



HAL
open science

Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poro-mécanique de matériaux cimentaires : propriétés hydrauliques et changements morphologiques

Xiao-Ting Chen

► **To cite this version:**

Xiao-Ting Chen. Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poro-mécanique de matériaux cimentaires : propriétés hydrauliques et changements morphologiques. Autre. Ecole Centrale de Lille, 2009. Français. NNT : 2009ECLI0008 . tel-00577102

HAL Id: tel-00577102

<https://theses.hal.science/tel-00577102>

Submitted on 16 Mar 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**Thèse de Doctorat
de
L'École Centrale de Lille**

Spécialité
Génie Civil

Présentée par

Xiao-Ting CHEN

En vue de l'obtention du grade de
Docteur de L'École Centrale de Lille

Titre de la thèse

**Effet du chauffage sur le comportement
mécanique et poro-mécanique de matériaux cimentaires -
propriétés hydrauliques et changements morphologiques**

Thèse soutenue le 6 juillet 2009 devant le jury composé de :

M. A. NOUMOWE	Professeur des Universités, L2MGC	Président
M. L. DORMIEUX	Professeur, ENPC	Rapporteur
M. J.M. TORRENTI	Professeur, LCPC	Rapporteur
M. A. NOUMOWE	Professeur des Universités, L2MGC	Examineur
M. B. MASSON	Ingénieur, EDF-SEPTEN, Lyon	Examineur
M. F. SKOCZYLAS	Professeur des Universités, ECL	Directeur de thèse
Mme C.A. DAVY	Maître de Conférences, ECL	Co-Directeur de thèse
M. J.F. SHAO	Professeur des Universités, LML	Co-Directeur de thèse

Laboratoire de Mécanique de Lille
Ecole Centrale de Lille
B.P 48, 59651 Villeneuve d'Ascq cedex, France
Ecole Doctorale SPI 072

Table des matières

Remerciements	v
Contexte de l'étude et problématique	1
1 Etude bibliographique	3
1.1 Microstructure des mortiers et des bétons	3
1.1.1 Composition et microstructure de la pâte de ciment	3
Microstructure des C-S-H	5
De l'échelle nanométrique à l'échelle macroscopique	7
1.1.2 Statut de l'eau dans la pâte de ciment	8
1.1.3 Interface pâte de ciment/granulat	10
1.2 Identification et modélisation des phénomènes liés au chauffage	12
1.2.1 Effet de la température sur la microstructure	12
Evolution de la structure poreuse avec la température	12
Fissuration après traitement thermique	14
Analyse des phases en présence dans la pâte de ciment	18
1.2.2 Effet de la température sur le comportement mécanique	20
1.2.3 Effet de la température sur le comportement poro-mécanique	24
Elasticité linéaire isotrope du milieu poreux complètement saturé	25
1.2.4 Effet de la température sur les propriétés de transport convectif	27
Description du transport convectif	27
Evolution de la perméabilité après refroidissement	28
Effet des sollicitations mécaniques sur la perméabilité	29
Evolution de la perméabilité en température	30
1.3 Conclusion	33
2 Description des méthodes expérimentales	35
2.1 Programme expérimental	35
2.2 Matériaux et mode de préparation des échantillons	37
2.2.1 Matériaux utilisés	37
Mortier normalisé	37
Pâte de ciment	37
Bétons CERIB	37
Béton ANDRA	38
2.2.2 Mise en oeuvre	38
2.2.3 Séchage et traitements thermiques	39
2.2.4 Instrumentation	40
2.3 Méthodes de mesures de la porosité	44

2.3.1	Mesure de la porosité par intrusion de mercure	44
2.3.2	Mesure par saturation à l'éthanol	44
2.3.3	Mesure de la porosité à l'eau	45
2.4	Analyse thermogravimétrique	45
2.5	Méthodes de mesure des propriétés mécaniques	46
2.5.1	L'essai de compression uniaxiale	46
2.5.2	L'essai de compression triaxiale sans ou avec déviateur	47
	Mise en place d'un échantillon dans une cellule triaxiale	47
	Procédure expérimentale	48
2.5.3	L'essai en extension latérale	51
2.6	Méthodes de mesure des propriétés de transport convectif	52
2.6.1	Mesure de la perméabilité au gaz en conditions isothermes	52
	Implémentation pratique	52
	Rappels du modèle de dépouillement utilisé	52
2.6.2	Mesure de la perméabilité au gaz sous contrainte déviatorique	53
2.6.3	Mesure de la perméabilité sous températures élevées	53
	Modèle de dépouillement utilisé pour la mesure de perméabilité en régime quasi-permanent d'injection de gaz (Argon) et en conditions non isothermes	54
	Implémentation pratique	56
2.7	L'essai de mesure du volume de pores	62
2.8	Méthodes de mesures des propriétés poro-élastiques	66
2.8.1	Modélisation utilisée pour l'identification des paramètres poro-élastiques	66
2.8.2	Réalisation pratique	68
2.8.3	Analyse statistique des données	69
2.9	Conclusion	70
3	Résultats expérimentaux	71
3.1	Evolutions de la microstructure	71
3.1.1	Perte de masse globale	71
3.1.2	Variation de la porosité avec le traitement thermique	72
3.1.3	Analyse thermogravimétrique	73
3.2	Evolution des propriétés mécaniques avec le traitement thermique	78
3.2.1	Résultats des essais mécaniques uniaxiaux et triaxiaux	78
	Analyse des faciès de rupture	78
	Analyse des courbes contrainte/déformation	79
	Détermination des propriétés élastiques et de la résistance à la rupture	79
3.2.2	Résultats des essais en extension latérale	82
3.3	Evolution des propriétés poro-élastiques après traitement thermique	86
3.3.1	Mise en évidence de l'évolution de la microstructure par essai en compres- sion hydrostatique drainé	86
3.3.2	Essais par changement de pression interstitielle	90
	Evolution de K_s et b à pression de confinement donnée	90
	Influence de la pression de confinement sur K_s et b	93
3.3.3	Comparaison entre H mesuré au gaz et H mesuré à l'éthanol	97
3.3.4	Comparaison des mesures de K_b avec les données d'essais mécaniques	97
3.4	Validation expérimentale : création de porosité ouverte dans la matrice cimentaire suite à un chauffage	99

3.5	Propriétés de transport convectif après traitement thermique	101
3.5.1	Perméabilité au gaz sous contrainte hydrostatique	101
3.5.2	Perméabilité au gaz sous chargement déviatorique	103
3.5.3	Essais couplés de poro-élasticité drainée et de perméabilité au gaz	108
3.6	Perméabilité au gaz sous contrainte hydrostatique et en température	114
3.6.1	Evolution de la perméabilité des bétons CERIB en température	114
3.6.2	Evolution de la perméabilité du mortier normalisé et du béton ANDRA en température	114
	Perte de masse après les cycles de chauffage/refroidissement	114
	Propriétés de transport initiales et résiduelles	115
	Identification d'un effet bouchon pour le mortier	116
	Effet de la saturation en eau	118
	Effet d'échelle (i.e. taille de l'échantillon)	120
	Résultats de perméabilité et effet bouchon pour le béton CEM V ANDRA	121
	Remarques	123
3.7	Conclusion	123
4	Modélisation macroscopique et analyse micro-mécanique	126
4.1	Modélisation macroscopique	126
4.1.1	Présentation du modèle thermo-élasto-plastique couplé avec endommagement Cadre général	126
	Spécificités pour le matériau étudié	129
4.1.2	Procédure d'identification du modèle	134
4.1.3	Simulations et validation du modèle	140
	Vérification de la procédure d'identification	140
	Validation du modèle	141
4.1.4	Evolution et représentation de la perméabilité au gaz	146
4.1.5	Conclusion partielle	149
4.2	Analyse micro-mécanique de la fissuration thermique	150
4.2.1	Un modèle micro-mécanique simple	150
4.2.2	Identification du modèle micro-mécanique et simulations du comportement Identification de la compressibilité	152
	Evolution de la distribution de micro-fissures	153
	Relation entre perméabilité et micro-fissuration	155
	Identification de la déformation plastique	155
4.2.3	Comparaison entre prévisions du modèle et données expérimentales	156
4.2.4	Conclusion partielle	157
	Conclusion - Perspectives	160
	Annexe	164
	Résultats des essais poro-élastiques drainés en compression hydrostatique	164
	Evolution de la perméabilité des bétons CERIB en température	165
	Cas de l'échantillon Gris N°1, initialement sec et de longueur moyenne (58 mm)	165
	Cas de l'échantillon Gris N°-4L, long (80 mm) et partiellement saturé	169
	Cas de l'échantillon Gris N°-4C, court (40 mm) et partiellement saturé	174
	Cas de l'échantillon Rose N°-5C, court (40 mm) et partiellement saturé	176

Cas de l'échantillon Rose N°-5L, long (80 mm) et partiellement saturé . . .	177
Résumé des résultats obtenus : effet bouchon et effet Klinkenberg	178

Bibliographie	182
----------------------	------------

Remerciements

Je tiens à remercier le Prof. Frédéric Skoczylas pour m'avoir proposé un sujet de recherches très riche, et d'avoir accepté de m'encadrer lors de ces travaux. Je remercie également très chaleureusement mes co-directeurs de thèse C.A. Davy et J.F. Shao pour leur aide précieuse au jour le jour. Je remercie tout particulièrement C.A. Davy, pour m'avoir fait confiance dans ce travail, pour ses conseils, pour le temps qu'elle m'a consacré et pour sa patience.

J'adresse un grand merci à Mrs. Luc Dormieux et Jean-Michel Torrenti pour avoir lu cette thèse attentivement et avec bienveillance. Merci à Mrs. A. NOUMOWE et B. MASSON d'avoir accepté de faire partie de mon jury et d'évaluer mon travail. J'adresse également ma gratitude à Mr. A. NOUMOWE pour avoir présidé le jury.

Je souhaite ensuite remercier tous les membres du laboratoire, en particulier Thierry Dubois pour l'aide qu'il m'a apportée lors de la mise en oeuvre et la réalisation des essais et aussi son amitié, Franck Agostini, Laurent Leconte, Nadine Desseyn et Nathalie Dubois.

J'exprime aussi toute ma sympathie aux doctorants du laboratoire pour tous les moments que j'ai partagés avec eux et avec qui je garde des souvenirs impérissables...Merci donc à Flore, Wei, Jian, Mazen pour leur amitié; merci à Yixuan, Jaouad et Fethi, mes collègues de bureau pour tous les échanges que nous avons eu; merci à Zhibo pour ses délicieux plats...

Enfin, j'ai une pensée pour toutes celles et ceux qui m'ont permis de mener à bien cette thèse, à savoir ma famille et mes amis. un grand merci à ma soeur, à mes parents, à mon neveu (doudou) et toute la famille... Un autre grand merci à tous les amis : Michel Hua, Laurent Eugène, Ying Chang, Huarong, Lianlian, Liang, Wenjuan, Yifan, Tianyang, Pengfei, Yifeng... et à tous les autres!

Introduction générale : Contexte de l'étude et problématique

Les matériaux cimentaires sont largement utilisés dans le domaine du Génie Civil. Dans de multiples cas pratiques, ces matériaux peuvent être soumis de façon simultanée à des chargements mécaniques et à des températures relativement élevées. Cela peut se produire dans des conditions d'usage normal, comme lors du stockage de déchets radioactifs, où la température maximale des colis de béton est d'environ 250 °C. En revanche, dans des conditions critiques ou accidentelles, comme les incendies, la température maximale à laquelle est soumise le béton peut dépasser 1000 °C. Quand un matériau cimentaire est exposé à de hautes températures, au-delà de 100°C, ses propriétés physiques (ex : masse, porosité), ses performances mécaniques (ex : résistance en compression, module d'élasticité) et ses propriétés de transfert (ex : perméabilité au gaz) se dégradent du fait de la modification de sa microstructure (ex : teneur en eau, phases en présence) [60, 61, 72, 74, 115, 152, 155].

Le but général de ce travail de thèse est d'évaluer sur un plan expérimental macroscopique les changements de morphologie et de propriétés d'un matériau cimentaire soumis à un traitement thermique préalable et d'effectuer une modélisation constitutive prédictive, et une modélisation micro-mécanique explicative de ce comportement. En particulier, l'influence de l'endommagement thermique, sous la forme d'une micro-fissuration et d'une fragilisation du squelette solide, sur le comportement poro-mécanique des matériaux cimentaires est mal connue. De plus, la littérature montre qu'il n'y a actuellement pas d'étude complète visant à caractériser l'effet d'un traitement thermique à la fois sur les performances mécaniques, poro-mécaniques et de durabilité des matériaux cimentaires. Le Chapitre 1 propose une analyse bibliographique relative à ces aspects. Cette synthèse permet également de justifier les choix que nous avons faits pour mener à bien notre étude. L'effet d'une micro-fissuration, due au traitement thermique, sur ces propriétés nous a particulièrement intéressés. Par exemple dans les travaux de Dormieux et al. [133], de Lion [88] et de Pensée [114] sur les roches, le milieu poreux est défini comme la superposition d'une phase matricielle (d'une partie solide et d'un espace poreux occlus) et d'une phase poreuse (porosité ouverte et accessible aux fluides saturants). Lorsque le matériau poreux est micro-fissuré, on doit prendre en compte la localisation des microfissures, leur ouverture ou leur fermeture, la présence de fluide saturant au sein des fissures, etc.

Il paraissait aussi intéressant d'identifier les propriétés hydrauliques non seulement après traitement thermique, mais également sous températures élevées. Beaucoup de données expérimentales existantes sont obtenues après refroidissement, où la fissuration s'est généralement développée, et où seuls les comportements résiduels subsistent. La mesure de la perméabilité au gaz sous haute température (jusqu'à 200°C) et la mise en évidence de l'effet bouchon, qui empêche le gaz de percoler au travers le matériau poreux, n'ont été que rarement réalisées.

Dans cette étude, nous avons choisi un mortier normalisé (E/C=0,5) comme matériau modèle. Des bétons industriels, issus du CERIB et de l'ANDRA sont également étudiés.

Dans un premier temps, nous avons caractérisé expérimentalement le comportement du matériau modèle après un cycle de chauffage/refroidissement jusqu'à une température T_{max} de 105, 200, 300 ou 400°C, c'est-à-dire : (1) ses propriétés mécaniques (module d'Young E, coefficient de Poisson ν , R_c en compression uniaxiale et compression triaxiale déviatorique), (2) ses propriétés de transport (porosité et perméabilité), (3) ses propriétés poro-mécaniques (module d'incompressibilité drainée K_b , module d'incompressibilité de la matrice solide K_s et coefficient de Biot b), et (4) l'évolution de sa composition (phases en présence) au moyen de l'analyse thermogravimétrique (ATG). Nous avons également identifié un *effet bouchon* (aucun passage de gaz) lors d'un chargement simultané en température et en compression hydrostatique, à la fois pour le mortier modèle et pour les bétons industriels. Les méthodes expérimentales et les modèles de dépouillement des essais que nous avons utilisés sont détaillés au Chapitre 2 ; les résultats obtenus et leur analyse sont présentés au Chapitre 3.

Dans une deuxième partie (Chapitre 4), nous présentons un modèle prédictif thermo-élastoplastique avec endommagement isotrope, dont les paramètres sont identifiés sur la campagne expérimentale de la première partie, et une approche micro-mécanique permettant la modélisation de l'évolution des propriétés poro-mécaniques après traitement thermique.

Chapitre 1

Etude bibliographique

Influence de la température sur la microstructure et le comportement des matériaux cimentaires

Ce chapitre décrit les principales évolutions du matériau cimentaire à haute température ou après chauffage, tels que relevés dans la littérature. Dans la première partie du chapitre, la composition chimique et la microstructure du matériau cimentaire sont rappelées. La deuxième partie décrit les travaux à caractère expérimental, relatifs à l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques, poro-mécaniques et hydrauliques du matériau cimentaire avec la température.

1.1 Microstructure des mortiers et des bétons

Les mortiers et les bétons ont en commun d'être constitués d'une pâte de ciment qui sert de "colle" et tient ensemble les granulats de différentes natures (siliceux, calcaires, etc.). Ce sont essentiellement la pâte de ciment, et son interface avec les granulats, qui vont subir des évolutions microstructurales lors d'un chauffage jusqu'à 400°C (niveau maximum de température envisagé dans ce travail), d'où l'intérêt que nous leur portons dans ce qui suit.

1.1.1 Composition et microstructure de la pâte de ciment

Le ciment est un liant hydraulique obtenu à partir de la cuisson à haute température (de l'ordre de 1450°C) d'un mélange de calcaire (à 80%) et d'argile (à 20%) : mélangé avec de l'eau, il forme une pâte qui durcit du fait d'un processus d'hydratation ; cette pâte conserve sa stabilité par la suite, même lorsqu'elle est placée dans l'eau. Les principaux éléments chimiques qui composent le ciment avant son hydratation sont :

- la silice ou oxyde de silicium : SiO_2 de symbole S.
- la chaux ou oxyde de calcium : CaO de symbole C.
- dans de plus faibles proportions, l'alumine : Al_2O_3 de symbole A et l'oxyde de fer : Fe_2O_3 de symbole F.

Adam M. Neville [107] répertorie les quatre principales phases minérales du ciment non hydraté de type Portland (ou *clinker*), qui sont des combinaisons complexes formées à partir des éléments de base C, S, A et F. Il s'agit de l'alite et la bélite pour les silicates, de la célite pour l'aluminate et l'aluminoferrite, et on trouve également le gypse, voir le Tableau 1.1. Des réactions chimiques nombreuses et variées se produisent dès qu'on mélange le ciment Portland

Minéraux (principales phases - symbole)	Teneur dans le ciment Portland anhydre	Principaux constituants après hydratation (symbole ou formule)
Alite Silicate tricalcique (C_3S)	45-65 %	Silicates de calcium hydratés (C-S-H) et Portlandite $Ca(OH)_2$
Bélite Silicate bicalcique (C_2S)	15-25 %	
Célite Aluminate tricalcique (C_3A) Aluminoferrite tétracalcique (C_4AF)	< 15 % < 10 %	Aluminates (ex : C_4AH_{12}) Aluminoferrite hydratée et $Ca(OH)_2$
Gypse Sulfate de calcium ($C\bar{S}H_2$)	< 3 %	ettringite ($3CaO.Al_2O_3.3CaSO_4.32H_2O$)
Autres $CaCO_3$, MgO , SO_3 , K_2O , Na_2O , etc	≤ 2 %	divers

TABLE 1.1 – A partir des constituants du ciment Portland anhydre mélangé à de l'eau, de nombreuses réactions chimiques se produisent [107]. ($\bar{S} = SO_3$)

anhydre avec de l'eau. Toutefois, les principales phases formées sont les suivantes : les Silicates de Calcium Hydratés (ou *C-S-H* pour *Calcium Silicate Hydrates* en anglais), l'hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$ (ou *Portlandite*), les aluminates de calcium hydratés, et l'ettringite en moindres proportions. Ces phases sont reportées dans le Tableau 1.1, à la suite des éléments du ciment anhydre qui ont permis de les former (lorsque les réactions sont complètes).

Pour un matériau cimentaire donné, les quantités de C-S-H et de Portlandite $Ca(OH)_2$ formées dépendent principalement du rapport massique eau/ciment (ou E/C) et du temps de réaction. En moyenne, une pâte de ciment durcie ordinaire contient 50 % à 70 % de silicates de calcium hydraté (C-S-H) et 25 % à 27 % de Portlandite ($Ca(OH)_2$) [107], le reste étant constitué d'ettringite, de monosulfoaluminate, d'aluminates calciques hydratés et de restes de grains de ciment anhydre [103]. De la calcite $CaCO_3$ est également soit ajoutée comme constituant au ciment (c'est alors un ciment de classe normalisée CEM II), soit elle peut se former à moyen et long terme : c'est le phénomène de carbonatation [107]. Les C-S-H constituent ainsi la phase dominante des matériaux cimentaires de par leur quantité, mais aussi parce qu'ils constituent la "colle" qui tient ensemble les grains de sable du mortier ou les granulats du béton. Les propriétés macroscopiques du mortier ou du béton dépendent donc en grande partie de celles des C-S-H.

Toutefois, la présence de la Portlandite, sous forme de cristaux [6], intervient aussi dans cette résistance [2], et aussi les autres phases présentes qui peuvent également induire des évolutions fortes des propriétés du matériau cimentaire. Par exemple, la Portlandite se structure en cristaux qui jouent un rôle de pont entre les particules de gel de C-S-H [6]. Elle contribue ainsi notablement à la résistance mécanique macroscopique du matériau cimentaire [2].

Après hydratation, les C-S-H ont les propriétés d'un corps solide, mais ils sont qualifiés de *gel*. En effet, leur microstructure est essentiellement amorphe, et elle renferme une quantité d'eau notable : la porosité des C-S-H a été évaluée à 28% de leur volume total par différents auteurs [5, 33]. Ainsi, si l'on excepte l'ettringite, le monosulfoaluminate, les aluminates calciques hydratés et les grains de ciment anhydre résiduels, la microstructure de la pâte de ciment est constituée du solide cimentaire (c'est-à-dire le gel de C-S-H et les cristaux de $Ca(OH)_2$), des vides interstitiels et des pores capillaires, voir la Fig. 1.1 [107]. Dans cette figure, les grains noirs représentent les particules de gel ; les vides interstitiels, situés entre les particules de gel, représentent les pores de gel ; la lettre C se rapporte aux pores capillaires. Le diamètre de ces pores capillaires est compris entre 30 à 300 nm, et l'eau libre se trouve dans ces pores. Les pores de gel mesurent environ 3 nm et contiennent de l'eau liée physiquement et chimiquement [6, 107].

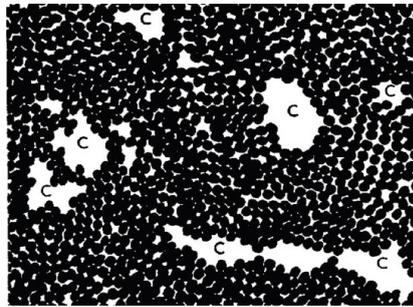


FIGURE 1.1 – Modèle simplifié de la structure d'une pâte de ciment, d'après [107].

Microstructure des C-S-H

A l'échelle atomique, malgré de nombreuses irrégularités, les C-S-H sont rapprochés de la tobermorite, qui est un silicate de calcium naturel [84, 103, 120]. A l'échelle microscopique (de quelques microns), il est généralement admis que les C-S-H ont une structure en feuillets [103, 107, 120] arrangés en lamelles, celles-ci étant généralement désordonnées les unes par rapport aux autres, d'où une microstructure qualifiée d'*amorphe*.

Plus précisément, lorsqu'on les considère individuellement, les C-S-H apparaissent à l'observation microscopique comme des particules fibreuses [6] (voir Figs. 1.2), soit solides, soit creuses, parfois aplaties, parfois ramifiées aux extrémités (sous forme d'un réseau réticulaire), ou comme des grains irréguliers [60, 107]. Pour les représenter, plusieurs modèles ont été proposés dans la littérature. La Fig. 1.3 présente le modèle communément admis, qui est dû à Feldman et Sereida [54]. Dans ce modèle, une particule de C-S-H est définie comme un assemblage de lamelles composées chacune de 2 à 3 feuillets. Chaque lamelle a une épaisseur équivalente à deux à trois couches moléculaires, chaque couche ayant une épaisseur moyenne de 30 Angströms et un espacement de l'ordre de 17 Angströms [153]. La molécule d'eau ayant une dimension de l'ordre de 2.6 Angströms, on peut trouver au maximum 6 à 7 molécules d'eau en insertion entre les feuillets : on parle d'eau *interfeuille* ou *interfoliaire* [6, 60], voir également Fig. 1.5. Une lamelle

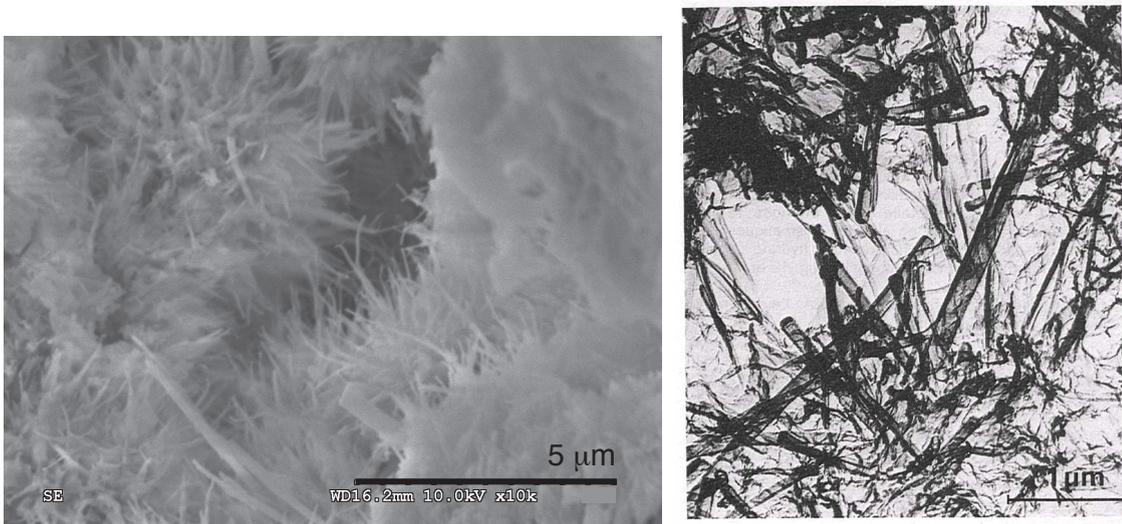


FIGURE 1.2 – (a) Détail de l'enchevêtrement des C-S-H sous la forme d'"oursins", observé au Microscope à Balayage Electronique x10000 (auteur C. A. Davy) ;(b) Feuillet de C-S-H dans un ciment Portland au premier jour d'hydratation ($E/C=0,5$), observé au Microscope Electronique à Transmission au travers d'une lame mince [6].

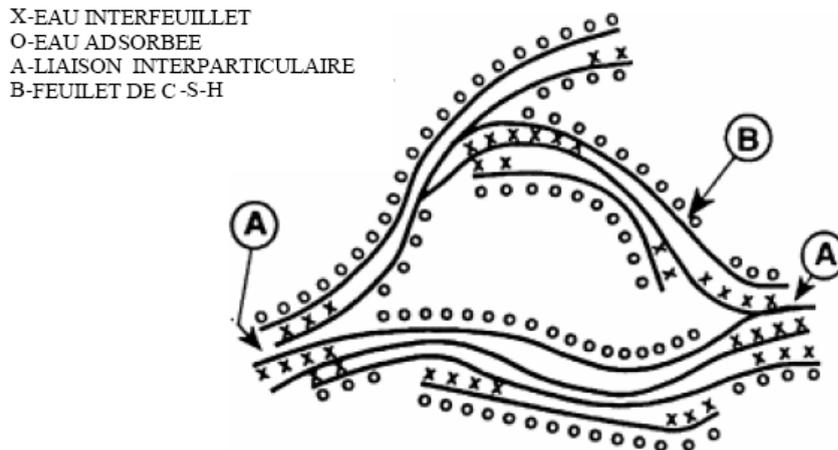


FIGURE 1.3 – Modèle de la particule de C-S-H de Feldman et Sereda, représentant les molécules d'eau liée interfeuillets (croix x) ou adsorbée à la surface des feuillets (ronds o), ainsi que la porosité intra-particulaire (au centre) [60].

mesure environ 10 micromètres dans les deux autres directions. Tous les feuillets ont la même géométrie, et ils sont constitués d'une couche d'octaédres de chaux située entre deux couches de tétraédres de silice [6, 60]. Les feuillets peuvent se rapprocher ou s'éloigner les uns des autres, et ces mouvements relatifs sont réversibles, et liés à la pénétration ou au départ d'eau liée.

Lorsqu'on considère le processus d'hydratation du grain de ciment, deux types d'arrangement spatial sont communément admis pour les C-S-H [76, 103, 140, 148] : les C-S-H externes (ou *Outer C-S-H* en anglais), formés en premier, ont rempli les pores entre les grains de ciment, alors que les C-S-H internes (ou *Inner C-S-H* en anglais), plus denses, se sont formés plus tard au contact

du grain de ciment anhydre, et à son détriment. Ces deux structures ont été mises en évidence expérimentalement par nanoindentation [32] et par Microscopie Electronique à Balayage (MEB, détecteur d'électrons secondaires) [127].

De l'échelle nanométrique à l'échelle macroscopique

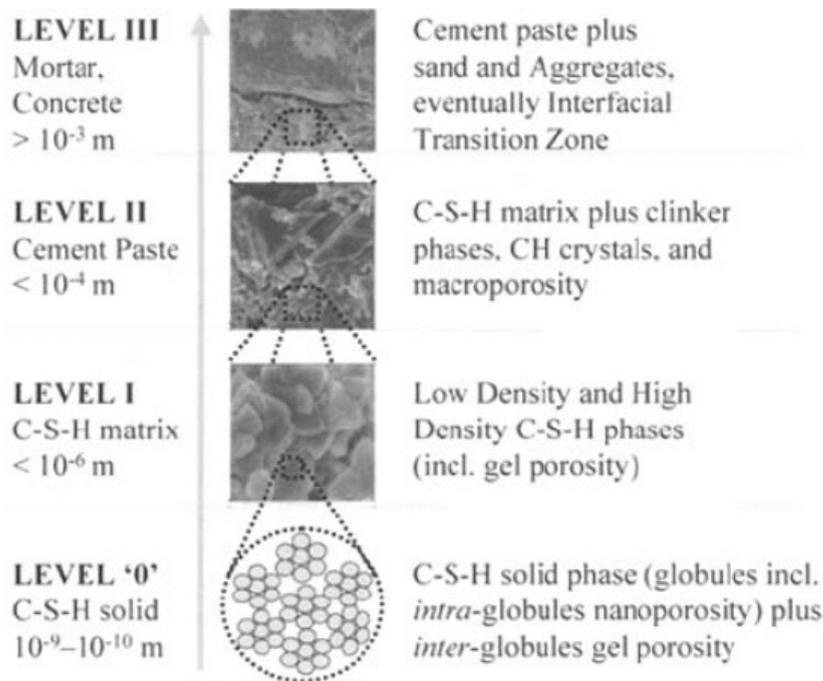


FIGURE 1.4 – Les différentes échelles du matériau cimentaire par Ulm et al. [148].

A partir de l'échelle nanométrique et jusqu'à l'échelle macroscopique, Ulm et al. [148] décomposent la structure des matériaux cimentaires en quatre niveaux élémentaires (de '0' à 'III'), dans le but d'en proposer une modélisation micro-poro-mécanique. Contrairement au modèle de Feldman et Sereda [54], les C-S-H y sont considérés comme des *globules* à l'échelle nano-métrique (10^{-9} à 10^{-10} m) - niveau '0' du modèle, à la suite des travaux de Jennings et Tennis [76, 140]. Si cette représentation des C-S-H a évolué depuis pour intégrer la microstructure en feuillets de Feldman et Sereda [77], l'approche par changement d'échelle proposée par Ulm et al. [148] nous a paru pertinente en terme de séparation d'échelle, et elle permet de comprendre ce que peut être la structure complète d'un mortier ou d'un béton.

En premier lieu, l'échelle nanométrique (10^{-9} à 10^{-10} m) '0' est représentée par l'assemblage de globules de basse et de haute densité, ainsi que d'une porosité inter-globules. Cette échelle est supposée la plus petite à laquelle les propriétés des matériaux sont constantes, quel que soit le matériau cimentaire considéré, ce qui justifie une approche micro-mécanique continue. L'échelle micrométrique 'I' ($\leq 10^{-6}$ m) est celle de la matrice de C-S-H, qui intègre les deux phases C-S-H solides (haute et basse densité) en proportions variables, et la porosité du gel (inter-globules). Cette échelle est la plus petite échelle actuellement accessible aux essais mécaniques (par nano-indentation [32]). Le niveau sub-millimétrique 'II' ($\leq 10^{-4}$ m) comprend la matrice de C-S-H, le clinker non hydraté, les cristaux de Portlandite et les macro-pores. Le niveau 'III' (ou échelle macroscopique) représente le mortier (ou le béton) composé de la pâte de ciment et du sable (et

éventuellement des agrégats), voir Fig. 1.4.

En utilisant les récents développements de Jennings concernant la microstructure des C-S-H [77], Dormieux et al. [126] ont intégré différentes données expérimentales, et validé un modèle micro-poromécanique de l'hydratation de la ciment pâte aux faibles degrés d'hydratation (d'environ 20 %). A l'échelle microscopique, la pâte en cours d'hydratation est représentée par un certain nombre de grains faits d'un cœur de clinker anhydre, entouré d'une couche de C-S-H de haute densité. Ces grains sont eux-mêmes entourés d'une matrice (ou mousse poreuse) de C-S-H de basse densité, et de pores capillaires, dont les proportions respectives varient avec l'hydratation. Les deux types de C-S-H (basse et haute densité) sont supposés être constitués de l'assemblage de briques élémentaires de forme aplatie (et comprenant une porosité structurelle), comme dans le modèle de Feldman et Sereda revu par Jennings [77].

Ces modélisations sont en bon accord avec les travaux rapportés par J. Baron [6], notamment ceux de Sierra [134]. Ils considèrent que la cohésion et la résistance mécanique de la pâte de ciment durcie sont dues principalement :

- (1) aux liaisons entre lamelles qui lui donnent sa texturation très complexe et imbriquée. Il s'agit de liaisons de type soudure (ou *ponts solides*), entre lamelles ou *via* des cristaux d'autres solides (par exemple de Portlandite), ou des liaisons interparticulaires.
- (2) aux liaisons physiques non covalentes de type Van der Waals et de type ponts hydrogène, qui maintiennent des molécules d'eau au sein des feuilletts et entre lamelles (eau inter-feuilletts et inter-lamellaire). Ces liaisons se manifestent à l'échelle nanométrique la plus fine, au sein des C-S-H eux-mêmes, qui sont ainsi reconnus comme les principaux responsables de la cohésion de la pâte de ciment.

1.1.2 Statut de l'eau dans la pâte de ciment

En effet, l'eau contenue dans la pâte de ciment hydratée est liée au solide sous différentes formes. On peut distinguer plusieurs types de liaison de cette eau :

Eau liée chimiquement. En se combinant par réaction d'hydratation avec les grains de ciment, elle entre dans la composition des hydrates (C-S-H, mais aussi ettringite, aluminates, etc.). Elle correspond aux hydroxyles -OH liés par liaison covalente aux atomes de silicium Si et de calcium Ca, qui sont situés sur les faces internes et externes des feuilletts [6, 60], voir la Fig. 1.5. C'est l'eau liée avec le plus de force dans les C-S-H de la pâte de ciment, et c'est donc elle qui demandera le plus d'énergie pour en être évacuée.

Eau liée physiquement. Comme le rappellent I. Gaweska-Hager [60] et J. Baron [6], en considérant le modèle lamellaire du gel de C-S-H de Feldman et Sereda [54], voir Fig. 1.3, R. Sierra [134] dénombre deux types d'eau liée physiquement au sein d'une même particule de C-S-H : (1) l'eau interfeuillet (ou interfoliaire), et (2) l'eau interlamellaire. L'eau interfeuillet est fixée entre les feuilletts d'une lamelle. Comme dans la structure de la glace, chaque molécule d'eau est triplement liée aux hydroxyles des hydrates situés sur les feuilletts par des ponts hydrogène, qui sont dix fois plus solides que des liaisons de Van der Waals. De ce fait, l'eau interfeuillet est de très faible degré de liberté, et elle participe à la cohésion de la particule. L'eau interlamellaire, qui se trouve dans ce que l'on peut qualifier de micropores (ou pores de gel), est adsorbée à la surface externe des lamelles. Elle est située à la surface des feuilletts, soit fixée sur un hydroxyle des hydrates, soit liée à d'autres molécules d'eau par liaisons de type Van der Waals, voir la Fig. 1.5. L'eau interfeuillet et l'eau interlamellaire sont toutes les deux retenues liées aux hydroxyles

des hydrates par des attractions de type pont hydrogène, mais avec une force plus faible pour l'eau interlamellaire que pour l'eau interfeuillet. D'après le modèle de Feldman et al. [54], voir Fig. 1.6, ce sont ces deux types d'eau qui expliquent les variations du module d'Young du matériau cimentaire avec son degré de saturation [6].

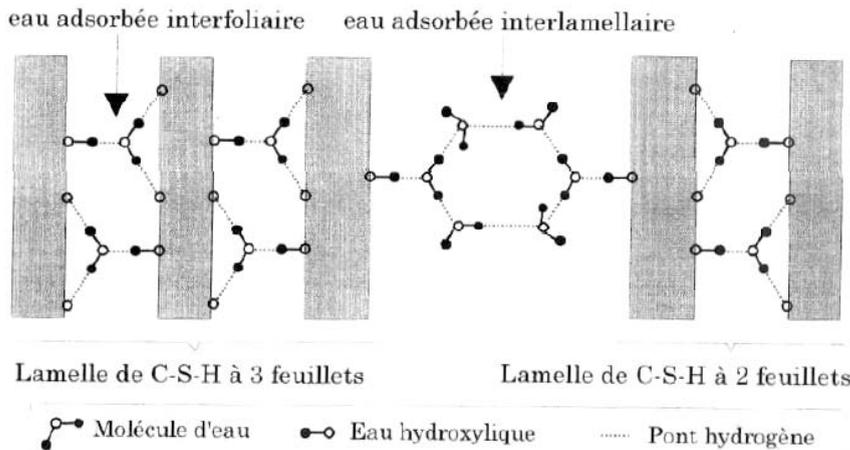


FIGURE 1.5 – Modèle de Sierra [134].

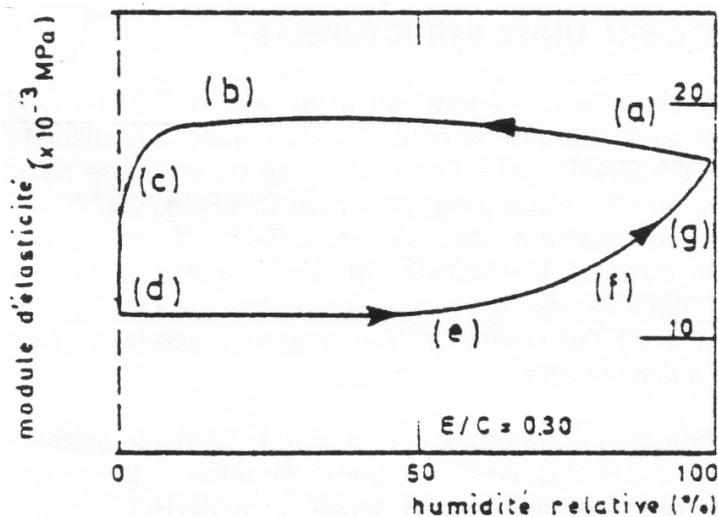


FIGURE 1.6 – Evolution du module d'Young avec l'humidité relative, lors du passage d'un état complètement saturé (en a), à un état complètement désaturé (en d), et lors de la resaturation du matériau cimentaire (jusqu'en g), selon le modèle de Feldman et al. [54].

Eau adsorbée : de l'eau liée physiquement ou chimiquement. Il existe également de l'eau dite *adsorbée* à la surface de la pâte du ciment, par deux phénomènes distincts :

- (1) l'adsorption physique lie les molécules d'eau par des liaisons de type Van der Waals aux atomes à la surface de la pâte. Elle peut former plusieurs couches régulières et

superposées.

- (2) la chimisorption, phénomène lent, qui correspond à la formation d'une liaison chimique entre les atomes à la surface de la pâte et les molécules d'eau. La chimisorption n'est généralement pas uniforme, et elle est susceptible de former au maximum une seule couche continue de molécules d'eau à la surface du matériau.

Eau libre. Elle se trouve dans les macropores, appelés aussi pores capillaires. En effet, cette eau subit essentiellement des phénomènes de nature capillaire tels que décrits par la loi de Laplace (ou équation de Washburn [42]) :

$$P_c = P_g - P_l = \frac{2\gamma}{r} \cdot \cos \theta \quad (1.1)$$

avec P_c la pression capillaire, P_l la pression de l'eau, P_g la pression de la phase gazeuse (généralement de l'air), r le rayon de pore où le ménisque interfacial se forme, θ l'angle de mouillage et γ la tension superficielle de l'interface entre eau liquide et phase gazeuse, voir Fig. 1.7. L'angle de mouillage θ est nul si le liquide est parfaitement mouillant, comme par exemple dans le cas de l'eau. Alors $\cos \theta = 1$, et la pression capillaire s'écrit simplement $P_c = 2\gamma/r$. Lors d'un chauffage, l'eau libre pourra se vaporiser dans les conditions de température et pression décrites par le diagramme de Mollier [13]. En particulier, à température T donnée et à pression ambiante, la loi de Kelvin décrit la relation entre humidité relative HR et pression capillaire P_c par : $P_c = -\rho_l R T \ln(HR)/M_v$ avec $\rho_l=100 \text{ kg/m}^3$ et $M_v=0,018 \text{ kg/mol}$ pour l'eau liquide, $R=8,34 \text{ J/K/mol}$, et T en Kelvins. L'humidité relative est définie par $HR = P_v/P_{vs}$ où P_v est la pression de vapeur et P_{vs} est la pression de vapeur saturante à la température T considérée.

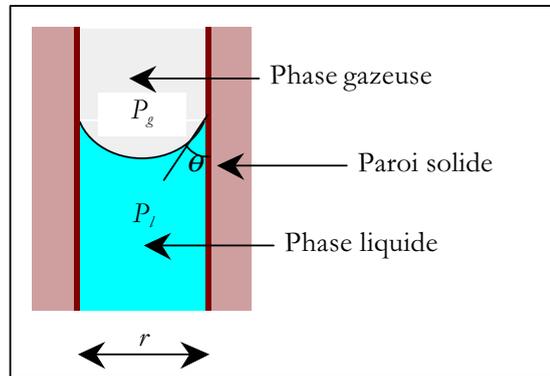


FIGURE 1.7 – Illustration de l'équation de Laplace pour un capillaire cylindrique non saturé tirée de [103].

1.1.3 Interface pâte de ciment/granulat

Les propriétés mécaniques et la durabilité des matériaux cimentaires dépendent non seulement de la qualité de la pâte de ciment (nature du ciment utilisé, rapport E/C, adjuvants, etc.), de la nature et de la granulométrie des agrégats et de la proportion de chacun d'eux, mais elles sont également liées à la qualité de la liaison qui s'établit entre la pâte et les granulats [2]. Différentes études [83, 128] ont montré que la microstructure de la pâte de ciment entourant les granulats est différente de celle de la pâte de ciment loin de ceux-ci, et qu'il existe une interface entre la

pâte de ciment et le granulat, appelée auréole de transition ou *Interfacial Transition Zone* (ITZ) en anglais.

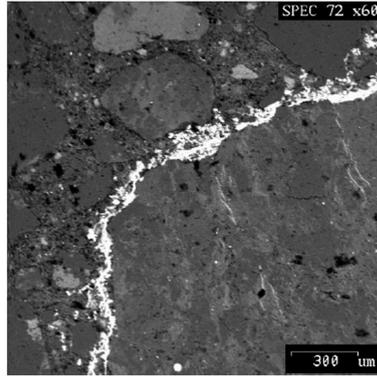


FIGURE 1.8 – Photo prise au Microscope Electronique à Balayage de la surface polie d'un béton, après imprégnation au métal de Wood à 80°C, montrant une plus grande pénétration au niveau de l'auréole de transition (en blanc), tiré de Scrivener et al. [128].

En particulier, des observations au Microscope Electronique à Balayage de surfaces polies de béton ont mis en évidence l'existence de cette interface, en imprégnant préalablement le matériau à 80°C par du métal de Wood [128]. Pour un granulat non poreux, la photo Fig. 1.8 montre une zone blanche, correspondant à une plus forte densité de métal de Wood à l'interface pâte/granulat, due à une plus grande porosité de cette zone. Par ailleurs, Salih [125] a montré que la perméabilité de l'interface est plus élevée que celle de la matrice de pâte. Pour des granulats non poreux, cette auréole de transition est généralement une zone de cohésion plus faible [83], considérée comme le maillon faible du matériau cimentaire. L'existence d'une interface pâte/granulat faible explique la création de microfissures [83], notamment après traitement thermique, voir Section 1.2.1.

L'existence des auréoles de transition est justifiée par différents auteurs [107, 128] par l'effet de paroi (ou *wall effect* en anglais). En effet, pendant le malaxage, les grains de ciments anhydre, très fins, ne peuvent pas s'assembler très près des granulats relativement gros. Ainsi, il y a moins de ciment (et davantage d'eau) au contact des granulats, qui puisse s'hydrater et remplir la zone interfaciale comme dans la masse de la pâte : après hydratation, cette zone est plus poreuse que le reste de la pâte de ciment hydratée. Cette zone interfaciale, qui se développe en bordure des gros granulats, est d'autant moins épaisse que les granulats sont fins [83, 107].

Pour des granulats de type siliceux (quartz) tels que ceux utilisés dans notre étude, Diamond et al. [4] proposent une description de la microstructure de l'auréole de transition : au contact du granulat, il existe une zone "duplex" faite de Portlandite, mélangée par endroits avec des C-S-H, et d'une épaisseur de 1 micron environ ; au-delà se trouve la zone de transition, d'une épaisseur d'environ 50 microns, qui contient des grains creux de C-S-H (ou *hollow-shell hydration grains* en anglais), sans clinker anhydre, mais enrichis de Portlandite et d'ettringite. La présence de grains creux de C-S-H suggère une accélération de l'hydratation à l'interface, due à une plus grande présence d'eau (du fait de l'effet de paroi), et elle est à l'origine d'une plus grande porosité. Au contraire, lors de l'emploi de granulats légers, poreux, l'eau en excès en surface est généralement absorbée par les granulats, lorsqu'ils ne sont pas complètement pré-saturés, ce qui densifie l'interface et peut améliorer sa qualité [2, 46].

1.2 Identification et modélisation des phénomènes liés au chauffage

Exposé à des températures relativement élevées, et notamment jusqu'à 400°C, un matériau cimentaire subit un endommagement notable. Le chauffage induit différentes modifications de ses propriétés [143], et en particulier, des changements de microstructure accompagnés de perte d'eau structurale et d'une microfissuration [57,58], d'où des pertes de performances hydrauliques, mécaniques, et poro-mécaniques [60,61,72,74,115,152,155], comme nous le détaillons ci-dessous.

1.2.1 Effet de la température sur la microstructure

Le chauffage d'un matériau cimentaire influence en premier lieu sa microstructure, et en particulier son réseau poreux (distribution de taille de pores, porosité totale), son niveau de fissuration, voire les phases dont il est constitué. Différents moyens expérimentaux permettent de mettre en évidence ces changements, au rang desquels la porosimétrie au mercure ou *Mercury Intrusion Porosimetry* (MIP) en anglais, les observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB), l'analyse thermogravimétrique (ATG), dont différents résultats sont présentés ci-dessous.

Evolution de la structure poreuse avec la température

La structure du réseau poreux connecté a une grande influence sur les propriétés du matériau cimentaire : module d'Young (rigidité), résistance, perméabilité, etc. [107,108]. A notre connaissance, seule la porosité à l'état résiduel a été investiguée, mais pas en cours de chauffage [29]. Différents éléments sont néanmoins connus, et présentés ci-dessous.

Comme le souligne A. Noumowé [108], la structure poreuse d'un béton n'est pas identique à celle de sa pâte de ciment considérée (et formulée) séparément, et elle diffère également de la structure poreuse de la pâte du mortier de même formulation mais fabriqué indépendamment : la pâte de ciment extraite du béton est plus poreuse que celle du mortier que l'on peut lui associer, et elle est encore plus poreuse que la pâte de ciment pure. Ces différences sont attribuées à la porosité, généralement plus élevée, de l'interface pâte/granulat, qui augmente avec la taille du granulat.

Bien que controversée [42], la porosimétrie par intrusion de mercure (*Mercury Intrusion Porosimetry*, ou MIP, en anglais) est une méthode utile pour investiguer l'évolution du réseau poreux avec la température. Elle donne une évaluation de la répartition des tailles de pores et du volume poreux en supposant que les pores sont des trous cylindriques de diamètre variable, tous placés en parallèle, voir une description plus complète au Chapitre 2. Les pores dont seule l'entrée est étroite et le fond plus large (*bottle neck pores* en anglais) sont comptabilisés, de façon erronée, comme des pores étroits. Par ailleurs, le mercure étant forcé à entrer sous pression dans le réseau poreux, il peut aller jusqu'à briser des ponts solides, et fausser la mesure. Ainsi, S. Diamond [42] conclut que la porosimétrie au mercure fournit essentiellement des diamètres de pore seuils et des volumes de pores accessibles au mercure, plutôt que des mesures de la distribution réelle de taille de pores. Elle peut tout de même être utilisée afin de comparer la connectivité et l'accessibilité de différents réseaux poreux [52]. La gamme de mesure accessible descend jusqu'à 2 à 4 nanomètres [52,108].

Rostasy et al. [122] ont identifié la distribution de taille de pores en fonction de la température de traitement thermique ($T = 300, 600$ et 900°C) pour une pâte de ciment Portland hydratée, voir Fig. 1.9. Comme cela était prévisible, le volume total de pores augmente notablement avec T à partir de 300°C , et la distribution de taille de pores est plus étalée, ce qui signifie qu'il

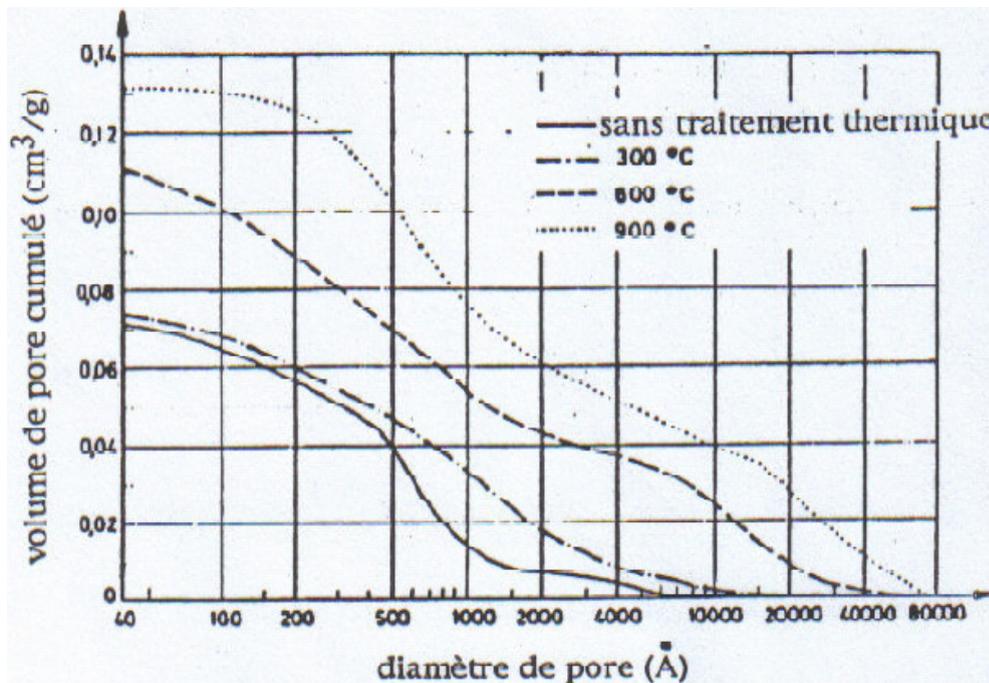


FIGURE 1.9 – Volume poreux de pâtes de ciment Portland après exposition à une haute température (300, 600 et 900°C) [122].

y a création de pores. Il y a apparition de très gros pores (de l'ordre du micron), alors qu'en parallèle augmente notablement la proportion des petits pores (de l'ordre de 4 à 10 nanomètres, correspondant plutôt aux pores de gel) et celle des gros pores (100 nanomètres, correspondant plutôt à des pores capillaires). A. Noumowé [108] estime que la création de très gros pores correspond à une expansion de gros pores (capillaires) suite à la destruction des particules de pâte leur servant de paroi, et l'augmentation de la proportion des petits et gros pores serait liée à la création de micro-fissures.

Egalement par la méthode de porosimétrie au mercure, Diederichs et al. [43] ont déterminé l'évolution de la porosité accessible d'un mortier traité thermiquement jusqu'à 950°C, voir la Fig. 1.10 donnant la distribution de taille de pores accessibles en fonction de T (limité à 450°C). Pour chaque température T , la partie des courbes d'aire foncée, qui se maintient malgré le traitement thermique, correspond à la porosité capillaire de la pâte de ciment hydratée, alors que les courbes d'aire claire, qui se déplacent vers les plus grandes tailles de pores avec la température T , illustrent la population des pores propres au mortier [29]. M. Tsimbrovska [145] attribue cette partie à la fissuration à l'interface pâte-granulat. Ainsi, la porosité connectée augmente, et l'apparition de fissures autour des granulats contribue même à augmenter la tortuosité du réseau [29]. Toujours selon M. Tsimbrovska, au cours du chauffage, une partie des pores les plus fins (de diamètre inférieur à 2-4 nm, non détectables par porosimétrie au mercure) s'élargit pour devenir des pores capillaires (de diamètre supérieur à 2-4 nm, détectables par porosimétrie au mercure) : à la Fig. 1.10, c'est la partie en noir de la courbe après chauffage à 450°C.

Grâce à la porosimétrie au mercure et à des essais en compression uniaxiale, Rossler et al. [121] ont identifié expérimentalement la vitesse de décroissance de la résistance résiduelle en compression R_c en fonction du volume de pores $\phi = V_p/V_{total}$, pour une pâte de ciment Portland hydratée. Ils ont validé leurs résultats avec les études antérieures sur le sujet [108], et montré que

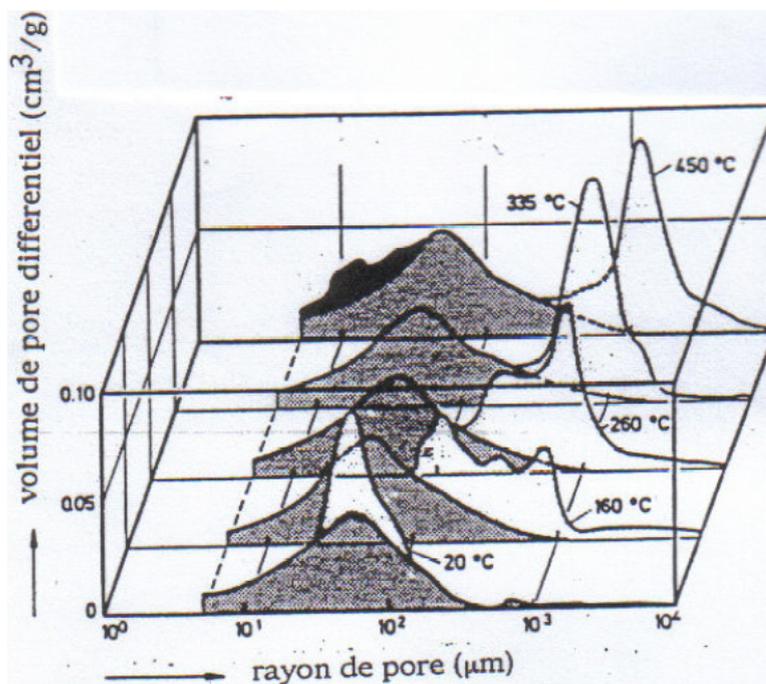


FIGURE 1.10 – Distribution de taille de pores accessibles au mercure d'un mortier E/C=0.5 en fonction de la température de traitement thermique T (160, 260, 335 et 450°C) [145].

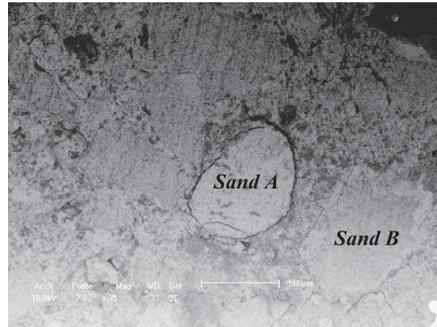
la résistance R_c est divisée par 2,8 (soit presque trois) lorsque ϕ est multipliée par deux, dans une gamme de porosité comprise entre 5 et 25 % et pour des résistances R_c allant jusqu'à 150 MPa. Pour les bétons, l'évolution de la porosité totale avec la température est généralement décrite par une relation linéaire du type : $\phi(T) = \phi_0 + A_n(T - T_0)$, T_0 étant généralement comprise entre 100 et 300°C [29]. Par exemple, Lion et al. [89] ont identifié l'évolution de la porosité résiduelle (i.e. après refroidissement) pour un mortier normalisé (E/C=0,5) soumis à traitement thermique, par la méthode de saturation à l'éthanol d'échantillons préalablement séchés en étuve à 60°C, voir description de la méthode au Chapitre 2. La porosité moyenne du mortier à l'état sain est égale à 14 % et elle augmente de façon significative jusqu'à 16,9 % après un traitement à 250°C (plutôt que 300°C pour Rostasy et al. [122]). Ainsi, en utilisant les relations $R_c(\phi)$ de Rossler et al. [121] et une relation linéaire $\phi(T)$, il est possible de décrire directement la perte de résistance mécanique avec le traitement thermique [108].

Fissuration après traitement thermique

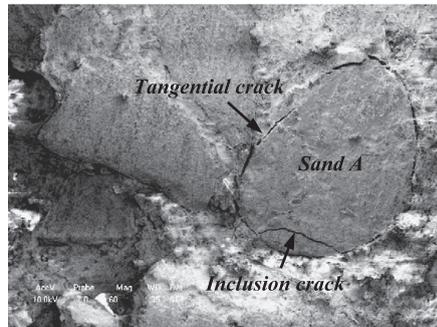
Quand un matériau cimentaire est soumis à des températures élevées, l'endommagement thermique du squelette solide est dû à différents phénomènes conduisant (entre autres) à sa micro-fissuration, et qui peuvent se produire lors de la montée en température, mais aussi lors du refroidissement [108].

Lors d'un chauffage, la différence de dilatation entre la pâte et les agrégats croît avec la température [58, 113]. En effet, alors que les agrégats (calcaires, siliceux ou autres) se dilatent continûment avec la température, la pâte de ciment se dilate jusqu'à 150°C environ, puis elle se contracte au-delà [107]. Pour la pâte de ciment, le coefficient de dilatation thermique linéaire

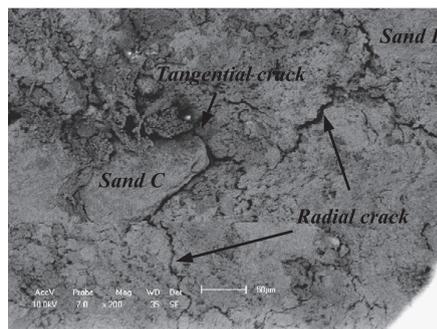
est de l'ordre de 11 à $16 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ jusqu'à 150°C , alors qu'il varie de 5 à $13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pour la plupart des agrégats. Le retrait de la pâte de ciment au-delà de 150°C est la conséquence de la décomposition chimique des hydrates, qui perdent leur eau liée dès 105°C à 145°C [103]. De tels phénomènes génèrent de la micro-fissuration, particulièrement à l'interface entre pâte et granulat [11,57].



(a) Crack patterns at 300°C , $\times 35$ in mortar (M-300)



(b) Tangential and inclusion cracks at 300°C , $\times 60$ in mortar (M-300)



(c) Radial and tangential cracks at 300°C , $\times 120$ in mortar (M-300)

FIGURE 1.11 – Trois types de fissures observés au MEB dans un mortier traité à 300°C , d'après Fu et al. [57].

Des observations au MEB de différents types de fissures dans un mortier traité à 300°C ont été réalisées par Fu et al. [57], voir la Fig. 1.11. Lors d'un chauffage jusqu'à 105°C , dans le cas où la pâte de ciment se dilate davantage que le granulat, des fissures tangentielles se développent à l'interface pâte et granulat par décohésion. Pour des températures supérieures à 105°C , lorsque la dilatation de la pâte devient inférieure à celle du granulat, des fissures radiales se forment au sein de la pâte. Des fissures au sein des granulats sont également observées. De plus, Fu et

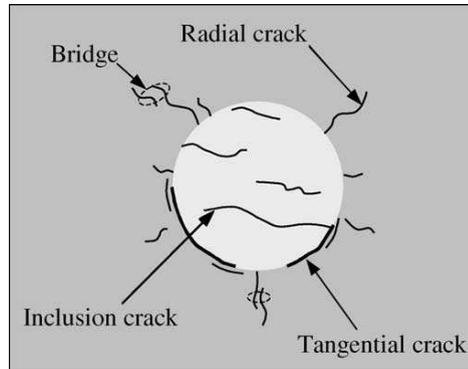


FIGURE 1.12 – Illustration des trois principales possibilités de propagation de fissure en fonction de la température, telles qu’observées puis modélisées par Fu et al. [58].

al. [58] ont développé un modèle numérique permettant de simuler la propagation des fissures en fonction de la température : les trois principales possibilités de propagation de fissure (radiale, tangentielle et au sein d’un agrégat) sont illustrées à la Fig. 1.12.

Pour la pâte de ciment pure, la fissuration thermique est attribuée à la déshydratation et à l’incompatibilité thermique entre les différents hydrates (ou phases) dans la matrice solide [7]. En effet, avec l’augmentation de la température, le départ d’eau libre, puis d’eau liée, explique la création de fissures [89, 108]. L’eau libre est évacuée des pores capillaires de la pâte jusqu’à 105 à 145°C, le départ d’eau liée dans les C-S-H commençant au-delà [84, 93, 103]. La déshydratation de la Portlandite est réputée commencer à partir de 400 °C (température maximale de traitement thermique utilisée dans notre étude). Ces éléments sont également utilisés lors de l’analyse thermogravimétrique, voir ci-dessous.

Lors du refroidissement, le matériau cimentaire continue également d’évoluer [16] et sa fissuration peut même se poursuivre [108]. En effet, Castellote et al. [16] ont montré expérimentalement, par une technique de diffraction de neutrons, qu’une pâte de ciment Portland chauffée puis refroidie à 620°C va non seulement voir ses principales phases se décomposer lors de la montée en température, mais aussi, pour certaines, évoluer lors du refroidissement, voir Fig.1.13. En effet, alors que l’ettringite disparaît définitivement au-dessus de 90°C et les C-S-H au-dessus de 400°C, la Portlandite $Ca(OH)_2$, dont la décomposition complète a lieu entre 520 et 560°C (selon la surface d’échantillon offerte aux échanges, et selon la vitesse de chauffage/refroidissement), se re-forme partiellement lors du refroidissement, à partir de la chaux vive issue de sa déshydratation. Comme cela était prévisible, voir Section ci-dessous, calcite et larnite (ou bélite) sont peu affectées par un chauffage jusqu’à 620°C. La re-formation de Portlandite lors du refroidissement d’une pâte de ciment est attestée par A. Noumowé [108] à partir des travaux de Nasser et al. [105]. En particulier, A. Noumowé souligne l’expansion de la chaux vive lors de son hydratation, celle-ci jouant un rôle majeur dans la formation de fissures lors du refroidissement. En effet, si le ciment est remplacé en partie par des cendres volantes, celles-ci réduisent la proportion de Portlandite grâce à des réactions pouzzolaniques, et la fissuration au refroidissement est également nettement amoindrie. En l’absence d’ajouts tels que les cendres volantes, il est conseillé de protéger la pâte par une enveloppe étanche pour éviter la re-formation de Portlandite, et donc, la fissuration au refroidissement [108].

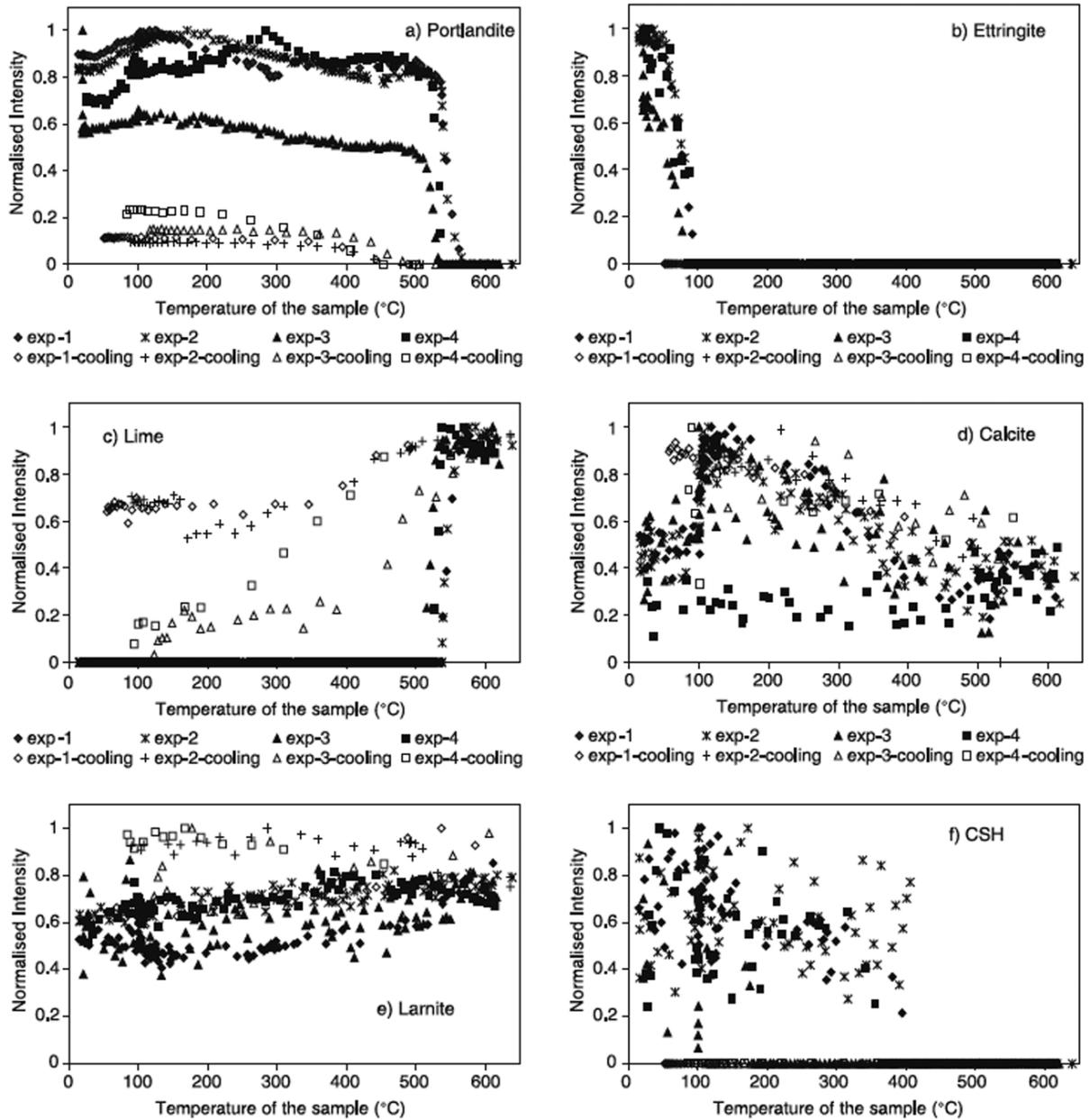


FIGURE 1.13 – Evolution de l'intensité normalisée donnée par la technique de diffraction de neutrons, pour les différentes phases d'une pâte de ciment lors d'un chauffage à 620°C (points en noir), et lors du refroidissement (points en blanc cerclé de noir), par Castellote et al. [16]. Cette intensité est une image de la proportion des différentes phases à T donnée. *Larnite* désigne la bélite et illustre l'évolution de la proportion de ciment anhydre, *lime* désigne la chaux vive CaO . Portlandite, calcite CaCO_3 , ettringite et CSH sont également représentées.

