

L'IRM s'aventure hors des sentiers du monde médical

François Mariette, Stéphane Rodts, Paméla Faure, Pascal Moucheront, Maja Musse, Armel Davenel, Guylaine Collewet et Tiphaine Lucas

- Résumé** L'agroalimentaire et le génie civil constituent deux domaines d'applications très particuliers pour l'imagerie par résonance magnétique (IRM). Essentiellement axées sur les problèmes d'élaboration, de conditionnement et d'évolution de produits et de matériaux en contexte industriel, les études doivent souvent être menées sur des échantillons massifs. Elles mettent en œuvre des imageurs de grande taille et réclament le développement de méthodologies spécifiques par rapport aux applications médicales. Des systèmes originaux d'instrumentation et de sollicitation *in situ* des matériaux ont pu être conçus dans ce cadre, nourris par des collaborations étroites entre différents corps de métiers. Deux laboratoires, l'Unité Technologie des équipements agroalimentaires de l'Irstea et le Laboratoire Navier de l'Université Paris-Est, livrent leur témoignage, fruit de plusieurs années d'expertise.
- Mots-clés** **IRM, génie des procédés, transfert de matière, transfert de chaleur, matière grasse, muscle, tissus végétaux, porosité, flux, écoulement, milieux poreux, matériaux cimentaires.**
- Abstract** **MRI ventures into non-medical world**
Food-processing and civil engineering are very particular application fields for magnetic resonance imaging (MRI). Studies mainly focus on preparation, packaging, and further evolution of products and materials in industry. They are often carried out on massive samples. They involve the use of large MRI facilities, and require the development of specific methodology as compared with routine medical studies. Stimulating close collaborations between various technical specialties, they saw the raise of original experimental setups for *in situ* measurements and sample solicitations. Two French laboratories, the « Technologie des équipements agroalimentaires » Unity at Irstea and « Laboratoire Navier » at Paris-Est University, report on their long standing expertise.
- Keywords** **MRI, process engineering, mater transfer, heat transfer, fat, muscle, plant tissue, porosity, flux, flow, porous media, cement based materials.**

L'agroalimentaire et le génie civil sont rarement cités spontanément lorsqu'on évoque les champs d'utilisation de la RMN et de l'IRM. Dans l'ombre de la chimie et du biomédical, ces deux domaines se sont pourtant imposés dans le paysage scientifique au cours des quinze dernières années. Il existe aujourd'hui une véritable communauté internationale qui rassemble des acteurs du monde du ciment, de la prospection pétrolière, du génie des procédés, de l'agroalimentaire et de l'agronomie autour de questions communes.

Bien qu'il soit présomptueux de vouloir décrire les contours exacts des problématiques abordées, on peut néanmoins citer la quantification de la structure de milieux microtexturés (milieux poreux, mélanges, produits biologiques), la quantification de la répartition spatiale d'un ou de plusieurs fluides dans ces mêmes milieux (selon les applications : eau, huiles), et la caractérisation des phénomènes de transport ou d'évolutions dont ils sont le siège (transfert de matière, de chaleur, déformations, écoulements). Le développement d'appareillages permettant de soumettre les échantillons à des contraintes thermiques, hydriques ou mécaniques à l'intérieur des IRM est une forte spécificité de cette communauté scientifique qui ouvre ainsi de nouveaux domaines d'applications à ces techniques en constant renouvellement.

L'imagerie par résonance magnétique est une technique non destructive et non invasive qui permet d'acquérir des images à deux, voire trois dimensions de produits biologiques, ou de produits industriels et naturels à forte teneur en eau ou en huiles (minérales, organiques ou sous forme de lipides). Le signal de chaque voxel⁽¹⁾ dépend des propriétés physiques de l'échantillon, comme la densité de proton, les temps de relaxation, la température, les flux de matière diffusifs ou convectifs, et des différences locales de la susceptibilité magnétique, propriétés parfois directement héritées de la microstructure du milieu. Les informations dans les images peuvent alors être manipulées et utilisées pour visualiser de manière sélective chacune de ces propriétés. Les applications de l'IRM quantitative peuvent être divisées en deux groupes. Le premier implique des applications dans lesquelles l'extraction d'une caractéristique morphologique (par exemple le volume et la surface) est le but principal ; ces mesures se basent sur le contraste dans les images. Ce type d'application n'oblige pas une connaissance détaillée des mécanismes impliqués dans le contraste.

Le deuxième groupe d'applications rassemble celles qui exploitent l'intensité du niveau de gris dans les voxels. Ces applications exigent une compréhension des mécanismes impliqués dans les changements des paramètres RMN. Par exemple, quand le temps de relaxation RMN est utilisé pour

mesurer la teneur en eau et la teneur en matière grasse, ou pour l'extraction d'informations liées aux changements de la microstructure, ou encore quand la phase du signal est utilisée pour des mesures de flux ou de la température. Un des avantages principal de l'IRM est sa capacité à être utilisée pour examiner les transferts de chaleur et de matière dans des matériaux, ce qui représente l'un des défis majeurs pour les ingénieurs en génie des procédés qui développent des outils de simulation.

IRM et agroalimentaire

Les activités de recherche de l'équipe IRM-Food de l'Irstea à Rennes s'inscrivent dans une démarche générale dont l'objectif est d'accroître les connaissances de la structure des produits agroalimentaires, et ceci à différentes échelles et en condition de transformation. Cette démarche générale a motivé plusieurs laboratoires à mettre en place des méthodes d'imagerie, en majorité optique, pour visualiser la structure d'une matrice sous contrainte physique ou chimique et d'intégrer la dynamique des mécanismes dans une approche de modélisation. Dans ce contexte, l'Irstea a décidé d'investir fortement dans les techniques d'IRM car elles sont actuellement les seules permettant d'accéder à des informations de nature différente (chimique et physique) et à des échelles différentes (macro et méso). Toutefois, l'exploitation de ces techniques dans le domaine de l'agroalimentaire et plus généralement de l'agronomie oblige la poursuite de travaux méthodologiques en RMN et IRM afin d'identifier les paramètres RMN les plus pertinents pour sonder la structure et la composition des produits biologiques et de mettre en place les démarches permettant une mesure quantitative de ces paramètres en IRM. Ces développements méthodologiques fournissent les outils pour une étude multi-échelle des structures et des transports des produits agroalimentaires. La résolution macroscopique (entre 100 μm et quelques millimètres) est accessible *via* des mesures par IRM, l'échelle microscopique (quelques microns) est accessible *via* des mesures de coefficients de diffusion ou de paramètres de relaxation RMN, et enfin l'échelle moléculaire est atteinte avec des mesures de paramètres de relaxation [1]. L'information contenue dans un voxel IRM est donc intrinsèquement multi-échelle.

