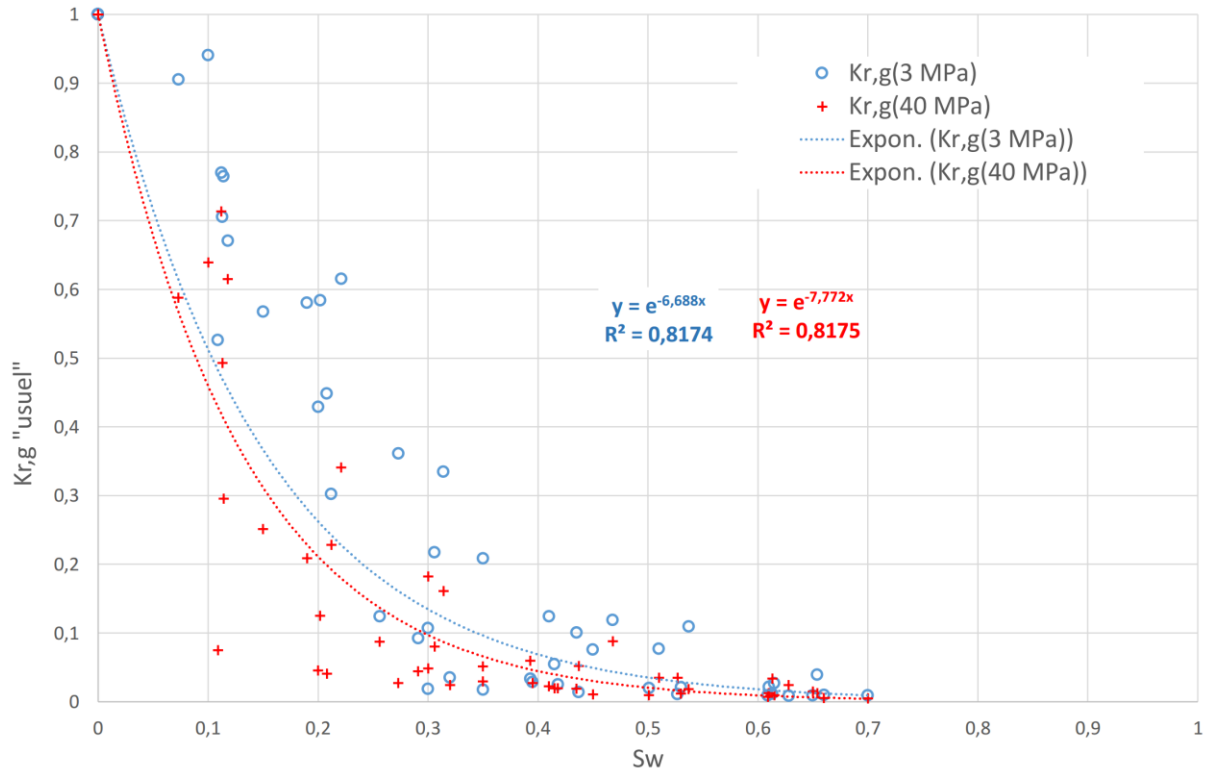


Figure 2-10 : évolution de la perméabilité relative « usuelle » à 3 et 40 MPa de confinement (tous les échantillons (Wang, 2016).

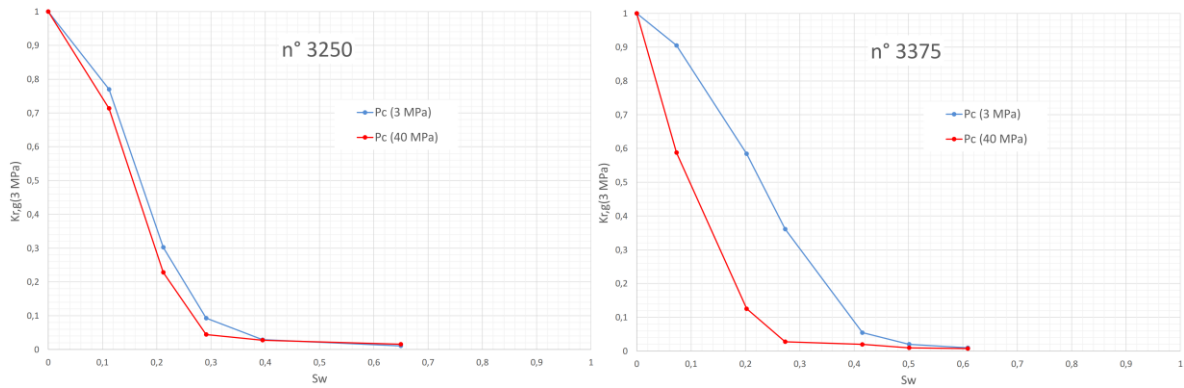


Figure 2-11 : évolution de la perméabilité relative « usuelle » à 3 et 40 MPa de confinement des échantillons n° 3250 (à gauche) et n° 3375 (à droite). (Wang, 2016).

Néanmoins, cette représentation « usuelle » de la perméabilité relative fait surtout apparaître la sensibilité à la saturation plutôt que la sensibilité à l'effet couplé du confinement et de la saturation. On lui préférera donc une représentation dans laquelle les perméabilités effectives, quelle que soit la pression de confinement utilisée, sont normées par rapport à la perméabilité intrinsèque au plus faible confinement (3 MPa ici) :

$$k_{r,g}(x/3 \text{ MPa}) = \frac{K_{eff,g}(S_w, x \text{ MPa})}{K_{i,g}(3 \text{ MPa})} \quad \text{Eq. 2-7}$$

La Figure 2-12 présente l'évolution des perméabilités relatives sous 3 et 40 MPa de confinement, normalisées par rapport à la perméabilité sèche mesurée sous 3 MPa de confinement. L'effet couplé de la saturation et du chargement mécanique est ici très visible. Pour des saturations comprises entre 60 et 70 % le chargement à 40 MPa tous les échantillons voient leur perméabilité réduite d'un facteur 500 à 5 000. Les lignes continues représentent la limite du « permeability jail » correspondant à une perméabilité relative de 2 %.

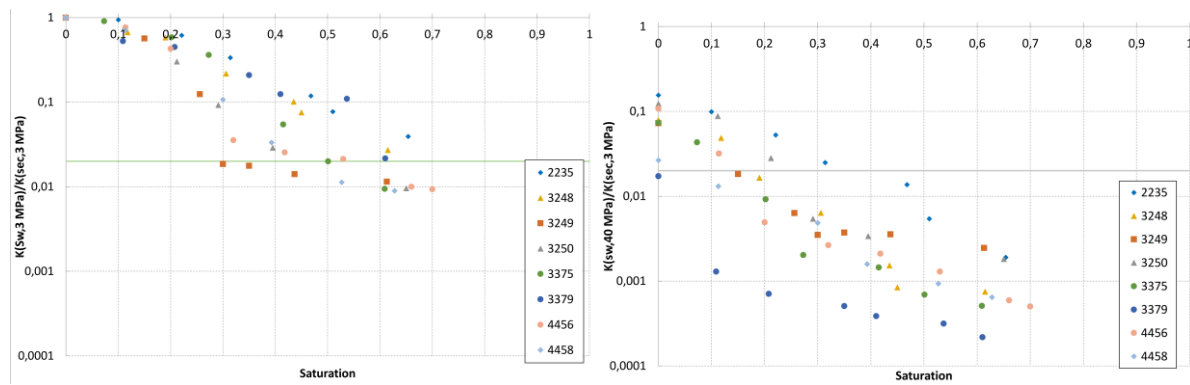


Figure 2-12 : perméabilité relative normalisée par rapport à la perméabilité sèche à 3 MPa, pour des confinements de 3 (à gauche) et 40 MPa (à droite).

Le Tableau 2-1 indique deux limites de saturation liées au « permeability jail ». La limite 1 représente la saturation minimale (pour cette population d'échantillons), susceptible de permettre le développement du « permeability jail ». La limite 2 représente la saturation minimale pour laquelle tous les échantillons sont en « permeability jail ». Nous constatons, d'après le Tableau 2-1, que certains échantillons sont déjà dans la zone « permeability jail » au confinement le plus faible (3 MPa). Ceci montre la grande sensibilité du grès étudié à l'effet couplé de la saturation et du confinement. A 3 MPa, l'écart entre les limites 1 et 2 est important et il faut atteindre 70 % de saturation pour que tous les échantillons soient en « permeability jail ». Comme l'avait observé Fu (Fu, 2013), les saturations critiques diminuent avec l'augmentation du confinement. A 40 MPa de confinement, pour la coupure hydraulique, certains échantillons, même secs, remplissent le critère et tous les échantillons sont concernés lorsque la saturation dépasse 35 %.

Cette analyse avait pour but de fournir un critère de risque utile pour l'industrie permettant d'anticiper le risque de coupure hydraulique. Il apparaît néanmoins de forts contrastes de comportement entre les échantillons et il serait utile de pouvoir relier ce critère de risque aux caractéristiques observables des matériaux.

Confinement (MPa)	Saturation limite 1	Saturation limite 2
3	0,30	0,68
10	0,25	0,60
20	0,10	0,40
40	0,00	0,35

Tableau 2-1 : évolution des saturations limites (ou critiques) en fonction du confinement pour les échantillons de grès « tight » de Wang (Wang, 2016).

Durant les travaux de thèse de Wang (Wang, 2016), des tentatives ont été réalisées pour relier la sensibilité au confinement, à la saturation, le risque de « jail » à certaines caractéristiques matériaux comme la porosité, le rayon de pore moyen, le rayon de pore à l'APEX (au sens de la méthode de Swanson (Swanson, 1981), cf. § 2.3.5), la perméabilité sèche sous faible confinement... mais aucune de ces données n'a donné de corrélation satisfaisante. Il paraît clair que des phénomènes aussi couplés ne peuvent se résumer à l'influence d'un seul paramètre matériau. Des méthodes expérimentales de caractérisation plus représentative de ces phénomènes de couplage restent donc à trouver. Dans cette optique, l'apport de modèles micro mécaniques peuvent se révéler utiles voire même indispensables afin d'identifier les caractéristiques matériaux utiles par « rétro fittage » d'essais adaptés. Cela fera partie des perspectives que je développerai plus loin (cf. § 2.5).

### 2.3.5 Comparaison avec les « outils » industriels

Les thèses menées sur le sujet étant en lien avec un industriel, il est nécessaire de toujours garder en tête la possibilité d'utiliser les résultats obtenus avec des méthodes proches de celles employées dans l'industrie ou au moins de les comparer avec les résultats fournis par ces outils.

Un certain nombre de méthodes existent dans la littérature permettant de prédire la perméabilité intrinsèque et la perméabilité relative à partir de données de caractérisation de la micro structure. Celles qui ont été mises en œuvre dans la thèse de X.-J. Fu, sont les méthodes de Kamath, Thomer et Swanson et sont basées sur l'utilisation de paramètres caractérisant le réseau poreux issus d'analyse par porosimétrie par intrusion de mercure (PIM).

### Méthode de Swanson

La méthode proposée par Swanson (Swanson, 1981) consiste à identifier un point particulier de la courbe de pression capillaire qui représente le diamètre d'entrée de pore pour lequel la connectivité du réseau poreux est atteinte. Ce point, dénommé APEX :  $\left(\frac{V_b}{P_c}\right)_{max}$  est identifié comme étant le point A où la courbe de pression capillaire (dans le bon format de représentation, cf. Figure 2-13) tangente la droite de pente -1. Swanson a ensuite proposé une relation permettant de relier les coordonnées de ce point à la perméabilité en utilisant la fonction puissance suivante :

$$k = 355 \left(\frac{V_b}{P_c}\right)_A^{2,005} \quad \text{Eq. 2-8}$$

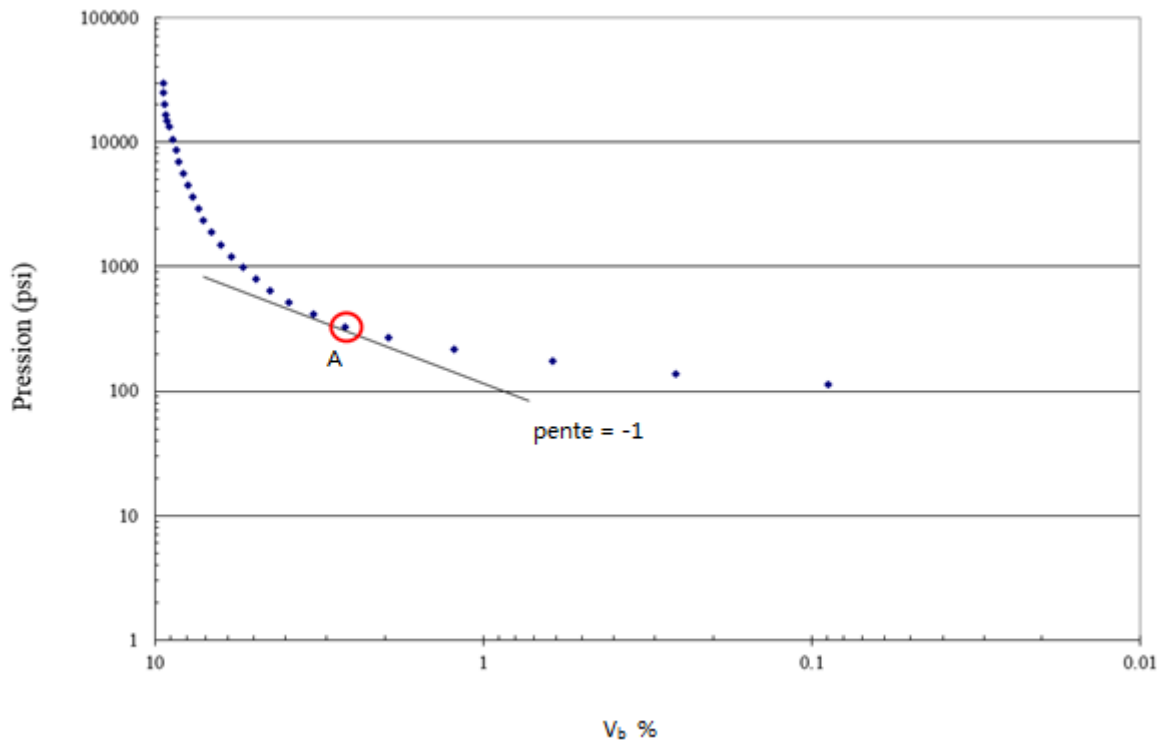


Figure 2-13 :identification de l'APEX sur la représentation de Swanson pour l'échantillon 1495 (Fu, 2013).

### Méthode de Thomeer

Une deuxième approche consiste à « fitter » la courbe PIM ( $H_g, P_c$ ) par une fonction paramétrique permettant d'obtenir un certain nombre de paramètres. Ces paramètres sont ensuite utilisés pour déterminer la perméabilité. Thomeer (Thomeer, 1983, 1960) a ainsi proposé une loi exponentielle permettant de « fitter » la courbe PIM au moyen de 3 paramètres :

$$P_c = P_d \cdot \exp\left(-\frac{G}{\ln\left(\frac{V_b(P_c)}{V_b(P_\infty)}\right)}\right) \quad \text{Eq. 2-9}$$

Où  $G$  est le paramètre géométrique permettant de « fitter » la courbe,  $P_d$  est la pression de déplacement,  $V_b(P_c)$  est le pourcentage du volume poreux occupé par le mercure pour une pression d'injection  $P_c$  donnée et  $V_b(P_\infty)$  est le pourcentage du volume poreux occupé par le mercure à la fin de la phase d'intrusion. Thomeer a ensuite proposé, sur la base d'une étude portant sur près de 300 échantillons, une relation reliant ces trois paramètres à la perméabilité :

$$k = 3,8086 G^{-1,334} \left( \frac{V_b(P_\infty)}{P_d} \right) \quad \text{Eq. 2-10}$$

### Méthode de Kamath

La relation établie par Kamath (Kamath *et al.*, 1992) utilise une longueur caractéristique  $L_{max}$  :

$$L_{max} = \left( \frac{\phi S_{nw}}{P_c} \right)_{max} = \frac{\phi \lambda (100 - S_r)}{P_e (1 + \lambda)^{\frac{1}{\lambda} + 1}} \quad \text{Eq. 2-11}$$

$S_w$  désigne la saturation de la phase mouillante,  $S_{nw}$  celle de la phase non mouillante et  $S_r$  la saturation résiduelle. Les trois paramètres  $\lambda$ ,  $P_d$  et  $S_r$ , sont obtenus en « fittant » la courbe PIM ( $Hg$ ,  $P_c$ ) au moyen de la formulation de Brooks-Corey (Brooks and Corey, 1964):

$$\left( \frac{P_e}{P_c} \right)^\lambda = \frac{S_w - S_r}{100 - S_r} \quad \text{Eq. 2-12}$$

Dans cette formulation,  $\lambda$  est un paramètre de fittage de la courbe,  $P_e$  désigne la pression d'entrée et  $S_r$  la saturation résiduelle.

Afin de déterminer la perméabilité à partir de cette longueur caractéristique, Kamath (Kamath *et al.*, 1992) a proposé 2 lois puissance en fonction de la gamme de perméabilité du matériau :

$$k = 413 L_{max}^{1,85} \quad \text{si } k < 1mD \quad \text{Eq. 2-13}$$

$$k = 347 L_{max}^{1,60} \quad \text{si } k > 1mD \quad \text{Eq. 2-14}$$

Les grès étudiés au cours de la thèse de X.-J. Fu (Fu, 2013) ont été caractérisé par porosimétrie par intrusion de mercure et ces résultats ont été utilisés pour estimer les perméabilités sèches au gaz de ces matériaux selon ces 3 méthodes. La Figure 2-14 présente les perméabilités sèches estimées et les compare aux perméabilités mesurées en laboratoire sur matériau sec et sous faible confinement (5 MPa). Les perméabilités sont ici assez bien estimées, notamment par les méthodes de Kamath et Thomeer, puisque, à l'exception de 2 échantillons, les perméabilités estimées correspondent au bon ordre de grandeur des perméabilités mesurées. Si l'on compare maintenant ces mêmes perméabilités estimées aux perméabilités sèches obtenues sous confinement de 60 MPa (cf. Figure 2-15), on observe une très nette dégradation de la prédiction des perméabilités. Les modèles de Thomeer et Kamath sous estiment alors la perméabilité au gaz de 1 à 2 ordres de grandeur.

Il apparaît ainsi clairement que l'utilisation de paramètres de calage obtenus sans confinement peut conduire à des écarts très significatifs entre les valeurs prédites et réelles. Il serait ainsi fort utile de savoir comment corriger ces valeurs pour tenir compte du chargement mécanique.

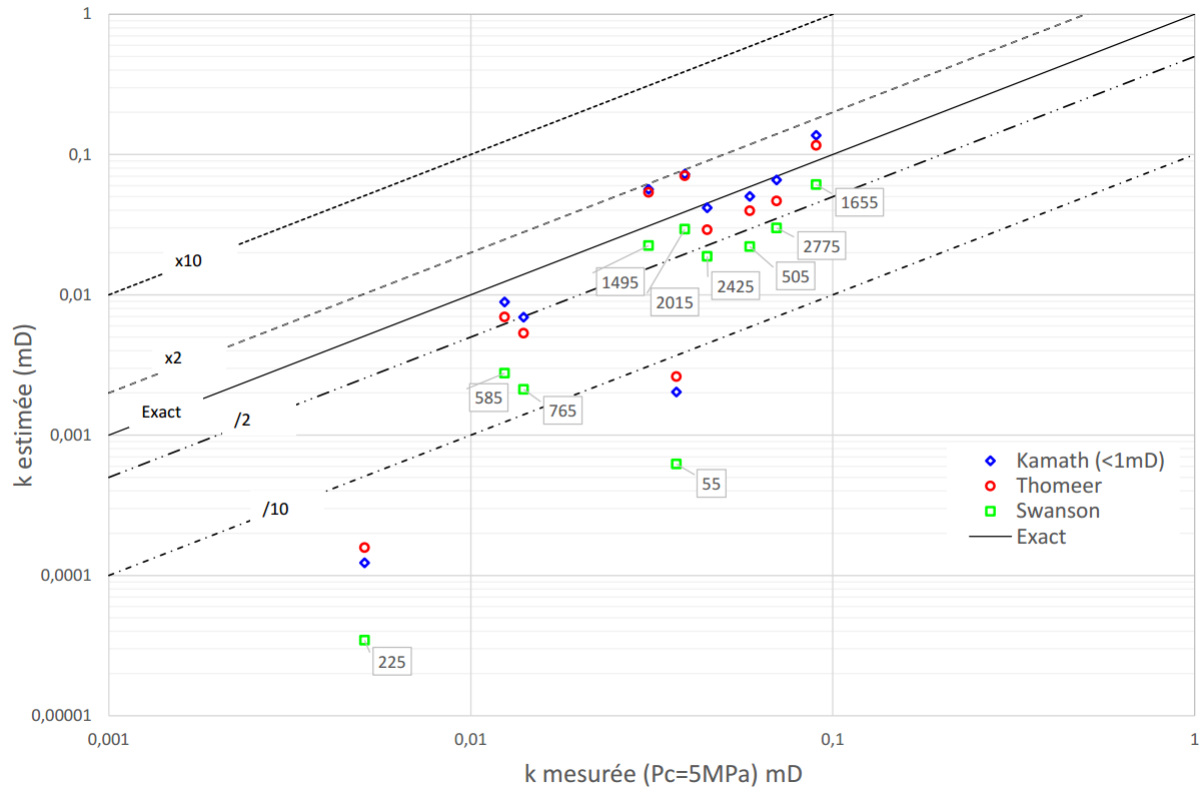


Figure 2-14 : comparaison des perméabilités estimées vs. perméabilités mesurées (à 5 MPa de confinement sur matériau sec) (Fu, 2013).

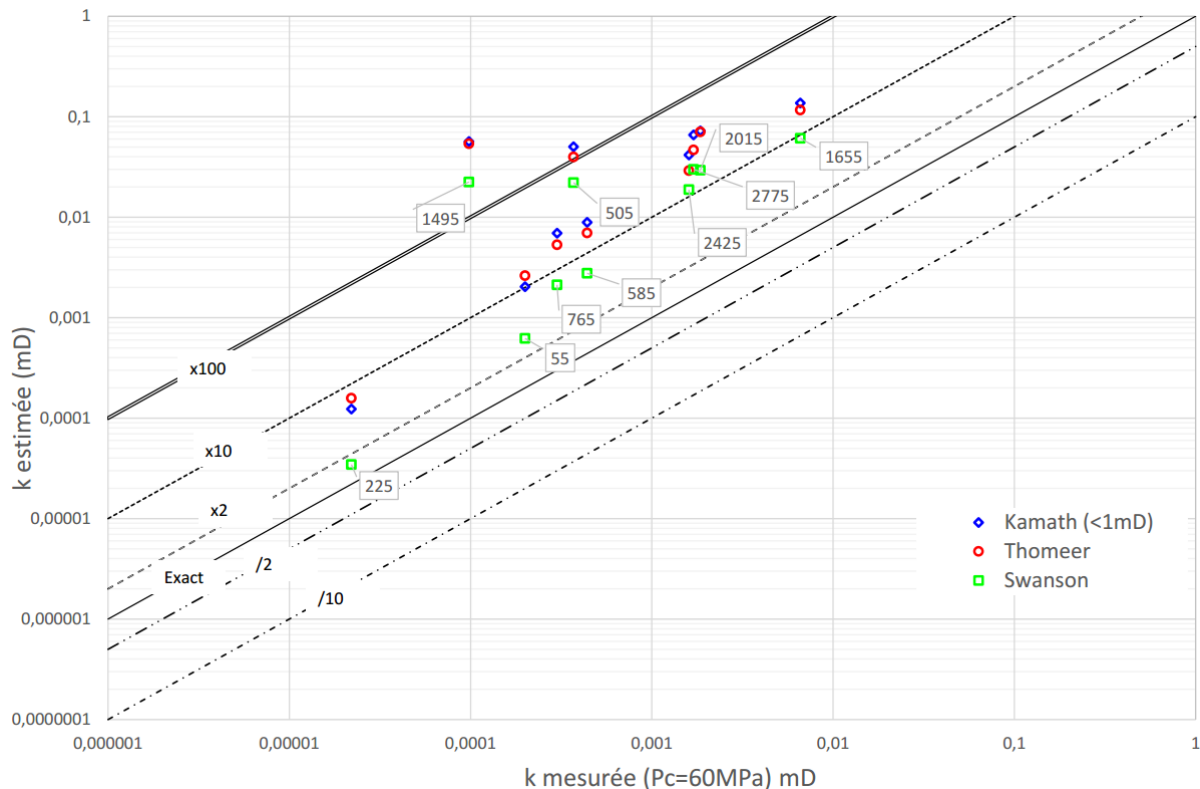


Figure 2-15 : comparaison des perméabilités estimées vs. perméabilités mesurées (à 60 MPa de confinement sur matériau sec).

Il existe également des méthodes permettant la prédiction des perméabilités relatives à partir des données de porosimétrie mercure ou des isothermes de désorption. Parmi ces méthodes nous pouvons citer le modèle de Van Genuchten-Mualem (Chen *et al.*, 1999) qui utilise des paramètres calés

sur les isothermes de désorption au moyen du modèle de Van Genuchten (Van Genuchten, 1980), fréquemment employé notamment pour les matériaux cimentaires même si son efficacité n'est pas toujours au rendez-vous (cf. § 3.3.2). Un des modèles les plus adaptés aux roches de type « tight » est le modèle de Brooks-Corey (Brooks and Corey, 1964). Ce modèle permet d'estimer les perméabilités relatives à l'eau et au gaz au moyen du paramètre de calage géométrique  $\lambda$  (cf. Eq. 2-12). On obtient pour la perméabilité au gaz :

$$k_{r,g} = (1 - S_e)^2 \left( 1 - S_e^{\frac{2+\lambda}{\lambda}} \right) \quad \text{Eq. 2-15}$$

où  $S_e$  est la saturation effective en eau telle que :

$$S_e = \frac{S_w - S_{rw}}{1 - S_{rw} - S_{rg}} \quad \text{Eq. 2-16}$$

avec  $S_w$ , la saturation en eau,  $S_{rw}$  la saturation résiduelle en eau et  $S_{rg}$  la saturation résiduelle en gaz. L'identification de ces 2 derniers paramètres nécessite toutefois un protocole expérimental adapté qui n'a pas été mis en œuvre ici. Nous ne pouvons ici que choisir ces paramètres de manière à approcher au mieux les points expérimentaux mais leurs valeurs ne sont alors pas représentatives du comportement réel du matériau dans les conditions *in situ*. A titre d'exemple la Figure 2-16 présente un fittage de la courbe de perméabilité relative « usuelle » (cf. § 2.3.4) au gaz, au moyen de la relation de Brooks Corey pour un échantillon de grès « tight » soumis à 3 et 40 MPa de confinement. Ce « fittage » est purement « manuel » dans le sens où il ne s'attache qu'à approcher au mieux les points expérimentaux sans chercher à garantir la cohérence physique des paramètres de fittage. L'augmentation de la saturation résiduelle en gaz (de 45 % sous 3 MPa de confinement à 55 % sous 40 MPa) est néanmoins logique. Concernant le paramètre de calage géométrique  $\lambda$ , il est généralement admis qu'une valeur inférieure à 2 indique une distribution de taille de pores étroite, tandis qu'une valeur supérieure à 2 indique un étalement de cette distribution. Il est tentant d'utiliser le calage de ce paramètre pour en tirer des hypothèses quant aux changements de distribution des tailles de pores. Malheureusement, la qualité du fittage ne permet pas d'en interpréter la valeur. Dans le cas de la Figure 2-16, sous 40 MPa de confinement, des valeurs de  $\lambda$  comprises entre 1 et 100 ne permettent pas d'obtenir une amélioration significative de la qualité du « fittage ». Dès lors, sa valeur n'est dans ce cas pas interprétable. C'est d'ailleurs l'une des raisons pour lesquelles ce paramètre est habituellement tiré du « fittage » d'une courbe  $S_w(P_{cap})$ . Néanmoins, ce type de courbe étant généralement obtenus sans confinement, son utilisation dans le cas de perméabilités relatives sous contrainte est tout aussi discutable.



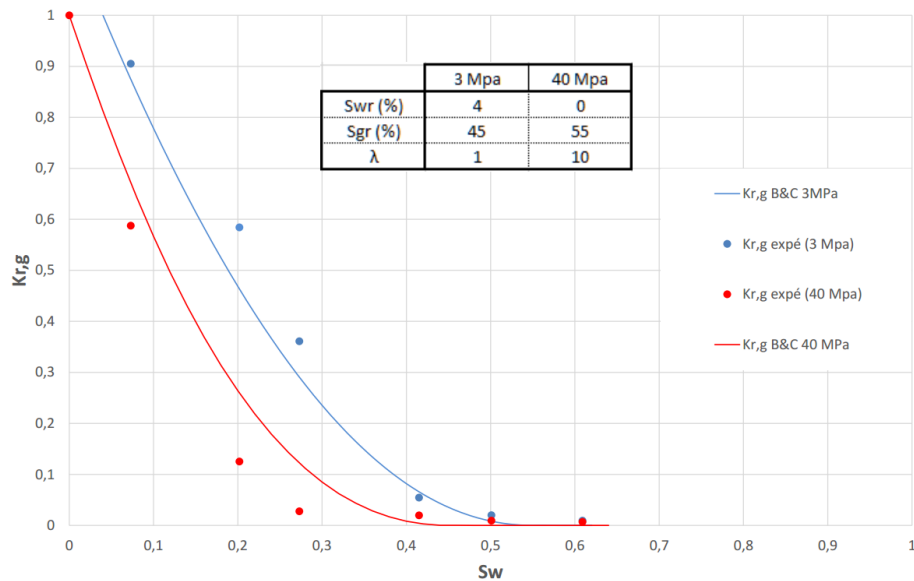


Figure 2-16 : fittage de  $K_{r,g}$  par la relation de Brooks et Corey pour l'échantillon n° 3375 (Wang, 2016) sous 3 et 40 MPa de confinement.

## 2.4 Utilisation des outils de modélisation micro-mécaniques (Poro-mécanique, Perméabilité)

Les outils expérimentaux classiques sont parfois complexes à interpréter et il n'est pas toujours possible d'identifier les mécanismes à l'échelle micro permettant d'expliquer les comportements observés à l'échelle macro. Cela est encore plus vrai lorsqu'il s'agit de problèmes fortement couplés pour lesquels il est compliqué de réaliser expérimentalement un découplage. L'idée de recourir à des outils numériques pour aider à interpréter les résultats ou caler certains paramètres s'est alors imposée. Une collaboration fructueuse avec le Pr. Dormieux de l'Ecole des Ponts et le Dr. Jeannin de Storengy, nous permet ainsi de confronter nos résultats expérimentaux avec des modèles micromécanique plus ou moins détaillés qui ont beaucoup aidé à valider certaines de nos hypothèses.

Dans l'optique d'obtenir des données tangibles permettant d'expliquer le comportement des roches « tight », différents moyen expérimentaux ont été mis en œuvre pour compléter les mesures de transferts de gaz. Un protocole de mesure de la porosité du matériau sous chargement a ainsi été mis en œuvre ainsi que des mesures plus classiques des propriétés poro-mécaniques.

### 2.4.1 Mesure de la porosité et des propriétés poro mécaniques sous chargement

Cette technique a été initialement mise en œuvre au laboratoire afin de mesurer les variations de porosité accessible au gaz de mortiers traités thermiquement (Chen *et al.*, 2013). Il s'agissait ainsi de valider une hypothèse permettant d'expliquer l'évolution de la perméabilité au gaz et de propriétés poro mécaniques ( $K_b$ ,  $K_s$  et  $b$ ) avec le chargement mécanique. Les travaux de Chen avaient en effet montré une diminution du module de compressibilité du solide ( $K_s$ ) avec l'augmentation du chargement (Chen *et al.*, 2009). Cela avait été attribué à la fermeture de chemins d'accès aux pores, conduisant à occlure une partie de la porosité et expliquant la réduction du module de compressibilité de la matrice solide tout en augmentant la compressibilité drainée  $K_b$ . Les mesures de porosité sous confinement ont effectivement permis de montrer la réduction du volume poreux avec l'augmentation du chargement hydrostatique (Chen *et al.*, 2013). Par ailleurs, les mesures ayant été réalisées sur des mortiers traités



thermiquement, l'impact des modifications microstructurales sur la sensibilité au confinement a été mise en évidence.