Au final, on retiendra que la fissuration due à un traitement thermique peut comprendre à la fois la création de nouveaux vides (par exemple, des micro-fissures s'élargissant pour former des pores) et l'élargissement irréversible des pores préexistants. Ces évolutions du réseau poreux

connecté, sous la forme d'une fissuration plus ou moins étendue, sont considérées comme étant une cause importante de l'évolution des propriétés mécaniques, poro-mécaniques et de transport après traitement thermique, comme nous allons les présenter par la suite. Par contre, l'initiation et la poursuite de la fissuration, induite par un chargement mécanique postérieur au traitement thermique, ne sera abordée que dans la Section 1.2.2.

Analyse des phases en présence dans la pâte de ciment

La technique d'analyse thermogravimétrique (ATG) ou thermogravimétrie (TG) est utilisée pour les matériaux cimentaires car elle permet d'évaluer, de façon quantitative, les proportions des différentes phases (ettringite, C-S-H, Portlandite, calcite, etc.) qui y sont présentes, en chauffant un échantillon de matériau et en mesurant l'évolution de sa masse avec la température. Celle-ci diminue en effet notablement lors de la déshydratation (ou déshydroxylation) de l'ettringite, des C-S-H et de la Portlandite $Ca(OH)_2$ et lors de la décarbonatation de la calcite. Dans le cas d'une pâte de ciment, ces réactions de décomposition chimique sont étagées les unes par rapport aux autres, ce qui permet de distinguer la contribution de chaque phase à la perte de masse [5, 84, 93, 103].

Ce système peut être couplé à une mesure différentielle de la température (ATD), qui donne une évaluation du flux de chaleur perdue ou emmagasinée au cours du chauffage. Les pics du flux de chaleur correspondent aux réactions de décomposition chimique qui se produisent lors du chauffage. En l'absence d'ATD, les résultats d'ATG sont dérivés et lissés afin d'obtenir les courbes de dérivées thermogravimétriques (DTG) qui présentent également des pics traduisant les points d'inflexion des courbes d'ATG et correspondant aux réactions chimiques qui ont lieu. Dans les deux cas, l'utilisation des pics d'ATD ou de DTG permettent de délimiter nettement les températures de début et de fin des réactions de décomposition avec le chauffage.

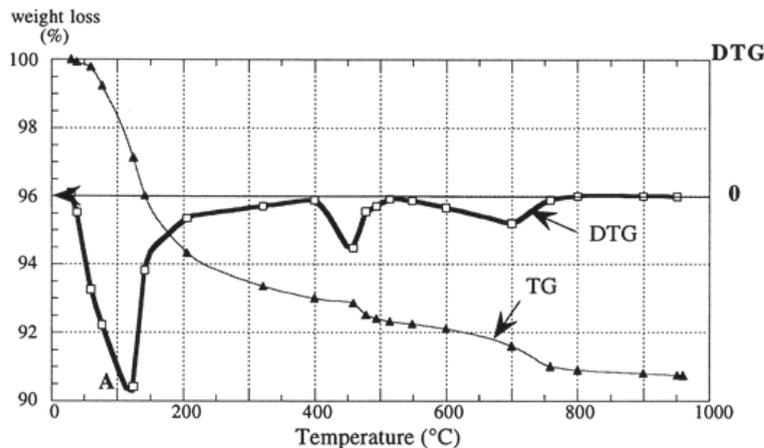


FIGURE 1.14 – Courbes typiques d'ATG et DTG obtenus pour un échantillon de pâte de ciment (CEM I+fumées de silice+super-plastifiant) par Loukili et al. [93].

Par exemple, la Fig. 1.14 présente le résultat d'un essai d'ATG sur un échantillon de pâte de ciment constituée de ciment Portland CEM I, de fumées de silice et d'un super-plastifiant sec (sulfonate de naphthalène condensé), tel qu'obtenu par Loukili et al. [93]. Des portions brutalement décroissantes sur la courbe de perte de masse en parallèle de pics endothermiques sur la courbe

de DTG caractérisent la décomposition des produits d'hydratation du ciment. En particulier, le point A situé, selon les échantillons, dans une gamme de températures entre 105 et 130°C est considéré par les auteurs comme la limite entre la fin de la perte d'eau libre (et une partie de l'eau adsorbée) et le début de la perte de l'eau liée dans les hydrates. Ils retiennent la température de 130°C comme début de déshydratation des C-S-H, en bon accord avec la gamme de températures comprise entre 105 et 145°C généralement choisie par différents auteurs [5, 84, 103]. La température de fin de cette décomposition est donnée par la fin du pic de DTG, et au plus tard à 400°C. Par contre, la perte de masse en dessous de 105°C n'est pas comptabilisée comme relative aux C-S-H dans le sens où elle est conventionnellement attribuée au départ d'eau libre capillaire. Comme le montrent Castellote et al. [16], la décomposition des C-S-H est en pratique relativement continue jusqu'à 400°C puisqu'on en comptabilise jusqu'à cette température, voir Fig. 1.13, et G. Mounajed [102] rappelle que l'on peut avoir également une seconde décomposition des C-S-H entre 600 et 700°C, voir Fig. 1.15. Le second pic situé entre 420 et 500°C correspond à la déshydroxylation de la Portlandite, et le troisième, situé entre 600 et 750°C représente la décarbonatation de la calcite.

Entre 30 et 120 °C :	L'eau libre et une partie de l'eau adsorbée s'échappent du béton. L'eau non liée est complètement éliminée à 120°C.
Entre 130 et 170 °C :	Une double réaction endothermique peut avoir lieu correspondant à la décomposition du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
Autour de 180 °C et jusqu'à environ 300 °C :	On a la première étape de la déshydratation. Il y a rupture du gel de ciment. La chaleur brise le gel de ciment et arrache des molécules d'eau aux silicates hydratés. L'eau liée chimiquement commence à s'échapper du béton.
A environ 250 et 370 °C ;,	On peut avoir de petits pics endothermiques indiquant des effets de décomposition et d'oxydation d'éléments métalliques (ferriques).
Entre 450 et 550°C :	Il y a décomposition de la portlandite en chaux libre : $\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}$
Autour de 570 °C (573°C) :	Il y a transformation de structures du quartz α en quartz β , accompagnée d'un gonflement
Entre 600 et 700 °C :	Il y a décomposition des phases de C-S-H et formation de β - C_2S . C'est la seconde étape de la déshydratation des silicates de calcium hydratés qui produit une nouvelle forme de silicates bicalciques.
Entre 700 et 900 °C :	Il y a décomposition du carbonate de calcium. Le calcaire se décompose autour de 800°C en $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$, réaction fortement endothermique qui libère du gaz carbonique.
A dessus de 1300-1400 °C :	Le béton passe à l'état de boue

FIGURE 1.15 – Les principales réactions de décomposition dans un béton lors d'un chauffage [102].

Les plages de température pour lesquelles s'effectuent les décompositions peuvent varier d'un matériau à l'autre, selon la composition exacte de la matrice cimentaire, ainsi qu'en fonction des conditions expérimentales : appareillage utilisé, cinétique de montée en température, masse de l'échantillon, nature du gaz de balayage, et également en fonction du degré de saturation du matériau testé, d'où les différentes conventions retenues pour les limites de décomposition selon les études considérées [5, 103]. A titre de comparaison, le tableau 1.15 donne les conventions retenues par A. Noumowé et al. [108] et G. Mounajed [102]. En particulier, on constate que leur

température de début de décomposition des C-S-H est à 180°C , et non 130°C comme pour Loukili et al. [93]. En pratique, ce sont les pics de DTG (ou d'ATD) qui permettent de déterminer les températures de début et fin de réaction, comme présenté dans l'exemple de Loukili et al. [93].

1.2.2 Effet de la température sur le comportement mécanique

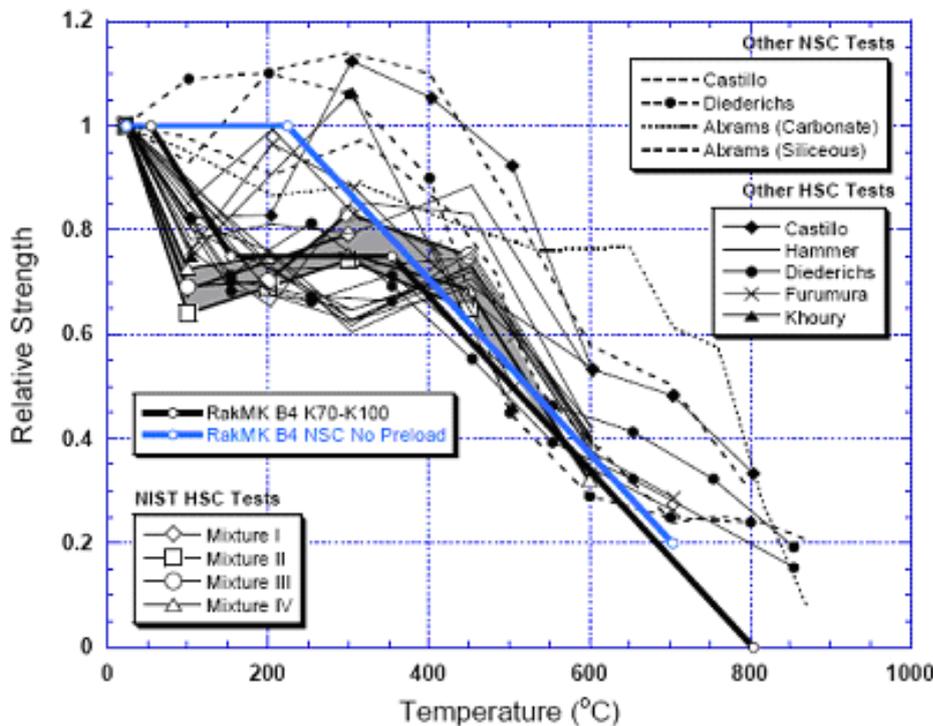


FIGURE 1.16 – Comparaison des valeurs expérimentales $R_c/R_{c0}(T)$ d'essais non pré-chargés à chaud réalisés au NIST par Phan et al. [82] ou par d'autres auteurs, avec la norme finlandaise RakMK B4 en vigueur en 2007 [82], pour des bétons à haute résistance (*High Strength Concrete* ou HSC) et des bétons à résistance normale (*Normal Strength Concrete* ou NSC).

Dans la littérature, de nombreux travaux rapportent l'identification expérimentale des performances des matériaux cimentaires en compression uniaxiale, réalisés en fonction de la température subie, à chaud ou à l'état résiduel (après refroidissement). Les différents auteurs, tels [56, 72, 107, 153], s'accordent sur le fait que l'effet de la température provoque généralement à la fois d'une diminution du module d'Young, du coefficient de Poisson (jusqu'à une contrainte dite initiale [153]), de la contrainte à la rupture et du seuil de plasticité. Ces évolutions sont principalement causées par les modifications de la microstructure due au chauffage/refroidissement, tels que décrites plus haut. En particulier, Phan et al. [82] ont rassemblé de nombreux résultats expérimentaux obtenus par différents auteurs en parallèle de leurs propres campagnes expérimentales au NIST (National Institute of Standards and Technology, USA), voir Fig. 1.16. Trois types d'essais ont été réalisés ou rassemblés par Phan et al. [82] :

- (1) des essais pré-chargés à chaud, lors desquels le matériau est tout d'abord chargé axialement à 40% de sa charge limite R_c à température ambiante, puis chauffé jusqu'à

une température T cible tout en maintenant la charge à 40 % $R_c(T_{\text{ambiante}})$, et enfin testé en compression uniaxiale de 40 % $R_c(T_{\text{ambiante}})$ jusqu'à rupture, une fois la température T stabilisée dans le matériau.

- (2) des essais non pré-chargés à chaud, où la compression uniaxiale est exercée seulement une fois la température cible T atteinte.
- et (3) des essais non pré-chargés après refroidissement, où le matériau n'est testé qu'après un cycle de chauffage/refroidissement jusqu'à T , sans chargement mécanique préalable. Il s'agit du type d'essais que nous avons effectué sur le mortier normalisé, nous les qualifions d'essais à l'état résiduel. Des trajets de chargement plus complexes ont également été utilisés, voir Chapitres 2 et 3.

Ensuite, Phan et al. [82] ont comparé les différents résultats expérimentaux aux normes européennes existantes sur la résistance en compression prescrite lors de la conception d'ouvrages en béton soumis à température (Eurocodes, *CEB Design Curves* pour courbes du Comité Euro-International du Béton utilisées en conception, et normes nationales finlandaises RakMK B4). Devant les limitations de ces normes pour les bétons à haute résistance, ou *High Strength Concrete* (HSC) en anglais, ils ont proposé de nouvelles relations entre la résistance à la compression uniaxiale R_c et la température du béton.

Fu et al. [56] ont montré que, pour ces bétons à haute résistance, l'ajout de cendres volantes (*fly ash* en anglais) ou de métakaolin limite significativement la chute de résistance en compression uniaxiale R_c et de module d'Young E , les cendres volantes étant les plus efficaces pour cela. Ce résultat est expliqué par la pouzzolanité des cendres volantes, qui, en créant de nouveaux constituants (type tobermorite), apportent un gain de résistance au béton. Comme le remarque A. Noumowé [108] sur des bétons standard, les valeurs de R_c à l'état résiduel sont inférieures à celles mesurées à chaud (avec ou sans pré-charge). Ceci est dû à l'effet de la fissuration additionnelle lors du refroidissement, qui se produit si aucune précaution n'est prise (voir plus haut). Par ailleurs, les valeurs de R_c sont supérieures dans l'état pré-chargé à chaud par rapport à l'état non pré-chargé à chaud. En effet, la pré-charge tend à restreindre la propagation des fissures d'origine thermique. De plus, les valeurs de R_c mesurées par Fu et al. [56] sont supérieures à celles de Phan et al. [82] sur des matériaux similaires. Dans l'étude [56], les échantillons ont été séchés en étuve à 105°C pendant 96h avant essai. Leur degré de fissuration initial est ainsi réduit par rapport à des échantillons initialement (partiellement) saturés comme ceux de Phan et al. [82], qui subissent, eux, un endommagement dû à la vapeur d'eau sous pression qui tente de s'échapper lors du chargement thermique, d'où une meilleure résistance R_c . Fu et al. [56] notent enfin que la ductilité du matériau augmente avec la température de traitement thermique.

Concernant la caractérisation des performances mécaniques sous chargement multiaxial, à notre connaissance, les essais triaxiaux de type déviatorique sont couramment réalisés sur des roches pré-fissurées thermiquement [55, 62, 68, 87, 124]. Ces études ont permis de mettre en évidence que la température, à l'instar de la pression de confinement, rendait les matériaux rocheux de plus en plus ductiles. En revanche, il y a peu d'essais triaxiaux disponibles sur les matériaux cimentaires, et, à notre connaissance, aucun qui se soit intéressé à l'évolution des performances sous chargement triaxial avec déviateur suite à un traitement thermique.

Yurtdas [153] a mis en évidence l'influence d'un séchage (jusqu'à 105°C) sur la résistance à la compression uniaxiale et triaxiale sous déviateur (à confinement $P_c=15\text{MPa}$) pour un mortier normalisé $E/C=0,5$. Il a constaté que l'augmentation de la résistance après séchage est plus importante sous chargement triaxial avec déviateur (le gain représente 29 % de la résistance avant séchage) que sous chargement uniaxial (le gain représente 21 % de la résistance avant séchage). En effet, l'application d'un confinement (chargement hydrostatique) ralentit la propagation de

la microfissuration induite par le séchage.

Jamet et al. [75] a présenté l'influence de la pression de confinement P_c sur le comportement mécanique triaxial avec déviateur d'un béton, voir la Fig. 1.17. Selon l'intensité du chargement hydrostatique P_c , le matériau peut être qualifié de fragile ($P_c=0$) ou ductile. La ductilité augmente avec le confinement P_c jusqu'à quelques dizaines de MPa, puis le matériau s'écroute aux très hautes pressions de confinement (≥ 100 MPa) : son comportement devient durcissant et compactant [153].

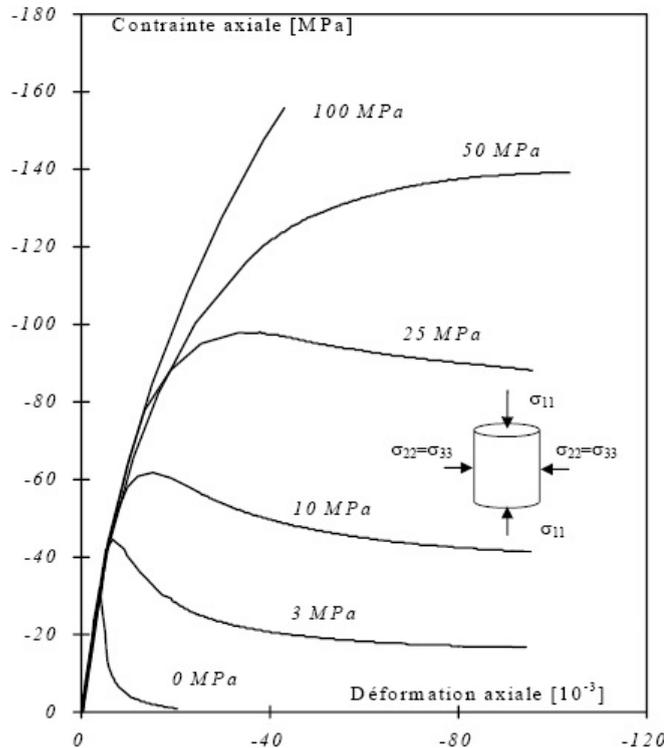


FIGURE 1.17 – Comportement mécanique sous chargement triaxial avec déviateur pour un béton, en fonction du niveau de confinement (i.e. de chargement hydrostatique) [75].

Plus précisément, la Fig. 1.18, proposée par N. Burlion [14], illustre quatre des cinq phases de la courbe (déformation axiale ε_a , contrainte axiale $\sigma_{11} = \sigma_a$) des bétons sous sollicitation triaxiale avec déviateur, que l'on peut observer sous faible confinement :

- une phase de serrage, correspondant à la fermeture des microfissures préexistantes (cette phase peut être masquée pour un confinement élevé). Elle n'est pas représentée dans la figure car souvent elle n'apparaît pas ;
- une phase élastique linéaire avec apparition de microfissures aux interfaces pâte/granulat ;
- une phase de poursuite de la contraction globale de l'échantillon, où les microfissures se propagent notablement, mais en se limitant aux interfaces (propagation stable). Lors d'un chargement mécanique, I. Yurtdas [153] souligne cependant que des fissures sont rarement observées à l'interface pâte/granulat de sable (silice) dans un mortier : lorsque le mortier se fissure, cette fissuration n'a pas de chemin privilégié notable, ni au contact du grain ni au sein de la pâte.
- une phase de dilatation, qui correspond à une augmentation importante des déformations latérales (ou radiales), et à la coalescence des microfissures [153]. Il y a

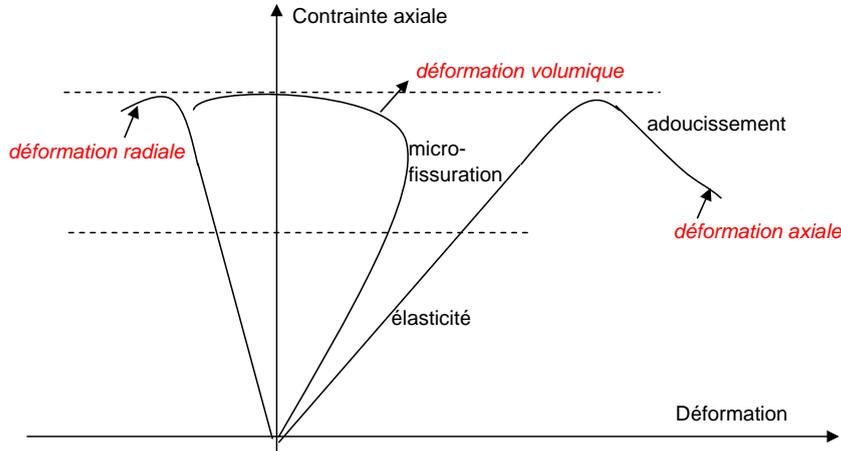


FIGURE 1.18 – Configuration du comportement triaxiale d'un béton à faible confinement.

propagation instable des fissures dans la matrice, qui deviennent continues. En même temps, la déformation volumique passe d'un comportement contractant ($\Delta\varepsilon_v \geq 0$) à un comportement dilatant ($\Delta\varepsilon_v \leq 0$), la convention étant que $\varepsilon_v \geq 0$ en compression hydrostatique ;

- au-delà du pic de contrainte, une phase (dite post-pic) non-linéaire et adoucissante à confinement limité (sinon il y a écrouissage).

Le comportement en compression uniaxiale est similaire à celui décrit ci-dessus : c'est un cas particulier obtenu lorsque P_c tend vers zéro. Pour les confinements faibles ($P_c \leq \sigma_a/10$), la rupture a lieu par propagation de bandes de cisaillement résultant d'un mode de rupture couplé entre les modes I et II [99]. Sinon, le matériau se compacte et durcit [153].

En compression hydrostatique, si la pression appliquée est suffisante ($P_c \geq 100$ MPa), la compaction (ou consolidation), qui suit directement la phase élastique linéaire, correspond à un effondrement de la structure poreuse, marquée tout d'abord par une phase d'assouplissement (l'incompressibilité du matériau diminue), puis par un raidissement. Au final, l'éprouvette ne présente pas de fissuration visible à l'œil nu après essai, seul son volume a diminué si le confinement appliqué était suffisamment élevé [153].

Modélisation constitutive du comportement mécanique. Le comportement mécanique d'un matériau peut être modélisé et prédit par différentes approches. La plus communément admise [86,95] est basée sur des bilans énergétiques issus de la Thermodynamique, et porte le nom d'approche constitutive. Elle est présentée plus en détail dans le cas des matériaux cimentaires, et utilisée pour la prédiction du comportement mécanique du mortier normalisé à l'état résiduel au Chapitre 4 de ce manuscrit.

1.2.3 Effet de la température sur le comportement poro-mécanique

La Mécanique des Milieux Poreux [10, 35, 40] permet de décrire les propriétés mécaniques et hydrauliques de matériaux variés, tels que les roches, les sols et même l'os [112, 137] en tenant compte de l'influence de leur réseau poreux, connecté ou non. Le matériau poreux est représenté par son squelette solide, superposé à un réseau poreux inter-connecté, traversé par des fluides interstitiels liquides ou gazeux. Son comportement est influencé par la structure (taille et distribution des pores) du réseau poreux, et aussi par la nature et la quantité de fluide présent dans ce réseau. Couplée à une approche micro-mécanique, la Mécanique des Milieux Poreux permet également de décrire et d'expliquer les évolutions et les dégradations du matériau poreux depuis l'échelle microscopique (c'est-à-dire celle où ont lieu les changements morphologiques), jusqu'à l'échelle macroscopique d'une structure [44].

Par exemple, les propriétés poro-mécaniques de différentes roches ont été identifiées expérimentalement, parfois en lien avec un mode de sollicitation particulier [51, 65, 90, 91, 118, 133, 159]. Pour une roche calcaire de Bourgogne, monominérale et homogène, M. Lion et al. [90] ont identifié l'effet d'un chauffage jusqu'à 250°C sur ses propriétés poro-élastiques résiduelles (après refroidissement). Les paramètres poro-élastiques K_b , K_u , K_s , b , B et M ont été identifiés, ainsi que leur évolution après chauffage, en utilisant l'éthanol comme fluide interstitiel. A part le coefficient de Biot b , tous les autres paramètres diminuent après traitement thermique à 250°C. Les diminutions les plus significatives concernent les paramètres non drainés K_u , B et M . Contrairement à l'état sain, le confinement referme les micro-fissures du calcaire générées par le traitement thermique. Ce phénomène a été observé comme une non-linéarité de la courbe (ε_v, P_c) , dans le sens d'une rigidification, au début des essais drainés sous chargement hydrostatique (à pression de confinement $P_c \approx 15$ MPa et pression de pore $p = P_{atm}$). Cette phase est suivie d'une évolution linéaire de la déformation volumique ε_v avec P_c . Déterminé durant cette phase, le module d'incompressibilité drainé K_b du calcaire de Bourgogne diminue de 4 % seulement par rapport à sa valeur initiale après traitement thermique à 250°C, tandis que le module d'incompressibilité de la matrice solide K_s diminue de 14 %. Ceci est interprété comme une conséquence de la microfissuration intra-matricielle après un traitement thermique supérieur à 150°C, bien qu'aucune micro-fissure n'ait pu être observée au MEB. Par contre, M. Sibai et al. [133] ont montré que le module d'incompressibilité de la matrice solide K_s peut être considéré comme constant pour un grès de Fontainebleau, même après un cycle de chauffage/refroidissement jusqu'à 800°C. La diminution de K_b après traitement thermique jusqu'à 800°C n'est pas significative, lorsque K_b est déterminé après la première phase non linéaire de chargement (c'est-à-dire après la fermeture initiale des fissures sous confinement, comme dans [90]).

Les matériaux à matrice cimentaire, tels que les mortiers ou les bétons, peuvent être considérés comme des solides non-homogènes constitués de deux phases superposées : (1) un squelette solide formé par la pâte cimentaire mélangée aux agrégats et contenant éventuellement des pores occlus, et (2) un réseau de pores interconnectés contenant (ou non) du fluide (liquide, gaz ou les deux). Pourtant, l'application de la Mécanique des Milieux Poreux aux matériaux cimentaires est controversée [148], du fait de la présence d'une eau structurale dans ses nano- et micro-pores, en parallèle, potentiellement, d'une eau libre (ou capillaire) dans ses macro-pores. Ulm et al. [148], Coussy [35] et Sanahuja et Dormieux [126] ont proposé différents arguments théoriques en faveur d'une telle approche pour les matériaux cimentaires. D'un point de vue expérimental, on peut considérer qu'une fois l'eau libre évacuée de ses pores capillaires, le matériau cimentaire peut être traité comme un squelette solide traversé par un réseau de pores interconnectés, comme cela est fait (entre autres hypothèses) lors du dépouillement des essais de porosimétrie au mercure [42].

Revenons à la modélisation d'Ulm et al. [148], présentée à la Section 1.1.1 de ce chapitre,

pour un mortier de rapport eau/ciment $E/C = 0.5$ constitué d'un ciment Portland CEM I et d'un sable de rapport eau/sable $E/S=1/4$. Ulm et al. [148] ont calculé que le coefficient de Biot b est égal à 0,61 dans les gels de CSH de haute densité (HD C-S-H) ou 0,71 dans les gels de CSH de basse densité (LD C-S-H), et $K_s = 31.8$ GPa (échelle '0' des constituants de la pâte); b (resp. K_b) est évalué à 0,69 (resp. 15 GPa) au niveau 'I' (comportement moyen de la matrice des C-S-H), alors qu'il diminue à 0.54 (resp. il augmente jusqu'à 18,8 GPa) au niveau 'III' qui est l'échelle macroscopique du mortier.

Très peu d'études expérimentales concernent la dégradation des propriétés poro-mécaniques des matériaux cimentaires, sauf, à notre connaissance, dans Skoczylas et al. [135] suite à une dessiccation, Heukamp et al. [71] et H. Loosveldt [30] suite à une agression chimique (lixiviation).

Là où Heukamp et al. [71] ne proposent pas d'identification des paramètres poro-élastiques, H. Loosveldt [30] identifie un coefficient de Biot b à 0.55-0.65 pour un mortier de rapport ($E/C = 0.4$) préalablement séché à 60°C jusqu'à stabilisation de sa masse, et de porosité moyenne $\phi = 14.3$ %, en le saturant à l'éthanol (supposé inerte chimiquement par rapport au matériau cimentaire). La forte dispersion sur b est due à la méthode de mesure indirecte utilisée, à partir de K_b et K_s . Pour le matériau lixivié, les difficultés à obtenir un échantillon attaqué de façon homogène ont empêché la détermination des paramètres poro-élastiques.

Pour un mortier normalisé ($E/C = 0.5$) ayant subi un séchage à 60°C, et saturé à l'éthanol, Skoczylas et al. [135] ont mesuré un coefficient de Biot b (resp. K_b) variant entre 0.6 et 0.54 pour les échantillons 1 et 2 (resp. 17700 GPa et 16900 GPa), ce qui valide, au moins pour le coefficient de Biot b , le modèle d'Ulm et al. [148]. La différence de résultats entre les deux échantillons peut être liée à leur différence de porosité initiale $\phi_0 = 15$ % (échantillon 1) et 16 % (échantillon 2), qui est effectivement plus élevée pour l'échantillon qui a le module d'incompressibilité K_b le plus bas. Ils ont également montré que le couplage poro-mécanique ne représente qu'une contribution partielle à la diminution du module d'Young E et à l'augmentation de la résistance à la compression R_c observés par ailleurs. L'augmentation de R_c est plutôt attribuée à l'augmentation de la pression capillaire locale dans le réseau poreux suite au départ d'eau, tandis que la diminution de E est principalement une conséquence des micro-fissures générée par le séchage.

La partie qui suit a pour objectif de rappeler les principaux éléments de la Mécanique des Milieux Poreux limitée à l'élasticité linéaire isotrope et au cas d'une saturation complète à température constante. Les développements relatifs à la plasticité, au couplage chimique, au cas non isotherme, et le cas de milieux partiellement saturés sont donnés par O. Coussy dans [34, 35]. La prise en compte de l'anisotropie, couplée à une approche à plusieurs échelles de porosité, est proposé par Mian et al. [98].

Elasticité linéaire isotrope du milieu poreux complètement saturé

Nous ne considérons ici que les milieux poreux élastiques complètement saturés, sans interaction chimique entre le fluide et le solide. On suppose également que le milieu est soumis à des transformations infinitésimales isothermes. Le matériau poreux complètement saturé est supposé être la superposition de deux phases *continues*, qui sont le squelette (c'est-à-dire le matériau constitué d'une matrice solide et d'un réseau poreux *connecté*, sans fluide libre) et la phase poreuse connectée saturée par un fluide [35, 40]. Par exemple, dans notre étude expérimentale, voir Chapitre 2 et 3, on suppose que l'eau libre capillaire est complètement évacuée (suite à un étuvage à 60°C jusqu'à stabilisation de masse), et que le matériau est alors entièrement saturé d'air (ou de gaz lorsqu'il s'agira d'en injecter).

Durant les années 1920, K. Terzaghi a proposé une définition de la contrainte effective [12] qui est encore largement utilisée en mécanique des sols, et dans laquelle on considère que les

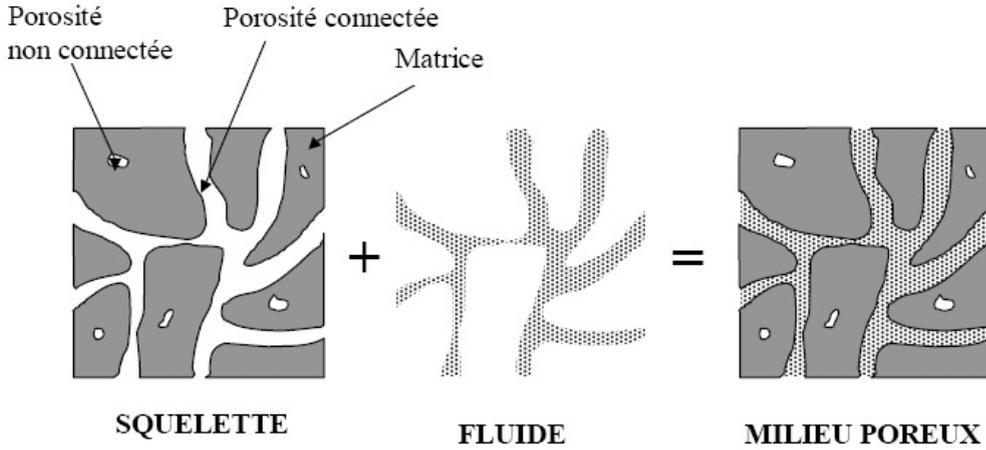


FIGURE 1.19 – Description d'un milieu poreux saturé tiré de [35, 88].

grains solides sont incompressibles, et la pression de pore p uniforme. La contrainte effective s'écrit alors :

$$\sigma_{eff} = \sigma_m + p \quad (1.2)$$

σ_{eff} est la contrainte effective supportée par le matériau poreux, et σ_m est la contrainte macroscopique moyenne (ou contrainte hydrostatique)¹. A l'origine de cette définition, Terzaghi a en effet démontré que, si la pression moyenne extérieure $\sigma_m = -P_{ext} < 0$ appliquée au sol poreux et la pression de pore $p > 0$ augmentent de la même quantité (c'est-à-dire $p = P_{ext}$), le volume de l'échantillon de sol ne change pas [98].

Par la suite, M. Biot [10] a généralisé la loi de Hooke (décrivant le comportement élastique linéaire) aux matériaux cohésifs poreux, en y intégrant l'effet de la pression de pore p (ou pression interstitielle). Contrairement à la définition de K. Terzaghi pour les sols, il a estimé que le squelette solide est compressible sous l'effet de la pression interstitielle p , et a proposé, dans le cas d'un milieu isotrope, un coefficient b pour quantifier cet effet, voir [35, 148] :

$$\sigma_m = K_b \varepsilon_v - b(p - p_0) \quad (1.3)$$

$$\phi - \phi_0 = b \varepsilon_v + \frac{(p - p_0)}{N} \quad (1.4)$$

Dans ces équations de comportement, σ_m est la contrainte macroscopique moyenne (ou contrainte hydrostatique), K_b est le module d'incompressibilité du squelette drainé, $\varepsilon_v = \Delta V / V$ est la déformation volumique (c'est-à-dire la variation relative de volume), b est le coefficient de Biot-Willis (ou de Biot), $(p - p_0)$ est la variation de pression de pore, $(\phi - \phi_0)$ est la variation de volume de pores normalisé (avec ϕ_0 et ϕ correspondant aux porosités lagrangiennes), et N est le module de Biot du squelette. La valeur de b varie entre la porosité initiale ϕ_0 et 1, qui correspond à l'incompressibilité de la matrice solide (cas des sols). L'Eq. 1.2 donne ainsi pour les sols : $\sigma_{eff} = \sigma_m + p = K_b \varepsilon_v$. Pour $\sigma_m = -P_{ext} < 0$ et $p = P_{ext} > 0$, la déformation volumique est égale à zéro, et par conséquent $\Delta V = 0$: le volume reste constant, comme démontré par K. Terzaghi.

1. Par convention en mécanique des sols, la contrainte de compression est comptée positivement, d'où la formulation habituelle : $\sigma_{eff} = \sigma_m - p$.

L'Eq. 1.3 signifie que la déformation volumique du milieu poreux est due à la contrainte moyenne σ_m appliquée et à la contribution de la pression interstitielle p , avec b indiquant dans quelles proportions la pression interstitielle soulage le squelette suite à la déformation de la matrice solide. L'Eq. 1.4 signifie que la variation de volume de pores normalisée est due à la déformation volumique du squelette et à l'effet de la pression interstitielle. En outre, Nur et Byerlee [111] ont démontré analytiquement que :

$$b = 1 - \frac{K_b}{K_s} \quad (1.5)$$

où K_b est le module d'incompressibilité du squelette et K_s est le module d'incompressibilité de la matrice solide (c'est-à-dire du solide sans pores inter-connectés). De plus, $1/N = (b - \phi_0) / K_s$, voir [148]. Cette approche a été généralisée au cas d'un tenseur de contraintes quelconque (σ_{ij}), et associée à une approche thermodynamique par O. Coussy [35].

Enfin, O. Coussy a montré que le coefficient de Biot b est encadré par : $\frac{3\phi}{2+\phi} \leq b \leq 1$ (où ϕ est la porosité connectée, de type lagrangien) [35]. Si, à la limite, $\frac{3\phi}{2+\phi} = b$, on a : $\phi = \frac{2b}{3-b}$. On peut ainsi déterminer par le calcul une borne de la porosité (correspondant généralement à un confinement non nul) et la comparer avec la porosité déterminée expérimentalement avant tout chargement mécanique.

1.2.4 Effet de la température sur les propriétés de transport convectif

Description du transport convectif

La perméabilité représente la capacité d'un milieu poreux à se laisser traverser par un écoulement de fluide, et également la capacité du fluide à percoler au travers du milieu poreux. La loi généralisée de Darcy décrit ce phénomène dans le cas de l'écoulement laminaire d'un fluide incompressible, visqueux de type newtonien, et elle est déduite des équations de la mécanique des fluides [45]. Celles-ci supposent que l'on peut définir un volume élémentaire représentatif (VER) de fluide, aussi nommé particule fluide, à l'échelle duquel (ou de laquelle) les propriétés du fluide sont homogènes et constantes. Alors, pour un écoulement tridimensionnel de fluide isotrope, la loi de Darcy généralisée s'écrit [8] :

$$\vec{v} = -(K/\mu)(\vec{\nabla}p - \rho \vec{g}) \quad (1.6)$$

où \vec{v} est le vecteur vitesse de filtration du fluide, \vec{g} est le vecteur d'accélération gravitationnelle, μ désigne la viscosité du fluide percolant et ρ est sa masse volumique, p est la pression hydrostatique. K a la dimension d'une surface et est nommée perméabilité (ou perméabilité intrinsèque à la matrice solide) : elle ne dépend que du solide poreux, pas de la nature du fluide qui le traverse. K est d'autant plus faible que le matériau est étanche au fluide. Pour un matériau poreux anisotrope, un tenseur de perméabilité d'ordre 2 a été introduit dans l'Eq. 1.6. Sa symétrie est discutée dans différents travaux, voir [8] ou [45]. En régime permanent, pour un écoulement horizontal de fluide incompressible, visqueux newtonien, dans un milieu homogène et isotrope, la loi de Darcy s'écrit simplement sous la forme :

$$Q_v = (KA/\mu)(\Delta p/L) \quad (1.7)$$

où Q_v est le débit volumique, Δp est la différence de pression au sein du fluide à la traversée du milieu poreux, et μ est la viscosité du fluide. A et L sont, respectivement, l'aire de section et la longueur du milieu considéré, mesurés suivant l'axe de l'écoulement.

La loi de Darcy, telle que présentée ici, n'est valable que pour l'écoulement d'un seul fluide qui sature entièrement le milieu poreux : dans le cas contraire, on est en présence d'un écoulement multiphasique, et on doit faire appel à la notion de perméabilité relative à chaque fluide [36].

Par ailleurs, la loi de Darcy propose une relation linéaire entre la vitesse de filtration du fluide \vec{v} et le gradient de charge hydraulique $\vec{\nabla}p$. L'expérience montre que l'augmentation de la vitesse de filtration $\|\vec{v}\| = Q_v/A$ peut entraîner des écarts par rapport à cette linéarité : il est généralement admis que la loi de Darcy est valable pour un écoulement laminaire, à faible vitesse de filtration, caractérisé par un nombre de Reynolds R_e compris entre 1 et 10, voir par exemple [8, 153]. Hors de ce domaine, pour $R_e \leq 1$ ou $R_e \geq 10$, des corrections sont apportées à la loi de Darcy en rajoutant des termes non linéaires en vitesse, voir [36].

Un phénomène particulier concerne l'écoulement des gaz [45, 153]. Contrairement aux écoulements de liquides en régime laminaire, tels que décrits par la loi de Darcy, l'écoulement d'un gaz à basse pression dans un milieu poreux se produit à une vitesse supérieure à celle prévue par le modèle d'écoulement laminaire. En effet, un gaz circulant dans un pore de diamètre comparable au libre parcours moyen de ses molécules aura une vitesse supérieure à celle du régime laminaire : le contact entre les molécules gazeuses et la paroi solide n'est pas parfait, et il y a glissement des molécules sur la paroi. Ce phénomène est usuellement appelé "glissement aux parois" ou effet Klinkenberg. En utilisant les travaux de Klinkenberg [81], la perméabilité intrinsèque K_{int} est déterminée grâce à l'équation suivante :

$$K_{app} = K_{int} \left(1 + \frac{\beta}{P_m} \right) \quad (1.8)$$

où K_{app} est la perméabilité apparente, K_{int} la perméabilité intrinsèque, β le coefficient de Klinkenberg, et P_m la pression moyenne dans le matériau.

Cas des matériaux cimentaires. Dans la loi de Darcy, le fluide est supposé sans interaction avec le milieu poreux, ce qui n'est pas le cas de l'eau au sein des matériaux cimentaires. Par exemple, pour un mortier, mûr et séché à 60°C jusqu'à stabilisation de sa masse, H. Loosveldt [92] a montré qu'il existait une bonne corrélation entre perméabilité au gaz (Argon) et à l'éthanol (après correction de l'effet Klinkenberg) mais par contre la perméabilité à l'eau présente un ordre de grandeur de moins que la perméabilité à l'éthanol.

Pour les matériaux cimentaires, K est un indicateur important de leur durabilité [92, 146], celle-ci étant une propriété fondamentale, notamment s'ils sont utilisés pour réaliser des structures de stockage à long terme de déchets radioactifs [144], ou pour réaliser des enceintes de centrales nucléaires, pour lesquelles les fuites doivent rester négligeables sur le long terme.

L'augmentation de la perméabilité et de la porosité d'un matériau cimentaire est reconnue comme indicatrice de sa dégradation en cas d'attaque chimique (eau de mer, CO_2 , etc.) [1, 123]. Toutefois, il n'y a pas de relation directe entre résistance mécanique en compression et perméabilité [153]. Dans la littérature, différentes études existent, qui s'intéressent soit à la perméabilité à l'état résiduel, soit à la perméabilité à chaud, soit, enfin, à son évolution sous l'effet d'un chargement mécanique, comme nous allons le voir ci-dessous.

Evolution de la perméabilité après refroidissement

M. Tsimbrovska [145] a étudié l'évolution de la perméabilité au gaz (azote) sur des mortiers et des bétons ayant subi des cycles thermiques jusqu'à 400°C. Les matériaux ont été préalablement séchés à 105°C jusqu'à la stabilisation de leur masse. La même vitesse de montée en température,

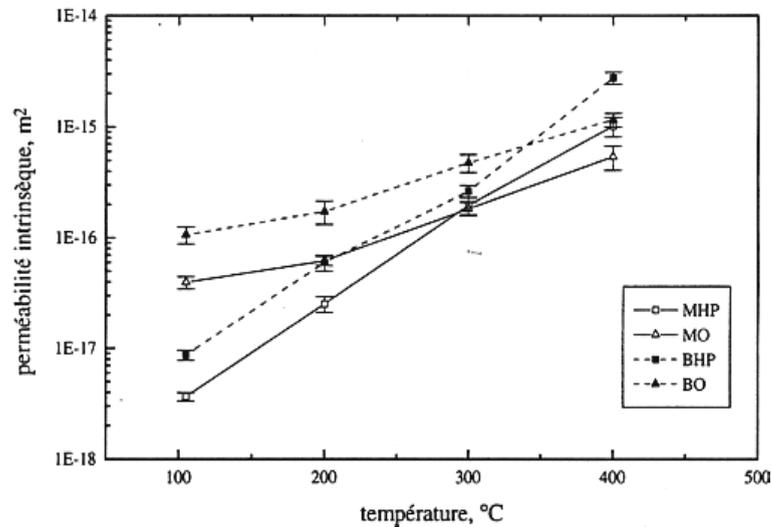


FIGURE 1.20 – Variation de la perméabilité intrinsèque en fonction de la température de traitement thermique pour des matériaux cimentaires, d'après Tsimbrovska [145].

très faible, à $0,2^{\circ}\text{C}/\text{min}$, a été appliquée à tous les échantillons cylindriques en mortier (diamètre de 54 mm et hauteur de 30 mm) et en béton (diamètre de 150 mm et hauteur de 50 mm). La Fig. 1.20 présente l'évolution de la perméabilité intrinsèque, mesurée après refroidissement, pour un mortier à hautes performances (MHP), un mortier ordinaire (MO), un béton à hautes performances (BHP) et un béton ordinaire (BO). L'augmentation de la perméabilité est surtout importante de 200°C à 400°C , où elle est attribuée à l'augmentation du rayon des pores et à l'apparition de micro-fissures.

Lion et al. [89] ont identifié l'évolution de la perméabilité résiduelle au gaz (Argon) pour un mortier après traitement thermique. Les mesures ont été effectuées sur des échantillons cylindriques (diamètre de 37 mm et élancement de 2) de mortier normalisé ($E/C=0,5$) préalablement séché à 60°C (état de référence), puis traité thermiquement à $T = 150^{\circ}\text{C}$ et 250°C . La vitesse de montée et de descente en température était faible ($1^{\circ}\text{C}/\text{min}$), et le temps de stabilisation à la température cible T longue (10 heures). Les résultats montrent une augmentation de la perméabilité jusqu'à sept fois (à 250°C) la valeur avant traitement thermique, voir la Fig. 1.21. Le coefficient de Klinkenberg β diminue également avec le traitement thermique, ce qui est peut être lié à l'augmentation de la taille de pores. Ces observations sont associées à une augmentation de la porosité (mesurée à l'éthanol) (14 % pour l'état de référence et 16,9 % après un traitement à 250°C). Lion et al. [89] ont expliqué l'augmentation de la perméabilité et de la porosité par une microfissuration thermique due à la déshydratation et à une déformation thermique différentielle entre les constituants du mortier, accompagnée d'un élargissement des pores. Au-delà de 200°C , l'ampleur de l'augmentation de K est attribuée aux microfissures matricielles, qui deviennent connectées à partir de ce niveau de température.

Effet des sollicitations mécaniques sur la perméabilité

L'état mécanique du matériau, sous charge ou après déchargement, a un grand impact sur son comportement hydraulique. Par exemple, lors de sollicitations en compression uniaxiale [153], le matériau se dégrade progressivement, dès la phase pré-pic, ce qui, pour certains auteurs, est

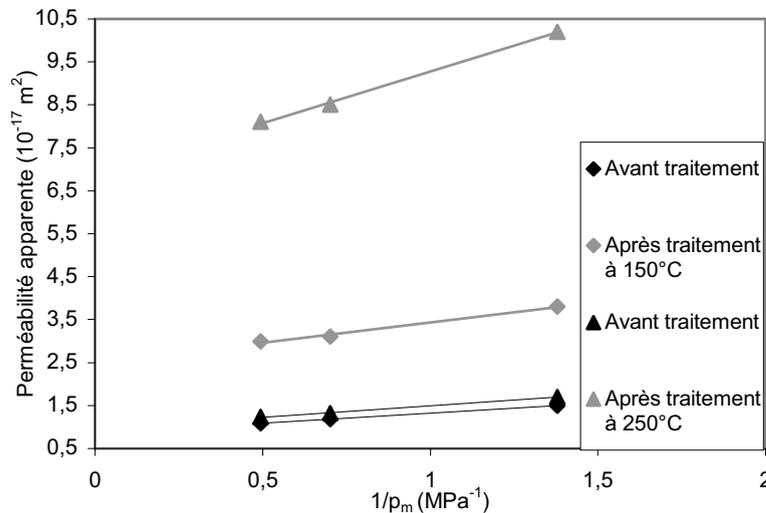


FIGURE 1.21 – Variation de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz P_m d'un mortier normalisé avant et après traitement thermique, d'après Lion et al. [89].

visible sur l'évolution de la perméabilité. Bien que controversé [153], différentes études ont mis ce lien en évidence. Notamment, pour un béton en compression uniaxiale, Sugiyama et al. [138] montrent que la perméabilité au gaz augmente significativement à partir de 75-90 % de la contrainte ultime. Ils ont corrélé ce seuil avec le changement du sens d'évolution de la déformation volumique (de contractante à dilatante), et avec le développement et la coalescence des fissures dans la pâte de ciment. Hearn et Lok [70] ont montré que ce seuil, à partir duquel la perméabilité à l'eau augmente, et correspondant au changement du sens d'évolution de la déformation volumique, est proche de 71 % de la contrainte au pic R_c , voir la Fig. 1.22, lorsque les mesures de perméabilité sont réalisées sous chargement mécanique. A l'inverse, Hearn [69] ne trouve pas de modification significative de la perméabilité à l'eau pour un béton mûr, lorsqu'elle est mesurée après chargement mécanique. Pour un matériau cimentaire avec granulats siliceux (mortier au sable), Skoczylas et Meziani [136] ont observé que la perméabilité au gaz sous chargement hydrostatique augmentait notablement quand le déviateur de contraintes représentait 75-80 % du pic R_c , voir la Fig. 1.23. Pour leur part, Picandet et al. ont montré que la perméabilité résiduelle intrinsèque, mesurée au gaz et après déchargement, augmente jusqu'à dix fois par rapport à sa valeur initiale dans la phase pré-pic (entre 60 à 90 % de la contrainte ultime). Enfin, Skoczylas et al. [136] et M. Choinska [29] (à 20°C principalement) ont observé une phase de diminution de la perméabilité au début de la charge (entre 40 et 60 % de la contrainte maximale), attribuée à la fermeture initiale de la porosité et des microfissures préexistantes. Mais cette phase de diminution est très limitée, voir Fig. 1.25.

Evolution de la perméabilité en température

Une structure en béton est généralement chauffée à sa surface seulement. Cela génère de forts gradients thermiques, caractérisés par une zone chaude, près de la surface, qui émet des gaz sous pression (vapeur d'eau en particulier), suivie par une zone plus froide où l'eau peut condenser [148], voir Fig. 1.24. Ainsi, la perméabilité relative au gaz du béton peut devenir

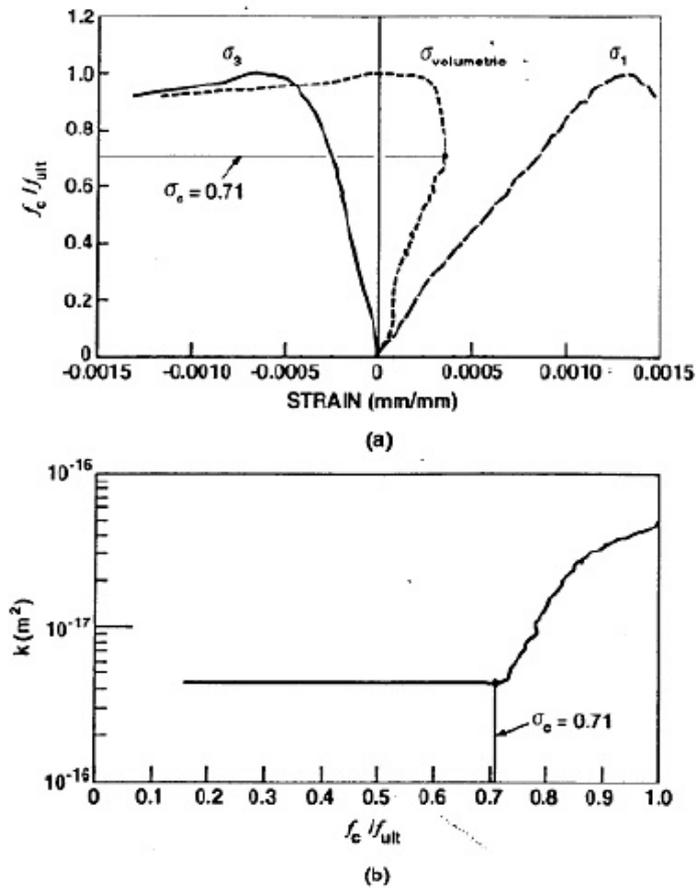


FIGURE 1.22 – (a) Evolution de la contrainte relative en fonction (de gauche à droite) de la déformation transversale, volumique et axiale. (b) Perméabilité au gaz en fonction de la contrainte relative, d'après Hearn et al. [70].

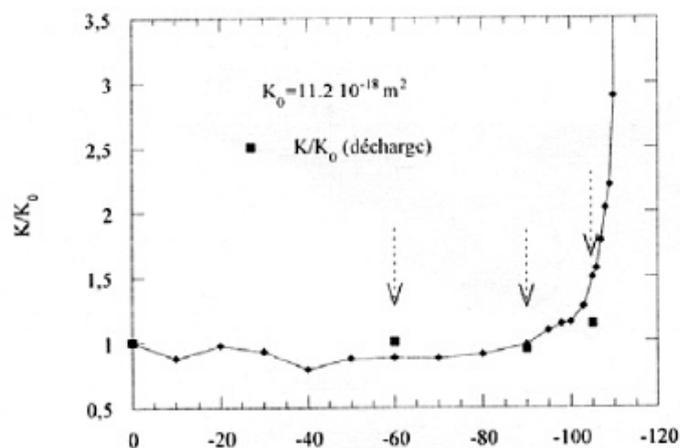


FIGURE 1.23 – Perméabilité normalisée, mesurée sous chargement triaxial avec déviateur, ou après déchargement, en fonction du déviateur appliqué en essai triaxial confiné, d'après Skoczylas et al. [136].

nulle : cela signifie qu'aucun gaz ne peut plus passer à travers le matériau. C'est ce que l'on appelle l'effet bouchon (*gas retention phenomenon* ou *moisture clog effect* en anglais).

Par ailleurs, la plupart des auteurs [148] s'accordent sur le fait que, du fait du gradient thermique en surface, (1) la sur-pression de pore, conjuguée à (2) l'état de contraintes complexe généré par la dilatation thermique empêchée en surface (effet de structure), sont à l'origine de dégradations mécaniques importantes, et peuvent aboutir à la formation de fissures et au phénomène d'écaillage, i.e. à la rupture du matériau en surface [148], voir Fig. 1.24.

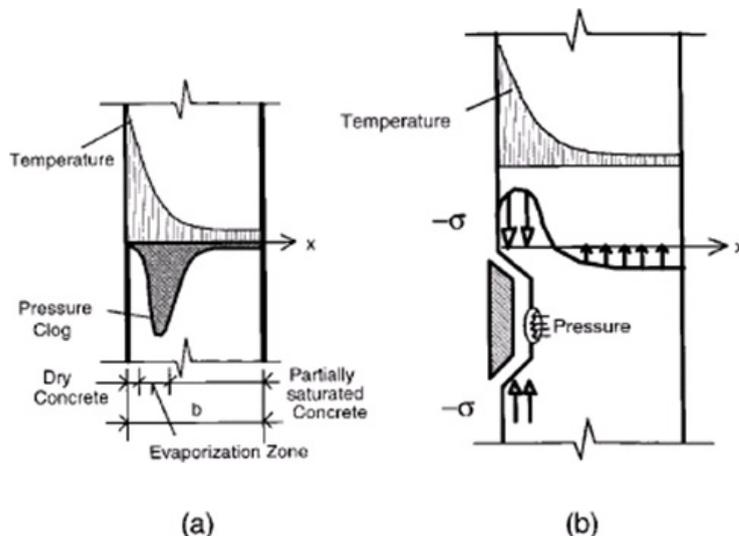


FIGURE 1.24 – L'hypothèse d'écaillage : (a) accumulation de la pression de pore selon Anderberg [3]; (b) rupture fragile due à la dilatation thermique retenue selon Bazant et al. [7].

L'écaillage des bétons à hautes performances (BHP) a été étudié par plusieurs auteurs [17, 64, 110]. Ils ont montré que le risque d'écaillage augmente principalement avec l'augmentation de la teneur en eau, mais aussi avec la diminution de la perméabilité, la diminution de la résistance en traction et l'augmentation de la vitesse de chauffage. Notamment, une perméabilité faible conduit à l'augmentation de la pression de vapeur d'eau dans le béton pendant le chauffage, ce qui diminue la résistance au feu [94]. Hammer et al. [64] et Noumowé et al. [109] ont montré que l'ajout de fibres de polypropylène réduit efficacement les risques d'écaillage du béton soumis à haute température. En effet, les fibres de polypropylène commencent à fondre à partir de 170 °C, ce qui crée des petits canaux dans le béton, à partir desquels la vapeur d'eau peut s'évacuer plus vite. Noumowé et al. [109] ont fait une recherche sur le béton en granulats légers. L'écaillage a été observé sur l'échantillon de ce béton (diamètre 150 mm et hauteur 65 mm).

Toutefois, M. Choinska [29] a montré que la perméabilité radiale au gaz, mesurée sous charge et après décharge, n'augmente significativement que lorsque le chargement en compression uniaxiale atteint 80 à 90 % de la charge ultime, que le matériau (un béton ordinaire de rapport eau/ciment $E/C=0.6$) soit à 20, 105 ou 150°C, voir Fig. 1.25.

À la suite d'essais de perméabilité à l'état résiduel, M. Lion [88] a effectué des essais de perméabilité au gaz sous température, jusqu'à 200°C. Le matériau utilisé était un mortier normalisé $E/C=0.5$, préalablement séché à 60°C jusqu'à stabilisation de sa masse afin d'évacuer l'eau libre. Les mesures n'ont été effectuées qu'à trois niveaux de température, et après 8 heures de stabilisation aux températures T cibles suivantes : ambiante (25°C), 105°C et 200°C. La perméabilité

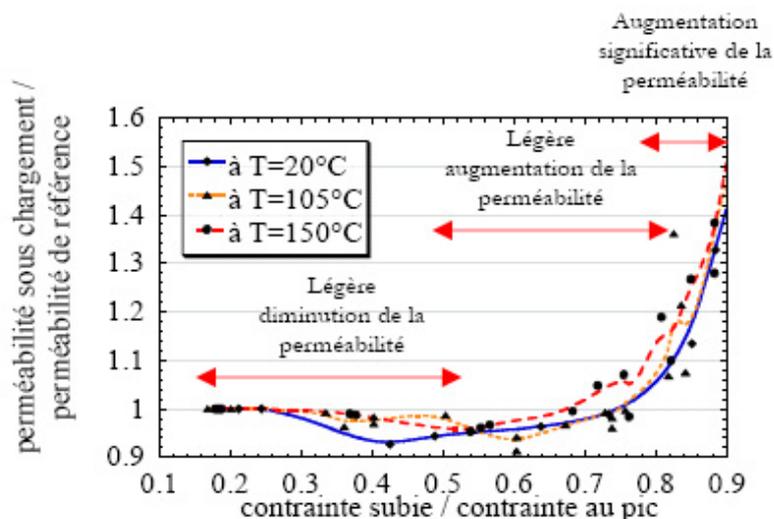


FIGURE 1.25 – Variation de la perméabilité relative au gaz (Azote) sous chargement en compression uniaxiale avec la contrainte relative maximale subie à trois températures (respectivement 20, 105, 150°C) pour un béton ordinaire (E/C)=0.6, tiré de Choinska [29].

intrinsèque n'évolue pas significativement jusqu'à 105°C, mais par contre elle augmente à 200°C : elle passe de $0.7 \times 10^{-17} \text{ m}^2$ à 25°C, à $2.1 \times 10^{-17} \text{ m}^2$ à 200°C.

A la suite de ces travaux, L. Montigny [101] a mesuré expérimentalement la perméabilité au gaz de bétons auto-plaçants (BAP) utilisant deux types de granulats (Garonne, i.e. roulés siliceux, ou Bathonien, i.e. concassés calcaires), en partenariat avec le CERIB. Les échantillons, tous préalablement séchés à 60°C jusqu'à stabilisation de leur masse, sont soumis simultanément à un chargement hydrostatique et à une montée en température jusqu'à 205°C. La perméabilité au gaz (Argon) a été mesurée dès qu'une température cible est atteinte, avant stabilisation. Bien que potentiellement non représentatif du comportement du béton, un échantillon de diamètre 37mm et 60mm de long de béton de type Garonne (N° 37-1) a exhibé une chute forte de sa perméabilité dans les premières heures où il était à 205°C, voir Figs. 1.26. Par contre, cet effet n'a pas été observé sur les échantillons de diamètre 65mm et 50mm de long, ni sur le second béton testé, de type Bathonien. Par ailleurs, le béton BAP-Garonne est 6 à 7 fois plus perméable que le béton BAP-Bathonien après refroidissement.

1.3 Conclusion

Nous venons de présenter une analyse bibliographique relative à la microstructure poreuse des matériaux cimentaires, et l'évolution, sous l'effet de la température, de leurs propriétés mécaniques, poro-élastiques et de transport convectif monophasique, à chaud ou après un cycle de chauffage/refroidissement complet (état résiduel).

Nous retiendrons que la température peut modifier significativement la microstructure du matériau cimentaire, avec en particulier, une fragilisation du squelette solide, et une microfissuration provoquées par (1) la dilatation thermique différentielle entre pâte et granulats, (2) la déshydratation chimique de la pâte de ciment et (3) l'augmentation de pression interne des pores, etc. Du fait de cette dégradation, non seulement la porosité du matériau évolue, mais également sa perméabilité, ses propriétés mécaniques et poro-élastiques. Cependant, très peu d'études ont

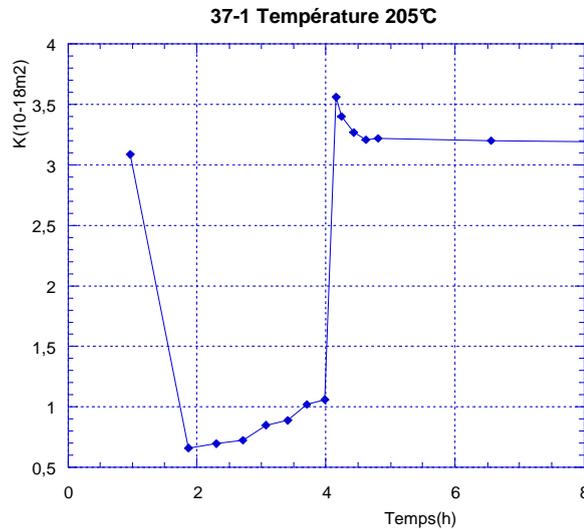


FIGURE 1.26 – Evolution de la perméabilité apparente à 205°C en fonction du temps pour l'échantillon 37-1, tiré de [101].

été réalisées sur l'évolution, après traitement thermique, des propriétés poro-élastiques ou mécaniques sous chargement triaxial avec ou sans déviateur. Les effets simultanés des sollicitations mécaniques et de la température de traitement sur la perméabilité n'ont été caractérisés que très rarement. Par ailleurs, beaucoup de données expérimentales sont obtenues après refroidissement, à l'état résiduel, alors que le refroidissement a généralement modifié la microstructure par rapport aux propriétés à chaud. La mesure de la perméabilité à chaud, sous chargement mécanique simultané, n'existe pas à notre connaissance.

Cette analyse justifie l'étude expérimentale, dont le but est de caractériser les effets de la température sur les propriétés d'un matériau cimentaire modèle, et dont les conditions sont exposées au Chapitre 2, et les résultats au Chapitre 3.

Nous avons à la fois investigué les propriétés hydrauliques, mécaniques et poro-élastiques d'un mortier normalisé ($E/C=0,5$) après traitement thermique jusqu'à 400°C. Par ailleurs, les effets simultanés des sollicitations mécaniques et de la température (jusqu'à 200°C) sur la perméabilité sont identifiés, et un effet bouchon a été identifié, pour le mortier normalisé et pour deux types de bétons différents.

Dans le Chapitre 4, nous développerons un modèle thermo-élasto-plastique avec endommagement isotrope afin de disposer d'un outil de prédiction de la dégradation mécanique du mortier après chauffage. Un modèle micromécanique, basé sur le schéma d'homogénéisation dilué, sera également utilisé pour analyser les résultats poro-élastiques obtenus expérimentalement.

Chapitre 2

Description des méthodes expérimentales

Ce chapitre décrit les matériaux, les équipements utilisés et les procédures expérimentales suivies pour mesurer un certain nombre de propriétés pendant ou après traitement thermique, comme détaillé dans la Section 2.1.

2.1 Programme expérimental

Notre but principal est de caractériser les effets de la température sur le comportement mécanique, hydraulique et poro-élastique de matériaux à matrice cimentaire, en lien avec l'évolution de leur réseau poreux connecté et en fonction de leur niveau de dégradation.

Deux grands types d'essais ont ainsi été menés : pour la plus grande partie, il s'est agi (1) d'essais après traitement thermique (à l'état dit résiduel), et (2) d'essais où le chargement thermique est simultané au chargement mécanique et aux mesures des propriétés de transport. A l'état résiduel, nous avons évalué la porosité avant tout chargement mécanique, et également les propriétés de transport convectif (perméabilité au gaz) sous chargement mécanique multiaxial, la variation du volume poreux connecté sous chargement hydrostatique, et les propriétés poro-élastiques. L'ensemble a été complété par des essais de thermogravimétrie pour évaluer les proportions des différentes phases présentes dans la pâte cimentaire. Le Tableau 2.1 récapitule l'ensemble de la campagne expérimentale. Pour l'essentiel, le travail s'est axé sur un mortier normal ($E/C=0,5$), mais nous avons également comparé son comportement à celui de deux bétons utilisés industriellement.

Type d'essais	Echantillons	Mesures
Perte de masse	$\phi = 37mm$ $L = 70mm$	- de masse avant / après cycle de chauffage
Porosité et distribution de taille de pores	Rondelles $\phi = 37mm, L = 10 \sim 20mm$ Cube de 1 cm^3	- saturation à l'éthanol -intrusion de mercure (MIP)
Compression uniaxiale	$\phi = 37mm$ $L = 74mm$	-Déformations : ε_{longi} et ε_{transv} Module d'Young E , Coeff. de Poisson ν Résistance à la compression R_c
Compression triaxiale sans déviateur ($P_c=5$ ou $10MPa$)	$\phi = 37mm$ $L = 74mm$	- Déformations : ε_{longi} et ε_{transv} Module d'Young E , Coeff. de Poisson ν , Résistance à la compression R_c
Essai d'extension latérale	$\phi = 37mm$ $L = 74mm$	- Déformations : ε_{longi} et ε_{transv} et contraintes nominales
ATG	poudre ($\approx 50mg$)	- perte de masse et flux thermique en fonction de T
Poro-élastique (drainé et non drainé)	$\phi = 37mm$ $L = 70$ ou $74mm$	- Module d'incompressibilité drainé K_b - Module d'incompressibilité de la matrice solide K_s - Coefficient de Biot b
Variation du volume de pores	$\phi = 65mm$ $L = 60$ ou $90mm$	- volume des pores accessibles sous confinement
Perméabilité hydrostatique (confinement P_c seul)	$\phi = 37mm$ $L = 70$ ou 74 mm	- perméabilité au gaz sous différents confinements (après traitement thermique) - Déformations : ε_{longi} et ε_{transv} et contraintes nominales
Perméabilité sous charge déviatorique (et $P_c=5$ ou $10MPa$)	$\phi = 37mm$ $L = 70$ ou $74mm$	- perméabilité au gaz avec déviateur - Déformations : ε_{longi} et ε_{transv} et contraintes nominales jusqu'à rupture
Perméabilité sous température (et confinement $P_c = 5MPa$)	mortier / béton CERIB béton ANDRA $\phi = 37$ ou 65 mm avec L variés	- perméabilité en continu $20^\circ C \rightarrow 60^\circ C \rightarrow 20^\circ C \rightarrow 105^\circ C$ $\rightarrow 20^\circ C \rightarrow 200^\circ C \rightarrow 20^\circ C$

TABLE 2.1 – Tableau récapitulatif de la campagne expérimentale.

2.2 Matériaux et mode de préparation des échantillons

2.2.1 Matériaux utilisés

Mortier normalisé

Le matériau principal, choisi pour mener cette étude, est un mortier normalisé de rapport eau/ciment $E/C=0.5$, selon la norme EN 191-1 sur les mortiers. Le ciment utilisé, fabriqué par Calcia TechnoCem, est de type CEM II/B-M (LL-S) 32,5 R. Il s'agit de ciment Portland composé de 65 à 79% de clinker, de 21 à 35 % de laitier de haut fourneau et de calcaire (teneur totale en carbone organique < 0.20 % en masse) et de 0 à 5 % de constituants secondaires, comme l'indique la norme EN 197-1 (2000). Le sable est un sable normalisé (originaire de Leucate, France) constitué uniquement de silice. Il a une granulométrie très fine (de 0 à 2mm). La composition du mortier est présentée dans le Tableau 2.2. Ce mortier a été largement utilisé au laboratoire lors d'études antérieures [88, 153], ce qui permettra de comparer un certain nombre de nos résultats à l'existant.