Enrichie par le caractère non invasif des techniques, l'IRM permet par ailleurs de prendre en compte des dynamiques de transformation. En effet, l'équipe IRM-Food a mis en œuvre des dispositifs pilotes de transformation des aliments qui sont directement installés dans le tunnel de deux scanners IRM corps entier à 1,5 et 0,2 tesla. Il est ainsi possible de réaliser des mesures IRM directement au cours de la congélation/décongélation, de la cuisson, de procédé de séchage/réhydratation, et enfin de procédés biologiques tels que la fermentation. Les domaines d'applications à ce jour intéressent différentes filières industrielles agroalimentaires comme celles des fruits et légumes, des produits laitiers, des produits carnés et des produits céréaliers. Nous présentons ci-après quelques exemples de travaux RMN et IRM de chacune de ces filières.

Application aux produits végétaux

L'IRM est une technique remarquable pour étudier et quantifier la structure des végétaux [2]. Différents travaux ont ainsi été réalisés pour l'étude du brunissement interne, du comportement au cours de la croissance, des évolutions au

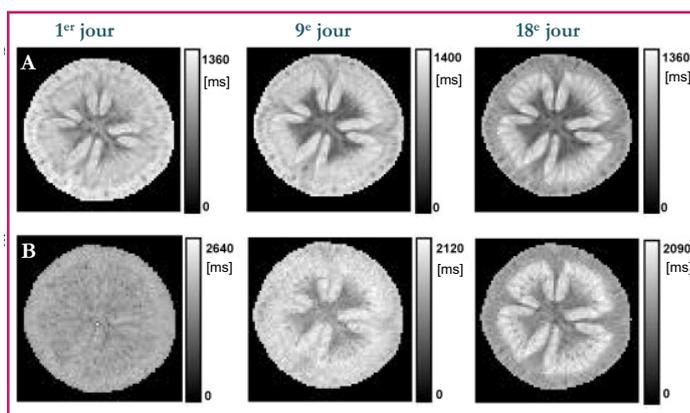


Figure 1 - Cartographie T_2 et T_1 de tomates au cours de la maturation après récolte (d'après [3]).

cours de la maturation ou des effets des stress hydrique et thermique. Si de nombreuses études ont été publiées dans ce domaine, l'interprétation des modifications des niveaux de gris dans les images est souvent peu validée, ce qui reste une des limites actuelles de cette approche. Toutefois, plusieurs démarches ont récemment été entreprises dans cette voie [3-4]. Ainsi, une étude au cours de la maturation des tomates a montré que le temps de relaxation de l'eau était dépendant de la taille des vacuoles de la cellule, de la composition des cellules, de la porosité intercellulaire et des caractéristiques de perméabilité des membranes cellulaires (figure 1). Le suivi au cours de la maturation a montré des trajectoires spécifiques de certains tissus en fonction du temps. Les variations du signal IRM seraient expliquées par des variations de la perméabilité membranaire et de la composition du compartiment hydrique. Par ailleurs, un protocole de la mesure de la porosité locale, qui correspond à la fraction de gaz au sein d'un voxel, a été proposé [4]. Cette méthode exploite des cartographies du temps de relaxation T_2 et du temps de relaxation T_2^* . Ainsi des cartographies 2D de porosité sont accessibles directement par IRM pour des produits tels que les pommes et les tomates (figure 2). L'IRM offre de remarquables potentialités pour la quantification de la répartition des zones enrichies en gaz et l'étude des échanges gazeux au cours de la maturation ou du stockage.

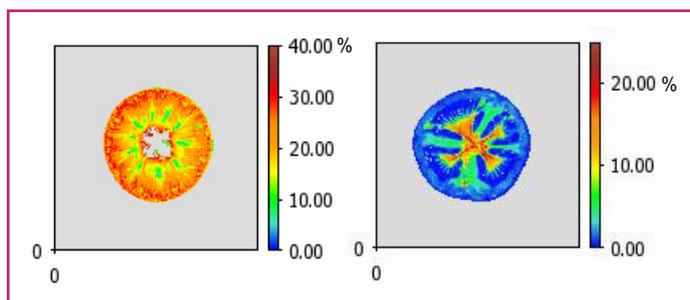


Figure 2 - Cartographie de porosité dans une pomme (à droite) et une tomate (à gauche).

L'échelle en couleur est directement exprimée en porosité (volume de gaz/volume du voxel) (d'après [4]).