Dans les travaux de thèse de Wang (Wang, 2016), des mesures de porosité sous confinement ont été réalisées couplées à des mesures de perméabilité et de propriétés poro-élastiques. Par exemple, la Figure 2-17 présente la variation de la porosité accessible au gaz, sous confinement, pour un des échantillons de la thèse de Wang (Wang, 2016). Cette porosité passe de 5,7 % sous 3 MPa de confinement à 5,05 % sous 40 MPa. L'utilisation de ces valeurs n'est pas immédiate car il faut également tenir compte de la déformation élastique du réseau poreux entraînant une réduction du volume poreux sans lien avec les fermetures de joints.

Une approche poro-mécanique, telle que celle proposée par Zimmerman (Zimmerman *et al.*, 1986), permet d'estimer la variation de porosité liée aux propriétés élastiques du matériau :

$$(1 - \phi)\Delta\varepsilon_v = \Delta\phi + (1 - \phi_0)\Delta\varepsilon_v^s \quad \text{Eq. 2-17}$$

où  $\phi_0$  est la porosité initiale du milieu,  $\phi$  la porosité actuelle du milieu (dans l'hypothèse des transformations infinitésimales, nous supposons que  $\phi = \phi_0$ ),  $\Delta\varepsilon_v$  est la déformation volumique du squelette et  $\Delta\varepsilon_{vs}$  la déformation volumique de la matrice solide.

Ici,  $\Delta\varepsilon_v$  est mesurée directement par au moyen de LVDT, tandis que  $\Delta\varepsilon_{vs}$  est évalué entre deux niveaux de contraintes hydrostatiques  $\Sigma_1$  et  $\Sigma_2$  au moyen de la relation :

$$\Delta\varepsilon_v^s = \frac{2 \cdot |\Sigma_2 - \Sigma_1|}{K_s(\Sigma_1) + K_s(\Sigma_2)} \quad \text{Eq. 2-18}$$

avec  $\Sigma_i$  la contrainte sur la matrice donnée par (Coussy, 2003):

$$\Sigma_i = \frac{P_{c,i}}{1 - \phi} \quad \text{Eq. 2-19}$$

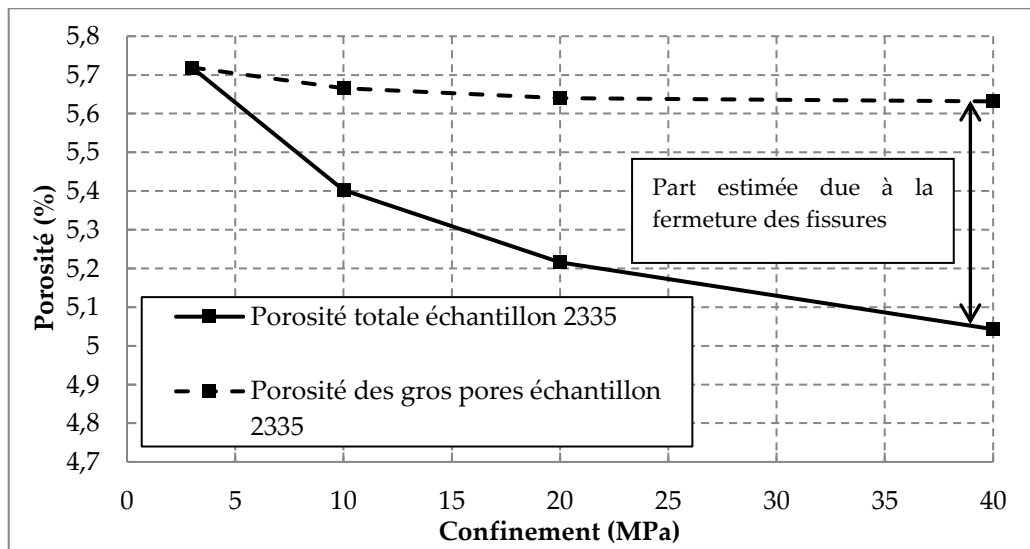


Figure 2-17 : Porosité totale et variation de porosité élastique des gros pores pour l'échantillon n° 2335 (Wang, 2016).

Le Tableau 2-2 présente les variations ainsi estimées de la porosité accessible au gaz pour les différents échantillons de l'étude de (Wang, 2016). Les réductions de la porosité à 40 MPa de confinement varient de 16 à 26 % de la porosité initiale, la plus grande partie de cette diminution intervenant entre 3 et 10 MPa de confinement. Considérant par ailleurs que le volume des fissures ne représente qu'une petite partie de la porosité totale (Byrnes, 1997), ces observations vont dans le sens d'un piégeage d'une partie de la porosité (principalement des gros pores) par la fermeture des fissures pilotant leurs accès. Ce mécanisme permet également d'expliquer la réduction du module

d'incompressibilité de la matrice solide et la réduction du coefficient de Biot observés sur les grès de cette étude, comme l'avait déjà fait Chen sur des mortiers endommagés thermiquement (Chen *et al.*, 2009). On trouvera par ailleurs dans cette dernière publication le détail des protocoles employés pour la mesure des propriétés poro mécaniques.

Référence	Variation de porosité (%)			Référence	Variation de porosité (%)		
	3 MPa – 10 MPa (%)	10 MPa – 20 MPa (%)	20 MPa – 40 MPa (%)		3 MPa – 10 MPa (%)	10 MPa – 20 MPa (%)	20 MPa – 40 MPa (%)
2335	0,26	0,16	0,16	3375	0,36	0,09	0,14
3248	0,27	0,08	0,07	3377	0,23	0,21	0,09
3249	0,25	0,11	0,07	3379	0,26	0,13	0,08
3250	0,23	0,10	0,06	4456	0,25	0,08	0,15
3372	0,28	0,15	0,16	4458	0,16	0,18	0,11

Tableau 2-2 : Variation de la porosité due à la fermeture des microfissures (Wang, 2016).

Si ces observations et ces interprétations permettent d'expliquer les tendances observées en termes de propriétés de transfert, il reste à déterminer si ces mécanismes à eux seuls pourraient expliquer la totalité des évolutions constatées ou si d'autres phénomènes couplés restent à identifier. C'est dans cette optique qu'a été abordée la modélisation des essais de perméabilité et des essais poro mécaniques.

#### 2.4.2 Approche micro mécanique axée sur les propriétés de transfert

Différents modèles ont ainsi été testés ciblant la sensibilité au confinement de la perméabilité ou l'évolution des propriétés poro mécaniques. La mise en œuvre d'une modélisation de l'effet du chargement mécanique sur les perméabilités relatives est un objectif à court terme. Dans le cadre de ce mémoire d'HDR, seule la modélisation de la perméabilité en fonction du confinement sera succinctement présentée à titre d'exemple de la méthode de travail. Le détail de ces modèles est présenté dans le mémoire de thèse de Wang (Wang, 2016) et dans une publication soumise à International Journal of Rocks Mechanics and Mining Science.

L'objectif du modèle mis en œuvre, est de quantifier l'effet de la fermeture des joints de grains provoquée par la contrainte macroscopique sur la variation de la perméabilité absolue. L'accord entre les données issues du modèle est les mesures expérimentales permettrait ainsi d'apporter du crédit aux hypothèses formulées précédemment expliquant la sensibilité au confinement de ce type de matériaux.

Comme expliqué par Wang, l'homogénéisation utilisant le schéma auto-cohérent paraît être la plus adaptée pour déterminer le comportement homogénéisé d'un milieu granulaire de type polycristallin (Dormieux *et al.*, 2009, 2011; Sanahuja *et al.*, 2009). Le principe du schéma auto-cohérent consiste à supposer que chaque phase, grain composite ou pore, se comporte comme une inclusion plongée dans un milieu homogénéisé perméable dont la perméabilité sera déterminée (cf. Figure 2-18). Par souci de simplification, une forme sphérique sera utilisée pour représenter les inclusions, qu'il s'agisse des grains composites ou des pores. Les grains sont représentés par des grains sphériques G (de rayon  $R$ ) entourés d'une interface de conductivité  $\eta$ , plongés dans un milieu homogénéisé infini de perméabilité égale à  $k^{hom}$  (cf. Eq. 2-20). Quant aux pores, leur taille étant présumée grande par rapport à l'ouverture des interfaces, nous supposons que leur perméabilité est infinie. Dans cette étude on supposera que le comportement de l'interface est élastique et non-linéaire. Sur la base de cette hypothèse, un modèle de perméabilité sous charge est défini.

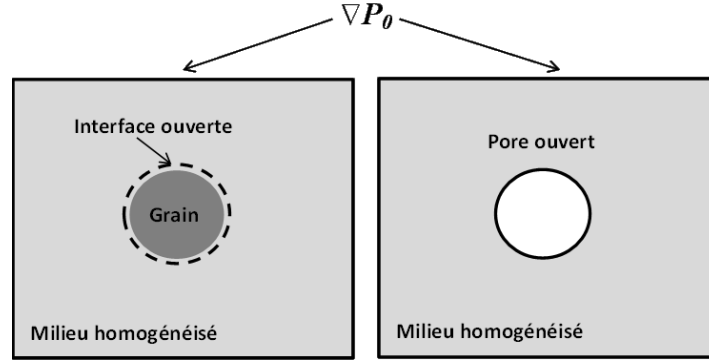


Figure 2-18 : schéma auto-cohérent pour le modèle de la perméabilité (Wang, 2016)

Sans entrer dans le détail du modèle disponible par ailleurs, en se basant sur l'hypothèse qu'une partie des pores et des interfaces sont fermés sous chargement et que toutes les interfaces ouvertes ont la même conductivité  $\eta$ , le modèle permet d'exprimer la perméabilité homogénéisée telle que :

$$k^{hom} = \frac{(1 - 3/2(\Phi_p + f_p))}{1 - 3(\Phi - \Phi_p)} \frac{2\eta}{R} \quad \text{Eq. 2-20}$$

où  $R$  est le rayon moyen des grains (identifié par observations au microscope optique),  $\Phi$  la porosité totale accessible,  $\Phi_p$  la porosité piégée et  $f_p$  la fraction de joints fermée. On obtient ainsi deux valeurs limites :

- la perméabilité tend vers l'infini lorsque  $\Phi - \Phi_p = 1/3$ , ce qui signifie que tous les gros pores de perméabilité infinie sont connectés,
- la perméabilité tend vers zéro lorsque  $\Phi + f_p = 2/3$ , ce qui signifie que les pores ne sont plus connectés.

On lie ensuite la conductivité  $\eta$  des interfaces à l'ouverture hydraulique moyenne  $\bar{e}$  par la loi de Poiseuille :

$$\eta = \frac{\bar{e}^3}{24} \quad \text{Eq. 2-21}$$

Il reste à estimer l'ouverture des interfaces en fonction du chargement en utilisant une loi classique de comportement de l'interface telle que celle proposée par Barton (Barton *et al.*, 1985) :

$$\Delta T_n = k_{n0} \frac{e_0}{e_0 - \Delta e} \Delta e \quad \text{Eq. 2-22}$$

où  $\Delta T_n$  est la variation de contrainte normale sur la surface du grain,  $k_{n0}$  la rigidité initiale du joint calculée au moyen de la relation proposée par Maalej (Maalej, 2007) et utilisant comme données d'entrée le rayon moyen des grains  $R$ , la porosité et le module d'incompressibilité  $K_b$  identifiés expérimentalement à l'état non chargé,

$\Delta e$  est la fermeture de l'interface  $\Delta e = e_0 - \bar{e}$ ,

et  $e_0$  l'ouverture initiale de l'interface.

Finalement  $e_0$  est obtenu par « fittage » de données expérimentales donnant l'évolution de  $K_b$  en fonction du chargement :

$$\frac{K_b}{K_{b0}} = \left(1 + \frac{\Delta T_n}{k_{n0} \cdot e_0}\right)^2 \quad \text{Eq. 2-23}$$

L'utilisation de ce modèle permet d'obtenir une estimation de la perméabilité intrinsèque des matériaux en n'utilisant comme données d'entrée que des mesures de propriétés mécaniques. Comme le montre le Tableau 2-3 les estimations ainsi obtenues sont très satisfaisantes.

Référence	$K_0$ mesurée ( $10^{-17} \text{ m}^2$ )	$K_0$ modélisée ( $10^{-17} \text{ m}^2$ )
2335	3,8	6,53
3248	2,81	3,94
3249	0,66	3,66
3250	2,24	3,42
3372	6,23	4,86
3375	4,19	5,25
3377	3,19	4,86
3379	2,29	4,62
4456	1,36	4,62
4458	1,29	6,76

Tableau 2-3 : comparaison des perméabilités sans confinement mesurées et modélisées (Wang, 2016).

L'effet du confinement sur l'évolution de la perméabilité à l'état sec est également bien prédite par le modèle comme l'illustre la Figure 2-19.

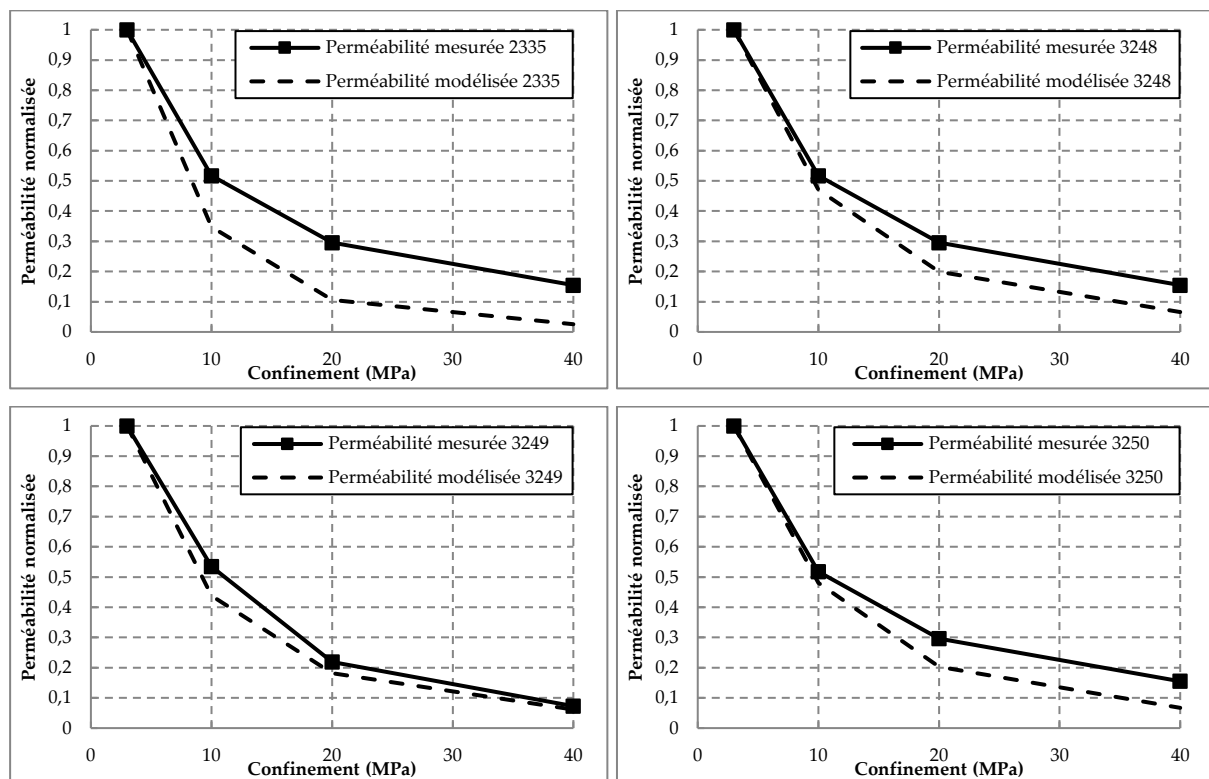


Figure 2-19 : sensibilité de la perméabilité sèche : comparaison des résultats expérimentaux et du modèle (Wang, 2016).

Ce modèle présente deux qualités principales. La 1<sup>ère</sup> est qu'il n'utilise aucune variable de calage, tous les paramètres étant directement obtenus à partir de données expérimentales, ce qui donne beaucoup de crédit à la formulation employée. Par ailleurs, ce modèle est volontairement simple et n'utilise que peu de variables d'entrée, le rendant ainsi potentiellement utilisable à l'échelle industrielle. Le pendant de cette 2<sup>e</sup> qualité est qu'il pourrait facilement être enrichi pour approcher plus efficacement

le comportement des échantillons. La création de sous familles de joints présentant des raideurs et des ouvertures initiales par exemple ferait sens.

Précisons enfin que le même type d'approche et de représentation du milieu ont été employées dans les travaux de Wang (Wang, 2016) pour modéliser l'évolution des propriétés poro mécaniques avec des résultats tout aussi encourageants.

## 2.5 Conclusion et perspectives partielles

Les travaux menés sur les roches « tight » et leur comportement ont permis de mettre en évidence les forts phénomènes de couplage entre la mécanique et l'hydrique sur les propriétés de transfert.

Les propriétés de transferts se révèlent ainsi très sensibles aux variations de saturation et de chargement mécanique. Cela ne va pas sans poser de problèmes pour l'exploitation des gisements en gaz mais d'un autre côté cette sensibilité se révèle utile pour mettre en évidence les plus petits changements de morphologie et de connectivité du réseau poreux. On a ainsi pu souligner les grandes variations de perméabilité au gaz consécutives à des changements de saturation ou de sollicitation mécanique, alors que dans le même temps, certaines propriétés mécaniques ( $K_s$ ,  $b$ ) restent délicates à mesurer avec une précision suffisante pour permettre une évaluation quantitative des modifications microstructurales. Les propriétés de transferts peuvent ainsi être vue comme un marqueur macroscopique expérimental utile permettant l'identification de mécanismes intervenant à l'échelle microscopique.

Les études menées ont également souligné la nécessité de fournir des outils prédictifs fiable à destination de l'industrie gazière. La principale faiblesse des outils actuels (utilisant souvent les données issues de mesures de porosimétrie par intrusion de mercure) étant qu'ils ne permettent qu'une caractérisation du matériau non chargé. Etant donné la sensibilité au chargement mécanique qui les caractérise, cela est de nature à induire des incertitudes sur les propriétés de transferts pouvant être très préjudiciables économiquement.

Plusieurs perspectives de travail se dégagent naturellement et seront détaillées plus loin (cf. § 5).

- Un dispositif expérimental de mesure des isothermes de désorption sous contraintes et simultanément de la perméabilité relative au gaz est ainsi en cours de développement au laboratoire. Ce dispositif consiste à adapter la technique proposée par Ramakrishnan (Ramakrishnan and Cappiello, 1991) au cas des fluides compressibles et permettrait une validation inédite et directe d'un grand nombre des hypothèses présentées dans ce chapitre.
- Les résultats des approches micro mécaniques sont très prometteurs. Une extension à la prédiction des perméabilités relatives est la suite logique de ce travail et pourrait s'appuyer sur des travaux existants comme ceux de F. Bignonnet (Bignonnet *et al.*, 2016).
- Le modèle micro mécanique présenté ici était simple à dessein. Il existe néanmoins des exemples montrant qu'une seule catégorie de pore ou d'interface est insuffisante pour approcher le comportement de certains matériaux. Il existe par exemple des modèles à double porosité permettant d'améliorer les modèles de rétention (Gerke and Van Genuchten, 1993), en supposant que dans le milieu poreux cohabitent deux systèmes de pores : un système de pores plus imperméables dans la matrice et un système de macropores ou fractures plus perméables comme rapporté dans les travaux de J. Liu (Liu, 2011). Considérer deux populations de joints de fissures présentant des ouvertures et rigidités initiales différentes pourrai s'avérer bénéfique pour la qualité de la modélisation des roches « tight » sans pour autant complexifier de manière trop importante le modèle.
- Le point précédent amène naturellement le suivant à savoir l'identification expérimental des données d'entrée des modèles quels qu'ils soient. Une première étape cruciale consisterait à vérifier la qualité des prédictions du modèle présenté ci-avant sur

des roches de différentes origines (en restant dans le cadre des roches pour lesquelles la perméabilité reste susceptible d'être pilotée par les fermetures de joints). Du point de vue de la valorisation industrielle de ces résultats, l'objectif serait de pouvoir fournir un protocole décrivant les essais strictement suffisants pour alimenter un modèle simple permettant une prédiction efficace du comportement de ce type de roche sous sollicitations mécaniques et saturations partielles. Dans l'idéal, les essais proposés devraient être les plus simples et les plus rapides possibles (c'est ce qui a fait le succès des mesures de porosimétrie par intrusion de mercure - PIM). Néanmoins, les forts phénomènes de couplage mis en évidence précédemment laissent supposer que des essais sous charge restent nécessaires pour évaluer le comportement des joints qui est déterminant pour les propriétés de transfert. De ce point de vue, les résultats du modèle présenté (cf. § 2.4.2) sont très encourageants puisque des essais mécaniques permettent une estimation correcte de la perméabilité et de sa sensibilité au chargement mécanique. De tels essais sont potentiellement plus simples à mettre en œuvre que des essais de perméabilité et gardent le mérite d'être réalisés sous confinement et donc de traduire naturellement l'effet du chargement à l'inverse de la PIM.

- Il faut également laisser ouverte la possibilité d'utiliser les résultats de PIM moyennant la prise en compte du confinement. L'estimation des perméabilités intrinsèque et relative est clairement assez fiable pour de faibles confinements (cf. § 2.3.5). On pourrait ainsi imaginer une forme de correction homothétique des courbes de PIM exploitant l'estimation de la fermeture des fissures par des mesures sous mécaniques sous confinement à l'instar de ce qui a été proposé précédemment (cf. Eq. 2-22 et Eq. 2-23).

### 3. La perméabilité in situ comme indicateur dans les structures en béton : la mesure « pulse »

Ce chapitre s'appuie sur le développement d'un « capteur » de saturation in situ, entièrement développé au laboratoire, baptisé capteur « pulse ». Au-delà de l'aspect innovant de cette nouvelle technologie, le but est de montrer l'intérêt de la perméabilité au gaz comme indicateur de l'état des structures. Plusieurs exemples d'applications *in situ* sur des sites industriels seront présentés ainsi que les perspectives qui découlent de ce travail. Afin d'illustrer le propos, ce sont les données collectées lors de l'instrumentation par des capteurs « pulse » de la maquette VeRCoRs d'EDF (Oukhemmanou *et al.*, 2016) qui seront présentées dans ce chapitre. Plusieurs publications sont également disponibles présentant la mesure « pulse » (Agostini, F. *et al.*, 2013; Duan, Z. *et al.*, 2011; Liu *et al.*, 2013; Moreau *et al.*, 2011) et les résultats de cette instrumentation (Agostini *et al.*, 2016a, 2016b). La reconnaissance de l'efficacité de cette méthode de mesure s'est également traduite par la participation à un comité technique de la Rilem (TC MMB 248 : <https://www.rilem.net/groupe/248-mmb-methods-of-measuring-moisture-in-building-materials-and-structures-294>) portant sur la mesure de la teneur en eau dans les structures en béton et qui se traduira prochainement par la publication d'un état de l'art sur le domaine.

#### 3.1 Contexte

L'évaluation de la saturation dans les structures de génie civil présente un intérêt important car elle influence significativement le comportement des matériaux et des structures.

L'aspect le plus évident concerne le retrait de dessiccation. Le séchage du béton soumis à l'humidité relative ambiante conduit à une diminution de la saturation du matériau directement corrélée avec sa déformation de retrait. Les règlements de calcul (Eurocode 2 (CEN, 2005), Model Code 2010 (CEB - FIP, 2013)...) permettent une prédiction de la déformation de retrait (de dessiccation ou endogène) en fonction de l'humidité relative, de la classe de béton et de la nature du ciment. Le tableau 3.2 de l'EC2 Partie 1-1, indique ainsi une valeur nominale de retrait de dessiccation non géré de 0,24 ‰ à 80 % d'H.R. et 0,46 ‰ à 40 % d'H.R. pour un béton C40/50 avec un béton CEM de classe N. De la même manière, le coefficient de fluage est égal à 1 sous 100 % d'H.R., il atteint 2 sous 80 % d'H.R. et

3 sous 45 % d' H.R. (Mehta and Monteiro, 2014). Le lien entre humidité relative et saturation n'est pas immédiat (cf. § 3.3.1) mais une diminution de l'humidité relative entraîne nécessairement une diminution de la saturation du béton. Ainsi, une saturation en baisse va nécessairement de pair avec un retrait de dessiccation et un fluage de dessiccation en hausse. Les conséquences de ces déformations peuvent être l'apparition de micro-fissures ou la perte d'efficacité de la précontrainte appliquée dans le cas de certains ouvrages. Au-delà des formules prédictives des règlements de calcul, un suivi précis de la saturation dans les ouvrages peut donc être nécessaire pour assurer le maintien de l'aptitude au service d'un ouvrage, en particulier lorsque les conséquences potentielles en cas de défaillance de la structure sont élevées (bâtiment réacteur de centrale nucléaire, barrage...).

Le module d'élasticité des bétons dépend également de leur niveau de saturation. D'après Mehta (Mehta and Monteiro, 2014), le module d'un béton saturé est de l'ordre de 15 % supérieur à celui du matériau sec. A l'inverse, la résistance en compression est 15 % plus faible dans le cas d'un matériau saturé. Différents mécanismes peuvent expliquer ce comportement. Dans le cas d'un matériau ayant subi un séchage, l'augmentation des forces d'attraction de van der Waals améliorent la résistance mécanique de la pâte et ainsi la résistance du béton (lorsque celle-ci est pilotée par la résistance de la pâte). A l'inverse, les micro fissures générées par les gradients de déformation aux interfaces pâte/granulat, conduisent à une perte de rigidité globale du matériau. Une autre part de l'explication réside peut-être dans le rôle de l'eau dans les C-S-H. A l'inverse des vides qu'elle remplace, l'eau a une capacité à reprendre une partie des contraintes appliquées et ainsi augmenter le module d'élasticité de la pâte. Dans le même temps, la présence d'eau dans les C-S-H produit une pression de disjonction réduisant les forces d'attraction de van der Waals et pénalisant la résistance en compression (Mehta and Monteiro, 2014).

La teneur en eau des bétons est également un point clef vis-à-vis de leur résistance à certaines pathologies. La teneur en eau est ainsi déterminante vis-à-vis de la résistance au gel/dégel, des risques de carbonatation, de réaction alcali-granulats ou de réactions sulfatiques internes par exemple.

Enfin, et nous y reviendrons plus tard (cf. § 4), les variations de saturation en eau du béton entraînent une modification de leurs propriétés de transfert. Un béton sec est ainsi plus perméable au gaz qu'un béton partiellement saturé d'eau (sans même parler de la participation des micro-fissures qui pourraient apparaître en cours de séchage). Pour certains ouvrages, le béton rempli une fonction de barrière de confinement (stockage de déchets radioactifs, BR de centrale nucléaire...), une augmentation de ses propriétés de transfert est donc susceptible de le rendre inapte au service.

C'est pour toutes ces raisons qu'une estimation fiable de la teneur en eau au sein des ouvrages peut se révéler essentielle pour assurer un suivi efficace et anticiper d'éventuelles opérations de maintenance et la quasi-totalité des modèles de comportement intègrent une variable liée plus ou moins directement à la teneur en eau ou à l'humidité. Le problème qui se pose aux gestionnaires d'ouvrages est l'absence de moyens de mesure *in situ* de la saturation des bétons qui soient réellement efficaces. Il existe tout de même plusieurs technologies, plus ou moins avancées, mais qui sont encore plus au stade de la R&D que de l'utilisation à l'échelle industrielle. Parmi les plus classiques, on pourra citer :

- les TDR (pour Time Domain Reflectometry) basée sur la mesure d'une permittivité relative (Vautrin *et al.*, 2016). C'est une technique robuste, éprouvée depuis 20 ans. Mais les résultats sont principalement exploités qualitativement, l'exploitation quantitative étant rendue délicate en raison d'une incertitude assez élevée (Courtois *et al.*, 2017),
- les sondes d'humidité relatives (mesure résistive ou capacitive),
- les sondes de résistivité électrique.

Toutes ces techniques ne donnent pas directement la teneur en eau mais une valeur (permittivité, HR, résistivité) qui est ensuite reliée à la saturation du matériau via une calibration en laboratoire ou des relations empiriques ou semi-empiriques. De nombreuses sources d'incertitudes affectent la fiabilité des résultats obtenus : sensibilité de la mesure à la température, à la chimie de la solution interstitielle, à l'historique hydrique (hystérésis de la relation  $S_w(P_{cap})$ )...

## 3.2 *Origine de la mesure « pulse »*

Le système de mesure baptisé « pulse » a initialement été mis au point afin de pouvoir mesurer la saturation du béton au cœur de structures en béton. Le développement de ce système de mesure a débuté en 2008 dans le cadre d'une étude en partenariat avec EDF et l'ANDRA. Cette étude a tout d'abord consisté à tester le potentiel de cette méthode de mesure sur des échantillons de mortier conservés en laboratoire. La faisabilité de l'utilisation in situ sur de grands ouvrages dans un contexte industriel a ensuite été validée. 6 capteurs ont ainsi été implantés entre 2009 et 2010 dans l'ouvrage de stockage pour déchets à faible et moyenne activité géré par l'ANDRA (Centre de stockage FMA de l'Aube). Les premières données ont été acquises en 2010. Des capteurs Pulse ont depuis été implantés dans différents ouvrages : 10 dans une pile de pont à Nankin (Chine) en 2013 et 4 en 2015 dans le laboratoire souterrain géré par l'ANDRA à Bure, et, dans le cadre de la présente étude, dans la maquette VeRCoRs d'EDF situé à Moret-sur-Loing et dans l'EPR - Flamanville 3.

## 3.3 *Principe de la mesure « pulse »*

### 3.3.1 *Relation saturation perméabilité effective au gaz*

Le principe de mesure repose sur le lien existant entre saturation liquide du béton et perméabilité effective au gaz. L'intérêt de la perméabilité au gaz est sa grande sensibilité aux variations de teneur en eau (comme nous l'avons déjà évoqué précédemment, cf. § 2.3.2) et sa relative insensibilité à d'autres facteurs affectant souvent les mesures de teneur en eau : effets thermiques, composition chimique de l'eau poreuse... La perméabilité au gaz apparaît même relativement peu sensible à l'historique hydrique de l'ouvrage, c'est-à-dire si l'ouvrage subit un séchage, une re-saturation ou des cycles hydriques. La Figure 3-1 présente ainsi les mesures de perméabilité relative après séchage et re-saturation réalisés par Wei Chen durant ses travaux de thèse (Chen, 2011). Malgré le fort hystérésis de la courbe de  $S_w(HR)$  (cf. Figure 3-2), les valeurs de perméabilités relatives sont très proches surtout pour les plus faibles saturations. Un écart significatif est néanmoins observé au-delà de 60 % de saturation. Cette représentation reste pessimiste du point de vue de l'effet de l'historique hydrique d'une structure réelle sur l'incertitude concernant sa courbe de perméabilité relative. En effet, durant sa vie, un ouvrage n'a que peu de chance de subir un séchage complet avant une re-saturation complète. L'erreur commise est donc nécessairement plus faible. Néanmoins il convient de tenir compte de ce point dans l'identification des courbes de perméabilité relative qui doivent alors être obtenues en tâchant de reproduire l'historique hydrique envisagé pour l'ouvrage.

Le principe de base de la mesure « pulse » consiste ainsi à déterminer la courbe  $K_{eff,g}(S_w)$  propre au matériau constitutif de la structure à étudier, puis à mesurer *in situ* la perméabilité effective au gaz du matériau et enfin en déduire la saturation.