Composants	Dosage pondéral	Dosage volumique
sable normalisé (Leucate)	1350 kg	58 %
Ciment CEM II/B-M (LL-S) 32,5 R	450 kg	16 %
Eau	225 kg	26 %
Eau/Ciment (E/C)	0.5	-

TABLE 2.2 – Composition du mortier normalisé utilisé dans ce travail, de rapport eau/ciment $E/C=0.5$.

Pâte de ciment

Des éprouvettes de pâte de ciment de rapport eau/ciment $E/C=0,5$ ont également été confectionnées, en utilisant le même ciment, et de la même manière que pour les éprouvettes de mortier (confection de poutres, carottage, tronçonnage, etc.).

Bétons CERIB

L'évaluation de la perméabilité au gaz de matériaux cimentaires en cours de chauffage (jusqu'à 200°C) s'est faite en partie dans le cadre d'un partenariat avec le CERIB, qui nous a fait parvenir des éprouvettes maturées de bétons auto-plaçants, ou BAP, mais sans mention de leur composition exacte.

Les échantillons de béton nommé "rose", du fait de sa couleur, ont été extraits par carottage d'une éprouvette cylindrique qui portait la mention N°5 PO M60 BAP Bath, 21/04, alors que les échantillons de béton "gris" ont été extraits par carottage d'une éprouvette cylindrique qui portait la mention N°4 PO 097 M60 Gar 21/04. Le béton rose contient des granulats concassés calcaires : il est dénommé BAP M60 Bath pour "Bathonien" (origine des granulats). Le béton gris est constitué de granulats roulés siliceux : il est dénommé BAP M60 Gar pour "Garonne" (origine des granulats). Un échantillon dénommé gris N°1 a également été extrait d'un béton "Garonne", identique à celui utilisé par Louis Montigny lors d'une étude précédente [101] réalisée au laboratoire.

Béton ANDRA

Nous avons également testé en température un béton industriel, utilisé par l'ANDRA pour l'étude de faisabilité du stockage profond de déchets radioactifs de moyenne et longue durée [38, 85].

Il a un rapport E/C=0,48, et est constitué de ciment de type CEM V (référence CEM V/A), de gravier calcaire (5 à 12 mm de diamètre) et d'une proportion de 2,5 % de la masse de ciment en super-plastifiant qui vise à réduire le besoin en eau. Le ciment CEM V/A comprend 60 % en masse de clinker, 22 % de laitier de haut fourneau, 14 % de cendres volantes, et 4 % de régulateur de prise, en accord avec la norme européenne NF EN 196-4. Pour évaluer la perméabilité radiale au gaz, M. Choinska [29] a utilisé un béton comparable, composé de granulats calcaires, de ciment CEM II/A et de super-plastifiant Glenium 21.

2.2.2 Mise en oeuvre

La mise en oeuvre a essentiellement concerné le mortier normalisé. En effet, les deux bétons CERIB nous ont été fournis directement par le partenaire, et le béton ANDRA fait l'objet d'un savoir-faire protégé. Il a été réalisé par F. Brue dans le cadre de sa thèse en partenariat avec l'ANDRA (en cours au laboratoire).



FIGURE 2.1 – Malaxeur à vitesse variable pour la confection du mortier.

Le gâchage du mortier a été réalisé dans la même journée dans un malaxeur (Dito Sama BMX 40) de 40 litres, voir Fig. 2.1. Les gâchées sont coulées dans un moule métallique pour former des poutres de 15cm de large, sur une hauteur de 25cm environ et 1 m de longueur. Une aiguille vibrante a permis la mise en place, voir Fig. 2.2.

Juste après la coulée, la surface du mortier en contact avec l'air est protégée par une bâche plastique afin d'éviter toute dessiccation initiale en surface. 48h après le coulage, les poutres sont démoulées et conservées dans une cuve d'eau thermostatée à $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et saturée en chaux, voir Fig. 2.3. Ceci doit permettre de laisser les effets des retraits thermique et endogène se dissiper [107], et de laisser la maturation du mortier se faire complètement. Après 3 à 6 mois



FIGURE 2.2 – Moule métallique pour former des poutres.

de maturation, nous avons procédé au carottage d'éprouvettes cylindriques de révolution d'un diamètre de 37 mm, voir Fig. 2.4. Leurs extrémités sont tronçonnées et seules les éprouvettes pour compression simple ont été rectifiées au tour pour leur donner une hauteur de 74 mm et des faces aussi parallèles que possible ; les autres éprouvettes ont été simplement surfacées au papier d'émeri.

FIGURE 2.3 – Poutres en cure à l'eau ($20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$).

2.2.3 Séchage et traitements thermiques

Sauf indications contraires dans la suite du document, le mode de séchage a été le même pour tous les matériaux, mortier normalisé ou bétons. Après carottage et tronçonnage, les échantillons



FIGURE 2.4 – Carottage des échantillons à un diamètre de 37 mm.

sont tous séchés en étuve à 60°C jusqu'à stabilisation de leur masse, ce qui nécessite 7 à 8 semaines (environ 50 jours). La température de 60°C a été choisie comme référence initiale de tous nos essais, afin de caractériser le matériau à l'état sain. On suppose qu'après cet étuvage à 60°C , le départ d'eau libre est total du fait de la stabilisation de masse à humidité négligeable et que l'équilibre à l'état sec est atteint. La perte d'eau des échantillons est mesurée par une balance d'une précision de $\pm 0,01$ g.

Par la suite, les échantillons de mortier normalisé ont subi un cycle de chauffage/refroidissement, appelé aussi *traitement thermique*. En plus de la température de référence de 60°C , les températures T de 105, 200, 300 et 400°C ont été utilisées. T caractérise la température maximale atteinte lors des cycles de chauffage/refroidissement. Pour la très grande partie des essais, un seul cycle de chauffage/refroidissement à vitesse constante et identique a été pratiqué, avec un temps de stabilisation à la température cible T . La vitesse de montée et de descente en température devait être suffisamment faible pour pouvoir considérer que la température était homogène au sein de l'échantillon, et donc l'absence de gradient de température, ceci permettant d'éviter tout choc thermique. A la suite des expériences de plusieurs auteurs [60,96], la vitesse choisie au chauffage et au refroidissement a été de $20^{\circ}\text{C}/\text{h}$. Une fois arrivée à la température voulue, la température du four a été maintenue pendant une heure pour assurer que l'on a la même température entre la surface et le centre de l'échantillon. Cette procédure a pu être effectuée au moyen d'un four programmable (NaberthermTM, modèle LH 60/12, N° 181970), voir Fig. 2.6.

Pour résumer, les essais se sont déroulés sur des échantillons sains (préalablement étuvés à 60°C) et des échantillons préalablement étuvés à 60°C puis traités thermiquement à 105, 200, 300 et 400°C .

2.2.4 Instrumentation

Les essais mécaniques et poro-mécaniques nécessitent que chaque échantillon soit instrumenté à l'aide de jauges de déformation. Quatre jauges sont généralement mises en place, comme suit.

On commence par surfacer les zones où seront collées les jauges afin d'éliminer les défauts de surface et les aspérités. Pour cela, une résine (PC-12 Kyowa) est utilisée pour remplir les éventuels trous en surface. Après polymérisation de la résine, la surface est poncée au papier d'émeri. Puis sur la zone surfacée, quatre jauges sont collées avec une colle Strain Gauge Cement, KFG-10-120-

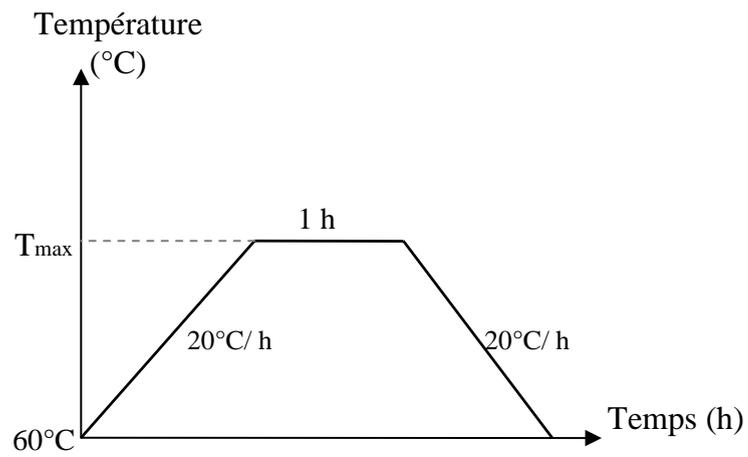


FIGURE 2.5 – Schéma de chauffage.

FIGURE 2.6 – Vue du four programmable NaberthermTM utilisé pour les traitements thermiques sur mortier normalisé.

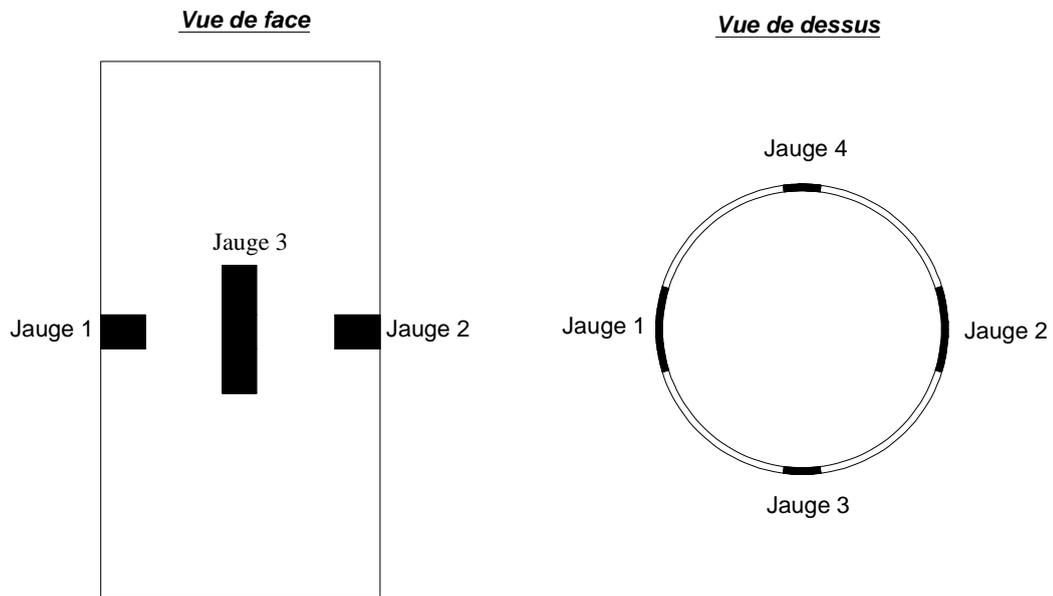


FIGURE 2.7 – Schéma expliquant la position des jauges sur un échantillon.

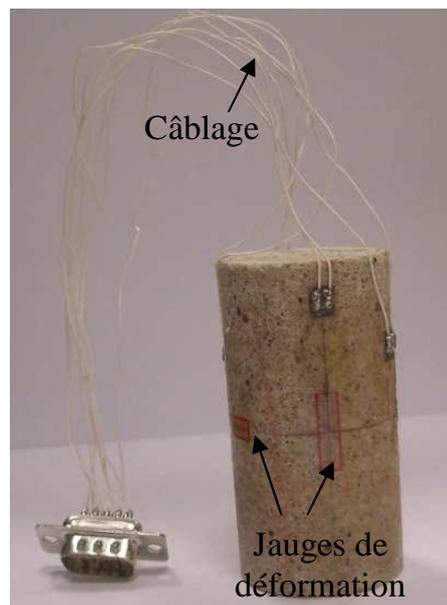


FIGURE 2.8 – Échantillon instrumenté.

C1-11 Kyowa. Elle sont situées dans le plan médian de l'échantillon, et sont espacées de 90° les unes des autres. Deux sont placées longitudinalement, et deux autres transversalement, voir Fig. 2.7. Un câblage enrobé de téflon a été utilisé pour relier électriquement les jauges de déformations et la prise qui permettra la connection au système d'acquisition des mesures, voir Fig. 2.8. En finition, on applique un vernis (M Coat A Vishay-Micromesures) dans le but de protéger les jauges, les soudures et les parties dénudées des câbles, des courants de fuite éventuels.

2.3 Méthodes de mesures de la porosité

Pour mesurer l'évolution de la microstructure des matériaux cimentaires en fonction de la température, les mesures de porosité et de distribution de taille de pores à l'état résiduel (après traitement thermique) sont couramment employées [108, 116, 122].

2.3.1 Mesure de la porosité par intrusion de mercure

La technique la plus fréquemment utilisée pour mettre en évidence la distribution de taille de pores dans un matériau est la méthode par intrusion de mercure (ou *Mercury Intrusion Porosimetry*, MIP, en anglais). Cette technique permet de détecter les pores capillaires dont la taille varie entre environ 4 nanomètres et quelques microns (≈ 7500 nm). Bien que controversée [42] du fait qu'elle a recours à un modèle très simplifié du réseau poreux, cette technique reste un outil privilégié d'étude de la microstructure des matériaux poreux.

La méthode expérimentale consiste à appliquer différents niveaux de pression de mercure liquide P (à température ambiante) à un échantillon initialement placé sous vide. La pression P requise pour introduire du mercure dans les pores de l'échantillon est inversement proportionnelle à la taille des pores.

L'appareil ce qu'on a utilisé ici est un MICROMERITICS® AutoPore IV 9500 situé à l'Ecole des Mines de Douai. Les mesures ont été effectuées sur un échantillon à l'état initial (i.e. après séchage à 60°C) et sur quatre échantillons après cycle thermique à 105, 200, 300, ou 400°C . L'échantillon de matériau mesure 1 cm^3 environ, ce qui est représentatif de la microstructure du mortier normalisé. L'échantillon est placé dans une chambre hermétique, puis mis sous vide d'air, ce qui permet d'éliminer également toute eau résiduelle de l'échantillon. Ensuite, la pression d'injection de mercure liquide P est augmentée par paliers jusqu'à 200MPa (chaque étape dure 20 secondes), de sorte que les pores interconnectés du matériau sont supposés totalement remplis par le mercure. Le dépouillement de l'essai suppose que le réseau poreux est assimilable à une distribution de pores cylindriques de révolution de rayon r variable. Alors l'équation de Laplace (dite aussi équation de Washburn) relie la pression de mercure au rayon de pore r qu'il parvient à remplir : $P = (2 \gamma \cos \theta / r)$, où $\gamma = 0.485\text{N/m}$ est la tension superficielle du mercure dans le vide, et $\theta = 130^\circ$ est l'angle de contact du mercure dans le vide. En parallèle, le volume de pores rempli de mercure à P donnée est obtenu par pesée (avec $\rho_{Hg} = 13.5335\text{g/ml}$). On accède ainsi à la distribution de taille de pores, c'est-à-dire à une courbe donnant le volume ou le volume relatif de pores en fonction du rayon r . La porosité connectée totale est déduite de la courbe, ainsi que le rayon médian, le rayon moyen, etc.

2.3.2 Mesure par saturation à l'éthanol

Une deuxième façon de mesurer la porosité totale du matériau se fait par saturation à l'éthanol. Elle permet de déterminer le volume de la porosité totale accessible à l'éthanol, donc de la porosité capillaire, mais la distribution de taille des pores n'est pas mesurée. En pratique, on pèse un échantillon sec, après stabilisation de sa masse en étuve à 60°C , et on mesure son volume V (au pied à coulisse, avec une précision de $\pm 0,02$ mm). L'échantillon est ensuite saturé sous vide à l'éthanol jusqu'à obtention d'une masse constante, qui est considérée comme la masse de l'échantillon complètement saturé à l'éthanol. On en déduit la porosité ouverte à l'éthanol sous vide, exprimée en pourcentage du volume de l'échantillon, par la relation suivante :

$$\phi = (m_{sat} - m_{sec})/\rho V \quad (2.1)$$

où ρ et V désignent respectivement la masse volumique de l'éthanol et le volume de l'échantillon, m_{sat} étant sa masse saturée et m_{sec} sa masse sèche. Les échantillons de mortiers ont un diamètre de 37mm et une hauteur de 10 à 20mm, afin d'être représentatifs de la microstructure du matériau. 15 rondelles de 37 mm de diamètre et de hauteur comprise entre 10 et 20 mm ont été testées (soit 3 rondelles pour chaque température).

L'avantage de l'éthanol réside dans le fait que ce liquide n'est pas polaire et qu'il a donc peu d'interaction chimique avec le mortier, et en particulier aucune ré-hydratation n'est possible. Par exemple, peu de liaison de type Van der Waals sont susceptibles de se former entre le matériau et les molécules de liquide. La densité de l'éthanol utilisé est de 0,7914 à pression atmosphérique et 20°C, sa viscosité est variable en fonction de la température et de la pression. Elle est de 0,6 centipoises à 20°C et sous pression atmosphérique.

2.3.3 Mesure de la porosité à l'eau

La porosité du béton ANDRA a été évaluée par F. Brue par la méthode de saturation à l'eau sous vide, qui est identique à la méthode à l'éthanol (seul le fluide utilisé change). L'utilisation de l'eau comme liquide d'immersion sur un matériau traité thermiquement, comme le mortier de cette étude, peut être discutée. En particulier, l'eau est susceptible de réagir avec la Portlandite et avec les C-S-H qui ont été déshydratés par le cycle de chauffage/refroidissement. Ces phénomènes peuvent accentuer la quantité d'eau qui pénètre le mortier, alors qu'elle ne reste pas sous forme d'eau libre (capillaire). Nous avons donc préféré l'éthanol pour le mortier, du fait de sa grande neutralité vis-à-vis des phases de la pâte de ciment [88].

2.4 Analyse thermogravimétrique

Après séchage à 60°C jusqu'à stabilisation de leur masse, des échantillons de mortier (ou de béton ANDRA) de 150 à 300 mg ont été réduits en poudre ou mis sous forme de petits blocs. Ils ont ainsi été placés dans la nacelle d'une micro-thermo-balance SETARAMTM et chauffés en continu jusqu'à 800°C à une vitesse de 200°C/h. Lors du chauffage, la variation de masse $\Delta m = m(t) - m_0$ de l'échantillon de matériau est donnée par la micro-balance à fléau. Le pilotage du chauffage du four est commandé par un boîtier PID, et l'acquisition des mesures de masse est faite *via* une centrale d'acquisition Hewlett PackardTM modèle HP34901A. La température T est donnée par un thermocouple gainé (de type K) placé à proximité de l'échantillon (à quelques mm de distance), et ses mesures sont également récupérées par la centrale d'acquisition. La masse de l'échantillon et la température sont enregistrées à une fréquence régulière $f = 1\text{Hz}$. La méthode de chauffage est qualifiée de *dynamique* parce qu'aucun temps de stabilisation n'est imposé dès qu'apparaît une décomposition (c'est-à-dire quand une réaction chimique commence) [103] : le chauffage se fait en continu, à vitesse constante.

Pour le béton, les échantillons sont prélevés en ôtant les grands agrégats (de 5 à 12mm de diamètre), de façon à ce que, à tout instant, la masse m de l'échantillon est supposée uniquement composée de ciment, d'eau et de super plastifiant : $m = C + E + SP$. Lors des dépouillements de l'essai, la perte de masse est alors exprimée en pourcentage de la masse de ciment dans l'échantillon :

$$\%m = 100\{1 - \{(m(t) - m_0) * (1 + E/C + SP/C))/m_0\},$$

où m_0 est la masse initiale de l'échantillon, $m(t)$ est la masse de l'échantillon à l'instant t , E/C est le rapport eau/ciment, et SP/C est le rapport super plastifiant/ciment. E/C est égal à 0,5 pour le mortier, et 0,48 pour le béton ANDRA ; SP/C est égal à zéro pour le mortier, et à 0,025

pour le béton ANDRA (ou béton CEMV). La normalisation de la perte de masse par la masse de ciment permet de comparer directement les pertes de masse quelle que soit la composition de la pâte de ciment, c'est-à-dire ici entre le mortier normalisé et le béton CEMV.

Enfin, la dérivée thermogravimétrique $\frac{d\%m}{dt}$ (DTG) est calculée analytiquement à partir de l'estimateur de Naradaya-Watson de % m, qui utilise un lissage par noyau. Il s'agit d'une méthode de Traitement du Signal détaillée dans [66]. La dérive massique de l'appareil en température est étalonnée au moyen d'un test préalable sur une feuille d'or pur (la température de fusion de l'or est $T_{fusion} = 1064^{\circ}\text{C}$). Lorsqu'on chauffe cette feuille d'or jusqu'à 980°C , la perte de masse mesurée est inférieure à 3%. Cette valeur est soustraite à toutes les mesures de masse faites sur les matériaux cimentaires, à température donnée.

2.5 Méthodes de mesure des propriétés mécaniques

2.5.1 L'essai de compression uniaxiale

Pour l'essai en compression uniaxiale, nous avons utilisé une presse mécanique InstronTM munie d'un capteur d'effort F_1 d'une capacité de 500kN. Les mesures de contrainte uniaxiale σ_1 et de déformation sont réalisés sur des échantillons cylindriques de 74mm de hauteur et 37mm de diamètre. Une rotule, spécialement conçue à cet effet [154], de même diamètre que celui de l'éprouvette, a été placée entre celle-ci et le plateau supérieur de la presse mécanique pour réduire les effets de flexion parasite, dûs aux défauts de parallélisme de l'échantillon, malgré sa rectification. L'essai est piloté en vitesse de déplacement, à raison de $2\mu\text{m/s}$, et la valeur à la rupture a été retenue pour évaluer R_c .

Pour évaluer le module d'Young E des échantillons, et en parallèle de l'emploi de jauges de déformation, nous avons utilisé un dispositif comprenant quatre capteurs de déplacement de type LVDT (Miniature Spring Return Gauging LVDT Displacement Transducer, référence D6/01000A, marque RDP) disposant chacun d'une course efficace de 1mm, et situés longitudinalement, entre deux colliers fixés sur l'échantillon par des vis, voir Fig. 2.9. Les colliers sont situés de part et d'autre de la zone centrale de l'éprouvette, et séparés de $L_0 = 30\text{mm}$ au démarrage de l'essai. L'extrémité de chaque capteur repose sur le collier inférieur permettant ainsi de mesurer la déformation nominale longitudinale de l'éprouvette par : $\epsilon_1 = \Delta L/L_0$, où ΔL est la moyenne des données des quatre capteurs LVDT. Cette déformation est comparée à la mesure des jauges. Les LVDT ont l'avantage de permettre la mesure de la déformation axiale jusqu'en fin de chargement, lorsque la rupture est proche, ce que les jauges, parfois décollées, ne permettent pas. De façon similaire, la contrainte nominale est donnée par $\sigma_1 = F_1/S_0$, où S_0 est la section initiale de l'éprouvette de diamètre 37mm. Le capteur de force et les 4 LVDT sont reliés à un conditionneur de signal (National InstrumentsTM), qui envoie les données à un ordinateur via une carte d'acquisition (National InstrumentsTM également). L'enregistrement et le traitement des données se fait au moyen du logiciel LabviewTM.

Selon les recommandations de la RILEM [139], la mesure du module d'Young se fait après trois cycles de chargement/déchargement, caractérisés par une montée jusqu'à 9MPa, puis une décharge jusqu'à 1MPa. Le module E est évalué comme la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte/déformation lors de la troisième recharge. E est obtenue par régression linéaire (interpolation au sens des moindres carrés). Le coefficient de Poisson est exclusivement déduit des mesures des jauges transversales, et il est déterminé sur la même zone que E , et par une méthode d'interpolation identique.

Le module d'Young et le coefficient de Poisson sont ainsi donnés par :

$$E = \frac{\Delta\sigma_1}{\Delta\varepsilon_1} \quad (2.2)$$

$$\nu = -\frac{\Delta\varepsilon_3}{\Delta\varepsilon_1} \quad (2.3)$$

où σ_1 est la contrainte nominale axiale, ε_1 et ε_3 sont respectivement les déformations axiale et transversale donnés par les jauges. Dans la zone élastique linéaire jusqu'à $\sigma_1 = 9\text{MPa}$, les données des capteurs LVDT et des jauges longitudinales sont très proches, voir Fig 2.10 pour un essai de compression simple sur un échantillon traité à 400°C . Tous les résultats de compression présentés dans le chapitre suivant utilisent des données de jauges similaires.

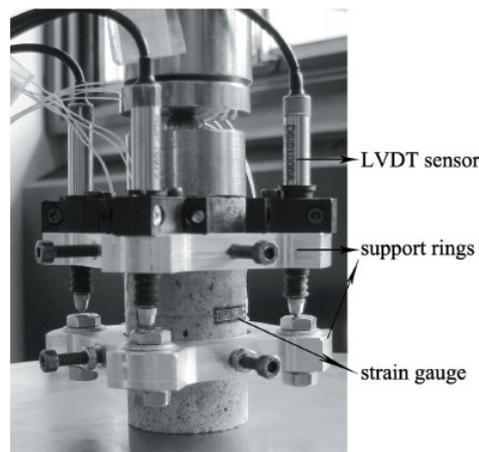


FIGURE 2.9 – Dispositif de mesure du module d'Young et de la résistance à la compression R_c : colliers de fixation et capteurs de déplacement LVDT, capteur de force, rotule et échantillon de mortier instrumenté par des jauges.

2.5.2 L'essai de compression triaxiale sans ou avec déviateur

Les essais mécaniques et poro-mécaniques sous confinement (avec ou sans déviateur) utilisent une cellule triaxiale auto-compensée conçue au laboratoire, voir Fig. 2.11.

Mise en place d'un échantillon dans une cellule triaxiale

L'échantillon est monté dans une cellule hydrostatique d'une capacité de 60 MPa. Cette cellule hydrostatique comprend une embase inférieure, une embase supérieure, un fût, des tirants et une tige de drainage. La Fig. 2.11 montre l'une des cellules utilisées pour ces essais. Celle-ci a la particularité de regrouper l'injection et la sortie de gaz dans l'embase inférieure.

L'échantillon est placé sur l'embase inférieure, puis recouvert d'une couche de Latex sur sa périphérie pour protéger les jauges et les câblages. Après séchage du Latex (à environ 24 h), on enveloppe l'échantillon dans une jaquette en VitonTM, afin d'éviter tout contact avec l'huile qui transmet la pression de confinement P_c (Fig. 2.12). Une fois que l'échantillon est ainsi gainé et posé sur l'embase inférieure de la cellule, la chemise cylindrique en acier, ou fût (de diamètre intérieur 10cm sur 30cm de hauteur), est placée autour. On y verse l'huile hydraulique (HF95Y

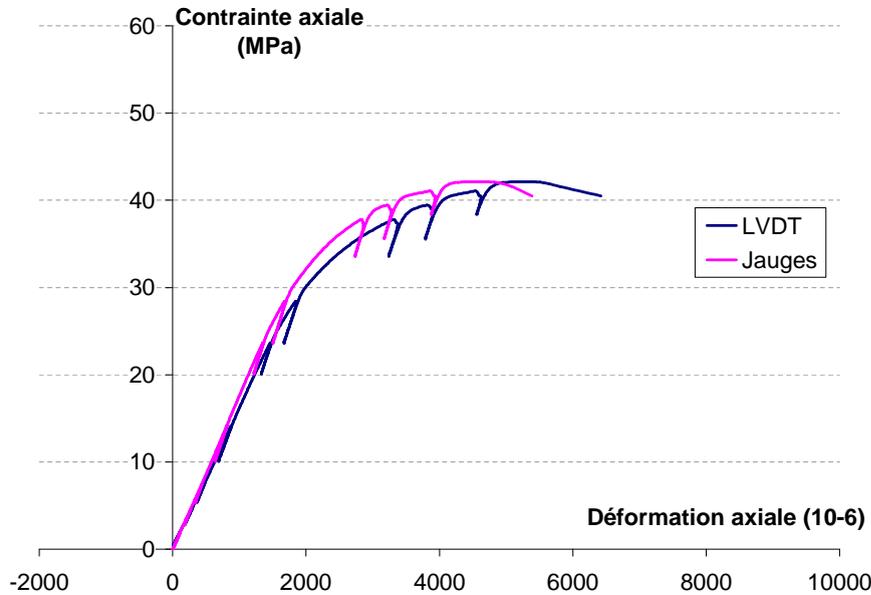


FIGURE 2.10 – Comparaison entre les données des capteurs LVDT et des jauges (valeurs moyennes) pour un mortier traité à 400°C.

Enerpac ®) qui transmettra la pression de confinement. La cellule est fermée par la mise en place de l'embase supérieure sur le fût, et son maintien par les huit tirants. L'air résiduel est vidé de la cellule en actionnant une pompe à main, puis la cellule est bouchée, à volume d'huile constant (aux déformations de la cellule près).

La pression de confinement est imposée à l'aide d'une pompe manuelle (Enerpac ®) ou automatisée (Gilson ®). La pompe Gilson est d'une capacité de 600 bars (soit 60 MPa) avec une précision de 1 bar (soit 0.1 MPa). Le groupe de pompage ne pouvant réguler d'éventuels dépassements de la pression imposée, un capteur de pression (ou manomètre) de type Bourdon est disposé au niveau de l'embase inférieure de la cellule afin de lire la pression de confinement réelle. Lorsque l'essai couple chargement mécanique et mesure des propriétés de transport convectif, le fluide (gaz ou liquide) est injecté via un réservoir tampon de volume connu, voir Section 2.6.1. Le schéma de principe de cet essai est représenté à la Fig. 2.13.

Procédure expérimentale

L'essai triaxial est caractérisé par deux paramètres de chargement : $\sigma_{axial} = F_1/S_0$, appliqué par la presse mécanique, et $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = P_c$ dû à la mise sous pression d'une huile hydraulique au sein de la cellule, voir Fig. 2.14.

Lors des essais avec déviateur, le chargement hydrostatique ($\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = P_c$) est appliqué jusqu'à une valeur désirée de P_c . Ensuite, à confinement P_c constant, on augmente la contrainte axiale $\sigma_1 = (F_1/S_0) + P_c$ grâce à l'effort F_1 imposé par la presse, puis, à stabilisation du chargement, on relève la déformation des jauges et la perméabilité au gaz. On continue ensuite par paliers de contrainte axiale $\sigma_{axial} = (F_1/S_0)$ jusqu'à rupture.

La déformation volumique ϵ_v est calculée par : $\epsilon_v = \epsilon_a + 2\epsilon_r$, où ϵ_a est la déformation axiale donnée par une (ou deux) jauge(s) longitudinale(s), et ϵ_r est la déformation radiale (ou latérale) donnée par une (ou deux) jauge(s) transversale(s).

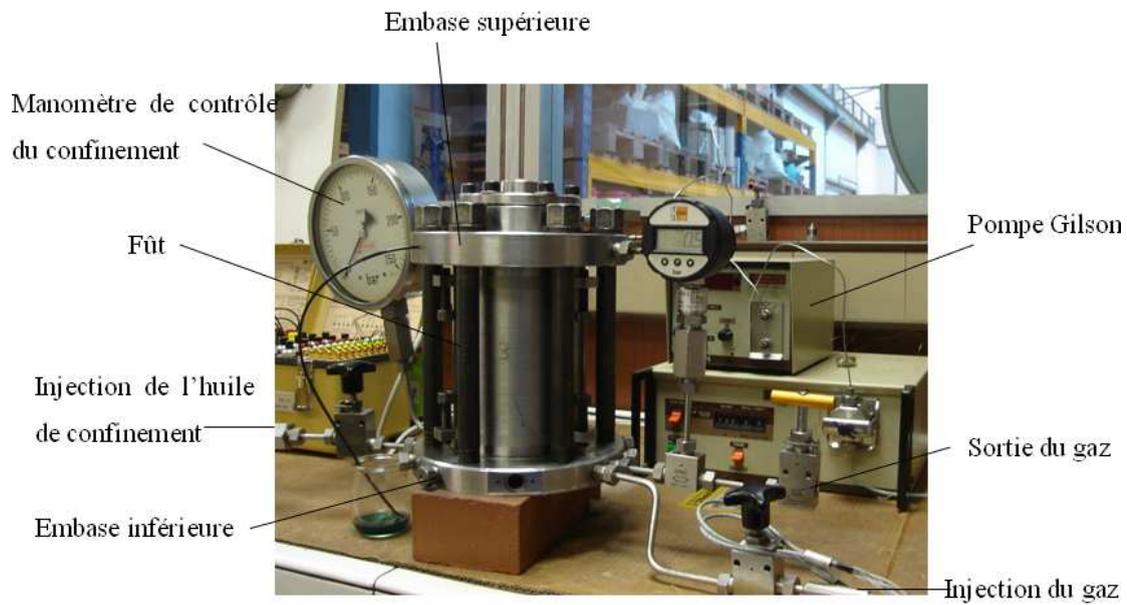


FIGURE 2.11 – Cellule hydrostatique auto-compensée.

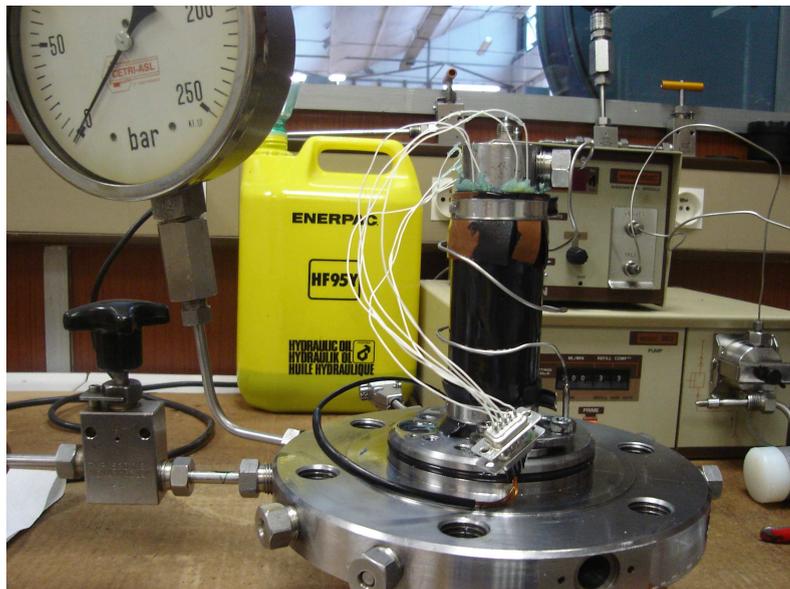


FIGURE 2.12 – Montage d'un échantillon dans la cellule.

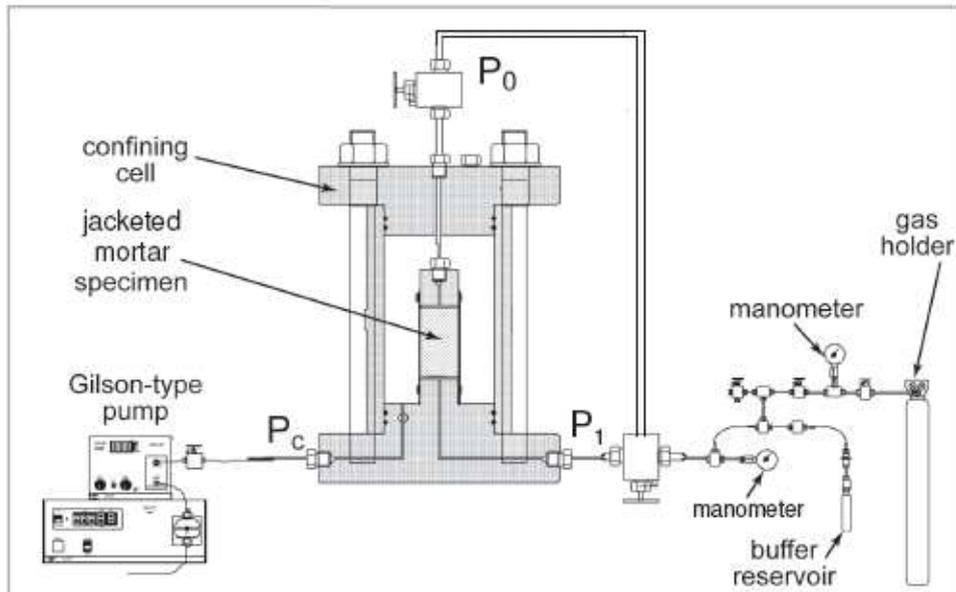


FIGURE 2.13 – Schéma du dispositif de confinement d'un échantillon (cellule triaxiale).

FIGURE 2.14 – Photographies de la cellule triaxiale mise en place sur la presse mécanique InstronTM, avec la carte d'acquisition National InstrumentsTM.

Pour un certain nombre d'essais hydrostatiques, des cycles de chargement-déchargement ont été effectués pour déterminer le module d'Young E et son évolution en fonction du niveau d'endommagement mécanique du matériau, à confinement $P_c = 5$ ou 10 MPa constant.

2.5.3 L'essai en extension latérale

Comme représenté Fig.2.15, l'essai en extension latérale consiste (1) : à confiner l'échantillon jusqu'à $P_c = 40$ MPa (point A dans le plan (contrainte moyenne p , contrainte déviatorique q)), et à laisser ses jauges stabiliser pendant une demi-heure. Ensuite, (2) : la presse mécanique applique une contrainte supplémentaire $\sigma_{axial} = (F_1/S_0)$ de 50MPa suivant l'axe vertical de l'échantillon (point B). Cette valeur reste inférieure à la contrainte à rupture du matériau. Enfin, (3) : la pression de confinement est relâchée de 5MPa en 5MPa par étapes successives jusqu'à $P_c = 5$ MPa, tout en maintenant la contrainte $\sigma_1 = (F_1/S_0) + P_c$ constante à 50MPa (point C au final). Chaque étape de dé-confinement est maintenue pendant au moins 15 min, à l'issue de laquelle les déformations des jauges sont enregistrées via le logiciel LabviewTM.

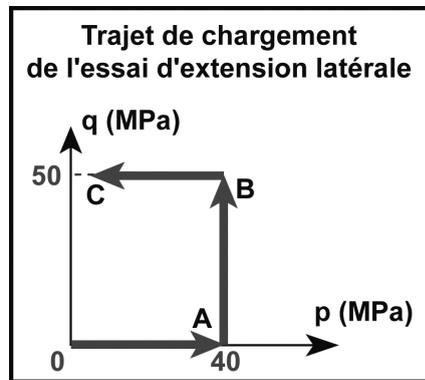


FIGURE 2.15 – Trajet de chargement suivi lors de l'essai en extension latérale.

2.6 Méthodes de mesure des propriétés de transport convectif

La perméabilité K relative à un fluide [37], telle qu'exprimée par la loi généralisée de Darcy, peut être identifiée par différentes méthodes selon l'ordre de grandeur à mesurer [48]. En général, il s'agit d'imposer un écoulement unidimensionnel de fluide, de nature permanente ou transitoire, qui correspond à une différence de pression et à un débit de fluide donnés, au travers d'un échantillon de forme cylindrique de révolution, et placé dans une cellule triaxiale de confinement. Quelle que soit la méthode, une attention particulière doit être portée à l'étalonnage des mesures de pression et de débit, et à la limitation des micro-fuites. Pour $K \geq 10^{-19}m^2$, des essais en régime quasi-permanent d'écoulement de fluide sont généralement suffisants. Ils permettent de déduire K directement de la loi de Darcy à partir de conditions de pression ou de débit imposées [92,97].

2.6.1 Mesure de la perméabilité au gaz en conditions isothermes

Les mesures sont faites alors que l'échantillon est soumis à une contrainte hydrostatique de confinement P_c , au sein d'une cellule triaxiale.

Implémentation pratique

Tout d'abord, on injecte le gaz (Argon) *via* un réservoir tampon de volume déterminé (ici 0.2 litre) puis *via* l'échantillon au moyen d'une source extérieure (bouteille d'Argon de grande contenance), et à une pression P_i donnée, mesurée en amont de l'échantillon (ici $P_i=1.5\text{MPa}$). Cette phase est maintenue jusqu'à obtenir un régime d'écoulement permanent. La pression de sortie est supposée égale à la pression atmosphérique. Alors, à stabilisation de l'écoulement, on isole le système (échantillon+réservoir tampon) de la source extérieure de gaz de telle façon que seul le réservoir tampon alimente l'échantillon en gaz. L'écoulement du réservoir tampon vers l'échantillon entraîne une chute de pression donnée ΔP_i que nous limitons à une faible valeur (0.1 à 0.05MPa) obtenue pendant un temps Δt . La chute de pression est suffisamment petite devant la valeur P_i afin de rester dans les conditions d'écoulement d'un régime quasi permanent. En conditions isothermes on évalue alors le débit volumique moyen par [25] :

$$Q_v = \frac{V_r \Delta P_i}{P_{moy} \Delta t} \quad (2.4)$$

où V_r est le volume du réservoir tampon et P_{moy} est la pression moyenne d'injection donnée par :

$$P_{moy} = P_i - \frac{\Delta P_i}{2} \quad (2.5)$$

où P_i est la pression absolue d'injection de gaz mesurée à l'entrée de l'échantillon et ΔP_i est la chute de pression d'injection de gaz.

Rappels du modèle de dépouillement utilisé

On suppose que l'on est en conditions isothermes, et que l'on procède par injection de gaz neutre (Argon). L'Argon est supposé être un gaz parfait. Alors l'application de la loi de Darcy permet de calculer la perméabilité apparente au gaz K_{app} selon la relation :

$$K_{app} = \frac{\mu Q_v}{A} \frac{2LP_{moy}}{(P_{moy}^2 - P_0^2)} \quad (2.6)$$

μ est la viscosité du gaz. Elle est prise à une valeur de 2.2×10^{-5} Pa.sec à 20°C pour l'Argon. L est la longueur de l'échantillon, A est l'aire de sa section droite. P_0 est la pression absolue de sortie, supposé égale à la pression atmosphérique. P_{moy} est la pression moyenne d'injection donnée par l'expression 2.5. L'Eq.2.6 fournit une perméabilité *apparente* au gaz dans le sens où elle inclut le glissement des molécules de gaz à la surface des pores, c'est-à-dire l'effet dit *Klinkenberg* [88], voir Chapitre 1.

Conditions d'applicabilité de la loi de Darcy Le respect des conditions permettant d'appliquer la loi de Darcy a été discuté dans les travaux de H. Loosveldt et al. [92]. On doit notamment vérifier que le seul fluide présent dans le matériau est l'Argon (grâce au séchage de l'éprouvette jusqu'à masse constante), que l'on a un régime d'écoulement permanent (grâce à un temps de circulation du gaz au travers de l'éprouvette suffisamment long) et enfin, que l'on a un écoulement laminaire du fluide (ceci est assuré par une pression d'injection suffisamment basse), voir Fig. 2.16.

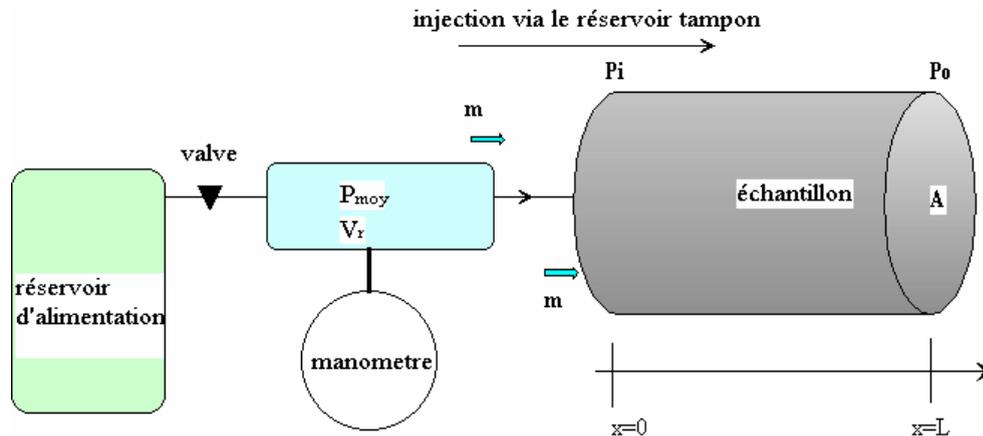


FIGURE 2.16 – Montage utilisé en régime quasi-permanent d'injection.

2.6.2 Mesure de la perméabilité au gaz sous contrainte déviatorique

Ces essais sont également réalisés en conditions isothermes. En utilisant la cellule auto-compensée, l'essai de perméabilité sous charge est effectué simultanément à l'essai de compression triaxiale. La perméabilité au gaz a été mesurée pour deux pressions de confinement différentes ($P_c = 5$ ou 10 MPa). La pression d'injection de gaz P_i varie de 1,27 à 1,38 MPa, et la variation de la pression ΔP est de 0,01 à 0,06 MPa pour évaluer la perméabilité. Tout au long du chargement déviatorique, des mesures de perméabilité au gaz sont réalisées en continu et en régime quasi-permanent. La pression d'injection de gaz est enregistrée en continu grâce au système d'acquisition informatisé qui utilise le logiciel LabviewTM.

2.6.3 Mesure de la perméabilité sous températures élevées

Cette partie a concerné à la fois le mortier normalisé E/C=0.5, le béton ANDRA (CEMV E/C=0,48) et les deux bétons BAP fournis par le CERIB. Chaque matériau, soumis à une contrainte hydrostatique de confinement au sein d'une cellule triaxiale, est soumis à des températures pouvant aller jusqu'à 200°C , à partir d'un état initial sec ou partiellement saturé.

L'objectif est de suivre la perméabilité au gaz pendant la montée en température et lors de son maintien, afin de mesurer son évolution temporelle, et de détecter si un éventuel *effet bouchon* se produit (voir Chapitre 1).

Modèle de dépouillement utilisé pour la mesure de perméabilité en régime quasi-permanent d'injection de gaz (Argon) et en conditions non isothermes

Lors de l'essai en température, il faut apporter deux corrections principales à l'Eq. (2.6) pour calculer la perméabilité. Dans l'équation (2.6), il faut tenir compte de la viscosité du gaz qui augmente avec la température selon la loi suivante [31] :

$$\mu(T) = \mu_0 \left(\frac{T}{T_0} \right)^{0.72} ; T_0 = 300K \quad (2.7)$$

où $\mu_0 = 2.283 \times 10^{-5}$ Pa.s pour l'Argon [31].

Lorsque le matériau est initialement partiellement saturé en eau, le chauffage jusqu'à $200^\circ C$ va générer de la vapeur d'eau à partir de l'eau libre (capillaire) que contient le matériau, et également à partir de l'eau structurale qui commence à être libérée au-dessus de $100^\circ C$, voir Chapitre 1. Ainsi, avec l'augmentation de la température, l'Argon qui s'écoule au travers du matériau va se mélanger avec de la vapeur d'eau, de telle sorte que la viscosité du gaz (Argon+vapeur d'eau) va évoluer. La viscosité de l'Argon varie de :

$$\mu_{Argon}(T_0 = 27^\circ C) = 2.283 \times 10^{-5} \text{ Pa.sec}$$

$$\text{à } \mu_{Argon}(T = 200^\circ C) = 3.05 \times 10^{-5} \text{ Pa.sec,}$$

et celle de la vapeur d'eau [31] vaut

$$\mu_{\text{vapeur d'eau}}(T = 100^\circ C) = 1.2 \times 10^{-5} \text{ Pa.sec}$$

$$\text{à } \mu_{\text{vapeur d'eau}}(T = 200^\circ C) = 1.6 \times 10^{-5} \text{ Pa.sec} :$$

Les viscosités des deux gaz sont donc du même ordre de grandeur. Sachant que la proportion entre Argon et vapeur d'eau n'est pas connue au cours du chauffage, nous avons choisi de ne pas corriger la viscosité de l'Argon de la présence de vapeur d'eau, d'autant qu'elles sont du même ordre de grandeur.

A cette correction sur la viscosité, il faut ajouter celle qui permet de calculer le débit volumique $Q_v(T)$ à l'entrée de l'échantillon [47].

$$Q_v(T) = \left(\frac{T}{T_0} \right) Q_0 ; T_0 = 300K \quad (2.8)$$

où Q_0 est le débit volumique moyen à $T_0 = 300$ K en sortie du réservoir tampon. L'utilisation des relations précédentes permet de déterminer la perméabilité $K_{app}(T)$ par :

$$K_{app}(T) = \frac{\mu(T)Q_v(t)}{A} \frac{2LP_{moy}}{(P_{moy}^2 - P_0^2)} = \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1.72} \frac{\mu_0 Q_0}{A} \frac{2LP_{moy}}{(P_{moy}^2 - P_0^2)} = \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1.72} K_0 \quad (2.9)$$

où $K_{app}(T)$ est la perméabilité apparente à la température T , K_0 est la perméabilité apparente à la température de référence $T_0 = 300$ K. Dans la suite, on considère que K_0 est la perméabilité apparente, comme si l'essai était dépouillé à température ambiante : on ne prend pas en compte les variations de la température ambiante.

Effet Klinkenberg sous température Comme détaillé au Chapitre 1, la perméabilité intrinsèque K_{int} est déterminée en utilisant l'équation de Klinkenberg [81], qui donne, en tenant compte de la température T :

$$K_{app}(T) = K_{int}(T) \left(1 + \frac{\beta(T, r)}{P_m} \right) \quad (2.10)$$

où $K_{app}(T)$ est la perméabilité apparente à la température T , $K_{int}(T)$ la perméabilité intrinsèque à la température T , $\beta(T, r)$ le coefficient de Klinkenberg à la température T et P_m la pression moyenne dans l'échantillon donnée par :

$$P_m = \frac{P_i + P_{atm}}{2} \quad (2.11)$$

La Figure 2.17 montre alors comment la perméabilité intrinsèque peut être obtenue expérimentalement à partir des mesures de perméabilité apparente effectuées à différentes pressions moyennes dans l'échantillon.

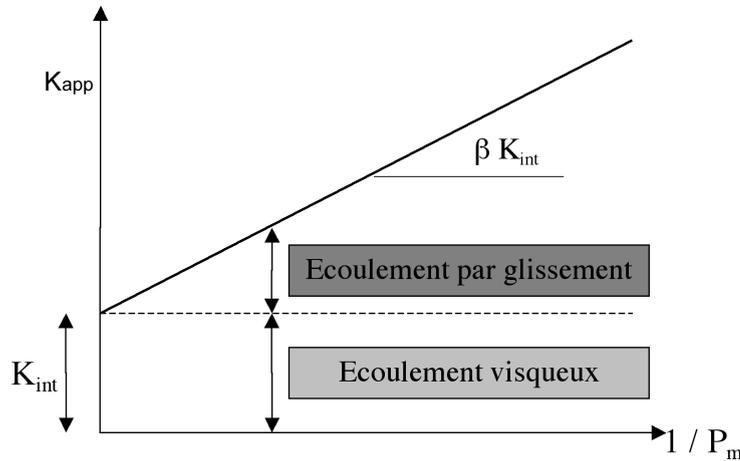


FIGURE 2.17 – Détermination de la perméabilité intrinsèque en tenant compte de l'effet Klinkenberg, d'après [88].

K_{int} : ordonnée à l'origine de l'interpolation linéaire $K_{app}(\frac{1}{P_m})$,

βK_{int} : pente de l'interpolation linéaire $K_{app}(\frac{1}{P_m})$

Pour le coefficient de Klinkenberg $\beta(T, r)$, plusieurs études antérieures [47,81] montrent qu'il peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\beta(T, r) = A \frac{\mu(T)}{r} \sqrt{T} \quad (2.12)$$

où A est une constante, r est le rayon moyen d'entrée du réseau poreux et $\mu(T)$ est la viscosité du fluide à température T .

Dans l'expression ci-dessus, β varie avec la température T (μ également) et varie aussi avec le rayon moyen d'entrée de pore r . Si on se réfère à l'équation (2.7) donnant $\mu(T)$, le coefficient β suit donc une variation en $T^{1.22}$.

On introduit β_0 le coefficient de Klinkenberg à la température ambiante T_0 , alors, si r ne varie pas, on a :

$$\beta(T, r) = \beta_0(r) \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1.22} \quad (2.13)$$

Pour valider ce modèle, on détermine β_0 à T_0 , puis, connaissant T , on en déduit

$$\beta_{(Th.)} = \beta_0 \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1.22} \quad (2.14)$$

Si r n'a pas été modifié avec la température, alors $\beta(T, r)$ déterminé par interpolation linéaire (voir Figure 2.17) est égal à $\beta_{(Th.)}$. Par contre, si la microstructure a évolué, $\beta_{(Th.)} \neq \beta(T, r)$.

Remarque : il faut néanmoins que cette différence soit bien marquée pour être interprétée significativement.

Implémentation pratique

Une cellule triaxiale thermique originale, conçue au laboratoire, a été utilisée pour les essais de perméabilité à température croissante, depuis la température ambiante à 210°C environ, sous un confinement constant de 5,4 MPa ± 0,2, voir Figs 2.18, 2.19 et 2.20.

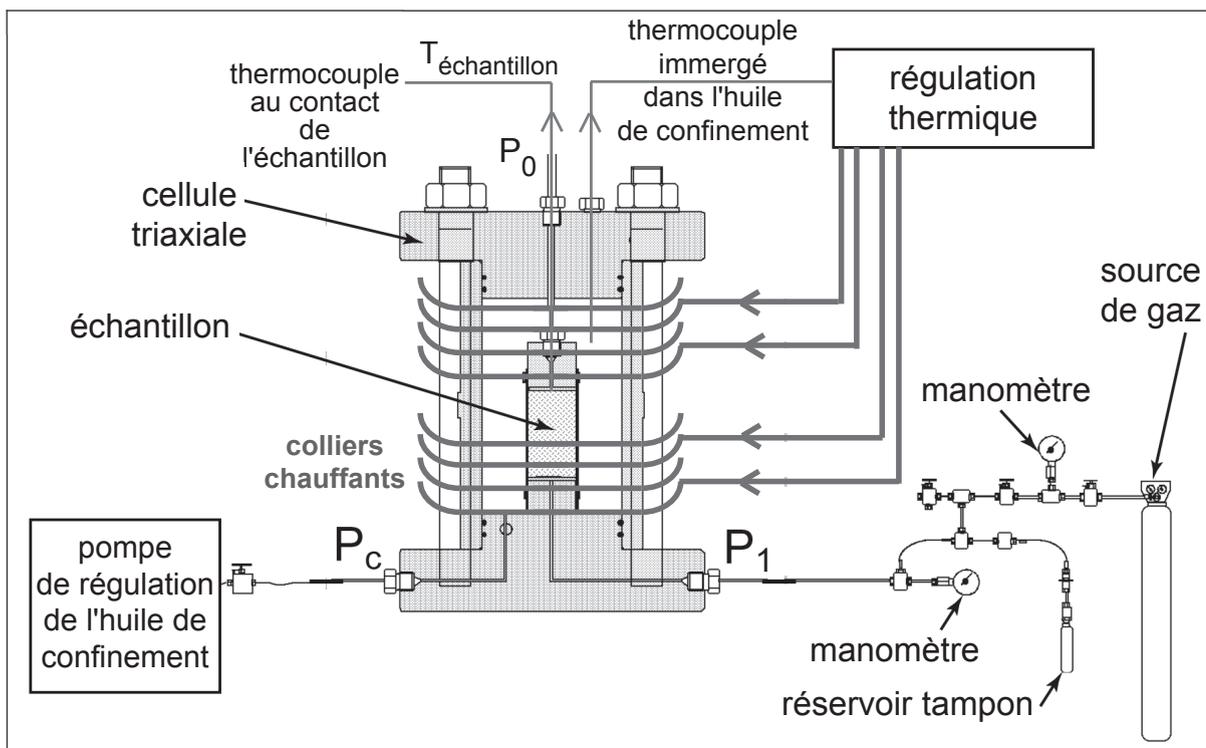


FIGURE 2.18 – Dispositif de mesure de la perméabilité au gaz sous températures élevées, qui impose un confinement P_c (i.e. une contrainte hydrostatique de compression) fixé à 5,4 MPa ± 0,2.

Dans cette étude, nous proposons de clarifier l'influence de (a) la taille de l'échantillon, (b) le degré de saturation initiale en eau du matériau S_w et (c) la vitesse de chauffage, sur l'occurrence et la durée de l'effet bouchon. Les échantillons mesurent 65 mm de diamètre et ont une hauteur

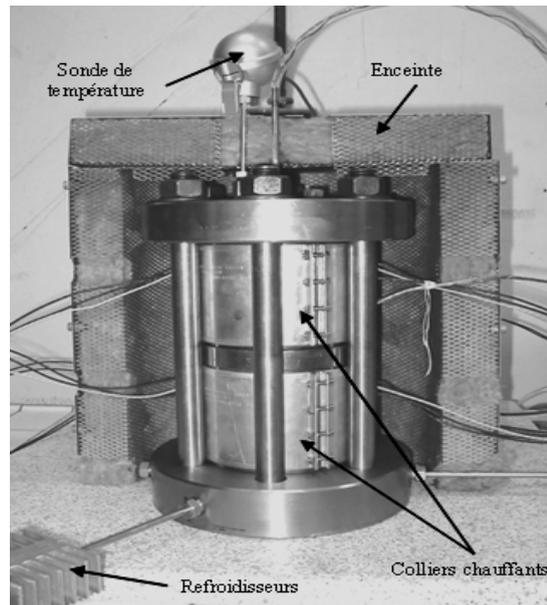


FIGURE 2.19 – Photographie de la cellule hydrostatique adaptée aux températures élevées.



FIGURE 2.20 – Photographies de la cellule triaxiale en cours d'essai.

comprise entre 60 et 90mm. Ils ont été soit séchés dans une étuve à 60°C jusqu'à stabilisation de leur masse, soit conservés à 60 % HR (humidité relative) et 20°C dans une atmosphère en bain de sel saturé (Bromure de sodium NaBr) jusqu'à stabilisation de leur masse, voir Tableaux 2.3 et 2.4. Le degré de saturation en eau est défini classiquement, par :

$$S_w(\%) = \frac{m_{60\%} - m_{seche}}{m_{sat.} - m_{seche}} \times 100 \quad (2.15)$$

où $m_{60\%}$ représente la masse de l'échantillon placé dans l'enceinte à 60 % HR, $m_{sat.}$ est la masse à l'état initial complètement saturé. Les échantillons utilisés pour les essais de perméabilité à chaud n'ont pas été séchés pour déterminer leur masse sèche m_{seche} . Nous avons utilisé les résultats de mesure de perte de masse des échantillons de mortier de référence (avant essais mécaniques ou poro-mécaniques), qui emploient des échantillons de diamètre 37 mm et longueur 70 mm séchés en étuve à 60°C jusqu'à stabilisation de leur masse, voir Section 2.2.3. On obtient : $m_{sat.} - m_{seche} = 7.0 \pm 0.2\%$ de la masse initiale $m_{sat.}$ pour le mortier normalisé, et $5.8 \pm 0.2\%$ pour le béton CEM V ANDRA. On notera que le placement en chambre à humidité contrôlée (60 % HR) est de 3 mois seulement pour les échantillons de mortier N°17 et N°26, de sorte que leur degré de saturation en eau S_w est supérieur à celui de l'échantillon N°16 qui y a été maintenu 6 mois, voir Tableau 2.3. Les échantillons de béton CEM V ANDRA sont soit sec (CEMV N°1), soit très saturé en eau (CEMV N°2) avec un $S_w \approx 80\%$. Après essai de perméabilité en température, les échantillons sont extraits de la cellule triaxiale de confinement et pesés, afin de mesurer leur perte de masse Δm , et leur degré de saturation résiduel, voir Tableaux 2.3 et 2.4.

Essai préliminaire : identification du champ de températures dans le matériau. Un essai de chauffage d'un échantillon de béton rose Bathonien instrumenté avec 5 thermocouples a été réalisé pour vérifier l'homogénéité des températures dans le volume de l'échantillon, et la cinétique de montée en température.

Une mesure expérimentale de l'évolution de la température à cœur et en peau du béton (champ de température) a été effectuée en 3 cycles de chauffage/refroidissement successifs : 20°C → 50°C → 20°C → 90°C → 20°C → 130°C → 20°C. Un échantillon de 65mm de diamètre sur 50mm de long instrumenté par le CERIB de 5 thermocouples (2 à cœur et 3 proches de la surface) a été testé, voir la Figure 2.21. L'échantillon protégé par une manchette en Viton est immergé dans l'huile, placé dans la cellule non fermée. La température de l'huile était également suivie au niveau d'un thermocouple complémentaire immergé dans celle-ci.

Des essais jusqu'à 50°C, 90°C et 130°C, puis au refroidissement, montrent un faible gradient de température entre le cœur et la surface de l'échantillon : il est de moins de 0.25°C dans tous cas, voir les Figs. 2.22. Seul le premier cycle (chauffage jusqu'à 50°C) n'a pas bénéficié de la mesure de la température de l'huile.

Procédure expérimentale. L'évolution de la température du béton et de l'huile est mesurée par 2 thermocouples. Un thermocouple est passé par la tige de drainage au contact de l'échantillon pour évaluer sa température réelle tout au long de l'essai. Quant à elle, la température de l'huile est suivie au niveau d'un thermocouple immergé dans huile.

Nous avons chauffé chaque échantillon dans une gamme de températures allant de la température ambiante à 200°C, voir Tableaux 2.5 et 4.11. Pour le mortier et le béton ANDRA, plusieurs cycles de chauffage/refroidissement successifs ont été effectués, jusqu'à des températures cibles de 60, 105 puis 200°C. La température maximale retenue est de 200°C (1er essai sur béton CERIB et essais sur mortier et béton ANDRA) ou 205°C (pour les essais sur bétons CERIB), parce qu'il s'agit de la température maximale que peut supporter sans risque le dispositif expérimental.

Echantillon	N°23	N°16	N°17	N°26	CEMV N°1	CEMV N°2
matériau	mortier				béton	
Rapport longueur sur diamètre	1.85	1.85	1.86	0.92	1.6	1.6
Porosité ϕ_0 (%)	12.9				14.2	
Conditions de cure	Sec	6 mois à 60% RH	3 mois à 60% RH	3 mois à 60% RH	Sec	3 mois à 60% RH
Degré de saturation initial S_w (%)	0	44.7	53.4	50.8	0	79.6
Eau libre avant chauffage (g)	0	5.67	6.83	3.33	0	7.36
Perte de masse Δm (g)	3.66	8.93	10.68	3.64	0.40	7.33
(% masse initiale)	(-2.2%)	(-5.1%)	(-6.0%)	(-4.1%)	(-0.3%)	(-4.6%)
Degré de saturation final S_w (%)	0	0	0	0	0	≈ 0

TABLE 2.3 – Dimensions des échantillons de mortier et béton ANDRA, degré de saturation initial et final en eau S_w et perte de masse après trois cycles de chauffage/refroidissement.

Echantillon	Gris N°1 (Gar)	Gris - N°4L (Gar)	Gris - N°4C (Gar)	Rose - N°5C (Bath)	Rose - N°5L (Bath)
ϕ (mm)	65	65	65	65	65
L (mm)	58	80	40	40	80
Rapport longueur sur diamètre	0.89	1.23	0.62	0.62	1.23
Porosité ϕ_0 (%)	7.3			10	
Conditions de cure	Sec	2 mois à 60% RH	2.5 mois à 60% RH	3 mois à 60% RH	3.5 mois à 60% RH
Masse avant chauffage (g)	451.3	636.8	327.3	314.5	620.3
Masse après chauffage (g)	-	-	317.1	304.2	599.7
Perte de masse Δm (g)	-	-	10.2	10.3	20.6
(% masse initiale)	-	-	(-3.1%)	(-3.3%)	(-3.3%)
Eau libre résiduelle après essai (g)	-	-	0	0	0

TABLE 2.4 – Dimensions des échantillons de béton CERIB et perte de masse après trois cycles de chauffage/refroidissement.

Les vitesses maximum de chauffage des matériaux sont évaluées dans la zone linéaire de $T_{\text{béton}}(t)$: elles sont données dans les Tableaux 2.5 et 4.11, voir également Figure 2.23. Pour un chauffage à partir de la température ambiante et jusqu'à 200°C, la vitesse maximum de chauffage est égale à 3.74°C/min pour les bétons CERIB, de diamètre beaucoup plus important que les

Vitesse de chauffage maximum (°C / min)	N°23	N°16	N°17	N°26	CEMV N°1	CEMV N°2	Valeur moyenne (°C / min)
Cycle 1 (20°C → 60°C)	1.44	1.23	1.47	1.32	1.41	1.57	1.41 ±6.2 %
Cycle 2 (20°C → 105°C)	2.44	2.43	2.40	2.35	2.65	2.67	2.49 ±4.5 %
Cycle 3 (20°C → 200°C)	4.63	4.53	4.85	5.14	5.20	5.12	4.91 ±4.9 %

TABLE 2.5 – Cycles de chauffage/refroidissement appliqués au mortier et béton ANDRA.

Échantillon	État initial	Longueur (mm)	Cycles de chauffage /refroidissement	Vitesse de chauffage Maxi (°C/min)
Gris N°1 (Gar)	Sec	58	20°C→105°C→20°C →200°C→20°C	4.05
Gris-N°4L (Gar)	60%HR	80	20°C→60°C→ 20°C→105°C →20°C→200°C→20°C	3.74
Gris-N°4C (Gar)	60%HR	40	20°C→200°C→20°C	3.73
Rose-N°5C (Bath)	60%HR	40	20°C→200°C→20°C	3.72
Rose-N°5L (Bath)	60%HR	80	20°C→200°C→20°C	3.73

TABLE 2.6 – Cycles de chauffage/refroidissement appliqués au béton CERIB.

échantillons de mortier ou de béton ANDRA testés par la suite, et dont la vitesse est encore plus élevée à 4.91°C/min. Ces valeurs de vitesse sont presque deux fois plus élevées que celles pour un chauffage jusqu'à 105°C. Le tableau 4.11 montre que pour les bétons CERIB, la vitesse de chauffage est très proche de cette valeur de 3.74°C/min pour tous les échantillons partiellement saturés (à ±0.02°C/min près). Le tableau 2.5 montre qu'il n'y a pas d'effet significatif de la saturation en eau sur la vitesse de chauffage pour les échantillons de mortier et béton ANDRA, qui sont de volume plus réduit.

Tout au long du chauffage, des mesures de perméabilité apparente au gaz sont réalisées en continu et en régime quasi-permanent d'injection, grâce à un dispositif mis au point au laboratoire et utilisant le logiciel Labview. La vitesse de chauffage est toujours suffisamment lente par rapport au temps nécessaire pour la mesure de perméabilité, afin de pouvoir supposer que l'on obtient $K_{app}(T)$, T étant la température moyenne de l'échantillon lors de la mesure de K_{app} . La pression d'injection de gaz est de 1.4MPa à 1.5MPa.

Pour les bétons CERIB seulement, le coefficient de Klinkenberg et la perméabilité intrinsèque ont été déterminés à température stabilisée : 20°C, 105°C ou 200°C, en effectuant plusieurs mesures à des pressions d'injection de gaz différentes : 1.5MPa, 1MPa et 0.6MPa. Les essais de perméabilité ont lieu dès que l'échantillon est arrivé à la stabilisation de la température (105°C ou 200°C). En pratique, 5 points de mesures sont effectués : 2 points pour la pression d'injection de gaz de 1.5MPa ; un point pour la pression d'injection de gaz de 1MPa ; 2 points pour la pression

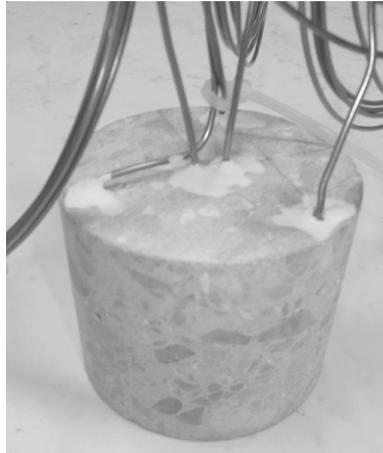


FIGURE 2.21 – Position des 5 thermocouples pour la vérification de l’homogénéité des températures dans l’échantillon (béton BAP Bathonien).

d’injection de gaz de 0.6 MPa. Après retour à température ambiante on mesure également la perméabilité apparente à 1.5, 1 et 0.6MPa de pression d’injection. Cette mesure en résiduel n’a pas été effectuée pour les deux premiers essais, mais elle a été faite pour les suivants.