Applications aux produits carnés

Les premiers exemples de l'IRM dans le domaine des produits carnés concernent la quantification du ratio entre la matière grasse et le muscle. Les travaux ont été développés pour l'étude de la distribution des tissus adipeux dans des

carcasses de porc, mouton, volaille ou des animaux vivants. L'approche utilisée reste très comparable aux méthodes appliquées dans le domaine médical, sauf dans le cas des carcasses où les protocoles ont été adaptés afin de prendre en compte le changement de contraste entre le muscle et les tissus adipeux du fait de la température plus basse. Par la suite, les méthodes ont été étendues afin de pouvoir distinguer les tissus adipeux sous-cutanés et intermusculaires, puis pour mesurer la quantité de gras intramusculaire [5]. Enfin, soulignons les méthodes permettant d'obtenir des cartographies de la teneur en lipide développées pour des darnes de poissons [6-7]. Ces méthodes supposent des corrections d'images afin de réduire le bruit et les inhomogénéités issues des antennes en émission ou des antennes en réception. Ce type de méthode ouvre des perspectives remarquables d'utilisation de l'IRM à « haut débit ». En effet, il est possible de faire des mesures de façon simultanée sur plusieurs échantillons et les cadences alors atteintes permettent des mesures sur 500 échantillons par jour [8]. Ce type de cadence répond à des demandes dans le domaine de la génétique qui nécessitent des mesures sur de grands nombres d'échantillons, avec des coûts d'analyse identiques aux méthodes chimiques standards.

Applications aux procédés agroalimentaires

Les procédés de transformation rencontrés dans l'industrie alimentaire ont fait l'objet de nombreuses études en IRM. Ces démarches obligent à relever plusieurs défis. Le premier d'entre eux suppose de pouvoir disposer au sein de la zone de mesure IRM de dispositifs permettant de reproduire l'opération de transformation. C'est pourquoi au niveau de l'équipe IRM-Food nous avons développé différents dispositifs. Le premier permet de réguler la température autour du produit entre - 30 et + 60 °C ou 80 °C suivant les options. Il est dédié à l'étude des procédés de congélation/décongélation, des transformations par fermentation et des opérations de maturation physique qui imposent un contrôle de la température. Un deuxième dispositif permet la réalisation d'opération de cuisson, en particulier pour les produits céréaliers. Il permet d'atteindre des températures supérieures à 200 °C et son design a été optimisé pour garantir une maîtrise des flux thermiques. Un troisième dispositif permet en plus de la gestion de la température un contrôle de la pression autour du produit. Il offre l'opportunité d'étudier conjointement les effets de la température et de la pression sur les produits. Enfin, d'autres équipements spécifiques à l'étude des mécanismes de déshydratation et de réhydratation sont disponibles. Une fois la mise en œuvre de ces dispositifs et de leur qualification, le deuxième défi est la mise en place d'un protocole IRM. En effet, les procédés sont souvent à l'origine de modifications locales et parallèles de la température, de la quantité de matière et de la structure qui compliquent de façon importante la mise en place de protocoles IRM. Or les paramètres RMN qui sont à l'origine du contraste en IRM sont sensibles à ces trois types de gradients ; la mise en place d'un protocole IRM de mesure de la teneur en eau devra ainsi intégrer les effets de la température et/ou de la structure pour éviter des biais métrologiques. La situation la plus simple est observée pour des procédés qui n'entraînent le changement que d'une seule de ces variables, par exemple dans le cas de l'égouttage de caillé de fromagerie en condition isotherme, pour lequel un protocole IRM basé sur la réalisation de cartographie de temps de relaxation a pu être développé [9]. Il permet la

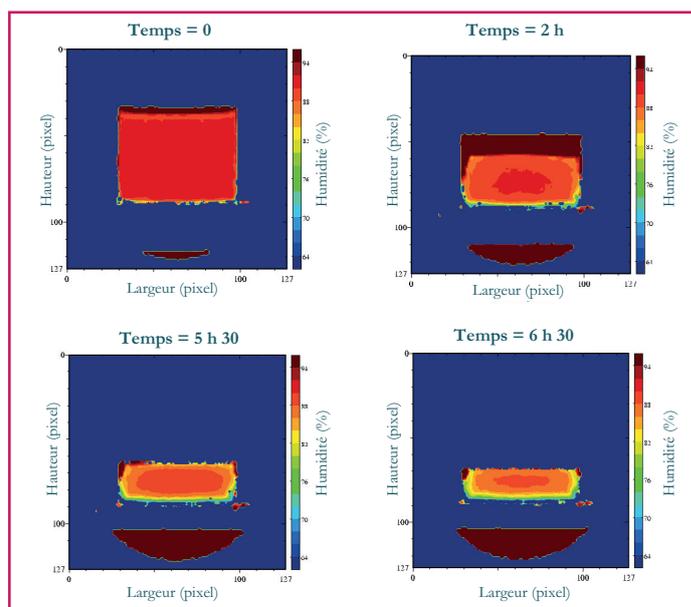


Figure 3 - Cartographie de la teneur en eau au cours de l'égouttage de caillé de fromagerie (d'après [9]).

mesure des gradients de teneur en eau avec une résolution de quelques mm^3 (figure 3). Ce protocole est limité à un égouttage conduit en absence de gradient de température.

D'autres exemples concernent la mesure de la température par IRM sur la base du déplacement chimique de l'eau comme traceur [10]. Cette méthode est possible pour des produits ne présentant aucun développement de la porosité ou de formation de bulles. La présence des bulles entraînent alors des modifications locales de la susceptibilité magnétique qui vont dégrader la justesse de la mesure de température. Toutefois, dans la situation où il n'est pas possible de s'affranchir de l'action combinée de plusieurs gradients, différentes stratégies ont été élaborées. Par exemple, un protocole IRM de mesure de la quantité de glace au cours de la congélation ou de la décongélation de la pâte à pain a été élaboré malgré la présence d'un gradient de température [11]. Les auteurs ont en effet validé que l'effet de la teneur en glace sur le signal RMN était dominant sur l'effet de la température (figure 4). De même, dans le cas de la fermentation de la pâte à pain, un protocole de mesure de la porosité locale a été proposé (figure 5). Ce protocole exploite la dépendance du signal RMN à la fraction de gaz qui est corrigée de la variation locale de la température mesurée par IRM [12]. Enfin, dans le cas de la cuisson du pain, l'addition de microcapsules a été une alternative pour quantifier l'expansion locale du pain en s'affranchissant à la fois du gradient de structure et du gradient thermique [13].