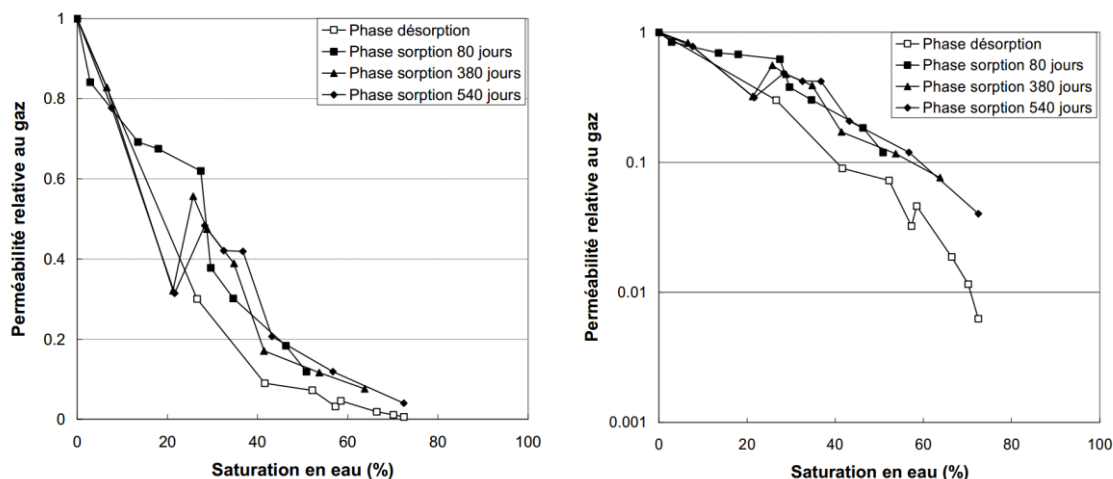


Figure 3-1 : comparaison des perméabilités relatives d'un béton à base de CEM I en phase de séchage et d'imbibition – Echelle linéaire (à gauche et semi-logarithmique (à droite) (Chen, 2011).

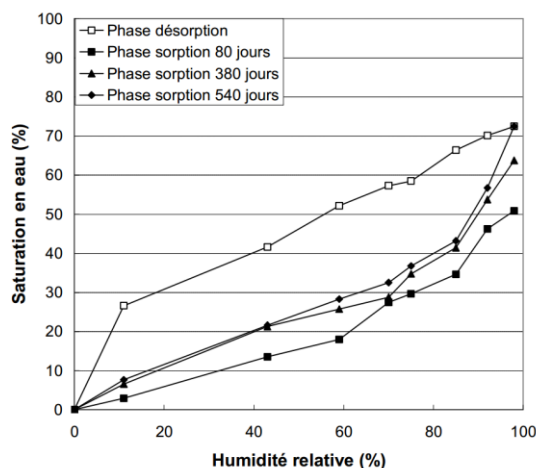


Figure 3-2 : saturation en séchage et en imbibition – béton CEM I (Chen, 2011).

### 3.3.2 Calibration en laboratoire

Chaque béton ayant une perméabilité intrinsèque au gaz et une perméabilité relative au gaz propre, il est indispensable de caractériser le plus fidèlement possible le béton mis en œuvre dans l'ouvrage.

Cette caractérisation peut ainsi être réalisée en laboratoire au moyen d'essais de perméabilité classiques (Loosveldt *et al.*, 2002). Dans le cadre des essais de caractérisation à destination des mesures « pulse », les mesures de perméabilité au gaz ont été réalisées en cellules hydrostatiques de type Hassler, sous 15 bars relatifs de pression d'injection et 50 bars relatifs de pression de confinement. Des détails sur les méthodes de calcul et les moyens expérimentaux sont disponibles dans l'article de Liu (Liu *et al.*, 2013). La procédure de calibration permet d'obtenir la porosité accessible à l'eau du matériau, son isotherme de désorption ( $S_w(HR)$ ), sa perméabilité intrinsèque au gaz ( $K_{i,g}$ ), la perméabilité effective en fonction de la saturation ( $K_{eff,g}(S_w)$ ) et enfin sa perméabilité relative au gaz ( $K_{r,g}(S_w)$ ).

L'étude réalisée sur le béton VeRCoRs a permis de mettre en lumière les sources d'incertitude liées à la caractérisation du matériau. Deux types de conditions de conservation avaient été mises en œuvre : 3 éprouvettes 16 x 32 en conditions de maturation classique (protégé de la dessiccation à température ambiante), 1 éprouvette protégée de la dessiccation et placée en caisson QAB (adiabatique), pour reproduire les températures atteintes au cœur de parois massives en béton au moment de la prise (mur de 60 cm au niveau du gousset pour la maquette VeRCoRs).

Les mesures de porosité ont ainsi permis de mesurer une porosité moyenne de 14,05 % à partir de mesures réalisées sur 16 corps d'épreuve (C.E.) (carottes de 65 mm de diamètre et 40 mm de hauteur) issus de 4 éprouvettes 16 x 32. L'écart type obtenu atteint 0,88 %.

Une fois carottés, les C.E. ont été placés sous différentes humidité relatives jusqu'à stabilisation de la masse puis leur perméabilité effective au gaz a été mesurée (cf. détail de la procédure de calibration dans (Liu *et al.*, 2013)). La Figure 3-3 présente les mesures de perméabilités effectives au gaz ainsi obtenues en fonction de la saturation de chaque C.E. Si des différences claires apparaissent entre les C.E. conservées en caisson QAB et les autres, il reste délicat d'interpréter ces différences. En effet, la dispersion naturelle du béton laisse planer un doute quant à la représentativité de l'unique éprouvette conservée en caisson QAB.

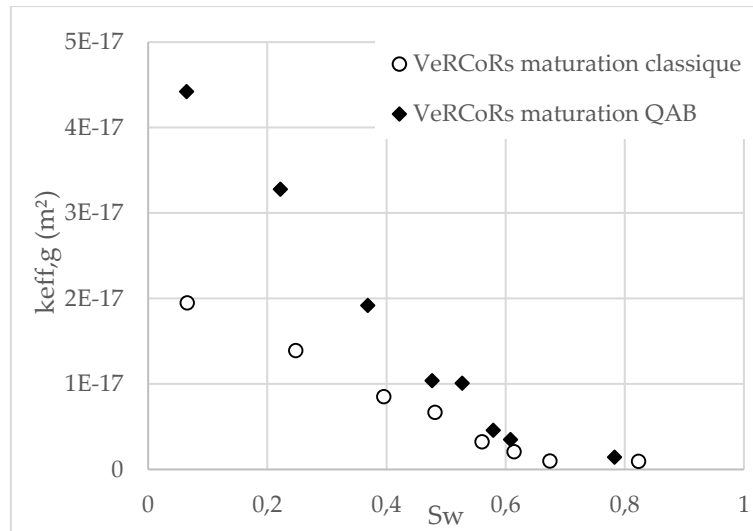


Figure 3-3 :  $K_{eff,g}(S_w)$  pour les 16 C.E. de béton VeRCoRS.

La perméabilité intrinsèque au gaz a été mesurée sur les 16 C.E. une fois ceux-ci séchés à 60 °C et la Figure 3-4 présentent les valeurs obtenues en fonction des conditions de maturation (QAB ou non) et l'humidité relative de conditionnement pour l'obtention des perméabilités effectives. L'écart entre conservation en caisson QAB ou non reste visible mais il apparaît également un impact significatif des conditions de conservation en humidité relative. L'explication la plus plausible est une poursuite de l'hydratation du béton lorsque l'humidité relative est suffisante, entraînant une segmentation de la porosité et une réduction des propriétés de transfert. Il faut souligner ici que le carottage des échantillons et leur placement sous HR contrôlée est intervenu près de 6 mois après coulage des éprouvettes. Le béton VeRCoRS est un C45/55 et le ciment utilisé dans la formulation un CEM I 52,5N. Un rapide calcul au moyen de la formule proposée par l'EN 1992-1-1 permet d'estimer la résistance attendue en fonction du temps ((CEN, 2005), § 3.1.2 (6)). Le calcul montre que la résistance à 6 mois est de 59,8 MPa et atteint 64,7 MPa au bout d'un temps infini, soit un gain de l'ordre de 8 %. Si l'on compare la perméabilité intrinsèque des C.E. conservés aux plus faibles HR (correspondant à une hydratation bloquée au bout de 6 mois), à celle des C.E. conservés pendant 4 mois supplémentaires à 98 % d'HR, la réduction de perméabilité est de l'ordre de 50 %. Si par certains aspects on peut se réjouir de la sensibilité de la perméabilité au gaz à l'évolution de la microstructure, cette sensibilité n'est pas sans poser quelques problèmes de caractérisation des matériaux. Il reste également envisageable que la saturation d'auto dessiccation de ces bétons ne permettent pas une hydratation suffisamment complète du matériau au bout de 6 mois, au moins du point de vue des propriétés de transfert.

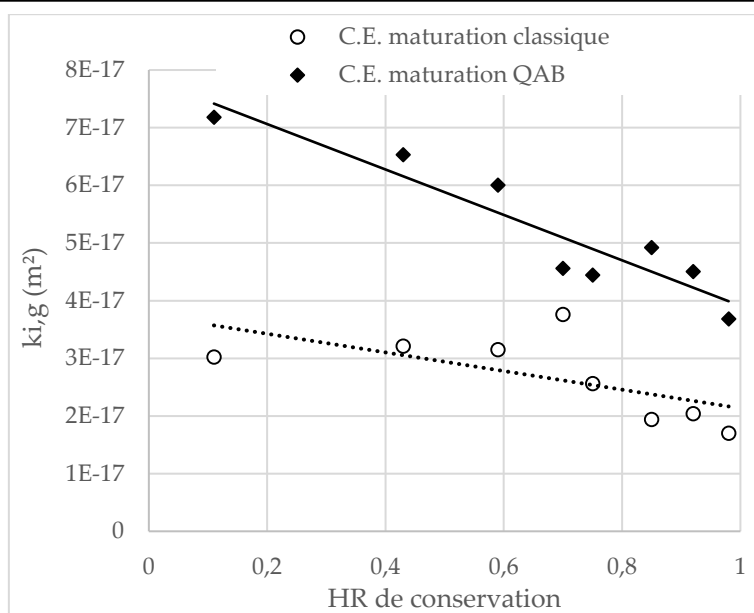


Figure 3-4 :  $K_{i,g}(S_w)$  pour les 16 C.E. de béton VeRCoRS.

La Figure 3-5 présente les points de perméabilité relative fonction de la saturation obtenus pour les 16 C.E. La représentation en perméabilité relative a pour effet de gommer les différences qui étaient apparues jusqu'alors entre les éprouvettes QAB et les autres. Si l'on considère que l'allure de la courbe de perméabilité relative traduit l'organisation du réseau poreux, cela laisse penser que les différences entre les C.E. n'impactent que leur perméabilité intrinsèque mais que leur structure poreuse reste très comparables. Ce point est plutôt positif du point de vue de l'utilisation de la mesure « pulse ». En effet, il serait alors raisonnable de penser qu'une fois établie la courbe de perméabilité relative d'une formulation de béton, une simple mesure de perméabilité intrinsèque suffirait pour extrapoler les courbes de  $K_{eff,g}(S_w)$  issues de bétons situés dans différentes zones de la structure (paroi ou cœur de l'ouvrage) voire de différentes gâchées. Nous exploiterons d'ailleurs ces observations plus loin, lors de l'interprétation des mesures *in situ* (cf. § 3.3.4). Toutefois, cette caractéristique apparente de la perméabilité relative reste très peu documentée et mériterait de plus amples investigations.

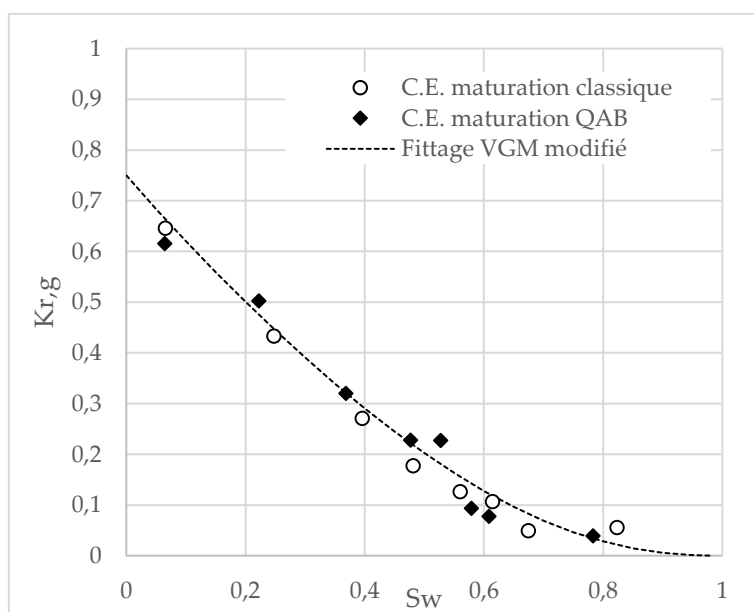


Figure 3-5 :  $K_{r,g}(S_w)$  pour les 16 C.E. de béton VeRCoRS et fittage de type VGM.

La Figure 3-5 présente également un « fittage » des points expérimentaux au moyen d'une relation de type Van Genuchten-Mualem (Mualem, 1976; Van Genuchten, 1980) :

$$K_{r,g} = \alpha \cdot (1 - S_w)^\eta \left(1 - S_w^m\right)^{2m} \quad \text{Eq. 3-1}$$

Le « fittage » de VG-M impose que  $K_{r,g}(S_w = 0) = 1$  or ici les points expérimentaux ne permettent pas un fittage correct car la perméabilité relative dès les basses saturations est trop faible. Le « fittage » présenté dans la Figure 3-5 est donc un « fittage » de VG-M mais multiplié par un coefficient  $\alpha$  inférieur à 1 pour rattraper la courbe expérimental. Ici  $\alpha = 0,75$ . Les autres paramètres utilisés sont :  $\eta = 1,8$  et  $m = 0,3$ .

Il est également intéressant de remarquer que les isothermes de désorption sont très proches pour les 2 séries de C.E. et que les courbes sont relativement continues (ne semblant pas marquées par les différences entre C.E.). Ceci va également dans le sens d'une reproductibilité de l'organisation des réseaux poreux.

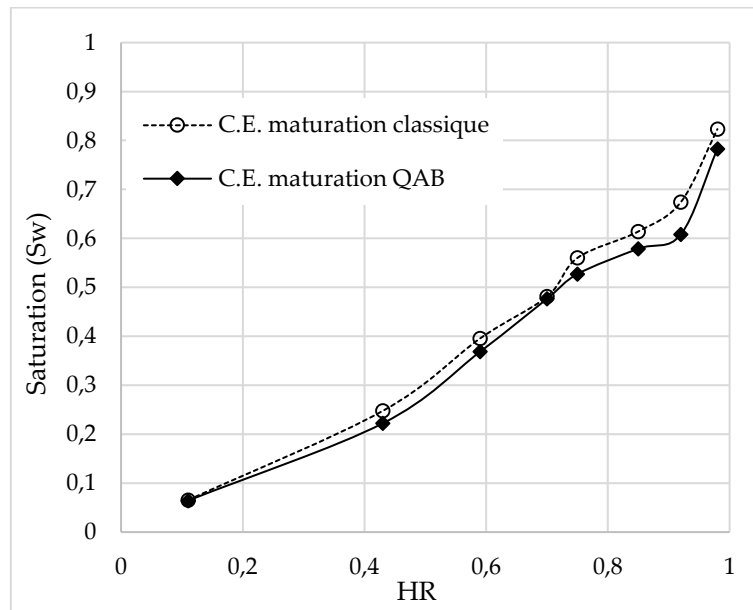


Figure 3-6 : isothermes de désorption C.E. VerCoRs sous différentes conditions de conservation.

### 3.3.3 Mesure in situ de la perméabilité effective au gaz

Une fois obtenue la relation entre perméabilité effective au gaz et la saturation, il ne reste qu'à pouvoir mesurer la perméabilité *in situ*, ce qui n'est pas chose aisée. Le système de mesure « pulse » conçu au laboratoire de Génie Civil de Centrale Lille est dédié à cette tâche.

Comme nous l'avons vu précédemment (cf. § 2.1), mesurer une perméabilité au gaz consiste à pouvoir mesurer un débit volumique de gaz dans des conditions d'écoulement maîtrisées (conditions aux limites et géométrie de l'écoulement). Le capteur « pulse » a été ainsi développé pour pouvoir injecter, au sein d'une structure massive en béton, du gaz sous une pression contrôlée et de pouvoir mesurer le débit volumique de gaz injecté. Même s'il est envisageable d'adapter la technique pour instrumenter des ouvrages existants, le capteur est pour l'heure destiné à être placé dans la structure avant bétonnage. La Figure 3-7 présente le capteur « pulse » (version VerCoRs). Le corps du capteur en fritté inox mesure 50 mm de longueur pour 17 mm de diamètre extérieur et 12,6 mm de diamètre intérieur. Le capteur est relié au reste de la chaîne de mesure par un capillaire inox de 1,6 mm de diamètre extérieur et 1 mm de diamètre intérieur. Des flasques en inox situés de part et d'autre du cylindre poreux autorisent la fixation des ligatures qui permettent le positionnement du capteur dans le ferrailage de la structure étudiée ainsi que la fixation du raccord gaz liant le capteur pulse au capillaire inox. La Figure 3-8 montre 3 capteurs « pulse » positionnés dans le ferrailage d'une levée de la maquette VerCoRs.

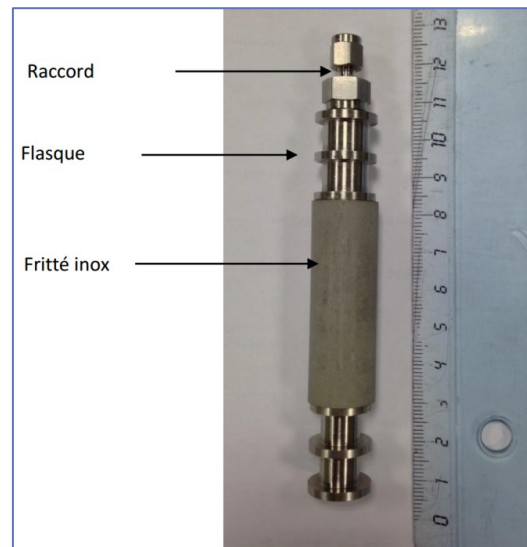


Figure 3-7 : vue d'un capteur "pulse" type VeRCoRs.



Figure 3-8 : photo montrant la mise en place des capteurs pulse dans le ferrailage de la levée 14 VeRCoRs au grade 370.

Le point le plus délicat est lié aux grandes dimensions de l'ouvrage ausculté. Comme nous l'avons vu précédemment, les équations permettant de relier le débit volumique de gaz à la perméabilité (cf. § 2.1.1 et Eq. 2-4) supposent qu'un régime permanent d'écoulement a été atteint. Lors des essais *in situ*, il n'est pas envisageable d'attendre l'établissement de ce régime permanent. Par ailleurs, en raison des éléments présents dans la structure (ferrailage, gaines de précontrainte, autres capteurs...), la géométrie de l'écoulement serait très incertaine. C'est donc la phase transitoire de l'essai qui est exploitée. Des simulations numériques (basées sur les propriétés de transfert issues de l'étude de caractérisation en laboratoire) permettent de déterminer la perméabilité effective *in situ* en fonction du débit volumique mesuré.

Afin de pouvoir maîtriser au mieux les conditions de l'essai qui sera ensuite simulé, une procédure de test a été mise en place, consistant à envoyer dans le capteur un pulse de pression, d'où le nom du capteur. Le protocole général de l'essai consiste à mettre en pression un réservoir tampon de volume connu ( $V_t$ ) et attendre la stabilisation de cette pression. La pression initiale dans le tampon est noté  $P_{i,Vt}$ . La pression est enregistrée tout au long de l'essai au moyen d'un capteur de pression placé au niveau du réservoir tampon, résolu à moins de 0,001 bar. Le début de l'essai  $t_0$ , est défini comme le moment de l'ouverture de la vanne d'isolation séparant le volume tampon du capteur pulse (cf. Figure 3-9). La pression  $P_{i,Vt}$  est choisie de manière à obtenir une pression dans l'ensemble de la chaîne de mesure après alimentation du capteur proche de 15 bars relatifs. La pression ainsi appliquée dans le capteur pulse est notée  $P_{inj}$ , avec  $P_{inj}(t = 0) \approx 15$  bars relatifs. Avec l'écoulement du gaz dans le béton

autour du capteur sous l'effet de la pression d'injection, la pression dans l'ensemble du système chute. C'est l'analyse de la courbe  $P_{inj}(t)$  qui permet de déterminer la perméabilité effective est d'en déduire la saturation du béton entourant le capteur.

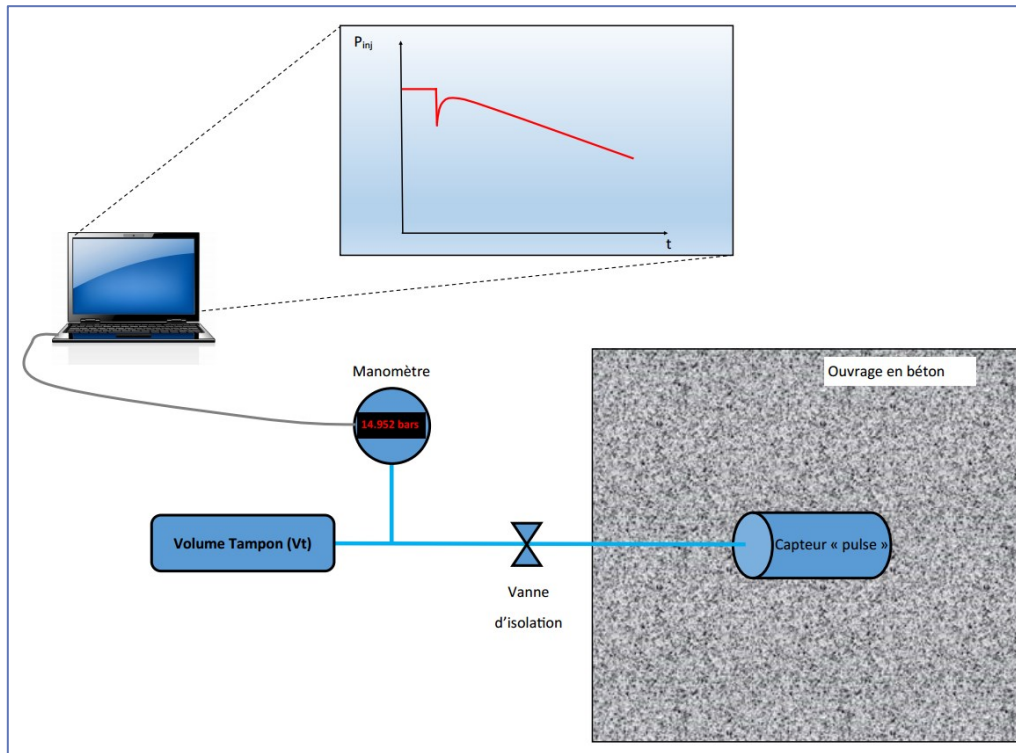


Figure 3-9: schéma de principe chaîne de mesure "pulse".

La représentation du système de mesure adopté pour la simulation numérique est un modèle axisymétrique représentant la moitié du capteur « pulse » (cf. Figure 3-10). La demi hauteur du capteur « pulse »  $1/2.h_{pulse}$  est égale à 25 mm. La hauteur  $h_{imper}$ , correspond à l'épaisseur des flasques en inox, elle est prise égale à 20 mm. Le rayon extérieur du capteur, correspondant au rayon de la zone d'injection ( $r_i$ ) dépend de la taille du capteur considéré (8,5 mm pour VeRCORs). Les dimensions ( $h_{ep}$  et  $r_e$ ) du massif béton entourant le capteur dépendent de l'essai simulé. Elles seront prises suffisamment grande pour englober la zone d'influence du capteur (on prendra  $h_{ep}$  et  $r_e$  égaux à 150 mm dans le cadre de cette étude) (cf. Figure 3-11).

La Figure 3-10 fait apparaître le type de conditions aux limites appliquées pour les simulations numériques. Aux limites extérieures du massif en béton, une pression constante correspondant à la pression atmosphérique est appliquée. Afin de respecter la représentation axisymétrique, des conditions de flux nul sont appliquées sur les bords inférieur et gauche du maillage, ainsi qu'au niveau du flasque en inox. Enfin, la pression  $P_{inj}$  est imposée sur la hauteur utile (la hauteur du cylindre poreux) du capteur « pulse ».



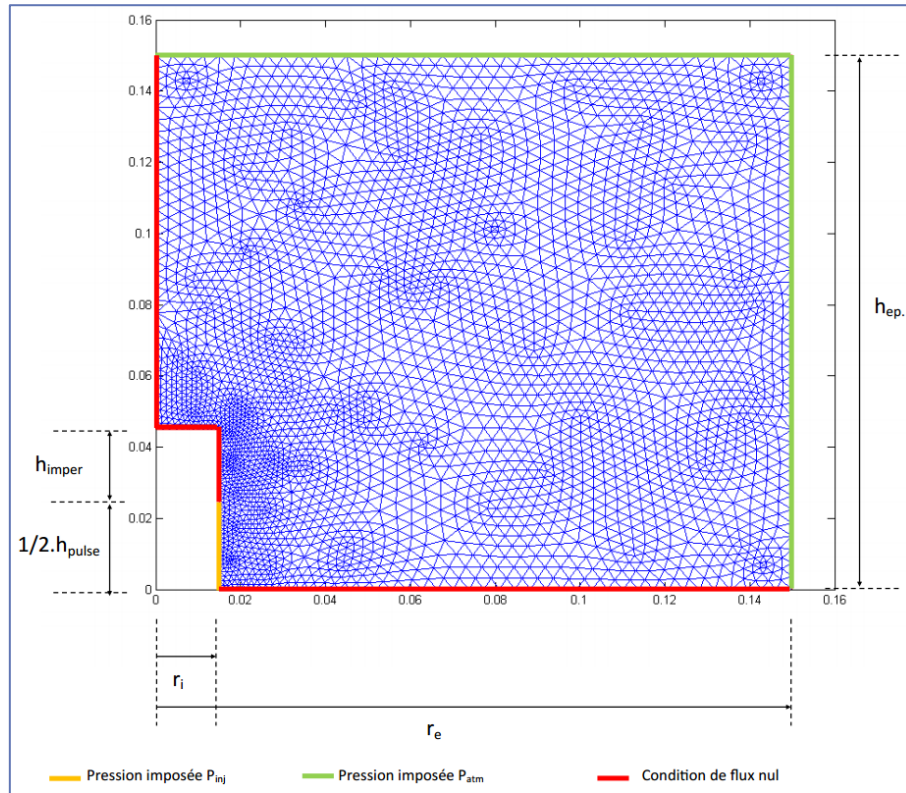


Figure 3-10 : maillage et C.L. simulation numérique des essais "pulse".

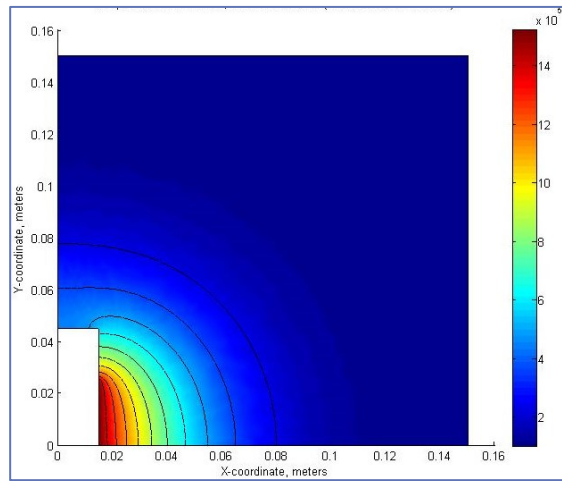


Figure 3-11 : cartographie de la pression de gaz autour du capteur "pulse" issu d'une simulation numérique d'un essai « pulse ».

A chaque pas de temps, le débit volumique de gaz passant au travers du cylindre poreux est évalué. Connaissant le volume de la chaîne de mesure (volume tampon + volume du capillaire inox + volume intérieur du capteur « pulse »), il est alors possible de calculer la variation de la pression dans la chaîne de mesure. La valeur de  $P_{inj}$  imposée est ainsi modifiée à chaque itération. C'est la courbe  $P_{inj}(t)$  (cf. Figure 3-12) qui, comparée à la chute de pression enregistrée *in situ* dans des conditions d'essais comparables (valeur de la pression d'injection, volume de la chaîne de mesure, temps de mesure...), permettra de déduire la perméabilité effective au gaz et la saturation du matériau.

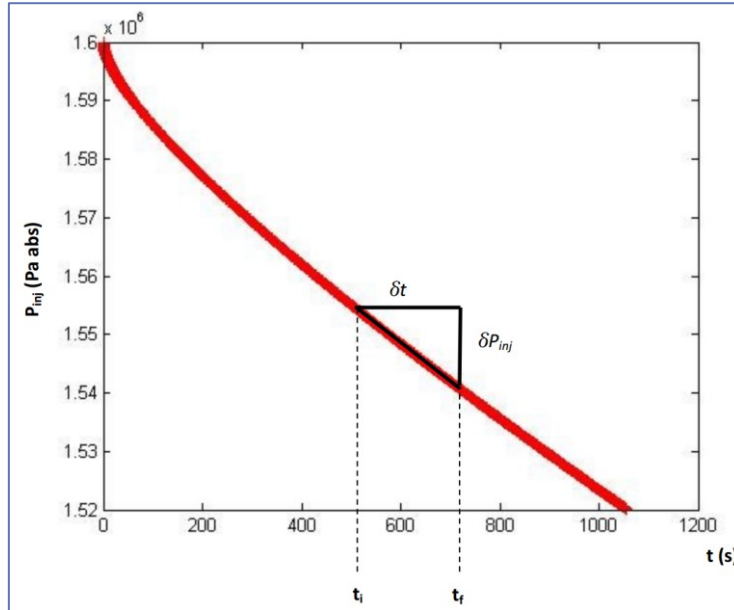


Figure 3-12 : chute de pression simulée dans la chaîne de mesure lors d'un essai « pulse ».

Afin de faciliter l'utilisation des courbes simulées pour interpréter les mesures *in situ*, c'est la pente de la courbe simulée pour une fenêtre de temps donnée en fonction de la saturation qui sera utilisée (cf. Figure 3-13Figure 3-13) :

$$S_w \left( \frac{\delta P_{inj}}{\delta t} \right)_{t_i < t < t_f} \quad \text{Eq. 3-2}$$

Pour une simulation numérique correspondant à une calibration matériau et des conditions d'essai fixés, la mesure de la pente de la courbe expérimentale  $P_{inj}(t)$  dans un intervalle de temps d'essai donné permet ensuite d'en déduire la saturation (cf. Figure 3-13).



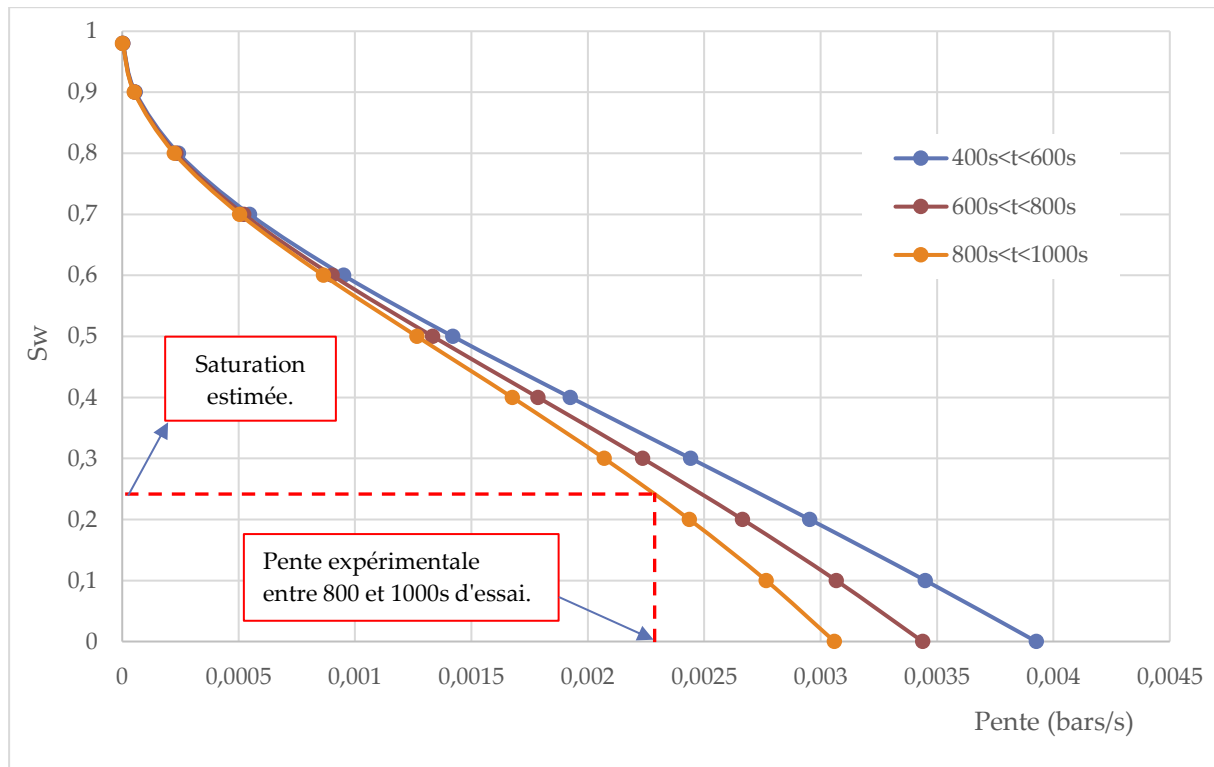


Figure 3-13 :  $S_w(dP/dt)$  à différents temps d'essai : simulation numérique béton VeRCoRs en conditions *in situ*.