Remarques :

- Il faut reboucher les quelques trous en surface de l’échantillon pour éviter d’abîmer la manchette en Viton, en utilisant de la colle type PC-12. Une colle de type silicone (utilisée lors des deux premiers essais) se dégrade avec la température, et ne permet pas de préserver la manchette sous l’effet du confinement et de la température.
- Pour mesurer la perméabilité apparente en continu tout au long du chauffage, nous avons attendu la stabilisation de la pression d’injection à 1.4MPa-1.5MPa : avant de lancer l’essai, on règle la pression d’injection à 1.5MPa, et on l’attend qu’elle soit stabilisée (15 à 20 minutes) avant de démarrer le chauffage. Pendant l’essai, la viscosité de l’huile change à cause du chauffage, et la pression de confinement $P_c = 5\text{MPa}$ bouge aussi. Comme nous n’avons pas pu utiliser de pompe Gilson pour la régulation de P_c (du fait de la température élevée de l’huile, mal supportée par la pompe), il faut également surveiller manuellement que la pression de confinement ne chute ou n’augmente pas trop autour de 5MPa. On doit aussi vérifier qu’il n’y a pas de fuite d’huile avant de démarrer l’essai : on confine à $P_c = 5\text{MPa}$ et on attend 30 minutes en vérifiant qu’il n’y a pas de variation de P_c .

2.7 L’essai de mesure du volume de pores

Cet essai *original* permet de quantifier le volume de l’espace poreux V_p sous confinement P_c . Une cellule triaxiale est à nouveau utilisée pour charger le matériau en pression hydrostatique P_c , voir Fig. 2.24. L’échantillon est protégé de l’huile de confinement par une jaquette en Viton, et une pompe de type Gilson maintient cette pression à la valeur désirée. L’Argon d’une pureté supérieure à 99 % est utilisé comme fluide interstitiel. Les robinets n.2 et n.3, qui bloquent l’accès du gaz à l’entrée ou à la sortie de l’échantillon, sont situés le plus près possible de celui-ci, afin de limiter les volumes morts, autres que ceux du réseau poreux. Les essais sont effectués dans une

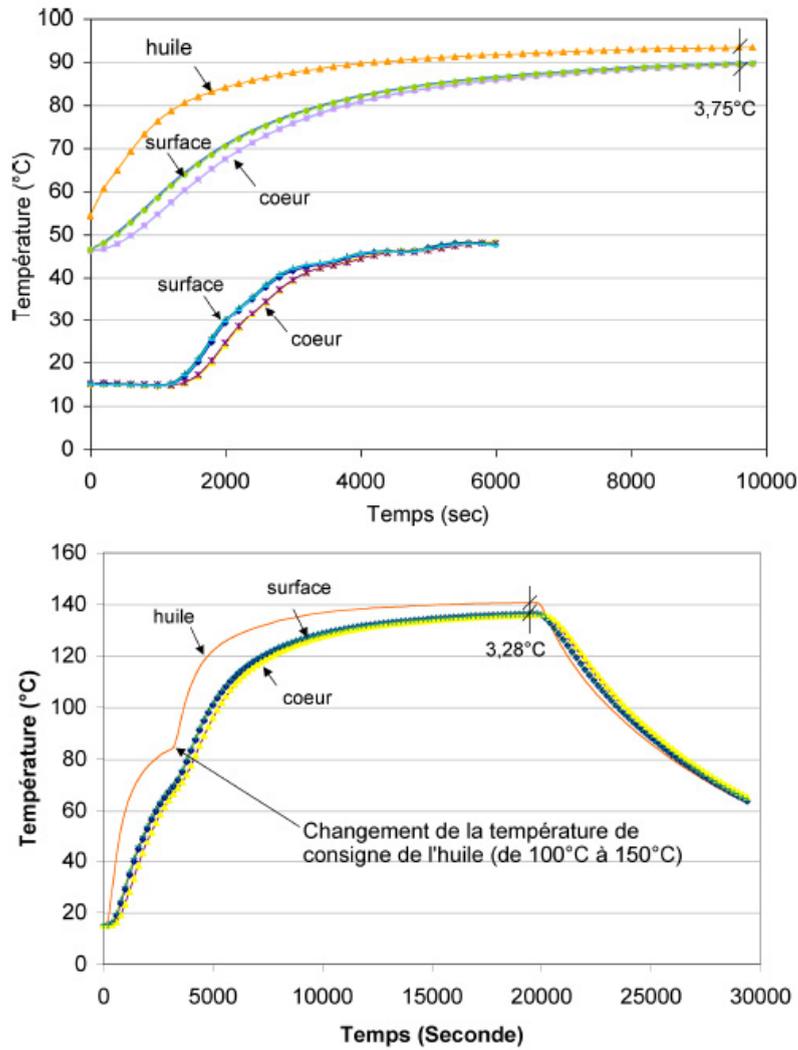


FIGURE 2.22 – L'évolution de la température à cœur et en peau du béton BAP bathonien - (a) : lors des deux chauffage successifs jusqu'à 50°C puis 90°C. (b) : lors du chauffage jusqu'à 130°C et du refroidissement ultérieur.

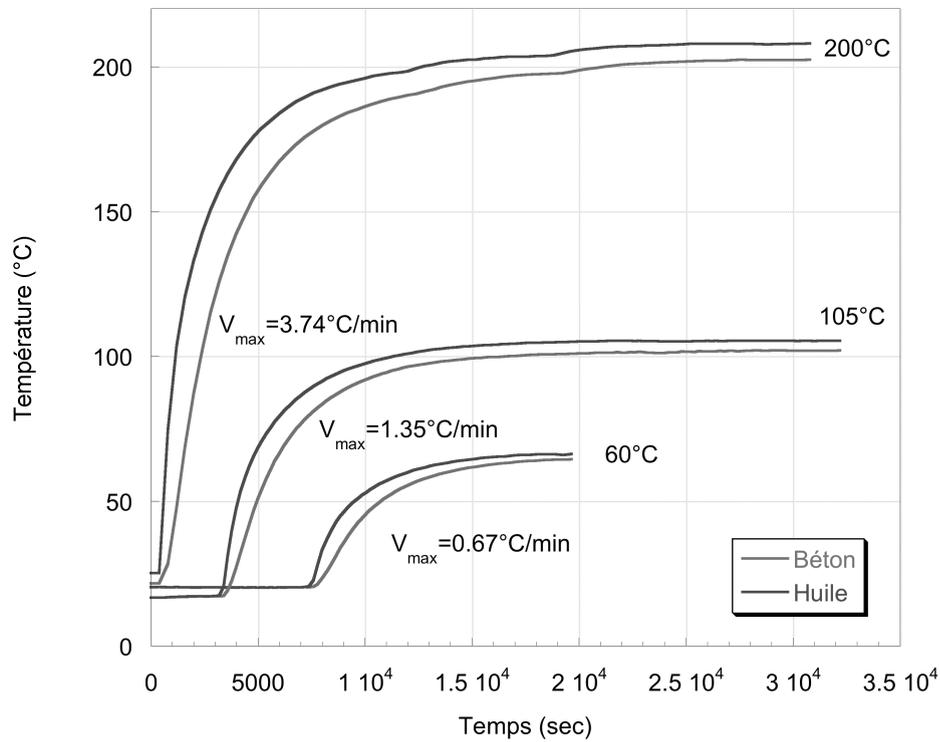


FIGURE 2.23 – Echantillon Gris N°4L - Evolution de la température de l'huile et du béton lors des trois chauffages successifs jusqu'à 60°C, 105°C et 200°C.

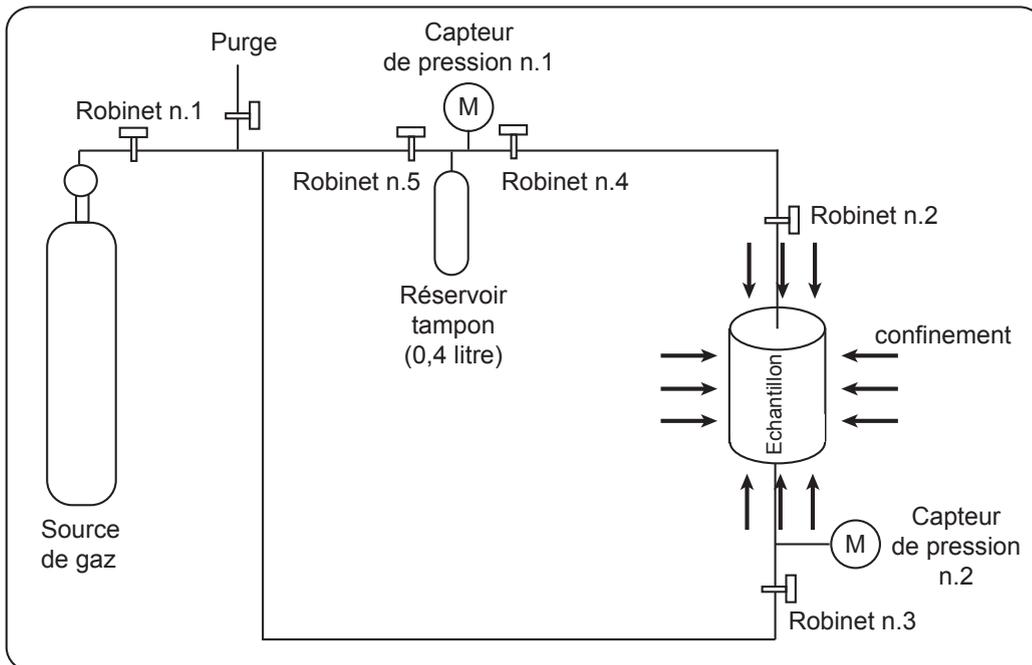


FIGURE 2.24 – Principe de l'essai de mesure du volume de pores.

salle climatisée, à une température constante de 22°C, afin d'éviter l'influence des fluctuations de température sur la mesure.

Un étalonnage est nécessaire avant l'essai proprement dit, afin de mesurer le volume mort V_{tuyaux} de la tuyauterie de circulation de gaz située en amont et en aval de l'échantillon. Les Robinets n.2 et n.3 restent continuellement fermés pendant cette étape. On commence par ouvrir les Robinets n.1, n.4 et n.5, afin de laisser le gaz remplir le réservoir tampon (et la tuyauterie). Après quelques minutes de stabilisation, on ferme les Robinets n.1, n.4 et n.5 pour isoler la source de gaz et le réservoir tampon du reste du circuit. Grâce au manomètre n.1, on mesure la pression de gaz initiale P_{i1} dans le réservoir tampon de volume connu $V_{réservoir}$ (= 0,4 litres ici). En parallèle, on évacue le gaz dans les tuyauteries en ouvrant la purge. On referme ensuite la purge, et on ouvre les Robinets n.4 et n.5. Le gaz stocké dans le réservoir pénètre alors le volume de tuyauterie V_{tuyaux} . A stabilisation (ce qui peut prendre jusqu'à une demi-heure), on mesure une nouvelle pression P_{i2} pour le gaz qui occupe maintenant le volume ($V_{réservoir} + V_{tuyaux}$). La loi des gaz parfaits appliquée à l'Argon à température constante donne :

$$P_{i1} V_{réservoir} = P_{i2} (V_{réservoir} + V_{tuyaux}), \text{ d'où le volume } V_{tuyaux}.$$

L'essai proprement dit s'effectue à confinement P_c donné. On injecte du gaz dans l'ensemble tuyauterie+réservoir tampon, avec les deux Robinets n.2 et n.3 fermés. Une fois le Robinet n.1 fermé, la pression de gaz P_1 est mesurée à stabilisation par le manomètre n.1. Ensuite on ouvre les Robinets n.2 et 3 et on mesure la pression de gaz P_2 à stabilisation. La loi des gaz parfaits à température constante donne, comme à l'étape précédente, que : $P_1 (V_{réservoir} + V_{tuyaux}) = P_2 (V_{réservoir} + V_{tuyaux} + V_p)$, où V_p est le volume de pores accessibles dans l'échantillon au confinement imposé. On peut alors changer la pression de confinement P_c , et après stabilisation, mesurer la nouvelle valeur de V_p suivant la même procédure, d'où la relation $V_p(P_c)$.

Un échantillon de mortier sain (diamètre 65mm et hauteur 60 mm) puis deux échantillons chauffés puis refroidis à 400°C (diamètre 65mm et hauteur 90 mm) ont été testés. L'échantillon est placé dans la cellule de confinement et son volume de pores accessibles est mesuré par injection de gaz. Des cycles de charge-décharge sont effectués par en faisant varier la pression de confinement comme suit : 1,7MPa → 40MPa → 1,7MPa → 0,5MPa ou bien 1,7MPa → 40MPa → 60MPa → 40MPa → 1,7MPa.

2.8 Méthodes de mesures des propriétés poro-élastiques

2.8.1 Modélisation utilisée pour l'identification des paramètres poro-élastiques

Le matériau poreux est supposé être la superposition d'une matrice solide élastique linéaire isotrope et d'un réseau poreux interconnecté. Le comportement du fluide interstitiel est également supposé isotrope. Généralement, des chemins de chargement particuliers sont utilisés afin d'identifier plus facilement les paramètres poro-élastiques. Le plus fréquent est l'essai hydrostatique de compressibilité en conditions de pression interstitielle (ou pression de pores) drainée ou non drainée [35, 135]. Dans ce type d'essai facilement réalisable en cellule triaxiale équipée d'une circulation de gaz interstitiel, et moyennant que l'échantillon soit muni de jauges de déformation, on a $\sigma_m = (1/3) \sigma_{ii} = -P_c$; la pression de pore P_i est soit (1) égale à la pression atmosphérique (conditions drainées), soit (2) augmentée par paliers (conditions non drainées). Alors le module d'incompressibilité drainée K_b , le module d'incompressibilité de la matrice solide K_s et le coefficient de Biot b sont identifiés directement à partir des Eqs. (2.16), (2.18), (2.19) et (2.20).

Module d'incompressibilité drainé K_b : Si la pression de pore p , aussi appelée pression interstitielle P_i , reste constante (et généralement à la pression atmosphérique), tandis que la pression de confinement est modifiée d'un ΔP_c , K_b est calculé comme suit :

$$K_b = - \frac{\Delta P_c}{\Delta \varepsilon_v} \Leftrightarrow \Delta \varepsilon_v = - \frac{\Delta P_c}{K_b} \quad (2.16)$$

où $\Delta \varepsilon_v$ est la variation de volume du fait de la variation de la pression de confinement ($\Delta \varepsilon_v < 0$ lorsque la pression de confinement augmente). Il y a deux méthodes pour maintenir P_i à une valeur constante : soit l'échantillon est librement drainé à ses deux extrémités de sorte que P_i reste égale à la pression atmosphérique P_{atm} , soit on injecte une petite quantité de fluide dans l'échantillon régulièrement pour maintenir la pression interstitielle P_i à une valeur constante [91]. Dans ce travail, l'échantillon est drainé librement aux deux extrémités quand la pression de confinement varie (c'est-à-dire que la pression interstitielle $P_i = P_{atm} = 0$ pendant les essais drainés).

A partir des données (ε_v, P_c) , le module drainé K_b est identifié à la décharge. A chaque confinement $P_c = 10$ MPa (ou 12 MPa), 15 MPa, 20 MPa et 25 MPa, une décharge $\Delta P_c = 5$ MPa est effectuée. Lors de cette décharge, on note que l'évolution de (ε_v, P_c) peut être considérée comme linéaire : la décharge est suffisamment limitée pour ne permettre que le relâchement d'une partie de l'énergie élastique du matériau. Ce choix permet également d'éviter une réouverture notable de micro-fissures. Le module drainé K_b est alors déterminé comme étant la pente de l'interpolation linéaire entre les points expérimentaux (ε_v, P_c) mesurés au cours de cette décharge.

Module d'incompressibilité de la matrice solide K_s : O. Coussy rappelle dans son ouvrage [35] que lorsque la pression de confinement varie d'une même quantité que la pression interstitielle, c'est-à-dire que $\Delta P_c = \Delta P_i$, la déformation volumique mesurée $\Delta \varepsilon_v$ de l'échantillon est exactement égale à la déformation volumique de la matrice solide $\Delta \varepsilon_v^s$.

Le module d'incompressibilité de la matrice solide K_s est alors déterminé à partir de la relation suivante :

$$K_s = - \frac{(\Delta P_c = \Delta P_i)}{(\Delta \varepsilon_v = \Delta \varepsilon_v^s)} \quad (2.17)$$

Toutefois, il est assez délicat d'imposer expérimentalement $\Delta P_c = \Delta P_i$ de façon exacte, d'autant plus lorsqu'on utilise un gaz comme fluide interstitiel. En effet, dans ce cas, la valeur de

ΔP_i disponible à partir de la source de gaz est relativement limitée par rapport au ΔP_c imposé par une pression d'huile, pilotée par une pompe hydraulique de grande capacité (600 bars). Par conséquent, ce chemin de chargement ($\Delta P_c = \Delta P_i$) n'a pas été retenu. Nous avons préféré utiliser un essai par (*changement de pression de pore*) [135], également évoqué par O. Coussy. Il est réalisé en deux étapes successives. Tout d'abord, la pression de confinement est augmentée en conditions drainées, de façon à mesurer $\Delta \varepsilon_{v1} = -(\Delta P_c / K_b)$. Dans un deuxième temps, la pression de pore P_i est augmentée de $\Delta P_i < \Delta P_c$ en maintenant la pression de confinement constante.

Cette deuxième étape conduit à une déformation volumique $\Delta \varepsilon_{v2}$, qui varie linéairement avec ΔP_i . Le module H est alors déterminé par :

$$\Delta \varepsilon_{v2} = \frac{\Delta P_i}{H} \quad (2.18)$$

Dans ce cas, $\Delta \varepsilon_{v2} > 0$ lorsque la pression interstitielle P_i augmente. Cette relation linéaire est supposée valide tout au long du chargement, de sorte qu'elle est extrapolée au cas où $\Delta P_c = \Delta P_i$. Ainsi, après la première étape de chargement drainé, suivi de la deuxième étape en non drainé, et extrapolée à $\Delta P_c = \Delta P_i$, le matériau poreux est déformé sous l'effet conjugué de

$$\Delta \varepsilon_v = \Delta \varepsilon_{v1} + \Delta \varepsilon_{v2} = -(\Delta P_c / K_b) + (\Delta P_i / H) = -(\Delta P_i = \Delta P_c) / K_s$$

Finalement, l'extrapolation à $\Delta P_i = \Delta P_c$ induit que :

$$\frac{1}{K_s} = \frac{1}{K_b} - \frac{1}{H} \quad (2.19)$$

Dans la pratique, et contrairement à K_b qui est obtenu en décharge, le module H est déterminé lors d'une phase de chargement en pression interstitielle P_i .

Interprétation physique. Le module drainé K_b représente une évaluation de l'incompressibilité du squelette solide. Dans le cas d'un matériau cimentaire, K_b correspond principalement à l'incompressibilité des silicates de calcium hydratés (C-S-H), à laquelle s'ajoute à celle des agrégats (et de différentes autres phases en moindres proportions, telles que la Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$, les aluminates hydratés, ou l'ettringite), et la contribution du réseau de pores connectés et non connectés. Par contre, le module d'incompressibilité de la matrice solide K_s est un module *apparent*, dans le sens où il rend compte de l'incompressibilité du squelette solide, mais aussi de la porosité non connectée [35].

Le coefficient de Biot b : Le coefficient de Biot (ou Biot-Willis) b est un paramètre important dans la théorie poro-élastique, puisqu'il intervient directement dans la loi de comportement pour pondérer l'effet de la pression de pore p . Diverses recherches ont été effectuées en vue de sa détermination, voir Chapitre 1. Une expression analytique de b , proposée par Nur et Byerlee [111], combine K_b et K_s :

$$b = 1 - \frac{K_b}{K_s} = \frac{K_b}{H} \quad (2.20)$$

de telle façon que $b=1$ pour les matériaux à matrice solide incompressible tels que les sols et $b<1$ pour les matériaux poreux cohérents. Le coefficient de Biot b traduit l'influence de la rigidité de la matrice relativement à celle du squelette [88]. b quantifie dans quelle proportion le réseau poreux (soumis à P_i) soulage la matrice solide de son chargement extérieur (pression de confinement P_c).

On peut déterminer b directement par un essai spécifique, voir [91, 132], durant lequel la pression interstitielle est augmentée de ΔP_i tout en maintenant la pression de confinement P_c constante. Cette expérience, qui correspond exactement à la deuxième étape de l'essai par *changement de pression interstitielle*, fournit :

$$b = K_b \frac{\Delta \varepsilon_v}{\Delta P_i} \quad (2.21)$$

c'est-à-dire $b = K_b / H$. Ainsi b peut être déterminé par le même essai de *changement de la pression interstitielle* que K_s , et cette expression correspond à la combinaison des Eqs. 2.18 et 2.19.

Applicabilité aux matériaux cimentaires. L'Eq. 2.19 est valable à condition que le solide poreux soit homogène et isotrope, alors qu'en réalité le squelette solide du mortier (fait de pâte de ciment, de pores occlus et de grains de sable) est notablement hétérogène.

Dans nos essais, nous évaluons les modules de compressibilité (K_b , H et K_s) à partir de valeurs moyennes de déformation données par les jauges et les mesures de pression (P_c et P_i) sont également des moyennes à l'échelle d'une éprouvette, de telle sorte que l'on doit supposer le squelette solide homogène à l'échelle macroscopique pour utiliser ces mesures. En pratique, les dimensions des jauges d'extensométrie sont choisies de façon à être représentatives de la déformation du matériau à l'échelle macroscopique, et la pression interstitielle P_i mesurée est la pression moyenne dans le réseau poreux, donnée par deux manomètres placés aux deux extrémités de l'échantillon, voir Fig. 2.11. Ainsi, nos mesures se rapportent bien à des propriétés poroélastiques macroscopiques moyennes : l'hétérogénéité du squelette solide à l'échelle microscopique n'intervient pas autrement que par son comportement moyen.

2.8.2 Réalisation pratique

La détermination des propriétés poroélastiques est effectuée à partir d'essais hydrostatiques, également appelés essais de compressibilité. Nous avons utilisé la même cellule hydrostatique auto-compensée que précédemment. Quatre jauges de déformations ont été collées sur l'échantillon comme pendant l'essai de perméabilité. L'Argon a été utilisé comme fluide interstitiel, afin d'éviter d'éventuelles réactions chimiques avec la matrice. L'utilisation du gaz pour effectuer les essais poro-élastiques est une des originalités de ce travail. En effet, le gaz pénètre dans le réseau poreux plus vite que les liquides (eau ou éthanol), et il est moins réactif avec le matériau cimentaire que l'eau. Lors des essais, la pression de confinement a varié de 0 jusqu'à 600 bars (60MPa). Les déformations ont été mesurées et envoyées à un ordinateur via une carte d'acquisition (National Instruments. PCI 6221). Le traitement et l'enregistrement des données acquises se fait au moyen du logiciel Labview[®] (National InstrumentTM). La salle dans laquelle se déroulent les essais est maintenue à une température constante de 22°C afin d'éviter l'influence des fluctuations de température sur le confinement, la pression d'injection de gaz et les valeurs des jauges. La différence maximale de réponse, mesurée par les jauges, est de l'ordre de 6.5% à $P_c = 25$ MPa pour les essais drainés, et de l'ordre de 4% à $P_c = 8$ MPa lors de l'essai par *changement de pression interstitielle*. La Fig. 2.25 montre un exemple de relevé des jauges pendant l'essai drainé pour un échantillon traité à 400°C. On constate une bonne homogénéité des valeurs relevées par les quatre jauges, de sorte que l'on peut considérer le matériau isotrope, et la déformation volumique ε_v s'écrit directement à partir de la valeur moyenne des relevés des jauges :

$$\varepsilon_v = 3 \times \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3 + \varepsilon_4}{4} \quad (2.22)$$

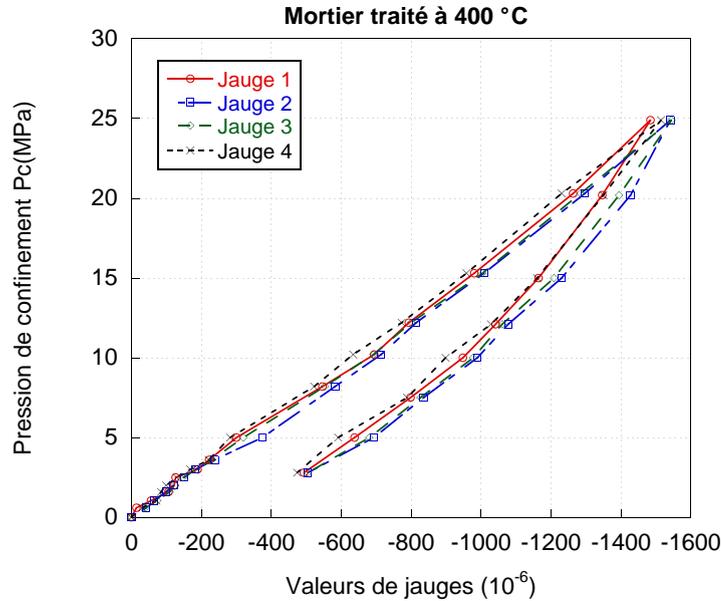


FIGURE 2.25 – Valeurs de jauges pour un échantillon traité à 400°C pendant l’essai drainé.

Procédure expérimentale. Pour l’essai par changement de pression interstitielle, la procédure est la suivante. Tout d’abord, la pression de confinement P_c est portée à la valeur désirée à l’aide d’une pompe hydraulique, et elle est maintenue stable pendant une demi-heure. Alors, on laisse le l’Argon s’écouler du réservoir vers l’échantillon de façon que les pressions en amont et en aval de l’échantillon soient égales : $P_0 = P_1 = P_i > P_{atm}$, voir Fig. 2.13. Pour l’essai drainé, on conserve la pression interstitielle égale à la pression atmosphérique : $P_i = P_0 = P_1 = P_{atm}$ pendant toute la durée de l’essai.

2.8.3 Analyse statistique des données

Comme l’on dispose de deux (à trois) valeurs expérimentales pour chaque température T , les paramètres poro-élastiques K_b et K_s peuvent être comparés au moyen d’un test statistique [39], afin de déterminer si le cycle de chauffage / refroidissement conduit à des effets significatifs sur ces paramètres, par rapport à l’état de référence.

Les valeurs moyennes $K_{b\text{ moy}}$ et $K_{s\text{ moy}}$ ont été évaluées à partir des deux (ou trois) essais effectués à chaque température donnée, par exemple, $K_{b\text{ moy}}(T) = (K_{b1} + K_{b2})/2$ pour K_b , après cycle de chauffage / refroidissement jusqu’à $T = 60^\circ\text{C}$ (état de référence), 105, 200, 300 ou 400°C.

Pour chaque température T , l’écart-type a également été évalué, par exemple, pour deux essais donnant K_b , par : $\sigma_b(T) = \sqrt{\frac{1}{2} * ((K_{b1} - K_{b\text{ moy}})^2 + (K_{b2} - K_{b\text{ moy}})^2)}$

Le test statistique suppose que si un nombre infini d’essais poro-mécaniques était effectué, la distribution des données expérimentales (c’est-à-dire le nombre d’essais donnant une valeur particulière de K_b ou K_s , aussi appelée *densité de probabilité*) devrait suivre une évolution gaussienne. L’analyse statistique détermine si les valeurs de K_b (respectivement K_s) diffèrent de façon significative avant ou après traitement thermique.

Pour cela, la différence entre K_{bA} (ou population A, par exemple les tests à l’état de référence) et K_{bB} (ou population B, par exemple les tests après un cycle de chauffage / refroidissement

jusqu'à $T=300^{\circ}\text{C}$) est considérée statistiquement significative si les intervalles $[(K_{b\text{ moy}} - 2 * \sigma_b); (K_{b\text{ moy}} + 2 * \sigma_b)]$ (aussi appelés (it boîtes)), évalués pour chaque population A et B, ne se chevauchent pas. Pour chaque population, un tel intervalle correspond à 95 % des tests qui pourraient être réalisées. Une analyse statistique encore plus contraignante impose qu'il n'y ait pas de chevauchement pour 99 % des deux populations, c'est-à-dire pas de chevauchement entre des intervalles de la forme $[(K_{b\text{ mean}} - 4 * \sigma_b); (K_{b\text{ mean}} + 4 * \sigma_b)]$. Les deux analyses statistiques à 95 % et 99 % ont été effectuées.

2.9 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre les conditions expérimentales liées à notre étude, à savoir le matériau utilisé ainsi que les différents dispositifs permettant la détermination de la porosité, des phases présentes dans le solide cimentaire, des propriétés mécaniques, des propriétés de transport convectif et des propriétés poro-élastiques.

La campagne expérimentale qui a été présentée dans ce chapitre a pour objectif d'évaluer l'influence des traitements thermiques sur les matériaux cimentaires. La campagne expérimentale est basée sur un mortier normalisé avec un rapport E/C=0,5, et sur les bétons ANDRA et CERIB. Les essais ont été réalisés, soit à haute température (comportement à chaud), soit après refroidissement (état résiduel). L'essai à haute température consiste à mesurer la perméabilité au gaz sous températures élevées.

Les essais à l'état résiduel sont des essais mécaniques et hydrauliques. Ils ont pour objectif d'analyser l'évolution des différents constituants du milieu poreux : le squelette (essais de compression uniaxiale et triaxiale, essais en extension latérale et essais de compression hydrostatique), le réseau poreux connecté (essais de porosimétrie et de perméabilité, essai de mesure du volume de pores), et également la matrice solide constitutive du squelette (essais poro-mécaniques). Les échantillons cylindriques de mortier sont préalablement séchés à 60°C jusqu'à obtention d'une masse constante. Cinq températures différentes de conditionnement (ou traitement thermique) ont été adoptées : 60, 105, 200, 300 et 400°C . La première définit l'état initial du matériau (ou état sain).

Le dispositif de mesure de la perméabilité sous température et la procédure d'essai ont été présentés. La température maximale d'utilisation de ce dispositif a été limitée à 200°C pour des raisons de sécurité. Des échantillons de mortier, de béton ANDRA et de béton CERIB, de différentes tailles et différents degrés de saturation, ont été testés.

Nous allons présenter, dans le chapitre suivant, les résultats obtenus afin d'étudier les différents effets de la température, et nous en proposerons une analyse.

Chapitre 3

Résultats expérimentaux

3.1 Evolutions de la microstructure

3.1.1 Perte de masse globale

Séchage préalable et obtention de l'état de référence. Avant tout traitement thermique, les échantillons de mortier normalisé et de pâte de ciment de même rapport $E/C=0,5$ sont séchés par étuvage à 60°C , jusqu'à stabilisation de leur masse. Cette stabilisation a demandé environ 50 jours. Les échantillons de mortier ont perdu $7,0\% \pm 0,2$ de leur masse initiale après 50 jours de séchage, contre $20,5\% \pm 0,5$ pour les échantillons de pâte de ciment, voir la Fig. 3.1. Comme on a atteint l'équilibre massique, on considère qu'il n'y a alors plus d'eau libre dans les pores.

Après cette phase de séchage initial, nous avons constaté que, bien que les échantillons de mortier ne présentent pas de fissuration en surface, voir Fig. 3.2(b), les échantillons de pâte de ciment sont notablement fissurés après séchage, voir Fig. 3.2(a). En effet, pendant le séchage se produit un effet de structure, dû aux gradients hydriques dans l'échantillon. La présence de gradients hydriques provoque une contraction du matériau allant de la surface de l'échantillon vers son coeur [142]. Cette contraction induit des microfissures par excès de traction à la surface de l'échantillon. On peut alors dire que l'échantillon est "auto-fretté" après le séchage. La présence de granulats de sable atténue cet effet dans les mortiers, ne serait-ce que parce qu'ils représentent une proportion du matériau qui ne perd pas d'eau.

Perte de masse suite aux traitements thermiques. Après séchage à 60°C , les échantillons de mortier ont une masse moyenne de $159,37\text{ g} \pm 1,35$. Suite au chauffage à 300°C , ils perdent $2,4\% \pm 0,1$ de leur masse sèche, et $3,3\% \pm 0,2$ s'ils ont été chauffés à 400°C , voir Tableau 3.1. Ces quantités, bien que faibles, ne sont pas négligeables puisqu'elles représentent en moyenne 4 g (pour une mesure précise à $\pm 0,01\text{g}$ près). Comme le matériau ne comporte plus d'eau libre (ou capillaire), cette perte de masse est attribuée à une perte d'eau liée, ou eau structurelle, voir Section 3.1.3. La couleur des échantillons après chauffage à 300 ou 400°C est rosée, et non plus grise. Ces résultats sont en accord avec la littérature : par exemple, un béton à haute performance de $E/C=0,5$ perd environ 4 % de sa masse initiale quand il est chauffé jusqu'à 300°C (6 % pour le chauffage jusqu'à 400°C) [151].

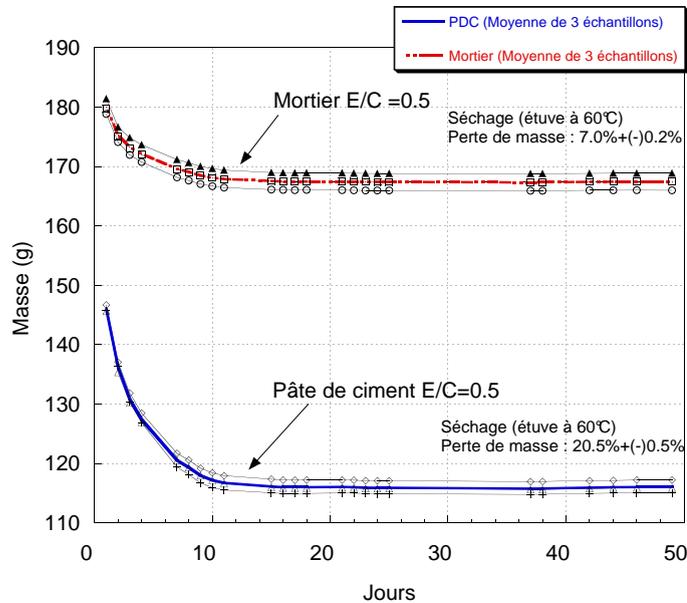


FIGURE 3.1 – Perte de masse lors du séchage en étuve à 60°C.

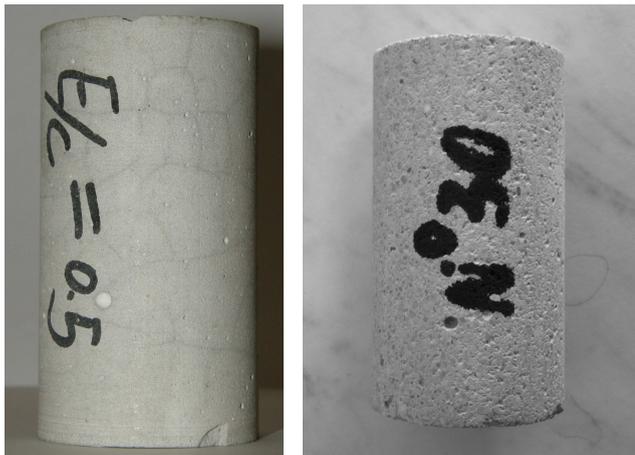


FIGURE 3.2 – Photo de gauche : éprouvette de pâte de ciment fissurée en surface (ou "auto-frettée") après séchage à 60°C, et photo de droite : éprouvette de mortier après séchage à 60°C (état de référence).

3.1.2 Variation de la porosité avec le traitement thermique

Le Tableau 4.46 présente les résultats de porosité obtenus par porosimétrie au mercure (MIP) en fonction de la température de traitement thermique T . Par rapport au mortier de référence, on constate une diminution de la porosité totale pour les mortiers chauffés à 105 et 200°C, ce qui paraît étonnant, alors que la porosité croît au-delà, pour des traitements thermiques à 300 et 400°C. Les Figs. 3.3 et 3.4 représentent le volume cumulé normalisé en fonction du diamètre de pore et le diamètre moyen de pore du mortier normalisé en fonction de T . Contrairement aux valeurs de porosité totale, et comme on pouvait s'y attendre, on constate que le volume

Échantillon	Température maximale (°C)	Masse à 60°C (g)	Masse après chauffage (g)	Perte de masse (%)
N°7	60	158,44	-	-
N°8	60	159,94	-	-
N°28	300	158,02	154,19	2,4
N°30	300	160,07	156,35	2,3
N°26	400	160,44	154,77	3,5
N°29	400	159,32	154,40	3,1

TABLE 3.1 – Perte de masse après un cycle de chauffage jusqu'à 300 ou 400°C.

Température (°C)	Porosité à l'éthanol (%)	Porosité au mercure (%)
60	12,96±0,14	13,39
105	13,06±0,91	12,77
200	14,39±0,48	12,49
300	14,95±0,33	15,12
400	15,45±0,95	15,44

TABLE 3.2 – Evolution de la porosité du mortier en fonction de la température de traitement thermique.

cumulé de pores (Fig. 3.3) augmente vers les plus grands diamètres avec l'augmentation de la température de traitement T , et la taille moyenne de pore augmente également avec T .

Le doute sur la mesure de porosité totale par MIP, corroboré par la littérature [42], et la difficulté à multiplier les essais de MIP (du fait de leur coût), nous a conduits à mesurer cette porosité par la méthode de saturation sous vide à l'éthanol. Avec cette méthode, la porosité moyenne du mortier à l'état sain vaut 12,96 % et elle augmente régulièrement avec la température de traitement thermique T . Elle atteint 15,45 % après un traitement à 400°C, soit une augmentation d'environ 2,5 % par rapport à l'état sain, ce qui représente 19,2 % de la porosité initiale. Dans le Tableau 4.46, la valeur moyenne des trois résultats et l'écart maximum à la valeur moyenne sont présentés pour chaque température. La Fig. 3.5 récapitule l'évolution de la porosité en fonction de la température. Ces résultats montrent que le mortier est sensible à la température et que la structure poreuse subit d'importantes modifications, dans le sens d'un agrandissement progressif du réseau poreux avec T . Cette tendance est également confirmée par les résultats de perméabilité au gaz (propriété de transport convectif), voir Section 3.5.

3.1.3 Analyse thermogravimétrique

Comme expliqué dans [84, 103] et justifié dans [16], voir Chapitre 1, différentes phases sont présentes dans une pâte de ciment : il s'agit principalement des C-S-H (et des aluminates), puis (en proportion décroissante) de la Portlandite, de la calcite, de l'ettringite, etc. Ces différentes phases se décomposent suivant des gammes de températures relativement distinctes au cours du chauffage. Pour un mortier soumis à un chauffage jusqu'à 800-1000°C à une vitesse de chauffage constante (méthode dynamique), les auteurs s'accordent sur les gammes de température de

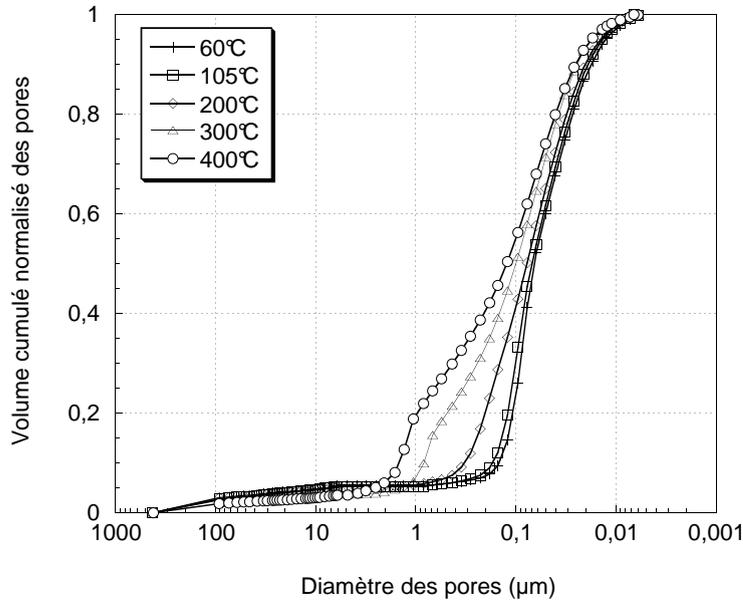


FIGURE 3.3 – Volume cumulé normalisé de pores pour des mortiers normalisés préalablement exposés à différentes températures (60, 105, 200, 300, 400°C).

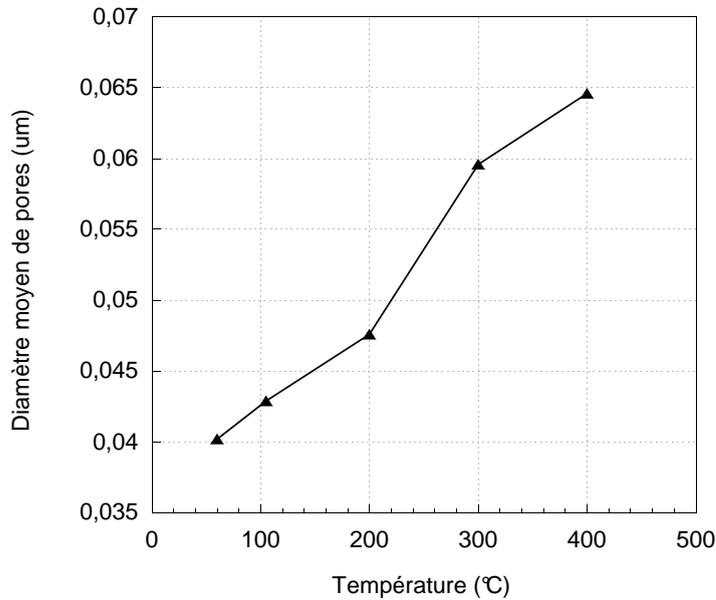


FIGURE 3.4 – Diamètres moyens de pores pour des mortiers normalisés préalablement exposés à différentes températures (60, 105, 200, 300, 400°C).

décomposition des différentes phases de la pâte [103]. Après évaporation de l'eau libre autour de 100°C, les C-S-H (et aluminates) se décomposent à partir de 105°C (ou 145°C), et jusqu'à 400°C. Le pic de décomposition de l'ettringite se situe autour de 130°C [103]. Il est à noter que la température de début de décomposition de l'ettringite et des C-S-H est notamment modifiée

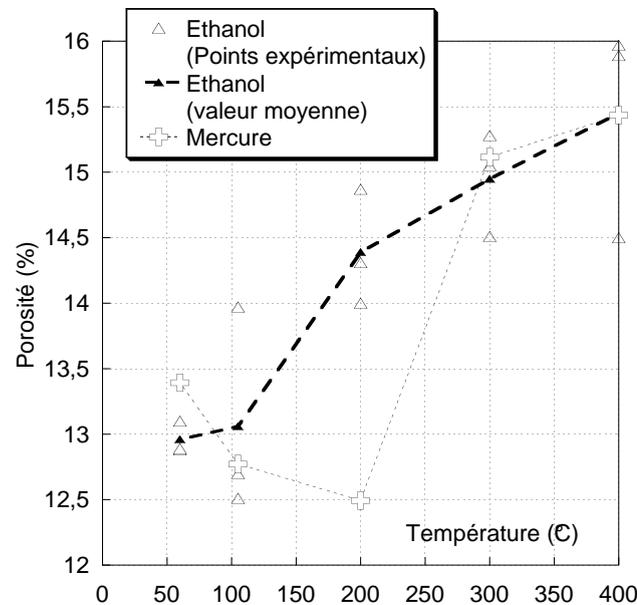


FIGURE 3.5 – Porosité par saturation à l'éthanol (valeur moyenne sur 3 tests et écart maximum), et porosité au mercure (MIP) en fonction de la température de traitement thermique.

en présence (ou non) d'eau liquide [5, 103]. La Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ libère sa molécule d'eau à partir de 400°C et jusqu'à 600°C . La décarbonatation de CaCO_3 a lieu à partir de 600°C et jusqu'à $800\text{-}1000^\circ\text{C}$.

Pour le mortier, voir Fig. 3.6(a), et en bon accord avec la littérature [84, 103], on observe trois pics principaux dans la courbe de DTG : la principale décomposition, attribuée aux C-S-H, se produit à 150°C , plus précisément entre 90°C et 240°C ; la déshydratation de la Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ se situe autour de $440\text{-}450^\circ\text{C}$, et la décarboxylation de CaCO_3 a lieu à $700\text{-}730^\circ\text{C}$. L'essai n.1 correspond à une perte de masse inférieure à celle de l'essai n.2. En effet, l'essai n.1 a été effectué sur un petit bloc de matériau, alors que le deuxième était en poudre. La surface d'échange disponible est beaucoup plus élevée pour l'échantillon en poudre, ce qui permet d'accélérer les réactions de décomposition au chauffage, d'où une perte de masse plus élevée.

Pour le béton CEM V, voir Fig. 3.6(b), les résultats obtenus lors des deux essais sur échantillons en poudre sont très proches. La perte de masse du béton à 400°C est légèrement plus faible (de 7 %) que celle du mortier en poudre, avec une valeur de $6,7\% \pm 0,1\%$ pour le mortier, et de $6,2\% \pm 0,1\%$ pour le béton. Pourtant, il existe une différence sensible entre le béton et le mortier normalisé en terme de décomposition de phases avec la température : pour le béton, la perte d'eau liée au-dessus de 105°C a lieu sur une gamme beaucoup plus étendue que pour le mortier. En particulier, après un chauffage jusqu'à 200°C , similaire à celui des essais de perméabilité en température, le mortier perd $3,3\% \pm 0,1\%$ en masse de ciment, alors que le béton perd $2,7\% \pm 0,3\%$, ce qui est inférieur de 18 % à la perte de masse du mortier.

En effet, la décomposition des C-S-H dans le béton est associée à plusieurs petits pics de DTG, voir Fig. 3.6(b). Ceci est interprété comme étant dû aux différences d'hydratation et de

composition des C-S-H, entre le mortier confectionné à partir de CEM II et le béton CEM V. Pour le mortier normalisé CEM II, la courbe de DTG présente un pic principal, de grande amplitude, centré autour de 150°C, et correspondant à la décomposition des C-S-H. L'amplitude de ce pic de DTG est associée à une libération d'eau liée relativement importante sur une gamme de température assez réduite. Cette observation est liée à une stoechiométrie des C-S-H peu variable (i.e. relativement homogène). En revanche, les additifs du CEMV (cendres volantes et laitier de haut fourneau) provoquent une perte de masse suivant plusieurs pics de DTG de plus faible amplitude, et qui correspondent à une stoechiométrie des C-S-H plus variée. Par ailleurs, ces pics étant de petite amplitude, moins d'eau est libérée à température donnée par les C-S-H du béton CEM V, et ce, même si la perte de masse totale entre 105 et 400°C est similaire pour le mortier et le béton.

La structure moléculaire (ou stoechiométrie) des C-S-H montre que la teneur en eau d'une phase C-S-H est étroitement liée à son rapport calcium/silice (C/S). Dans la littérature, l'évaluation de la stoechiométrie des C-S-H naturels et les observations sur le ciment hydraté montrent que la teneur en eau dans les C-S-H diminue avec le rapport (C/S) [59, 119, 120]. L'hydratation du ciment Portland ordinaire CEM I génère de grandes quantités de Portlandite, liées à un rapport (C/S) supérieur à 1,5-1,7 [119, 120]. La présence d'additions minérales telles que les laitiers ou les cendres volantes dans un mélange de ciment tel que le CEM V favorise des réactions pouzzolaniques, et consomme la Portlandite, ainsi que de l'eau libre ou même liée, afin de former des phases C-S-H à plus faible (C/S) que dans le ciment Portland pur. Comme le rapport (C/S) est plus faible, la réaction pouzzolanique engage un processus de réaction avec l'eau. En conséquence, l'eau est liée plus étroitement à la structure. Il est alors plus difficile de déshydrater ces C-S-H et de libérer de l'eau de ces phases solides.

En bref, le béton CEM V possède moins d'eau liée dans chaque phase C-S-H, et il aura moins d'eau à perdre pour chacune de ces phases entre 145 et 400°C par rapport au mortier normalisé fait avec du CEM II, bien que les deux perdent au final des quantités équivalentes d'eau : la perte d'eau est beaucoup plus *progressive* pour le béton CEM V que pour le mortier CEM II. De même, l'absence de pic de décomposition (courbe DTG) entre 400 et 600°C témoigne que la composition du CEM V ne permet pas la formation de Portlandite : comme nous venons de l'expliquer, la réaction pouzzolanique transforme la Portlandite en C-S-H. Au contraire, les réactions chimiques au-dessus de 700°C ont une grande amplitude pour le béton CEM V, et ceci est expliqué par la décarbonatation de CaCO_3 , mais aussi, potentiellement, par la poursuite de la décomposition des C-S-H.

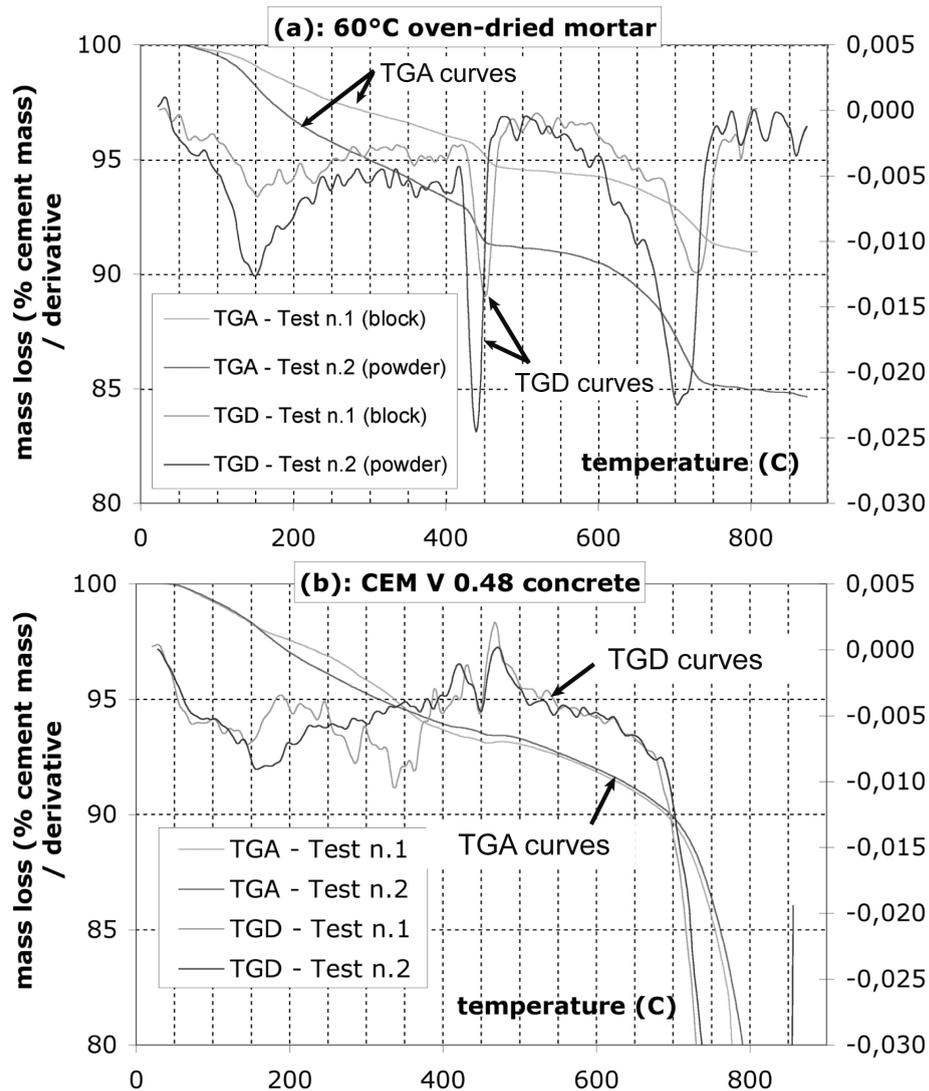


FIGURE 3.6 – Résultats d'ATG pour (a) : le mortier normalisé étuvé à 60°C. Les trois principaux pics de la dérivée du signal de perte de masse correspondent respectivement, en fonction de la température croissante, à la décomposition des C-S-H, de la Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$, de la calcite CaCO_3 . (b) : le béton CEMV de rapport (w/c)=0.48. Dans les deux cas, les dérivées de la perte de masse sont agrandies 300x. Les résultats correspondent à deux essais différents pour chaque matériau.

3.2 Evolution des propriétés mécaniques avec le traitement thermique

Type d'essai	Traitement thermique (°C)	Numéro de l'échantillon testé
Compression simple	60	N°4 / N°9
	105	N°5 / N°10
	200	N°6 / N°12
	300	N°28 / N°30
	400	N°26 / N°29
Compression triaxiale + Perméabilité au gaz ($P_c = 10\text{MPa}$)	60	N°8 / N°24
	105	N°11 / N°19
	200	N°21 / N°22
	300	N°14 / N°38
	400	N°15 / N°25
Compression triaxiale + Perméabilité au gaz ($P_c = 5\text{MPa}$)	60	N°7
	200	N°13
	400	N°35
Essai d'extension latérale	400	N°01
		N°02

TABLE 3.3 – Types d'essais mécaniques et numéros d'échantillons testés.

Les essais de compression uniaxiale et triaxiale sont les plus utilisés pour caractériser les performances mécaniques d'un matériau. Le Tableau 3.3 rappelle succinctement les types d'essais mécaniques et les numéros des échantillons testés.

3.2.1 Résultats des essais mécaniques uniaxiaux et triaxiaux

Notre objectif est de montrer l'influence du traitement thermique sur le comportement mécanique multiaxial des mortiers. La microfissuration est un phénomène connu, généré par le traitement thermique, voir Chapitre 1, aussi nous tâcherons de l'identifier dans les essais ci-dessous. Nous avons choisi de réaliser les essais de compression simple et triaxiale à une pression de confinement moyenne, égale à 5 ou 10 MPa, et comparable à des niveaux de confinement déjà investigués par le passé au laboratoire [153].

Analyse des faciès de rupture

Les deux photos des Figs. 3.7(a) et 3.7(b) montrent les échantillons après rupture en compression triaxiale ($P_c=10\text{MPa}$) pour l'état de référence et après traitement à 400°C . Dans les deux cas, et comme attendu (voir Chapitre 1), la rupture a eu lieu par macro-fissuration suivant un plan incliné par rapport à l'axe vertical.

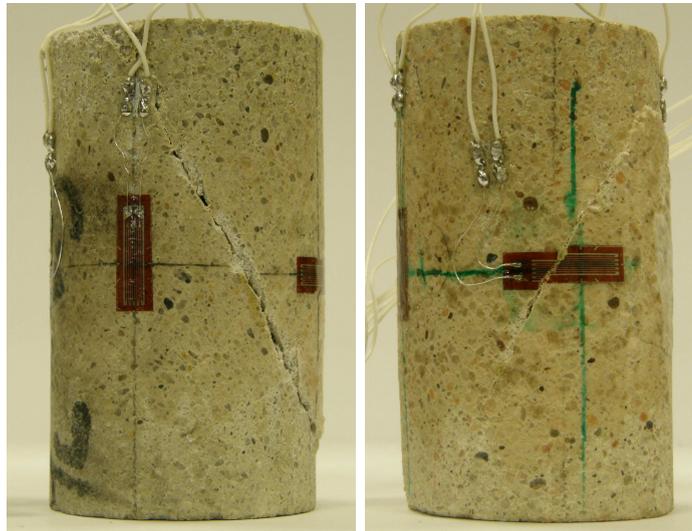


FIGURE 3.7 – Rupture en compression triaxiale ($P_c = 10\text{MPa}$) (a) : d'un échantillon de référence (gauche) ; (b) : d'un échantillon traité à 400°C (droite).

Analyse des courbes contrainte/déformation

On notera que les courbes de contrainte nominale/déformation axiale, voir Figs. 3.8(a), 3.8(b) ne vont pas toutes à rupture, les jauges de déformation ayant pu se décoller dès le maximum de contrainte R_c dépassé. Malgré tout, l'allure des courbes contrainte nominale/déformation axiale met en évidence que la déformation plastique (et donc la ductilité) du mortier croît avec la température de traitement thermique T . En effet, au maximum de contrainte R_c , la déformation axiale atteinte pour le mortier traité thermiquement à 400°C : $\varepsilon_a(400^\circ\text{C}) = 4000\mu\text{def}$ représente le double de la déformation axiale du mortier dans l'état de référence : $\varepsilon_a(60^\circ\text{C}) = 2000\mu\text{def}$. Ceci témoigne d'une dégradation due au traitement thermique, très probablement sous la forme d'une microfissuration [11, 57], voir Chapitre 1. En lien avec les résultats poro-élastiques présentés dans [21] et dans la Section 3.3, on peut également estimer qu'à l'échelle du squelette solide (grains de sable+pâte de ciment), et sous confinement, des ponts solides (également appelés trabécules, comme dans la microstructure de l'os) s'écrasent plus facilement après traitement thermique, de sorte que le matériau est plus sensible au cisaillement et au glissement, ce qui contribue à la déformation plastique macroscopique. L'endommagement thermique du squelette solide est expliqué par la déshydratation du gel C-S-H. Celle-ci a été mise en évidence sur le mortier normalisé lors de l'essai thermo-gravimétrique, voir Section 3.1.3 et [21].

Détermination des propriétés élastiques et de la résistance à la rupture

Le module d'Young E , le coefficient de Poisson ν et la résistance à la rupture (notée R_c) ont été mesurés à partir des essais de compression uniaxiale et triaxiale réalisés sur 2 échantillons pour chaque température, voir les valeurs moyennes dans le Tableau 3.4. E et ν sont calculés après 3 cycles de charge/décharge de 0 à 9 MPa, au début de la courbe contrainte/déformation, comme recommandé par la RILEM [139]. Ce sont des valeurs initiales (en dessous de la limite élastique), qui ne prennent pas en compte l'endommagement mécanique. Comme attendu, voir Chapitre 1, on constate que le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν diminuent de façon continue et notable avec la température T , voir également les Figs. 3.9(a) et 3.9(b). La

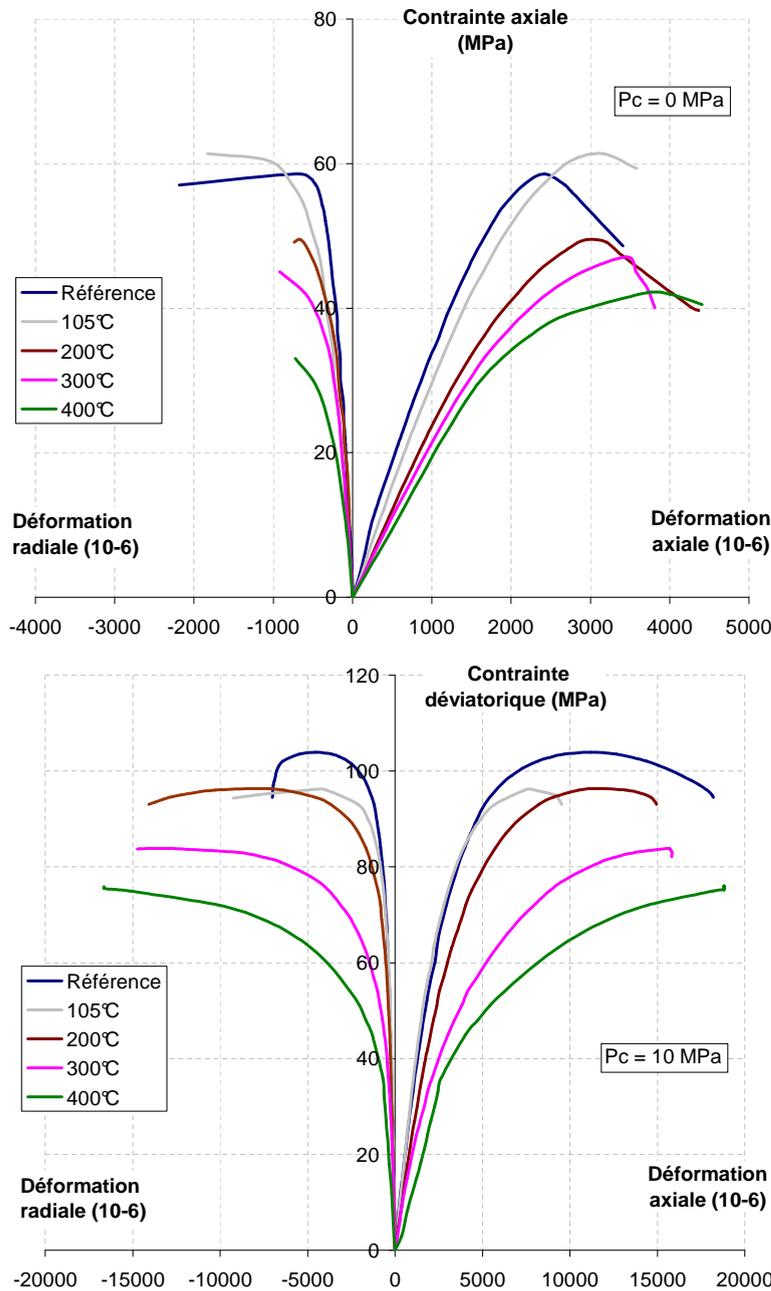


FIGURE 3.8 – Courbes contrainte nominale/déformation axiale et transversale à différentes températures de traitement thermique T (référéncie 60°C , et également 105°C , 200°C , 300°C ou 400°C), (a) : pour l’essai de compression simple ; (b) : pour l’essai de compression triaxiale à $P_c=10\text{ MPa}$.

diminution régulière du module d’Young avec la température de traitement thermique est en bon accord avec l’augmentation de la porosité totale mesurée par saturation à l’éthanol, voir la Fig. 3.5. Après traitement thermique jusqu’à 400°C , le module d’Young diminue de 52 % par rapport à sa valeur initiale pour l’essai de compression uniaxiale, et de 40,5 % de sa valeur initiale pour l’essai de compression triaxiale ($P_c = 10\text{ MPa}$). Le module d’Young E à $P_c = 10\text{ MPa}$ augmente

Échantillon	Compression simple			Compression triaxiale		
	E (GPa)	ν	Rc (MPa)	Pc = 5MPa Rc' (MPa)	Pc = 10MPa E (GPa)	Rc' (MPa)
60°C	32,5	0,16	58,0	83,5	34,8	102,2
105°C	30,9	0,16	61,5	-	32,6	98,2
200°C	25,1	0,13	49,4	70,0	27,5	94,9
300°C	20,7	0,12	47,9	-	23,5	82,7
400°C	15,6	0,11	40,1	54,5	20,7	73,5

TABLE 3.4 – Evolution des propriétés élastiques E et ν et de la résistance en compression R_c , en fonction de la température de traitement thermique T (valeurs moyennes sur deux essais).

environ de 11 % (valeur moyenne pour toutes les températures) par rapport à celui à $P_c = 0$, ce qui met en évidence un effet non négligeable du confinement. Déterminé en compression uniaxiale seulement, le coefficient de Poisson ν diminue de 0,16 à 0,115 avec la température T .

Comparativement aux résultats en compression simple, on note une augmentation de la résistance R_c lorsqu'on est sous confinement, voir Tableau 3.4. L'évolution de R_c avec la température de traitement thermique T présente la même pente quel que soit le confinement P_c utilisé, voir Fig. 3.10. Ces résultats sont en bon accord avec les travaux antérieurs effectués au laboratoire sur le même matériau à l'état de référence. Ainsi, pour un mortier normalisé ($E/C=0,5$) à l'état de référence, Yurtdas et al. [153] ont identifié $R_c = 60\text{MPa}$ lors de l'essai de compression simple, alors que notre valeur est de $58,0 \pm 0,5\text{MPa}$; R_c est égal à $102,2 \pm 1,6\text{MPa}$ à l'état de référence pour l'essai de compression triaxiale (à $P_c = 10\text{MPa}$) dans notre étude, et Yurtdas et al. [153] ont déterminé $R_c = 115,5\text{MPa}$ pour l'essai de compression triaxiale à $P_c = 15\text{MPa}$.

Par ailleurs, une diminution significative et régulière de la résistance R_c est observée pour les températures de traitement T supérieures à 105 °C. Pour les échantillons chauffés à 105 °C, comparativement à l'état de référence, l'évolution de R_c est un peu différente : on observe une légère diminution de 3,9 % de R_c pour l'essai de compression triaxiale (à $P_c = 10\text{MPa}$), mais une augmentation de 6,0 % de R_c pour l'essai de compression simple.

Un tel résultat a déjà été observé par Burlion et al. [15] pour un béton soumis à la dessiccation. La valeur de R_c augmente avec la dessiccation, ou ici avec le séchage jusqu'à 105°C. Cette augmentation est liée à deux phénomènes [9, 15]. D'une part, la dépression capillaire due au séchage provoque une mise en compression du squelette solide, qui conduit à une "pré-contrainte" du mortier, qui devient alors plus résistant. Il y a une augmentation de la résistance à la compression par rigidification du matériau. La diminution de la pression de disjonction peut également conduire à une augmentation de la résistance uniaxiale. Un second phénomène est dû aux gradients hydriques, qui provoquent une contraction des bords de l'échantillon par rapport à son cœur [141]. Cette contrainte de confinement hydrique induit une augmentation supplémentaire de la résistance. Cependant, elle induit également des micro-fissures par excès de traction dans la zone en surface de l'échantillon. Cette micro-fissuration d'origine hydrique, limitée en surface, a un rôle faible sur la valeur de la résistance en compression uniaxiale. Par contre, elle aura une influence sur l'évolution des propriétés élastiques, qui diminuent continûment avec le séchage. Enfin, pour l'échantillon traité jusqu'à 105°C, l'endommagement thermique est encore potentiellement assez faible par rapport aux effets de pression capillaire, ce qui va globalement dans

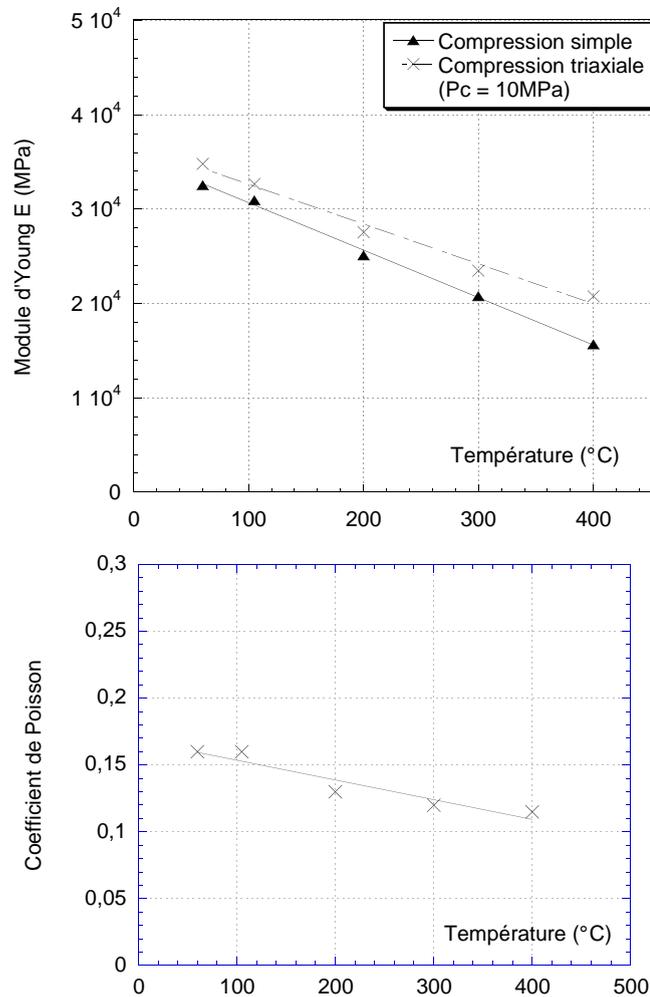


FIGURE 3.9 – (a) : Evolution du module d'Young E en fonction de la température de traitement thermique T , déterminée à partir de la première partie linéaire des courbes contrainte nominale/déformation axiale en compression simple ou triaxiale ($P_c = 0$ ou 10MPa); (b) : Evolution du coefficient de Poisson en fonction de la température de traitement thermique T , déterminée à partir de la première partie linéaire des courbes contrainte nominale/déformation axiale en compression simple ($P_c = 0$).

le sens de l'augmentation de la résistance mécanique. Par contre, pour l'essai en compression triaxiale, R_c diminue entre l'état de référence et le traitement thermique jusqu'à 105°C : les effets de pression capillaire sont atténués sous confinement, si on peut encore considérer la présence d'une pression capillaire à 105°C .