IRM et génie civil

À l'instar de l'agroalimentaire, le génie civil connaît ses propres problèmes en matière de formulation et de mise en œuvre de matériaux. Ces derniers ne se résument pas, loin s'en faut, au seul béton. Les boues de forage, les liants hydrauliques dans leur grand ensemble (ciments, plâtre, chaux), les pierres, les briques, le bois, ou même les sols naturels sont autant de matières présentes sur un chantier dont les particularités doivent être prises en compte, soit au moment d'une construction, soit au long de la vie d'un ouvrage soumis à la pollution et aux caprices

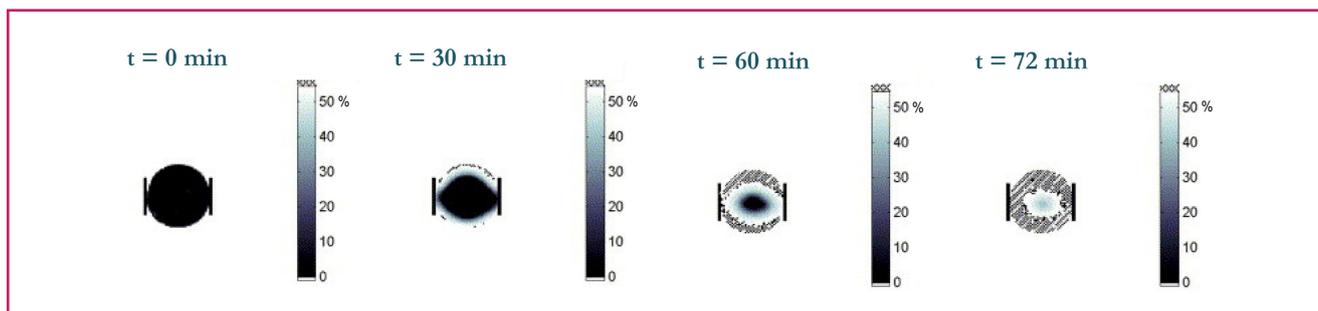


Figure 4 - Cartographie de la quantité de glace dans une pâte à pain durant la congélation (d'après [11]).

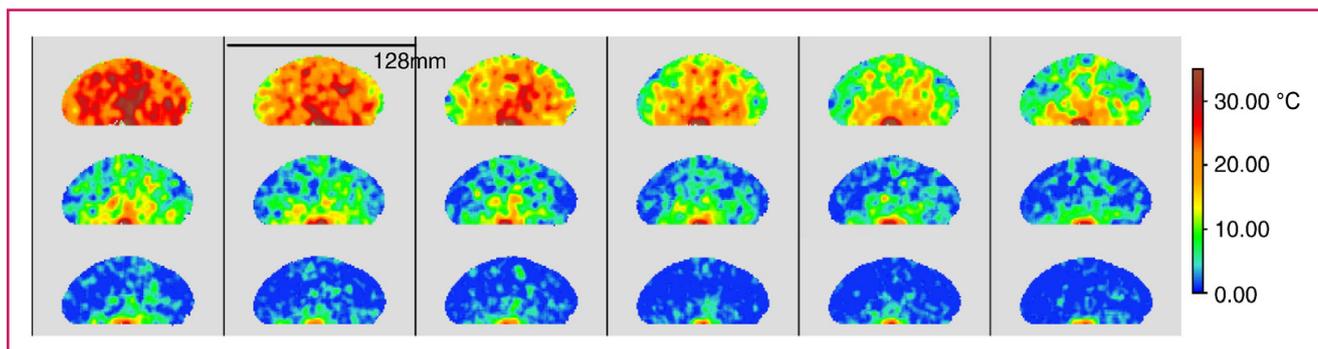


Figure 5 - Cartographie de température par IRM durant le refroidissement de pâte à pain pré-fermentée (d'après [12]).

météorologiques. Très difficiles d'étude au plan expérimental, ces milieux partagent cependant la caractéristique commune de stocker de l'eau. Qu'elle soit source de cohésion ou au contraire de dommages irréversibles, cette eau révèle également la microstructure et les évolutions internes. En permettant d'observer l'eau là où beaucoup d'autres techniques échouent, l'IRM du proton est un outil de choix pour étudier la formulation, la mise en place et la vie de ces systèmes. Équipé depuis 1999 d'un IRM bas champ de grande taille spécialement choisi pour l'étude d'échantillons fortement hétérogènes, le laboratoire Navier mène des études fondamentales et appliquées associant l'imagerie quantitative à des modélisations physiques, chimiques et mécaniques des systèmes étudiés.

Comprendre les fluides du génie civil : la rhéologie par IRM

Les liquides rencontrés en génie civil, comme les bétons et les boues de forage, sont loin d'avoir des lois d'écoulement simples [14]. Certains, dits « rhéofluidifiants », deviennent d'autant plus fluides qu'ils sont sollicités avec énergie. D'autres, au contraire, bloquent leur écoulement sous l'effet de contraintes trop rapides. À cela s'ajoutent des effets de seuil, qui empêchent le matériau de s'écouler s'il n'est pas soumis à un effort suffisant, et des effets mémoires, qui modifient les propriétés d'écoulement en fonction des sollicitations antérieures. La caractérisation de ces propriétés, par ailleurs partagées par un grand nombre de produits industriels et agroalimentaires, est un enjeu non seulement pour caractériser la qualité des produits (obtention de bétons très liquides pour le ragréage ou le coulage de dalles, boues capables de prendre en gel pour éviter les effondrements de forage...), mais également pour optimiser les dispositifs

industriels (malaxeurs, pompes, extrudeurs...) destinés à les manipuler.