### 3.3.4 Evaluation de la saturation

Afin d'illustrer cette présentation de la méthode de mesure « pulse », la Figure 3-14 et la Figure 3-15 présentent les profils de saturation obtenus au niveau de la levée 14 de la maquette VeRCoRs. Chaque profil est le résultat de la mesure sur 3 sondes réparties dans l'épaisseur de la paroi (40 cm d'épaisseur à cet endroit). Les saturations calculées montrent une différence importante de saturation entre les « pulses » placés au centre du mur (63 et 75 % pour les Gr 20 et 370 respectivement, Figure 3-14 et Figure 3-15 respectivement), et ceux placés plus proche des parois (90 et 96 % en moyenne pour les Gr 20 et 370 respectivement). La reproductibilité des mesures est très bonne puisque l'écart type moyen entre les mesures réalisées sur un même capteur est d'environ 2 %.

La question de la fiabilité de ces données se pose maintenant, d'autant plus qu'il n'existe pas d'autre capteur permettant de confirmer ou infirmer ces résultats.

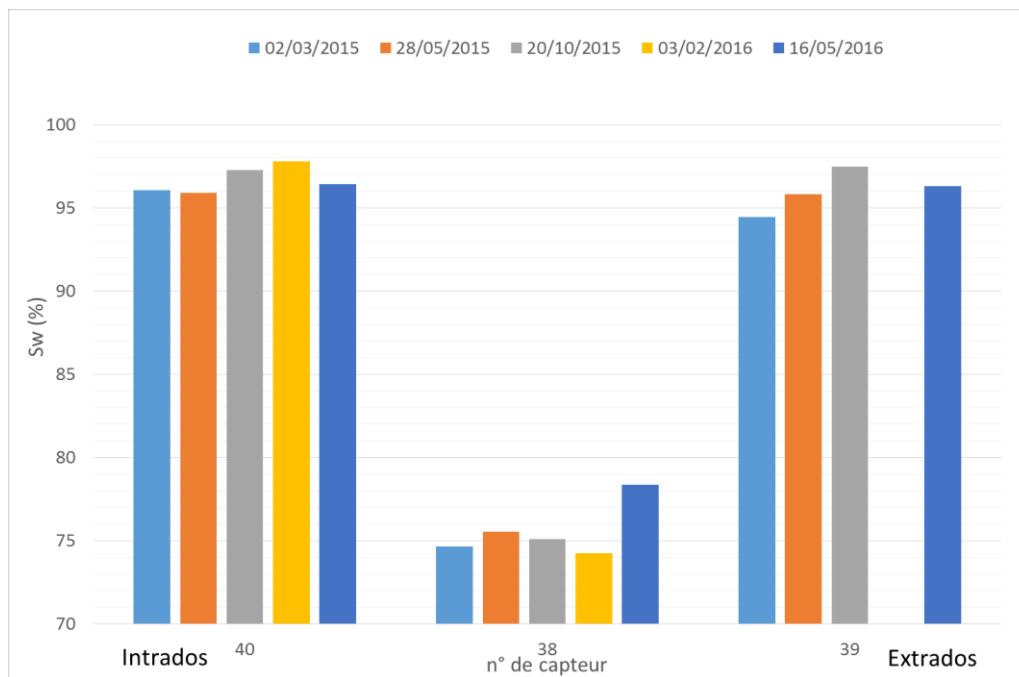


Figure 3-14 : évolution du profil de saturation dans la levée 14 VeRCoRs (Gr 20) après interprétation des mesures "pulse".

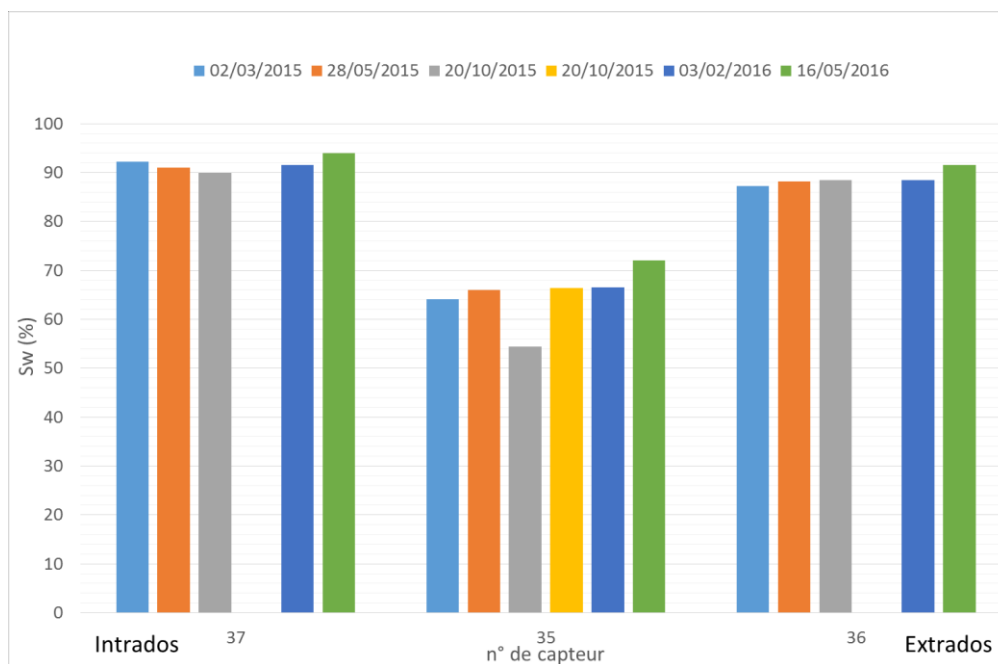


Figure 3-15 : évolution du profil de saturation dans la levée 14 VeRCoRs (Gr 370) après interprétation des mesures "pulse".

### 3.3.5 Sensibilité de la mesure « pulse »

Il existe plusieurs hypothèses permettant d'expliquer les différences de saturation observées sur une même ligne de profil dans un ouvrage, malgré l'absence supposée de dessiccation. Parmi celles-ci, les plus probables sont :

- différence de perméabilité intrinsèque,
- fissuration ou chemin de fuite,
- variation de saturation locale.

### 3.3.5.1 Différence de perméabilité intrinsèque

Comme l'a montré l'étude matériau en laboratoire (cf. § 3.3.2), des différences de perméabilité intrinsèque existent entre les C.E. d'une même gâchée de béton, y compris pour des C.E. issus d'une même éprouvette. Dans le cadre de cette étude par exemple, la perméabilité intrinsèque moyenne considérée pour le béton VeRCoRs est de  $4,0 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ , mais les perméabilités intrinsèques mesurées varient de  $1,7 \cdot 10^{-17}$  à  $7,2 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ , soit des variations de - 57 à + 82 %.

Il est légitime de penser qu'à l'échelle d'une structure, ces différences soient exacerbées (présence des armatures, des gaines de précontrainte, d'autres instruments de mesure, position des aiguilles vibrantes, hauteur de chute du béton dans le coffrage...).

La principale question est de savoir si ces différences peuvent être évaluées et prises en compte lors de l'interprétation des mesures « pulse ». Si oui, il s'agit de déterminer :

- comment évaluer la perméabilité intrinsèque du matériau lorsque la seule valeur accessible est sa perméabilité effective (qui plus est, issue d'une interprétation de simulation numérique d'un essai pulse) ?
- si l'on admet une variation de la perméabilité intrinsèque, peut-on considérer les autres caractéristiques matériau comme étant inchangées : porosité, isotherme de désorption, courbe  $K_{r,g}(S_w)$ ... ?
- quel est l'écart maximal entre la perméabilité intrinsèque issue de l'étude laboratoire et celle in situ qu'il est possible de corriger ?

### 3.3.5.2 Fissuration ou chemin de fuite

Ce qu'il est convenu d'appeler chemin de fuite dans cette étude est la présence d'un défaut d'adhérence entre le capteur « pulse » et le béton se propageant le long des flasques puis le long du capillaire d'injection ou via les ligatures liant le capteur aux armatures. Ce chemin d'écoulement pourrait le cas échéant être débouchant, c'est-à-dire lier plus ou moins directement le capteur au milieu extérieur.

Par opposition, ce que nous appellerons fissuration, apparaît dans le volume de béton investigué par le capteur et pourrait par exemple être la conséquence d'un retrait empêché autour du capteur.

La principale difficulté est de différencier sur la seule base des essais « pulse », une fissuration ou un chemin de fuite, d'une hausse locale de la perméabilité intrinsèque. Dans tous les cas, cela se traduit par une augmentation de la chute de pression lors de l'essai « pulse » qui aboutit à une valeur de saturation interprétée sous-évaluée.

Lorsqu'il s'agit d'un chemin de fuite ou d'une fissuration débouchante, il est possible de les mettre en évidence au moyen d'un détecteur de fuite (type eau savonneuse). Si le défaut n'est pas débouchant ou débouchant de manière trop diffuse, la détection n'est pas possible. La seule méthodologie possible est alors de définir une valeur de perméabilité intrinsèque équivalente maximale au-delà de laquelle seule une fissuration ou un chemin de fuite pourraient expliquer l'écart entre le matériau issu des éprouvettes en laboratoire et le matériau in situ. La définition de cette valeur seuil est nécessairement subjective.

Une première approche consiste à considérer comme bornes, les écarts de  $K_{i,g}$  obtenus lors de l'étude en laboratoire, considérant que les C.E. prélevés au cœur des éprouvettes  $16 \times 32$  sont exempts de fissuration empêchée et de chemin de fuite. Les écarts de perméabilité intrinsèque seraient alors le fait de l'inhomogénéité de répartition de la pâte et des granulats, de variations locales du E/C (due à l'inhomogénéité de la vibration par exemple) entraînant une modification de la structure de la pâte hydratée, d'une éventuelle amorce de ségrégation liée à un serrage inadapté... Considérant que ces différences seraient exacerbées par un processus de mise en œuvre « réel », et en l'absence de données

expérimentales fiables, nous pouvons par exemple considérer comme bornes une perméabilité intrinsèque « labo » multipliée ou divisée par 3.

### 3.3.5.3 Variation de saturation locale

Une interprétation « optimiste » de ces résultats pourrait aboutir à la conclusion que les écarts de saturation calculée traduisent une différence réelle de saturation du matériau.

Ces écarts pourraient par exemple être dus à l'inhomogénéité du serrage entraînant un phénomène de ressuage local autour de l'aiguille vibrante. Il n'existe pas de données expérimentales permettant de confirmer ou d'infirmer cette hypothèse. Il serait logique qu'une augmentation locale de la teneur en eau du matériau lors de la mise en place entraîne nécessairement une différence de structure poreuse du béton durci et donc une variation de la perméabilité intrinsèque de celui-ci. L'humidité relative d'équilibre qui découlerait de cette augmentation locale de E/C augmenterait également (cf. Figure 3-16), sans que le lien avec la saturation d'équilibre soit évident (un plus grand E/C entraîne une augmentation de la taille moyenne des pores et donc généralement une réduction de la saturation à une HR donnée).

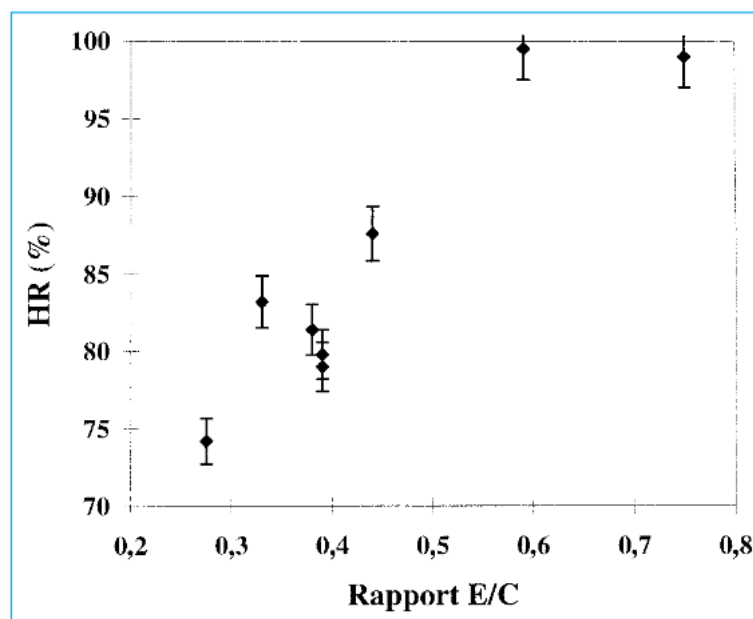


Figure 3-16 : variation de l'humidité relative des bétons à l'équilibre avec le rapport E/C (Yssorche-Cubaynes and Ollivier, 1999).

En l'absence de données expérimentales objectives, l'incidence des variations de saturation locale sur la modification des propriétés matériaux est délicate à appréhender.

### 3.3.5.4 Mise en évidence de la cause des disparités

Afin de pouvoir répondre à la question de savoir à quoi sont dues les différences de saturations interprétées (c-à-d les différences de perméabilités effectives mesurées), la méthode la plus efficace est d'attendre l'évolution des saturations dans le temps. En fonction de la cause, l'évolution du profil de saturation devrait permettre d'apporter certaines réponses.

- S'il s'agit d'une différence de perméabilités intrinsèques, il faut dans un premier temps admettre que seule la perméabilité intrinsèque est impactée. La courbe  $S_w(P_c)$  ou  $S_w(HR)$  reste inchangée (comme le suggérait la Figure 3-6) et les courbes  $K_{r,g}(S_w)$  également (cf. Figure 3-5). Il s'agit néanmoins d'une hypothèse assez forte qui mériterait d'être confirmée par une étude complémentaire. Nous supposons donc que la saturation dans la paroi est homogène en début d'essai (proche de la saturation d'auto dessiccation). Dans ce cas, l'évolution du profil de saturation devrait suivre une tendance classique et

les saturations mesurées sur tous les capteurs devrait baisser avec le séchage du mur. Néanmoins, la courbe  $K_{eff,g}(S_w)$  n'étant pas linéaire, il serait nécessaire de corriger les interprétations actuelles afin de tenir compte de la perméabilité intrinsèque propre à chaque capteur.

- S'il s'agit d'un chemin de fuite ou d'une fissuration, la perméabilité effective devrait être peu affectée par la progression du front de désaturation dans la mesure où le gaz percole dans une fissure à priori dé-saturée et non pas dans la matrice qui subit le séchage.
- S'il s'agit d'une modification locale de la teneur en eau sans autre modification des caractéristiques matériaux (là encore il s'agit d'une hypothèse forte), l'évolution du profil de saturation devrait le mettre en évidence. La Figure 3-17 présente l'évolution du profil de saturation au cours du temps pour une paroi de 40 cm d'épaisseur (type levée 14 VeRCoRs) pour laquelle la saturation initiale présente une saturation inhomogène. C'est le cas du profil de la Figure 3-14 qui a été choisi pour illustrer le propos. La modélisation réalisée suggère ainsi que la saturation estimée sur les capteurs les plus proches des parois devrait diminuer tandis que celle du capteur placé au centre (présentant une saturation initiale plus faible) devrait augmenter.

### 3.3.5.5 Modélisation du séchage

**Remarque :** La simulation numérique de séchage présentée ici et illustrée par la Figure 3-17, n'est là que pour illustrer le propos et l'interprétation des données et fixer des ordres de grandeur de progression du front de désaturation. Les caractéristiques matériaux ne sont pas celles du béton de l'étude.

Les simulations numériques du séchage ont été réalisées en employant la loi de Mensi et le programme Scilab fourni dans le cas test de validation du code aster sur les lois de séchage (EDF, 2011). Concernant la loi de séchage de Mensi, le coefficient de diffusion de l'humidité  $D(C)$  est défini comme suit :

$$D(C) = A \cdot e^{B \cdot C} \quad \text{Eq. 3-3}$$

où  $C$  est la teneur en eau du béton ( $L/m^3$ ) et  $A$  et  $B$  deux coefficients à définir. Le coefficient  $B$  a été pris égal à 0,05 comme conseillé par Granger (Granger *et al.*, 1997). La moyenne des coefficients  $A$  rapportés par Granger (cf. Figure 3-18) pour des bétons classiques de centrale a été utilisée dans les simulations de cette étude, soit  $A = 1,22 \cdot 10^{-13} m^2.s^{-1}$ .

Une simulation de séchage a ainsi été réalisée pour le béton type VeRCoRs, avec une teneur en eau initiale homogène de  $133,46 L/m^3$  correspondant à 95 % de saturation de la porosité (14,05 %). L'enceinte a un rayon de 7,3 m à l'intrados et 7,7 m à l'extrados (pour une épaisseur de 40 cm). Les parois sont soumises à des conditions aux limites correspondant à la teneur en eau attendue à 50 % de HR soit environ 30 % de saturation, soit  $42,15 L/m^3$  de teneur en eau. Au centre du mur, sur 8 cm, la saturation a été abaissée jusqu'à 75 % soit  $105,38 L/m^3$ , pour simuler la répartition observée sur le profil de la Figure 3-14. La simulation permet d'obtenir l'évolution de la teneur en eau dans la paroi après 6 mois, 1 an, 2 ans, 3 ans, 5 ans et 10 ans de séchage. La position approximative des capteurs est indiquée sur la Figure 3-17.

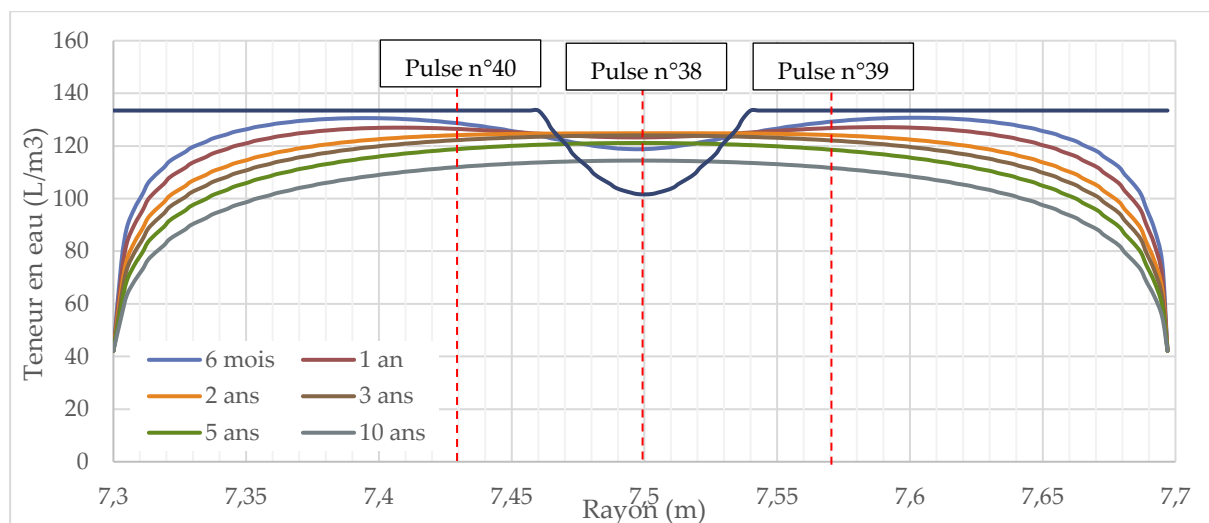


Figure 3-17 : modélisation (loi de Mensi) de l'évolution du profil de saturation : paroi de 40cm (type levée 14 VeRCoRs) avec saturation initiale plus faible au centre du mur.

Table 2 – Results of data smoothing with the hyperbolic smoothing function and value of parameter A of $D(C) = A \exp(0.05 \cdot C)$ for the concretes studied				
Power plant	a	b	$\varepsilon_{\infty}$	A ( $10^{-13}$ ) in $m^2/s$
Flamanville	0.9686	794	582	1.54
Chooz	0.8273	912	633	1.07
Civaux B11	1.0237	2627	521	0.739
Civaux HPC	0.8874	1356	452	0.839
Penly	0.9488	1130	485	1.27
Paluel	1.0844	1719	327	1.84

Figure 3-18 : valeurs des coefficients de la loi de Mensi pour des bétons de centrale (Granger et al., 1997).

Les caractéristiques matériaux correspondant à la loi de séchage de Mensi n'ayant pas été identifiées, l'interprétation quantitative de ces simulations n'est pas possible. Les conditions aux limites fixées (50 % H.R.) l'ont été arbitrairement et ne reflètent pas nécessairement l'historique subi par les structures. La Figure 3-17 suggère ainsi que l'effet du séchage devrait déjà induire une diminution de la saturation calculée sur les capteurs pulses 36, 37, 39 et 40. Cela n'apparaît pas pour l'instant sur les mesures réalisées *in situ*. Par ailleurs, l'enceinte interne de VeRCoRs a été arrosée pendant un certain temps à l'issue de sa réalisation. L'H.R. moyenne équivalente aux conditions réelles est difficilement évaluable.

### 3.4 Instrumentations en cours

Seuls les résultats issus de l'instrumentation de la maquette VeRCoRs ont ici été présentés. Il s'agit d'une technologie relativement récente (par rapport aux TDR ou aux sondes d'HR par exemple), son développement est encore en cours et nous continuons à profiter du retour d'expérience des études en cours pour en parfaire la compréhension et améliorer son utilisation. Plusieurs sites sont en cours d'expérimentation et contribuent à cette démarche. Sept capteurs ont été implantés dès 2011, dans une alvéole de stockage pour déchets radioactifs de faible à moyenne activité géré par l'ANDRA (CSFMA à Soulaing d'Huys) (cf. Photo 3-1). Cinq capteurs pulse ont été implantés dans un voile de l'EPR de Flamanville 3 dans le cadre d'une étude menée avec EDF-Septen (cf. Photo 3-2). 4 capteurs ont été implantés dans une galerie (GER 3) du laboratoire souterrain pour l'enfouissement des déchets radioactifs HAVL géré par l'ANDRA à Bure cf. Photo 3-3). Dix sondes ont été placées dans une pile de



pont situé à Souzhou en Chine, dans le cadre d'une étude conjointe avec la société JSTI (cf. Photo 3-4). Cette collaboration avec JSTI a conduit plus récemment (mars 2016) à implanter une quinzaine de sondes dans les poutres préfabriquées destinées à un ouvrage d'art situé à Taicang. Cette dernière étude à marquer une évolution de l'utilisation de la méthodologie « pulse » dans la mesure où il ne s'agissait plus de déterminer la saturation dans l'ouvrage mais plutôt de permettre la détection de l'endommagement de la structure.



*Photo 3-1 : implantation sur le site du CSFMA de l'Aube (géré par l'ANDRA) (photo de gauche issue de ("<https://www.entrepriseetdecouverte.fr/property/andra/>," n.d.)).*



*Photo 3-2 : implantation des sondes dans un voile de l'EPR de FLA3.*



*Photo 3-3 : implantation de sondes « pulse » dans le laboratoire souterrain de Bure géré par l'ANDRA.*



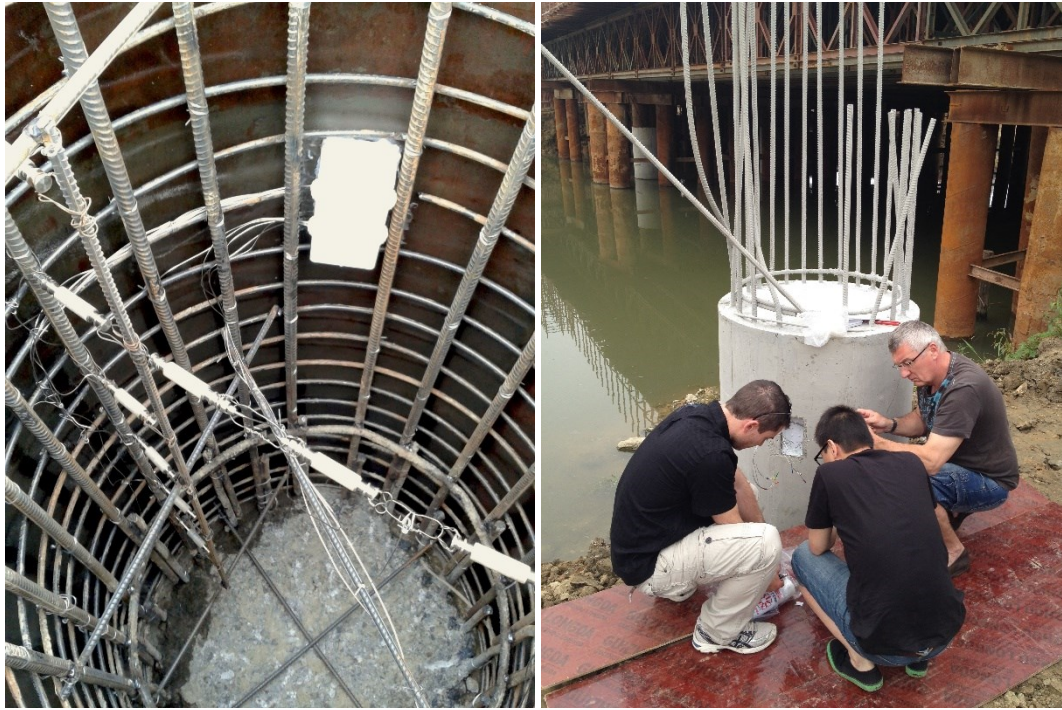


Photo 3-4 : implantation de sondes « pulse » dans une pile de pont à Souzhou (Chine).

### 3.5 Evaluation de l'endommagement via les mesures « pulse »

Comme l'a montré l'étude *in situ* de la maquette VerCoRs, la mesure de la perméabilité au gaz est réalisable dans un contexte industriel avec une résolution très convaincante. L'analyse de la perméabilité pour obtenir une estimation de la saturation liquide s'avère plus délicate. La variabilité des propriétés de transfert, en particulier dans le cas de la mise en œuvre de structures de grande taille, entraîne une incertitude sur la perméabilité intrinsèque difficilement quantifiable. En dépit de cette difficulté, ces observations nous ont amené à envisager une autre utilisation du capteur « pulse ». En effet, la bonne reproductibilité des mesures et leur précision, rendent la méthode intéressante pour la détection des variations de propriétés de transfert du matériau *in situ*. Ainsi, partant du principe que les variations de teneur en eau d'une structure sont très lents, il est possible d'utiliser le capteur « pulse » comme détecteur d'endommagement du matériau. Cette voie de recherche est en cours d'étude *in situ* sur un ouvrage d'art en Chine (cf. § 3.4) et a fait l'objet du stage de Master 2 de Mohammed El Mansouri.

#### 3.5.1 Relation endommagement perméabilité au gaz

De très nombreuses études abordent la relation entre la perméabilité (au gaz ou au liquide) et l'endommagement des matériaux. La relation entre perméabilité (au gaz notamment) et endommagement est ainsi largement documentée. Tous les auteurs ne s'accordent pas sur le niveau de contrainte nécessaire pour entraîner une hausse de la perméabilité (Kermani (Kermani, A., 1991) et Hearn (Hearn, 1999) (rapportés par Choinska (Choinska *et al.*, 2007))), la condition étant la création d'un réseau de micro-fissures connectées. En revanche, toutes les études montrent une forte augmentation des propriétés de transfert dès 70 à 75 % du pic de résistance ((Hearn and Lok, 1998; Sugiyama *et al.*, 1996). Picandet a ainsi proposé une relation phénoménologique dans laquelle l'évolution de la perméabilité est reliée à l'exponentielle de l'endommagement dans la phase pré-pic (Picandet *et al.*, 2001) :

$$k_{V(D)}k_{V0} = \exp[(\alpha d)^\beta] \quad \text{Eq. 3-4}$$

Où  $k_{V(D)}$  et  $k_{V0}$  sont les perméabilités du matériau endommagé et du matériau sain respectivement,  $d$  l'endommagement tel que  $d = (E_0 - E_{(d)})/E_0$  et  $\alpha$  et  $\beta$  des constantes de « fittage ». Cette



sensibilité de la perméabilité dans la phase pré-pic justifie l'intérêt que l'on peut porter à cet indicateur d'endommagement du matériau. Par ailleurs, dans la phase post-pic, une fois les macro-fissures ouvertes, la perméabilité est gouvernée par des lois de type Poiseuille (Dullien, 1979) et des corrélations entre la perméabilité et l'ouverture des fissures ont été mises en évidence ((Wang *et al.*, 1997) cité par (Choinska *et al.*, 2007)).

Si la perméabilité au gaz apparaît ainsi comme un indicateur, potentiellement quantitatif, de l'ouverture des macro-fissures et de l'endommagement des matériaux, son utilisation se limite pour l'instant aux mesures en laboratoire et les mesures *in situ* concernent généralement les roches (voir par exemple (Pardoen *et al.*, 2016)). Concernant les ouvrages en béton, la perméabilité est généralement employée via des mesures de surface (Basheer, 2001), l'objectif étant de caractériser le béton de peau pour mettre en évidence des phénomènes de fissuration de surface ou de carbonatation, mais l'exploitation de ces mesures à des fins de quantification de l'endommagement est délicate.

### 3.5.2 Essais en laboratoire sur poutre instrumentée

Dans le cadre du stage de master de Mohamed El Mansouri, une poutre en béton armé de dimensions  $4 \times 0,25 \times 0,15 \text{ m}^3$  a été équipée de 4 sondes « pulse » et testée en flexion 3 points (cf. Photo 3-5). En complément des mesures de perméabilité, des jauges de déformation et des mesures de déformations au comparateur mécanique ont été utilisées pour mesurer les déformations de la section au droit du point d'application de la force. Enfin, un capteur de force à jauge et un LVDT ont permis de suivre l'évolution de la flèche en fonction de la charge appliquée (cf. schéma de principe de l'instrumentation Figure 3-19).