3.2.2 Résultats des essais en extension latérale

Des essais en extension latérale ont été effectués afin de valider le modèle constitutif élastoplastique, couplé à un endommagement isotrope, qui est présenté au Chapitre 4. Pour les deux essais effectués sur mortier traité à 400°C , l'évolution des déformations axiale et latérale est présentée à la Fig. 3.11, lors de la décharge en confinement seulement, avec un point de départ

3.2. EVOLUTION DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES AVEC LE TRAITEMENT THERMIQUE 83

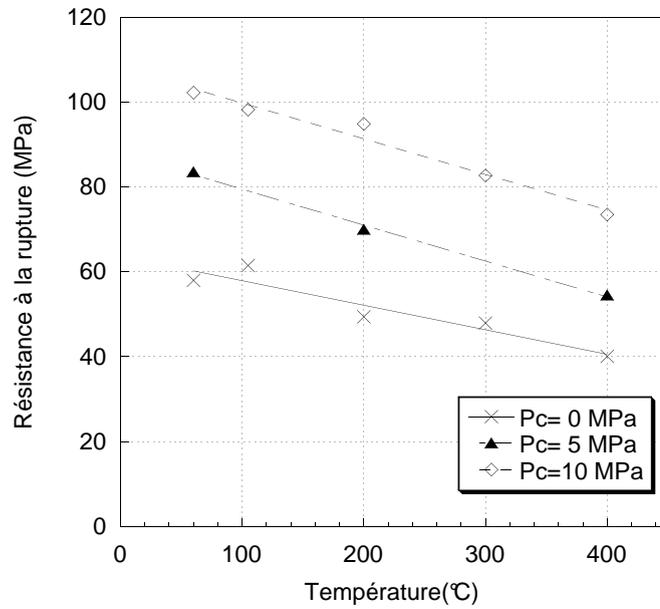


FIGURE 3.10 – Evolution de la résistance à la rupture R_c en fonction de la température de traitement thermique T .

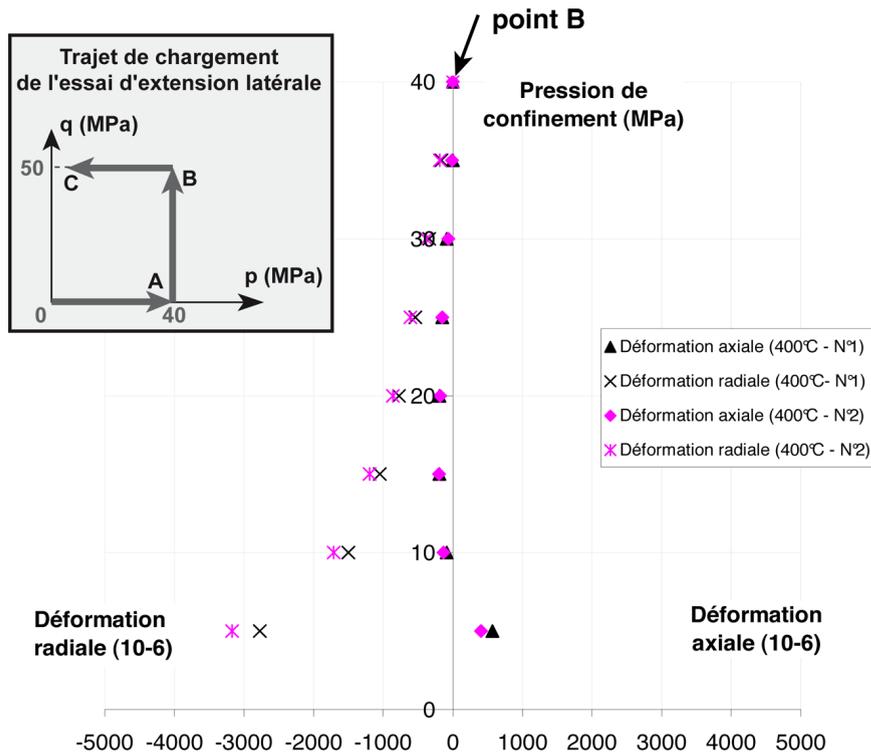


FIGURE 3.11 – Résultats de l'essai d'extension latérale pour deux échantillons traités à 400°C.

à $p = P_c = 40$ MPa et $q = \sigma_{axial} = (F_1/S_0) = 50$ MPa (point B dans le plan (p,q)). Cet essai a été choisi car il permet un développement remarquable de la plasticité, et il correspond à un chemin de chargement différent de celui utilisé pour l'identification du modèle. Les deux essais présentent des résultats très proches, et intéressants à interpréter en terme de déformation axiale, puisqu'elle change de signe pendant la décharge.

Afin de mieux comprendre l'évolution de ϵ_a avec le chargement appliqué, le trajet de chargement est exprimé comme la superposition d'une contrainte déviatorique q constante et d'une contrainte hydrostatique p décroissante, voir Fig. 3.12. La variation de la déformation axiale $\Delta\epsilon_a$ provient alors de deux effets : $\Delta\epsilon_a = \Delta\epsilon_a^1 + \Delta\epsilon_a^2$. Dans le plan déviateur (ϵ_a, q) , la décharge en confinement (p décroissante) de B à C correspond à un comportement (ϵ_a, q) de plus en plus ductile, donc à une déformation $\Delta\epsilon_a^1$ positive. En effet, le confinement tend à consolider le matériau, le déconfinement ayant l'effet inverse. Simultanément, la baisse du confinement produit une variation de déformation $\Delta\epsilon_a^2$ mesurée négativement dans le plan (ϵ_a, p) , voir Fig. 3.12. Au total, lorsqu'on est en début de déconfinement, le matériau est encore relativement bien consolidé et alors $|\Delta\epsilon_a^1| \leq |\Delta\epsilon_a^2|$, soit $\Delta\epsilon_a \leq 0$. Par la suite, il vient un chargement ($P_c \leq 10$ MPa) tel que $|\Delta\epsilon_a^1| \geq |\Delta\epsilon_a^2|$, d'où $\Delta\epsilon_a \geq 0$.

3.2. EVOLUTION DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES AVEC LE TRAITEMENT THERMIQUE85

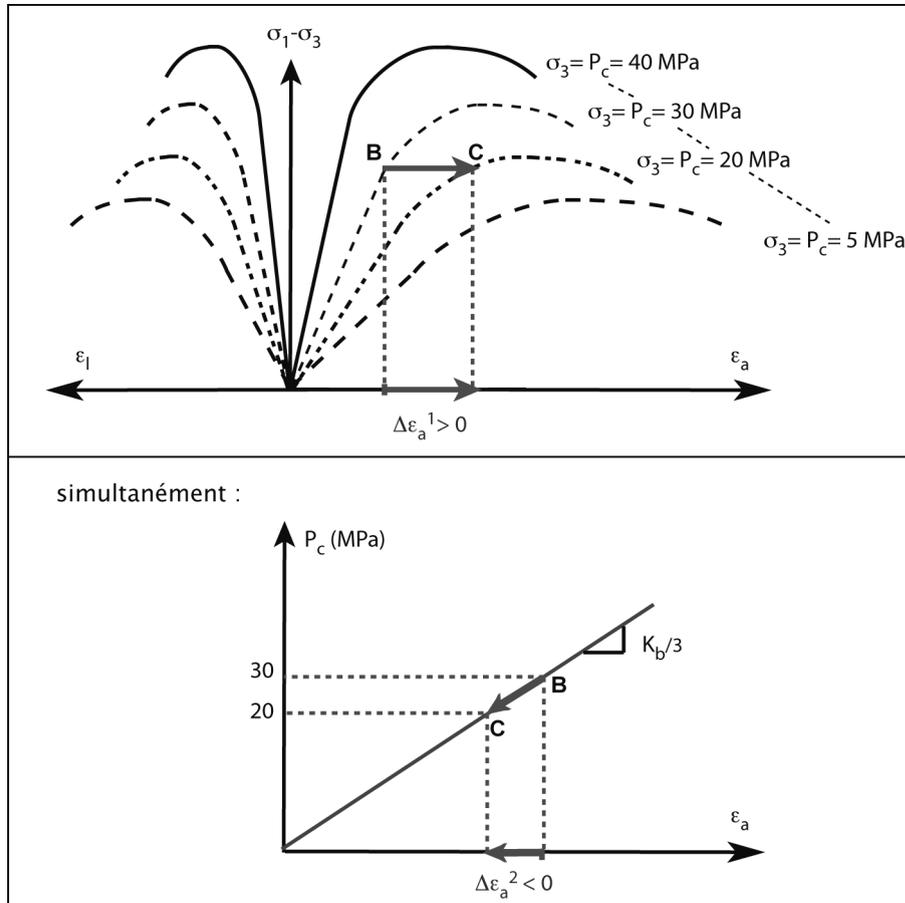


FIGURE 3.12 – Explication de l'évolution de la déformation axiale ϵ_a lors de l'essai d'extension latérale (phase de déconfinement seul). Le chargement est la superposition d'une contrainte déviatorique $q = \sigma_{axial} = (F_1/S_0) = \sigma_1 - \sigma_3$ constante et d'une contrainte hydrostatique $p = P_c$ décroissante, qui génèrent chacune une variation de déformation $\Delta \epsilon_a^1$ et $\Delta \epsilon_a^2$.

3.3 Evolution des propriétés poro-élastiques après traitement thermique

Dans cette partie, nos objectifs sont (1) de vérifier la validité d'une approche poro-élastique linéaire et isotrope pour le mortier normalisé, supposé complètement dé-saturé ; et (2) d'identifier, suite au traitement thermique, l'effet d'un chargement hydrostatique sur les principales propriétés poro-élastiques K_b et K_s (ou K_b et b). Rappelons que le fluide interstitiel utilisé est du gaz (Argon, pas d'eau ou d'éthanol), pour éviter toute interaction avec la pâte de ciment [153], et de manière à saturer le réseau poreux plus rapidement.

3.3.1 Mise en évidence de l'évolution de la microstructure par essai en compression hydrostatique drainé

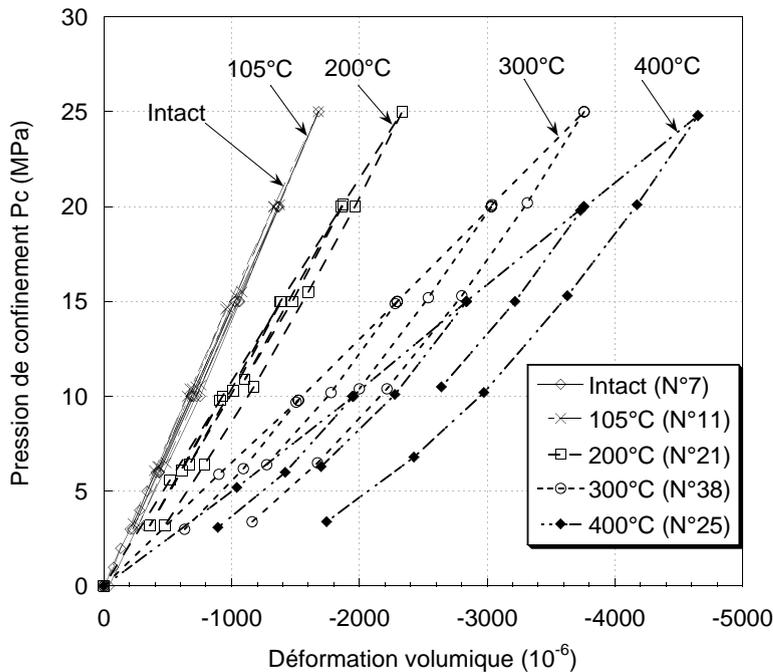


FIGURE 3.13 – Données d'essai drainé (ε_v, P_c) pour le mortier intact et les mortiers traités thermiquement à 105, 200, 300 et 400°C.

Lors d'un essai en compression hydrostatique drainé (pression interstitielle $P_i = 0$), les mortiers intacts et traités thermiquement à 105°C ont un comportement (ε_v, P_c) élastique linéaire et réversible, qui est typique d'une matrice solide non fissurée, voir la Fig. 3.13.

En revanche, pour les échantillons traités thermiquement à 200, 300 et 400°C, le comportement (ε_v, P_c) devient notablement ductile, voir la Fig. 3.13. Ces mortiers sont plus déformables que les mortiers de référence ou traités à 105°C. Par exemple, à $P_c = 25$ MPa, le mortier traité à 300°C se déforme 2,4 fois plus que le mortier intact, alors que le mortier traité à 400°C se déforme environ 3 fois plus que le mortier intact. Cette plastification progressive est attribuée à l'effet d'un endommagement dû au traitement thermique. Celui-ci peut être lié à la fois à la décomposition chimique des silicates de calcium hydratés (C-S-H), à la création de micro-fissures, et à l'augmentation de la porosité connectée. La micro-fissuration provoque progressivement un

endommagement, voire une rupture, des ponts solides (ou trabécules) du squelette, comme décrit dans [80].

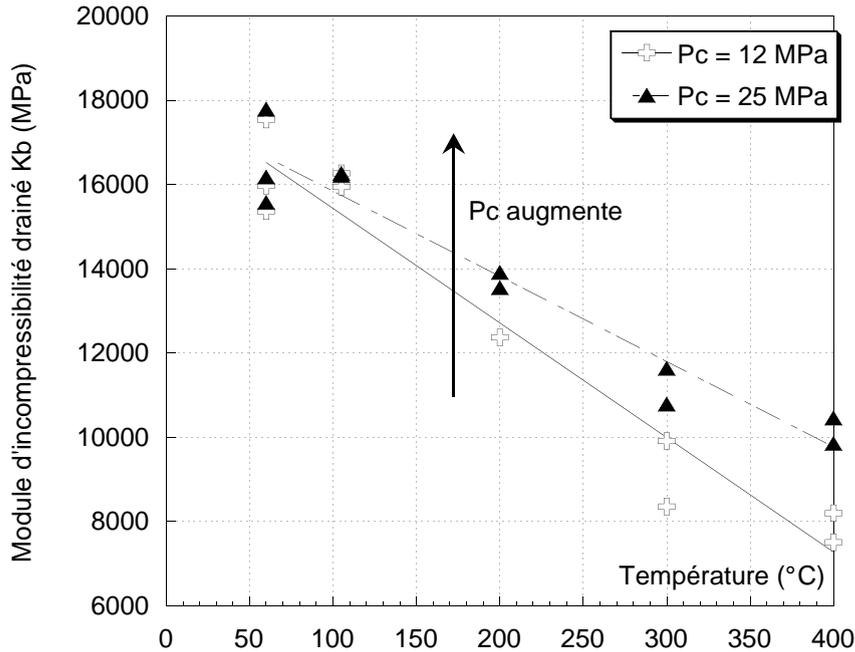


FIGURE 3.14 – Le module d’incompressibilité drainé K_b diminue avec la température de traitement thermique à partir de 200°C , mais il augmente avec la pression de confinement P_c .

Ainsi, à pression de confinement donnée, la pente de la droite interpolant les points expérimentaux (ε_v, P_c) lors d’une décharge $\Delta P_c = 5$ MPa, identifiée au module d’incompressibilité drainé K_b , diminue significativement après un traitement thermique au-dessus de 105°C , voir la Fig. 3.14. Les tableaux 3.5 et 3.6 montrent que, à une même pression de confinement $P_c = 15$ MPa, la valeur moyenne de K_b est égale à 16125 MPa pour le mortier intact et 16190 MPa pour le mortier traité à 105°C . En termes statistiques, les intervalles de population correspondant à 95 et 99 % d’essais se chevauchent : K_b ne présente pas de différence statistiquement significative entre les mortiers intact et traité à 105°C . En revanche, K_b diminue de façon significative statistiquement pour un traitement thermique à 200°C , avec une valeur moyenne de 12850 MPa, et des intervalles à 95 et 99 % de population qui ne chevauchent pas ceux des mortiers de référence et traité à 105°C . Pour le mortier traité à 300°C , K_b est quasiment réduit de moitié par rapport à la valeur du mortier intact, avec une valeur moyenne de 9840 MPa ; l’intervalle correspondant à 95 % de population ne chevauche ni celui du mortier traité à 200°C , ni ceux des mortiers de référence et traité à 105°C . Pour le mortier traité à 400°C , K_b est encore plus petit, avec une valeur moyenne de 9080 MPa. Les intervalles gaussiens à 95 et 99 % de population se chevauchent pour les traitements thermiques à 300 et 400°C .

Comparons maintenant les modules d’incompressibilité drainé K_b à traitement thermique donné au-delà de 105°C : la valeur de K_b augmente avec la pression de confinement, voir les Figs. 3.15, 3.14 et les Tableaux 4.6, 4.7, 4.8. Pour les mortiers intacts et traités jusqu’à 105°C , dont le comportement est linéaire et réversible, le module d’incompressibilité drainé K_b est

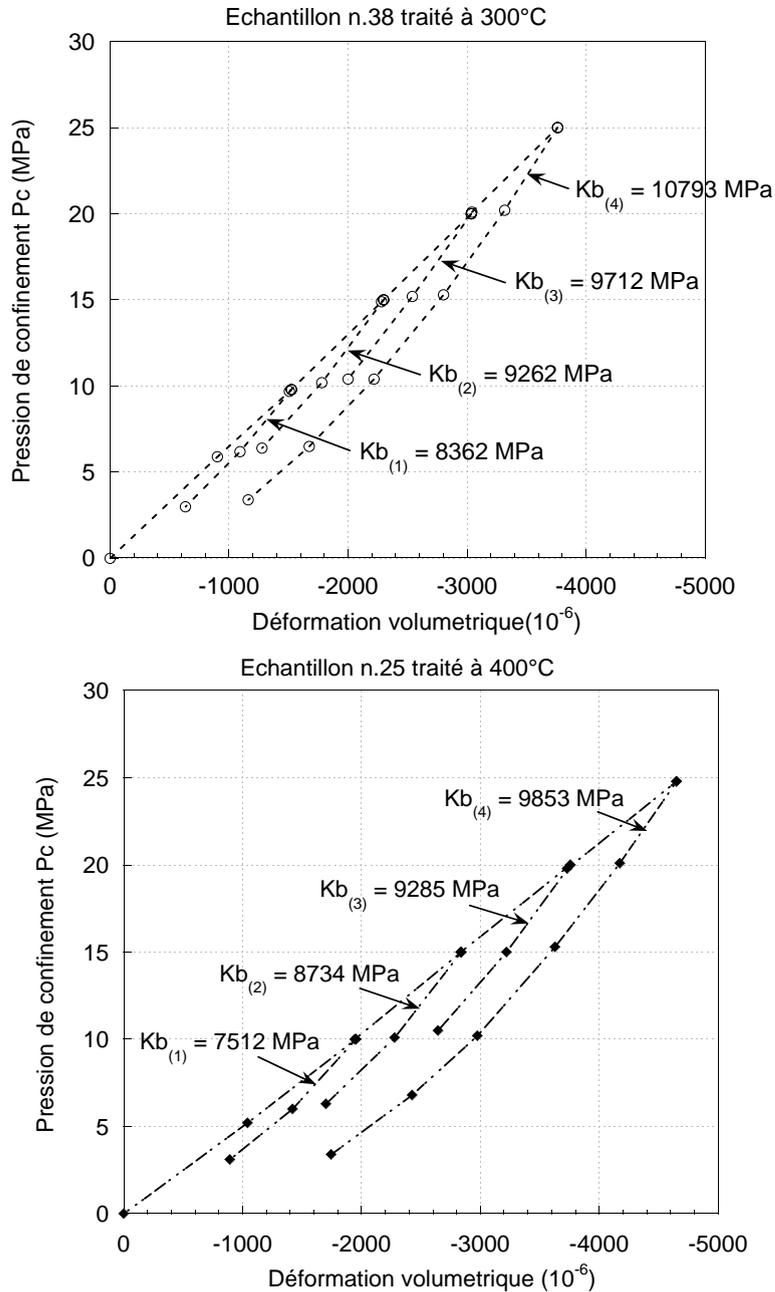


FIGURE 3.15 – Données d’essai drainé (ε_v, P_c) (a) : pour l’échantillon n.38 traité à 300°C ; (b) : pour l’échantillon n.25 traité à 400°C. Chacune des quatre phases successives de décharge à $\Delta P_c = 5$ MPa est utilisée pour déterminer K_b à 10 (ou 12), 15, 20 ou 25 MPa.

indépendant de la pression de confinement, voir la Fig. 3.14 et les Tableaux 4.4 et 4.5.

Dit autrement, au-dessus de 105 °C, le module d’incompressibilité tangent $K_{b\text{ tangent}}$, évalué comme la tangente de la courbe (ε_v, P_c) à P_c donnée, diminue régulièrement avec l’augmentation de P_c , voir la Fig. 3.13, tandis que le module sécant K_b , déterminé au cours d’une phase de décharge à $\Delta P_c = 5$ MPa, augmente avec P_c . Ces deux évolutions sont des conséquences de l’endommagement thermique. D’une part, l’endommagement thermique affaiblit le squelette

Echantillon N° ou paramètre statistique	Module drainé K_b en MPa	Module de la matrice $K_s = (\frac{1}{K_b} - \frac{1}{H})^{-1}$ en MPa
N° 7 (Intact)	15613	40853
N° 8 (Intact)	17241	50101
N° 24 (Intact)	15522	44540
Valeur moyenne ± écart à la moyenne exprimé en %	16125 ± 7%	45165 ± 10%
Intervalle gaussien (95 % des cas) (écart type moyen ± 2)	[14545-17705]	[37563-52767]
Intervalle gaussien (99 % cas) (écart type moyen ± 4)	[12965-19285]	[29961-60369]
Référence [135]-N° 1 (Intact)	17700	42400
Référence [135]-N° 2 (Intact)	16900	36500
N° 11 (Traité à 105°C)	16092	41864
N° 19 (Traité à 105°C)	16291	45931
Valeur moyenne ± écart à la moyenne exprimé en %	16192 ± 0,6%	43898 ± 4,6%
Intervalle gaussien (95 % des cas) (écart type moyen ± 2)	[15993-16391]	[39832-47964]
Intervalle gaussien (99 % des cas) (écart type moyen ± 4)	[15794-16590]	[35766-52030]
N° 21 (Traité à 200°C)	12533	39374
N° 22 (Traité à 200°C)	13175	40078
Valeur moyenne ± écart à la moyenne exprimé en %	12854 ± 2,5%	39726 ± 0,9%
Intervalle gaussien (95 % des cas) (écart type moyen ± 2)	[12212-13496]	[39022-40430]
Intervalle gaussien (99 % des cas) (écart type moyen ± 4)	[11570-14138]	[38318-41134]

TABLE 3.5 – Valeurs de K_b et K_s pour le mortier intact et pour les mortiers traités thermiquement à 105 ou 200°C, sous une même pression de confinement de 15 MPa.

solide, ce qui augmente la plastification, et le module $K_{b\text{ tangent}}$ diminue quand P_c augmente. Cette interprétation est corrélée avec l'augmentation de la porosité connectée, voir la Fig. 3.5, et l'élargissement de la taille de pores, mis en évidence par porosimétrie au mercure, voir Fig. 3.4. La décomposition chimique des hydrates fragilise également le squelette solide. En effet, s'il n'y avait que des micro-fissures, en confinant, on retrouverait K_b du mortier intact pour tous les mortiers traités thermiquement. D'autre part, tel que proposé par Kherbouche [80] pour une roche calcaire, le confinement induit une compaction du squelette solide à cause de l'effondrement partiel du réseau poreux et des ponts solides, et donc son apparente rigidification : on

Echantillon N° ou paramètre statistique	Module drainé K_b en MPa	Module de la matrice $K_s = (\frac{1}{K_b} - \frac{1}{H})^{-1}$ en MPa
N° 14 (Traité à 300°C)	10412	52318
N° 38 (Traité à 300°C)	9262	51417
Valeur moyenne ± écart à la moyenne exprimé en %	9837 ± 6%	51868 ± 0,9%
Intervalle gaussien (95 % des cas) (écart type moyen ± 2)	[8687-10987]	[50968-52768]
Intervalle gaussien (99 % des cas) (écart type moyen ± 4)	[7537-12137]	[50068-53668]
N° 15 (Traité à 400°C)	9430	67780
N° 25 (Traité à 400°C)	8734	68098
Valeur moyenne ± écart à la moyenne exprimé en %	9082 ± 4%	67939 ± 0,2%
Intervalle gaussien (95 % des cas) (écart type moyen ± 2)	[8386-9778]	[67621-68257]
Intervalle gaussien (99 % des cas) (écart type moyen ± 4)	[7690-10474]	[67303-68575]

TABLE 3.6 – Valeurs de K_b et K_s pour les mortiers traités thermiquement à 300 et 400°C, sous une même pression de confinement de 15 MPa.

mesure alors un module sécant K_b de plus en plus grand avec P_c , lors d'une phase de décharge $\Delta P_c = 5$ MPa.

3.3.2 Essais par changement de pression interstitielle

Les essais par "*variation de pression interstitielle*" donnent directement l'évolution du module H , voir les Figs. 3.16(a) et 3.16(b). On note que, de la même manière que K_b , H diminue quand la température de traitement thermique augmente, mais aussi que H augmente avec la pression de confinement P_c , à traitement thermique donné. A partir des valeurs du module H sont déduites celles de K_s , module d'incompressibilité de la matrice solide, directement en utilisant la formule : $(1/K_s) = (1/K_b) - (1/H)$.

Evolution de K_s et b à pression de confinement donnée

Contrairement au module d'incompressibilité drainé K_b , K_s augmente avec la température de traitement thermique pour les faibles pressions de confinement, c'est-à-dire au-dessous de 15 MPa, voir la Fig. 3.17. Cette augmentation est la plus notable pour les mortiers traités thermiquement à 300°C et 400°C. La différence de module d'incompressibilité K_s entre les mortiers intacts, traités à 105° ou 200°C n'est pas significative statistiquement, voir les Tableaux 3.5 et 3.6. Il n'y a une augmentation statistiquement significative de K_s que lorsque l'on compare tous les

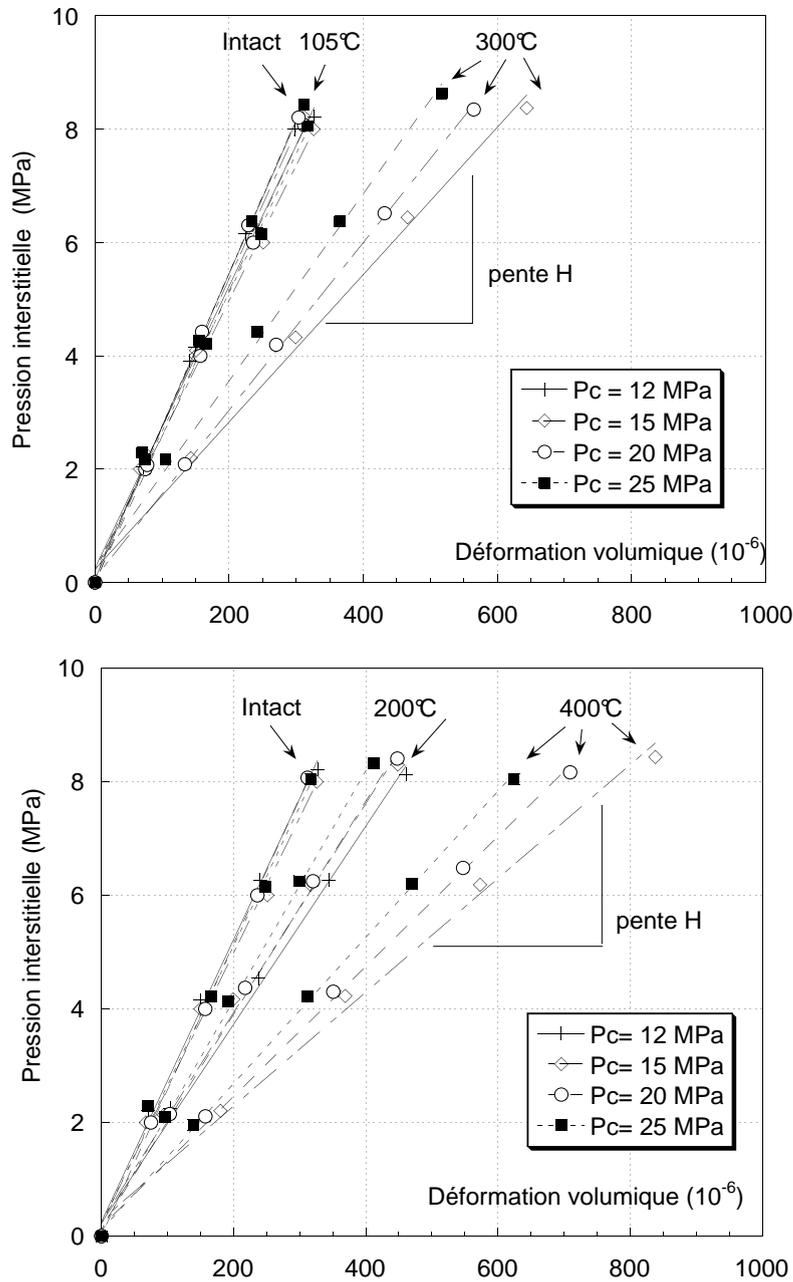


FIGURE 3.16 – Données expérimentales de l’essai par *changement de pression interstitielle* (ε_v, P_i) pour (a) : le mortier intact et le mortier traité thermiquement à 300°C; (b) : le mortier intact et le mortier traité thermiquement à 400°C.

mortiers (intact, 105°, 200°C ou 300°C) à celui traité à 400°C, qu’il s’agisse de 95 ou de 99 % des cas.

Pour les faibles confinements ($P_c \leq 15$ MPa), on peut interpréter l’augmentation de K_s avec le traitement thermique de la façon suivante, voir Fig. 3.18. Des micro-fissures ont été créées pendant le traitement thermique, de telle façon que la porosité occluse initiale, au sein de la matrice solide, se retrouve (partiellement) connectée. Ceci est concordant avec l’augmentation

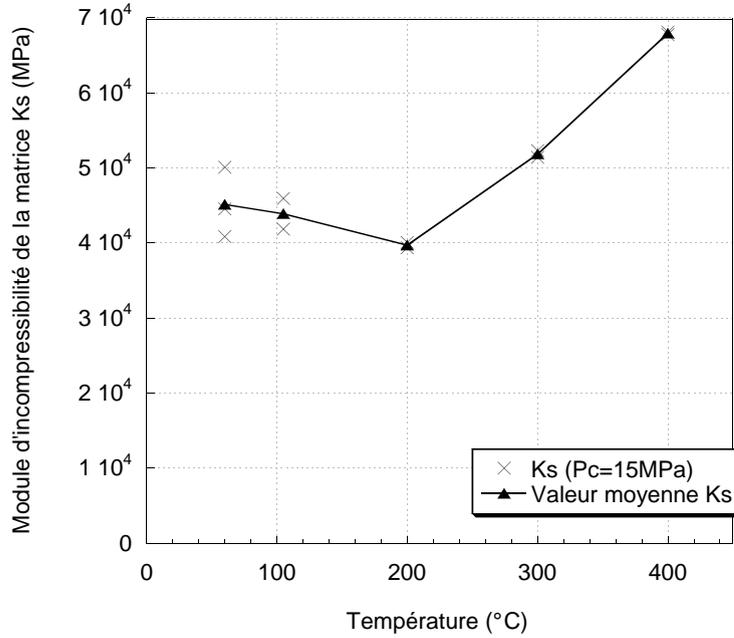


FIGURE 3.17 – Effets du traitement thermique sur le module d’incompressibilité de la matrice solide K_s , à pression de confinement donnée $P_c = 15$ MPa.

mesurée de la porosité connectée, voir la Fig. 3.5. En conséquence, la matrice solide contient moins de porosité occluse, et elle est alors plus rigide : son module d’incompressibilité apparent K_s est plus grand qu’avant traitement thermique, voir la Fig. 3.17. Cette augmentation de K_s correspond aussi à l’augmentation de la rigidité des C-S-H *via* la perte de leur eau structurale au-delà de 145°C, voir Section 3.1.3. Mais cet effet est limité à une pression de confinement faible. A un niveau de confinement plus élevé, les micro-fissures peuvent se refermer, et certains des pores occlus avant traitement thermique se retrouvent à nouveau piégés dans la matrice solide, c’est-à-dire que la porosité occluse ré-augmente, et K_s diminue jusqu’à des valeurs similaires à celles du mortier intact [19].

Allant dans le même sens, les résultats expérimentaux sur l’argilite Callovo-Oxfordian cités par Homand et al. [73] doivent être mentionnés. Dans ces travaux, le coefficient de Biot b et le module d’incompressibilité de la matrice K_s diminuent avec l’augmentation de la contrainte axiale déviatorique. L’interprétation des auteurs est que, lorsque la contrainte axiale augmente, un phénomène de poinçonnement peut se produire dans certaines parties du réseau poreux, ce qui signifie une perte de connection des pores. Cela signifie également que lorsque davantage de porosité occluse est créée dans la matrice solide, le module d’incompressibilité de la matrice K_s va être réduit.

Le coefficient de Biot b étant déduit de K_b et K_s simplement par $b = 1 - (K_b/K_s)$, b présente comme eux une différence statistiquement significative pour les mortiers traités thermiquement à 400°C, par rapport aux mortiers intact ou traités à 105, 200 et 300°C, voir les Tableaux 3.5 et 3.6 à $P_c = 15$ MPa. On note également que le coefficient de Biot b se rapproche de plus en plus de 1 quand la température de traitement thermique augmente, avec une limite supérieure à 0,89, voir la Fig. 3.19. En effet, comme le squelette solide se dégrade de plus en plus et perd de sa cohésion initiale, son coefficient de Biot évolue de plus en plus vers celui du matériau granulaire.

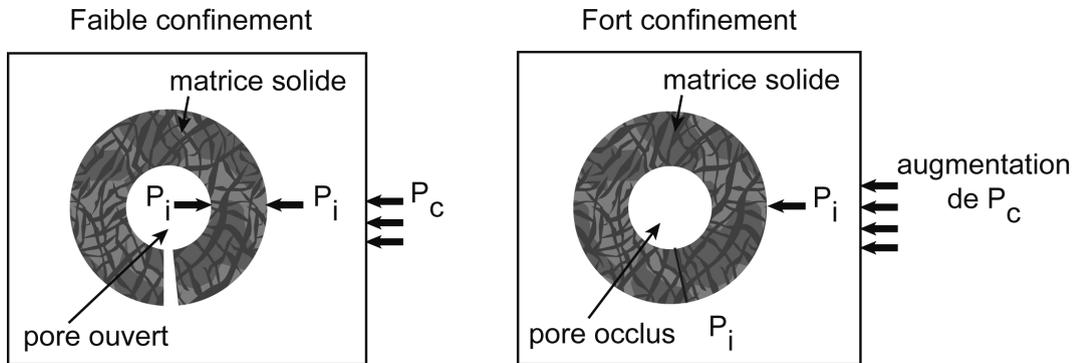


FIGURE 3.18 – Interprétation de l’augmentation de K_s aux faibles confinements, et de sa diminution aux forts confinements : (1) figure de gauche : le matériau poreux, traité thermiquement, contient un certain nombre de micro-fissures, qui connectent des pores initialement occlus dans la matrice solide ; (2) figure de droite : quand la pression de confinement P_c augmente suffisamment, certaines micro-fissures se referment, et les pores auxquels elles étaient connectées perdent leurs accès. Ces pores deviennent occlus et sont inclus dans la matrice solide. Une matrice solide ayant une porosité occluse est plus compressible qu’une matrice solide sans porosité occluse, par conséquent, K_s est plus faible dans le premier cas.

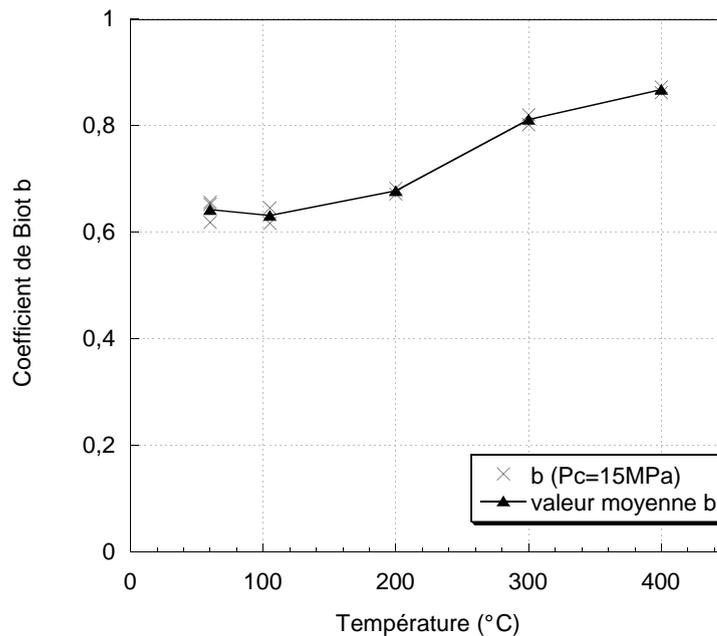


FIGURE 3.19 – Effets du traitement thermique sur le coefficient de Biot b (à la pression de confinement donnée $P_c = 15$ MPa).

Influence de la pression de confinement sur K_s et b

Comme indiqué aux Figs. 3.16(a) et 3.16(b), pour les mortier intacts et traités jusqu’à 105 °C, le module H ne change pas de manière significative avec la pression de confinement, de sorte que le module d’incompressibilité de la matrice solide K_s et le coefficient de Biot b restent inchangés

quand P_c augmente, voir Figs. 3.20(a) et 3.21(a).

En revanche, le module H augmente avec la pression de confinement pour les échantillons qui ont été traités à 200°C, 300°C et 400°C. Les conclusions sont légèrement différentes pour le module d'incompressibilité K_s , qui n'est influencé de façon significative par la pression de confinement qu'à partir d'un traitement thermique à 300 ou 400°C, voir les Figs. 3.20(a) et 3.20(b). En effet, K_b intègre les effets de K_s et de la microfissuration. L'interprétation de la diminution de K_s avec le confinement a été évoquée ci-dessus, voir Section 3.3.2 : lorsque la pression de confinement augmente suffisamment, les micro-fissures dues au traitement thermique commencent à se refermer, de sorte que certaines parties du réseau poreux perdent leurs connections et deviennent occluses à l'intérieur de la matrice solide ; par conséquent, plus la matrice solide contient de porosité occluse, plus elle devient compressible, et le module K_s diminue [18].

De même que pour K_s , les Figs. 3.21(a) et 3.21(b) indiquent la même évolution pour le coefficient de Biot b . La diminution de b avec le confinement est expliquée par la même interprétation que pour K_s . On notera que pour les mortiers intact ou traités à 105 et 200°C, le coefficient de Biot b reste dans la gamme de [0,61-0,71] proposée par Ulm et al. [148], mais pour la phase C-S-H seule à l'échelle basse (microscopique).

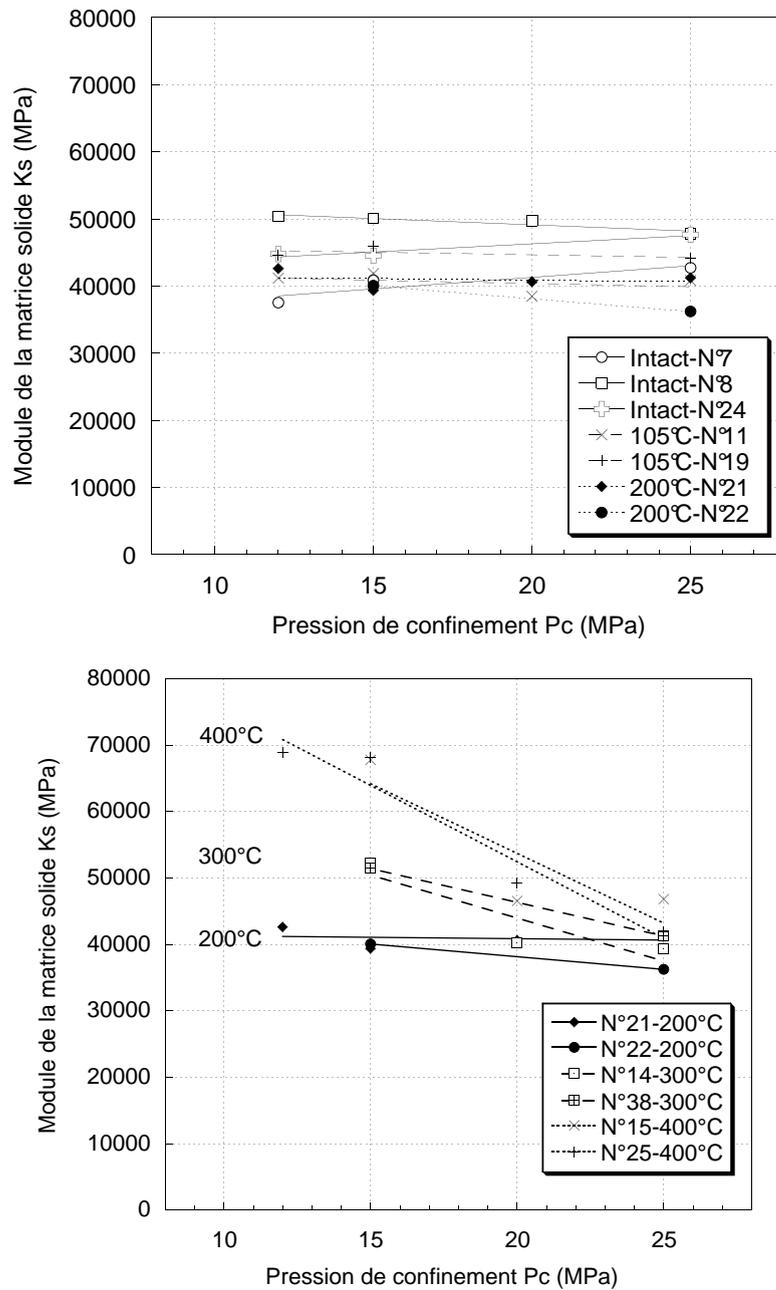


FIGURE 3.20 – Le module d’incompressibilité de la matrice solide K_s est déduit des résultats d’essai en compression hydrostatique drainé et par *changement de la pression interstitielle* (a) : pour le mortier intact et les mortiers traités thermiquement jusqu’à 105 et 200°C ; (b) : pour les mortiers traités jusqu’à 300 et 400°C. Une nette diminution de K_s avec l’augmentation du confinement est remarquée à partir de 300°C.

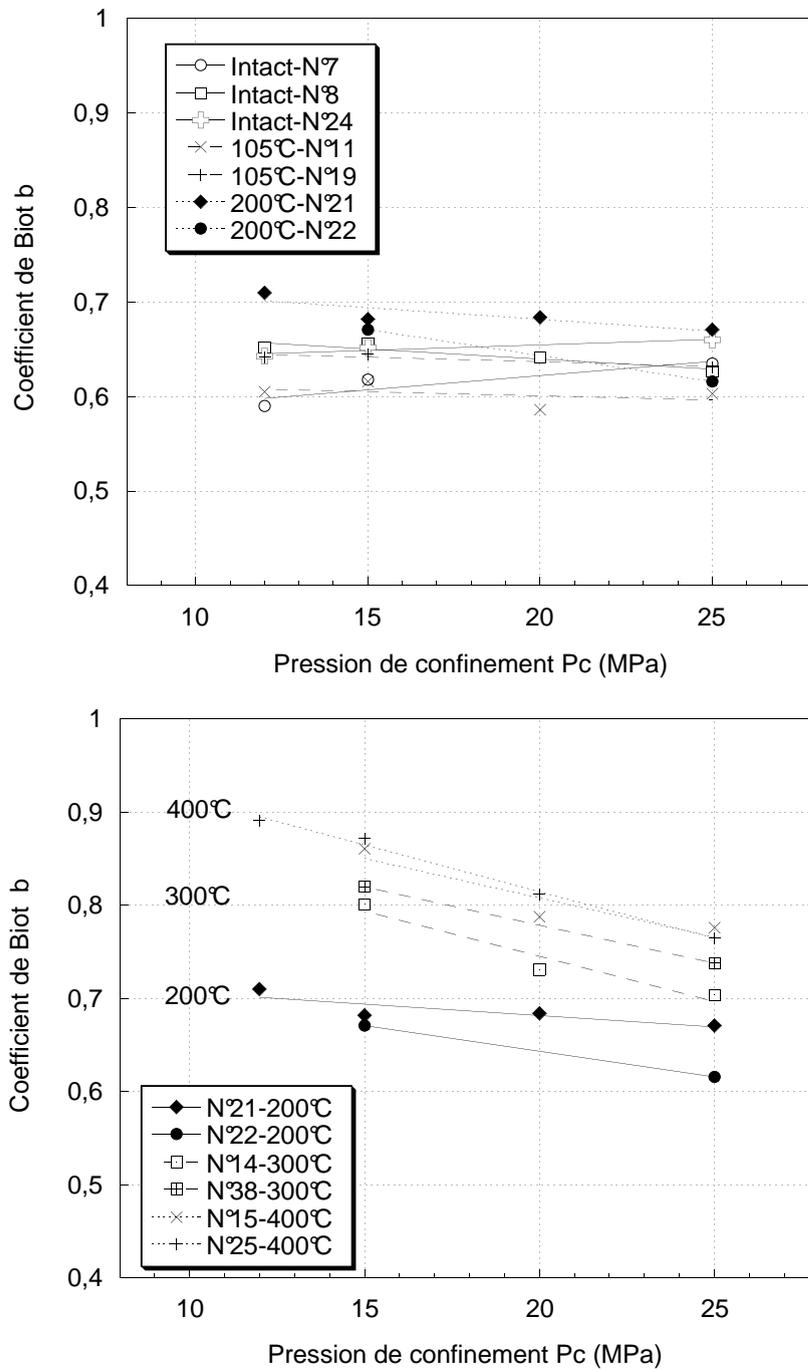


FIGURE 3.21 – Le coefficient de Biot b est déduit des résultats d'essai en compression hydrostatique drainé et par *changement de la pression interstitielle* (a) : pour le mortier intact et les mortiers traités jusqu'à 105 et 200°C; (b) : pour les mortiers traités jusqu'à 300 et 400°C.

3.3.3 Comparaison entre H mesuré au gaz et H mesuré à l'éthanol

Pour le mortier intact N° 8, après la mesure du module H au gaz, l'échantillon a été saturé à l'éthanol par injection simultanée en amont et en aval de l'échantillon. Les valeurs de H mesuré à l'éthanol sont donnés dans le Tableau 3.7. En les comparant avec celles obtenues au gaz, on peut conclure que, bien que les valeurs de H à l'éthanol soient systématiquement légèrement plus faibles que celles au gaz, les deux méthodes aboutissent à des résultats très proches, voir les Figs. 3.22(a) et 3.22(b). Notamment, pour le mortier intact, la valeur de H mesurée à l'éthanol ne change pas significativement avec la pression de confinement.

Confinement P_c (MPa)	H mesuré au gaz (MPa)	H mesuré à l'éthanol (MPa)
12	26926	24604
15	26287	25132
20	27856	26970
25	28359	25595

TABLE 3.7 – Valeurs du module H mesurées au gaz et à l'éthanol pour l'échantillon de mortier intact N°8.

3.3.4 Comparaison des mesures de K_b avec les données d'essais mécaniques

Une comparaison est possible entre les valeurs de K_b mesurées directement et celles obtenues à partir des mesures du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν en compression simple et triaxiale, grâce à la relation classique suivante, qui suppose que le mortier est un matériau homogène et isotrope à l'échelle macroscopique :

$$K_b = \frac{E}{3(1 - 2\nu)} \quad (3.1)$$

Pour différentes températures de traitement thermique, et en utilisant les données de compression uniaxiale ou triaxiale, les valeurs des K_b calculées, ou déterminées directement, sont présentées dans le Tableau 3.8. Dans ce tableau, E_1 est le module d'Young en compression simple, E_2 est celui en compression triaxiale avec $P_c = 10$ MPa. Le coefficient de Poisson ν est supposé identique en compression simple et triaxiale. Les valeurs de K_b sont calculées en utilisant les deux modules d'Young E_1 et E_2 . Précisons que les K_b mesurés par essai poro-mécanique drainé l'ont été à $P_c = 12$ MPa. Malheureusement, nous ne disposons pas de données pour K_b à $P_c = 10$ MPa. En comparant les deux méthodes d'évaluation de K_b (calculée et mesurée), nous concluons qu'elles aboutissent à des résultats cohérents.

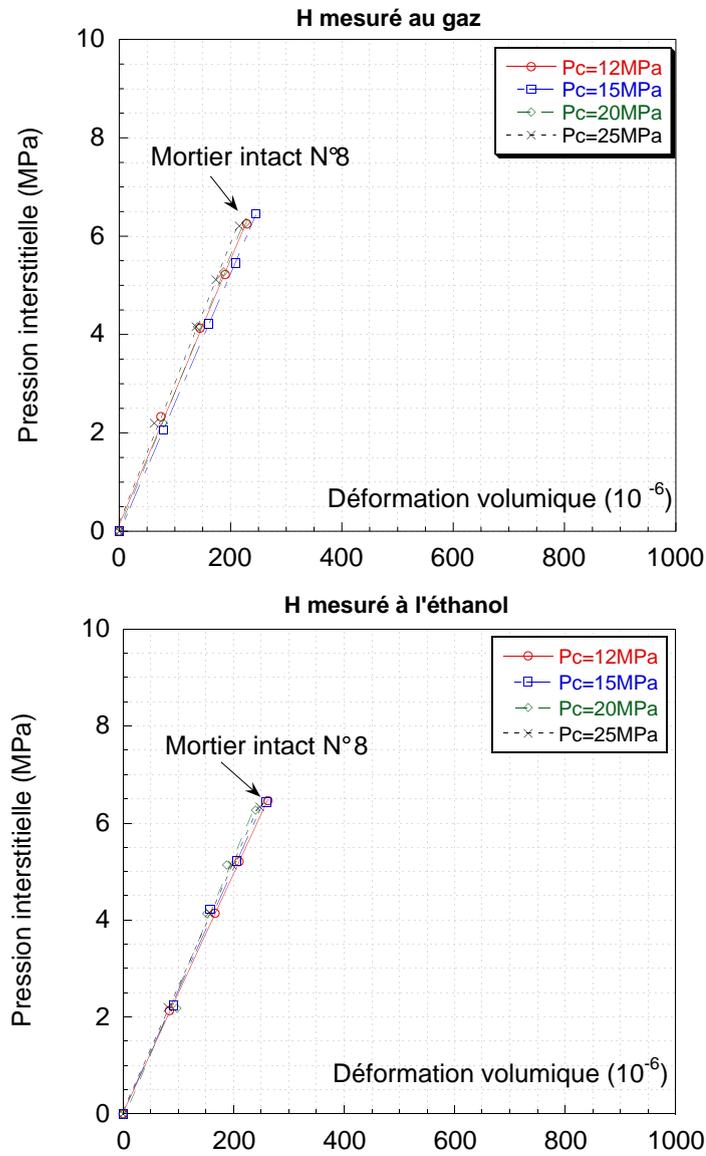


FIGURE 3.22 – Comparaison du module H mesuré soit (a) au gaz, soit (b) à l'éthanol pour un échantillon intact N° 8.

Température de traitement	E_1 (simple) (MPa)	E_2 (triaxiale) (MPa)	ν (simple)	K_b (E_1) calculé (MPa)	K_b (E_2) calculé (MPa)	K_b mesuré à $P_c = 12$ MPa (MPa)
60°C	32507	34783	0,16	15935	17050	16759
105°C	30917	32651	0,16	15155	16005	16109
200°C	25081	27546	0,13	11298	12408	12775
300°C	20753	23467	0,12	9102	10292	9140
400°C	15648	20756	0,11	6687	8870	7857

TABLE 3.8 – Valeurs de K_b obtenues à partir des mesures du module d'Young en compression uniaxiale E_1 et triaxiale ($P_c = 10$ MPa) E_2 et du coefficient de Poisson ν .

3.4 Validation expérimentale : création de porosité ouverte dans la matrice cimentaire suite à un chauffage

Lors des essais poro-mécaniques sur mortier traité thermiquement à 300 et 400°C, nous avons constaté la diminution de K_s avec le confinement. Nous avons supposé que le traitement thermique crée des micro-fissures, qui ouvrent l'accès à des pores initialement occlus dans la matrice solide. Le confinement bloque l'accès à ces pores, qui re-deviennent des pores 'occlus' dans la matrice, sans contact avec l'extérieur. Ceci diminue la quantité de squelette purement solide sollicité et également la porosité connectée. On a alors tendance à confiner du squelette comportant des pores occlus, donc moins rigide, que du squelette solide seul : K_s diminue. Nous avons mis au point un essai original, afin de valider expérimentalement cette interprétation.

Cet essai permet de quantifier le volume de l'espace poreux connecté, sous chargement hydrostatique [23]. Il doit mettre en évidence l'augmentation de la porosité ouverte dans le mortier, suite à un traitement thermique, et sa diminution quand le confinement P_c croît. Le Tableau 3.9 présente les mesures de volume de pores connectés V_p en fonction de la contrainte hydrostatique P_c , et pour les trois échantillons testés (1 mortier sain, 2 mortiers traités thermiquement à 400°C).

Intact (60°C)		P_c (MPa)	1,7	40	1,7	0,5
		V_p (mm^3)	32680	32270	-	-
Échantillon (400°C) N°1	1 ^{ère} charge	P_c (MPa)	1,7	40	1,7	0,5
		V_p (mm^3)	56900	51700	52400	53000
	2 ^{ème} charge	P_c (MPa)	1,7	40	1,7	0,5
		V_p (mm^3)	53200	51700	52800	53600
Échantillon (400°C) N°2	1 ^{ère} charge	P_c (MPa)	1,7	40	1,7	0,5
		V_p (mm^3)	58180	52400	53600	54360
	2 ^{ème} charge	P_c (MPa) -	1,7 → 40 → 60 → 40 → 1,7			
		V_p (mm^3)	54200 → 51900 → 48660 → 49250 → 51500			

TABLE 3.9 – Volume de pores accessibles sous différents confinements pour un échantillon sain et deux échantillons traités thermiquement à 400°C.

Pour l'échantillon de mortier de référence, la variation de porosité sous contrainte est limitée : elle vaut 1% lorsque P_c augmente de 1,7 à 40 MPa. Par contre, pour les échantillons chauffés à 400°C, la variation de porosité après un chargement de 1,7 à 40 MPa est négative et a une valeur importante : le volume de pores à 40 MPa diminue de 9,1 % par rapport au volume de pores à 1,7 MPa, en passant d'une valeur $V_p = 56900 mm^3$ à une valeur $V_p = 51700 mm^3$ (échantillon N°1 – 1), soit une diminution $\Delta V_p = - 5200 mm^3$. Pour l'échantillon N°2 – 2 (400°C), le volume de pores à 40 MPa diminue de 9,9 % par rapport au volume de pores à 1,7 MPa, voir le Tableau 3.9.

On peut comparer la variation de volume de pores connecté ΔV_p sous confinement à la variation de volume global de l'échantillon ΔV_{deform} et à la variation de volume de la matrice solide ΔV_m . Pour cela, on utilise un essai poro-mécanique en compression hydrostatique drainé ; en première approche, nous avons retenu le premier essai couplé poro-mécanique/perméabilité présenté à la Section 3.5.3. Pour le chargement (1), de 1,7 à 40 MPa, on lit directement $\Delta \varepsilon_v = 8000 \times 10^{-6}$ sous charge, correspondant à $\Delta P_c = 40$ MPa, sur la courbe expérimentale $P_c(\varepsilon_v)$:

cela donne un module d'incompressibilité tangent $K_b = 5$ GPa. A titre de comparaison, on obtient un module $K_b = 4,2$ GPa en utilisant le second essai couplé présenté à la Section 3.5.3 ($\Delta\varepsilon_v = 9500 \times 10^{-6}$ à 40 MPa). On utilise alors que la variation de volume global de l'échantillon est donnée par : $K_b = (\Delta P_c / \Delta\varepsilon_v)$, avec $\Delta\varepsilon_v = \Delta V_{deform} / V_o$, où V_o est le volume initial de l'échantillon. On évalue la variation de volume de la matrice solide ΔV_m avec : $K_s = (\Delta P_c / \Delta\varepsilon_v^s = \Delta P_c / (\Delta V_m / V_o))$, et $K_s = 40$ GPa pour le matériau sain, ou traité thermiquement et soumis à un confinement supérieur ou égal à 25 MPa, voir Figs. 3.20(a) et 3.20(b). Le Tableau 3.10 présente la variation de porosité ΔV_p due à la variation de contrainte hydrostatique pour l'échantillon N°1-1 traité à 400°C, ainsi que la variation du volume global de l'échantillon ΔV_{deform} et de la matrice solide ΔV_m .

1 ^{ère} charge	Variation de porosité ΔV_p	Variation de déformation de l'échantillon ΔV_{deform}	Variation de déformation de la matrice ΔV_m
1,7 \rightarrow 40 MPa (1)	-5200mm ³	-2100mm ³	-300mm ³
40 \rightarrow 1,7 MPa (2)	+700mm ³	+1200mm ³	+300mm ³
1,7 \rightarrow 0,5 MPa (3)	+600mm ³	négligeable	négligeable

TABLE 3.10 – Variation de porosité due aux changements de contrainte hydrostatique pour l'échantillon N°1-1 traité thermiquement à 400°C (1^{er} cycle).

Lors du chargement (1), de 1,7 à 40 MPa, on a une variation de porosité $\Delta V_p = -5200$ mm³. Comparativement, la variation du volume de l'échantillon par déformation sous l'effet du confinement est $\Delta V_{deform} = -2100$ mm³. La différence entre ΔV_p et ΔV_{deform} n'est donc pas négligeable : elle est de l'ordre de 3100mm³. La compressibilité du squelette K_s apporte une contribution ΔV_m de seulement -300mm³. La perte de volume poreux interconnecté est donc bien expliquée par l'ajout de pores occlus dans la matrice solide, à partir de la fermeture de micro-fissures due au confinement.

Lors du chargement (2), de 40 à 1,7 MPa, on récupère $\Delta V_p = 700$ mm³ de porosité ouverte, tandis que l'échantillon recouvre un volume de 1200mm³, dont 300mm³ pour la matrice solide (supposée en retour élastique). Les $\Delta V_p = 700$ mm³ sont donc à comparer à $(\Delta V_{deform} - \Delta V_m) = 900$ mm³ : ces deux valeurs sont équivalentes, aux approximations faites lors de l'évaluation de ΔV_{deform} avec le module d'incompressibilité tangent $K_b = 5$ GPa, alors qu'il peut diminuer jusqu'à 4,2 GPa. L'équivalence entre ΔV_p et $(\Delta V_{deform} - \Delta V_m)$ montre que l'on ne récupère qu'une fraction de la porosité qui avait été déconnectée par fermeture de fissure lors de la phase de chargement (1).

Lors du chargement (3), de 1,7 à 0,5 MPa, on récupère 600mm³ de porosité pour des déformations d'échantillon et de matrice négligeables. Cette phase n'est donc *a priori* que de la réouverture de fissures.

Au bilan on a récupéré 1300mm³ pour 5200mm³ perdus lors du premier chargement, soit un déficit de 3900mm³. De son côté, l'échantillon a gardé une déformation permanente de 2100-1200=900mm³. On peut admettre que ces 900mm³ ne sont que de la porosité perdue par début de *collapse* (i.e. effondrement) des ponts solides : il peut aussi y avoir de la porosité non connectée au départ, incluse dans la matrice et qui aurait aussi été perdue, c'est à vérifier mais c'est difficile à réaliser expérimentalement. On a donc un déficit de 3900 - 900 = 3000mm³ de porosité qui, à la suite de la décharge instantanée, n'est pas récupérée, i.e. des fissures sont restées fermées. Cela représente 57,7% des 5200 mm³ perdus lors du premier chargement.

3.5 Propriétés de transport convectif après traitement thermique

Pour le mortier normalisé traité thermiquement, la perméabilité au gaz a été identifiée sous sollicitation mécanique seule, en compression hydrostatique et en compression triaxiale avec déviateur, comme suit.

3.5.1 Perméabilité au gaz sous contrainte hydrostatique

A pression de confinement donnée, la perméabilité apparente K_{app} a été déterminée pour différentes pressions d'injection de gaz P_i , ce qui a permis de déduire la perméabilité intrinsèque K_{int} en tenant compte de l'effet Klinkenberg [81], voir Chapitre 2. Par exemple, la Fig. 3.23 donne les points expérimentaux K_{app} en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz $1/P_{moy}$ pour le mortier traité thermiquement à 300°C et sous différents confinements. On vérifie bien que ces points, pour de faibles valeurs de pression d'injection, s'alignent sur une droite, comme prévu par l'approche de Klinkenberg. L'ordonnée à l'origine de la droite donne la valeur de la perméabilité intrinsèque K_{int} .

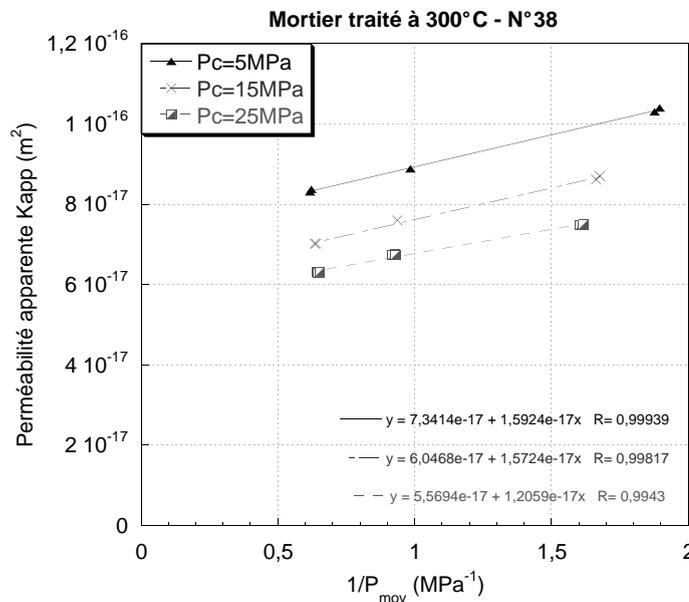


FIGURE 3.23 – Exemple de détermination de la perméabilité intrinsèque pour un échantillon de mortier traité à 300°C , selon l'approche de Klinkenberg, pour différents confinements $P_c = 5, 15$ et 25 MPa. On notera que *deux* points expérimentaux correspondent aux pressions $1/P_{moy}$ minimale et maximale.

Evolution avec la température de traitement thermique. K_{int} est une propriété propre, intrinsèque, du matériau poreux. La dépendance de K_{int} avec la température est mise en évidence à la Fig. 3.24. Pour les mortiers intact et traité à 105°C , il n'y a pas d'augmentation notable de la perméabilité par rapport au mortier intact. A une pression de confinement donnée, par exemple $P_c = 5$ MPa, K_{int} est égale à $6,27 \times 10^{-18} \text{m}^2$ pour le mortier intact et elle a une valeur proche de $6,51 \times 10^{-18} \text{m}^2$ pour le mortier traité à 105°C . Cela signifie que le chauffage jusqu'à 105°C n'induit pas d'endommagement thermique significatif. En revanche, pour les échantillons

traités à 200°C, 300°C et 400°C, une augmentation significative de K_{int} est observée. Les résultats complets sont présentés dans le Tableau 3.11. Toujours à $P_c = 5$ MPa, le mortier traité thermiquement à 400°C est environ 30 fois plus perméable qu'à l'état intact, avec une valeur de perméabilité de $2,39 \times 10^{-16} m^2$. Ces observations sont en accord avec l'élargissement des pores et l'augmentation de porosité ouverte, mis en évidence par porosimétrie au mercure et à l'éthanol. La micro-fissuration due au traitement thermique contribue également à ce résultat. Car en modifiant la microstructure, on modifie le réseaux poreux disponible pour l'écoulement du gaz.

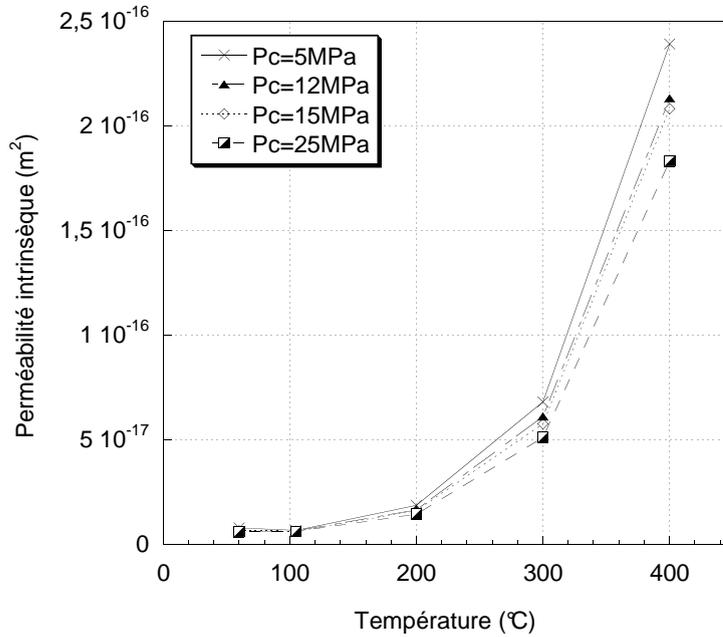


FIGURE 3.24 – Perméabilité intrinsèque en fonction de la température de traitement thermique et du confinement.

Température ($^{\circ}C$)	Perméabilité intrinsèque K_{int} (m^2)			
	$P_c = 5$ MPa	$P_c=12$ MPa	$P_c=15$ MPa	$P_c=25$ MPa
60	$6,27 \times 10^{-18}$	$6,02 \times 10^{-18}$	$6,31 \times 10^{-18}$	$5,79 \times 10^{-18}$
105	$6,51 \times 10^{-18}$	$6,24 \times 10^{-18}$	$6,20 \times 10^{-18}$	$6,00 \times 10^{-18}$
200	$1,85 \times 10^{-17}$	$1,63 \times 10^{-17}$	$1,59 \times 10^{-17}$	$1,43 \times 10^{-17}$
300	$6,80 \times 10^{-17}$	$6,09 \times 10^{-17}$	$5,74 \times 10^{-17}$	$5,09 \times 10^{-17}$
400	$2,39 \times 10^{-16}$	$2,13 \times 10^{-16}$	$2,08 \times 10^{-16}$	$1,83 \times 10^{-16}$

TABLE 3.11 – Variation de la perméabilité intrinsèque en fonction de la température de traitement thermique et de la pression de confinement (P_c (maximale) = 25MPa).