Les moyens traditionnels de rhéologie sont souvent mis à mal devant des comportements trop complexes. Le recours à des méthodes de tomographie permettant de mesurer les champs de vitesse au sein des écoulements a révolutionné les pratiques expérimentales : les principales sont certainement la vélocimétrie par imagerie de particules (PIV), la vélocimétrie ultrasonore, et l'IRM [15]. Particulièrement bien adaptée aux mélanges à base d'eau ou d'huile, l'IRM du proton peut travailler sur les systèmes opaques, et à l'inverse des méthodes ultrasonores, est peu gênée par les milieux très hétérogènes. C'est notamment la seule technique à ce jour permettant des mesures dans un ciment frais. En observant le détail des champs de vitesse à l'intérieur des cellules rhéologiques, les rhéologues sondent au mieux toutes les anomalies dans les écoulements et peuvent, avec un petit nombre d'expériences, recueillir sur chaque fluide une information d'une extraordinaire richesse, qui permet de déterminer un comportement sur de larges plages de sollicitations, ou directement de retoucher les modèles théoriques qui servent aux analyses [16-17].

L'IRM du laboratoire Navier est équipée de plusieurs machines d'essais permettant de créer des écoulements au sein de l'aimant. Elles proposent les géométries traditionnelles « Couette » et cône plan, bien connues des rhéologues, qui cisailent un fluide entre deux surfaces en mouvement (figure 6), mais également d'autres moins courantes telles que la seringue d'extrusion, en passe d'acquiescer grâce aux mesures par IRM, le statut de nouveau moyen de caractérisation [18] (figure 7). Une particularité du laboratoire est la taille des cellules de rhéométrie et des géométries d'écoulement, de plusieurs centimètres, qui autorise l'étude d'épaisse couches de fluides contenant de grosses particules solides ou même des matériaux en grains.

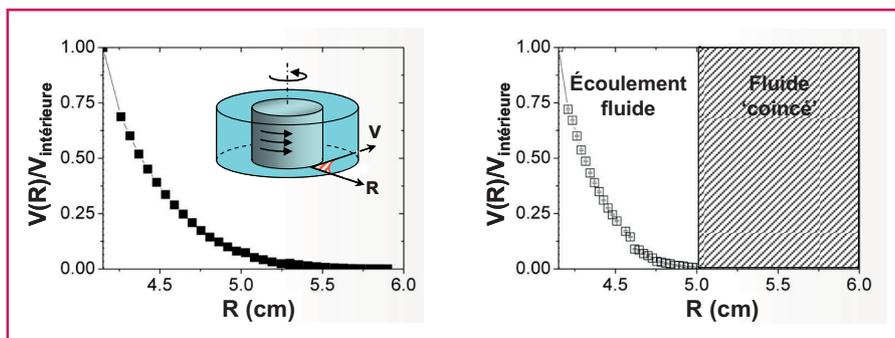


Figure 6 - Rhéométrie par IRM d'un fluide cisailé entre deux surfaces cylindriques (géométrie Couette).

À gauche : profil d'écoulement dans un liquide complètement cisailé. À droite : le cas du fluide à seuil, dont toute une zone refuse de s'écouler (Laboratoire Navier, DR).

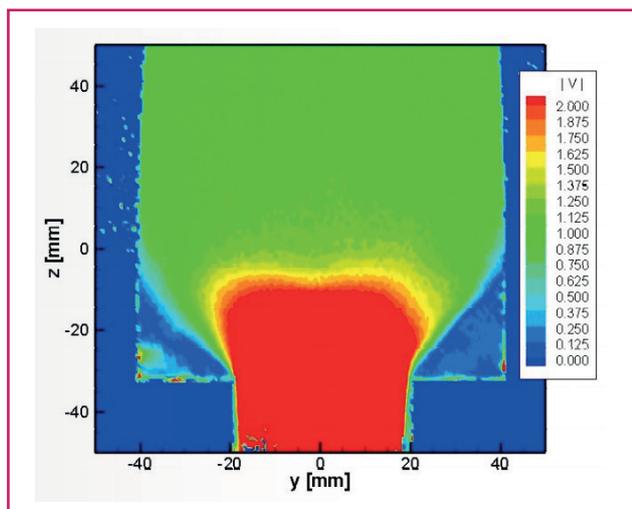


Figure 7 - Écoulement d'un fluide à seuil entrant dans une filière d'extrusion (vitesses en $\mu\text{m/s}$) (Laboratoire Navier, DR).

La configuration standard des IRM (en termes d'aimant, d'antennes et de bobines de gradients) suffit à pratiquer des mesures de vitesse ou de l'imagerie sur des fluides en mouvements. Certaines mesures sont même aujourd'hui praticables en routine par des personnes non spécialistes en RMN. Il n'en reste pas moins que la mise en place de ce type d'expérience requiert une collaboration de longue haleine entre plusieurs spécialités :

- Tout d'abord, la conception en bureau d'étude et la réalisation en atelier de ces appareils, qui doivent garantir la précision géométrique, la rigidité et la résistance mécanique indispensables à la qualité des essais, sans sacrifier aux contraintes de compatibilité électromagnétique.
- La définition du protocole IRM ensuite, et le traitement de données pour la reconstruction des champs de vitesse, qui doit souvent être redéfini pour chaque famille d'échantillons et constitue un terrain permanent d'innovations. Les progrès à ce niveau ont été très significatifs, avec l'obtention en quelques années d'un gain en sensibilité d'un facteur 100 et une gamme de vitesse aujourd'hui mesurables allant de la dizaine de microns à plusieurs centimètres par seconde [19].
- Enfin, le long apprentissage de ce nouvel outil par les utilisateurs : c'est en effet toute une nouvelle culture expérimentale que les rhéologues doivent redévelopper, depuis la manière d'envisager les essais jusqu'à la définition des méthodes d'analyse de données.

Dosage et répartition de l'eau dans les matériaux poreux

Comme le sol et les pâtes cimentaires, les matériaux du génie civil sont poreux (gamme poreuse étendue sur plusieurs décades) et leurs propriétés dépendent à la fois de la quantité d'eau qu'ils contiennent, de sa répartition spatiale, mais également de sa distribution au sein des pores de la microstructure, et ce dans un échantillon « statique » ou bien dans lequel le fluide est en mouvement. L'information recherchée va de la teneur en eau au transfert de fluide, en passant par la physico-chimie de la phase liquide, ou encore la microstructure et la distribu-

tion de tailles de pores. Cela demande des méthodologies adaptées à chaque couple échantillon-investigation.