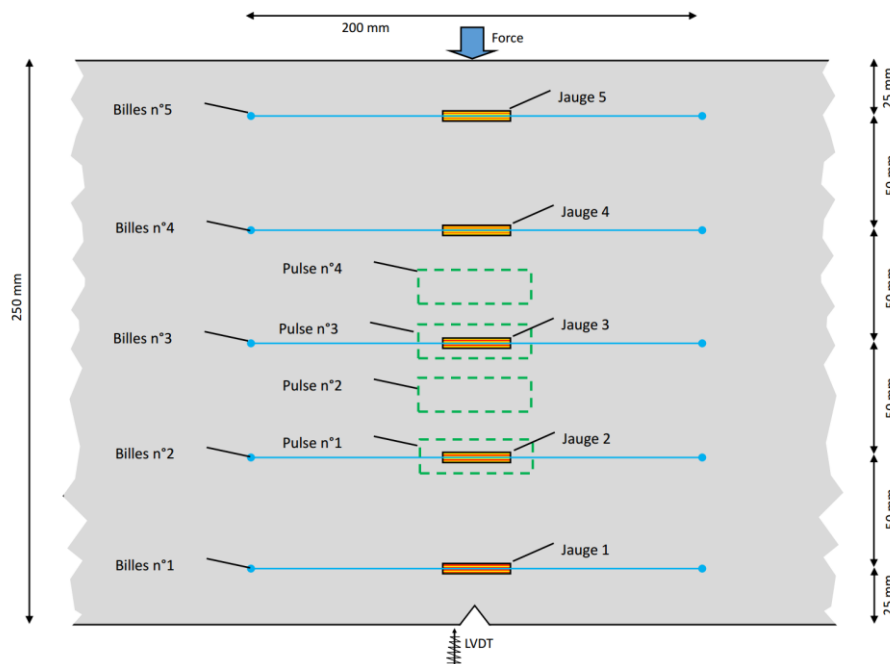
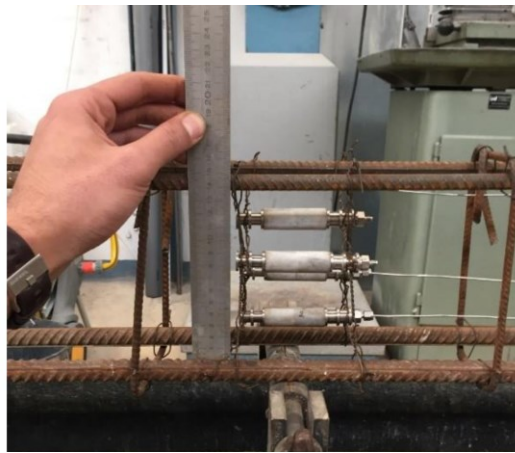


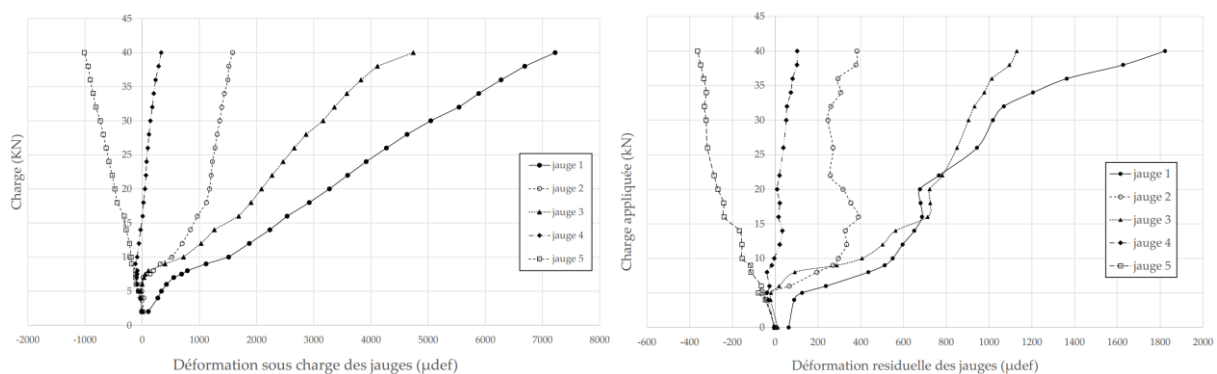
Figure 3-19 : principe de l'instrumentation de la poutre ferrailée instrumentée par des « pulses ».



*Photo 3-5 : mise en place des sondes « pulse » dans le ferrailage de la poutre.*

La Figure 3-20 présente les déformations mesurées sur les 5 jauges placées sur l'axe vertical de la poutre lors d'essais de flexion 3 points. Des cycles de chargement ont permis de mesurer la déformation sous charge ainsi que la déformation résiduelle traduisant l'apparition de fissures irréversiblement ouvertes. Il apparaît sur la jauge n°1 (placée à 25 mm du bas de la poutre, cf. Figure 3-19), une augmentation significative de la déformation (instantanée et résiduelle) au-delà de 5 à 7 kN de chargement. Ce niveau de chargement est cohérent avec le calcul aux eurocodes 2 qui avait été réalisé en phase de pré-dimensionnement, pour déterminer la charge nécessaire à la fissuration de la section. La position de la fibre neutre (légèrement au-dessus de la jauge n°4 d'après la Figure 3-20) est également cohérente. Les mesures réalisées au moyen des sondes « pulse » ont permis de corréler l'ouverture des fissures (via les déformations mesurées par les jauges) et le débit volumique de gaz lors d'un essai pulse. La Figure 3-21 montre l'évolution du débit volumique en fonction du déplacement mesuré à l'extensomètre à bille, au niveau du « pulse » n°2. L'effet de l'ouverture des fissures sur l'évolution du débit est très sensible.

Il n'est pas été pour l'instant possible de pousser plus avant l'interprétation des débits car certains facteurs d'erreur doivent encore être évalués. Avec l'augmentation du débit, la perte de charge dans le capillaire d'injection est une source d'erreur importante. L'évolution de la topologie de la fissure, de sa rugosité, l'apparition de fissures secondaires, sont également autant de points à prendre en compte avant d'envisager une utilisation de la loi de Poiseuille pour estimer une ouverture moyenne de fissure.



*Figure 3-20 : déformations sous charge (à gauche) et résiduelle (à droite) mesurées sur les 5 jauges de déformation de la poutre en flexion 3 points.*

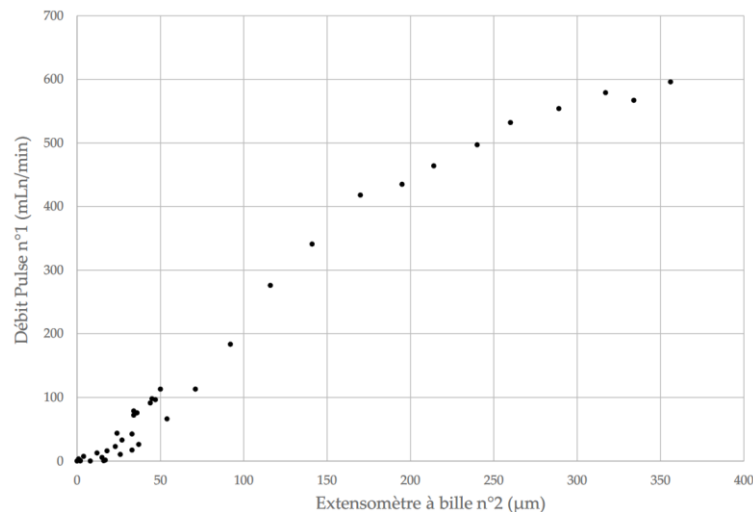


Figure 3-21 : déplacements mesurés par l'extensomètre à bille n°2 et débit volumique au niveau du pulse n°1.

Même si les résultats de cette étude n'ont pour l'heure pas été totalement exploités, la possibilité d'utiliser la mesure de perméabilité au moyen des sondes « pulse » pour détecter l'endommagement d'une structure en béton armé et suivre l'évolution de l'ouverture des fissures apparaît ici envisageable. Cet axe d'étude souligne également la nécessité de se tourner vers des méthodes d'interprétation des essais de perméabilité plus « dynamiques ». Une bonne exploitation des phases transitoires pourrait permettre une caractérisation plus détaillée des structures (porosité, emmagasinement, taille de pores, pression de percée...), lorsque les phases de régimes permanent ne permettent d'accéder « qu'à » la perméabilité...

## 4. L'eau pour étancher les structures :

Cette quatrième partie traite d'une thématique de recherche qui a été envisagée dans le cadre d'études menées par EDF. Il s'agit d'une approche relativement iconoclaste d'une problématique industrielle majeure pour l'électricien français et qui est le produit des connaissances acquises par le laboratoire dans le domaine des perméabilités des milieux poreux.

### 4.1 Problématique

Le renforcement des enceintes de confinement en béton est un sujet d'actualité et s'avère nécessaire pour la prolongation de la durée de vie des centrales nucléaires. Le renforcement concerne ici la restauration de propriétés d'étanchéité au gaz des bétons d'enceinte de réacteur, voire des enceintes elles-mêmes.

L'étanchéité de l'enceinte interne doit permettre de limiter les éventuelles fuites à moins de 1,5 %/J de la masse de gaz contenue dans l'enceinte en situation d'accident par perte de réfrigérant primaire (APRP). Or lors des premières visites décennales d'ouvrages dimensionnés à l'origine pour une durée d'exploitation de 40 ans, certaines enceintes ont dépassées lors de l'épreuve le critère réglementaire. EDF a alors réalisé des travaux très conséquents visant à renforcer l'étanchéité, pour que toutes les enceintes respectent le critère réglementaire (Masson, B., 2013).

Différents scénarii sont envisagés pour améliorer l'étanchéité au gaz des enceintes de deuxième génération : revêtement polymère, enveloppe en béton etc. La perte d'étanchéité au gaz d'un béton, avec le temps, est due à son séchage qui libère de l'espace poreux pour le gaz et tout autre dégradation liée à de la fissuration : retrait de dessiccation, charges mécaniques, pertes de précontrainte etc. On peut dès lors imaginer redonner de l'étanchéité au béton en le (re) saturant moyennant quelques précautions. *In situ* la (re) saturation pourrait se faire par aspersion d'un brouillard d'eau sur l'enveloppe. Cette idée intéressante, facile à mettre en œuvre, donc peu coûteuse et rapide à installer, entraînant peu de pertes d'exploitation, nécessite d'être validée par l'expérience.

## 4.2 Campagne d'essai sur éprouvettes unidimensionnelles

### 4.2.1 Présentation de la campagne expérimentale

L'objectif de cette campagne expérimentale consistait à quantifier la vitesse de progression du front d'imbibition dans un béton soumis à une aspersion d'eau. Elle a été réalisée dans le cadre du post doctorat de M. El Shamaa de septembre à août 2015.

#### 4.2.1.1 Description des éprouvettes

Les échantillons de bétons utilisés pour cette étude sont des carottes de 500 mm de longueur et 65 mm de diamètre carottés dans un bloc de béton VeRCoRs fourni par Ceidre-TEGG (cf. Figure 4-1). 15 échantillons ont ainsi été préparés puis conditionnés en enceinte climatique sous 25 °C ( $\pm 1$  °C) et 50 % H.R. ( $\pm 1$  %) jusqu'à obtention d'une masse constante. La saturation en eau ( $S_w$ ) obtenue à l'équilibre avoisinait 45 %.



Figure 4-1 : carottage des éprouvettes dans le bloc de béton VeRCoRs.

Les faces latérales des éprouvettes ainsi qu'une de ses extrémités ont ensuite été recouvertes de plusieurs couches de la résine du complexe d'étanchéité MAEVA2 (cf. Figure 4-2). Le processus d'imbibition par aspersion de la surface libre des éprouvettes était donc considéré comme unidimensionnel (cf. Figure 4-3).



Figure 4-2 : application du revêtement d'étanchéité (résine MAEVA2).

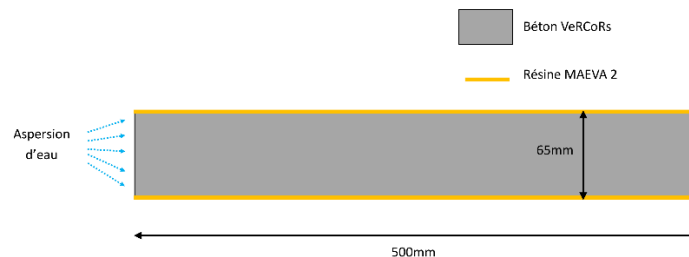


Figure 4-3 : schéma de principe de l'imbibition unidimensionnelle des éprouvettes sous aspersion.

Un système d'aspersion d'eau chargée en NaOH et KOH (pH = 12 à 13) a été mis en place (cf. Figure 4-4). Les faces libres ont ainsi été soumises pendant plus de 4 mois à une alternance de cycles d'aspersion (15 min) et de « séchage » (15 min). La notion de séchage est relative, puisque les éprouvettes ont été maintenues dans le bac d'aspersion dans lequel l'humidité relative devait être très proche de 100 %.



*Figure 4-4 : éprouvettes placées dans le bac d'aspersion.*

#### 4.2.1.2 Plan d'expérience

3 éprouvettes ont été régulièrement pesées afin de suivre la prise de masse en fonction du temps.

Une éprouvette a été prélevée après 2 jours d'arrosage, une autre après 7 jours, puis une tous les 15 jours, jusqu'au 215<sup>e</sup> jour d'arrosage. Elles ont été pesées puis découpées en tranches sous eau. Les éprouvettes ainsi prélevées (diamètre 65 mm et hauteur 15 à 30 mm) ont été soumises à des mesure de masse et de perméabilité apparente au gaz. Après séchage à 105 °C puis saturation d'eau sous vide, la porosité de chaque éprouvette a ainsi été déterminée permettant enfin de déduire la saturation de chacune d'entre elles. La perméabilité apparente à l'état sec a également été mesurée (après séchage à 105 °C) permettant ainsi d'obtenir les perméabilités relatives au gaz des éprouvettes en fonction de leur saturation liquide.

### 4.2.2 Principaux résultats de l'étude

#### 4.2.2.1 Progression du front d'imbibition

La mesure de la saturation des éprouvettes prélevées par tronçonnage aux différentes échéances a permis de tracer la progression du front d'imbibition le long des éprouvettes en fonction du temps d'exposition à l'aspersion. La Figure 4-5 présente les résultats obtenus. On observe que la saturation des premiers centimètres des éprouvettes augmente très rapidement. Dès 2 jours d'aspersion, la saturation moyenne (sur 30 mm) de la couche exposée atteint 82 %. La saturation de cette couche augmente ensuite progressivement. Elle atteint 87 % après 15 jours. Après 90 jours, la saturation a quasiment atteint la valeur maximale obtenue soit environ 95 %. La progression du front est rapide au début de l'aspersion. Ainsi, après 2 jours, la saturation moyenne entre 30 et 60 mm de profondeur a déjà augmenté de 10 %. Après 2 mois d'aspersion, le front se situe entre 100 et 130 mm de profondeur. A la fin de cette étude, soit 135 jours ( $\approx$  4,5 mois), le front se situe entre 200 et 230 mm de profondeur.

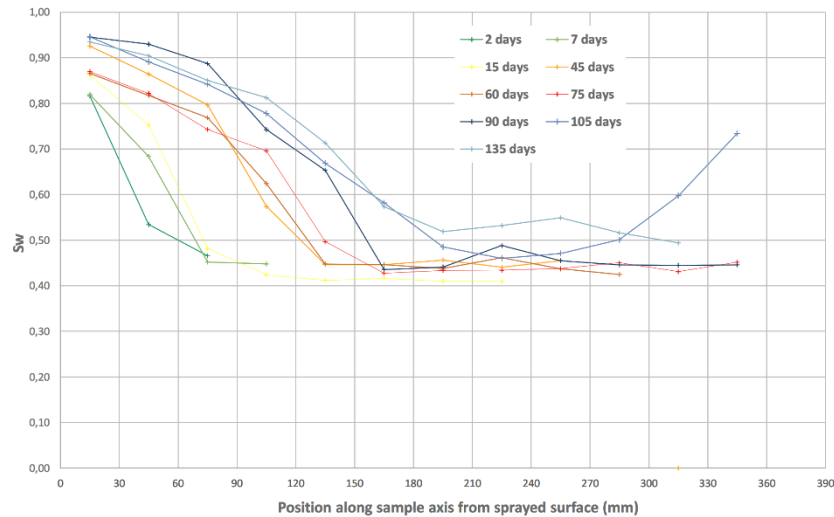


Figure 4-5 : saturation en fonction de la distance à la surface exposée à l'aspersion pour différentes durées d'aspersion.

#### 4.2.2.2 Mesure des perméabilités au gaz

L'interprétation des mesures de perméabilité au gaz a été rendue ardue par l'hétérogénéité des matériaux. Pour compenser cette hétérogénéité, nous aurions pu prélever des tranches d'éprouvette plus épaisses, mais cela aurait été au détriment de la résolution spatiale de la progression du front d'imbibition. Malgré cela, il a été possible de mettre en évidence la chute de la perméabilité effective du matériau avec la progression du front de saturation. La Figure 4-6 présente les résultats obtenus. La forte réduction des propriétés de transfert du matériau apparaît clairement malgré certaines valeurs atypiques liées à l'hétérogénéité des éprouvettes. La perméabilité effective au gaz ( $K_{eff,g}$ ) de la tranche exposée (entre 0 et 30 mm de profondeur) affiche ainsi une perméabilité effective proche de  $1.10^{-18} \text{ m}^2$  dès les premiers jours d'arrosage pour se stabiliser vers  $3.10^{-19} \text{ m}^2$  à la fin de l'étude. La perméabilité effective initiale du matériau (donc pour une saturation d'environ 45 %) est de l'ordre de  $5.10^{-18} \text{ m}^2$ .

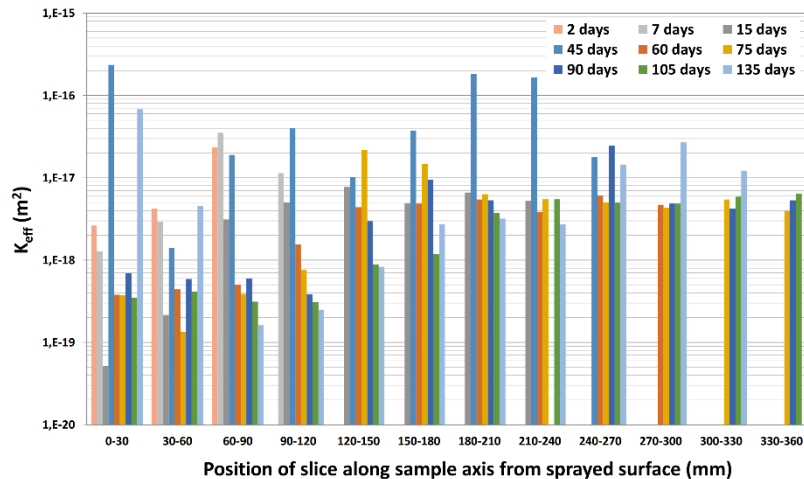


Figure 4-6 : perméabilité effective au gaz en fonction de la distance à la surface exposée à l'aspersion pour différentes durées d'aspersion.

#### 4.2.2.3 Courbe de perméabilité relative

La perméabilité relative en fonction de la saturation liquide ( $K_{r,g}(S_w)$ ) de chaque éprouvette a été calculée une fois leur perméabilité sèche mesurée. Ces mesures ont été comparées à la courbe  $K_{r,g}(S_w)$  obtenue sur des échantillons conditionnés en humidité relative contrôlée. Le but était de savoir si la relation entre les propriétés de transfert du matériau et sa teneur en eau était indépendante du mode de saturation (par imbibition ou homogénéisation sous H.R. régulée). Comme le montre la Figure 4-7 et

compte tenu des incertitudes de mesure et de l'hétérogénéité des éprouvettes, la relation  $K_{r,g}(S_w)$  peut être considérée comme indépendante du mode de saturation, ce qui rejoint les observations présentées au paragraphe 3.3.1.

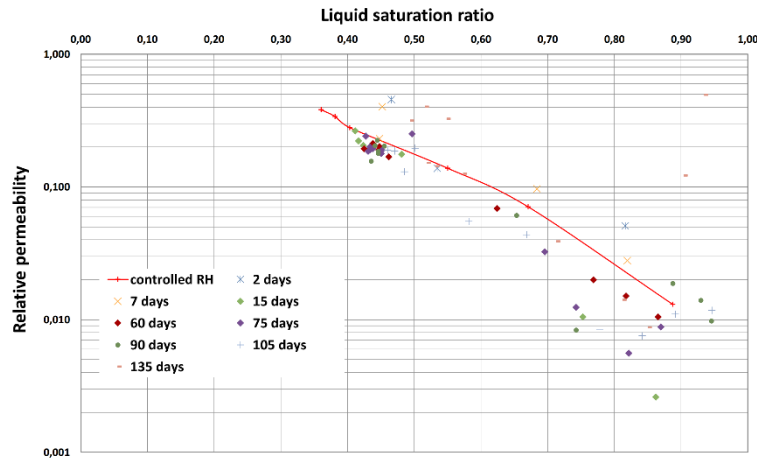


Figure 4-7 :  $K_{r,g}(S_w)$  en fonction du mode de saturation (ligne continue : conservation sous H.R. contrôlée).

### 4.3 Utilisation des résultats obtenus dans le contexte de l'étude

L'objectif de l'étude était d'évaluer la possibilité de réduire le taux de fuite de structure de génie civil telles que des bâtiments réacteurs de centrales nucléaires. Il était donc nécessaire d'extrapoler les résultats de ce travail (réalisé à l'échelle du matériau) à la réduction du taux de fuite globale d'une structure.

#### 4.3.1 Fittage des points expérimentaux

Le modèle de Van Genuchten – Mualem permet de « fitter » la courbe de perméabilité relative obtenue expérimentalement afin d'obtenir une relation continue entre  $K_{r,g}$  et  $S_w$  (cf. § 3.3.2) (cf. Figure 4-8). Le « fittage » des points expérimentaux de la Figure 4-7 est présenté sur la sous la forme d'une ligne continue verte. Les paramètres de calage retenus sont  $\eta = 1,44$  et  $m = 0,64$ .

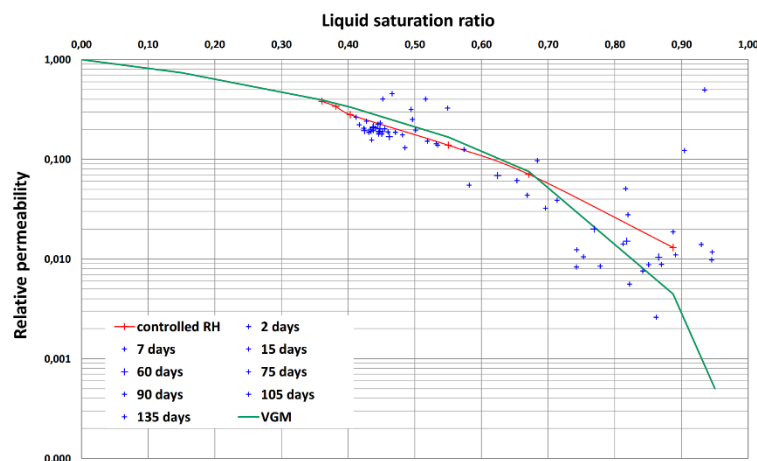


Figure 4-8 : fittage (courbe continue verte) selon le modèle de Van Genuchten - Mualem des points expérimentaux de  $K_{r,g}(S_w)$ .

#### 4.3.2 Evaluation de la perméabilité des éprouvettes complètes

Il est alors possible de déterminer la perméabilité effective équivalente des éprouvettes à partir des perméabilités effectives de chacune des tranches qui la compose. La relation suivante permet de



calculer la perméabilité d'ensemble ( $K_{tot}$ ) d'une éprouvette de longueur  $L_{tot}$  constituée de n couches (3 dans l'exemple de la Figure 4-9), d'épaisseur  $L_i$  et de perméabilité effective  $K_i$  :

$$\frac{L_{tot}}{K_{tot}} = \sum_{i=1}^n \frac{L_i}{K_i} \quad \text{Eq. 4-1}$$

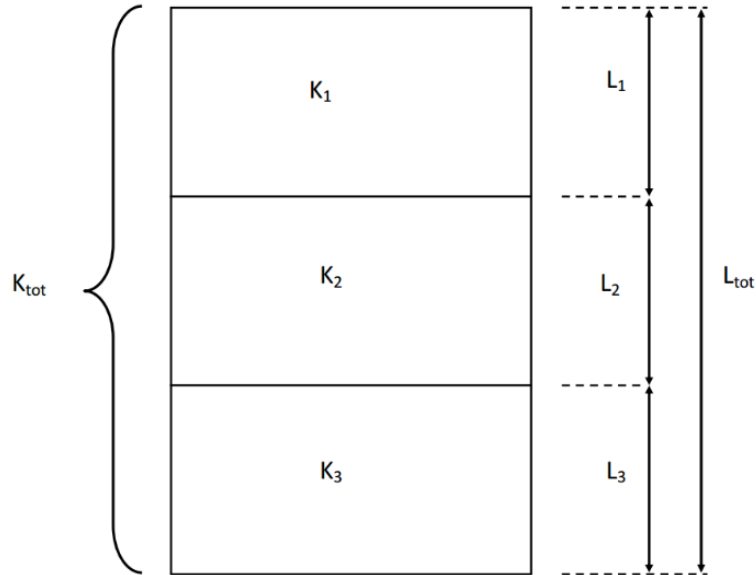


Figure 4-9 : calcul de la perméabilité d'ensemble d'une éprouvette constituée de couches ayant des perméabilités différentes.

### 4.3.3 Effet de l'aspersion sur la réduction de la perméabilité

Les résultats des mesures de perméabilité sèche sur l'ensemble des éprouvettes indiquent une perméabilité sèche (ou perméabilité intrinsèque au gaz  $K_{i,g}$ ) d'environ  $3.10^{-17} \text{ m}^2$ . Considérant que la perméabilité relative des éprouvettes dans leur état initial ( $S_w = 0,475$ ) est d'environ 0,27 (d'après le « fittage » de VGM), leur perméabilité effective initiale est donc de l'ordre de  $7,3.10^{-18} \text{ m}^2$ . Sur la base des saturations mesurées dans les différentes couches (cf. Figure 4-5) à différentes échéances, la perméabilité d'ensemble des éprouvettes a ainsi été calculée. Le Tableau 4-1 présente le détail des valeurs permettant de calculer la perméabilité totale des éprouvettes de 500 mm de longueur après 7, 75 et 135 jours d'aspersion. On observe une importante réduction de la perméabilité d'ensemble même lorsqu'une faible épaisseur de matériau est imbibée. Cela illustre le fait que lorsqu'il s'agit de transfert de gaz, ce sont les couches les moins perméables qui pilotent la perméabilité d'ensemble.



Abscisse (mm)	Epaisseur (mm)	Durée d'aspersion (j)					
		7		75		135	
		$S_w$	$K_{eff,g}$	$S_w$	$K_{eff,g}$	$S_w$	$K_{eff,g}$
0-30	30	0,82	4,71E-19	0,87	1,97E-19	0,93	3,09E-20
30-60	30	0,68	2,04E-18	0,82	4,56E-19	0,90	8,67E-20
60-90	30	0,45	8,16E-18	0,74	1,20E-18	0,85	2,86E-19
90-120	30	0,45	8,30E-18	0,70	1,85E-18	0,81	5,21E-19
120-150	30	0,48	7,34E-18	0,50	6,63E-18	0,71	1,59E-18
150-180	30	0,48	7,34E-18	0,43	9,06E-18	0,57	4,38E-18
180-210	30	0,48	7,34E-18	0,43	8,83E-18	0,52	5,92E-18
210-240	30	0,48	7,34E-18	0,43	8,81E-18	0,53	5,53E-18
240-270	30	0,48	7,34E-18	0,44	8,68E-18	0,55	5,04E-18
270-300	30	0,48	7,34E-18	0,45	8,21E-18	0,52	6,00E-18
300-330	30	0,48	7,34E-18	0,43	8,93E-18	0,49	6,70E-18
330-360	30	0,48	7,34E-18	0,45	8,16E-18	0,48	7,34E-18
360-500	400	0,48	7,34E-18	0,48	7,34E-18	0,48	7,34E-18
	$K_{tot}$ (m <sup>2</sup> )	5,21E-18		2,63E-18		5,66E-19	

Tableau 4-1 : calcul de la perméabilité effective totale des éprouvettes de 500 mm de longueur après 7, 75 et 135 jours d'aspersion.

En utilisant un calcul similaire, nous avons estimé la réduction de la perméabilité d'une paroi de 1 m d'épaisseur (plus représentative d'une enceinte de bâtiment réacteur) en fonction de la durée d'aspersion. La Figure 4-10 présente l'évolution du rapport de la perméabilité après différentes durées d'aspersion sur la perméabilité initiale pour un mur de 1 m d'épaisseur. Un effet très significatif de l'aspersion sur la réduction de perméabilité apparaît clairement dès 2 jours d'aspersion (réduction de plus de 35 %). La perméabilité est divisée par 2 après 15 jours d'aspersion et la réduction atteint environ 95 % après 90 jours d'aspersion. La perméabilité étant pilotée par les couches les moins perméables, le sursaut apparaissant après 60 et 75 jours d'aspersion est lié aux variations de saturation mesurées dans la couche extérieure apparaissant dans la Figure 4-5.

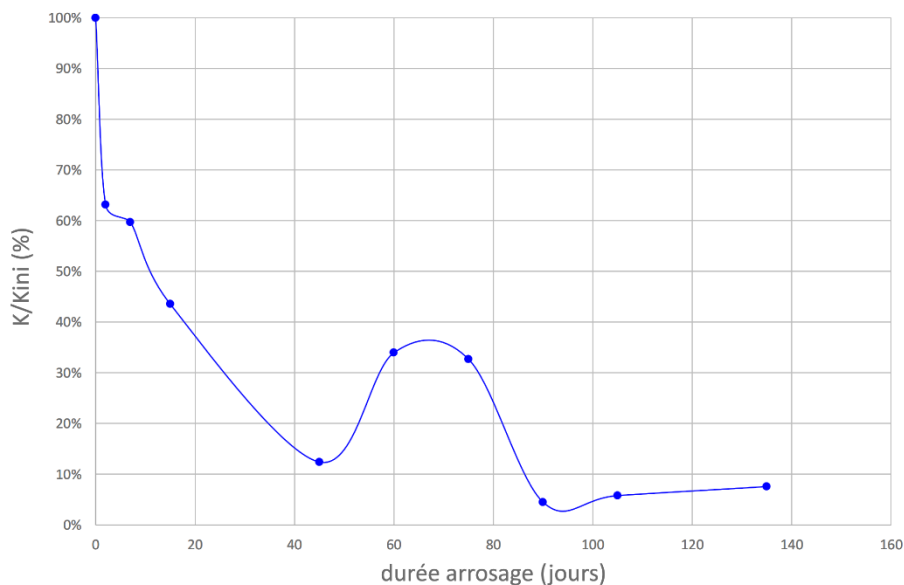


Figure 4-10 : évolution du rapport  $K/K_{ini}$  en fonction de la durée d'arrosage pour un mur de 1m d'épaisseur.

### 4.3.4 Effet du séchage

En observant la cinétique du processus d'imbibition, qui permet de rapidement réduire la perméabilité des éprouvettes, la question de l'effet du séchage se pose naturellement. Dans un contexte industriel, il serait évidemment souhaitable de pouvoir limiter la durée des phases d'aspersion au maximum tout en maintenant la réduction de la perméabilité.

Une simulation du séchage d'une paroi épaisse basée sur la loi de Mensi a été mise en œuvre au moyen du logiciel Scilab et en utilisant le code proposé dans le cas test de « Validation des lois de séchage sur une éprouvette cylindrique en béton » du Code Aster (EDF, 2011). Le profil de saturation de départ est celui obtenu après 135 jours d'aspersion (cf. Figure 4-5). Les paramètres de la loi de Mensi sont ceux proposés par L. Granger (Granger, 1995) pour des bétons de bâtiment réacteur, soit  $A = 3,8E-13 \text{ m}^2/\text{s}$  et  $B = 0,05$ . La Figure 4-11 présente l'évolution du profil de teneur en eau d'une paroi de béton exposée à une humidité relative de 50 % jusqu'à un an de séchage. Il apparaît que si le séchage de la couche superficielle est rapide, le front de dessiccation progresse beaucoup plus lentement que le front d'imbibition.

Il est ainsi possible de calculer l'évolution de la réduction de perméabilité d'un mur de 1 m d'épaisseur en fonction de la durée du séchage selon la même méthode que celle exposée précédemment (cf. § 4.3.2). Pour simplifier l'interprétation des résultats, nous avons choisi d'utiliser la valeur de saturation de la couche de surface moyennée sur 15 cm et la saturation initiale de 0,475 pour les 85 cm restant. Le Tableau 4-2 synthétise les résultats obtenus. La perméabilité d'ensemble étant pilotée par les plus faibles perméabilités, l'effet du séchage de la couche de surface entraîne immédiatement une augmentation de l'ordre de 5 % de la perméabilité du mur. Par la suite, la cinétique du séchage étant lente, la perméabilité augmente très modérément et après 30 jours de séchage la perméabilité d'ensemble est toujours inférieure de 75 % à la perméabilité initiale et de 60 % après une année de séchage.

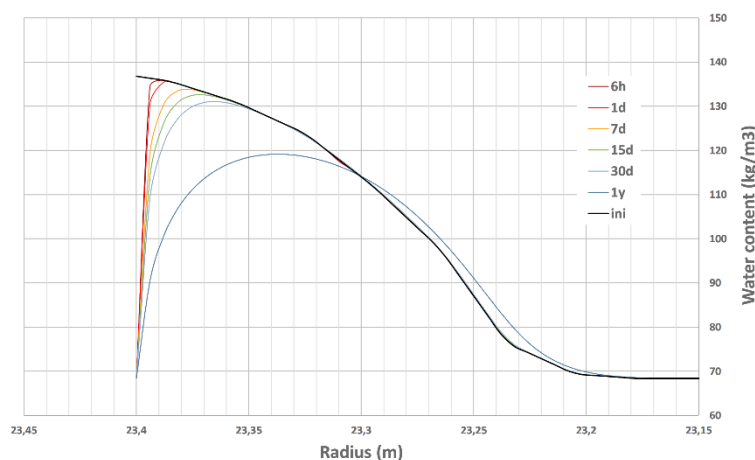


Figure 4-11 : simulation de séchage d'un mur sous 50 % H.R., préalablement aspergé d'eau pendant 135 jours, selon la loi de Mensi.