Evolution avec le confinement. Il a été intéressant d'appliquer différentes pressions de confinement pendant l'essai de perméabilité, pour mettre en évidence la création de micro-fissures après traitement thermique et aussi leur fermeture avec la pression hydrostatique. La perméabilité du milieu poreux non-fissuré est presque insensible à la pression de confinement. Cependant,

l'effet du confinement est plus prononcé pour les températures de traitement thermique plus élevées ($T > 200^{\circ}\text{C}$), voir les Figs. 3.24 et 3.25. Tout particulièrement pour l'échantillon traité à 400°C , la perméabilité diminue avec l'augmentation du confinement. Cette diminution est causée par la fermeture des micro-fissures induites par le traitement thermique et par l'effondrement progressif de ponts solides (ou trabécules).

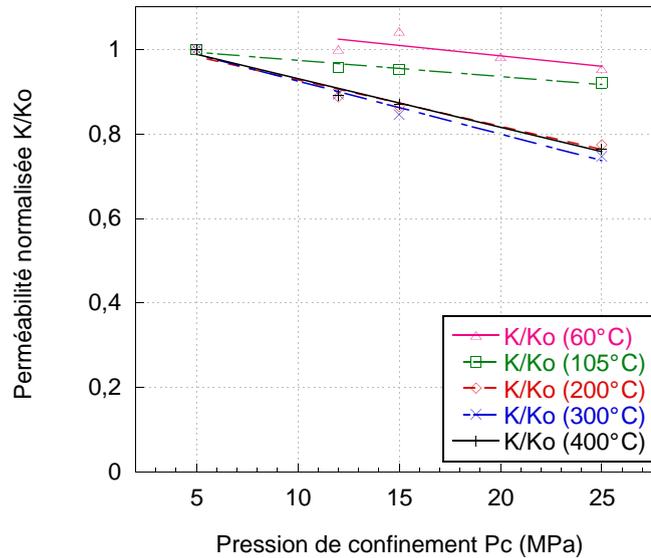


FIGURE 3.25 – Perméabilité intrinsèque normalisée en fonction du confinement.

3.5.2 Perméabilité au gaz sous chargement déviatorique

Le comportement hydraulique est identifié simultanément à l'essai de compression triaxiale avec déviateur, lors duquel est appliqué d'abord le confinement $p = P_c = 5$ ou 10 MPa, puis la contrainte déviatorique $q = \sigma_{axial}$ jusqu'à rupture, voir les détails de l'implémentation pratique au Chapitre 2.

Traitement thermique ($^{\circ}\text{C}$)	Perméabilité au gaz K_{app} ($P_c = 5\text{MPa}$)		Perméabilité au gaz K_{app} ($P_c = 10\text{MPa}$)	
	avant l'essai	après l'essai	avant l'essai	après l'essai
60	$9,58 \times 10^{-18} \text{ m}^2$	$4,14 \times 10^{-15} \text{ m}^2$	$9,86 \times 10^{-18} \text{ m}^2$	$2,58 \times 10^{-16} \text{ m}^2$
200	$2,55 \times 10^{-17} \text{ m}^2$	$2,01 \times 10^{-15} \text{ m}^2$	$2,44 \times 10^{-17} \text{ m}^2$	$1,23 \times 10^{-16} \text{ m}^2$
300	-	-	$7,61 \times 10^{-17} \text{ m}^2$	$3,44 \times 10^{-16} \text{ m}^2$
400	$3,27 \times 10^{-16} \text{ m}^2$	$1,30 \times 10^{-15} \text{ m}^2$	$1,82 \times 10^{-16} \text{ m}^2$	$6,47 \times 10^{-16} \text{ m}^2$

TABLE 3.12 – Perméabilité apparente avant et après essai de compression triaxiale avec déviateur, avec $P_c = 5$ ou 10 MPa pour chaque température de traitement thermique.

Perméabilités avant et après rupture sous chargement triaxial avec déviateur. Les perméabilités apparentes, avant et après essai de compression triaxiale avec déviateur, sont données dans le Tableau 3.12. La perméabilité initiale K_0 est évaluée sous confinement P_c mais avant

d'ajouter la contrainte déviatorique. K_0 est égale à $9,75 \times 10^{-18} \text{m}^2$ avant traitement thermique (à l'état de référence). Elle augmente de deux ordres de grandeur après traitement thermique à 400°C . Cette augmentation de K_0 avec la température de traitement thermique est attribuée à la micro-fissuration et à l'élargissement des pores. La perméabilité apparente après essai (i.e. après rupture), est évaluée après avoir ôté la contrainte déviatorique mais en conservant le même confinement ($P_c = 5$ ou 10 MPa). Elle est beaucoup plus grande que K_0 . Mais cette perméabilité finale n'a pas grand sens, car on a en général une grosse fissure traversante sur l'échantillon, voir les Figs. 3.7(b) et 3.7(a). Il ne s'agit plus de la perméabilité d'un matériau homogène, mais des capacités de transport convectif locales de la fissure.

Evolution de la perméabilité et des déformations sous charge. Les Figs. 3.26 présentent l'évolution de la perméabilité normalisée K/K_0 en fonction de la contrainte déviatorique, avec $P_c = 5$ MPa pour différentes températures de traitement thermique T_{max} . Les Figs. 3.27 et 3.28 présentent l'évolution de la perméabilité normalisée K/K_0 en fonction de la contrainte déviatorique, avec $P_c = 10$ MPa. On a aussi représenté les déformations axiale, radiale (latérale) et volumique en fonction de la contrainte déviatorique.

On constate que la perméabilité varie avec la dilatation volumique. La perméabilité normalisée K/K_0 reste autour de 1 au début du chargement, jusqu'à ce que la déformation volumique quitte sa progression linéaire, qui est identifiée comme le seuil de fissuration. C'est le moment du chargement où les micro-fissures existantes coalescent. Ensuite, avec l'augmentation de la contrainte déviatorique, la fissuration se développe de manière progressive et la perméabilité normalisée K/K_0 augmente également. Le seuil de fissuration correspond à la transition d'un comportement contractant $\Delta\varepsilon_v \geq 0$ vers un comportement dilatant $\Delta\varepsilon_v \leq 0$ (convention $\varepsilon_v \geq 0$ en compression hydrostatique, voir Chapitre 1). Le seuil de fissuration, à partir duquel la perméabilité augmente significativement, représente 60 à 90 % de la contrainte au pic. Cette variabilité dans l'apparition du seuil de fissuration peut être attribuée à la variabilité de l'orientation préférentielle des microfissures dans l'échantillon, aux tailles relatives des microfissures et aussi à la pression de confinement appliquée.

Skoczylas et al. [136] ont observé une phase de légère diminution de la perméabilité au début du chargement, qu'ils ont attribuée à la fermeture initiale de la porosité et des micro-fissures préexistantes. Dans notre cas, la pression de confinement appliquée est un peu élevée, et l'essai est effectué une demi-heure après la stabilisation du confinement. De ce fait, les micro-fissures préexistantes sont probablement déjà fermées par le confinement, et cette phase de diminution en début de chargement est masquée.

Les résultats montrent également que l'on retrouve l'effet de la ductilité sur la variation de la perméabilité. En effet, si le matériau est initialement fragile, la perméabilité augmente très brutalement, près du pic. *A contrario*, la perméabilité évolue beaucoup plus progressivement lorsque le matériau est plus ductile, i.e. après traitement thermique à 200 , 300 ou 400°C .

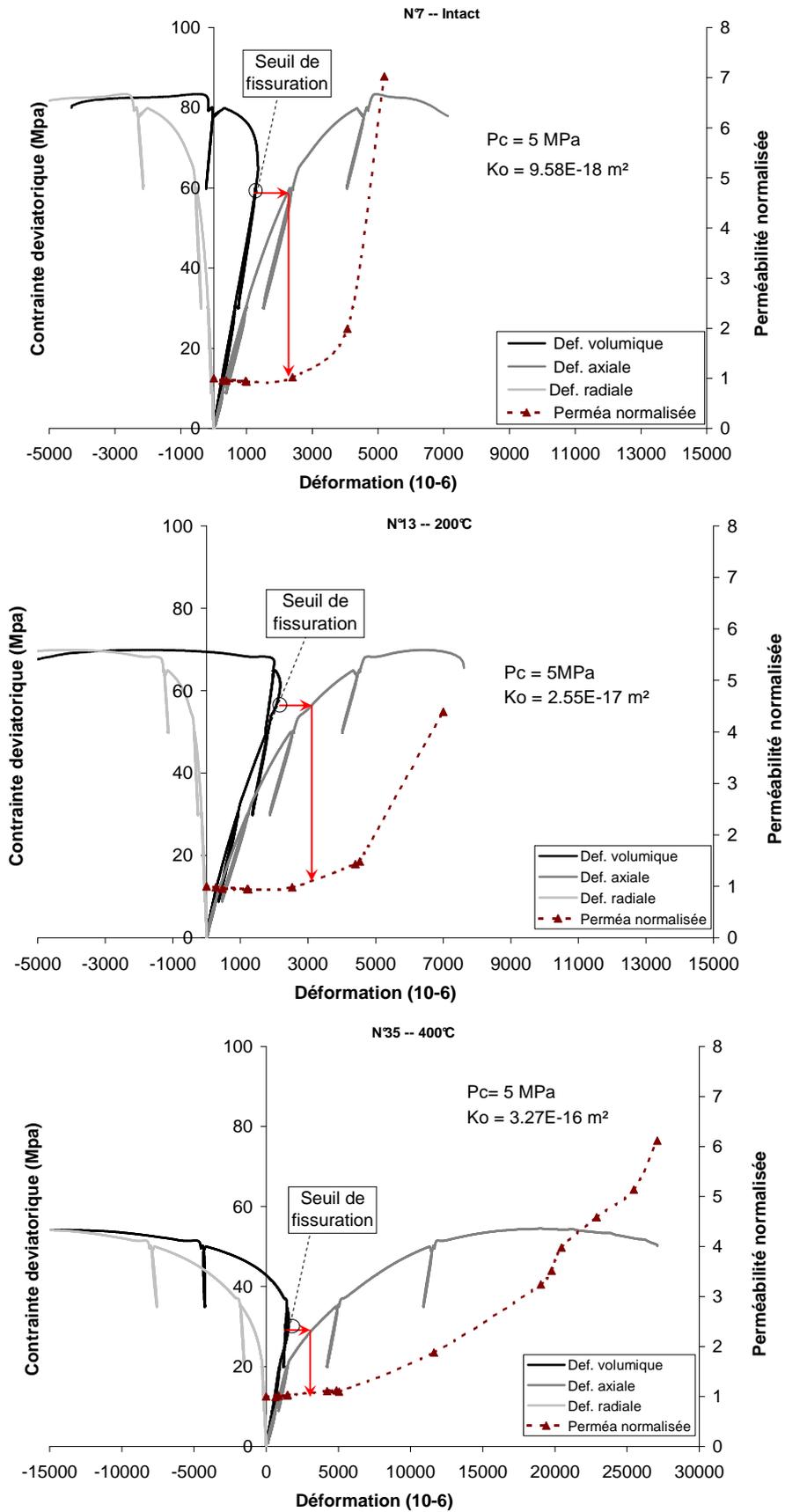


FIGURE 3.26 – Perméabilité sous charge avec une pression de confinement $P_c = 5 \text{ MPa}$ pour les mortiers de référence, et traités thermiquement à 200 et 400°C.

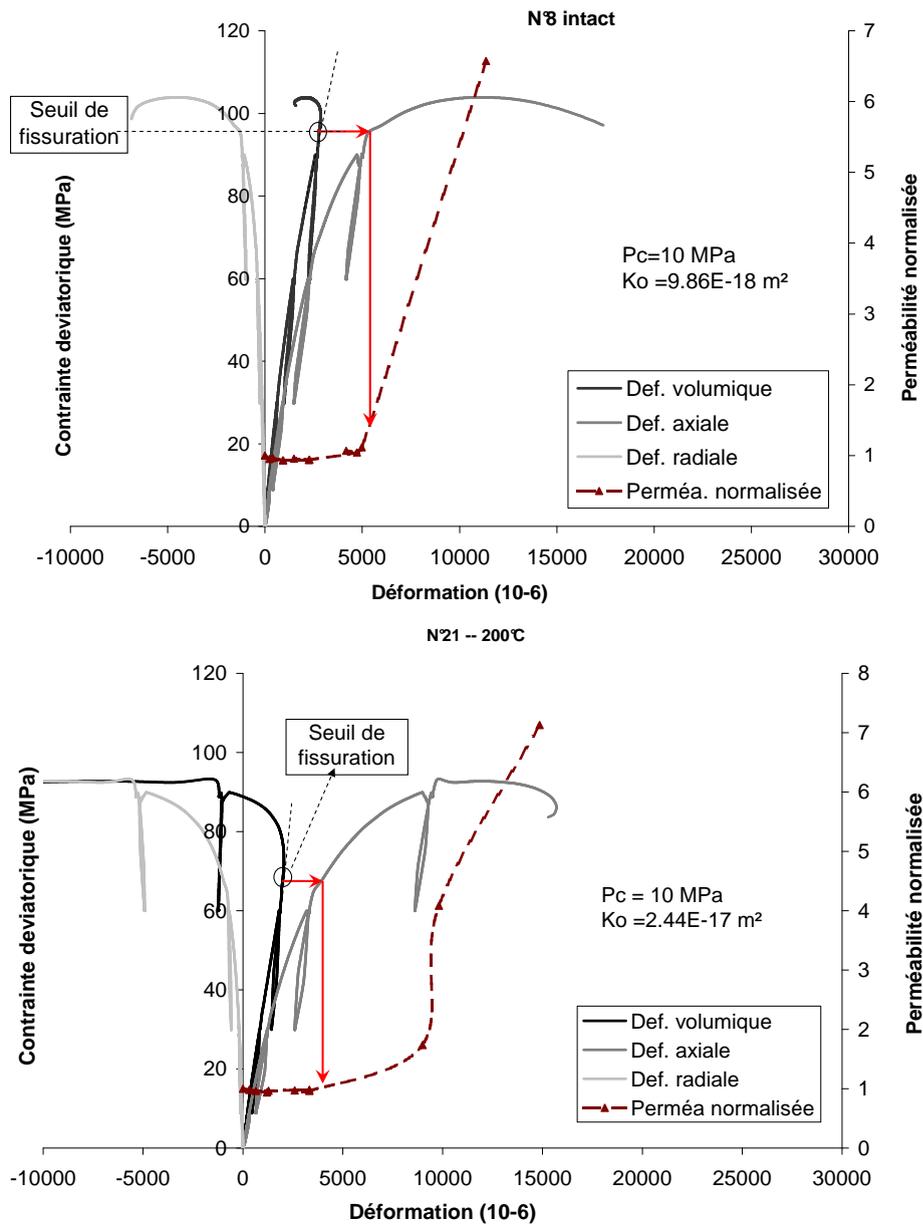


FIGURE 3.27 – Perméabilité sous charge avec une pression de confinement $P_c = 10$ MPa pour les mortier de référence et traité thermiquement à 200°C .

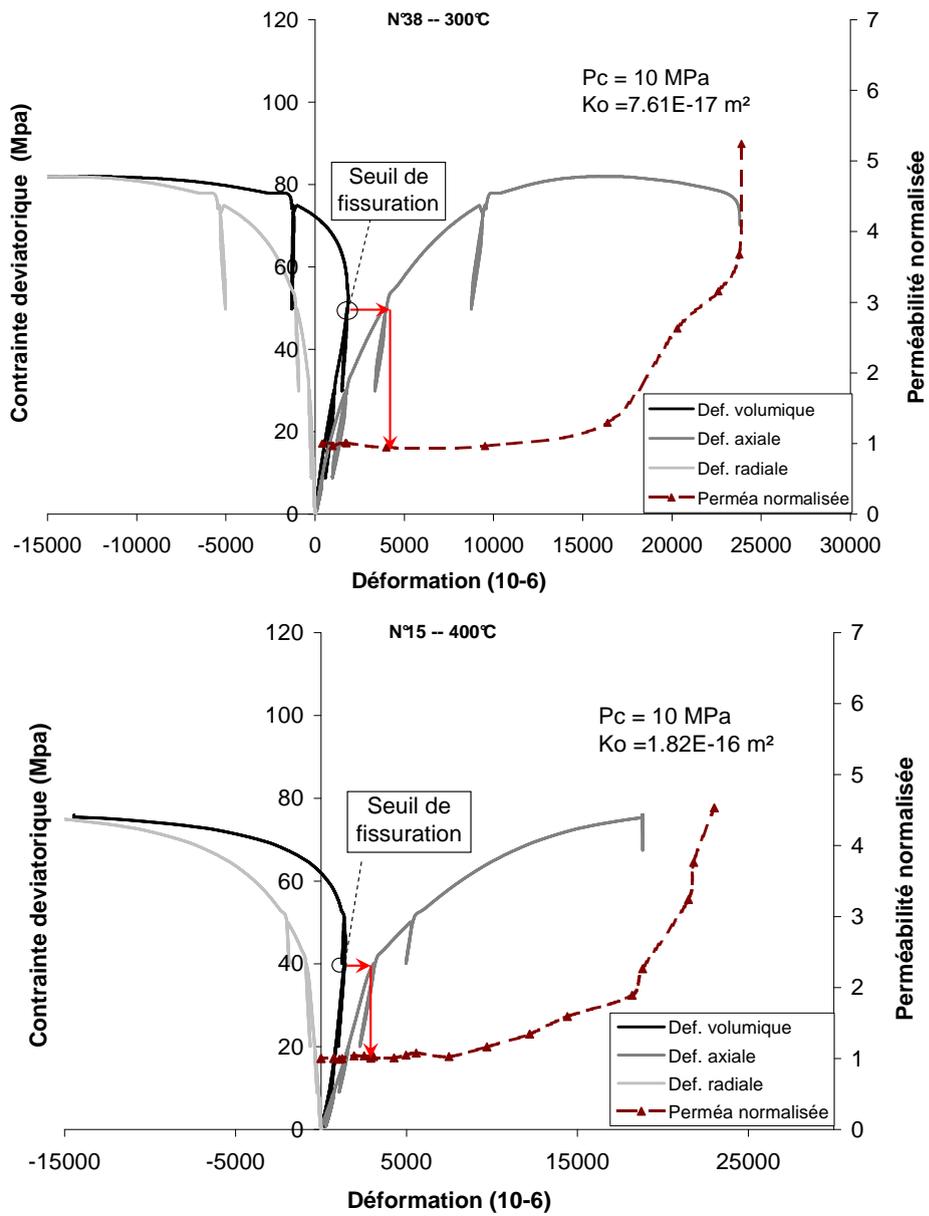


FIGURE 3.28 – Perméabilité sous charge avec une pression de confinement $P_c = 10 \text{ MPa}$ pour les mortiers traités thermiquement à 300 et 400°C.

3.5.3 Essais couplés de poro-élasticité drainée et de perméabilité au gaz

Ces essais ont été effectués sur deux échantillons de mortier normalisé, traité thermiquement à 400°C , afin d'investiguer l'effet d'une contrainte hydrostatique cyclique sur l'évolution du comportement (ε_v, P_c) (essai en compression hydrostatique drainée) et de la perméabilité.

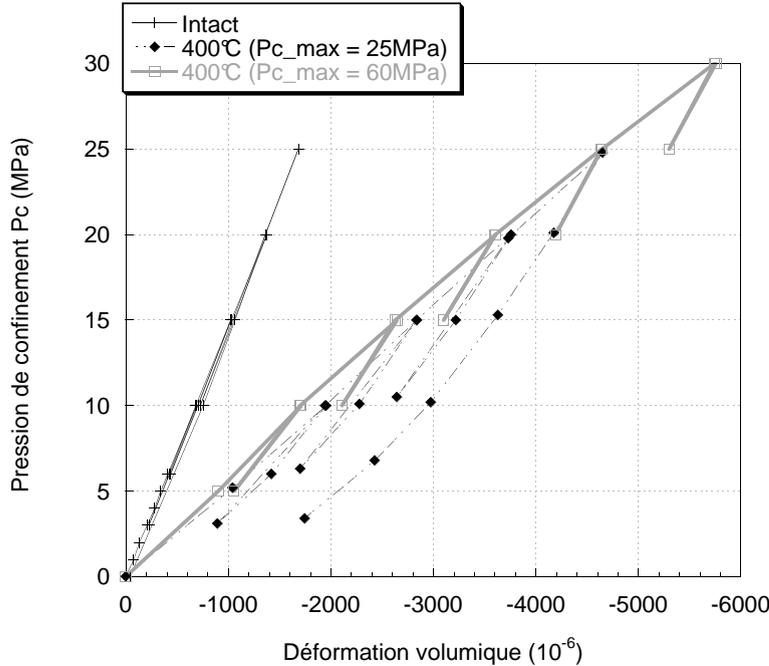


FIGURE 3.29 – Données partielles (ε_v, P_c) pour un mortier intact et pour un mortier traité thermiquement à 400°C (avec une pression de confinement maximale, respectivement, à 25 et 60 MPa).

Résultats des essais poro-mécaniques en conditions drainées. Pour l'échantillon 400°C - N°1, la pression de confinement a été appliquée jusqu'à 60 MPa. Le comportement (ε_v, P_c) est comparé avec les essais précédents pour lesquels $P_c(max.) = 25$ MPa, voir la Fig. 3.29. Ce nouveau résultat présente une bonne cohérence avec les précédents. Pendant le 1^{er} cycle de chargement-déchargement en confinement, voir la Fig. 3.30, K_b (déterminé pendant une décharge à $\Delta P_c = 5$ MPa) augmente avec la pression de confinement. À une pression de confinement de 10 MPa, K_b est égal à 7645 MPa; mais pour un confinement de 60 MPa, la valeur de K_b est quasiment doublée, autour de 14399 MPa. Comme écrit précédemment, l'augmentation de K_b avec P_c est liée à la fermeture des micro-fissures et aussi à l'effondrement du réseau poreux. De plus, l'échantillon intact (étuvé à 60°C), a un module d'incompressibilité K_b constant autour de 16000 MPa, qui est indépendant de la pression de confinement [21], voir également Annexe 1. Pour cet échantillon 400°C - N°1, la valeur de K_b à $P_c = 60$ MPa est donc proche de celle du mortier intact, bien qu'un peu plus petite. Cela signifie que les micro-fissures induites par un chauffage jusqu'à 400°C sont quasiment toutes fermées à cette pression de confinement. La différence entre les deux valeurs peut être expliquée par l'élargissement irréversible des pores pré-existants et par la dégradation chimique des ponts solides du squelette après chauffage jusqu'à 400°C .

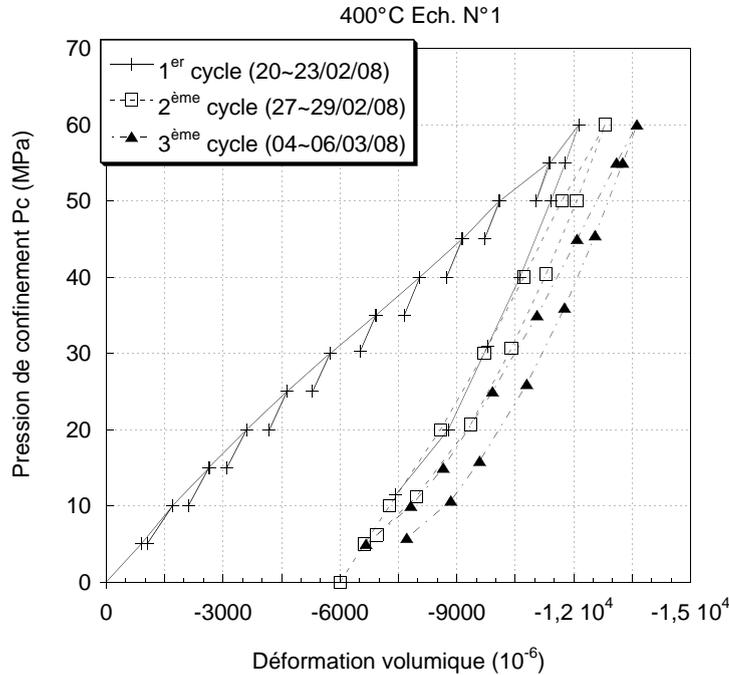


FIGURE 3.30 – Données (ε_v, P_c) pour l'échantillon 400°C - N°1 (avec une pression de confinement maximale à 60 MPa).

Par ailleurs, pendant ce 1^{er} cycle de chargement-déchargement, la courbe (ε_v, P_c) correspond à un comportement non-linéaire et ductile. Ce comportement n'est pas reproductible lors des cycles de chargement-déchargement suivants, voir la Fig. 3.30. Comme nous le savons, $\varepsilon_v = \varepsilon_v^{pl.} + \varepsilon_v^{el.}$, et d'après la Fig. 3.30, utilisée après le 1^{er} chargement-déchargement complet ($0 \rightarrow 60 \text{ MPa} \rightarrow 0 \text{ MPa}$), $\varepsilon_v^{pl.}$ est d'environ 6000×10^{-6} .

Puisque les micro-fissures de la matrice solide ont été fermées lors du 1^{er} cycle de chargement-déchargement jusqu'à 60 MPa, le mortier aura théoriquement un comportement élastique, linéaire et réversible lors des cycles suivants. Comme chaque cycle de chargement-déchargement dure 2 à 3 jours, et qu'entre chaque cycle, il y a quelques jours d'attente (week-end), la pression retourne à une valeur relativement basse (environ 5 MPa) pendant la nuit ou le week-end. Il y a donc quelques décalages (valeur maximale d'environ 800×10^{-6}) pour les données (ε_v, P_c) au cours des deuxième et troisième cycles de chargement-déchargement. Ceci peut être causé par la relaxation des jauges pendant les cycles ou par la réouverture des micro-fissures à faible confinement, ou être dû à la variation de température ambiante qui influence les valeurs des jauges (cet essai n'est pas effectué dans une salle climatisée). Par rapport à la déformation plastique $\varepsilon_v^{pl.} = 6000 \times 10^{-6}$, ces décalages (de 13 % environ) représentent un artefact expérimental et ne sont très probablement pas indicatifs d'un comportement intrinsèque au matériau.

Ainsi, on peut considérer que les données (ε_v, P_c) pour les 2^{ème} et 3^{ème} cycles de chargement-déchargement sont représentatives d'un comportement réversible et quasi-élastique, bien que non-linéaire, et l'évolution de P_c avec ε_v est presque identique pour les 2^{ème} et 3^{ème} cycles, voir la Fig. 3.30. En outre, les phases de déchargement (de 60 MPa à 10 MPa) pour chaque cycle sont presque parallèles. Lorsqu'on ne confine pas davantage que lors du 1^{er} cycle, il ne se produit plus de fermeture supplémentaire de micro-fissures. La non-linéarité du comportement à la décharge est attribuée à la ré-ouverture partielle de micro-fissures.

Résultats des essais de perméabilité au gaz. Pour le même échantillon 400°C - N°1, pendant la 1^{ère} charge jusqu'à 55 MPa, une diminution significative de la perméabilité intrinsèque K_{int} est observée, voir la Fig. 3.31. En accord avec le comportement mécanique (ε_v, P_c) non linéaire et ductile au cours du 1^{er} cycle de chargement, la variation de K_{int} est aussi non linéaire. La perméabilité intrinsèque K_{int} dépend principalement de P_c pendant le 1^{er} cycle de chargement : cela est lié à la fermeture progressive des micro-fissures et à l'effondrement des ponts solides lors de l'augmentation de la pression de confinement. Cette observation est à mettre en parallèle avec l'évolution de la perméabilité lors d'un premier chargement hydrostatique, en fonction de la température de traitement thermique, tel que représenté à la Fig. 3.24. En effet, la chute de perméabilité lors du premier chargement est d'autant plus importante que le matériau a subi un traitement thermique à température élevée.

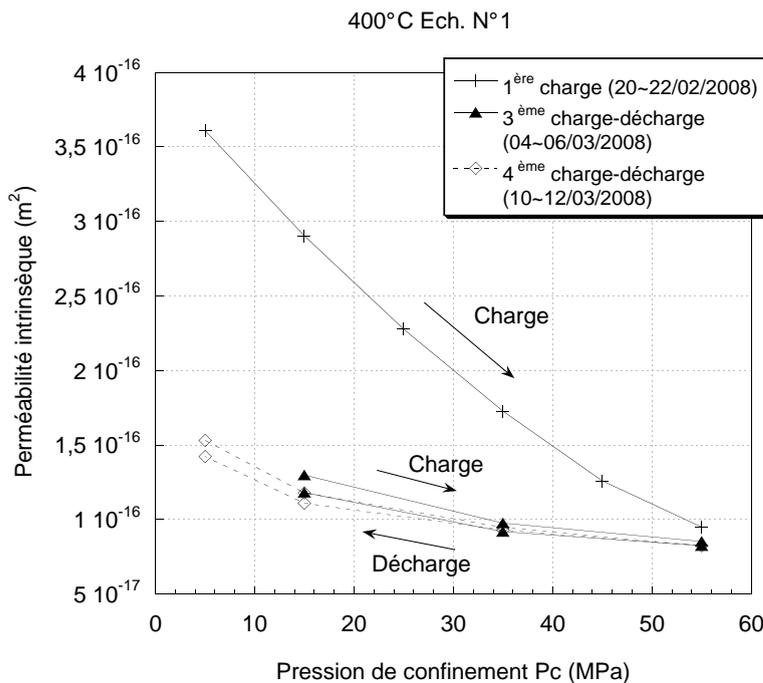


FIGURE 3.31 – Effet du confinement sur la perméabilité intrinsèque de l'échantillon 400°C - N°1 (avec une pression de confinement maximale $P_c = 55$ MPa).

Pendant les 3^{ème} et 4^{ème} cycles de chargement-déchargement (jusqu'à 55 MPa), K_{int} est une fonction *réversible* de la pression de confinement, voir la Fig. 3.31. Les valeurs de K_{int} restent plus faibles que celles mesurées au cours du 1^{er} cycle de chargement. Toutefois, une légère augmentation de la perméabilité est observée pendant le 4^{ème} cycle de chargement-déchargement, lorsque la pression chute de 15MPa à 5MPa. Cela est attribué à la réouverture de micro-fissures à faible confinement.

Enfin, les perméabilités intrinsèques K_{int} mesurées à la pression de confinement de 55 MPa, pour les trois cycles de chargement-déchargement, ont des valeurs similaires, voir la Fig. 3.31. Cela signifie que les micro-fissures ont toutes été fermées à une pression de confinement élevée (55 MPa) et que l'effondrement de certains ponts solides a eu lieu, mais ne progresse plus. Après le 1^{er} cycle de chargement jusqu'à 55 MPa, l'échantillon traité thermiquement à 400°C a un comportement reproductible, quasi-élastique et non-linéaire.

Le coefficient de Klinkenberg β est potentiellement un bon indicateur des modifications de la

Confinement (MPa)	1 ^{er} cycle		3 ^{ème} cycle		4 ^{ème} cycle	
	$K_{int}(m^2)$	β (MPa)	$K_{int}(m^2)$	β (MPa)	$K_{int}(m^2)$	β (MPa)
15	$2,90 \times 10^{-16}$	0,131	$1,30 \times 10^{-16}$	-	$1,18 \times 10^{-16}$	0,197
25	$2,28 \times 10^{-16}$	0,142	-	-	-	-
35	$1,73 \times 10^{-16}$	0,157	$9,76 \times 10^{-17}$	0,216	$9,47 \times 10^{-17}$	0,214
45	$1,26 \times 10^{-16}$	0,179	-	-	-	-
55	$9,50 \times 10^{-17}$	0,202	$8,38 \times 10^{-17}$	0,213	$8,25 \times 10^{-17}$	0,222
35	-	-	$9,19 \times 10^{-17}$	0,205	$9,30 \times 10^{-17}$	0,188
15	-	-	$1,18 \times 10^{-16}$	0,186	$1,11 \times 10^{-16}$	0,194

TABLE 3.13 – Variation de la perméabilité intrinsèque K_{int} et du coefficient de Klinkenberg β en fonction de la pression de confinement (jusqu'à $P_c = 55$ MPa) pour l'échantillon 400°C - N°1.

micro-structure. En effet, à pression de gaz moyenne P_m donnée, le coefficient de Klinkenberg β est supposé dépendre directement de la taille de pores [24, 81]. β est donné en fonction du rayon moyen de pores par : $\beta = \frac{c}{r}$, où c est une constante à température donnée [24, 81]. La valeur de β augmente donc quand la taille moyenne de pores diminue.

Pour l'échantillon 400°C - N°1, les résultats de perméabilité intrinsèque et de coefficient de Klinkenberg β sont présentés dans le Tableau 3.13. Pendant le 1^{er} cycle de chargement, β augmente de 0,131 MPa à 0,202 MPa. Comme précédemment, ce résultat est interprété comme l'effet de la fermeture des micro-fissures et à l'effondrement progressive de ponts solides, l'ensemble conduisant à une diminution du rayon moyen de pores. Effectivement, il y a une augmentation de β et une diminution de K_{int} au cours du 1^{er} cycle de chargement. En outre, les valeurs de β ne varient pas beaucoup avec la pression de confinement pendant les 3^{ème} et 4^{ème} cycles de chargement-déchargement. La valeur de β reste autour de 0.2 MPa. Une très légère augmentation de β est observée uniquement lorsque la pression de confinement augmente pendant le 4^{ème} cycle de chargement. Cette légère augmentation de β pourrait être liée à une diminution du rayon de pores avec l'augmentation du confinement.

La Fig. 3.32 présente l'évolution de la perméabilité intrinsèque K_{int} en fonction de $\frac{1}{\beta^2}$. K_{int} est souvent représentée comme une fonction de r^2 [41], la Fig. 3.32 revient à représenter l'évolution de K_{int} avec le rayon de pores au carré r^2 . Les résultats montrent que K_{int} diminue de façon importante avec le rayon moyen de pores r lors du 1^{er} chargement, principalement en raison de la fermeture de micro-fissures. Pour les 3^{ème} et 4^{ème} cycles de chargement-déchargement, on constate que la relation $K_{int}(r)$ est quasiment réversible et linéaire (avec un coefficient de corrélation linéaire $R = 0,854$ et $0,839$ respectivement pour chaque cycle).

Reproductibilité des mesures. Pour le deuxième échantillon traité à 400°C - N°2, 3 cycles de chargement-déchargement ont été effectués. Pour les deux premiers, le trajet de chargement est : 0 MPa \rightarrow 40 MPa \rightarrow 0 MPa. Pour le dernier cycle, le trajet de chargement est : 0 MPa \rightarrow 40 MPa \rightarrow 60 MPa \rightarrow 0 MPa, voir la Fig. 3.33. L'évolution de K_b est cohérente avec celle des essais précédents.

Le tableau 3.14 récapitule les résultats de K_b pour ces deux essais sur échantillons de mortier traité thermiquement à 400°C. La valeur de K_b est évaluée lors d'une décharge de 5 MPa sur la courbe de 1^{ère} charge. Une bonne reproductibilité des essais est observée.

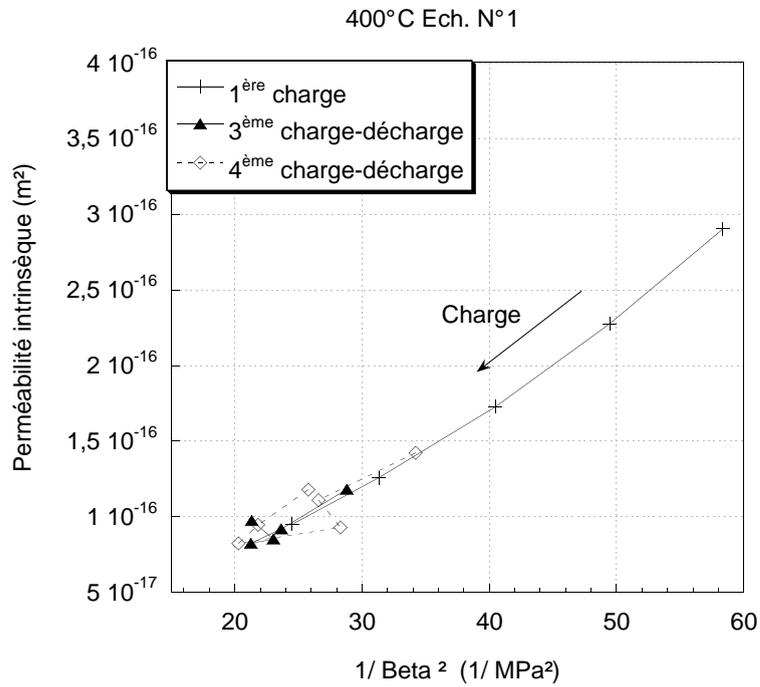


FIGURE 3.32 – Perméabilité intrinsèque en fonction de $\frac{1}{\beta^2}$ pour l'échantillon 400°C - N°1, lors de plusieurs cycles de chargement-déchargement jusqu'à une pression de confinement maximale $P_c = 55$ MPa.

	Ech. 400°C - N°1	Ech. 400°C - N°2
Confinement (MPa)	K_b (décharge partielle lors du 1 ^{er} cycle de charge) (MPa)	K_b (décharge partielle lors du 1 ^{er} cycle de charge) (MPa)
10	7654	7174
15	9272	8475
20	9862	9141
25	11223	9488
30	11299	10020
35	11846	10799
40	12484	11416
45	12674	-
50	13280	-
60	14399	-

TABLE 3.14 – Variation de K_b en fonction de la pression de confinement pour deux échantillons de mortier traités thermiquement à 400°C.

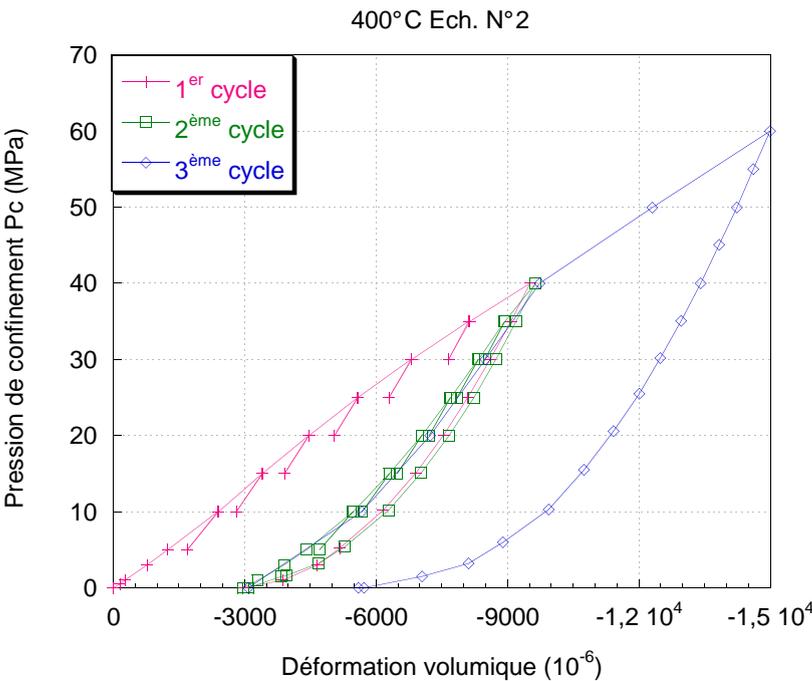


FIGURE 3.33 – Données (ϵ_v, P_c) pour l'échantillon 400°C - N°2 avec plusieurs cycles de chargement-déchargement.

3.6 Perméabilité au gaz sous contrainte hydrostatique et en température

Des mesures de perméabilité apparente sous charge, effectuées sous température, existent dans la littérature pour différents géomatériaux (roche calcaire, mortier, béton) [88, 101]. Il semblait intéressant de poursuivre ce type d'investigations avec des mesures de perméabilité au gaz en continu, plutôt qu'en régime stabilisé, sur notre mortier normalisé et également sur des bétons industriels (CERIB et ANDRA), soumis à une contrainte hydrostatique donnée.

3.6.1 Evolution de la perméabilité des bétons CERIB en température

La campagne expérimentale préliminaire effectuée sur les bétons CERIB est présentée en détail en Annexe 1. Elle nous a permis de mettre en évidence l'*effet bouchon* (ou *gas retention phenomenon*, ou *moisture clog effect* en anglais) : lors du chauffage à confinement constant, le gaz, qui devrait percoler au travers du matériau poreux, se trouve bloqué en amont de l'échantillon ; la pression de gaz, mesurée dans le circuit avant l'échantillon, augmente ; la perméabilité devient alors nulle. L'effet bouchon peut apparaître dès 52°C (échantillon long et partiellement saturé de béton avec granulats roulés siliceux). Cet effet est interprété comme la conséquence d'une sur-pression interne d'eau sous forme liquide ou vapeur, contenue dans les pores, et qui empêche le gaz de passer ; cette eau est expulsée progressivement du côté aval de l'échantillon. L'effet bouchon est piloté par la vitesse de chauffage, par le degré de saturation en eau initial et par le volume de matériau considéré. Nous avons également mesuré des modifications irréversibles du réseau poreux, grâce aux évolutions du coefficient de Klinkenberg β , principalement sur matériau initialement sec.

3.6.2 Evolution de la perméabilité du mortier normalisé et du béton ANDRA en température

Nous présentons ici les principaux résultats obtenus sur le mortier normalisé et sur le béton CEM V ANDRA. Ces essais sont menés sous contrainte hydrostatique constante ($P_c = 5.4 \text{ MPa} \pm 0,2$) et sous température, avec une mesure en continu de la perméabilité au gaz, suivant la même méthodologie que pour les essais sur béton CERIB. Nous avons testé soit des échantillons secs, soit des échantillons partiellement saturés, de différentes longueurs, et à des vitesses de chauffage variables, voir Chapitre 2.

Perte de masse après les cycles de chauffage/refroidissement

Le Tableau 3.15 donne la saturation en eau et la masse de chaque échantillon, avant et après les trois cycles de chauffage/refroidissement jusqu'à 60, 105 et 200°C. On constate que tous les échantillons, même initialement secs (au sens d'une porosité capillaire vidée par étuvage à 60°C jusqu'à stabilisation de masse), perdent une proportion d'eau Δm significative, et supérieure à leur masse d'eau libre initiale m_{eau} . Ces échantillons ont donc perdu non seulement toute leur eau libre capillaire, mais aussi de l'eau liée chimiquement. Pour un chauffage jusqu'à 200°C, il s'agit principalement d'une eau issue de la décomposition de l'ettringite et des hydrates (C-S-H), voir Section 3.1.3. On remarque que cette perte en eau est moins importante pour le béton CEM V que pour le mortier, toutefois les durées des essais de chauffage/refroidissement interviennent également et peuvent être assez différentes d'un échantillon à l'autre : il est difficile de conclure à une meilleure rétention d'eau de la part du béton par rapport au mortier sur la base de ces seuls résultats.

Échantillon	N°23	N°16	N°17	N°26	CEMV N°1	CEMV N°2
matériau	mortier				béton	
Rapport longueur sur diamètre	1,85	1,85	1,86	0,92	1,6	1,6
S_w (%) initial	0	44,7	53,4	50,8	0	79,6
Masse initiale m_{eau} dans l'échantillon (g)	0	5,67	6,83	3,33	0	7,36
Perte d'eau Δm (g)	3,66 (-2,2%)	8,93 (-5,1%)	10,68 (-6,0%)	3,64 (-4,1%)	0,40 (-0,3%)	7,33 (-4,6%)
S_w (%) après chauffage	0	0	0	0	0	$\simeq 0$

TABLE 3.15 – Degré de saturation en eau initial et après essai, et variation de masse des échantillons de mortier normalisé et de béton CEMV ANDRA après trois cycles de chauffage/refroidissement jusqu'à 60, 105 et 200°C.

Propriétés de transport initiales et résiduelles

Le tableau 3.16 récapitule les résultats de perméabilité apparente K_{app} avant et après les cycles de chauffage. Comme attendu, avant chauffage, K_{app} est plus grand pour les échantillons secs que pour les échantillons partiellement saturés, et plus la saturation en eau S_w est élevée, plus la perméabilité est petite. De même, les valeurs de K_{app} après les cycles de chauffage sont plus importantes qu'avant. Cette augmentation de K_{app} est interprétée comme une conséquence de l'évacuation de l'eau libre hors du réseau poreux, et par la suite, de l'eau chimiquement liée. Il ne s'agit pas de l'effet de la création de micro-fissures dans la matrice solide au cours du chauffage, car le confinement (environ 5 MPa) est maintenu constant tout au long des essais, afin que les micro-fissures éventuellement créées restent fermées, voir [91].

Enfin, après les cycles de chauffage, la perméabilité aux gaz de tous les échantillons de mortier, initialement secs ou partiellement saturés, est du même ordre de grandeur ($2 \times 10^{-17} m^2$). Ceci témoigne (au moins) de la perte d'eau libre des échantillons partiellement saturés. Un effet similaire est observé pour le béton CEM V partiellement saturé : la perméabilité augmente d'un ordre de grandeur après les cycles de chauffage.

échantillon	K_{app}	
	avant chauffage (m^2)	après cycles de chauffage (m^2)
N°23	$1,78 \times 10^{-17}$	$2,52 \times 10^{-17}$
N°16	$2,70 \times 10^{-18}$	$2,47 \times 10^{-17}$
N°17	$6,06 \times 10^{-19}$	$2,11 \times 10^{-17}$
N°26	$3,98 \times 10^{-18}$	-
CEMV N°1	$4,10 \times 10^{-17}$	$6,25 \times 10^{-17}$
CEMV N°2	$4,83 \times 10^{-19}$	$5,06 \times 10^{-18}$

TABLE 3.16 – Perméabilité apparente avant et après les cycles de chauffage/refroidissement pour chaque échantillon de mortier normalisé ou de béton CEM V ANDRA.

Identification d'un effet bouchon pour le mortier

Différents paramètres influent sur l'occurrence d'un effet bouchon, voir Tableau 3.16 : il s'agit en particulier de la vitesse de chauffage, du degré de saturation en eau initial, et de la taille de l'échantillon.

échantillon	Effet bouchon		
	T° début (°C)	T° fin (°C)	Durée
N°23	AUCUN		
N°16	181,6	210,8	2h19
N°17	143,5	207,8	4h42
N°26	AUCUN		
CEMV N°1	AUCUN		
CEMV N°2	20,6	105,0	1h20

TABLE 3.17 – Température d'apparition et durée de l'effet bouchon pour chaque échantillon de mortier normalisé ou de béton CEM V ANDRA lors des cycles de chauffage jusqu'à 60, 105 ou 200°C.

Cas du matériau initialement sec. Lorsque le matériau est initialement sec comme l'échantillon de mortier N°23, sa perméabilité apparente au gaz K_{app} n'évolue pas lors des deux premiers cycles de chauffage (à 60 et 105°C respectivement), voir Fig. 3.34. Ce n'est qu'au-delà de 150°C environ que K_{app} décroît sensiblement, jusqu'à être divisée par deux à 200°C. En parallèle, on observe que des gouttes d'eau sortent régulièrement du dispositif à partir de 172°C, voir la Fig. 3.35. Bien que K_{app} diminue notablement, le gaz peut toutefois traverser le matériau, même s'il a plus de difficultés : on n'a qu'un effet bouchon partiel, comme observé pour le béton CERIB avec granulats roulés siliceux (gris) et initialement sec, voir Annexe 1. Pour un matériau à matrice cimentaire sec, donc sans eau capillaire, c'est l'eau perdue par la décomposition de l'ettringite et des hydrates (C-S-H) qui, en se vaporisant dans le réseau poreux, limite le flux de gaz au travers du matériau et produit ce phénomène de bouchon partiel. Cette phase dure 2h05min pour l'échantillon N°23. Au-delà de 200°C, lorsqu'on laisse l'essai se poursuivre suffisamment longtemps à température stabilisée ($T \approx 206^\circ\text{C}$), K_{app} augmente de nouveau jusqu'à dépasser sa

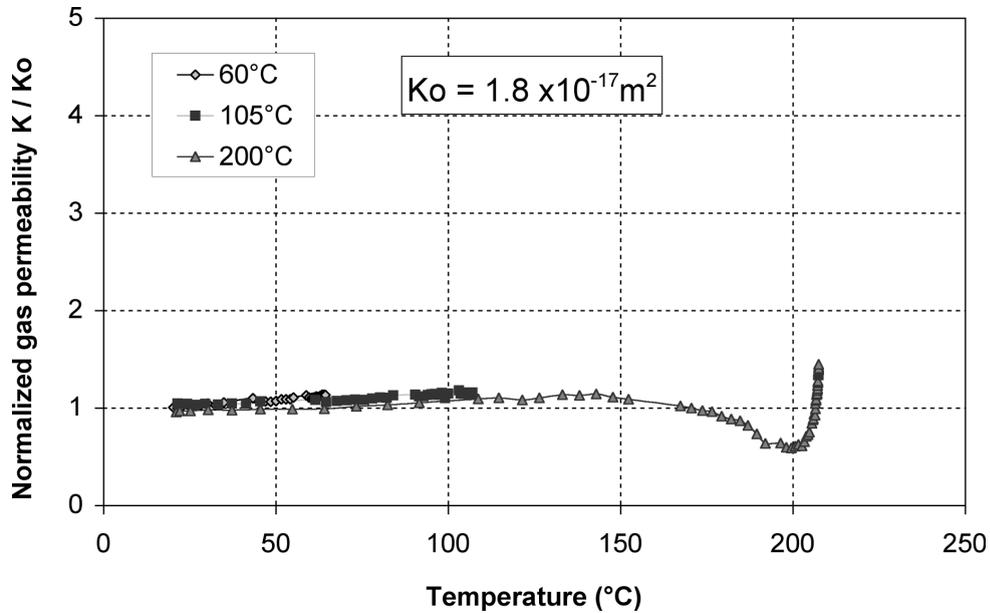


FIGURE 3.34 – Variation de la perméabilité apparente au gaz normalisée avec la température pour l'échantillon de mortier sec n°23. K_0 est la perméabilité initiale.

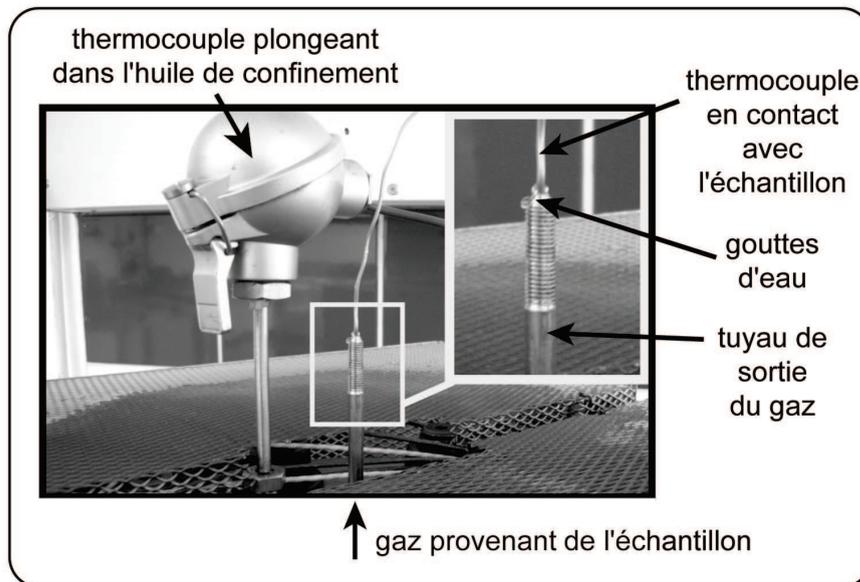


FIGURE 3.35 – Observation en cours d'essai sur l'échantillon de mortier sec n°23, dès 172°C : des gouttes d'eau liquide sortent de la tige qui est en contact avec la face aval de l'échantillon.

valeur initiale K_0 , en raison des modifications micro-structurales induites par la libération d'eau liée.

Effet de la saturation en eau

La variation de perméabilité est toute autre quand le matériau est initialement partiellement saturé en eau. Nous avons testé deux échantillons de mortier normalisé de mêmes dimensions (i.e. longs), mais initialement saturés à $S_w = 44,7\%$ pour le n°16, et à $S_w = 53,4\%$ pour le n°17, voir les Figs 3.36(a) et 3.36(b).

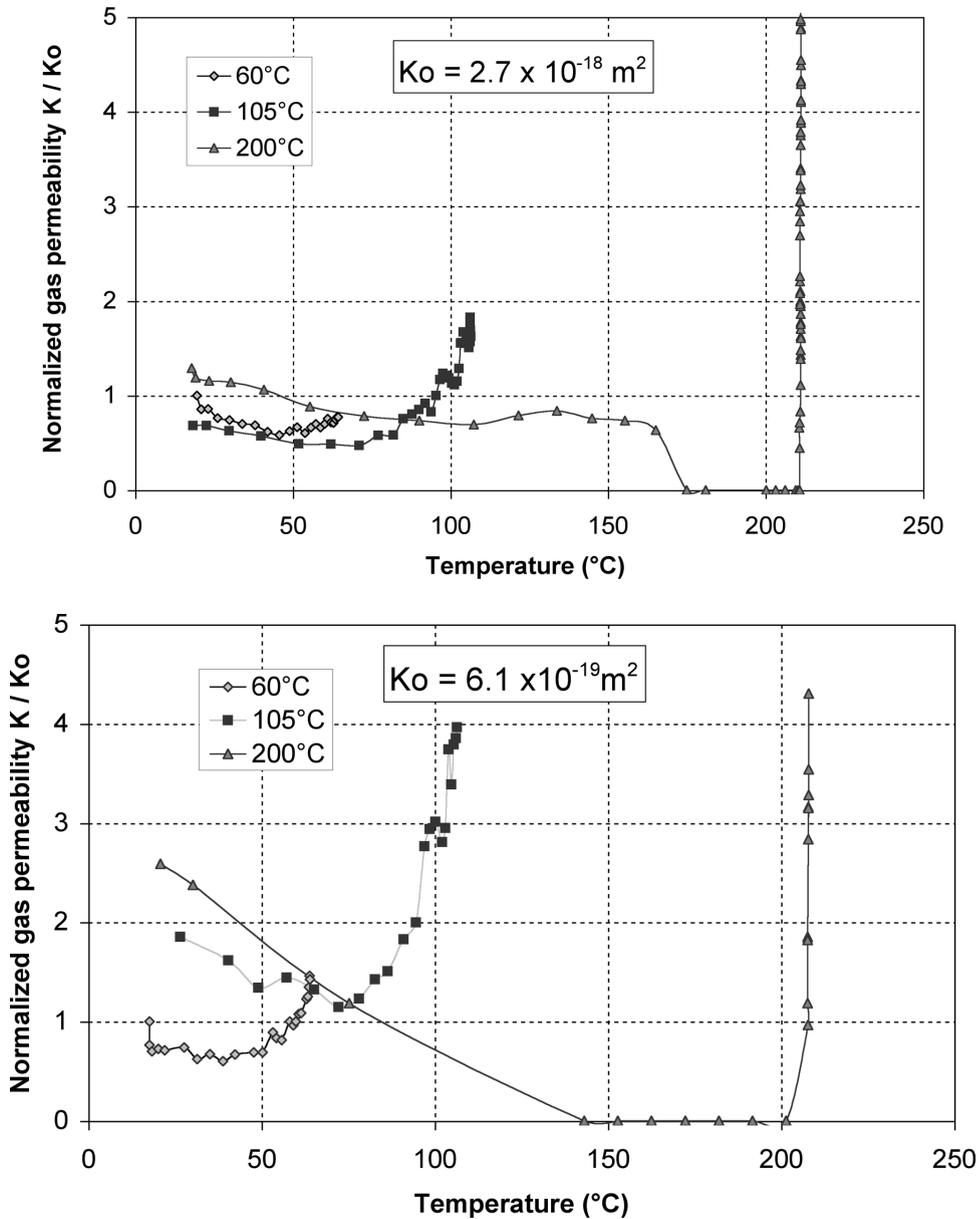


FIGURE 3.36 – Variation de la perméabilité apparente au gaz avec la température, pour (a) un échantillon de mortier partiellement saturé n°16 avec $S_w = 44,7\%$ (graphique du haut) et (b) un échantillon de mortier n°17 avec $S_w = 53,4\%$ (graphique du bas). Les deux échantillons sont de dimensions identiques.

Dans les deux cas, une diminution nette de la perméabilité est observée lors des deux pre-

miers cycles à 60 et 105°C, jusqu'à ce qu'elle soit divisée par deux par rapport à sa valeur initiale K_0 . Par la suite, K_{app} augmente jusqu'à dépasser K_0 d'une valeur d'autant plus grande que l'essai dure longtemps. Cette chute de perméabilité lors des deux premiers cycles est attribuée principalement à la dilatation de l'eau capillaire, de telle sorte que les passages du réseau poreux deviennent plus étroits, plutôt qu'aux déformations thermiques du squelette solide. En effet, à ces niveaux de température ($T < 105^\circ\text{C}$), la vaporisation de l'eau capillaire n'a *a priori* pas commencé. De plus, le coefficient de dilatation thermique linéaire α de l'eau liquide est de $2.6 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$, alors que pour la pâte de ciment, α vaut 11×10^{-6} à $16 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et α varie de 5×10^{-6} à $13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pour la majorité des agrégats [107] : la dilatation de l'eau a un effet bien plus notable sur les passages du réseau poreux que les déformations thermiques du squelette solide.

La perméabilité résiduelle après les deux premiers cycle de chauffage a également été évaluée. Pour tous les échantillons partiellement saturés (N^{os} 16, 17, 26 et même l'échantillon de béton CEM V n.2), elle est tantôt plus élevée ou plus faible que K_0 : la perméabilité résiduelle ne présente pas d'évolution claire. En effet, après des cycles de chauffage à 60 ou 105°C seulement, qui sont généralement relativement courts (3 à 5 heures chacun), il reste de l'eau capillaire dans le réseau poreux. Notre interprétation est que l'eau libre, en essayant de se dilater sous l'effet du chauffage, est mise sous pression, et se ré-arrange, i.e. se re-distribue, dans le réseau poreux : le gaz aura alors plus ou moins de mal à le traverser, de sorte que la perméabilité apparente résiduelle peut être soit supérieure, soit inférieure, à K_0 . La composition chimique de l'eau capillaire peut aussi influencer son mouvement au sein du réseau poreux, mais ceci n'a pas été étudié ici.

Habituellement, lors d'un essai de perméabilité, le gaz circule régulièrement à travers l'échantillon : sa pression d'injection P_1 diminue régulièrement d'une valeur ΔP pendant Δt , et la perméabilité K_{app} est déduite directement de l'application de la loi de Darcy, voir Chapitre 2. Pourtant, pour les échantillons N^{os} 16 et 17, lors du troisième cycle de chauffage (jusqu'à 200°C), P_1 augmente avec la température, voir Fig. 3.37. Pour l'échantillon N^o16, l'augmentation de P_1 a lieu dès 181.6°C et jusqu'à 210.8°C, et elle dure 2h19min, voir le Tableau 3.17. L'augmentation de P_1 signifie que le gaz ne peut plus passer au travers de l'échantillon, et que la perméabilité K_{app} devient nulle. On est en présence d'un effet bouchon, attribué à la présence d'eau sous pression dans le réseau poreux, qui empêche le passage du gaz. L'eau sous pression peut être de nature liquide si $S_w \neq 0$, et de nature gazeuse (vapeur d'eau) au-delà de 100°C. L'eau sort alors non seulement sous forme de gouttes d'eau du côté aval de l'échantillon, mais aussi sous forme de liquide (ou de vapeur) qui pousse le gaz hors de l'échantillon du côté amont. Ceci est observé lors du démontage du tuyau amont d'arrivée de gaz, après l'essai. Pour l'échantillon N^o17, l'effet bouchon a lieu de façon beaucoup plus abrupte que pour l'échantillon N^o16, voir les Figs 3.36(a) et 3.36(b). Il est enregistré de 143.5°C à 207.8°C, et il dure 4h42min, i.e. environ deux fois plus longtemps que pour l'échantillon N^o16. Ceci est attribué à la plus grande saturation en eau S_w de l'échantillon N^o17 par rapport à l'échantillon N^o16, voir Tableau 3.15.

Pour tous les échantillons partiellement saturés, des gouttes d'eau sortent régulièrement du dispositif à des températures relativement plus basses que pour l'échantillon sec N^o23, du fait de la présence d'eau libre. Ce phénomène commence à partir de 122°C pour l'échantillon long N^o16, à 142°C pour l'échantillon long N^o17, et à 128°C pour l'échantillon court 128°C. Une fois qu'il a commencé, ce phénomène dure tout au long du cycle de chauffage (jusqu'à 200°C). Il est interprété comme la conséquence de l'évacuation d'eau libre capillaire et d'eau liée au sein de l'ettringite et des C-S-H de la matrice cimentaire.

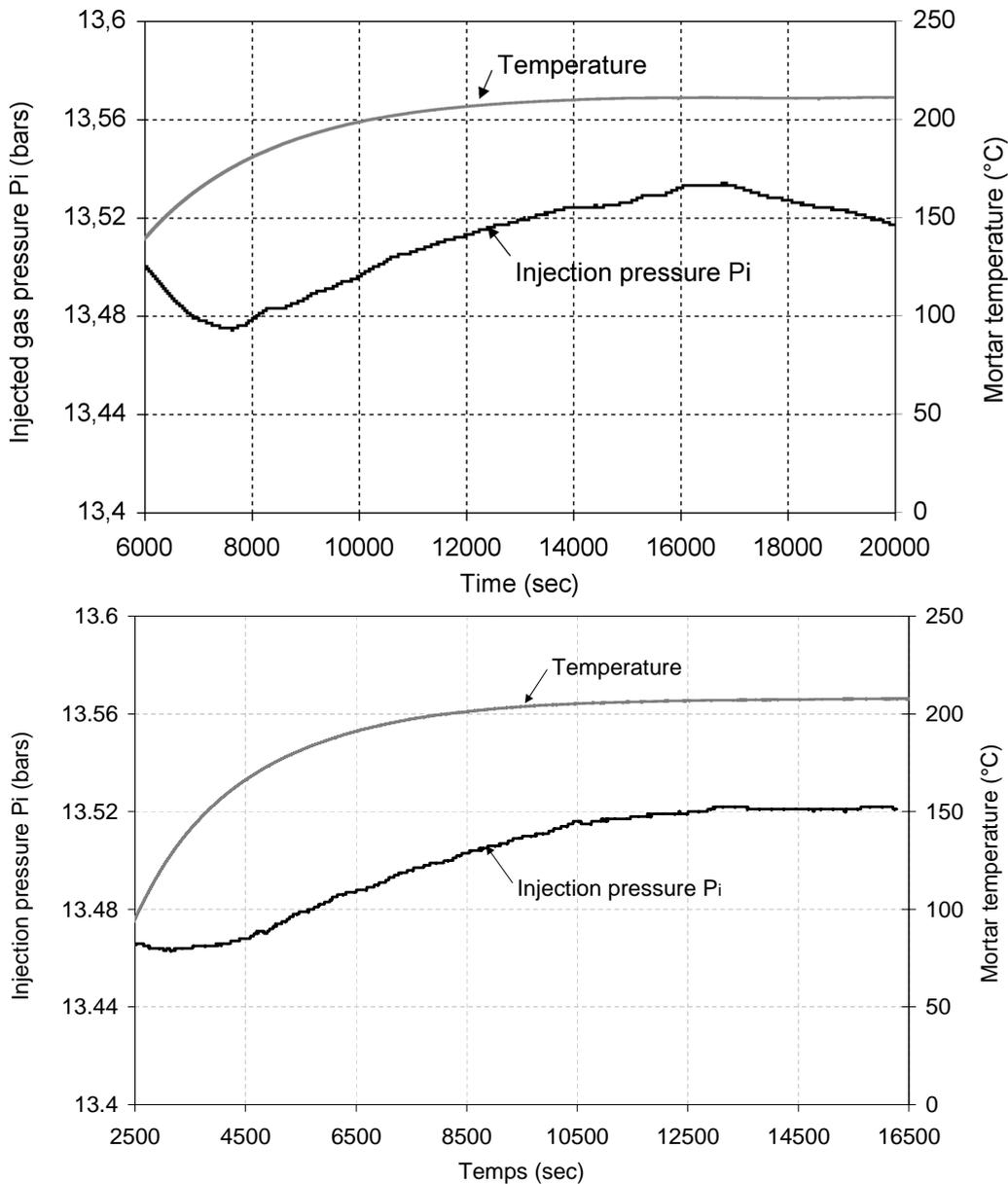


FIGURE 3.37 – La pression d’injection de gaz P_1 augmente avec la température pour les mortiers partiellement saturés N°16 (graphique du haut) et N°17 (graphique du bas) pendant le chauffage jusqu’à 200°C.

Effet d’échelle (i.e. taille de l’échantillon)

Pour l’échantillon de mortier court et partiellement saturé N°26 ($Sw = 50,8\%$), voir Fig. 3.38, aucun effet bouchon n’est observé. Ainsi, pour des échantillons de dimensions suffisamment réduites, l’évacuation de la vapeur d’eau a lieu suffisamment rapidement pour que le transport de gaz ne soit pas stoppé. Un tel mécanisme de diffusion de vapeur d’eau hors d’un matériau poreux varie, sur une même durée, avec le carré de la dimension de l’échantillon l^2 suivant l’axe de transport (ici l’axe vertical) [63]. Ainsi, lorsqu’on augmente l’élancement (i.e. le rapport longueur/diamètre L/D) par deux, comme entre les échantillons N°26 et N°16 (ou N°17), le

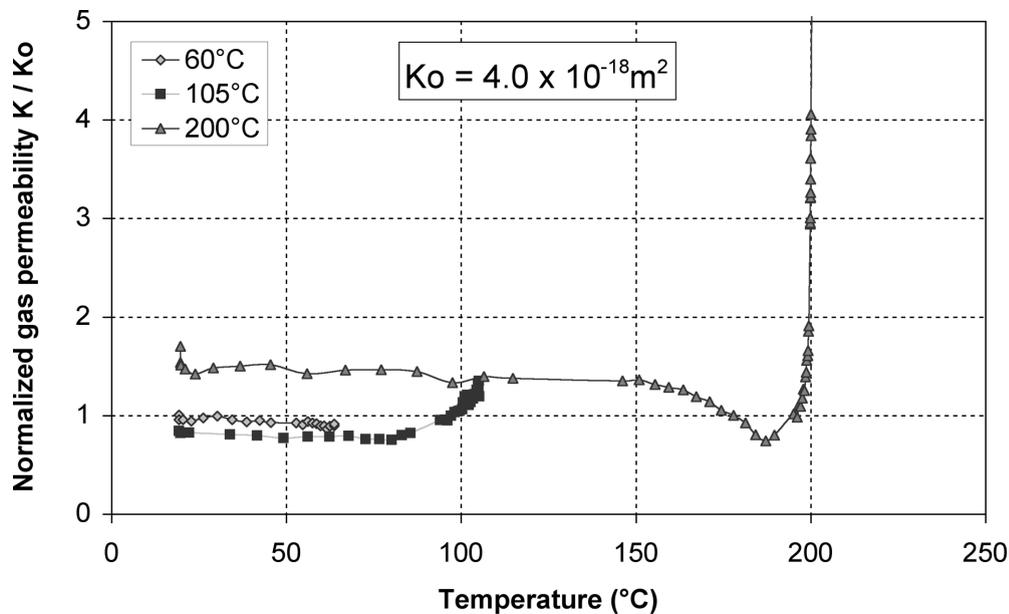


FIGURE 3.38 – Variation de perméabilité avec la température pour l'échantillon court de mortier partiellement saturé N°26 avec $S_w = 50,8 \%$.

temps de diffusion est multiplié par quatre. Cela semble suffisant pour empêcher le transport de gaz au travers des échantillons longs N°16 et N°17.

On note également que, pour l'échantillon N°26, la perméabilité décroît de 151°C à 199°C lors du troisième cycle de chauffage (jusqu'à 200°C), ce qui dure 1h53min. Le matériau subit une évacuation à la fois d'eau libre et d'eau liée, par diffusion, ce qui ralentit le passage de gaz.