L'un des atouts d'une IRM est la possibilité de combiner l'imagerie (localisation, quantité d'eau) et la spectroscopie (physico-chimie du milieu). Toutes les caractéristiques de ces matériaux entraînent des difficultés qui sont essentiellement liées justement à la nature poreuse amenant l'alternance d'interface eau/air/matériau, à la teneur en eau parfois très faible et enfin à la présence d'espèces paramagnétiques... Les temps de relaxation RMN sont alors très courts, rendant inadaptées les méthodes d'imagerie classiques utilisées pour le biomédical. Les matériaux cimentaires et le sol réclament ainsi des méthodes spécifiques dont l'objectif général est d'adapter les protocoles d'acquisition à la relaxation rapide de ce type de matériaux.

La plupart des phénomènes étudiés (imbibition, séchage, injection...) sont unidirectionnels. Les sources de contraste dans ces matériaux sont davantage liées à ce gradient unidirectionnel car ces matériaux présentent peu de sources de contraste naturel. L'imagerie 2D ou 3D permet une appréciation qualitative des échantillons (voir figures 8 et 9). L'imagerie 1D est souvent retenue car elle permet de réduire le temps total d'une mesure (quelques secondes à la dizaine de minutes suivant les besoins) et de minimiser la perte de signal par les effets de la relaxation, améliorant nettement la quantité des mesures de teneur en eau. Le paramétrage est essentiellement un compromis à trouver entre la résolution, la sensibilité (le rapport signal sur bruit), la durée acceptable de l'expérience et la cinétique du phénomène à observer.

Une autre méthode concerne l'exploitation de la relaxation. À l'inverse des milieux homogènes dont le signal

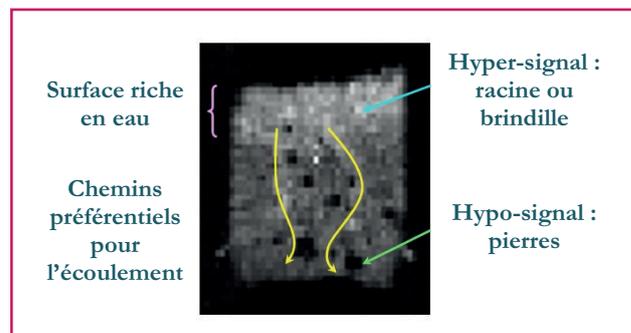


Figure 8 - Échantillon de sol massif, prélevé en plein champ. Plus la nuance de gris est claire, plus le matériau est riche en eau (Laboratoire Navier, DR).

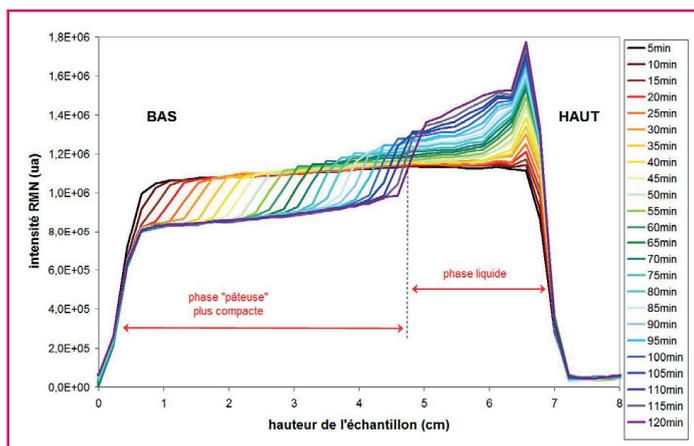


Figure 9 - Échantillon de pâte de ciment gris avant prise.

L'IRM met ici en évidence une sédimentation due à un excès de superplastifiant, ainsi que le ressuage⁽²⁾ d'une mince couche d'eau claire à la face supérieure de l'échantillon (petit pic tout à droite). Les profils sont acquis avec un intervalle de cinq minutes et une résolution de 1 mm (Laboratoire Navier, DR).

relaxe souvent de manière mono-exponentielle, nombre de milieux poreux exhibent une relaxation multi-exponentielle, fruit de la superposition de plusieurs composantes. La distribution des temps de relaxation, extraite par traitement numérique des données, peut être reliée à la distribution de tailles de pores (ou plus précisément au rapport surface/volume local à l'échelle microscopique du matériau). Elle constitue un moyen non destructif pour suivre la structuration de milieux poreux (matériaux cimentaires, sol).

Dans les matériaux cimentaires, l'eau est un élément essentiel, nécessaire aux réactions d'hydratation et plus généralement à l'ensemble du processus de prise. La RMN de l'eau permet dès l'étape du gâchage de surveiller les déstabilisations dues à d'éventuelles erreurs de formulation (figure 9), ou de mettre en évidence l'organisation microscopique immédiate du produit (figure 10), en relation avec les additifs utilisés. Elle se révèle ensuite un indicateur sensible des étapes successives du processus de prise (figure 11) [20]. Elle caractérise enfin la texture poreuse très dispersée du matériau pris (du nm au mm) [21]. Ces pores contiendront ou non de l'eau suivant leur taille. La teneur en eau et la taille des pores ont un impact sur la résistance des matériaux. Elles ont également un impact sur les propriétés de durabilité car les pores et l'eau qu'ils contiennent sont les vecteurs des

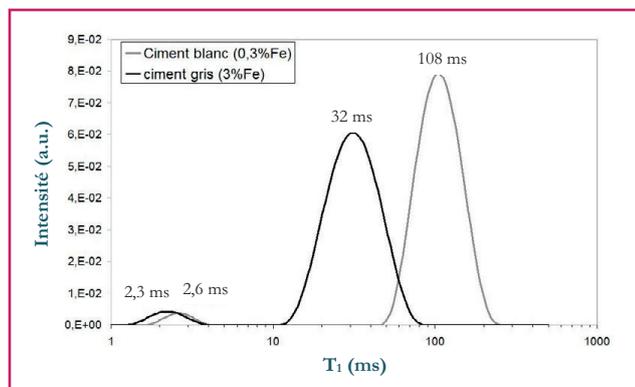


Figure 10 - Structuration interne de pâtes de ciment avant prise.