Nombre de jours de séchage à 50 % H.R.	Saturation moyenne des 15 cm de surface	$K_{eff,s}$ des 15 cm de surface ( $\text{m}^2$ )	$K_{tot}$ ( $\text{m}^2$ )	$K_{tot}/K_{ini}$
0	0,874	1,80E-19	1,05E-18	14,3 %
0,5	0,854	2,66E-19	1,47E-18	20,1 %
1	0,853	2,73E-19	1,50E-18	20,4 %
7	0,848	2,99E-19	1,62E-18	22,0 %
15	0,844	3,19E-19	1,71E-18	23,3 %
30	0,839	3,48E-19	1,83E-18	24,9 %
365	0,795	6,62E-19	2,92E-18	39,8 %

Tableau 4-2 : évolution de la réduction de perméabilité d'une paroi de 1m d'épaisseur après séchage à 50 % HR.

### 4.3.5 Conclusion partielle

Il faut souligner que le rapport de la perméabilité après 135 jours d'aspersion sur la perméabilité initiale est plus fort (14,3 %) que celui obtenu précédemment (cf. Figure 4-10), qui avoisinait 7 %. Cela est dû au fait que nous avons pris ici la saturation moyenne des 15 cm de surface et ainsi, la forte réduction de perméabilité apportée par la couche extérieure fortement saturée est moins sensible. L'effet du séchage est donc ici plutôt surestimé. Cela démontre ainsi la relative pérennité de la réduction de perméabilité obtenue par aspersion. Il est également légitime de penser que, dans un contexte industriel, vu la rapidité du phénomène d'imbibition, une fois obtenu une imbibition en profondeur par une aspersion longue, le maintien de la réduction de perméabilité pourrait être assuré par une aspersion d'entretien assez peu fréquente (mensuelle ou bimensuelle).

L'utilisation de l'aspersion pour réduire la perméabilité d'une paroi massive apparaît donc prometteuse. Néanmoins, la campagne d'essais présentée ci-avant, a été réalisée sur des éprouvettes carottées au cœur de blocs massifs. Les éprouvettes étaient donc représentatives d'un matériau que nous pouvons qualifier de matériau sain. Les effets de peau, de la fissuration (retrait de dessiccation, retrait empêché, endommagement mécanique...) ou des reprises de bétonnage, susceptibles d'apparaître dans une structure réelle, n'ont donc pas été pris en considération.

## 4.4 Essais sur plaques 42 x 33 x 10 cm<sup>3</sup>

La campagne d'essai présentée dans ce paragraphe était destinée à évaluer la perte de perméabilité d'un élément massif en béton. A la différence de ce qui a été présenté précédemment, il s'agissait ici de prendre en compte les effets de peau, les effets de paroi et les singularités de construction (reprise de bétonnage) sur l'évolution de la perméabilité au gaz sous aspersion d'eau.

### 4.4.1 Description des éprouvettes

3 dalles en béton ont été coulées en octobre 2014, de forme parallélépipédique à coins coupés. Leurs dimensions sont données dans la Figure 4-12. Une des 3 dalles (identifiée dalle n°4) a été réalisée en faisant une reprise de bétonnage sur toute sa hauteur. La reprise de bétonnage a été réalisée sur 2 jours et n'a pas été traitée pour être le plus défavorable possible vis-à-vis de son taux de fuite. Les éprouvettes ont ensuite été placées dans un coffrage en acier. Une des faces du béton est ainsi laissée libre et exposée au séchage ou à l'aspersion (cf. schéma de principe en Figure 4-13). Un raccord gaz serti dans la plaque en acier fermant le coffrage permet d'injecter du gaz sous pression sur la face opposée. L'étanchéité latérale entre le bloc béton et le coffrage métallique est réalisée par une résine coulée en place après avoir préalablement sablé les faces latérales du bloc béton et la paroi intérieure du coffrage.

Dans la mesure où il s'agissait plus ici de tester l'influence des défauts locaux que les propriétés de transfert d'un matériau particulier, le béton durci n'a pas été caractérisé et a été formulé de manière à avoir une résistance de 30 MPa et une perméabilité relativement importante (pour pouvoir être aisément mesurable avec la conception de la dalle et les moyens de mesure disponibles), ce qui nous a amené à prendre un rapport E/C d'environ 0,6. Le Tableau 4-3Tableau 4-3 présente la formulation employée.

#### Composition du béton des dalles (kg/m<sup>3</sup>)

Ciment (CEM II 52,5)	354
Eau efficace	209
Sable (0/4)	1 111
Granulat (4/16)	741

Tableau 4-3 : composition du béton des dalles.

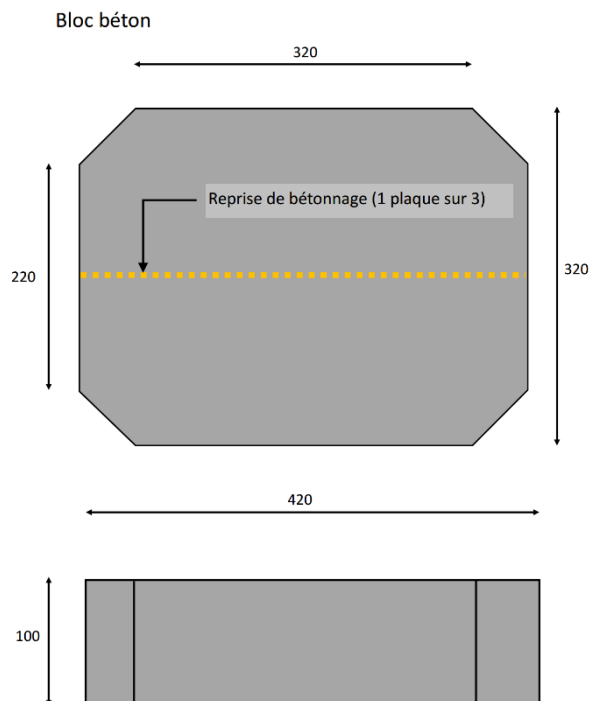


Figure 4-12 : dimension des plaques béton pour les essais d'aspersion.

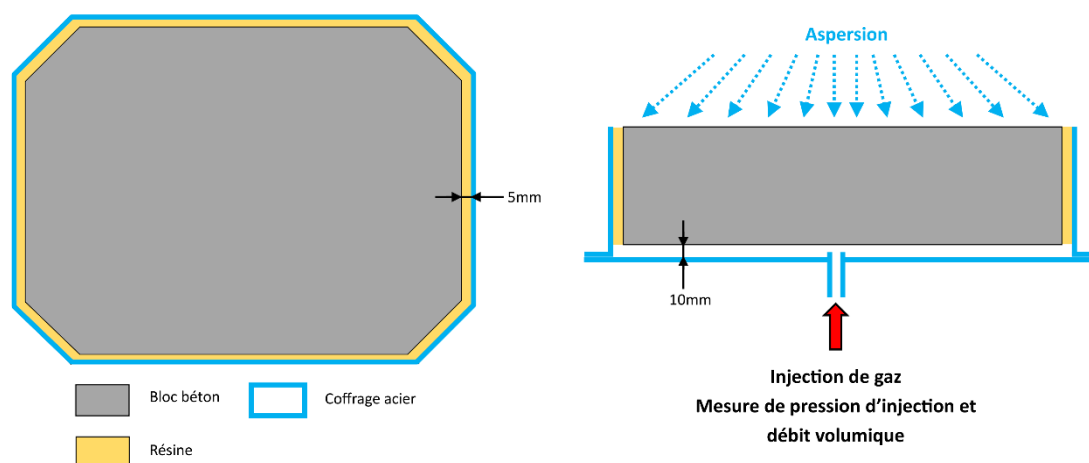


Figure 4-13 : schéma de principe, montage de la dalle béton dans un coffrage acier pour le suivi de la perméabilité au gaz sous aspersion.

#### 4.4.2 Plan d'expérience

L'objectif de cette étude consistait à confirmer la chute de perméabilité du béton sous aspersion dans le cas de « mini-structures » présentant des défauts représentatifs des conditions in situ. Après démoulage, les échantillons ont été conservés pendant plus de 3 mois à 20 °C et 50 % H.R. ( $\pm 5\%$ ).

L'objectif était d'avoir pour point de départ de la campagne expérimentale, une saturation représentative de celle qui peut être observée *in situ*. La taille des blocs et les contraintes de planning n'ont toutefois pas permis d'atteindre une saturation homogène (masse non stabilisée). Après collage dans le moule métallique, les blocs ont été pesés puis placés dans une cuve équipée d'une rampe d'aspersion. L'aspersion a consisté en des cycles de 15 minutes d'aspersion suivie de 15 minutes de « séchage ». Les éprouvettes ont été régulièrement pesées et leur perméabilité d'ensemble mesurée.

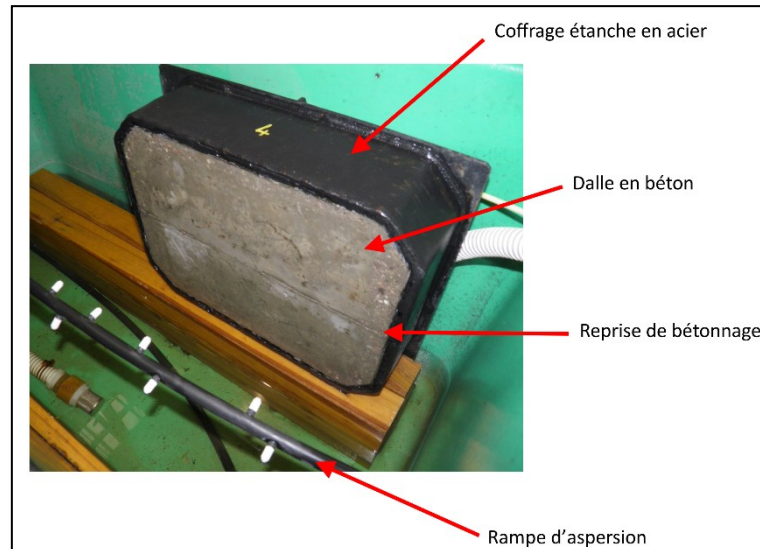


Figure 4-14 : éprouvette de béton dans le coffrage en acier et rampe d'aspersion.

3 éprouvettes ont ainsi été testées (cf. Figure 4-15). L'éprouvette n° 1 a été recouverte d'un linge afin d'évaluer le gain d'imbibition que pourrait représenter un contact continu avec un matériau saturé d'eau plutôt que de laisser la face exposée à un environnement « séchant » (éprouvette n° 2). La dernière éprouvette (n° 4) était destinée à évaluer l'impact de la reprise de bétonnage avec la face aspergée non protégée du séchage.



Figure 4-15 : éprouvettes dans le bac d'aspersion.

Afin de calculer les perméabilités effectives au gaz des dalles, celles-ci sont reliées à un dispositif d'injection de gaz sous pression (Argon). Une pression de l'ordre de 0,5 bars relatifs est appliquée sur la surface de la dalle non soumise à l'aspersion. Un débitmètre massique au gaz (marque Bronkhorst®, type El-flow, gamme adaptée au débit mesuré) est placé entre la dalle et le dispositif d'injection et permet de mesurer le débit volumique d'entrée. Ne connaissant pas le profil de saturation de chacune des dalles ni la surface d'écoulement, le calcul de la perméabilité de la dalle est basée sur l'hypothèse

que celle-ci est homogène. Il s'agit donc d'une perméabilité apparente de l'ensemble de la dalle, selon l'équation présentée au § 2.1.1 (Eq. 2-4).

#### 4.4.3 Résultats de l'aspersion des dalles

La Figure 4-16 présente l'évolution de la perméabilité effective au gaz des dalles en fonction de la durée d'aspersion. Les perméabilités initiales des éprouvettes n° 1 et 2 sont très proches (entre  $1,1$  et  $1,4 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2$ ). Cette valeur reste assez élevée pour un béton de ce type et traduit l'effet de la peau de la dalle de béton qui contribue de manière significative à la perméabilité d'ensemble. La perméabilité au gaz de la dalle n° 4 (avec reprise de bétonnage) a été tracée par rapport au deuxième axe des ordonnées, sa perméabilité étant très supérieure aux dalles n° 1 et 2 de deux ordres de grandeur, ce qui était l'effet recherché. La perméabilité initiale de la dalle n° 4 est de l'ordre de  $2,8 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2$ . Les réductions de perméabilité sur les 3 dalles semblent très comparables (90 % en moyenne après 40 jours), ce qui est confirmé par la Figure 4-17 qui présente le rapport de la perméabilité effective au gaz en fonction de la durée d'aspersion normalisée par la perméabilité initiale.

L'efficacité de l'aspersion sur la réduction de perméabilité ne semble donc pas affectée par la reprise de bétonnage ce qui était l'objectif de cette expérience. Il faut néanmoins tempérer ce résultat dans la mesure où les essais ont été réalisés à faible pression d'injection (0,5 bars relatifs) en raison de la conception de la dalle d'essai. En se basant sur l'équation de Young-Laplace (en prenant un angle de contact faible,  $c\text{-à-d} < 10^\circ$ ), pour une pression d'injection de 0,5 bars relatifs, le diamètre minimal des pores qui seraient vidangés est d'environ  $5,8 \mu\text{m}$ . Dans le cas d'une pression d'environ 5 bars relatifs, ce diamètre atteint  $580 \text{ nm}$ . Dans le cas de défauts de structures (reprise de bétonnage, fissuration), nous pouvons nous attendre à des diamètres de chemin d'écoulement importants. Les ouvertures de fissures constatées par exemple à l'extrados du gousset de la maquette VeRCoRs atteignent les  $200 \mu\text{m}$  (Corbin, M. *et al.*, 2016). Toutefois, il est difficile d'extrapoler la taille moyenne de la fissure sur l'épaisseur du mur, à partir d'une ouverture de surface. Seul un essai de pression de percée sur une éprouvette fissurée ou contenant une reprise de bétonnage permettrait de savoir si la fissure saturée d'eau ne serait pas vidangée par une pression d'accident de 5 bars.

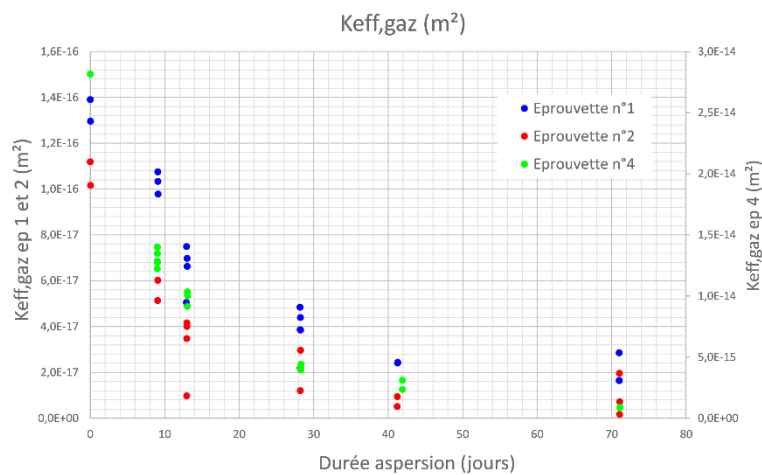


Figure 4-16 : mesure de perméabilité effective au gaz ( $\text{m}^2$ ) sur les dalles en fonction de la durée d'arrosage.

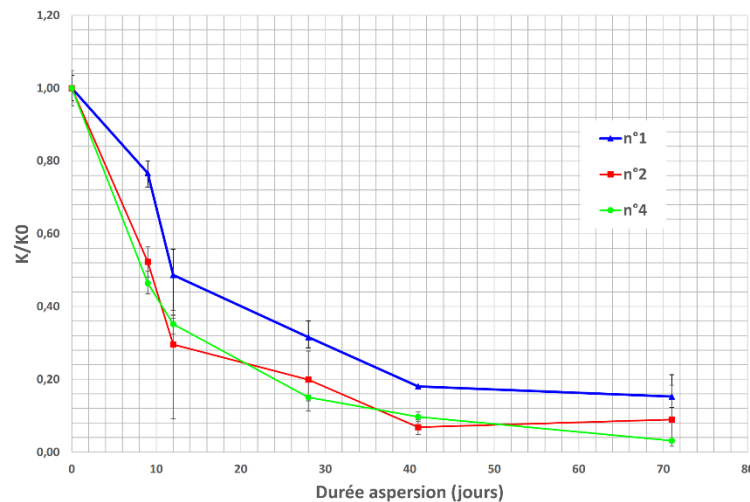


Figure 4-17 : rapport de la perméabilité effective au gaz en fonction de la durée d'aspersion sur la perméabilité initiale pour les 3 dalles.

## 4.5 Campagne sur mur d'essai

Des essais ayant été réalisés sur éprouvettes centimétriques et sur dalles décimétriques avec défaut, l'étape suivante a été logiquement de passer sur une structure métrique. Nous avons ainsi utilisé le mur d'essai construit à Centrale Lille (« mur ECL ») dans le cadre d'une étude portant sur les revêtements en complément d'étanchéité appliqué à l'extrados de la paroi interne des enceintes de confinement commandée par EDF que nous ne présenterons pas ici. Il s'agit là d'un dispositif d'essai totalement original, conçu et dimensionné par le laboratoire.

### 4.5.1 Caractérisation initiale du mur d'essai

Pour les besoins de l'étude sur les revêtements en complément d'étanchéité, il était nécessaire d'obtenir une grande porosité et une grande perméabilité au gaz. Le choix de la formulation s'est donc porté sur un béton auto plaçant de classe de résistance C25/30, utilisant un ciment CEM II 42.5R, un rapport Eau<sub>eff</sub>/Liant<sub>eq</sub> de 0,65 pour une classe de consistance SF2. Le dossier technique correspondant à la définition de cette formulation est disponible en annexe du précédent rapport (Agostini 2014). Des essais de caractérisation en laboratoire ont permis de mesurer une porosité accessible à l'eau de 15,2 % et une perméabilité à l'Argon, sur matériau séché à 105 °C, de 1,1E-17 m².

Le mur a été conçu de manière à pouvoir injecter du gaz sous pression dans différentes zones indépendantes. Il s'agissait ainsi de simuler au plus proche le transfert de gaz dans une paroi massive lors d'un scénario de type APRP. A cette fin, des plaques poreuses ont été noyées dans le mur et reliées à un système de tubulure permettant de générer des pressions de gaz contrôlées. Des fourreaux ont également été mis en place afin de simuler les traversées, nombreuses dans les ouvrages de l'ingénierie nucléaire. Enfin des tubes, débouchant sur des pastilles non adhérentes en téflon permettaient une lecture de la pression à l'interface entre le béton support et les solutions de renforcement testées, et, le cas échéant de réaliser un essai de décollement en simulant un défaut d'adhérence (cf. Figure 4-18, Figure 4-19 et Figure 4-20). La Photo 4-1, montre le mur, revêtu sur 2 de ses 3 zones d'essais, de revêtement (de type BFUP) testés dans le cadre de l'étude sur les revêtements en complément d'étanchéité.

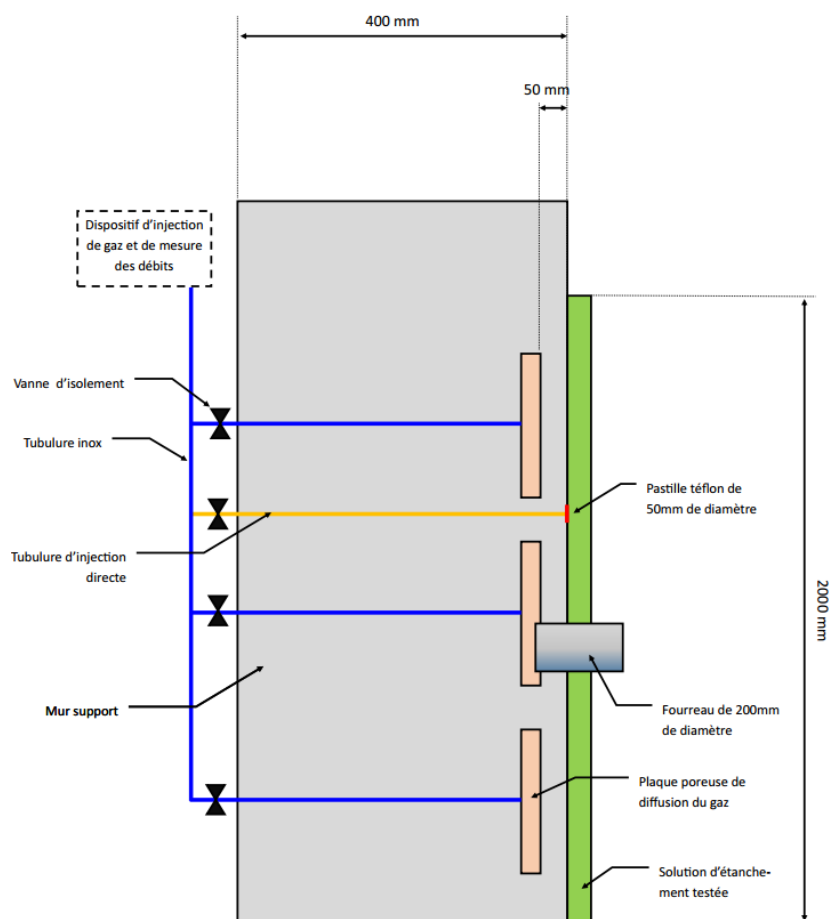


Figure 4-18: schéma de principe du dispositif d'essai "mur ECL": vue en coupe.

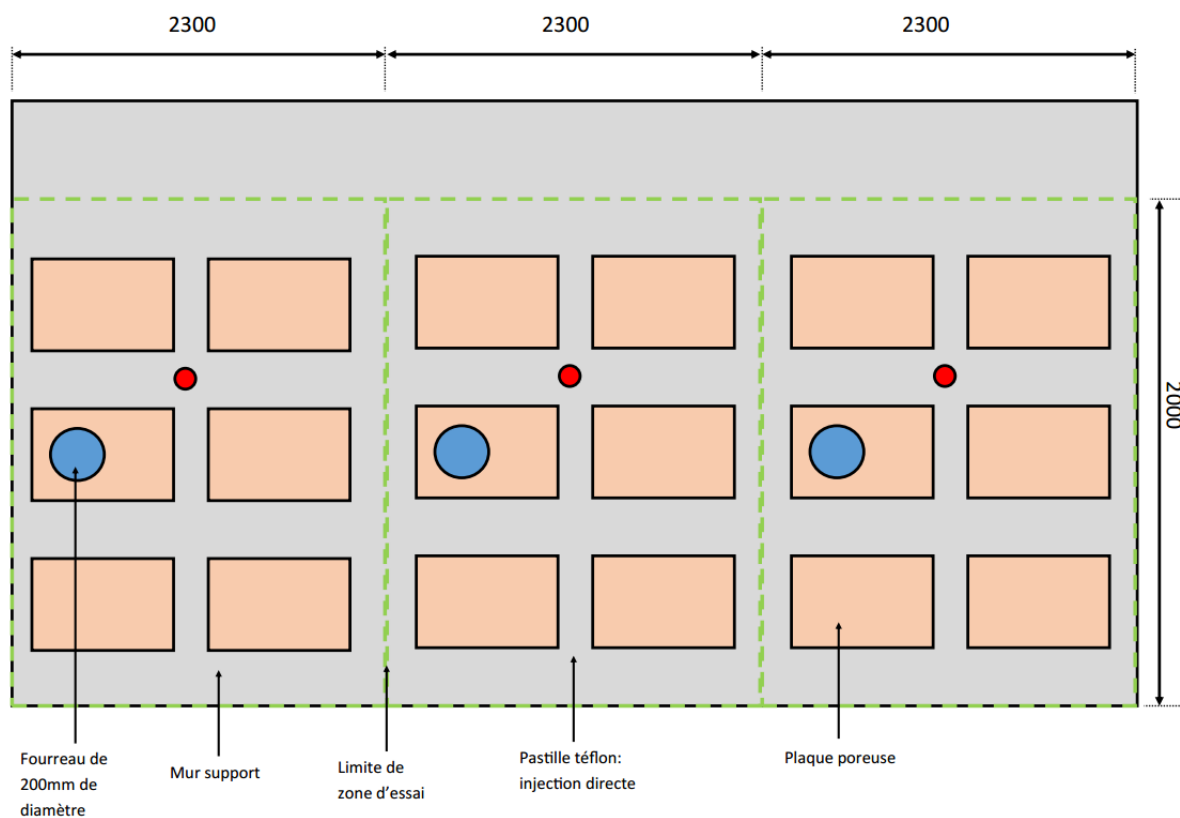


Figure 4-19 : schéma de principe du dispositif d'essai "mur ECL": vue de face.



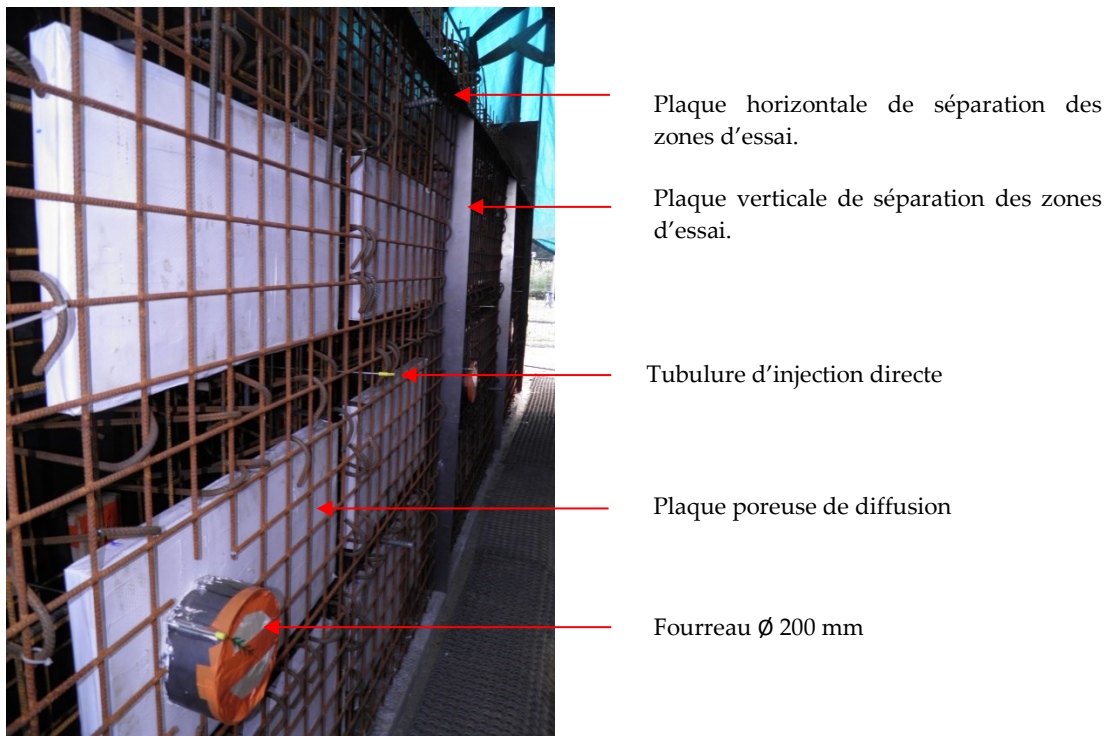


Figure 4-20: mise en place du système de diffusion et des défauts dans le ferrailage du "mur ECL".



Photo 4-1 : « mur ECL » revêtu, sur 2 zones, de revêtements d'étanchéification à tester.

Les débits de fuite, par diffuseurs, ont été relevés en début d'étude, par mesure du débit injecté dans les diffuseurs sous une pression donnée. Une cartographie des chemins de fuites principaux (fissuration) mis en évidence au moyen d'eau savonneuse a également été réalisée. Les débits ainsi obtenus concernent des surfaces de mur relativement importantes et assez hétérogènes en termes de perméabilité du fait de la présence des fissures. Une cartographie plus fine des fuites a donc été réalisée au moyen d'une « boîte à fuite » conçue au laboratoire (cf. Figure 4-21). Elle est constituée d'une plaque de 55 x 55 cm<sup>2</sup> munie d'un joint néoprène souple. Un châssis métallique rigide placé devant le mur permet de plaquer le joint sur le mur pour garantir l'étanchéité de la zone de collecte. Un débitmètre

massique au gaz (marque Bronkhorst®, type El-flow, gamme adaptée au débit mesuré) permet de mesurer le débit de gaz traversant le mur.



Figure 4-21 : « boîte à fuite » utilisée pour la cartographie des perméabilités.

Afin de pouvoir suivre l'évolution de la perméabilité du mur, les zones de collecte ont été repérées par les coordonnées horizontales ( $X_i$ ) et verticales ( $Y_j$ ) à partir du coin inférieur droit de la boîte de collecte. La Figure 4-22 permet de situer les différentes zones de collecte par rapport à la position des diffuseurs de gaz et des principaux chemins de fuite. La perméabilité des différentes zones du mur a ensuite été calculée au moyen de l'équation Eq. 2-4 (cf. § 2.1.1) en considérant une longueur de percolation correspondant à la profondeur des diffuseurs (soit 0,1 m) et une surface de  $55 \times 55 \text{ cm}^2$ . Le Tableau 4-4 présente les perméabilités obtenues sur les différentes zones du mur en fonction de leurs coordonnées  $X_i Y_j$ . Ces mesures confirment la forte hétérogénéité du mur en termes de perméabilité au gaz. La zone X1Y5 présente ainsi une perméabilité plus de 640 fois plus grande que celle de la zone X2Y3. On observe que le coin inférieur droit du mur présente les plus fortes perméabilités. Les effets de structure, liés au retrait de dessiccation important de cette formulation de béton, sur un bord du mur proche d'une semelle de fondation plus rigide, en sont très certainement la cause.

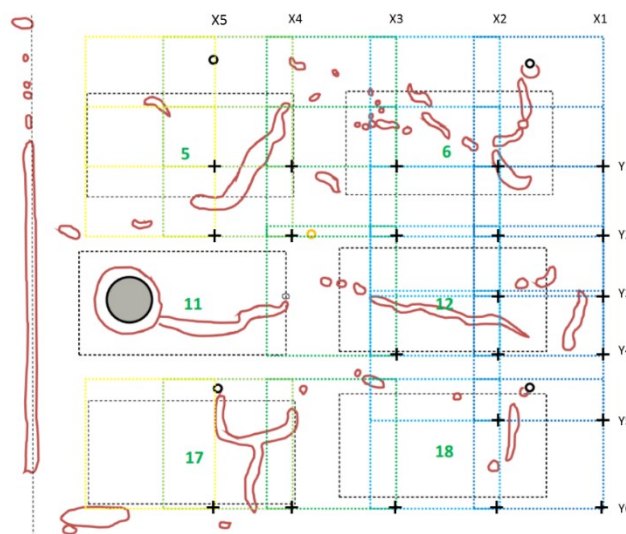


Figure 4-22 : position des zones de mesure de la perméabilité (les rectangles en pointillés noirs figurent la position des diffuseurs noyés dans le mur à 5 cm de profondeur). Les lignes rouges indiquent les principaux chemins de fuite identifiés.