Au final, on retiendra que l'effet bouchon ne se produit que pour les échantillons longs et partiellement saturés, à la vitesse de chauffage la plus élevée (correspondant au troisième cycle de chauffage jusqu'à 200°C).

Résultats de perméabilité et effet bouchon pour le béton CEM V ANDRA

Les résultats sont présentés dans les Figs. 3.39 et 3.40. On constate que la perméabilité de l'échantillon de béton CEM-V n.1, initialement sec, ne varie pas de façon significative au cours du chauffage, même lors du troisième cycles de chauffage jusqu'à 200°C : la perméabilité du béton CEM V ANDRA se maintient de façon remarquable comparativement au mortier normalisé, malgré le chauffage. La perméabilité résiduelle, après les trois cycle de chauffage, reste du même ordre de grandeur que K_0 , voir Tableau 3.16. Ceci atteste également de l'excellente résistance en température du béton CEM V ANDRA. On peut l'attribuer à une faible teneur en eau des C-S-H considérés individuellement, grâce à la présence de cendres volantes et de laitier de haut fourneau.

Pour l'échantillon partiellement saturé CEM V n.2, voir Fig. 3.40, la perméabilité au gaz est divisée par deux dès le premier cycle de chauffage à 60°C, et un effet bouchon est observé dès le deuxième cycle jusqu'à 105°C, à partir d'une température relativement basse de 20.6 °C et jusqu'à 105°C. Cet effet bouchon dure 1h20min, voir Tableau 3.17. Les difficultés qu'a le gaz à traverser cet échantillon sont principalement liées à sa saturation initiale élevée : $S_w = 79,6 \%$, l'essai

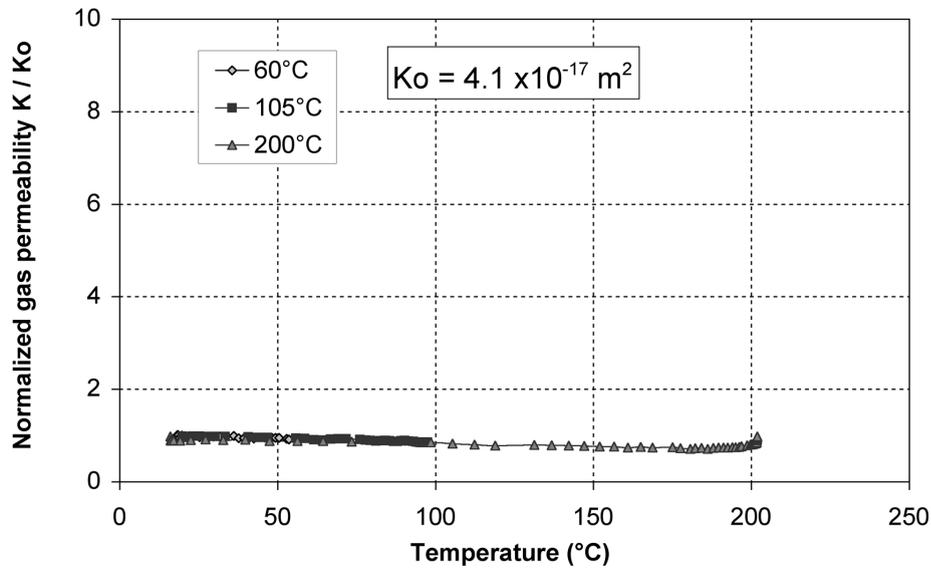


FIGURE 3.39 – Variation de la perméabilité avec la température pour le béton sec CEM-V N°1. Aucun effet bouchon n’est observé.

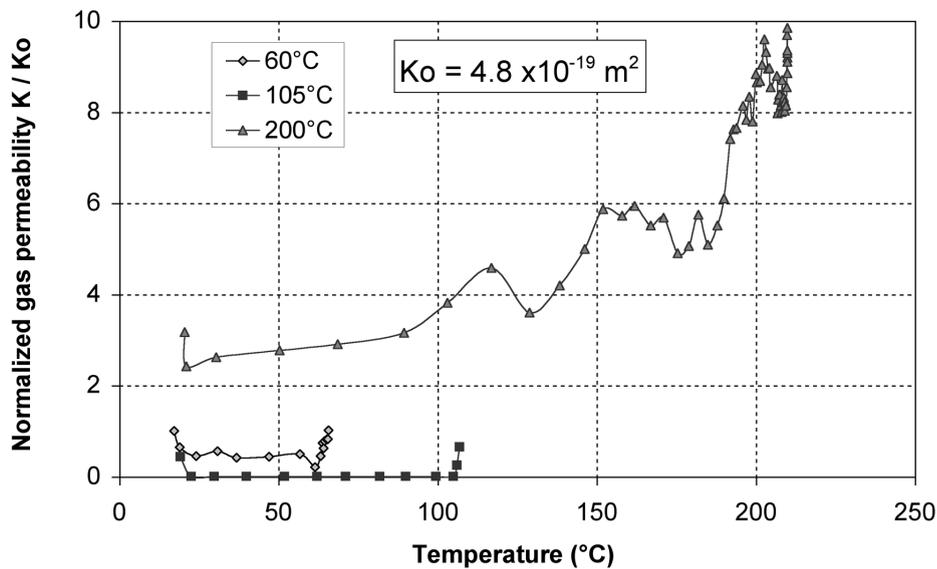


FIGURE 3.40 – Variation de la perméabilité pour le béton partiellement saturé CEM-V n°2 avec $S_w = 79,6\%$.

sur échantillon sec ayant montré la faible contribution de la libération d’eau liée chimiquement. Toutefois, aucun effet bouchon n’est observé lors du troisième cycle de chauffage jusqu’à 200°C, la durée du cycle de chauffage précédent ayant visiblement suffi à évacuer suffisamment d’eau pour permettre le passage de gaz. Les oscillations de K_{app} observées lors de ce troisième cycle sont attribuées à la condensation d’eau libérée au niveau de la tige de drainage en aval de l’échantillon,

qui bloque temporairement le passage de gaz.

On retiendra que l'effet bouchon se produit beaucoup plus facilement pour le béton CEM V ANDRA très saturé initialement, par rapport au mortier normalisé partiellement saturé (jusqu'à, au maximum, $S_w = 53,4 \%$). Ceci est attribué principalement à l'effet du degré de saturation en eau S_w , les deux matériaux ayant des porosités proches, voir Tableau 3.15.

Remarques

Le chauffage du matériau montre sans ambiguïté le rôle primordial de la saturation initiale du matériau sur la variation de perméabilité avec la température. Si le matériau est sec, celle-ci n'a aucune influence notable et, dans le cas du béton CEM V ANDRA, un chauffage à haute température ne provoque aucun effet bouchon, même partiel. En revanche, si la saturation est « moyenne » (55 % ou plus), le chauffage, même modéré, est susceptible d'engendrer très rapidement un effet bouchon i.e. la perméabilité au gaz devient nulle. Il faut néanmoins ajouter que cet effet est limité dans le temps car il est la combinaison de contrastes dilatométriques (eau par rapport au squelette solide) et, principalement, de redistribution de la saturation. Si l'injection de gaz se poursuit de manière prolongée avec la température, l'effet bouchon se dissipe et le matériau redevient perméable.

On peut également souligner que l'occurrence d'un effet bouchon augmente avec la taille de l'échantillon. Ce point est logique car, si le matériau est peu perméable, la redistribution de la saturation et/ou la vaporisation de l'eau sont plus difficile à évacuer (ou plus lente à dissiper) par écoulement d'eau liquide ou par diffusion.

3.7 Conclusion

Ce chapitre a été principalement consacré à la caractérisation des propriétés mécaniques, poro-mécaniques et hydrauliques d'un mortier normalisé ($E/C = 0,5$) à l'état initial puis après traitement thermique jusqu'à 105, 200, 300 ou 400°C. Pour l'identification expérimentale de la perméabilité en température et sous contrainte hydrostatique, des bétons industriels (CERIB et ANDRA) ont été également testés.

La température induit de profondes modifications de la microstructure du matériau cimentaire. Les résultats d'ATG mettent en évidence une perte de masse liée au départ d'eau libre puis chimiquement liée au cours de chauffage. Les phénomènes de déshydratation et de déformation thermique des phases du mortier provoquent une fragilisation du squelette solide, et une microfissuration accompagnée d'un élargissement de la taille des pores. Ainsi, après l'application d'un cycle thermique, nous avons observé une augmentation très nette de la perméabilité au gaz (à $P_c = 5$ MPa, la perméabilité initiale vaut $6,27 \times 10^{-18} m^2$ alors qu'elle atteint $2,39 \times 10^{-16} m^2$ après un traitement thermique à 400°C). Lorsque les mortiers traités thermiquement sont soumis à un chargement hydrostatique, on observe alors une diminution de la perméabilité, attribuée à la fermeture progressive de micro-fissures interconnectées et à l'effondrement partiel du squelette solide. Ces phénomènes sont en partie irréversibles, ce qui est démontré par les mesures de perméabilité effectuées après plusieurs cycles de charge-décharge : on n'arrive plus à retrouver, ni les niveaux de volume de pores connectés, ni la perméabilité du matériau avant chargement. L'effet du confinement est d'autant plus prononcé que la mortier a subi une température de traitement thermique élevée.

Les essais de compression uniaxiale et triaxiale ont également montré qu'une dégradation était générée par les cycles thermiques : les propriétés élastiques (module d'Young, coefficient de Poisson) et la résistance mécanique R_c diminuent significativement. La résistance mécanique R_c

est réduite de 28,1 % en compression triaxiale et de 30,9 % en compression uniaxiale par rapport à l'état de référence à 60°C, après un traitement thermique jusqu'à 400°C. L'augmentation du confinement rend le matériau plus ductile. La perméabilité en compression hydrostatique et déviatorique a été évaluée. Son augmentation correspond à un seuil de fissuration, pour lequel le matériau change de comportement : de contractant, il devient dilatant.

Les essais poro-mécaniques en compression hydrostatique drainée ont montré la création d'une dégradation du matériau suite au traitement thermique. Alors que les mortiers intacts et traités à 105°C ont un comportement (ε_v, P_c) élastique linéaire et réversible, typique d'une matrice solide non fissurée, pour les échantillons traités à 200, 300 et 400°C, le comportement (ε_v, P_c) est ductile avec une phase plastique, qui est attribuée à un endommagement thermique. Celui-ci est attribué à la fois à la décomposition chimique des silicates de calcium hydratés (C-S-H), ce qui fragilise le squelette cimentaire solide, à la création de micro-fissures, et à l'augmentation de la porosité connectée. A pression de confinement P_c donnée, le module de compressibilité drainée K_b diminue fortement avec la température de traitement thermique $T \geq 200^\circ\text{C}$, alors que K_b augmente avec P_c à traitement thermique donné. L'augmentation de K_b avec P_c est interprétée comme la conséquence de la re-fermeture de micro-fissures créées par le traitement thermique, ce qui rigidifie le squelette solide. En revanche, à pression de confinement faible donnée, le module d'incompressibilité *apparent* de la matrice solide K_s , et le coefficient de Biot b , augmentent. Notre interprétation est que des pores occlus dans la matrice solide deviennent interconnectés grâce aux micro-fissures créées par le traitement thermique, ce qui, malgré la fragilisation des C-S-H avec leur perte d'eau structurelle, augmente K_s (et b). Pour les pressions de confinement élevées, le module d'incompressibilité apparent K_s (et b) diminuent jusqu'à retrouver les valeurs du mortier intact (sans traitement thermique). Notre interprétation est qu'au-delà d'une valeur seuil (évaluée à 15-20 MPa), le confinement bloque l'accès à certains pores en refermant des micro-fissures créées par le chauffage. Ces pores fermés redeviennent des pores 'occlus' dans la matrice, ce qui diminue sa rigidité K_s .

Pour conforter ces interprétations, nous avons mis au point un essai *original*, permettant de quantifier le volume de l'espace poreux sous chargement hydrostatique, afin de mettre en évidence la création de porosité ouverte dans la matrice suite à un chauffage. La variation de K_s avec le confinement est confirmée ainsi que la création de porosité occluse sous confinement. Pour le mortier intact, la variation de porosité sous contrainte est limitée (1% pour P_c augmentant de 1,7 à 40 MPa); mais pour l'échantillon traité thermiquement à 400°C, la porosité perdue après le même chargement a une valeur importante (de l'ordre de 10%), soit $\Delta V_p = - 5200 \text{ mm}^3$. Après ce chargement de 1,7 à 40MPa, la variation de porosité due à la contrainte ΔV_p comporte au moins la variation de volume de l'échantillon, qui est de 2100 mm^3 (en fait 1800 mm^3 si on tient compte de la déformation de la matrice, qui est supérieure ou égale à 300 mm^3). On a donc "déconnecté" 3100 mm^3 de porosité, qui ne sera pas récupérée lors des chargements ultérieurs. Ceci confirme notre hypothèse suite à la perte de rigidité apparente K_s de la matrice solide avec le confinement.

Enfin, dans le dernier paragraphe de ce chapitre, nous avons présenté des mesures la perméabilité sous températures élevées sur le mortier normalisé, les bétons CERIB et ANDRA. On a mis en évidence un *effet bouchon* (i.e. la rétention de gaz) dans ces matériaux cimentaires. La vapeur d'eau ou l'eau liquide obstrue l'échantillon de telle sorte que le gaz ne peut plus passer pendant le chauffage. Les paramètres influents sont principalement la vitesse de chauffage appliquée, le degré de saturation initial en eau S_w et l'élancement (i.e. le rapport longueur sur diamètre). Ce phénomène n'est pas observé pour des échantillons secs, ni pour des échantillons suffisamment courts (élancement proche de 1). Néanmoins, la perméabilité devient plus faible après chauffage (elle est divisée par deux) à cause de la libération d'eau libre ou liée qui a lieu malgré tout lors du

chauffage. A l'extrême, la rétention de gaz se produit pour un échantillon de mortier normalisé d'élanement d'environ 2, avec un degré de saturation initial en eau S_w d'au moins 45% et une vitesse de chauffage assez élevée (de l'ordre de 5 °C / min). La composition du matériau cimentaire influence la rétention des gaz dans le sens où la déshydratation des C-S-H (i.e. l'eau liée) est plus ou moins atténuée avec la présence d'additifs comme les cendres volantes ou le laitier de haut fourneau. Pour un béton CEM V ANDRA testé ici à partir de l'état sec, une très bonne résistance à la température a été mesurée jusqu'à 200°C, c'est-à-dire que la perméabilité au gaz n'a pas changé significativement pendant le chauffage. Mais pour le béton CEM V ANDRA avec un degré de saturation initial élevé (environ 80%), la rétention de gaz est observée pour une vitesse de chauffage relativement faible, de l'ordre de 2,5 °C / min (chauffage jusqu'à 105°C), du fait de la difficulté à évacuer l'eau capillaire du réseau poreux.

Chapitre 4

Modélisation macroscopique et analyse micro-mécanique

4.1 Modélisation macroscopique

Cette partie expose le modèle proposé pour décrire le comportement thermo-mécanique de matériaux cimentaires après traitement thermique. Il s'agit d'un modèle thermo-élasto-plastique couplé à un endommagement isotrope, basé sur une approche phénoménologique, et permettant de reproduire les principaux aspects du comportement thermo-mécanique observés sur le mortier normalisé.

Dans un premier temps, nous présentons les éléments constitutifs du modèle, retenus pour décrire le mécanisme de déformation plastique, le mécanisme d'endommagement et le couplage entre plasticité et endommagement. Ensuite, en utilisant une partie des données expérimentales décrites au chapitre précédent, nous présentons la procédure d'identification des paramètres du modèle. Enfin, les prédictions du modèle sont comparées avec les données expérimentales. Celles-ci comprennent d'une part,

- (1) les essais de compression simple et triaxiale (pour une pression de confinement de 5 ou 10MPa) pour les échantillons traités à différentes températures (60°C, 105°C, 200°C, 300°C et 400°C) et qui ont servi principalement à identifier les paramètres du modèle,
- (2) les essais d'extension latérale sur mortier traité à 400°C, qui servent uniquement à valider, positivement, le modèle sur un trajet de chargement différent de ceux (en compressions uniaxiale et triaxiale) utilisés pour l'identifier.

4.1.1 Présentation du modèle thermo-élasto-plastique couplé avec endommagement

Cadre général

D'après les résultats expérimentaux présentés dans le chapitre précédent, et les données expérimentales et de modélisation issues de la littérature [49, 79, 131], le comportement mécanique en compression uniaxiale et triaxiale d'un mortier traité thermiquement est caractérisé par une déformation plastique importante, couplée à un endommagement dû aux micro-fissures et aux ruptures de ponts solides. Dans ce qui suit, nous supposons que l'endommagement du mortier progresse grâce à deux phénomènes : (1) la microstructure est modifiée suite au traitement thermique, sous la forme d'une (micro-)fissuration et de la fragilisation du squelette solide et (2)

l'augmentation de la contrainte déviatorique induit une propagation de la fissuration (et/ou de la rupture de ponts solides). Par ailleurs, le comportement mécanique du mortier dépend de la pression de confinement : il y a une transition d'un comportement fragile vers un comportement plus ductile avec l'augmentation de la pression de confinement [21, 100].

Un modèle élasto-plastique non-isotherme couplé à de l'endommagement est ainsi proposé, qui tient compte des deux phénomènes d'endommagement. En outre, l'endommagement dans les géo-matériaux, et aussi dans les matériaux cimentaires, est généralement anisotrope en raison de la présence de microfissures orientées [50, 114, 129, 130]. Dans notre étude, l'accent est plutôt mis sur la modélisation du couplage plasticité-endommagement et la prise en compte des effets du traitement thermique sur le comportement du mortier. Pour simplifier les choses, nous supposons donc les distributions de micro-fissures isotropes, et un seul paramètre scalaire ω caractérisant l'endommagement *mécanique* est utilisé. Afin de quantifier la détérioration du matériau générée par le traitement thermique, nous avons également introduit une autre variable d'état χ_T : $\chi_T = (T_{max} - T_0)/T_0$, où T_0 est la température de référence et T_{max} est la température maximale du traitement thermique subi [26, 28].

Dans le domaine thermo-élastique, la loi de comportement du matériau prend la forme générale suivante :

$$\underline{\underline{\epsilon}}^{Te} = \mathbb{S}(\omega, \chi_T) : \underline{\underline{\sigma}} + \alpha_b(T - T_0)\underline{\underline{\delta}} \quad (4.1)$$

Le tenseur d'ordre quatre \mathbb{S} est le tenseur de compliance (ou de souplesse) élastique du matériau traité thermiquement et endommagé. Il dépend donc à la fois de l'endommagement ω et de la variable χ_T . α_b est le coefficient de dilatation thermique linéaire¹ et $\underline{\underline{\delta}}$ est le tenseur identité d'ordre deux.

En dérivant l'Eq. (4.1), on obtient la forme incrémentale de la loi de comportement thermo-élastique :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{Te} = \mathbb{S}(\omega, \chi_T) : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} + \alpha_b \dot{T} \underline{\underline{\delta}} + \left(\frac{\partial \mathbb{S}}{\partial \omega} : \underline{\underline{\sigma}} \right) \dot{\omega} + \left(\frac{\partial \mathbb{S}}{\partial \chi_T} : \underline{\underline{\sigma}} \right) \dot{\chi}_T \quad (4.2)$$

Les deux derniers termes de l'Eq. (4.2) représentent les taux de déformation élastique dus, respectivement, à l'évolution de l'endommagement mécanique représenté par ω , et à la dégradation thermique représentée par χ_T .

En utilisant l'additivité des déformations élastique et plastique, l'extension de l'Eq. (4.2) au domaine élasto-plastique est la suivante :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}} = \mathbb{S}(\omega, \chi_T) : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} + \alpha_b \dot{T} \underline{\underline{\delta}} + \left(\frac{\partial \mathbb{S}}{\partial \omega} : \underline{\underline{\sigma}} \right) \dot{\omega} + \left(\frac{\partial \mathbb{S}}{\partial \chi_T} : \underline{\underline{\sigma}} \right) \dot{\chi}_T + \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^p \quad (4.3)$$

Dans le cadre de la théorie classique de la plasticité [86, 95], le taux de déformation plastique $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^p$ est déterminé *via* la définition d'une fonction de charge $f_p = 0$, d'un potentiel plastique $Q = 0$ et d'une loi d'écoulement plastique. On suppose que toutes ces fonctions plastiques sont affectées par l'endommagement du matériau ω et le traitement thermique χ_T :

$$f_p(\underline{\underline{\sigma}}, \underline{\underline{\epsilon}}^p, \omega, \chi_T) = 0 \quad (4.4)$$

$$Q(\underline{\underline{\sigma}}, \omega, \chi_T) = 0 \quad (4.5)$$

1. Bien que formulé en conditions non-isothermes, le modèle est identifié puis validé à température ambiante, du fait des difficultés à disposer d'essais en conditions non-isothermes.

et

$$\underline{\dot{\underline{\epsilon}}}^p = \dot{\lambda}_p \frac{\partial Q(\underline{\sigma}, \omega, \chi_T)}{\partial \underline{\sigma}} \quad (4.6)$$

A titre d'exemple, considérons un chemin de chargement contrôlé par le taux de contrainte $\underline{\dot{\underline{\sigma}}}$, et pour lequel les évolutions de l'endommagement $\dot{\omega}$ et de la dégradation thermique $\dot{\chi}_T$ sont connues. Le multiplicateur plastique $\dot{\lambda}_p$ est déterminé en utilisant la condition de cohérence (ou consistance) :

$$\dot{f}_p = \frac{\partial f_p}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\dot{\underline{\sigma}}} + \frac{\partial f_p}{\partial \underline{\underline{\epsilon}}^p} : \underline{\dot{\underline{\epsilon}}}^p + \frac{\partial f_p}{\partial \omega} \dot{\omega} + \frac{\partial f_p}{\partial \chi_T} \dot{\chi}_T = 0 \quad (4.7)$$

Dans le cas d'un chargement plastique ($f_p = 0$ et $\dot{f}_p = 0$), cela conduit à :

$$\dot{\lambda}_p = \frac{1}{H_\sigma} \left[\frac{\partial f_p}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\dot{\underline{\sigma}}} + \frac{\partial f_p}{\partial \omega} \dot{\omega} + \frac{\partial f_p}{\partial \chi_T} \dot{\chi}_T \right] \geq 0 \quad (4.8)$$

Les deux derniers termes de la parenthèse représentent la déformation plastique due à l'évolution de l'endommagement $\dot{\omega}$ et du taux de traitement thermique $\dot{\chi}_T$. Pour un chargement à taux de contrainte contrôlé, le module d'écrouissage plastique H_σ est donné par :

$$\frac{1}{H_\sigma} = - \frac{\partial f_p}{\partial \underline{\underline{\epsilon}}^p} : \frac{\partial Q}{\partial \underline{\sigma}} \quad (4.9)$$

En substituant l'Eq. (4.8) dans les Eqs. (4.6) et (4.3), le taux de déformation total s'exprime par :

$$\underline{\dot{\underline{\epsilon}}} = \mathbb{S}^{ep} : \underline{\dot{\underline{\sigma}}} + \alpha_b \dot{T} \underline{\underline{\delta}} + \underline{\underline{A}}^T \dot{\chi}_T + \underline{\underline{A}}^d \dot{\omega} \quad (4.10)$$

Dans l'Eq. (4.10), le tenseur d'ordre quatre \mathbb{S}^{ep} est l'opérateur tangent élastoplastique à un état d'endommagement donné. Les tenseurs d'ordre deux $\underline{\underline{A}}^T$ et $\underline{\underline{A}}^d$ représentent les déformations inélastiques supplémentaires, induites respectivement par les effets du chauffage (χ_T) et de l'évolution de l'endommagement ω . Ils sont donnés par :

$$\begin{cases} \mathbb{S}^{ep} = \mathbb{S} + \frac{1}{H_\sigma} \frac{\partial f_p}{\partial \underline{\sigma}} \otimes \frac{\partial Q}{\partial \underline{\sigma}} \\ \underline{\underline{A}}^T = \frac{\partial \mathbb{S}}{\partial \chi_T} : \underline{\underline{\sigma}} + \frac{1}{H_\sigma} \frac{\partial f_p}{\partial \chi_T} \frac{\partial Q}{\partial \underline{\sigma}} \\ \underline{\underline{A}}^d = \frac{\partial \mathbb{S}}{\partial \omega} : \underline{\underline{\sigma}} + \frac{1}{H_\sigma} \frac{\partial f_p}{\partial \omega} \frac{\partial Q}{\partial \underline{\sigma}} \end{cases} \quad (4.11)$$

Dans le cadre de la Thermodynamique des Processus Irréversibles, la loi d'évolution de l'endommagement est déterminée en formulant un pseudo-potentiel de dissipation, qui est une fonction de la force thermodynamique Y_d associée à la variable d'endommagement ω . En cas de dissipation non-visqueuse comme supposé ici, le pseudo-potentiel est réduit à une fonction indicative d'un domaine convexe défini par le critère d'endommagement. Dans ce cas, la forme générale de l'énergie libre s'exprime par :

$$\Psi = \frac{1}{2} (\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon}}^p) : \mathbb{C}(\omega, \chi_T) : (\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon}}^p) + \Psi_p(\gamma, \omega, \chi_T) \quad (4.12)$$

Le tenseur d'ordre quatre $\mathbb{C} = \mathbb{S}^{-1}$ représente la rigidité élastique du matériau traité thermiquement et endommagé. Ψ_p représente l'énergie stockée par écrouissage plastique. La force thermodynamique Y_d associée à l'endommagement est décrite par :

$$Y_d = -\frac{\partial \Psi}{\partial \omega} = -\frac{1}{2}(\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon}}^p) : \mathbb{C}'(\omega, \chi_T) : (\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon}}^p) - \frac{\partial \Psi_p(\gamma, \omega, \chi_T)}{\partial \omega} \quad (4.13)$$

où $\mathbb{C}' = \frac{\partial \mathbb{C}}{\partial \omega}$ est la dérivée de \mathbb{C} par rapport à la variable d'endommagement ω . Le critère d'endommagement peut être écrit sous la forme générale :

$$f_d(Y_d, \omega; \chi_T) = Y_d - r(\omega; \chi_T) \leq 0 \quad (4.14)$$

$r(\omega; \chi_T)$ représente la résistance courante (i.e. dans l'état $(\omega; \chi_T)$ courant) du matériau à l'évolution de l'endommagement. L'Eq. (4.14) signifie également que l'évolution de l'endommagement dépend non seulement de l'état courant d'endommagement ω mais aussi de l'état de traitement thermique χ_T . Par ailleurs, la force thermodynamique d'endommagement Y_d dépend de la déformation plastique par le couplage entre l'érouissage plastique (décrit par Ψ_p) et la variable d'endommagement ω , voir Eq. (4.13). L'évolution de l'endommagement est donc couplée à l'écoulement plastique. Le taux d'évolution de l'endommagement $\dot{\omega}$ est alors déterminé en utilisant le schéma normal de dissipation :

$$\dot{\omega} = \dot{\lambda}_d \frac{\partial f_d}{\partial Y_d} = \dot{\lambda}_d \quad (4.15)$$

Le multiplicateur d'endommagement $\dot{\lambda}_d$ est déterminé à partir de la condition de cohérence $\dot{f}_d = 0$ et de la relation de Kuhn-Tucker [78] :

$$\begin{cases} f_d(Y_d, \omega, \chi_T) = 0 \\ \dot{\lambda}_d \geq 0 \\ f_d(Y_d, \omega, \chi_T) \dot{\lambda}_d = 0 \end{cases} \quad (4.16)$$

Par exemple, dans le cas d'un chargement isotherme élastique sans écoulement plastique ($\underline{\underline{\epsilon}}^p = 0, \dot{\chi}_T = 0$), le multiplicateur d'endommagement $\dot{\lambda}_d$ est donné par :

$$\dot{\lambda}_d = \frac{\frac{\partial Y_d}{\partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}}{r'(\omega, \chi_T) + \frac{\partial^2 \Psi_p}{\partial \omega^2}} = -\frac{(\mathbb{C}'(\omega, \chi_T) : \underline{\underline{\epsilon}}^e) : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}}{r'(\omega, \chi_T) + \frac{\partial^2 \Psi_p}{\partial \omega^2}} \quad (4.17)$$

La fonction $r'(\omega, \chi_T)$ est la dérivée de r par rapport à la variable d'endommagement ω : $r'(\omega, \chi_T) = \frac{\partial r(\omega, \chi_T)}{\partial \omega}$.

Spécificités pour le matériau étudié

Nous définissons ici les fonctions spécifiques utilisées dans le cas du mortier normalisé. Son comportement est supposé isotrope. Ainsi, le tenseur de rigidité élastique effective du matériau endommagé est donné par :

$$\mathbb{C}(\omega, \chi_T) = 2G(\omega, \chi_T)\mathbb{K} + 3K(\omega, \chi_T)\mathbb{J} \quad (4.18)$$

Les paramètres $G(\omega, \chi_T)$ et $K(\omega, \chi_T)$ sont respectivement les modules de cisaillement et d'incompressibilité, qui dépendent de l'état d'endommagement ω et du traitement thermique χ_T . Les tenseurs isotropes et symétriques d'ordre quatre \mathbb{J} et \mathbb{K} sont définis par :

$$\begin{cases} \mathbb{J} = \frac{1}{3}\underline{\underline{\delta}} \otimes \underline{\underline{\delta}} \\ \mathbb{K} = \mathbb{I} - \mathbb{J} \\ I_{ijkl} = \frac{1}{2}(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk}) \end{cases} \quad (4.19)$$

\mathbb{I} est le tenseur identité d'ordre quatre. Les opérateurs \mathbb{J} et \mathbb{K} permettent l'extraction de la partie sphérique et de la partie déviatorique de tout tenseur d'ordre deux $\underline{\underline{E}}$, en les écrivant, respectivement, sous la forme suivante : $(\mathbb{J} : \underline{\underline{E}}) = \frac{1}{3}(\text{tr}\underline{\underline{E}})\underline{\underline{\delta}}$ et $(\mathbb{K} : \underline{\underline{E}}) = \underline{\underline{E}} - \frac{1}{3}(\text{tr}\underline{\underline{E}})\underline{\underline{\delta}}$.

Les résultats de l'analyse micromécanique disponibles dans la littérature [104, 106, 114] montrent que les modules de cisaillement et d'incompressibilité du matériau, G et K , peuvent être exprimés en fonction de la variable d'endommagement ω . Pour un chargement non-isotherme, nous supposons que les modules G et K dépendent également de la dégradation induite par le traitement thermique, décrit par χ_T . A partir d'un schéma d'homogénéisation dilué, supposant la présence de micro-défauts sans interaction, et en tenant compte de l'effet du traitement thermique, les propriétés élastiques effectives du mortier s'expriment par :

$$K(\omega, \chi_T) = \overline{K}_0(\chi_T)[1 - \alpha_1\omega], G(\omega, \chi_T) = \overline{G}_0(\chi_T)[1 - \alpha_2\omega] \quad (4.20)$$

Dans ces relations, $\overline{K}_0(\chi_T)$ et $\overline{G}_0(\chi_T)$ sont, respectivement, les modules d'incompressibilité et de cisaillement initiaux du mortier, traité thermiquement mais sans endommagement mécanique. Les paramètres α_1 et α_2 définissent les effets de l'endommagement sur les propriétés élastiques ; les expressions de α_1 et α_2 sont données par l'analyse micromécanique et liées aux propriétés élastiques de la matrice solide. Dans le cadre d'une modélisation macroscopique, les valeurs de α_1 et α_2 peuvent être déterminées à partir de données expérimentales décrivant la dégradation progressive des propriétés élastiques avec l'endommagement. En l'absence de telles données et en première approche, nous retenons $\alpha_1 = \alpha_2 = 1$. Par conséquent, les deux modules G et K dépendent de l'endommagement ω et de la dégradation thermique χ_T de la façon suivante :

$$K(\omega, \chi_T) = \overline{K}_0(\chi_T)[1 - \omega], G(\omega, \chi_T) = \overline{G}_0(\chi_T)[1 - \omega] \quad (4.21)$$

L'identification de cette relation sera exposée dans la section 4.1.2.

Caractérisation du comportement plastique. Comme dit précédemment, pour la plupart des matériaux cohérents à frottement interne, le comportement plastique (i.e. seuil de plasticité et résistance à la rupture) est influencé, de façon *a priori* non linéaire, par la pression de confinement, ou plus généralement par la contrainte hydrostatique [67, 147]. De ce fait, les critères classiques linéaires de Mohr-Coulomb ou de Drucker-Prager peuvent se révéler inadéquats pour décrire cette dépendance, selon le niveau de contraintes subi. Afin de pouvoir décrire le comportement mécanique de ces matériaux dans une gamme étendue de contraintes, il est nécessaire de définir une surface non-linéaire de charge. Dans ce qui suit, la surface de charge plastique correspond à la fois au seuil de plasticité ou *Yield surface* en anglais, et à la surface de rupture ou *Peak surface*, ou *failure surface* pour décrire la résistance à la rupture. Dans notre modèle, cette surface de charge plastique est déterminée par l'équation suivante :

$$f_p(\sigma_{ij}, \eta, \chi_T) = q - g(\theta)\eta(\gamma, \omega, \chi_T)P_a \left[C_s(\chi_T) + \frac{p}{P_a} \right]^{m(\chi_T)} = 0 \quad (4.22)$$

avec :

$$p = -\frac{\sigma_{kk}}{3}, q = \sqrt{3J_2}, J_2 = \frac{1}{2}s_{ij}s_{ij}, \theta = \frac{1}{3} \sin^{-1} \left[\frac{3\sqrt{3}}{2} \frac{J_3}{\sqrt{J_2^3}} \right], J_3 = \det \underline{\underline{s}} \quad (4.23)$$

$s_{ij} = \sigma_{ij} - (-p)\delta_{ij}$ sont les composantes du tenseur de contraintes déviatoriques. p est la contrainte moyenne², q est la contrainte déviatorique et θ est l'angle de Lode.

2. Dans tout ce travail, les contraintes de compression sont comptées positivement.

Le paramètre P_a est une constante de normalisation, homogène à une contrainte ; il est choisi égal à la pression atmosphérique dans ce travail. Le paramètre C_s représente le coefficient de cohésion du matériau. Le paramètre m définit la forme géométrique de la surface de rupture du matériau. Quand $m = 1$, la surface de rupture correspond au critère de Drucker-Prager.

La fonction $g(\theta)$ permet de prendre en compte la dépendance de la surface de charge vis-à-vis de l'angle de Lode dans le plan octaédrique des contraintes. Différentes formes ont été proposées pour les matériaux cimentaires à partir de données expérimentales, on citera par exemple celle de Willam et Warnke [150] proposée pour les bétons sous chargement multiaxial. En effet, une forme adaptée à un type de matériau peut être obtenue à partir des contraintes à la rupture dans le plan méridien (ou déviatorique) à la suite d'essais conduits avec différents angles de Lode. Malheureusement, pour ce travail, de telles données expérimentales ne sont pas disponibles. Aussi, dans notre modèle, nous retenons en première approche $g(\theta) = 1$.

En outre, nous avons démontré expérimentalement que le traitement thermique affecte la résistance mécanique du mortier, voir Chapitre 3. Par conséquent, nous supposons que la variable de dégradation thermique χ_T influe directement sur deux paramètres qui contrôlent la surface de rupture : la cohésion C_s et le coefficient de frottement m . L'identification de ces fonctions est présentée dans la section suivante.

Dans notre modèle, le comportement plastique est couplé à l'endommagement w , induit par le chargement mécanique, et à celui généré par le traitement thermique, décrit par χ_T . De ce fait, l'écouissage plastique isotrope est décrit par la fonction $\eta(\gamma, \omega, \chi_T)$ de l'écouissage plastique γ et des variables d'état ω et χ_T . η représente l'augmentation du coefficient de frottement tangent. Nous supposons que la déformation plastique ne conduit pas à un radoucissement du matériau et que le mécanisme plastique est gouverné par un écouissage positif tendant asymptotiquement vers la surface de rupture : la surface de charge plastique s'approche de la surface de rupture quand la fonction de d'écouissage atteint la valeur asymptotique. Le radoucissement post-pic du matériau est supposé être entièrement attribué à l'endommagement ω . Par conséquent, la loi d'écouissage plastique η est une fonction croissante de la variable d'écouissage plastique γ , mais une fonction décroissante de la variable d'endommagement ω . En se basant sur les données expérimentales des essais de compression triaxiale, la forme suivante est proposée :

$$\eta(\gamma, \omega, \chi_T) = (1 - a_1 \omega) \left[\eta_0 + (\eta_m(\chi_T) - \eta_0) \frac{\gamma}{b_1(\chi_T) + \gamma} \right] \quad (4.24)$$

Le paramètre η_0 définit le seuil initial d'écouissage plastique. Le terme $(1 - a_1 \omega)$ tient compte de l'effet de l'endommagement ω sur l'écouissage plastique, le paramètre a_1 permettant de pondérer cet effet : il est souvent pris égal à 1 en première approche. La variable d'écouissage γ est identifiée à la distorsion plastique généralisée, qui est définie comme un taux d'écouissage plastique par :

$$d\gamma = \sqrt{\frac{2}{3} de_{ij}^p de_{ij}^p} / \chi_p ; \chi_p = \left[\frac{\langle p - P_a \rangle + P_a}{P_a} \right]^{b_2} \quad (4.25)$$

La dépendance de l'écouissage plastique avec la pression de confinement est mise en place *via* le coefficient χ_p , introduit dans l'Eq. (4.25) ; le paramètre b_2 est généralement pris égal à (1/2) en première approche (fonction racine carrée comme $d\gamma$). En intégrant η par rapport à la variable γ , on obtient l'expression de l'énergie stockée par écouissage plastique :

$$\psi_p(\gamma, \omega, \chi_T) = (1 - a_1 \omega) \left[\eta_m \gamma - (\eta_m - \eta_0) b_1 \ln \frac{b_1 + \gamma}{b_1} \right] \quad (4.26)$$

Dans l'Eq (4.24), le paramètre b_1 contrôle la cinétique d'évolution de l'écroissage plastique, et η_m décrit la valeur asymptotique de l'écroissage plastique à l'état de rupture : il correspond à $\gamma \gg 1$ et $\omega = 0$, c'est-à-dire que l'on suppose qu'à l'instant où l'état de rupture est atteint, l'écroissage plastique (représenté par γ) est très grand, mais l'endommagement (représenté par ω) n'a pas encore eu le temps de progresser significativement. Nous devons prendre en compte ici que le mortier devient plus ductile après traitement thermique, voir Chapitre 3 et [21] : nos données expérimentales montrent clairement que la valeur asymptotique de l'écroissage plastique et le taux d'écroissage plastique sont affectés par le traitement thermique. En conséquence, les deux paramètres b_1 et η_m sont des fonctions de la variable χ_T , voir section suivante pour l'identification de ces fonctions.

Afin de compléter la modélisation plastique, un potentiel plastique Q doit également être défini. Pour les matériaux cimentaires et la plupart des géo-matériaux, une loi d'écoulement plastique non associée est souvent nécessaire, afin, notamment, de pouvoir décrire la transition contractance - dilatance plastique [149, 156] : à une pression de confinement donnée, le taux de déformation volumique plastique $\dot{\epsilon}_v^P$ présente une transition de la contraction vers la dilatation quand la contrainte déviatorique augmente, voir Chapitre 3. Cette transition est généralement attribuée à la création et à la croissance de microfissures, voir Chapitre 1. Mais le taux de dilatation plastique diminue avec l'augmentation du confinement. Dans la Fig. 4.1(a), une illustration du seuil initial d'écroissage plastique, de la surface de rupture, de la surface du potentiel plastique, et de la transition contractance - dilatance est présentée dans le plan $p - q$. Pour un essai triaxial à faible confinement, la dilatation plastique peut se produire avant l'écroissage plastique (ou *yield surface* en anglais). Pour une pression de confinement plus élevée, la transition entre contraction et dilatation volumique se produit au-delà du domaine élastique linéaire initial (i.e. au-delà de l'écroissage plastique), mais avant la rupture. Si la pression de confinement est assez élevée (supérieure à 100 MPa), il n'y aura pas de dilatation plastique et le matériau sera toujours dans la zone de contraction (on a parlé de compaction, ou consolidation, dans le Chapitre 1).

En se basant sur ces analyses et en s'inspirant du modèle plastique proposé par Pietruszczak et al. [117] pour des bétons ordinaires, nous proposons le potentiel plastique Q suivant :

$$Q = q + \mu_c(1 - a_2\omega)g(\theta)(p + P_a C_s) \ln \left(\frac{p + P_a C_s}{\bar{p}} \right) = 0 \quad (4.27)$$

Le coefficient \bar{p} correspond au point d'intersection entre la surface du potentiel plastique et l'axe $(p + P_a C_s) > 0$. a_2 pondère l'effet de l'endommagement ω , on le prend généralement égal à 1 en première approche. Le terme $\mu_c(1 - a_2\omega)$ représente le rapport $\frac{q}{g(\theta)(p + P_a C_s)}$ au point pour lequel $\frac{\partial Q}{\partial p} = 0$, c'est-à-dire le point de transition contractance - dilatance. Si on considère que la frontière entre les zones de contractance et dilatance est une droite linéaire, le terme $\mu_c(1 - a_2\omega)$ est la pente de cette frontière linéaire.

Caractérisation de l'endommagement. L'évolution d'endommagement est déterminée par le critère d'endommagement. Selon l'Eq. (4.13), la force thermodynamique Y_d associée à la variable d'endommagement ω peut être décomposée en deux parties : $Y_d = Y_d^e + Y_d^p$, qui représentent respectivement le taux de restitution d'énergie de déformation élastique et le taux d'énergie plastique bloquée.

Dans le cas des matériaux cimentaires soumis à des contraintes en compression, les microfissures sont, généralement (par exemple si le confinement est suffisamment élevé), à l'état fermé. L'évolution de l'endommagement est alors essentiellement dû au glissement tangentiel le long des

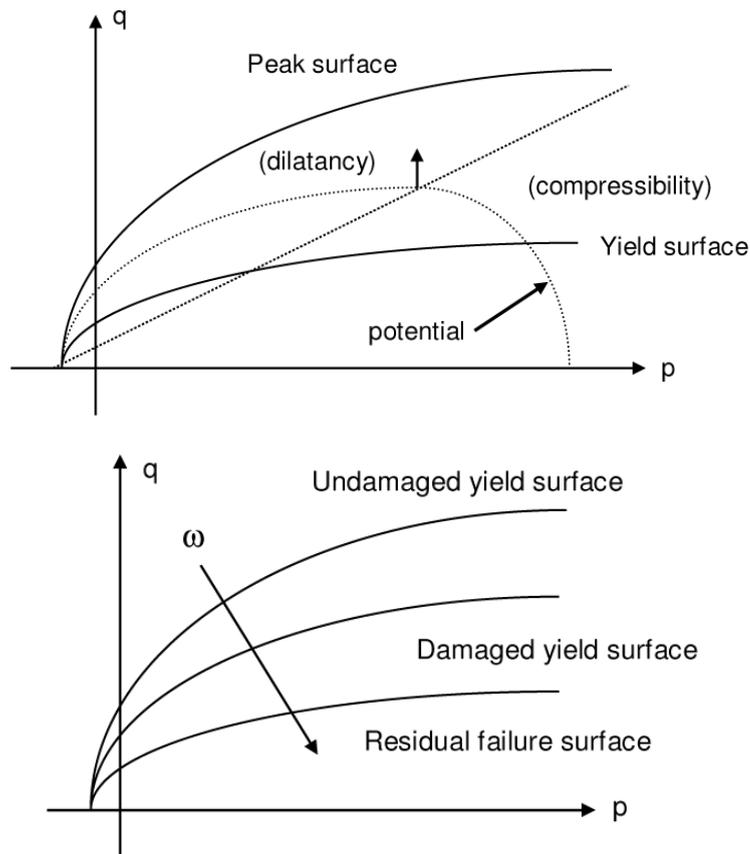


FIGURE 4.1 – (a) : Illustration du seuil initial d'érouissage plastique (*Yield surface*), de la surface de rupture (ou *Peak surface*), de la surface du potentiel plastique (notée *potential*), et de la transition contractance-dilatance (représentée par une droite en pointillés); (b) : Evolution des seuils de plasticité avant et après endommagement (*undamaged* et *damaged yield surface*) et de la surface de rupture (*residual failure surface*), suite à l'endommagement w induit par le chargement mécanique. La flèche indique le sens de l'endommagement croissant.

surfaces (ou des lèvres) des microfissures. A l'échelle macroscopique, ceci se traduit par un couplage entre l'endommagement ω et la déformation plastique de cisaillement γ . Par conséquent, en première approche, on suppose que l'évolution de l'endommagement est entièrement contrôlée par ce glissement plastique, et le critère d'endommagement ne dépend que de la partie plastique de la force thermodynamique d'endommagement Y_d^p :

$$Y_d^p(\gamma, \chi_T) = -\frac{\partial \Psi_p}{\partial \omega} = a_1 \left[\eta_m \gamma - (\eta_m - \eta_0) b_1 \ln \frac{b_1 + \gamma}{b_1} \right] \quad (4.28)$$

La condition de positivité de la dissipation intrinsèque n'est pas affectée par cette simplification, de sorte que nous avons $\underline{\sigma} : \underline{\dot{\epsilon}}^p + Y_d^p \dot{\omega} - \eta \dot{\gamma} \geq 0$. Le critère d'endommagement est une fonction à valeur scalaire de Y_d^p . Inspirée par différents critères d'endommagement pour le béton, par exemple celui proposé par Mazars [95], la fonction suivante est proposée :

$$f_d(Y_d^p, \omega, \chi_T) = \omega_c \left[\tanh(B_d(\chi_T)(Y_d^p - Y_0)) + \tanh(B_d(\chi_T)Y_0) \right] - \omega \leq 0 \quad (4.29)$$

B_d est un paramètre du modèle, qui contrôle la cinétique d'évolution de l'endommagement. Y_0 représente le seuil d'endommagement initial, il est généralement considéré comme nul. Nos données expérimentales, voir Chapitre 3, montrent que le taux d'évolution de l'endommagement diminue avec le traitement thermique, alors que la ductilité augmente. Par conséquent, le paramètre B_d dépend de la variable χ_T qui décrit le niveau de traitement thermique. ω_c est la valeur d'endommagement critique qui définit la contrainte résiduelle du matériau endommagé. L'identification de $B_d(\chi_T)$ et ω_c est présentée à la section suivante.

4.1.2 Procédure d'identification du modèle

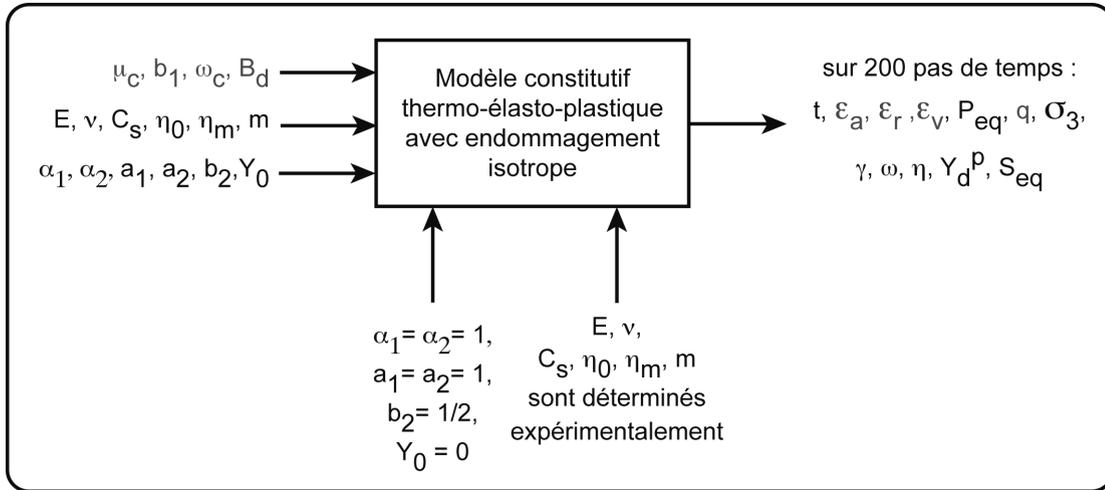


FIGURE 4.2 – Principe de fonctionnement du modèle constitutif thermo-élasto-plastique avec endommagement isotrope, à traitement thermique χ_T donné. L'ensemble des 16 paramètres du modèle est donné en entrée, et les grandeurs évaluées par le modèle sur 200 pas de temps t sont en sortie. b_1, B_d, η_m et m sont optimisés directement par leur bonne interpolation des courbes expérimentales (ϵ_a, q) ou (ϵ_v, q) .

Dans cette section, la procédure générale d'identification des 16 paramètres du modèle est présentée, voir Fig. 4.2. Ces paramètres ont été déterminés à partir des essais de compression

uniaxiale et triaxiale (avec une pression de confinement à 10MPa) sur des échantillons de mortier traités thermiquement à différentes températures. Ils caractérisent respectivement la déformation élastique (E, ν), la déformation plastique ($C_s, \eta_0, \eta_m, m, \mu_c, b_1$) et l'évolution de l'endommagement (ω_c, B_d). Les paramètres $\alpha_1, \alpha_2, a_1, a_2, b_2$ et Y_0 sont fixés à des valeurs constantes pour simplifier les simulations : $\alpha_1 = \alpha_2 = 1, a_1 = a_2 = 1, b_2 = (1/2)$ et $Y_0 = 0$. La signification physique de chaque paramètre est donnée dans la section précédente.

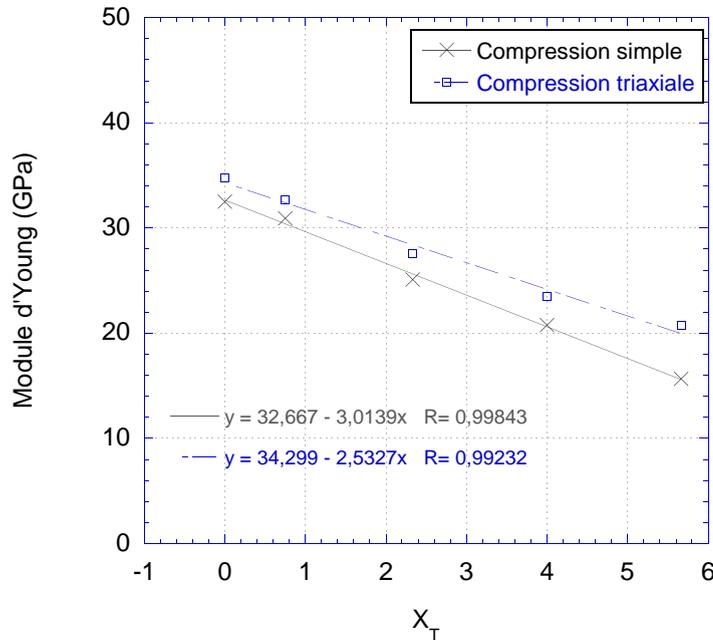


FIGURE 4.3 – Evolution du Module d'Young E en fonction du traitement thermique.

A χ_T donné, E et ν sont identifiés directement à partir des données de chaque essai de compression uniaxiale, par interpolation linéaire (au sens des moindres carrés) des parties initiales des courbes déformation axiale/contrainte nominale déviatorique (ϵ_a, q) ou déformation radiale/contrainte nominale déviatorique (ϵ_r, q). On conserve ensuite la moyenne de E et ν à chaque valeur de χ_T . E a également été identifié à partir des essais en compression triaxiale ($P_c = 10$ MPa), voir Fig. 4.3 et Tab. 4.1 : il dépend, comme beaucoup de géomatériaux, de la contrainte hydrostatique. En première approche, cette dépendance est négligée, en considérant que la variation de la pression de confinement induit des variations limitées du module d'Young. Par ailleurs, des simulations préliminaires ont montré que la variation du coefficient de Poisson ν autour de sa valeur moyenne de 0.137 ± 0.02 (voir Chapitre précédent), n'influence pas la prédiction du modèle de manière significative. Ainsi, en première approche, dans le modèle, nous prenons $\nu_0 = 0.15$ quel que soit χ_T et quelle que soit la contrainte hydrostatique. Finalement, la variation de E en fonction de χ_T est déterminée en utilisant une méthode classique des moindres carrés, voir Fig. 4.3. Cela donne les relations suivantes :

$$\overline{E}_0(\chi_T)(GPa) = 32.7 - 3.0\chi_T; \overline{G}_0(\chi_T) = \frac{\overline{E}_0(\chi_T)}{2(1 + \nu_0)}; \overline{K}_0(\chi_T) = \frac{\overline{E}_0(\chi_T)}{3(1 - 2\nu_0)} \quad (4.30)$$

Les paramètres (C_s, η_m, m) définissent la surface de rupture du matériau, prise comme limite de la surface de charge plastique lorsque l'écroutissage plastique représenté par γ devient très

grand, et alors que l'endommagement ω est considéré comme négligeable, voir section précédente. Sachant que $P_a = P_{atm}$, son expression simplifiée est :

$$f_p = q - \eta_m P_a \left[C_s + \frac{p}{P_a} \right]^m = 0$$

Dans le plan $(p - q)$, la surface (ou plutôt courbe) de rupture non linéaire doit être identifiée à partir d'un minimum de 3 points. Or, nous ne disposons que de deux points pour chaque température : $P_c = 0$ ou 10 MPa. Afin de pouvoir déterminer la surface de rupture, nous avons arbitrairement choisi que la résistance en traction simple f_t était égale à $1/15 \approx 0.066$ de la résistance en compression simple. Ceci est une valeur couramment observée pour les mortiers : par exemple, le ratio moyen entre f_t et R_c dans [149] est de 0.063 ± 0.01 . Ainsi, en ajoutant le point représentant la rupture en traction simple, les valeurs de C_s , η_m et m ont pu être déterminées en résolvant un système de trois équations à trois inconnues (logiciel Matlab) pour chaque valeur de χ_T , voir la Fig. 4.4 et le Tableau 4.1. Le paramètre η_0 définissant le seuil initial d'écroissage plastique est obtenu pour $\gamma = 0$ (et $\omega = 0$) dans l'Eq. 4.24. Il a été choisi égal à $0.3 \eta_m$ à partir des données expérimentales en compression uniaxiale considérées dans le plan (ϵ_a, q) , de sorte que le ratio entre le seuil initial η_0 et celui à rupture η_m est de 0,3.

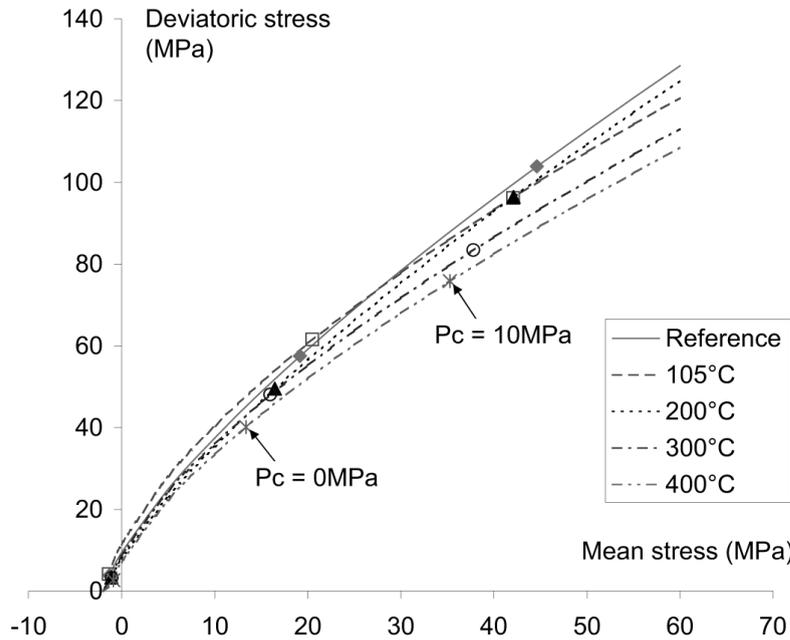


FIGURE 4.4 – Evolution de la surface de rupture (pointillés) dans le plan (p, q) en fonction de la température de traitement thermique. Les données expérimentales (points), utilisées pour l'identification du modèle, correspondent aux essais de compression uniaxiale et triaxiale (à $P_c = 10$ MPa).

Finalement, l'évolution des paramètres caractéristiques C_s , m et η_m avec χ_T est déterminée en utilisant la méthode classique des moindres carrés, voir la Fig. 4.5, ce qui donne les relations suivantes :

$$C_s(\chi_T) = 18.33 - 1.13\chi_T; \quad m(\chi_T) = 0.755 \times \exp(-0.0167\chi_T); \quad \eta_m(\chi_T) = 11.018 \times \exp(0.051\chi_T) \quad (4.31)$$

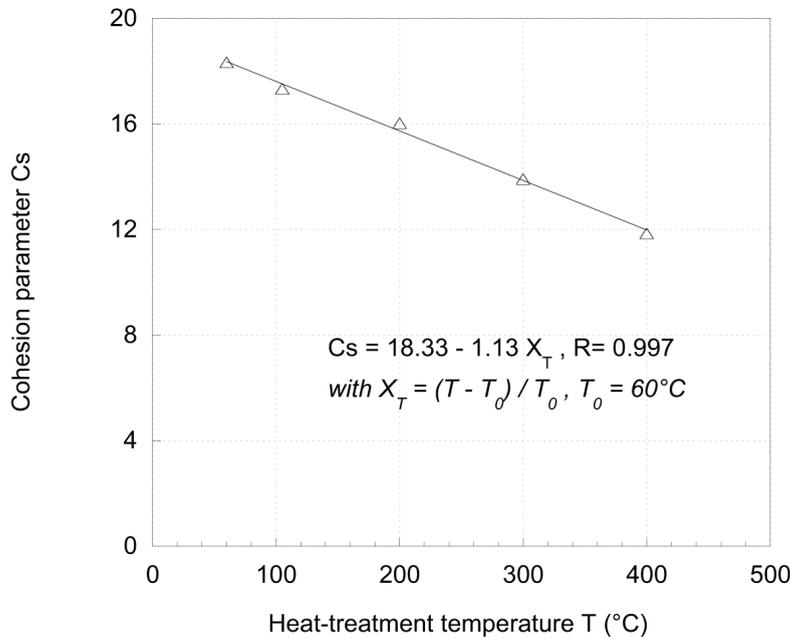


FIGURE 4.5 – Effet du traitement thermique sur le paramètre de cohésion C_s . Ce graphique montre l'excellente linéarité du paramètre caractéristique C_s en fonction de la variable thermique χ_T .

Les quatre paramètres (μ_c , b_1 , ω_c , B_d) sont optimisés l'un après l'autre de façon à se rapprocher au mieux des courbes expérimentales en compression uniaxiale (ϵ_a, q), (ou (ϵ_v, q)) à traitement thermique χ_T donné. Du fait que les données expérimentales sont très similaires, un seul essai a été utilisé par χ_T . (μ_c , b_1 , B_d) étant supposés uniquement fonctions de χ_T , seul ω_c est identifié en compression uniaxiale et en compression triaxiale ($P_c = 10$ MPa).

Tout d'abord, le paramètre b_1 contrôle la cinétique d'écroutissage plastique. La simulation montre, voir Fig. 4.6a, que l'écroutissage augmente quand b_1 diminue, de telle façon que la contrainte R_c au pic est atteinte plus rapidement, i.e. le matériau est plus fragile (mais plus résistant). En effet, b_1 joue principalement sur R_c et sur le niveau de déformation axiale nécessaire pour l'atteindre, i.e. sur la ductilité du mortier. Ainsi on note une augmentation logique de b_1 avec χ_T , car le matériau devient plus ductile après traitement thermique. Comme b_1 est supposé indépendant de la contrainte hydrostatique, on l'identifie en fonction de χ_T seulement, et une interpolation au sens des moindres carrés (coefficient de Pearson $R^2 = 0.93$) donne la relation :

$$b_1(\chi_T) = 4 \times 10^{-5} + 8 \times 10^{-6} \chi_T \quad (4.32)$$

Pour sa part, le paramètre B_d contrôle la cinétique d'endommagement, voir Fig. 4.6b : la simulation montre que plus B_d augmente, plus l'endommagement progresse rapidement. A ce titre, B_d influe très légèrement sur R_c , mais pas du tout sur la résistance résiduelle. Son influence se manifeste principalement en phase post-pic. L'interpolation au sens des moindres carrés ($R^2 = 0.76$) montre que B_d diminue avec le traitement thermique de la façon suivante :

$$B_d(\chi_T) = -1.06 \chi_T + 11.0 \quad (4.33)$$

Le paramètre μ_c intervient dans l'écriture du potentiel plastique Q , voir Eq. 4.27, où il définit

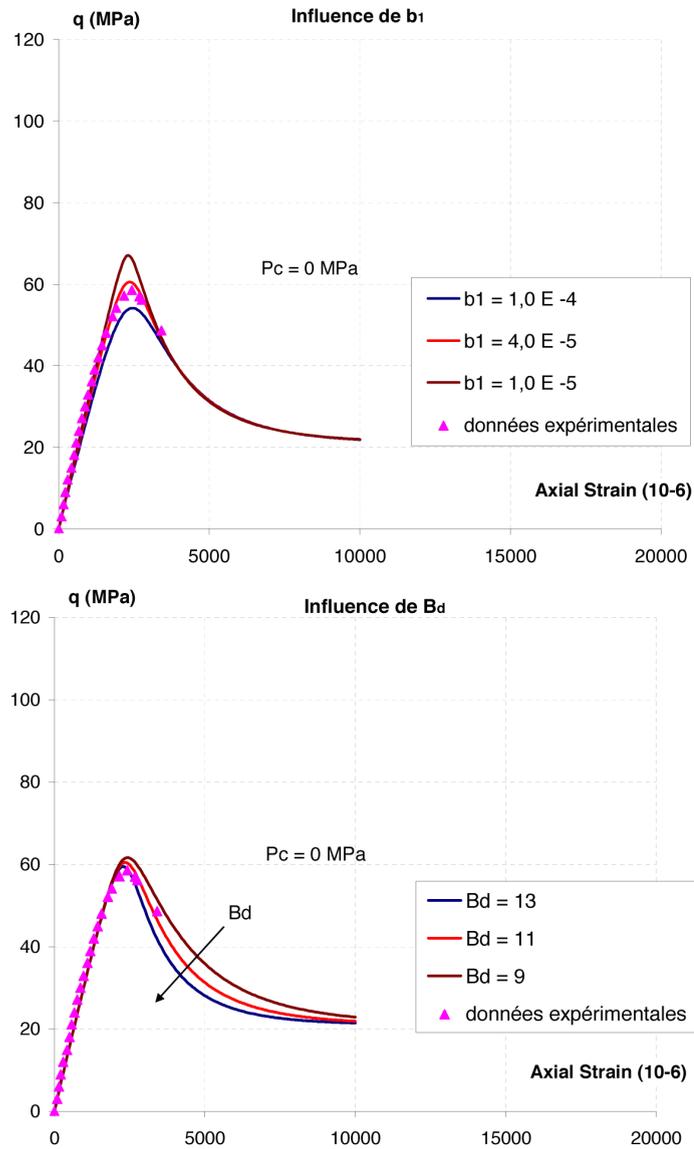


FIGURE 4.6 – Influence d’une variation des paramètres b_1 et B_d du modèle sur la courbe (ϵ_a, q) du mortier de référence soumis à un essai de compression uniaxiale ($P_c=0$).

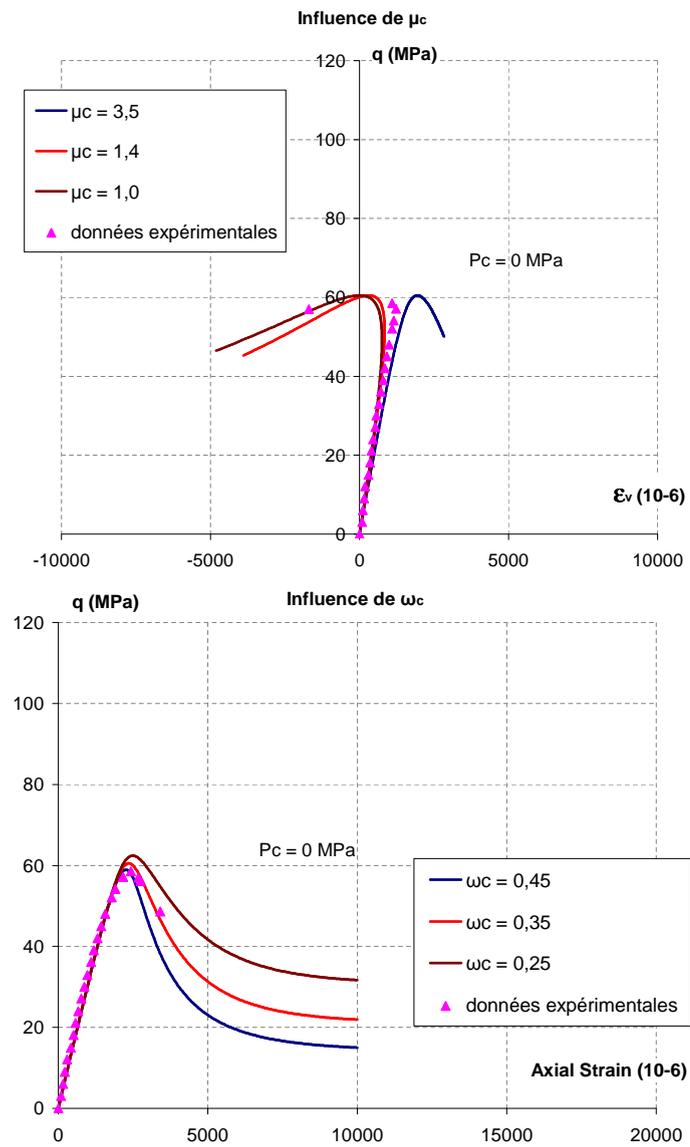


FIGURE 4.7 – Influence d’une variation des paramètres μ_c et ω_c du modèle sur la courbe (ϵ_v, q) (respectivement (ϵ_a, q)) du mortier de référence soumis à un essai de compression uniaxiale ($P_c=0$).

la frontière entre la zone de contractance et celle de dilatance. En approchant au mieux, par la simulation, le point de transition contractance/dilatance sur la courbe de déformation volumique (ϵ_v, q) , on obtient la valeur de μ_c , voir Fig. 4.7a. Plus μ_c est grand, plus la transition apparaît tardivement, voire elle n'apparaît pas du tout (dès $\mu_c \geq 3,5$). Ce paramètre n'est pas influencé significativement par le traitement thermique, aussi nous avons retenu la même valeur $\mu_c = 1,4$ quel que soit χ_T .

Le paramètre ω_c correspond à un endommagement critique, associé à la résistance résiduelle du matériau en phase post-pic, voir Fig. 4.7b. La simulation montre que plus ω_c est grand, plus l'endommagement se développe rapidement, et plus la résistance R_c au pic et la résistance résiduelle diminuent. Dans notre étude, ω_c est considéré comme indépendant du traitement thermique : il ne dépend que de la contrainte hydrostatique. Ainsi, pour le mortier étudié, ω_c vaut 0,35 en compression uniaxiale ($P_c = 0$) et 0,05 en compression triaxiale à $P_c = 10$ MPa. Cela signifie que la résistance résiduelle augmente avec la pression de confinement, ce qui est cohérent avec les données expérimentales et la littérature, voir Chapitres 1 et 3. Comme nous ne disposons que de deux valeurs de confinement (0 et 10 MPa), nous avons évalué ω_c comme la moyenne des valeurs à $P_c = 0$ et $P_c = 10$ MPa lors de la simulation des essais à confinement $P_c = 5$ MPa, de sorte que la relation entre ω_c et P_c (exprimé en MPa) s'écrit (faute de davantage de données expérimentales) :

$$\omega_c(P_c) = 0,03 P_c(\text{MPa}) + 0,05$$

Au final, les valeurs de l'ensemble des paramètres du modèle sont données, en fonction de χ_T , dans le Tableau 4.1.