Les distributions des temps de relaxation T_1 présentent deux composantes : une de temps élevé et une de valeur plus faible correspondant respectivement à l'eau libre et à l'eau piégée dans les floccs de particules cimentaires (Laboratoire Navier, DR).

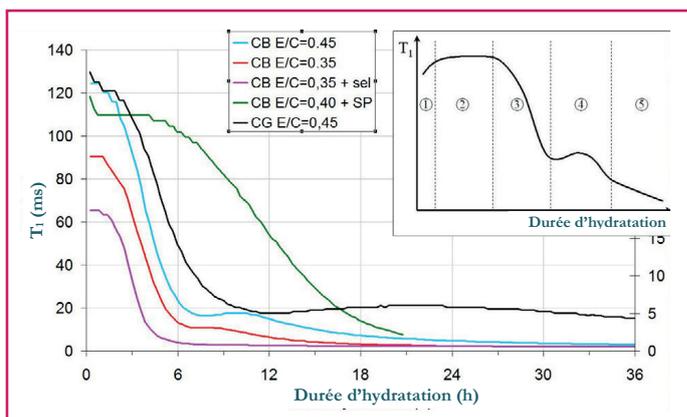


Figure 11 - Suivi de la prise grâce à l'évolution de T_1 pour des pâtes de ciment blanc (CB) ou gris (CG) avec différents rapports eau sur ciment (E/C) et avec l'ajout de sel ou de superplastifiant (SP).

On peut identifier les différentes phases de la prise : 1. Préinduction. Formation d'ettringite. 2. Induction. Hydratation ralentie. 3. Accélération. Prise. 4. Décélération. Réaction d'hydratation contrôlée par la diffusion. 5. Diffusion lente. Hydratation lente (Laboratoire Navier, DR).

éléments dégradants (carbonatation du béton, attaque des chlorures...). La RMN est un moyen pratique de bien appréhender ces aspects.

Des problématiques similaires se retrouvent aujourd'hui dans l'étude des sols. Le sol est un milieu poreux avec des pores de différentes tailles (du nm au mm). Caractériser les pores remplis d'eau pour différents états de saturation [22], étudier le séchage [23] et identifier les pores responsables du transfert d'eau est essentiel pour l'étude des transferts de polluants (métaux ou bactéries) (figures 8 et 12). La méthodologie développée pour le ciment trouve dans ces systèmes un nouveau terrain d'applications.

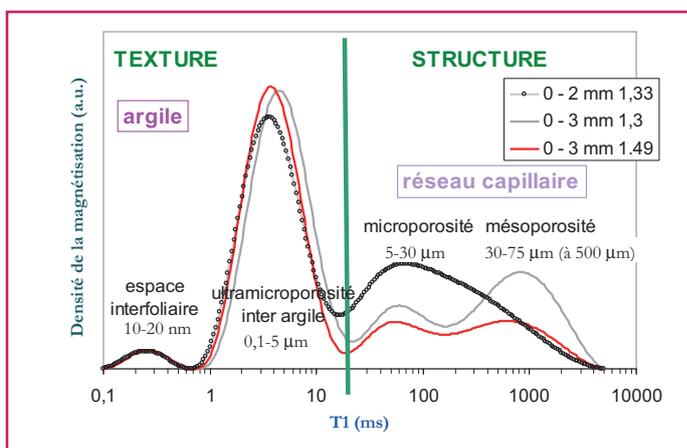


Figure 12 - Distribution de T_1 d'un sol prélevé et restructuré (tamisage 0-2 mm ou 0-3 mm) et tassé avec différentes densités (de 1,3 à 1,49).

Les échantillons sont quasiment saturés d'eau, ce qui permet de distinguer deux domaines : la texture et la structure du sol (Laboratoire Navier, DR).

Notes et références

- (1) Le voxel (contraction de « volumetric pixel ») est un pixel en 3D. Il est utilisé pour la représentation d'espaces 3D, en physique ou en imagerie médicale 3D, par traitement numérique de coupes 2D issues des machines d'investigation (scanner, IRM ...).
- (2) *Ressuage* : remontée d'eau à la surface d'un coulis de ciment, d'un mortier ou d'un béton après la mise en place et le compactage.
- [1] Mariette F., Investigations of food colloids by NMR and MRI, *Curr. Op. in Colloid & Interface Science*, 2009, 14(3), p. 203.