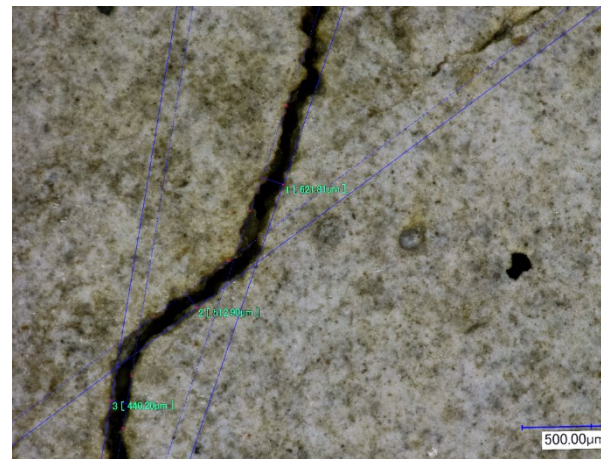
X5Y1	X4Y1	X3Y1	X2Y1	X1Y1
1,0	9,1	3,6	2,8	52,0
X5Y2	X4Y2	X3Y2	X2Y2	X1Y2
1,2	8,5	9,5	3,2	30,3
			X2Y3	X1Y3
			0,7	2,4
		X3Y4	X2Y4	X1Y4
		5,1	7,8	255,6
			X2Y5	X1Y5
			1,9	446,5
X5Y6	X4Y6	X3Y6	X2Y6	X1Y6
0,9	181,0	14,4	27,2	371,6

*Tableau 4-4 : perméabilités initiales ( $\times 10^{-18} \text{ m}^2$ ) mesurées sur le mur en fonction de la position de la zone de collecte.*

L'hétérogénéité des perméabilités résulte de la distribution et des tailles très inégales des fissures sur le mur. Ces fissures sont la conséquence des faibles performances mécaniques du béton employé pour réaliser le mur et cela était attendu. Certaines des fissures présentent des ouvertures importantes pouvant atteindre plus de 800  $\mu\text{m}$  d'ouverture en surface. Des observations au moyen d'un microscope optique de marque Keyence (cf. Figure 4-23, Figure 4-24, Figure 4-25, Figure 4-26 et Figure 4-27) permettent d'apprécier les différences de morphologie et d'ouverture de fissures observées dans différentes zones de collecte.



*Figure 4-23 : fissure observée dans les zones de collecte X1Y4 et X1Y5.*



*Figure 4-24 : fissure observée dans la zone de collecte X1Y6.*

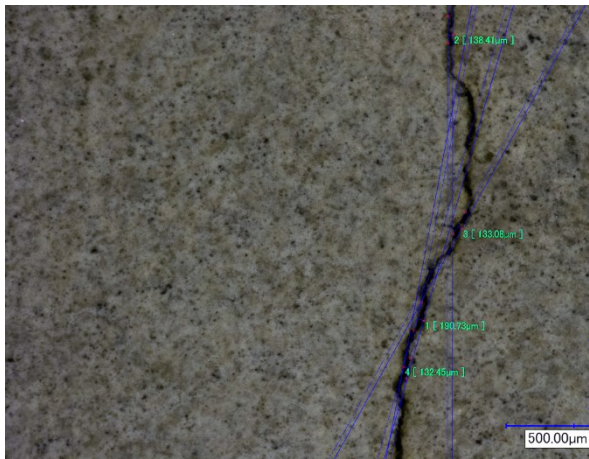


Figure 4-25 : fissure observée dans les zones de collecte X1Y1 et X1Y2.

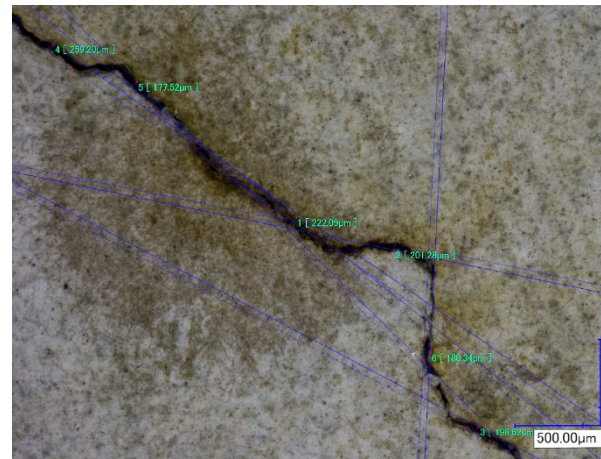


Figure 4-26 : fissure observée dans la zone de collecte X4Y6.

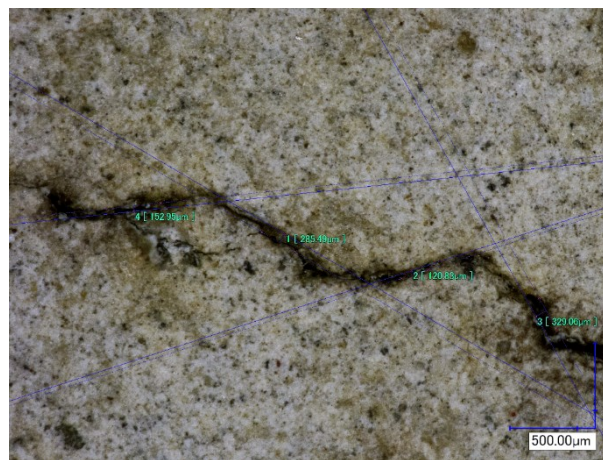


Figure 4-27 : fissure observée dans les zones de collecte X2Y5 et X2Y4.

#### 4.5.2 Campagne expérimentale d'aspersion

Un système d'aspersion (système identique à celui employé pour les dalles cf. Figure 4-15) a ensuite été mis en place de manière à obtenir un arrosage uniforme du mur. La fréquence d'arrosage a été fixée à 40 secondes toutes les 10 minutes. Afin de minimiser l'impact des conditions climatiques (le mur étant en extérieur), une bâche a été mise en place pour protéger le mur. La Figure 4-28 présente le mur après une phase d'aspersion permettant de vérifier l'homogénéité de l'arrosage.



*Figure 4-28 : mur d'essai après une phase d'aspersion.*

### *4.5.3 Impact de l'aspersion sur la perméabilité*

La perméabilité de certaines zones du mur (les zones X4Y1, X2Y1 et X1Y1 ont été choisies car elles présentaient des perméabilités initiales assez différentes) a été régulièrement mesurée au cours de la campagne d'arrosage. Les perméabilités mesurées sur ces 3 zones sont présentées dans la Figure 4-29. La Figure 4-30 donne la variation de la perméabilité par rapport à la perméabilité initiale. Une cartographie de l'ensemble du mur a également été faite après 49 jours d'arrosage. Le Tableau 4-5Tableau 4-5 présente les perméabilités obtenues sur l'ensemble des zones du mur ainsi que la variation (en %) de la perméabilité par rapport à la perméabilité initiale (avant arrosage).

Dans l'ensemble, la réduction de perméabilité atteint (en moyenne sur l'ensemble des zones) 52 %. La variation de perméabilité est néanmoins assez dispersive : elle atteint 98 % pour la zone X1Y6, seulement 5 % dans la zone X1Y5 et la perméabilité augmente même dans 2 zones. Comme le montre la Figure 4-30, la perméabilité décroît rapidement et n'évolue plus après 20 jours d'aspersion. Ces observations sont très cohérentes avec l'étude de la vitesse de propagation du front d'imbibition présentée précédemment (cf. § 4.3.3) qui montrait que les premiers centimètres étaient saturés dès les premiers jours d'aspersion. Dans le cas du mur, la percolation du gaz ne se fait qu'entre la surface et le diffuseur, soit sur 5 cm d'épaisseur. Une fois ces 5 cm saturés, la propagation du front d'imbibition n'a ainsi plus d'effet sur la perméabilité mesurée.

Il est plus surprenant de constater l'absence de corrélation évidente entre la perméabilité initiale et la réduction de perméabilité (cf. Figure 4-31). Il aurait en effet paru logique que la réduction de perméabilité soit plus importante dans les zones saines (sans fissures) et d'autant moins efficace que les fissures présentaient des ouvertures importantes (c'est-à-dire une perméabilité initiale importante). Ainsi, sur la Figure 4-29, on observe que la zone qui présente la plus faible réduction de perméabilité est celle qui avait la plus faible perméabilité initiale, et à l'inverse, la zone la plus perméable est celle qui atteint la plus forte réduction de perméabilité. Ces résultats confirment d'une certaine manière les résultats obtenus sur les dalles (cf. § 4.4.3) à savoir que l'aspersion a un effet positif sur la réduction de la perméabilité malgré la présence de chemins de percolation larges.

Les moyens de collecte des fuites employés nécessitent de considérer certains résultats avec prudence. En effet, nous avons pu constater que les débits mesurés n'étaient pas représentatifs de la zone de mesure dès lors que le chemin d'une fissure interceptait un des bords de la boîte de collecte. Dans ce cas, une large part de la fuite n'était plus collectée. Même si les zones de collecte ont été choisies de manière à éviter ce cas de figure, l'évolution de l'ouverture de certaines fissures a pu entraîner des

biais importants dans les mesures de débits. L'augmentation constatée de la perméabilité de certaines zones après aspersion est peut-être liée à ce type d'artefact.

Il faut également noter que les pressions de gaz appliqués pour mesurer les perméabilités étaient de l'ordre de 1 bar relatif. Un effet de vidange des fissures les plus larges sous des pressions plus importantes n'est donc pas à exclure.

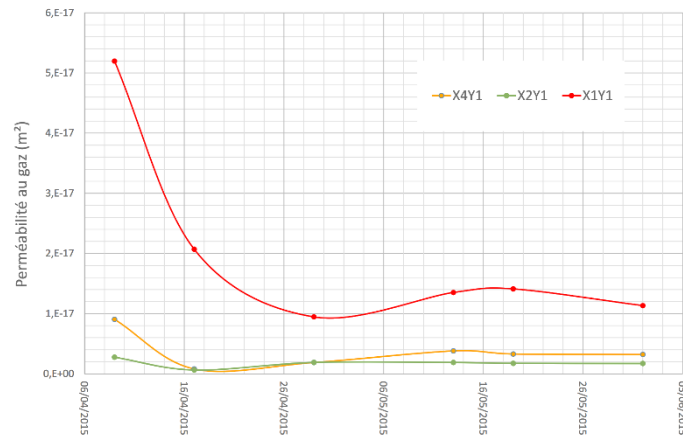


Figure 4-29 : perméabilité des zones X1Y1, X2Y1 et X4Y1 au cours de la campagne d'aspersion.

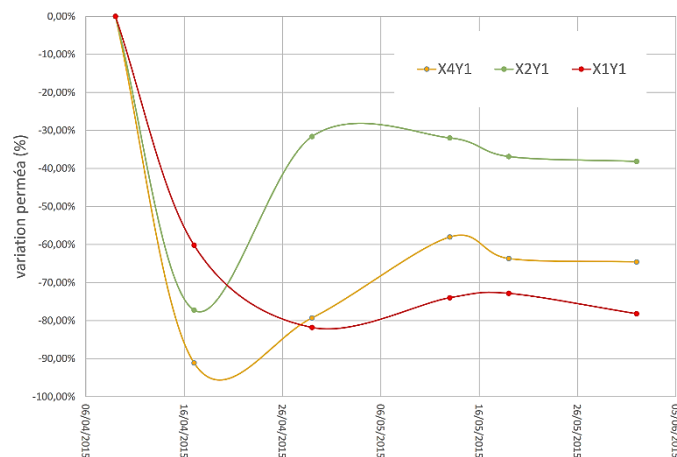
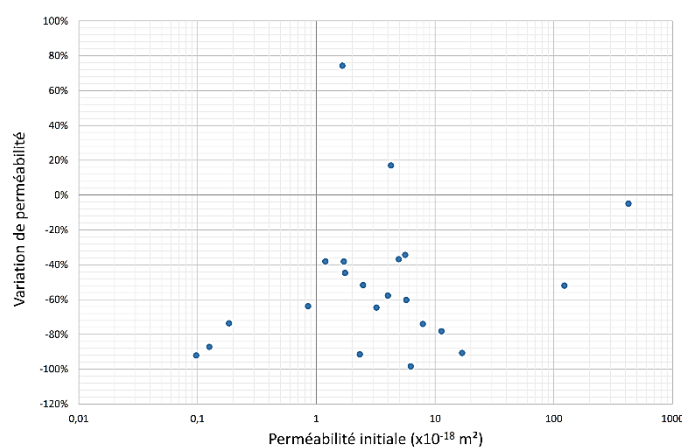


Figure 4-30 : variation des perméabilités des zones X1Y1, X2Y1 et X4Y1 au cours de la campagne d'aspersion.



X5Y1	X4Y1	X3Y1	X2Y1	X1Y1
0,1 (- 87 %)	3,2 (- 65 %)	4,3 (+ 17 %)	1,7 (- 38 %)	11,3 (- 78 %)
X5Y2	X4Y2	X3Y2	X2Y2	X1Y2
0,1 (- 92 %)	5,6 (- 34 %)	4,0 (- 58 %)	1,7 (- 45 %)	7,9 (- 74 %)
			X2Y3	X1Y3
			0,2 (- 74 %)	0,9 (- 64 %)
		X3Y4	X2Y4	X1Y4
		2,5 (- 52 %)	5,0 (- 37 %)	122,8 (- 52 %)
			X2Y5	X1Y5
			1,2 (- 38 %)	424,6 (- 5 %)
X5Y6	X4Y6	X3Y6	X2Y6	X1Y6
1,7 (+ 74 %)	16,9 (- 91 %)	5,7 (- 60 %)	2,3 (- 91 %)	6,2 (- 98 %)

*Tableau 4-5 : perméabilités après 49 jours d'arrosage ( $\times 10^{-18} \text{ m}^2$ ) mesurées sur le mur en fonction de la position de la zone de collecte et variation par rapport à la perméabilité initiale.*



*Figure 4-31 : variation de la perméabilité après 49 jours d'arrosage en fonction de la perméabilité initiale.*

## 4.6 Conclusions de l'étude

Cette étude visait à évaluer l'impact d'une aspersion intermittente d'eau sur les propriétés de transfert d'éléments en béton. L'étude a été menée en 3 étapes.

La première étape consistait à évaluer la cinétique de propagation du front d'imbibition d'éprouvettes de diamètre 65 mm soumises à une aspersion d'eau. L'étude expérimentale a permis de montrer que les premiers centimètres des éprouvettes atteignent rapidement une saturation importante par imbibition capillaire. Dans un deuxième temps, la perméabilité à l'eau du matériau pilote la propagation du front dans les couches plus profondes. Les mesures de perméabilité effective au gaz ont montré une importante réduction de la perméabilité globale des éprouvettes de 50 cm de longueur. La perméabilité au gaz est en effet pilotée par la perméabilité des couches les plus saturées. Extrapolés à une paroi de 1 m d'épaisseur, ces résultats permettent de prédire que sa perméabilité serait divisée par 2 après 15 jours d'aspersion et que la réduction atteindrait environ 95 % après 90 jours d'aspersion.

La première étape concernant un matériau réputé sain, la deuxième étape a consisté à tester des dalles de 10 cm d'épaisseur et d'une surface de 42 x 33 cm<sup>2</sup>. Les dalles moulées à ces dimensions présentent des effets de bords comparables à ceux attendus en conditions réelles. Une des dalles a été coulée en deux fois de manière à créer une reprise de bétonnage non traitée supposée être défavorable à la réduction de perméabilité apportée par l'aspersion. Les résultats ont montré une réduction de la perméabilité au gaz atteignant 90 % en moyenne après 40 jours d'aspersion pour toutes les dalles testées. L'effet positif de l'aspersion sur la réduction de la perméabilité au gaz semble donc peu sensible (au 1<sup>er</sup> ordre) à la présence de défauts classiques du point de vue des conditions de réalisation de

structures *in situ*. Il n'a néanmoins pas été possible dans le cadre de cette étude de tester l'effet d'une pression de gaz plus importante, comparable à celle atteinte lors d'un accident par perte de réfrigérant primaire, sur la vidange des pores préalablement saturés d'eau par l'aspersion. Une étude numérique portant sur la cinétique de séchage d'une paroi en béton a permis de démontrer qu'il n'était pas nécessaire d'arroser la paroi en continu pour maintenir la réduction de perméabilité. Une aspersion initiale de quelques semaines permet d'atteindre une importante réduction de la perméabilité qui peut ensuite être maintenue par une aspersion intermittente avec des phases sans aspersion de l'ordre de 2 semaines.

Enfin, la 3<sup>ème</sup> étape a permis de tester l'aspersion sur un mur d'essai de plus de 4 m<sup>2</sup> de surface présentant d'importantes fissures de retrait (les plus larges atteignent une ouverture de 800 µm, donc supérieure à celle constatée par exemple sur la maquette VeRCoRs). Malgré des incertitudes importantes de mesures inhérentes à ce type d'essais en vraie grandeur, une réduction de la perméabilité atteignant en moyenne 50 % a été constatée après 20 jours d'aspersion. En raison de ces incertitudes il n'a pas été possible d'établir de corrélation entre l'ouverture des fissures et la réduction de perméabilité obtenue. L'aspersion semble néanmoins efficace à réduire la perméabilité des structures bétons malgré des ouvertures de fissures de plusieurs centaines de micromètres. Un possible effet de vidange des macro-fissures saturées n'a pas été testé ici.

## 5. Perspectives

Ce manuscrit a permis de faire la synthèse de mes activités de recherche depuis ma thèse soutenue en 2006. L'activité contractuelle du laboratoire a été à l'origine de la diversité des thématiques abordées depuis. J'ai donc ici tenté d'en faire apparaître le fil directeur qui reste les propriétés de transfert des géo-matériaux et les couplages qui leurs sont associés. Ainsi, certaines de mes activités de recherche n'ont pas été présentées ici ou de manière très succincte afin de garantir la cohérence de ce document. Même si ces activités ne pouvaient pas s'intégrer à cette synthèse de manière évidente, elles ont été à l'origine de nombreux développements expérimentaux et à la diversification des matériaux d'étude. Cette diversité m'apparaît donc extrêmement bénéfique en termes de perspectives de recherche.

Dans ce chapitre je présenterai ainsi les principales perspectives qui se dégagent des études qui ont été menées jusqu'alors et la manière dont j'envisage de conduire mon projet de recherche à l'avenir.

### 5.1 Perspectives liées à la thématiques grès « *tights* ».

Dans le chapitre 2, j'ai présenté le bilan des études menées sur les réservoirs dits non conventionnels en partenariat avec ENGIE, dans le cadre de deux thèses CSC menées au laboratoire. Il en ressort les difficultés liées à la prédiction des propriétés de transferts dans les conditions d'exploitation *in situ*. Des méthodes existent pour utiliser notamment des mesures de porosimétrie par intrusion de mercure pour déterminer les perméabilités intrinsèques et relatives, mais du fait qu'elles sont réalisées sans confinement, les prédictions qui en sont issues sont incertaines dans les conditions *in situ*.

La démarche adoptée durant ces études n'était pas simplement de caractériser les propriétés de transferts sous chargement mécanique mais également de fournir des outils adaptés aux ingénieurs. Dans le contexte économique actuel, la recherche universitaire ne peut faire abstraction des besoins de l'industrie et de la nécessité de pouvoir valoriser à court ou moyen termes les résultats des études réalisées. Il apparaît donc exclu de proposer des outils prédictifs nécessitant l'identification d'un trop grand nombre de paramètres, des temps de mesure trop long ou des moyens de mesure trop peu accessibles. Dans le cadre des travaux de thèse de Fu (Fu, 2013) et Wang (Wang, 2016), nous avons ainsi constamment cherché à faire le lien entre les comportements observés et des paramètres facilement mesurables comme la porosité, la perméabilité à l'état sec, la morphologie identifiable au microscope optique ou certaines données issues de mesures de porosimétrie par intrusion de mercure.



Les résultats obtenus montrent clairement le chemin qu'il reste à parcourir avant de pouvoir fournir de tels outils. Néanmoins, des pistes de recherche s'en dégagent. Une étude plus systématique et paramétrée permettrait d'identifier plus facilement les paramètres les plus pertinents pour construire des modèles prédictifs. Il s'agirait ainsi de pouvoir caractériser (en utilisant des moyens expérimentaux constants) des échantillons choisis de manière à limiter leurs différences aux paramètres d'étude envisagés (leur porosité, minéralogie, taille de grain, perméabilité intrinsèque). L'accès aux ressources d'une carothèque comme celle d'ENGIE permettrait d'envisager une telle étude.

Les bénéfices issus d'une collaboration avec des équipes de recherche compétentes en modélisation micromécaniques ont également été clairement identifiés. Ce type de dialogue entre modèle et expérience est très souvent plébiscité mais pas toujours mis en application. Les deux études précitées ont été l'occasion de mettre en œuvre de manière concrète cette démarche avec des résultats très prometteurs. Ceux-ci ont en effet montré que des modèles micromécaniques, qui peuvent être considérés par certains comme simplistes, permettent malgré tout de tester de manière convaincante les hypothèses issues des observations expérimentales. Cette simplicité permet d'envisager une mise en œuvre rapide d'adaptation de ces modèles au fil des résultats obtenus et une adaptation tout aussi rapide des méthodes expérimentales de manière à identifier les paramètres d'entrée de ces modèles. Un autre avantage est la plus grande possibilité de pouvoir utiliser ces modèles dans un cadre industriel.

La validation des outils qui pourraient être proposés ou la possibilité de palier leur absence a également souligné la nécessité de développer des moyens expérimentaux spécifiques. La mise en œuvre d'un dispositif permettant d'identifier les isothermes de désorption et les perméabilités relatives sous contraintes serait ainsi extrêmement précieux. Si un tel outil resterait probablement un dispositif réservé à la recherche, il permettrait par exemple d'identifier des méthodes de correction des résultats de porosimétrie par intrusion de mercure pour tenir compte de l'effet du chargement mécanique. Il serait alors possible d'envisager une évolution des modèles classiquement utilisés (type Brooks-Corey par exemple) afin de garantir une diffusion de ces résultats vers le milieu industriel.

## 5.2 Perspectives liées à la technologie « pulse »

Une part significative de l'effort de recherche du laboratoire a porté sur le développement de la technologie « pulse ». Cette démarche participe d'une stratégie du laboratoire visant à promouvoir la perméabilité comme un indicateur de durabilité et d'état des structures.

L'utilisation des mesures de perméabilité au gaz *in situ* a fait la preuve de son efficacité pour la détermination des saturations liquides. Les perspectives qui s'offrent à cette technologie sont variées et prometteuses. Parallèlement aux mesures de saturation, les mesures « pulse » ont permis de mettre en évidence des hétérogénéités des propriétés de transferts dans l'épaisseur des parois investiguées. Cette donnée en soi marque une rupture dans l'appréciation des capacités de confinement des structures de génie civil. L'évaluation (et la prédiction) du taux de fuite de certains ouvrages (bâtiment réacteur de centrale nucléaire, ouvrage de confinement de déchet) est un des paramètres (sinon le principal paramètre) permettant d'évaluer son aptitude au service. Considérer une perméabilité intrinsèque homogène conduit nécessairement à une erreur d'appréciation du taux de fuite et des conséquences des variations des propriétés de transfert avec l'évolution de la saturation, du fluage ou de la maturation du béton.

Il semblerait donc utile d'évaluer l'ampleur des hétérogénéités des propriétés de transfert dans les ouvrages de génie civil. Ce type d'étude a été réalisé mais s'attachait principalement à établir une cartographie 2D des propriétés de transfert du béton de peau (comme dans le cadre de l'ANR AppleT) du point de vue de la protection des ouvrages vis-à-vis du risque de corrosion. Comme l'ont mis en évidence les mesures « pulse » cette hétérogénéité est à prendre en compte dans les 3 dimensions. Dans le cadre du projet VeRCorS, la communauté scientifique dispose d'un outil unique permettant de progresser dans cette compréhension. La réalisation de carottages dans l'épaisseur du voile permettrait de relier ces hétérogénéités aux conditions de mise en œuvre.

L'évaluation du taux de fuite de ce type de structure va nécessairement de pair avec l'identification des chemins de fuite principaux (Masson, B., 2013). L'identification de ces chemins de percolation, les cinétiques de transfert et l'impact des variations de saturations revêt ainsi un intérêt particulier vis-à-vis de cette problématique. Ce type d'étude peut être réalisée à l'échelle du laboratoire sur des échantillons modèles endommagés de manière contrôlée mais demanderait à être mise en œuvre à l'échelle de la structure. En cela, le mur d'essai de Centrale Lille est un outil particulièrement intéressant. Les pistes d'études envisagées concernent notamment les cinétiques de percolation et la compétition entre un régime d'écoulement de type Darcy dans le matériau « sain » et de type Poiseuille dans les macropores ou les fissures. Il serait également pertinent d'évaluer les conditions de mobilisation de l'eau contenue dans les pores (ou les fissures) les plus gros(ses) via des mesures de pression de percée par exemple.

Une autre perspective de recherche en lien avec l'interprétation des mesures « pulse » réside dans une meilleure modélisation des phases transitoires d'établissement des régimes permanent d'écoulement. D'expérience, les temps caractéristiques d'établissement du régime permanent en perméabilité de type Darcy sont systématiquement contredits par la réalité expérimentale. Cela tient au fait que la porosité prise en compte dans le calcul des temps caractéristiques suppose une homogénéité et une vision « continue » de cette porosité. Dans la réalité, il existe toujours un chemin principal de percolation pilotant la perméabilité au 1<sup>er</sup> ordre et définissant le temps d'établissement du régime permanent et la cinétique de progression du front de pression. Une meilleure identification de ces mécanismes fiabiliserait l'interprétation des mesures « pulse » mais serait également pertinente dans les problématiques pour lesquelles les progressions des fronts de pression revêtent un intérêt particulier : c'est le cas par exemple de la génération de pression d'hydrogène dans le cas de la corrosion des futs métalliques des colis de stockage des déchets radioactifs à haute activité.

Si les méthodes habituellement utilisées en laboratoires n'exploitent que la phase régime permanent, l'utilisation de la phase transitoire peut apporter un complément d'information utile à l'interprétation des résultats (volume poreux du chemin d'écoulement principal via la mesure de l'emmagasinement par exemple). Cela passe nécessairement par l'adaptation de certains moyens expérimentaux et une instrumentation spécifique, domaine dans lequel j'apporte une grande part de ma contribution aux activités du laboratoire.

### 5.3 *Perspectives liées au couplage mécanique-perméabilité*

Ces perspectives sont tout à la fois liées à la thématique « pulse » et grès « tights ». L'effet des chargements mécaniques sur les mécanismes de fermeture et d'ouverture des chemins de percolation intéressent à la fois l'échelle macro (grès « tights ») et l'échelle de la structure (« pulse »). L'identification expérimentale des rigidités de fissures (cf. § 2.4) permet d'anticiper l'évolution de la perméabilité. Cette capacité prédictive est attendue dans le cadre de l'évaluation du potentiel de production de gisement de gaz mais également dans le cas des ouvrages de confinement pré contraints (bâtiments réacteurs de centrale nucléaire). Si l'identification peut être réalisée en laboratoire sur éprouvettes macroscopiques, l'extrapolation aux structures requiert l'utilisation de simulations numériques.

Ce constat guide une philosophie de recherche que j'entends promouvoir. En effet, si l'utilisation de certains modèles (ou outils de numériques) requièrent une expertise spécifique et nécessitent la mise en place de collaboration entre équipes de recherche compétentes, d'autres outils peuvent être utilisés en « interne » de manière plus systématique. Ainsi, certains outils, certes commerciaux et parfois simplifiés, mais par conséquent plus « conviviaux » et simple d'accès comme Abaqus peuvent s'avérer utiles pour l'interprétation de certains résultats expérimentaux. A l'échelle d'une structure, l'appréciation de la part des déformations attribuables à l'effet du fluage ou de la dessiccation peuvent difficilement se faire sans outils numériques. L'étude que je pilote actuellement sur les pertes de pré contraintes dans les ancrages courts soumis à la dessiccation et au fluage sont l'occasion de mettre en pratique cette démarche.

## 5.4 *Perspectives liées aux « autres matériaux » et fabrication additive*

Comme souligné précédemment, les activités contractuelles du laboratoire ont été l'occasion de se confronter à des matériaux différents de matériaux « classiques » du génie civil : polymères de réparation de fissures, revêtements de type époxy, peintures, joints polymères... Ces études ont déjà été l'occasion de modifications majeures dans la conception des dispositifs de mesures de perméabilité. Ces évolutions ont été profitables également pour les mesures plus classiques car les faibles perméabilités de ces matériaux nous ont poussé à améliorer la précision de nos outils.

Il a également été nécessaire de traiter des problématiques pour lesquelles le moteur des transferts de masse n'était pas la pression mais la concentration. Dans le cadre de la thèse de Nicolas Gay, nous avons ainsi conçu un dispositif permettant de mesurer de manière quasi simultanée la perméabilité et la diffusion. J'ai déjà mentionné la nécessité de prendre en compte la concomitance de la perméabilité de type Darcy et Poiseuille dans les structures partiellement fissurées (cf. § 5.2), et il en va de même pour la perméabilité et la diffusion dans les matériaux réputés sains. Il s'agit là d'une piste de recherche qui permettrait d'adresser la problématique très large de la durabilité d'un grand nombre de matériaux de construction. En effet, le postulat est que dans les matériaux relativement étanches (type époxy), le transfert dans le matériau sain soit piloté par un phénomène majoritairement diffusif et qu'il s'opère une transition vers un transfert de type Darcy avec le vieillissement de ce matériau et la création de chemins d'écoulement liés à l'apparition de fissures ou à la disparition de matière (« évaporation » des composés volatils dans le cas des silicones par exemple).

Cette thématique « nouveaux matériaux » concerne également la fabrication additive. Ce domaine est actuellement en plein essor et étudiée par certains membres au sein du laboratoire du point de vue de la technologie de fabrication. Très peu d'études s'intéressent à la durabilité et aux propriétés de transfert de ces matériaux. Même la caractérisation mécanique « classique » (retrait, fluage...) reste peu documentée. Le laboratoire dispose de toutes les compétences et des appuis industriels nécessaires (via par exemple la chaire de recherche Bouygues) pour devenir un acteur significatif de ce domaine de recherche. J'envisage donc de mener à court terme des actions de recherche portant sur l'identification de certaines caractéristiques de ces matériaux (résistance en compression et en traction, retrait de dessiccation, fluage, absorption d'eau). Vu le mode particulier de mise en œuvre de ces matériaux, il ne semble pas pertinent de rester à l'échelle du matériau et il sera rapidement nécessaire d'aborder le problème à l'échelle de la structure. A une échelle décimétrique, pour commencer, il s'agira d'évaluer l'impact de la mise en œuvre par couches sur les caractéristiques mécaniques. Il est en effet vraisemblable que se posent des problèmes en fonction de la qualité de l'interface entre les couches. A l'échelle métrique, se posera notamment la question de la liaison mécanique et de leur durabilité entre les différents éléments de structure. Ce travail sera vraisemblablement l'occasion de poursuivre une démarche de dialogue modèle expérience, dès qu'il s'agira notamment d'interpréter les essais de structure. L'aspect instrumentation et auscultation requerra également un certain nombre d'innovations, les outils traditionnels n'étant pas adaptés à ce type de mise en œuvre. De ce point de vue, la thèse de Nicolas Gay a marqué un tournant dans les modes de conception des prototypes expérimentaux avec l'utilisation d'imprimantes 3D. Ces nouveaux outils permettent une adaptabilité et une réactivité accrue permettant d'envisager le transfert des méthodes de mesures de laboratoire vers des ouvrages ou des éléments de structure de formes complexes.

## 5.5 *Thématique liée à l'aspect normatif*

Cette capacité de conception et de fabrication a précédé les imprimantes 3D et est une des caractéristiques de notre équipe de recherche. Cela s'est traduit par la conception et la fourniture à divers partenaires industriels et académiques (EDF, ENGIE, PolyU HongKong, Hohai University...) de bancs de mesure de perméabilité exploitant les développements expérimentaux et les compétences acquises par le laboratoire. Un banc d'essai semi-automatisé conforme à la norme XP P 18-463 (cf. chapitres *Collaborations Scientifiques* dans le cadre du projet PerfDub) a également été conçu. J'ai

contribué autant au dimensionnement de ces bancs d'essai qu'à la mise au point d'interfaces logicielles permettant à un utilisateur peu formé de réaliser et d'interpréter des essais de perméabilité guidés.

L'objectif de la participation au projet PerfDub participait d'une volonté de diffusion des avancées en termes de mesures de perméabilité et de promotion de la perméabilité au gaz comme marqueur fiable de durabilité et d'évolution des matériaux et des structures. Démontrer l'intérêt de cet outil de mesure passe ainsi par la poursuite de l'amélioration continue des dispositifs de mesure, de la convivialité et de la simplicité des interfaces utilisateurs et de la prise en compte par les instances normatives des récents développement dans le domaine. J'entends ainsi poursuivre cette diffusion des connaissances, le meilleur vecteur étant probablement les projets nationaux et internationaux permettant les collaborations directes entre partenaires industriels et universitaires.