- [2] Van As H., Scheenen T., Vergeldt F.J., MRI of intact plants, *Photosynthesis Research*, **2009**, 102(2-3), p. 213.
- [3] Musse M., Quellec S., Cambert M., Devaux M.-F., Lahaye M., Mariette F., Monitoring the postharvest ripening of tomato fruit using quantitative MRI and NMR relaxometry, *Postharvest Biol. Technol.*, **2009**, 53(1-2), p. 22.
- [4] Musse M., De Guio F., Quellec S., Cambert M., Challos S., Davenel A., Quantification of microporosity in fruit by MRI at various magnetic fields: comparison with X-ray microtomography, *Magnetic Resonance Imaging*, **2010**, 28(10), p. 1525.
- [5] Monziols M., Collewet G., Bonneau M., Mariette F., Davenel A., Kouba M., Quantification of muscle, subcutaneous fat and intermuscular fat in pig carcasses and cuts by magnetic resonance imaging, *Meat Science*, **2006**, 72(1), p. 146.
- [6] Collewet G., Idier J., Compensation of MRI T1-weighted spin-echo images for radio-frequency inhomogeneities, EUSIPCO, Florence (Italie), EURASIP, **2006**.
- [7] Collewet G., Quellec S., Cambert M., Davenel A., Measurement of lipid content in fish: effect of freezing-thawing and of the images inhomogeneities correction, 10th Int. Conf. on the applications of magnetic resonance in food science, Clermont Ferrand, **2010**.
- [8] Davenel A., Bazin C., Quellec S., Challos S., Gispert M., Mercat M.-J., High throughput determination of intramuscular fat content by magnetic resonance imaging, *Journées recherche Porcine*, **2012**, 44, p. 2.
- [9] Mariette F., NMR imaging of dairy products, *Modern Magnetic Resonance, Part 3: Applications in Materials Science and Food Science*, G. Webb (ed), Springer, **2006**, p. 1801.
- [10] Nott K.P., Hall L.D., Bows J.R., Hale M., Patrick M.L., Three-dimensional MRI mapping of microwave induced heating patterns, *Int. J. of Food Science and Technology*, **1999**, 34(4), p. 305.
- [11] Lucas T., Grenier A., Collewet G., Davenel A., NMR imaging of dough, *Modern Magnetic Resonance, Part 3: Applications in Materials Science and Food Science*, G. Webb (ed), Springer, **2006**, p. 1807.
- [12] Lucas T., Musse M., Bornert M., Davenel A., Quellec S., Temperature mapping in bread dough using SE and GE two-point MRI methods: experimental and theoretical estimation of uncertainty, *Magnetic Resonance Imaging*, **2012**, 30(3), p. 431.
- [13] Wagner M., Quellec S., Trystram G., Lucas T., MRI evaluation of local expansion in bread crumb during baking, *Journal of Cereal Science*, **2008**, 48(1), p. 213.
- [14] Coussot P., *Rheometry of pastes, suspensions, and granular materials*, Wiley, **2005**.
- [15] Callaghan P.T., Rheo-NMR: nuclear magnetic resonance and the rheology of complex fluids, *Rep. Prog. Phys.*, **1999**, 62, p. 599.
- [16] Ovarlez G., Rodts S., Chateau X., Coussot P., Phenomenology and physical origin of shear localization and shear banding in complex fluids, *Rheol. Acta*, **2009**, 48, p. 831.
- [17] Bonn D., Rodts S., Groenink M., Rafai S., Shahzadeh-Bonn N., Coussot P., Some applications of magnetic resonance imaging in fluid mechanics: Complex flows and complex fluids, *Annual Review of Fluid Mechanics*, **2008**, 40, p. 209.
- [18] Rodts S., Boujlel J., Rabideau B.D., Ovarlez G., Roussel N., Moucheron P., Lanos C., Bertrand F., Coussot P., Solid-liquid transition and rejuvenation similarities in complex flows of thixotropic materials studied by NMR and MRI, *Phys. Review E*, **2010**, 81, p. 021402.
- [19] Rodts S., Bertrand F., Jarny S., Poullain P., Moucheron P., Développements récents dans l'application de l'IRM à la rhéologie et à la mécanique des fluides, *C.R. Acad. Sci. Chimie*, **2004**, 7, p. 275.
- [20] Faure P.F., Rodts S., Proton NMR relaxation as a probe for setting cement pastes, *Magnetic Resonance Imaging*, **2008**, 26, p. 1183.
- [21] Faure P.F., Caré S., Magat J., Chaussadent T., Drying effect on cement paste porosity at early age, observed by NMR methods, *Construction and Building Materials*, **2012**, p. 496.
- [22] Faure P.F., Michel E., Sammartino S., Doussan C., Magnetic resonance imaging and relaxometry as tools to investigate water distribution in soils, *MRPM 10, AIP 1330*, **2011**.
- [23] Faure P.F., Coussot P., Drying of a model soil, *Phys. Rev. E*, **2010**, 82, p. 036303.



F. Mariette



A. Davenel



M. Musse



G. Collewet



T. Lucas



S. Rodts



P. Faure



P. Moucheron

François Mariette (auteur correspondant) et **Armel Davenel** sont directeurs de recherche, **Maja Musse**, chargée de recherche, **Guylaine Collewet**, ingénieure de recherche, **Tiphaine Lucas**, ingénieur en chef des Ponts, Eaux et Forêts, à l'Irstea, Université européenne de Bretagne*.

Stéphane Rodts est ingénieur en chef des Ponts, Eaux et Forêts, **Paméla Faure** et **Pascal Moucheron** sont chargés de recherche, au Laboratoire Navier, Champs-sur-Marne**.

* Irstea, UR TERE, 17 avenue de Cucillé, CS 64427, Université européenne de Bretagne, F-35044 Rennes.

Courriel : francois.mariette@irstea.fr

** Laboratoire Navier, UMR 8205 IFSTTAR-EPPT-CNRS, 2 allée Kepler, F-77420 Champs-sur-Marne.

Courriels : stephane.rodts@ifsttar.fr, pamelaf@ifsttar.fr, pascal.moucheron@ifsttar.fr

Ressources nationales de chimie

www.educnet.education.fr/rnchimie



RNChimie (Ressources nationales de chimie) est un site destiné aux enseignants des lycées généraux et technologiques, des BTS et des CPGE. Vous y trouverez plus de 600 protocoles de travaux pratiques, des recommandations pédagogiques, des cours, des exercices, des présentations sous forme de diaporamas téléchargeables, des fiches techniques de TP, des informations relatives à la sécurité mais aussi de l'histoire des sciences, des informations et des données sur les techniques spectroscopiques et chromatographiques dont des données expérimentales directement utilisables. Vous y trouverez également des cours, TD et applications sur les plans d'expérience (mathématiques), des cours et exercices de génie chimique, des exemples de TP basés sur la démarche d'investigation.

**RNChimie, c'est 600 pages web,
700 fichiers doc/zip, 930 documents pdf
et des dizaines de diaporamas à votre disposition !**