## 6. Références

- Agostini, F., 2006. Inertage et valorisation des sédiments de dragage marins (phdthesis). Ecole Centrale de Lille ; Université des Sciences et Technologie de Lille - Lille I.
- Agostini, F., Clauzon, T., Courtois, A., Skoczylas, F., 2016a. Monitoring of Gas Permeability and Water Content in Large Concrete Structures: a New Method based on Pressure Pulse Testing. Presented at the Tince 2016, Paris.
- Agostini, F., Skoczylas, F., Potier, Ludovic, Masson, Benoit, 2016b. In situ concrete moisture measurement using gas permeability, in: Proceedings pro112. Presented at the International RILEM Conference Materials Systems and Structures in Civil Engineering 2016 (MSSCE 2016) on Moisture in Materials and Structure, Lyngby, Denmark.
- Agostini, F., Skoczylas, F., Dubois, T., 2013. Suivi de la saturation liquide *in situ* d'ouvrages massifs au moyen de la mesure de la perméabilité effective au gaz. Presented at the 31èmes rencontres universitaires de Génie Civil, Cachan.
- Barton, N., Bandis, S., Bakhtar, K., 1985. Strength, deformation and conductivity coupling of rock joints. Int. J. Rock Mech. Min. Sci. 22, 121–140. doi:10.1016/0148-9062(85)93227-9.
- Basheer, P.A.M., 2001. 16 - Permeation Analysis, in: Handbook of Analytical Techniques in Concrete Science and Technology. William Andrew Publishing, Norwich, NY, pp. 658–737. doi:10.1016/B978-081551437-4.50019-9.
- Bignonnet, F., 2014. Caractérisation expérimentale et modélisation micro-mécanique de la perméabilité et la résistance de roches argileuses (phdthesis). Université Paris-Est.
- Bignonnet, F., Duan, Z., Egermann, P., Jeannin, L., Skoczylas, F., 2016. Experimental Measurements and Multi-Scale Modeling of the Relative Gas Permeability of a Caprock. Oil Gas Sci. Technol. – Rev. D'IFP Energ. Nouv. 71, 55. doi:10.2516/ogst/2016007.
- Brooks, R.H. (Royal H., Corey, 1919-, A.T. (Arthur Thomas), 1964. Hydraulic properties of porous media. Fort Collins, Colorado : Colorado State University.
- Brue, F., Davy, C.A., Skoczylas, F., Burlion, N., Bourbon, X., 2012. Effect of temperature on the water retention properties of two high performance concretes. Cem. Concr. Res. 42, 384–396. doi:10.1016/j.cemconres.2011.11.005.
- Byrnes, A.P., 1997. Reservoir characteristics of low-permeability sandstones in the Rocky Mountains. Mt. Geol. 34, 39–51.
- Byrnes, A.P., Keighin, C.W., 1993. Effect of confining stress on pore throats and capillary pressure measurements, selected sandstones reservoir rocks, in: AAPG Annual Convention. New Orleans, Louisiana.
- Byrnes, A.P., Sampath, K., Randolph, P.L., 1979. Effect of pressure and water saturation on permeability of western tight sandstones. Presented at the Fifth Annual Department of Energy Symposium on Enhanced Oil and Gas Recovery and Improved Drilling Technology, Tulsa, Oklahoma, pp. 1–15.
- CEB - FIP, 2013. FIB Model Code for Concrete Structures 2010. Ernst & Sohn.
- CEN, 2005. Eurocode 2 - Calcul des structures en béton - Partie 1-1: règles générales et règles pour le bâtiment - NF EN 1992-1-1.
- Chen, J., Hopmans, J.W., Grismer, M.E., 1999. Parameter estimation of two-fluid capillary pressure-saturation and permeability functions. Adv. Water Resour. 22, 479–493. doi:10.1016/S0309-1708(98)00025-6.
- Chen, W., 2011. Etude expérimentale de la perméabilité du béton sous conditions thermiques et hydriques variables (phdthesis). Ecole Centrale de Lille.

- Chen, W., Liu, J., Brue, F., Skoczylas, F., Davy, C.A., Bourbon, X., Talandier, J., 2012. Water retention and gas relative permeability of two industrial concretes. *Cem. Concr. Res.* 42, 1001–1013. doi:10.1016/j.cemconres.2012.04.003.
- Chen, X., Caratini, G., Davy, C.A., Troadec, D., Skoczylas, F., 2013. Coupled transport and poromechanical properties of a heat-treated mortar under confinement. *Cem. Concr. Res.* 49, 10–20. doi:10.1016/j.cemconres.2013.03.006.
- Chen, X.-T., Davy, C.A., Skoczylas, F., Shao, J.F., 2009. Effect of heat-treatment and hydrostatic loading upon the poro-elastic properties of a mortar. *Cem. Concr. Res.* 39, 195–205. doi:10.1016/j.cemconres.2008.12.001.
- Choinska, M., Khelidj, A., Chatzigeorgiou, G., Pijaudier-Cabot, G., 2007. Effects and interactions of temperature and stress-level related damage on permeability of concrete. *Cem. Concr. Res.* 37, 79–88. doi:10.1016/j.cemconres.2006.09.015
- Cluff, R.M., Byrnes, A.P., 2010. Relative Permeability In Tight Gas Sandstone Reservoirs - The “Permeability Jail” Model. Presented at the SPWLA 51st Annual Logging Symposium, Society of Petrophysicists and Well-Log Analysts.
- Corbin, M., Masson, B., Garcia, M., 2016. VerCoRs mock-up – First experimental results and synthesis of the Benchmark. Presented at the TINCE 2016, SFEN, Paris.
- Courtois, A., Taillade, F., Placko, D., 2017. Pourquoi mesurer la teneur en eau dans les ouvrages en béton ?, in: 23ème Congrès Français de Mécanique. Lille.
- Coussy, O., 2003. Poromechanics: Coussy/Poromechanics. John Wiley & Sons, Ltd, Chichester, UK. doi:10.1002/0470092718.
- David, C., Wong, T.-F., Zhu, W., Zhang, J., 1994. Laboratory measurement of compaction-induced permeability change in porous rocks: Implications for the generation and maintenance of pore pressure excess in the crust. *Pure Appl. Geophys.* 143, 425–456. doi:10.1007/BF00874337.
- Davies, J.P., Davies, D.K., 1999. Stress-Dependent Permeability: Characterization and Modeling, in: SPE-56813-MS. Society of Petroleum Engineers, SPE. doi:10.2118/56813-MS.
- Dong, J.-J., Hsu, J.-Y., Wu, W.-J., Shimamoto, T., Hung, J.-H., Yeh, E.-C., Wu, Y.-H., Sone, H., 2010. Stress-dependence of the permeability and porosity of sandstone and shale from TCDP Hole-A. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.* 47, 1141–1157. doi:10.1016/j.ijrmms.2010.06.019.
- Dormieux, L., Jeannin, L., Bemer, E., Le, T.H., Sanahuja, J., 2009. Micromechanical models of the strength of a sandstone. *Int. J. Numer. Anal. Methods Geomech.* 249–271. doi:10.1002/nag.804.
- Dormieux, L., Jeannin, L., Gland, N., 2011. Homogenized models of stress-sensitive reservoir rocks. *Int. J. Eng. Sci.* 49, 386–396.
- Duan, Z., Agostini, F., Liu, J., Skoczylas, F., Dubois, T., Dubois, J.-P., 2011. In situ concrete structures moisture measurement using a pulse test method. Presented at the 65th Rilem Week, Hong-Kong, China.
- Dullien, F.A.L., 1979. Porous media: fluid transport and pore structure.
- EDF, 2011. HSNA102 - Validation des lois de séchage sur une éprouvette cylindrique en béton. Manuel de validation de Code\_Aster Fascicule v7.20: Thermo-mécanique statique non linéaire des structures axisymétriques.
- Forchheimer P., 1901. Wasserbewegung durch Boden. *Z Ver Dtsch. Ing* 45, 1782–1788.
- Fu, X., 2013. Coupure Hydraulique et Potentiel de Production en Gaz de Réservoirs de Grès « Tight » : Etude Expérimentale (phdthesis). Ecole Centrale de Lille.
- Gay, N., Fayolle, B., Skoczylas, F., Agostini, F., Brieu, M., 2017. A new methodology to assess durability of elastomer-concrete interface. doi:10.13140/RG.2.2.20850.91849.
- Gerke, H.H., van Genuchten, M.T., 1993. A dual-porosity model for simulating the preferential movement of water and solutes in structured porous media. *Water Resour. Res.* 29, 305–319. doi:10.1029/92WR02339.

- Granger, L., 1995. Comportement différé du béton dans les enceintes de centrales nucléaires : analyse et modélisation (phdthesis). Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Granger, L., Torrenti, J.-M., Acker, P., 1997. Thoughts about drying shrinkage: Experimental results and quantification of structural drying creep. *Mater. Struct.* 30, 588. doi:10.1007/BF02486900.
- Han, Y., 2010. Mise au point d'un essai de caractérisation environnementale sur matériau monolithique par percolation ascendante (phdthesis). Ecole Centrale de Lille.
- Han, Y., Skoczylas, F., Agostini, F., 2009. Elaboration d'un essai de percolation ascendante sur matériau monolithique. Presented at the XIXth French Congress in Mechanics CFM'09, Marseille (France).
- Hearn, N., 1999. Effect of shrinkage and load-induced cracking on water permeability of concrete. *ACI Mater. J.* 96, 234–241.
- Hearn, N., Lok, G., 1998. Measurement of permeability under uniaxial compression - A test method. *ACI Mater. J.* 95.
- <https://www.entrepriseetdecouverte.fr/property/andra/> [WWW Document], n.d. .  
<https://www.entrepriseetdecouverte.fr/> URL  
<https://www.entrepriseetdecouverte.fr/property/andra/> (accessed 9.23.17).
- Kamath, J., Boyer, R.E., Nakagawa, F.M., 1992. Characterization of core-scale heterogeneities using laboratory pressure transients. *SPE Form. Eval.* 7, 219–227.
- Kermani, A., 1991. Stressed concrete. Permeability of stressed concrete. *Build. Res. Inf.* 19, 360–366.
- Klinkenberg, L. J., 1941. The permeability of porous media to liquids and gases. *Drill. Prod. Pract.* 200–213.
- Liu, J., 2011. Etude expérimentale de la perméabilité relative des matériaux cimentaires et simulation numérique du transfert d'eau dans le béton (phdthesis). Ecole Centrale de Lille.
- Liu, J., Agostini, F., Skoczylas, F., 2013. From relative gas permeability to in situ saturation measurements. *Constr. Build. Mater., Special Section on Recycling Wastes for Use as Construction Materials* 40, 882–890. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.11.092.
- Loosveldt, H., Lafhaj, Z., Skoczylas, F., 2002. Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar. *Cem. Concr. Res.* 32, 1357–1363. doi:10.1016/S0008-8846(02)00793-7.
- Maalej, Y., 2007. Comportement mécanique d'un milieu granulaire injecté par un coulis de ciment : étude expérimentale et modélisation micromécanique (phdthesis). Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Masson, B., 2013. Démarche industrielle de compréhension des phénomènes de transferts dans les parois en béton. Presented at the 31èmes rencontres universitaires de l'AUGC, Cachan.
- Mehta, P.K., Monteiro, P.J.M., 2014. Concrete: microstructure, properties, and materials. McGraw-Hill Education, New York.
- Miller, M., Lieber, B., Piekenbrock, G., McGinness, T., 2007. Low Permeability Gas Reservoirs How Low Can You Go?, in: SPWLA-MERS-2007-B. Society of Petrophysicists and Well-Log Analysts, SPWLA.
- Moreau, G., Salin, J., Masson, B., Dubois, J.P., Agostini, F., Skoczylas, F., 2011. Survey of the future concrete structures lifetime measuring the water content: 4 types of embedded sensor under checking. Presented at the Fontevraud 7 - Contribution of materials investigations to improve the safety and performance of LWRs.
- Mualem, Y., 1976. A new model for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated porous media. *Water Resour. Res.* 12, 513–522. doi:10.1029/WR012i003p00513.
- Naik, G.C., 2008. Tight gas reservoirs - An unconventional natural energy source for the future.
- Norbeck, J.H., 2011. Identification and Characterization of Natural Fractures While Drilling Underbalanced (MS thesis). Colorado School of Mines.



- Oukhemanou, E., Desforges, S., Buchoud, E., Michel-Ponnelle, S., Courtois, A., 2016. VeRCoRs Mock-Up: Comprehensive Monitoring System for Reduced Scale Containment Model. Presented at the Tince 2016, Paris.
- Pardoen, B., Talandier, J., Collin, F., 2016. Permeability evolution and water transfer in the excavation damaged zone of a ventilated gallery. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.* 85, 192–208. doi:10.1016/j.ijrmms.2016.03.007.
- Picandet, V., Khelidj, A., Bastian, G., 2001. Effect of axial compressive damage on gas permeability of ordinary and high-performance concrete. *Cem. Concr. Res.* 31, 1525–1532. doi:10.1016/S0008-8846(01)00546-4.
- Ramakrishnan, T.S., Capiello, A., 1991. A new technique to measure static and dynamic properties of a partially saturated porous medium. *Chem. Eng. Sci.* 46, 1157–1163. doi:10.1016/0009-2509(91)85109-B.
- Rilem TC 116-PCD, 1999. Test for gas permeability of concrete. *Mater. Struct.* 32, 174–176. doi:10.1007/BF02481510.
- Sanahuja, J., Dormieux, L., Meille, S., Hellmich, C., Fritsch, A., 2009. Micromechanical explanation of elasticity and strength of gypsum: from elongated anisotropic crystals to isotropic porous polycrystals. *J. Eng. Mech.* 136, 239–253. doi:10.1061/(ASCE)EM.1943-7889.0000072.
- Shanley, K.W., Cluff, R.M., Robinson, J.W., 2004. Factors controlling prolific gas production from low-permeability sandstone reservoirs: Implications for resource assessment, prospect development, and risk analysis. *AAPG Bull.* 88, 1083–1121.
- Skoczylas, F., Henry, J.P., 1995. A study of the intrinsic permeability of granite to gas. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr.* 32, 171–179. doi:10.1016/0148-9062(94)00022-U.
- Sugiyama, T., Bremner, T.W., Holm, T.A., 1996. Effect of stress on gas permeability in concrete. *ACI Mater. J.* 93, 443–450.
- Swanson, B.F., 1981. Simple correlation between permeabilities and mercury capillary curves. *JPT J. Pet. Technol.* 33, 2498–2504.
- Thomeer, J.H., 1983. Air Permeability as a Function of Three Pore-Network Parameters. SPE-10922-PA. doi:10.2118/10922-PA.
- Thomeer, J.H.M., 1960. Introduction of a Pore Geometrical Factor Defined by the Capillary Pressure Curve. SPE-1324-G. doi:10.2118/1324-G.
- Van Genuchten, M., 1980. A Closed-form Equation for Predicting the Hydraulic Conductivity of Unsaturated Soils1. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 44.
- Vautrin, D., Taillade, F., Clauzon, T., Daout, F., Placko, D., Delepine-Lesoille, S., Six, G., Courtois, A., Bore, T., Sagnard, F., 2016. Adaptation of a TDR probe design for the estimation of water content in concrete. Presented at the Tince 2016.
- Wang, K., Jansen, D.C., Shah, S.P., Karr, A.F., 1997. Permeability study of cracked concrete. *Cem. Concr. Res.* 27, 381–393. doi:10.1016/S0008-8846(97)00031-8.
- Wang, Y., 2016. Pétrophysique et micromécanique des grès “tight” en relation avec leur microstructure (phdthesis). Ecole Centrale de Lille.
- Yssorche-Cubaynes, M.-P., Ollivier, J.-P., 1999. La microfissuration d’autodessiccation et la durabilité des BHP et BTHP. *Mater. Struct.* 32, 14–21. doi:10.1007/BF02480407.
- Yuan, H., Agostini, F., Skoczylas, F., 2017. On the Adsorption-Induced Swelling Effects to the Petrophysical and Poromechanical Properties of CO<sub>x</sub> Argillite. *American Society of Civil Engineers*, pp. 587–593. doi:10.1061/9780784480779.072.
- Zhang, R., Ning, Z., Yang, F., Zhao, H., Wang, Q., 2016. A laboratory study of the porosity-permeability relationships of shale and sandstone under effective stress. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.* 81, 19–27. doi:10.1016/j.ijrmms.2015.11.006.

- 
- Zheng, J., Zheng, L., Liu, H.-H., Ju, Y., 2015. Relationships between permeability, porosity and effective stress for low-permeability sedimentary rock. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.* 78, 304–318. doi:10.1016/j.ijrmms.2015.04.025.
- Zimmerman, R.W., Somerton, W.H., King, M.S., 1986. Compressibility of porous rocks. *J. Geophys. Res. Solid Earth* 91, 12765–12777. doi:10.1029/JB091iB12p12765.

## **Publications**

### **Articles de revues internationales à comité de lecture**

Y. Pei, F. Agostini, F. Skoczylas, "*Rehydration on heat-treated cementitious materials up to 700 °C-coupled transport properties characterization*", Construction and Building Materials, Volume 144, 30 July 2017, Pages 650-662, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.100>.

Y. Pei, F. Agostini, F. Skoczylas, "*The effects of high temperature heating on the gas permeability and porosity of a cementitious material*", Cement and Concrete Research, Volume 95, May 2017, Pages 141-151, ISSN 0008-8846, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.01.003>.

H. Yuan, F. Agostini, Z. Duan, F. Skoczylas, J. Talandier, "*Measurement of Biot's coefficient for CO<sub>x</sub> argillite using gas pressure technique*", International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 92, February 2017, Pages 72-80, ISSN 1365-1609, <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2016.12.016>.

Y. Wang, F. Agostini, F. Skoczylas, L. Jeannin, É. Portier, "*Experimental study of the gas permeability and bulk modulus of tight sandstone and changes in its pore structure*", International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 91, January 2017, Pages 203-209, ISSN 1365-1609, <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2016.11.022>.

X. Fu, F. Agostini, F. Skoczylas, L. Jeannin, "*Experimental study of the stress dependence of the absolute and relative permeabilities of some tight gas sandstones*", International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 77, July 2015, Pages 36-43, ISSN 1365-1609, <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2015.03.005>.

W. Wang, J. Liu, F. Agostini, C. A. Davy, F. Skoczylas, D. Corvez, "*Durability of an Ultra High Performance Fiber Reinforced Concrete (UHPFRC) under progressive aging*", Cement and Concrete Research, Volume 55, January 2014, Pages 1-13, ISSN 0008-8846, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.09.008>.

H. Cong, F. Agostini, F. Skoczylas, P. Egermann, "*Effects of gas pressure on failure and deviatoric stress on permeability of reservoir rocks: initial studies on a Vosges sandstone*", European Journal of Environmental and Civil Engineering, September 9, 2016, pages 1-19, ISSN 1964-8189, <http://dx.doi.org/10.1080/19648189.2016.1229231>.

Z. Duan, C.A. Davy, F. Agostini, L. Jeannin, D. Troadec, F. Skoczylas, "*Gas recovery potential of sandstones from tight gas reservoirs*", International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 65, January 2014, Pages 75-85, ISSN 1365-1609, <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2013.11.011>.

J. Liu, F. Agostini, F. Skoczylas, "*From relative gas permeability to in-situ saturation measurements*", Construction and Building Materials, Volume 40, March 2013, Pages 882-890, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.11.092>.

F. Agostini, C.A. Davy, F. Skoczylas, T. Dubois, "*Effect of microstructure and curing conditions upon the performance of a mortar added with Treated Sediment Aggregates (TSA)*", Cement and Concrete Research, Volume 40, Issue 11, November 2010, Pages 1609-1619, ISSN 0008-8846, DOI: 10.1016/j.cemconres.2010.07.003.

X.-T. Chen, T. Rougelot, C.A. Davy, W. Chen, F. Agostini, F. Skoczylas, X. Bourbon, "*Experimental evidence of a moisture clog effect in cement-based materials under temperature*", Cement and Concrete Research, Volume 39, Issue 12, December 2009, Pages 1139-1148, ISSN 0008-8846, DOI: 10.1016/j.cemconres.2009.07.015.

Z. Lafhaj, M. Samara, F. Agostini, L. Boucard, F. Skoczylas and G. Depelsenaire, "*Polluted river sediments from the North region of France: Treatment with Novosol(R) process and valorization in clay bricks*", Construction and Building Materials, Volume 22, Issue 5, May 2008, Pages 755-762 doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.01.023.

F. Agostini, F. Skoczylas, and Z. Lafhaj, "About a possible valorisation in cementitious materials of polluted sediments after treatment", *Cement and Concrete Composites*, Volume 29, Issue 4, April 2007, Pages 270-278. doi:10.1016/j.cemconcomp.2006.11.012

F. Agostini, Z. Lafhaj, F. Skoczylas and H. Loodsveldt, "Experimental study of accelerated leaching on hollow cylinders of mortar", *Cement and Concrete Research*, Volume 37, Issue 1, January 2007, Pages 71-78. doi:10.1016/j.cemconres.2006.09.018.

#### Communications internationales avec actes :

N. Gay, F. Agostini, M. Brieu, B. Fayolle, F. Skoczylas, "A new methodology to assess durability of elastomer-concrete interface", *Engineering Mechanics Institute Conference (EMI 2017)*, San Diego, CA, June 4-7, 2017.

F. Agostini, T. Clauzon, A. Courtois, F. Skoczylas, "Monitoring of Gas Permeability and Water Content in Large Concrete Structures: a New Method based on Pressure Pulse Testing", in: proceedings of TINCE 2016 conference, Paris, France, September 5-9, 2016.

F. Agostini, F. Skoczylas, L. Potier, B. Masson, "In situ concrete moisture measurement using gas permeability", In: Proceedings pro112 : International RILEM Conference Materials Systems and Structures in Civil Engineering 2016 (MSSCE 2016) on Moisture in Materials and Structure, ISBN: 978-2-35158-178-0.

F. Agostini, F. Skoczylas, B. Masson, "Sealing of concrete confining structures of French nuclear reactors", *Proceedings of the Eleventh International Symposium on Brittle Matrix Composites, BMC-11*, held in Staszic Palace, Warsaw, Poland, 28-30 September 2015.

Y. Wang, C. A. Davy, F. Agostini, F. Skoczylas, L. Jeannin, "Effect of hydrostatic loading on the micro-structure and transfer properties of a tight gas sandstone", 2015 Society of Core Analysts Symposium, St John's Newfoundland and Labrador, Canada, 16-21 août 2015.

X. Fu, F. Agostini, L. Jeannin, C.A. Davy, F. Skoczylas, "Effect of Mechanical Loading and Water Saturation on The Gas Recovery of Tight Gas: Experimental Study", *International Symposium of the Society of Core Analysts*, Aberdeen, Scotland, UK, 27-30 August, 2012.

L. Jeannin, C. A. Davy, F. Skoczylas, E. Portier, X. Fu, F. Agostini, "Hydraulic cut-off and gas recovery potential of sandstones from Tight Gas Reservoirs: a laboratory investigation", *American Rock Mechanics Association's 45th U.S. Rock Mechanics / Geomechanics Symposium*, 2011.

Z. Duan, F. Agostini, J. Liu, F. Skoczylas, T. Dubois, J-P Dubois, "In situ concrete structures moisture measurement using a pulse test method", 65th RILEM Week, Hong-Kong, China, 4-8 Sept. 2011.

F. Agostini, C.A. Davy, F. Skoczylas, T. Dubois, "Mortars added with chemically inert sediment aggregates: performance assessment and microstructure changes", 13th International congress on the chemistry of cement, Madrid, 3 - 8 July 2011.

S. M'Jahad, F. Agostini, C. A. Davy, F. Skoczylas, X. Bourbon, "Suction curves and gas relative permeability of sound and micro-cracked concrete : an experimental investigation", *Plasticity 2011*, Puerto Vallarta, Mexique.

G. Moreau, J.P. Dubois, F. Agostini, J. Salin, B. Masson, F. Skoczylas "Survey of the future concrete structures lifetime measuring the water content: four types of embedded sensor under checking", Fontevraud 7, Contribution of Materials Investigations to Improve the Safety and Performance of LWRs, 26-30 Sept. 2010, Avignon, France.

X. Chen, W. Chen, C. A. Davy, F. Agostini, and F. Skoczylas, "Gas retention phenomenon in dry or partially-saturated concrete: permeability assessment", *GEOPROC 2008 (Villeneuve d'Ascq, France)*, 1-5 June 2008.

Z. Lafhaj, M. Samara, L. Boucard, F. Agostini, F. Skoczylas, *"Polluted river sediments: Characterization, treatment and valorization"*, 1st Euro-Mediterranean Symposium on advances in geomaterials and structures. 3-5 May, 2006, Hammamet, Tunisia. ISBN 9973613171, 9789973613172.

F. Agostini, F. Skoczylas, Z. Lafhaj, *"Behaviour of a mortar incorporating polluted harbour sediment after treatment"*, 1st Euro – Mediterranean Symposium on advances in geomaterials and structures. 3-5 May 2006, Hammamet, Tunisia, ISBN 9973613171, 9789973613172.

F. Agostini, F. Skoczylas, Z. Lafhaj, L. Boucard, *"Treatment and valorisation of polluted sediments"*, 2nd European Conference on Dredged Sludge Remediation. Vol 8, 02-03 December 2004, Amsterdam, Holland.

#### Communications nationales avec actes:

F. Agostini, F. Skoczylas, T. Dubois, *"Suivi de la saturation liquide in situ d'ouvrages massifs au moyen de la mesure de la perméabilité effective au gaz"*, 31<sup>e</sup> rencontres universitaires de l'AUGC, Cachan, 29-31 Mai 2013.

X. Fu, F. Brue, F. Agostini, L. Jeannin, C.A. Davy, F. Skoczylas, *"Influence de la pression de confinement, de la porosité et de la saturation sur la perméabilité au gaz des grès tight"*, Proceedings of the national French colloquium Transfert2012/Workshop Forge, ISBN 978-2-915913-28-6, March 20-22, 2012.

YX. Han, F. Skoczylas, F. Agostini, *"Elaboration d'un essai de percolation ascendante sur matériau monolithique"*, XIXth French Congress in Mechanics CFM'09, Marseille, 24-28 August 2009.

#### Chapitres d'ouvrages :

Unique auteur du chapitre *"Permeability"* et co-auteur du chapitre *"Monitoring, remote measurements"* du State of the Art Report 248-MMB qui devrait être publié par la RILEM d'ici la fin de l'année 2017.

#### Brevets :

Brevet CN204789265 déposé en Chine par JSTI Group et Centrale Lille, publié le 18 novembre 2015, intitulé *"On-spot nondestructive test device of gaseous osmotic coefficient of bridge structures concrete"*, co-inventeurs: Yixuan Han, Frédéric Skoczylas, Pan Jian, Franck Agostini, Wang Xniming.

Brevet CN105021507 déposé en Chine par JSTI Group et Centrale Lille, publié le 4 novembre 2015, intitulé *"Field detection device of gas permeability coefficient of bridge structural concrete and application method"*, co-inventeurs: Yixuan Han, Frédéric Skoczylas, Pan Jian, Franck Agostini, Wang Xniming.

Co-inventeur (aux côtés de P. Egermann, B. Marchand, C. Davy, F. Skoczylas, L. Jeannin, A. Lange) d'un brevet à couverture européenne, intitulé *"Procédé optimisé de traitement des puits de stockage de fluides et de gisements d'hydrocarbures contre les venues de sable par géo-polymères"*. En cours de dépôt par Storengy.



## Résumé des travaux

J'ai été titularisé sur un poste de maître de conférences à Centrale Lille en septembre 2008 en section 60 du CNU. Je fais depuis partie du département « Mécanique, structures et ouvrages » de Centrale Lille pour mon activité d'enseignement. Pour mon activité de recherche j'ai été rattaché au Laboratoire de Mécanique de Lille (CNRS FRE 3723), dans l'équipe de recherche ER4 (« Couplages THMC dans les géo-matériaux »), plus récemment transformé en Laboratoire de Mécanique Multiphysique et Multiéchelle (LaMcube) (enjeu Géo-Matériaux).

Ma thèse de doctorat portait sur l'inertage et la valorisation des sédiments de dragage marins dans les matériaux cimentaires en partenariat avec l'entreprise Solvay. J'ai poursuivi ce thème de recherche et la collaboration avec l'entreprise jusqu'en 2010 dans le cadre de la thèse de Yixuan Han (bourse Cifre financée par Solvay), soutenue le 28 juin 2010, intitulée « *Mise au point d'un essai de caractérisation environnementale sur matériau monolithique par percolation ascendante* ». Cette thématique a conduit à la publication de 3 articles dans des revues internationales de rang A et à la participation à l'ANR Sedibet (Programme Génie Civil et Urbain (RGCU) 2006).

J'ai ensuite recentré mon activité sur le domaine d'expertise du laboratoire de Génie Civil de Centrale Lille, à savoir les mesures de perméabilité dans les géo-matériaux cohérents. La demande industrielle était en effet importante avec l'ANDRA (stockage des déchets radioactifs), EDF (durabilité et sûreté des enceintes de centrale nucléaire) et ENGIE (GDF à l'époque) (caractérisation des roches réservoirs). Je mène depuis une activité de recherche continue avec ses 3 entreprises.

Pour ENGIE, les études ont porté sur le comportement poro-mécanique et les propriétés de transfert dans les roches réservoirs (shale gas ou tight gas) en conditions partiellement saturées. Il s'agissait principalement de comprendre les mécanismes gérant les propriétés de transfert (de gaz principalement) de ces matériaux en fonction du chargement mécanique et de la saturation. L'objectif pour ENGIE était de mieux estimer le potentiel de production de leurs réservoirs. Ces travaux ont conduit à 2 soutenances de thèse (X.-J. Fu et Y. Wang) et à la publication de 4 articles dans des revues internationales de rang A. La thèse de B. Marchand (que j'encadre à 50%) sur la « *Consolidation de puits de stockage de gaz par traitement de coulis en géo-polymères* », s'inscrit dans cette thématique et un brevet est en cours de dépôt. Ce domaine de recherche est également l'occasion de poursuivre une collaboration fructueuse avec le Pr. L. Dormieux de l'Ecole des Ponts sur les aspects modélisation.

Pour l'ANDRA et EDF, ma thématique de recherche porte principalement sur l'identification des propriétés de transfert du béton servant au confinement de ces ouvrages. La caractérisation se fait en laboratoire mais également in-situ. C'est dans ce cadre que l'équipe a conçu un capteur destiné à la mesure de la saturation in-situ dans les ouvrages de génie civil au moyen de mesures de la perméabilité effective. Nous avons ainsi instrumenté l'EPR de Flamanville, la maquette VerCoRs d'EDF, un site de stockage de surface et le laboratoire souterrain de Bure gérés par l'ANDRA et un pont à Nankin (Chine). Cette thématique a généré une forte activité contractuelle qui se poursuit et a abouti à la publication d'un article dans une revue de rang A et au dépôt de 2 brevets en Chine en partenariat avec notre partenaire chinois (JSTI). C'est également sur ce domaine d'activité que j'ai été sollicité pour participer au comité technique de la Rilem (TC MMB-248) dédié aux mesures de saturation dans le béton et qui aboutira courant 2017 à la publication d'un rapport de synthèse à la rédaction duquel j'ai participé.

Notre collaboration avec EDF s'étend au-delà des aspects transfert. Ainsi je gère seul depuis juin 2016, une étude sur 5 ans, portant sur la réalisation d'essais de fluage sur éprouvettes de béton précontraintes, la simulation numérique des essais et l'adaptation des codes réglementaires (Eurocodes), pour un montant de 370 k€.

Je contribue beaucoup dans le laboratoire au développement et à l'évolution des moyens de mesure. J'ai ainsi largement contribué à la conception d'un nouveau dispositif de mesure de la perméabilité plus efficace que ceux employés couramment et que je cherche à faire reconnaître par le biais du projet national PerfDuB auquel je participe activement. Afin de diversifier les domaines d'étude du laboratoire et assurer son avenir, je participe également à la conception et à la mise au point de dispositifs d'essais innovants, basés sur des mesures de perméabilité, mais permettant de tester d'autres types de matériaux que les géo-matériaux : peintures employées dans le domaine du nucléaire, joints de calfeutrement inter-structures silicone, soudures entre plaques inox pour les piscines de stockage du combustible nucléaire... Le but est de promouvoir l'utilisation de la perméabilité au gaz comme outil d'identification de la durée de vie de matériaux ou de structures et caractériser leur vieillissement.