T_{max}	E (GPa) à $P_c=0$ MPa	E (GPa) à $P_c=10$ MPa	Cs	B_d	b_1	η_m	m
Référence	32.5	34.8	18.332	11	4.0 e -5	11.60	0.745
105°C	30.9	32.6	17.330	6	5.0 e -5	18.80	0.660
200°C	25.1	27.5	16.020	10	6.0 e -5	10.60	0.756
300°C	20.7	23.5	13.905	5	6.5 e -5	15.50	0.680
400°C	15.6	20.7	11.846	6	9.0 e -5	14.20	0.693

TABLE 4.1 – Résultats d'essais (en compression simple et triaxiale avec $P_c = 10$ MPa) sur lesquels ont été identifiés les paramètres du modèle et valeurs des paramètres obtenus.

4.1.3 Simulations et validation du modèle

Le but est ici d'évaluer les capacités prédictives du modèle proposé, et en particulier son aptitude à reproduire le comportement mécanique du mortier traité sous différents trajets de chargement.

Dans un premier temps, nous simulons les essais utilisés pour l'identification des paramètres du modèle, afin de vérifier la cohérence des valeurs obtenues et la capacité du modèle à reproduire les réponses observées. Dans un deuxième temps, des essais non utilisés lors de la procédure d'identification sont simulés pour tester la capacité prédictive du modèle.

Vérification de la procédure d'identification

Cette partie utilise les seuls essais employés pour identifier les paramètres du modèle : il s'agit des essais de compression uniaxiale ($P_c = 0$ MPa) et triaxiale à $P_c = 10$ MPa. La comparaison

se fait exclusivement en terme de courbes contrainte nominale déviatorique-déformations axiale et transversale, voir les Figs. 4.8, 4.9(a), 4.9(b), 4.10(a) et 4.10(b).

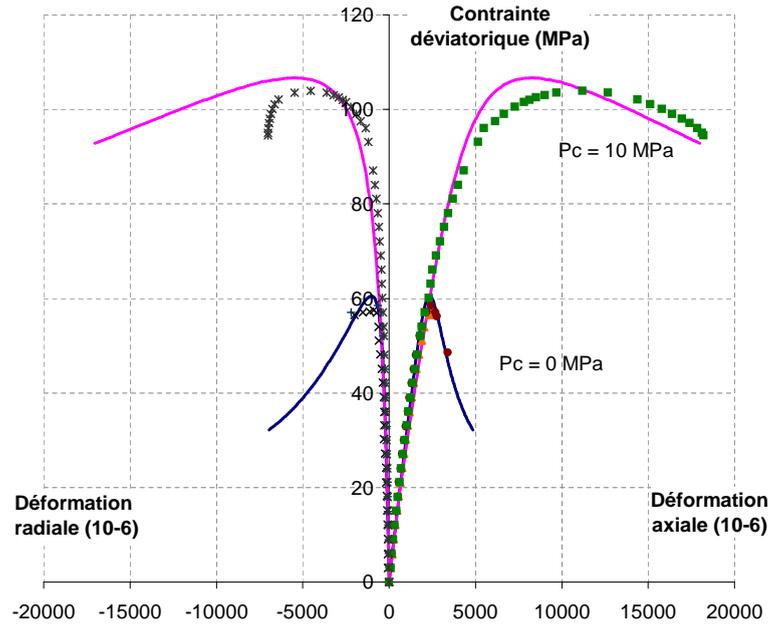


FIGURE 4.8 – Comparaison entre données expérimentales (points) et simulation (lignes continues) pour le mortier de référence. Essai de compression triaxiale avec une pression de confinement de 10MPa.

Comme attendu, on note une bonne concordance entre l'interpolation réalisée par le modèle et les données expérimentales. Le modèle est donc en mesure de reproduire les principaux aspects du comportement mécanique d'un mortier traité thermiquement et endommagé, à savoir :

- la dégradation des propriétés élastiques ;
- les déformations plastiques ;
- la transition contractance - dilatance ;
- l'influence de la pression de confinement ;
- l'influence du traitement thermique.

En particulier, le Tableau 4.2 présente une bonne reproduction par le modèle de la résistance mécanique R_c en fonction de T_{max} , pour les deux types d'essais.

Validation du modèle

Elle se fait sur des essais différents de ceux utilisés pour identifier les paramètres du modèle : il s'agit d'essais de compression triaxiale à confinement $P_c = 5$ MPa, et des essais d'extension latérale, voir Chapitres 2 et 3.

Pour les essais de compression triaxiale à $P_c = 5$ MPa sur mortier de référence ou traité à 200°C, les résultats sont présentés en terme de courbe contrainte nominale déviatorique-déformations axiale et transversale sur les Figs. 4.11(a) et 4.11(b). On note une très bonne concordance qualitative et quantitative.

Lors de l'essai d'extension latérale sur mortier traité à 400°C, les deux échantillons testés sont soumis tout d'abord à une contrainte hydrostatique $p = 40$ MPa (phase OA dans le plan (p,q)),

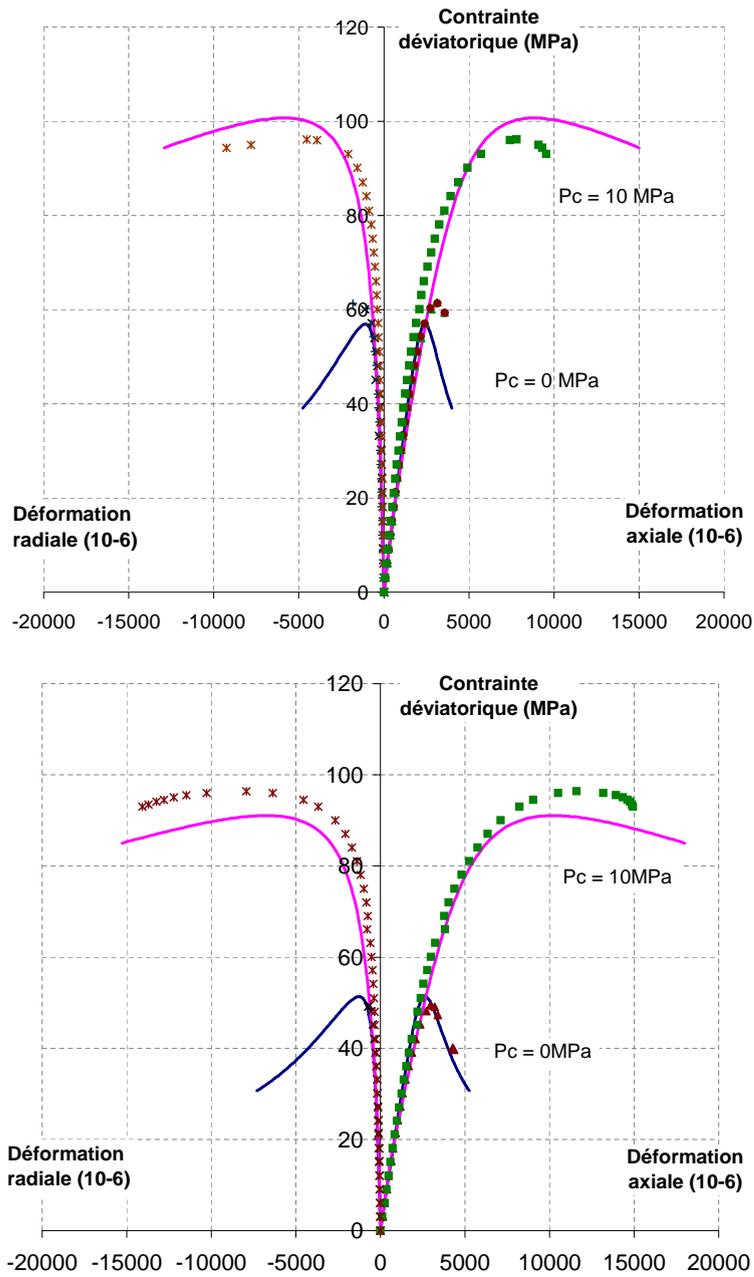


FIGURE 4.9 – Comparaison entre données expérimentales (points) et simulation (lignes continues) pour le mortier traité à (a) : 105°C et (b) : 200°C . Essai de compression triaxiale avec une pression de confinement de 10MPa.

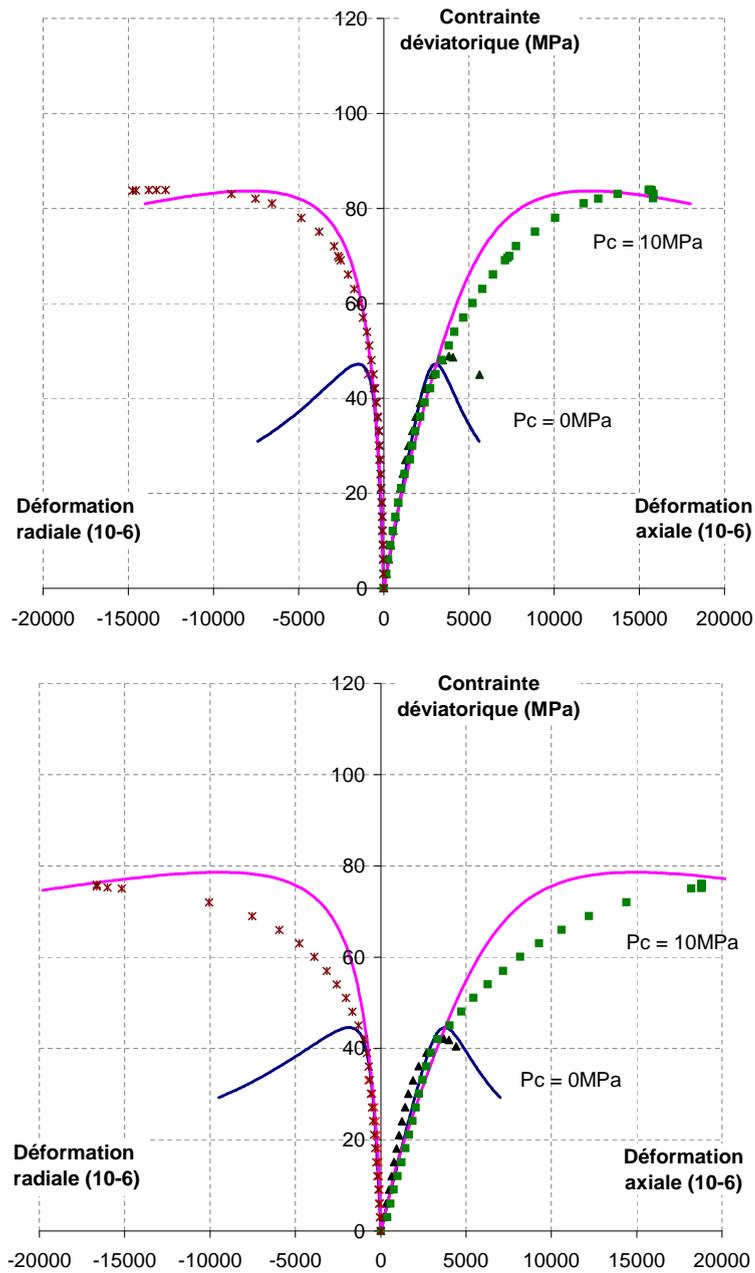


FIGURE 4.10 – Comparaison entre données expérimentales (points) et simulation (lignes continues) pour le mortier traité à (a) : 300°C et (b) : 400°C. Essai de compression triaxiale avec une pression de confinement de 10MPa.

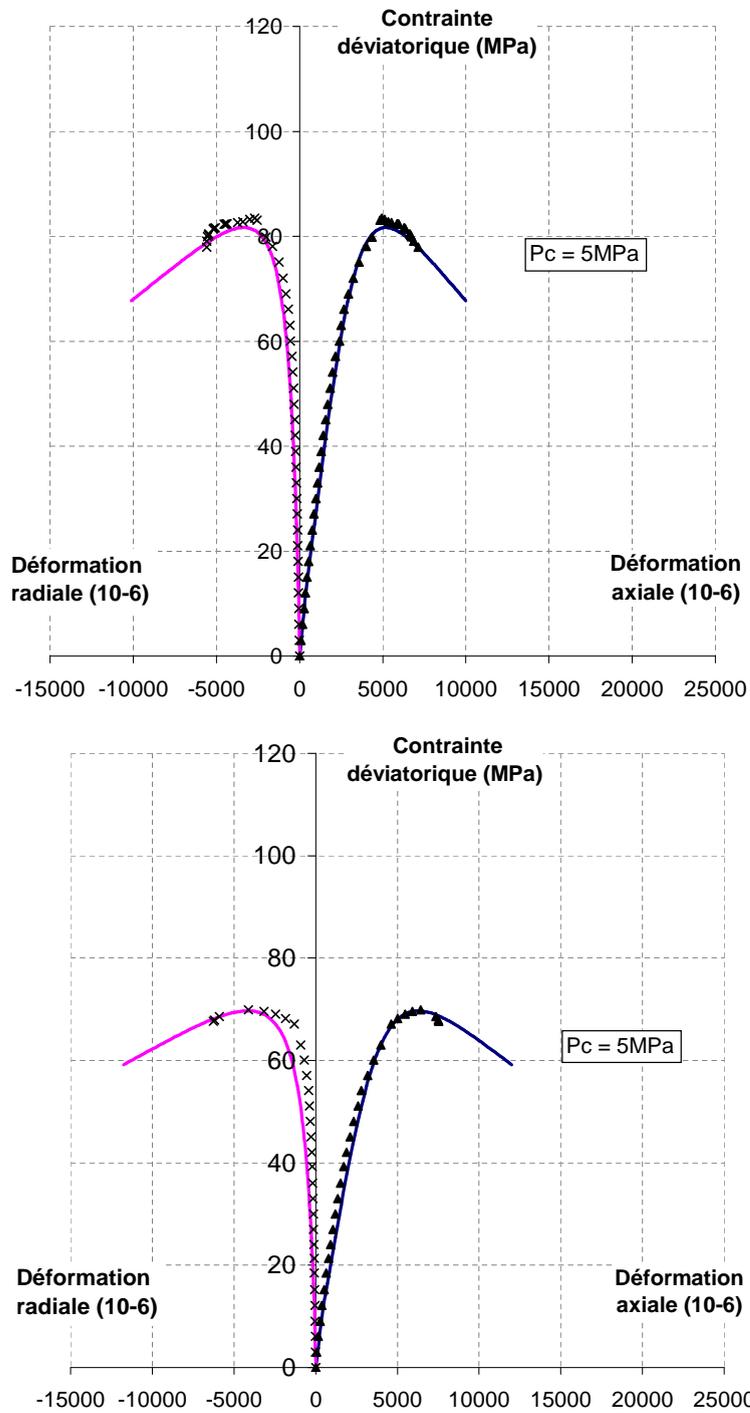


FIGURE 4.11 – Essais de compression triaxiale à pression de confinement $P_c = 5\text{MPa}$: comparaison entre données expérimentales (points) et simulation (lignes continues) pour un mortier traité à (a) : 60°C , et (b) : 200°C . Ces données expérimentales n'ont pas été utilisés pour identifier le modèle.

Température de traitement T_{max}	Compression simple		Compression triaxiale ($P_c = 10$ MPa)	
	Donnée expérimentale R_c (MPa)	Résultat du modèle R_c (MPa)	Donnée expérimentale R_c' (MPa)	Résultat du modèle R_c' (MPa)
Référence (60°C)	$58,0 \pm 0,5$	58,7	$102,2 \pm 1,6$	103,4
105°C	$61,5 \pm 0,2$	61,4	$98,2 \pm 2,0$	96,4
200°C	$49,4 \pm 0,5$	50,4	$94,9 \pm 1,5$	96,0
300°C	$47,9 \pm 1,0$	48,3	$82,7 \pm 0,7$	83,0
400°C	$40,1 \pm 2,0$	42,7	$73,5 \pm 2,3$	75,5

TABLE 4.2 – Résistances mécaniques R_c en fonction de la température de traitement thermique T_{max} - Comparaison entre les données expérimentales et les résultats du modèle.

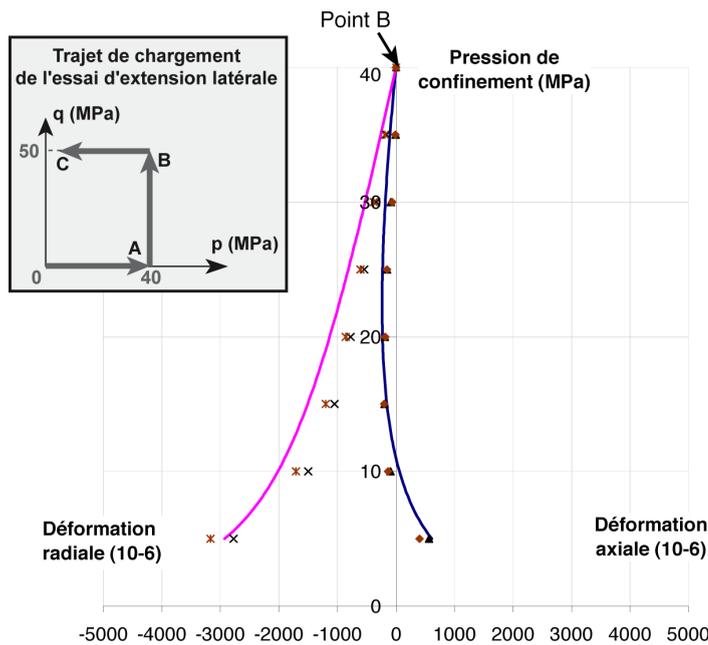


FIGURE 4.12 – Comparaison entre les données expérimentales (points correspondant à deux essais) et la simulation (lignes continues) d'un essai d'extension latérale avec une pression de confinement initiale de 40 MPa, pour un mortier traité à 400°C . Le schéma inséré décrit le trajet de chargement dans le plan $(p-q)$, tandis que les prédictions et les données expérimentales des déformations axiale et latérale sont tracées à partir du point B.

puis, à p constante, à une contrainte déviatorique q croissante jusqu'à 50 MPa (phase AB dans le plan (p,q)), et enfin, la contrainte hydrostatique p est réduite de 5 MPa en 5 MPa jusqu'à 5 MPa alors que la contrainte déviatorique q est maintenue constante (phase BC dans le plan (p,q)), voir l'intégralité du trajet de chargement sur la Fig. 4.12. L'évolution des déformations axiale et latérale est représentée à partir du point B du trajet de chargement, qu'il s'agisse des prédictions du modèle ou des données expérimentales, voir la Fig. 4.12. On note que les prédictions du modèle présentent un accord remarquable avec les données expérimentales.

D'une manière plus précise, le développement de la plasticité est très bien décrit par le modèle. Mais on observe un certain écart pour la prédiction de la première phase de comportement élastique linéaire. Ceci peut être dû en partie à la simplification faite sur le module d'élasticité E et sur le coefficient de Poisson ν . En effet, dans le modèle, les paramètres élastiques E et ν sont supposés indépendants de la pression de confinement. Mais, en réalité, et en particulier dans l'essai d'extension latérale où la pression de confinement varie, E et ν sont fonction de P_c , voir Chapitre 3.

Prédiction du comportement mécanique en compression triaxiale avec déviateur et après traitement thermique. Maintenant qu'il est validé, l'intérêt du modèle est qu'il est en mesure de prédire un comportement en compression triaxiale avec déviateur et après traitement thermique, sans avoir besoin de recourir à une campagne expérimentale dans les mêmes conditions. Le modèle donne la réponse sur 200 pas de temps t des grandeurs ϵ_a , ϵ_r , ϵ_v (déformations axiale, radiale et volumique), P_{eq} (contrainte hydrostatique équivalente), q (contrainte déviatorique), σ_3 , γ (écrouissage plastique), ω (endommagement), η (loi d'évolution de l'écrouissage plastique isotrope), Y_d^p (partie plastique de la force thermodynamique d'endommagement) et S_{eq} (degré de saturation, ici égal à zéro).

Par exemple, on peut soumettre le mortier, traité thermiquement à χ_T (ou $(T_{max} - T_0)$), au chargement mécanique en compression avec déviateur suivant. On commence par une contrainte hydrostatique $P_c = 5$ MPa, puis on applique une contrainte déviatorique $\sigma_a = 50$ MPa. Ensuite, on suppose que l'ordre d'application du traitement thermique ou du chargement mécanique étant indifférent, on fait varier le traitement thermique de la température de référence de 60°C ($\chi_T = 0$) jusqu'à 500°C ($\chi_T \approx 7,3$) sous l'état de contrainte imposé ($P_c = 5$ MPa, $\sigma_a = 50$ MPa). La déformation axiale, évaluée entre l'état $\chi_T = 0$ et χ_T courant, est engendrée par le traitement thermique seul et elle augmente (très logiquement) avec χ_T (ou $(T_{max} - T_0)$), voir Fig. 4.13.

4.1.4 Evolution et représentation de la perméabilité au gaz

Sur le mortier traité thermiquement, les données expérimentales ont montré que la perméabilité au gaz peut varier significativement avec la dilatation volumique, voir Chapitre 3. Ceci est interprété comme la conséquence d'une évolution de la micro-fissuration, et donc de la déformation plastique permanente.

Dans l'étude de Y. Jia [78], pour l'argilite de Bure (Meuse/Haute Marne), une relation linéaire est proposée pour décrire la variation de la perméabilité en fonction de l'évolution de l'écrouissage plastique : $K = K_0(1 + R_k \frac{(\alpha_p - \beta_p)}{\alpha_p^f - \beta_p})$. Le paramètre R_k pondère l'évolution de la perméabilité. $\langle \cdot \rangle$ note la fonction partie positive. $\alpha_p \in [\alpha_p^0, \alpha_p^f]$ est la fonction d'écrouissage plastique, elle s'exprime en fonction de l'énergie bloquée par écoulement plastique : $\alpha_p = \frac{\partial \Psi_p}{\partial \gamma}$; quand $\alpha_p > \beta_p$, la dilatance volumique se produit et la perméabilité augmente.

Pour le béton, Fauchet [53] a proposé une relation liant les variations de perméabilité aux déformations plastiques volumiques dilatantes, tout en tenant compte de la perméabilité initiale

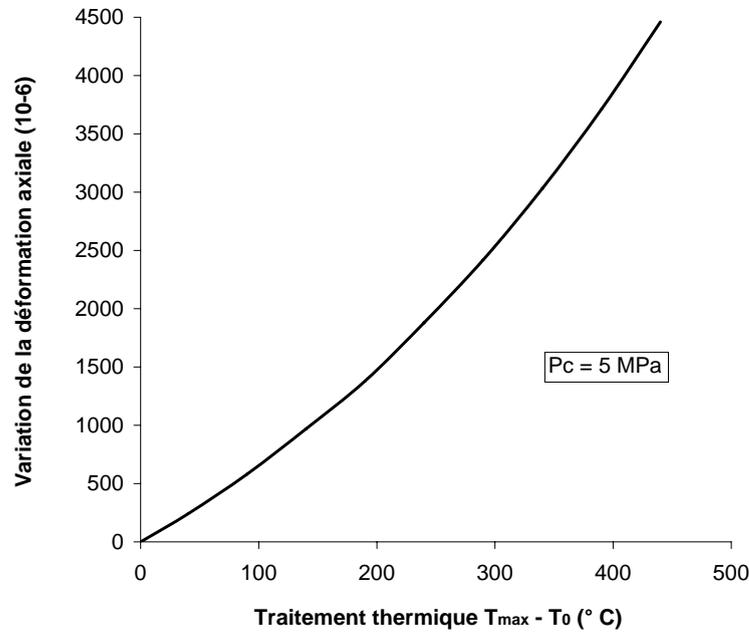


FIGURE 4.13 – Prédiction numérique de la déformation axiale induite par la variation de température de état de référence (60°C) et, simultanément, à la compression triaxiale ($P_c=5\text{MPa}$ et $q=50\text{MPa}$)

du matériau sain. La perméabilité évolue avec le cube de la déformation volumique plastique positive (dilatance) cumulée $\langle \epsilon_v^p \rangle$: $K = K_0[1 + A_k \langle \epsilon_v^p \rangle^3]$. K_0 est la perméabilité intrinsèque initiale du matériau, et A_k un paramètre contrôlant l'amplitude de l'évolution. Notre étude expérimentale a montré qu'effectivement, la perméabilité évolue significativement au-delà de la transition contractance/dilatance de la déformation volumique.

A la suite de ces travaux, et en accord avec notre étude expérimentale, une loi phénoménologique est proposée pour le mortier normalisé, comme suit :

$$K = K_0 A(\chi_T) \exp(B(\chi_T) \epsilon_v^+) \quad (4.34)$$

où K_0 est la perméabilité initiale du mortier avant le chargement, A et B sont des fonctions du traitement thermique décrit par χ_T . ϵ_v^+ est la déformation volumique plastique dilatante, calculée par : $\epsilon_v^+ = \epsilon_v^{\text{linéaire}} - \epsilon_v$. La Fig. 4.14(a) montre un bon accord entre les résultats expérimentaux de perméabilité au gaz (avec $P_c = 5$ ou 10 MPa) et la loi phénoménologique retenue. L'évolution de A et B avec la variable d'endommagement thermique χ_T est présentée à la Fig. 4.14(b). Les résultats sont bien reproduits malgré le changement de pression de confinement, ce qui justifie *a posteriori* que la loi proposée ne dépend pas de la contrainte hydrostatique appliquée, pour $P_c \leq 10$ MPa. Par ailleurs, on note que A et B tendent vers une constante au-delà de $T_{max} = 200^{\circ}\text{C}$: l'évolution de la perméabilité devient sensiblement identique au-delà de cette valeur de la température de traitement thermique, voir Fig. 4.14(a).

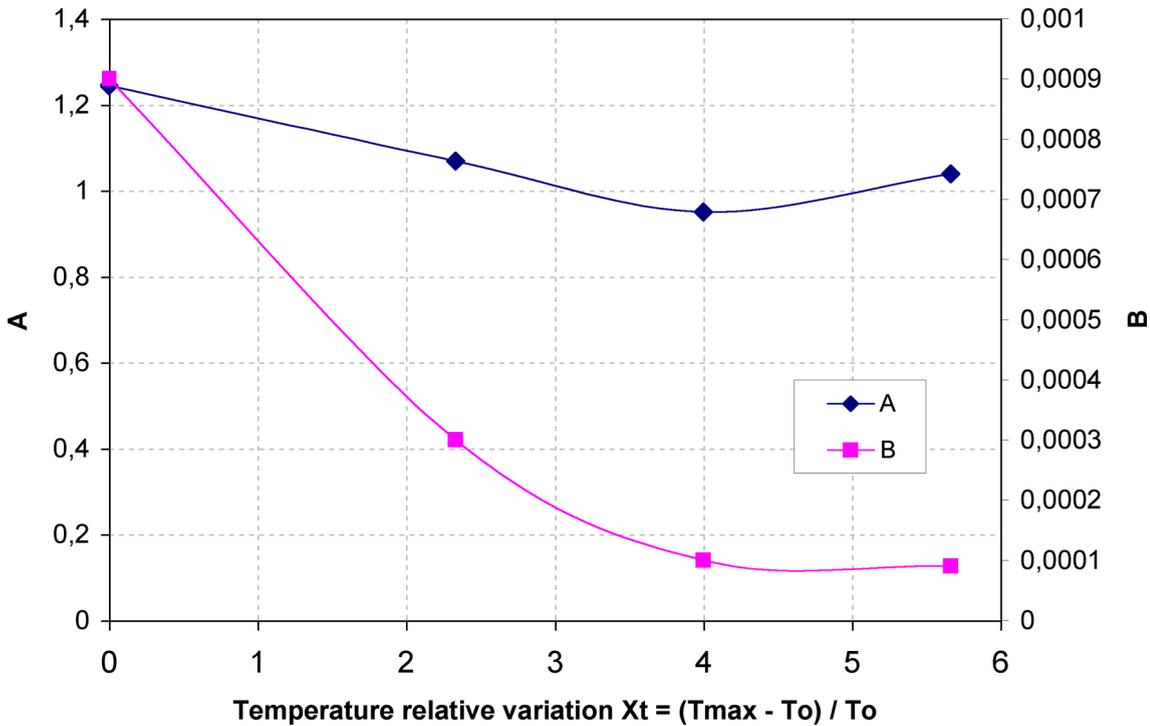
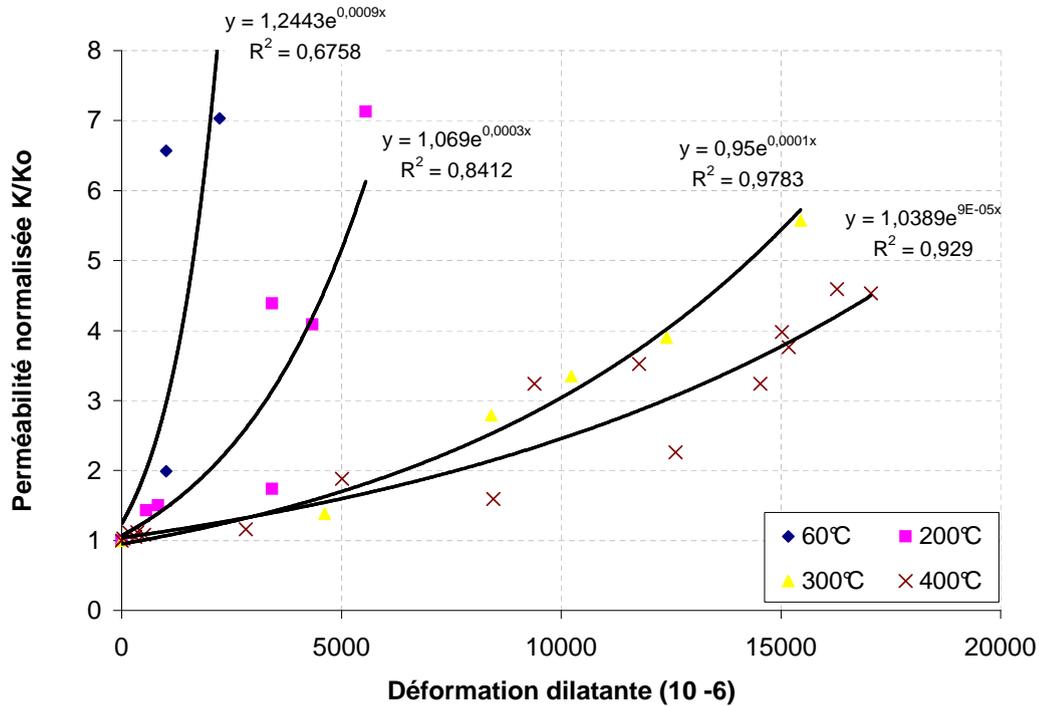


FIGURE 4.14 – (a) : Perméabilité normalisée K/K_0 en fonction de la déformation volumique plastique dilatante ϵ_v^+ , pour les deux confinement $P_c = 5$ et 10 MPa, et en fonction de la température de traitement thermique T_{max} ; (b) : Evolution de A et B avec la variable de traitement thermique χ_T , définis par $K = K_0 A \exp(B \epsilon_v^+)$.

4.1.5 Conclusion partielle

Les données expérimentales sur le mortier traité à différentes températures montrent que les propriétés mécaniques résiduelles dépendent clairement de la dégradation thermique. Les évolutions de la déformation plastique et de l'endommagement sont également fortement liées à la température de traitement thermique. Le comportement mécanique du mortier est donc caractérisé par un couplage entre déformations élastiques et plastiques, ainsi que par les endommagements induits, respectivement, par le traitement thermique et par le chargement mécanique, comme le modèle constitutif proposé le décrit. Il s'agit d'un modèle thermo-élastoplastique couplé à un endommagement isotrope.

Une procédure d'identification des paramètres du modèle, en fonction du traitement thermique, a été proposée. Une série de simulations numériques des essais en compression uniaxiale et triaxiale ($P_c = 10$ MPa) a été menée pour différentes températures. Elle montre la bonne reproduction des données suite à l'identification des paramètres. Le modèle est validé non seulement sur des essais en compression triaxiale ($P_c = 5$ MPa), mais également sur un chemin de chargement en extension latérale. C'est un chemin de chargement différent de ceux utilisés pour l'identification des paramètres. Aux points de vue qualitatif et quantitatif, nous avons obtenu une très bonne concordance entre les simulations et les données expérimentales. Le modèle proposé est capable de décrire les principaux aspects observés.

4.2 Analyse micro-mécanique de la fissuration thermique

Cette partie présente une analyse micro-mécanique de l'effet de la micro-fissuration, induite par traitement thermique, sur les propriétés mécaniques, poro-élastiques et de transport du mortier. En effet, nous avons montré expérimentalement que ce comportement évolue significativement suite à un cycle de chauffage/refroidissement jusqu'à une température T ($\leq 400^\circ\text{C}$). Ce cycle génère des décompositions chimiques, principalement au sein des hydrates, une augmentation de la porosité connectée et, très probablement, de la micro-fissuration. En particulier, tous ces éléments contribuent à une plus grande compressibilité globale du matériau, alors que, à l'inverse, son squelette solide a tendance à se rigidifier, voir Chapitre 3.

Dans ce qui suit, nous identifions le modèle micro-mécanique proposé par R. W. Zimmerman [158] à partir de nos données expérimentales. Suite à cela, nous serons en mesure de représenter la relation reliant le module de compressibilité $C_b = (1/K_b)$ à la densité de fissures et à leur rapport d'aspect (i.e. leur rapport entre demi-longueur et épaisseur), voir [20, 22, 27]. Comme attendu, nous montrons que la distribution de ce rapport d'aspect évolue notablement avec la température T . Les évolutions de la perméabilité et de la déformation plastique sont également évaluées en fonction de la micro-fissuration.

4.2.1 Un modèle micro-mécanique simple

Le mortier est supposé micro-fissuré après un cycle de chauffage/refroidissement jusqu'à T ($\leq 400^\circ\text{C}$). Les micro-fissures sont modélisées sous forme d'ellipsoïdes aplatis (*penny shaped cracks* en anglais), avec a et $2c$ désignant respectivement le rayon de fissure et son ouverture (ou épaisseur), avec $a \gg c$. Le rayon de fissures a est supposé uniforme, de sorte que les micro-fissures sont uniquement caractérisées par leur rapport d'aspect $\alpha = (c/a)$ et leur orientation spatiale. Le milieu poreux est supposé isotrope à l'échelle macroscopique. La distribution spatiale des micro-fissures est alors aléatoire, et l'interaction entre les micro-fissures est négligeable. La fermeture des fissures est contrôlée uniquement par le paramètre d'ouverture $c = \alpha a$: lorsque $c = 0$, les fissures sont fermées, et la pression de confinement P_c n'a pas d'effet sur le rayon de fissure a . Le mortier traité thermiquement contient N micro-fissures dans un volume représentatif V_b . Le volume total de micro-fissures, aussi appelé porosité de micro-fissures $\phi_{fissures}$, s'écrit alors :

$$\phi_{fissures} = \frac{N}{V_b} \frac{4\pi a^2 c}{3} = \frac{4\pi N a^3 \alpha}{3V_b} = \frac{4\pi \alpha}{3} \Gamma \quad (4.35)$$

où $\Gamma = Na^3/V_b$ est un paramètre sans unité qui représente la densité de micro-fissures. Le mortier après traitement thermique contient des micro-fissures qui sont généralement très fines dans la plupart des directions. Mais bien que la porosité totale de micro-fissures $\phi_{fissures}$ soit très faible (généralement $< 1\%$), celles-ci peuvent avoir une forte influence sur les propriétés mécaniques, poro-mécaniques et de transport. En particulier, comme les micro-fissures se referment à des pressions de confinement différentes en fonction de leur rapport d'aspect α , on obtient une relation contrainte-déformation non-linéaire lorsque le mortier est soumis à une compression hydrostatique. Zimmerman [158] montre que le calcul du module de compressibilité effective $C_{bc} = (1/K_b)$ se réduit à celui de la compressibilité de l'ensemble de l'espace poreux $C_{pc} = -\frac{1}{P_c} \frac{\Delta V_P}{\Delta V_{P0}}$:

$$\frac{1}{K_b} = C_{bc} = C_m + \phi_{fissures} C_{pc} \quad (4.36)$$

lorsque le module de compressibilité de la matrice solide $C_m = (1/K_m)$ est connu. Le module d'incompressibilité de la matrice solide K_m est aussi noté K_s dans le chapitre précédent où il a

été déterminé expérimentalement. Zimmerman [158] donne l'expression de la compressibilité de chaque micro-fissure prise individuellement, lorsqu'elle a une forme d'ellipsoïde aplati (petites valeurs de α) :

$$C_{pc} = \frac{2(1 - \nu_m)}{\pi\alpha G_m} \quad (4.37)$$

ν_m est le coefficient de Poisson et G_m est le module de cisaillement de la matrice solide, supposée homogène et isotrope. En négligeant l'interaction entre les micro-fissures, c'est-à-dire en supposant une faible concentration de micro-fissures au sein du mortier, le schéma d'homogénéisation dilué peut être utilisé. En reportant simplement les Eqs. (4.35) et (4.37) dans l'Eq. (4.36) et en utilisant la relation $3K_m(1 - 2\nu_m) = 2G_m(1 + \nu_m)$ pour une matrice solide isotrope, on obtient que :

$$C_{bc} = C_m + \frac{16(1 - \nu_m^2)}{9(1 - 2\nu_m)} C_m \Gamma \quad (4.38)$$

Avec ce modèle de distribution de micro-fissures, C_{bc} est donc une fonction indépendante de la distribution de rapports d'aspect, et de α en particulier : elle ne dépend que de la densité de micro-fissures Γ .

Par ailleurs, d'après nos essais, et en accord avec [157], le module de compressibilité drainé peut être exprimé par une fonction exponentielle décroissante du confinement $P_c (= P)$ ou plus généralement de la contrainte hydrostatique :

$$C_{bc} = C_{bc}^\infty + (C_{bc}^i - C_{bc}^\infty) e^{-P/\hat{P}} \quad (4.39)$$

où C_{bc}^i est la compressibilité à pression de confinement nulle ($P_c = 0$), et C_{bc}^∞ est la compressibilité à pression de confinement élevée, lorsque toutes les micro-fissures sont fermées. P est la pression de confinement courante, et \hat{P} est une pression caractéristique de la distribution de micro-fissures. Lorsqu'on connaît l'évolution de $C_{bc}(P)$, on peut calculer la déformation élastique atteinte à P donné par la relation suivante :

$$\varepsilon_v^{el.} = \int_0^{P_c} d\varepsilon_v^{el.} = \int_0^{P_c} \frac{dP_c}{K_b} = \int_0^{P_c} C_{bc} dP_c \quad (4.40)$$

Lorsqu'une famille de micro-fissures de rapport d'aspect α se ferme, cela signifie que $\Delta V_P(\alpha) = -V_{P0}(\alpha)$, où $V_{P0}(\alpha)$ est le volume initial de cette famille de pores. Par définition de $C_{pc}(\alpha)$, cela correspond à une pression de fermeture de micro-fissures P^* qui évolue avec le rapport d'aspect α selon :

$$P^* = \frac{1}{C_{pc}} = \frac{3\pi\alpha(1 - 2\nu_m)}{4(1 - \nu_m^2)C_m} \quad (4.41)$$

P^* est la pression de fermeture des micro-fissures de rapport d'aspect inférieur ou égal à α . En particulier, il existe un rapport d'aspect $\hat{\alpha}$ caractéristique de la distribution de micro-fissures, qui correspond à $P^* = \hat{P}$, avec \hat{P} telle que définie à l'Eq. (4.39). La dérivation partielle de l'Eq. (4.38) par rapport à P , et l'utilisation de la règle de la chaîne, donnent que :

$$\frac{dC_{bc}}{dP} = \frac{dC_{bc}}{d\Gamma} \frac{d\Gamma}{d\alpha} \frac{d\alpha}{dP} = \frac{4\pi}{3} \left[\frac{4(1 - \nu_m^2)C_m}{3\pi\alpha(1 - 2\nu_m)} \right]^2 \frac{d\Gamma}{d\alpha} \quad (4.42)$$

Comme le paramètre Γ représente la densité des micro-fissures ouvertes, $\Gamma(\alpha)$ représente le nombre de micro-fissures ouvertes dont les rapports d'aspect sont supérieurs à α . Zimmerman [158] montre que la distribution de rapport d'aspect $\gamma(\alpha)$ est alors donnée par :

$$\gamma(\alpha) = -\frac{d\Gamma}{d\alpha} = -\frac{3}{4\pi} \left[\frac{3\pi\alpha(1-2\nu_m)}{4(1-\nu_m^2)C_m} \right]^2 \left[\frac{dC_{bc}}{dP} \right]_{P=P^*} \quad (4.43)$$

En reportant l'Eq. (4.39) (dérivée par rapport à P) dans l'Eq. (4.43) pour $P^* = \hat{P}$, et en remplaçant \hat{P} par $\hat{\alpha}$ *via* l'Eq. (4.41), on obtient :

$$\gamma(\alpha) = \left[\frac{9(1-2\nu_m)}{16(1-\nu_m^2)C_m} \right] \frac{(C_{bc}^i - C_{bc}^\infty)}{\hat{\alpha}} e^{-\alpha/\hat{\alpha}} \quad (4.44)$$

Ainsi, la distribution $f(\alpha)$ de la porosité de micro-fissures $\phi_{fissures}$ s'écrit en fonction du rapport d'aspect α comme suit :

$$f(\alpha) = \frac{d\phi_{fissures}}{d\alpha} = \frac{4\pi\alpha}{3} \gamma(\alpha) = \frac{3\pi\alpha(1-2\nu_m)}{4(1-\nu_m^2)} \frac{(C_{bc}^i - C_{bc}^\infty)}{C_m} \frac{\alpha}{\hat{\alpha}} e^{-\alpha/\hat{\alpha}} \quad (4.45)$$

La porosité totale de micro-fissures $\phi_{fissures}$ est alors calculée en intégrant $f(\alpha)$ sur toutes les valeurs de α , de 0 à ∞ :

$$\phi_{fissures} = \int_0^\infty f(\alpha) d\alpha = \frac{3\pi(1-2\nu_m)}{4(1-\nu_m^2)} \frac{(C_{bc}^i - C_{bc}^\infty)}{C_m} \hat{\alpha} = (C_{bc}^i - C_{bc}^\infty) \hat{P} \quad (4.46)$$

4.2.2 Identification du modèle micro-mécanique et simulations du comportement

Identification de la compressibilité

En utilisant les données expérimentales de module d'incompressibilité moyen $K_b = 1/C_{bc}$ en fonction du confinement $P_c = P$ et à température de traitement thermique T donnée, nous pouvons déterminer les équations de compressibilité (4.39) puis (4.38), c'est-à-dire C_{bc}^i , C_{bc}^∞ , la pression caractéristique \hat{P} puis la densité de micro-fissures Γ . On en déduit alors la distribution de porosité $f(\alpha)$ et la porosité totale de fissures $\phi_{fissures}$.

Pour chaque température de traitement thermique T , on suppose que le module d'incompressibilité K_m de la matrice solide est égal au module d'incompressibilité apparent de la matrice solide à l'état sain $K_s(ref.)$, c'est-à-dire qu'il s'agit à la fois de la contribution du squelette solide proprement dit, et de la porosité occluse, en l'absence de micro-fissuration. Alors le module de compressibilité $C_m = 1/K_s(ref.)$ a une valeur de $1/45,165GPa = 0,022(1/GPa)$. En première approche, on suppose ce module C_m indépendant de T . Par ailleurs, on utilise un coefficient de Poisson pour la matrice solide $\nu_m = 0.15$, indépendamment de la température de traitement thermique T , comme pour le modèle macroscopique présenté dans la section précédente.

Ensuite, dans l'Eq. (4.39), on extrapole à $P_c = 0$ l'interpolation linéaire qui passe (au sens des moindres carrés) par les points expérimentaux $K_b(P_c)$ afin d'obtenir $C_{bc}^i = (1/K_b)_{P_c=0}$. Pour C_{bc}^∞ , l'exposant ∞ représente la valeur à pression de confinement élevée, pour laquelle toutes les micro-fissures sont supposées fermées. En supposant qu'à l'état de référence, dit état sain (après étuvage à $60^\circ C$), le mortier ne présente pas de micro-fissures, sa compressibilité est équivalente à C_{bc}^∞ : on prend donc $C_{bc}^\infty = 1/K_b(ref.)$, où $K_b(ref.)$ est la valeur du module d'incompressibilité

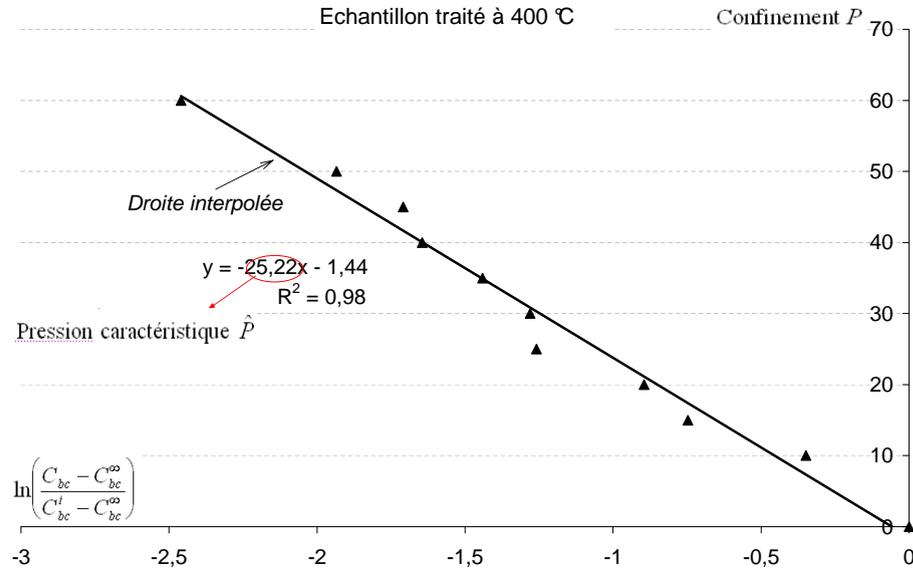


FIGURE 4.15 – Détermination de la pression caractéristique \hat{P} pour un échantillon traité à 400°C. Les données expérimentales sont présentées par des points.

du mortier sain. La pression caractéristique \hat{P} est évaluée comme la pente (au signe près) de l'interpolation au sens des moindres carrés de P exprimé en fonction de $\ln \frac{C_{bc}^i - C_{bc}^\infty}{C_{bc}^i - C_{bc}^\infty}$, obtenue à partir de l'Eq. (4.39), voir la Fig. 4.15; pour chaque valeur de T , le coefficient de corrélation de Pearson R^2 de l'interpolation linéaire est supérieur à 95%. Le paramètre $\hat{\alpha}$ est simplement calculé via l'Eq. (4.41), et $\phi_{fissures}$ via l'Eq. (4.46). Les paramètres du modèle sont résumés dans le Tableau 4.3, pour les différentes températures de traitement thermique T testées. On constate que la pression caractéristique de fermeture \hat{P} issue de l'Eq. (4.39) diminue avec T , i.e. avec la facilité à fermer des micro-fissures.

TABLE 4.3 – Identification des paramètres du modèle micro-mécanique [158] pour le mortier traité thermiquement à différentes températures T .

échantillon	K_b (Pc = 0) (GPa)	C_{bc}^i (1/GPa)	C_{bc}^∞ (1/GPa)	C_m (1/GPa)	\hat{P} (MPa)	$\hat{\alpha}$	$\phi_{fissures}$ (%)
Référence	16,300	0,061	0,061	0,022	-	-	0,00
200°C	11,609	0,086	0,061	0,022	33,72	0,00044	0,08
300°C	7,416	0,135	0,061	0,022	26,64	0,00035	0,20
400°C	6,253	0,160	0,061	0,022	25,22	0,00033	0,25

Suite cette procédure d'identification, on vérifie la bonne concordance de l'évolution du module de compressibilité $C_{bc}(P_c)$ avec les données expérimentales, voir la Fig. 4.16.

Evolution de la distribution de micro-fissures

La distribution de porosité des fissures $f(\alpha)$ est représentée à la Fig. (4.17) en fonction de la température de traitement thermique T . Comme attendu, on constate une augmentation de

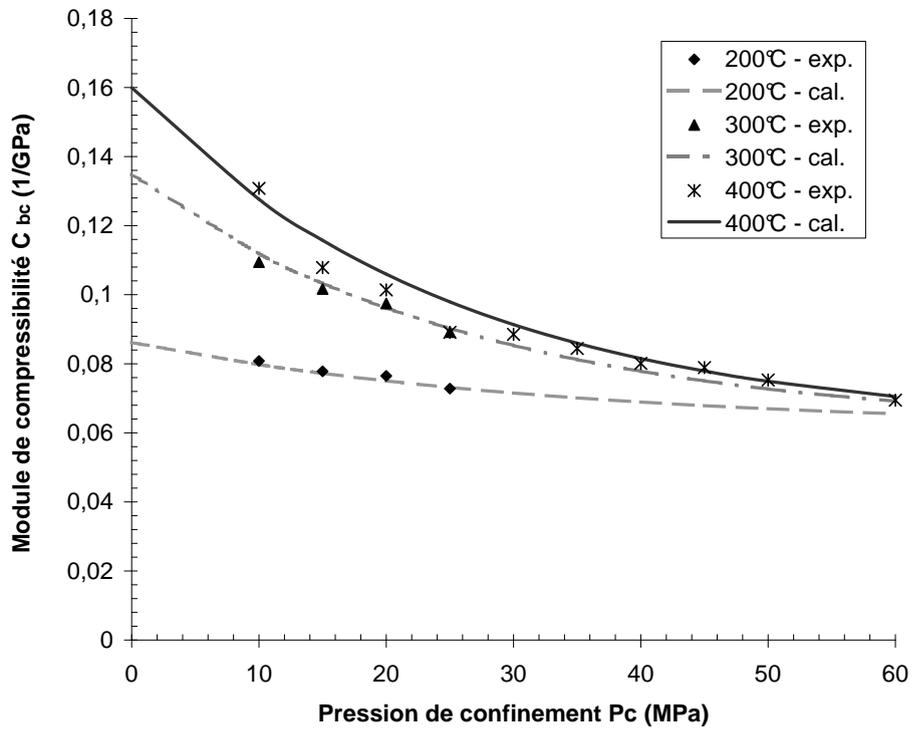


FIGURE 4.16 – Module de compressibilité C_{bc} du mortier traité à différentes températures T - calculs numériques (traits continus) et données expérimentales (points).

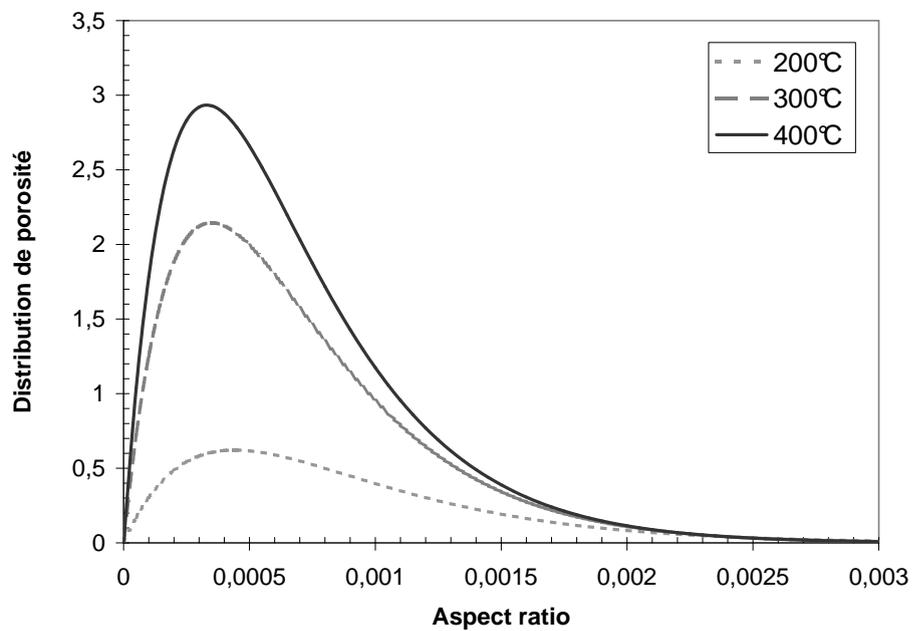


FIGURE 4.17 – Evolution de la distribution de porosité $f(\alpha)$ pour un mortier traité à différentes températures T .

l'aire sous la courbe, i.e. de la porosité totale des micro-fissures $\phi_{fissures}$ avec T, bien qu'elle reste très faible, allant de 0,08 % pour T=200°C, à 0,25 % pour T=400°C ; en parallèle, la distribution de porosité (i.e. de volume normalisé) des micro-fissures devient plus étroite avec l'augmentation de T.

Relation entre perméabilité et micro-fissuration

A traitement thermique donné T, nous disposons non seulement des propriétés mécaniques, poro-élastiques, mais aussi de transport. Nous avons vu au Chapitre 3 que la perméabilité intrinsèque est influencée par l'augmentation de la porosité du matériau : elle est donc potentiellement influencée par l'augmentation de la porosité de fissures $\phi_{fissures}$. Nous avons corrélé la perméabilité intrinsèque normalisée, mesurée sous confinement $P_c = P = 5$ MPa (et sans déviateur), avec $\phi_{fissures}$, en utilisant une interpolation exponentielle identifiée à :

$$\frac{K}{K_o} = 0,900 e^{13,062 \phi_{fissures}}$$

où K_o représente la perméabilité intrinsèque du mortier de référence (60°C). Pour cette interpolation, voir Fig. 4.18, on a un coefficient de corrélation R supérieur à 95 %, donc satisfaisant. Notons que la perméabilité a été mesurée sous une faible contrainte hydrostatique ($P_c = 5$ MPa), pour laquelle on suppose que la fermeture des principales micro-fissures n'a pas eu lieu. On remarque que la perméabilité augmente nettement avec la porosité totale de fissures $\phi_{fissures}$, dès que celle-ci dépasse 0,1 %, i.e. pour $T \geq 200^\circ\text{C}$.

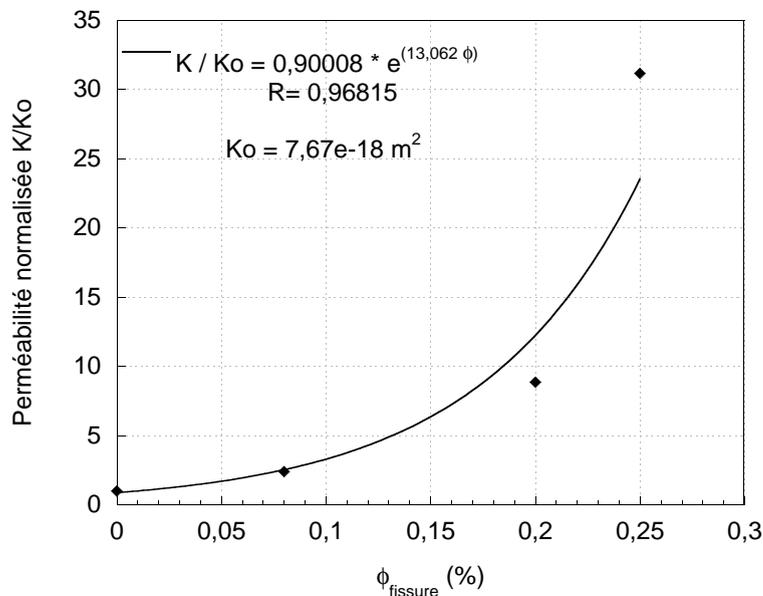


FIGURE 4.18 – Perméabilité normalisée en fonction de la porosité totale de fissures $\phi_{fissures}$.

Identification de la déformation plastique

Lors des essais en compression hydrostatique, nous avons constaté des déformations plastiques notables après déchargement de la contrainte hydrostatique. L'amplitude de cette déformation

augmente avec T . Nous proposons de décrire cette déformation plastique avec une approche phénoménologique.

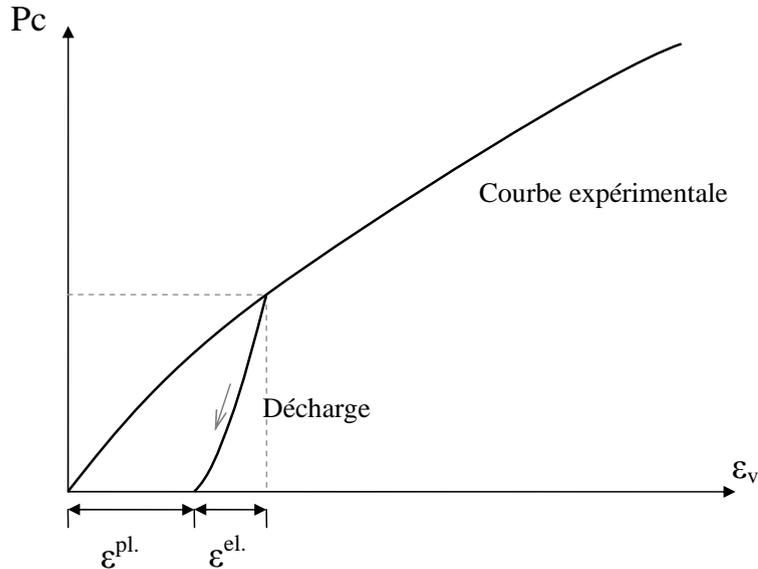


FIGURE 4.19 – Répartition entre déformations élastique et plastique : méthode de détermination expérimentale de $\varepsilon_v^{pl.}$.

Nous adoptons la répartition classique des déformations : $\varepsilon_v = \varepsilon_v^{el.} + \varepsilon_v^{pl.}$, voir la Fig. 4.19 qui présente la méthode de détermination expérimentale de $\varepsilon_v^{pl.}$. En accord avec les données sur mortier normalisé, on suppose que déformation plastique dépend de la constante hydrostatique de telle façon que :

$$P_c = P_0 \left[1 + \frac{1}{m} (\varepsilon_v^{pl.})^n \right] \quad (4.47)$$

P_0 , m et n sont les trois paramètres du modèle. P_0 est le seuil de plasticité initiale, m et n contrôlent la cinétique de l'écoulement plastique. En première approche, on suppose $n = 1$. Les paramètres P_0 et m sont identifiés par la méthode des moindres carrés à partir des courbes $(\varepsilon_v, \sigma_h)$ en compression hydrostatique. P_0 vaut $8.5 \text{ MPa} \pm 1.4 \text{ MPa}$ pour les échantillons chauffés à 200°C , 300°C et 400°C , et $(1/m)$ est égal à 8842, 3621 et 747,2 respectivement pour 200°C , 300°C et 400°C . P_0 présente une variabilité non négligeable, due au fait que les essais ont été conduits par incréments ΔP_c relativement importants (de 5 MPa). En revanche, le paramètre m , qui représente la compressibilité plastique, augmente fortement avec le traitement thermique, en bonne cohérence avec la forte augmentation de la déformation plastique quand T augmente. Enfin, la relation entre la compressibilité plastique m et la porosité de micro-fissures $\phi_{fissures}$ est représentée à la Fig. 4.20. Comme attendu, la compressibilité plastique augmente significativement avec la porosité de fissures, et une relation de type exponentiel permet de bien interpoler cette relation ($R \approx 97\%$).

4.2.3 Comparaison entre prévisions du modèle et données expérimentales

A partir des paramètres identifiés et pour un chargement en compression hydrostatique croissant, le modèle permet de calculer la déformation volumique en fonction de la pression de confinement pour les températures de traitement thermique $T = 200^\circ\text{C}$, 300°C et 400°C , de la façon

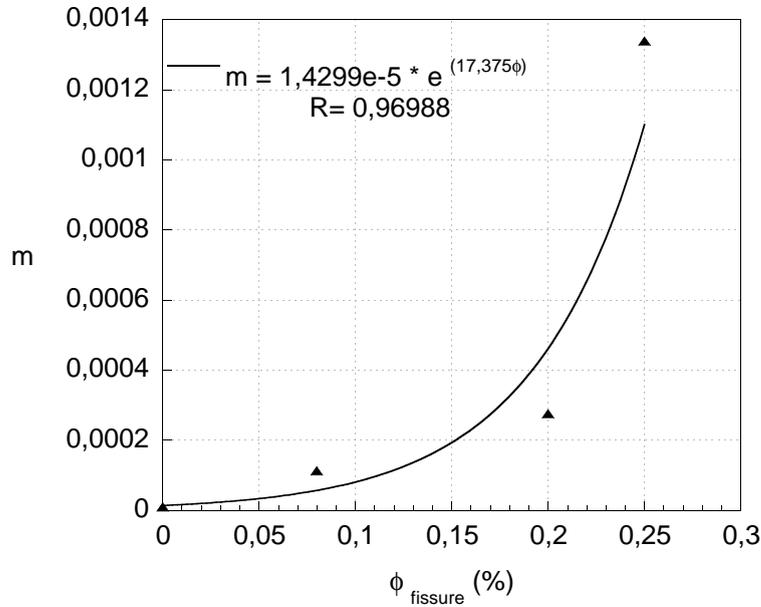


FIGURE 4.20 – Compressibilité plastique m en fonction de la porosité totale de fissures ϕ_{fissures} .

suivante :

$$\varepsilon_v = \varepsilon_v^{el.} + \varepsilon_v^{pl.} = \int_0^{P_c} d\varepsilon_v^{el.} + \int_{P_0}^{P_c} d\varepsilon_v^{pl.} = \int_0^{P_c} C_{bc} dP_c + \int_{P_0}^{P_c} \frac{m}{P_0} dP_c \quad (4.48)$$

Les calculs numériques sont comparés avec les données expérimentales, voir les Figs. 4.21 et 4.22. Une bonne concordance globale est observée, ce qui est très logique puisqu'on utilise les mêmes données expérimentales pour l'identification des paramètres et pour ces simulations. Le modèle micro-mécanique permet donc de reproduire le comportement mécanique du mortier sous sollicitation de compression hydrostatique, et son évolution avec l'augmentation de la température de traitement thermique T , qui passe d'élastique linéaire à de plus en plus ductile, principalement grâce à la forte diminution de la pente $1/m$ dans le domaine plastique. Sur la Fig. 4.22 notamment, on notera que le point d'inflexion net de la courbe simulée correspond au paramètre P_0 , seuil de plasticité initiale, qui est non nul. Le point d'inflexion est dû au fait que la courbe dans le domaine plastique, après la limite P_0 , est décrite par une pente $1/m$, qui est beaucoup plus basse pour $T = 400^\circ\text{C}$ que pour les traitements thermiques à 200 et 300°C .

4.2.4 Conclusion partielle

En nous appuyant sur des essais de compression hydrostatique d'échantillons de mortier traités thermiquement, nous avons identifié un modèle micro-mécanique décrivant la distribution des micro-fissures induites par le traitement thermique, et leur fermeture progressive. Les résultats montrent que la proportion de micro-fissures, décrite par la porosité ϕ_{fissures} et par une distribution $f(\alpha)$, augmente notablement avec la température de traitement thermique T . La distribution de porosité $f(\alpha)$ devient plus étroite avec la température de traitement. En parallèle,

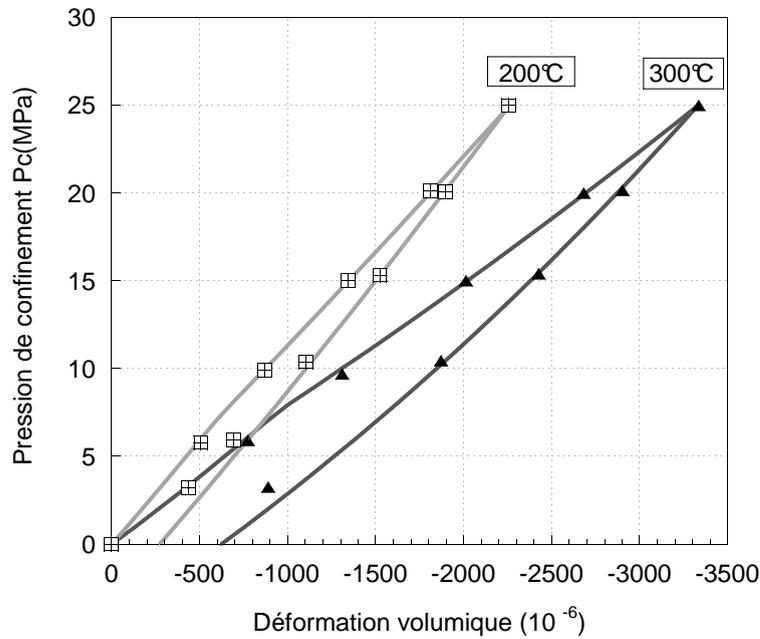


FIGURE 4.21 – Comparaison entre calculs numériques (traits continus) et données expérimentales (points) pour des échantillons traités à 200°C et 300°C.

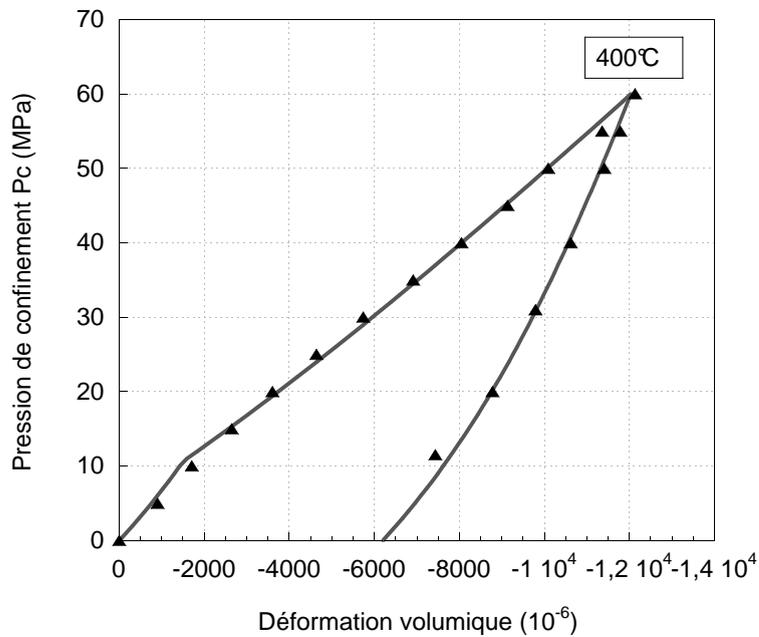


FIGURE 4.22 – Comparaison entre calculs numériques (traits continus) et données expérimentales (points) pour un échantillon traité à 400°C.

la compressibilité du matériau C_{bc} croît avec T . L'augmentation de la perméabilité intrinsèque du mortier est liée à la porosité totale de fissures $\phi_{fissures}$.

La réponse mécanique du mortier soumis à une compression hydrostatique a également été

étudiée. L'augmentation du module d'incompressibilité $K_b = 1/C_{bc}$ et sa non-linéarité avec la contrainte hydrostatique σ_h sont liées, dans le modèle, à l'existence de micro-fissures : quand la pression de confinement $P_c = \sigma_h$ augmente, les micro-fissures se referment progressivement, ce qui rigidifie l'ensemble du squelette solide, alors que la compressibilité de la matrice solide est supposée constante quelle que soit T. La déformation plastique volumique ε_v^{pl} , liée à la fermeture des fissures, a également été calculée, en proposant une relation phénoménologique qui décrit l'évolution de ε_v^{pl} avec le confinement P_c . Une bonne concordance a été obtenue entre les simulations numériques et les mesures expérimentales utilisées pour identifier le modèle.

Conclusions générales et perspectives

Ce travail de thèse avait pour but principal d'étudier l'évolution du comportement des matériaux cimentaires suite à un traitement thermique jusqu'à 400°C . Un mortier normalisé de rapport $E/C=0,5$ et trois bétons industriels (fournis par le CERIB et l'ANDRA) ont été choisis pour mener cette étude. Le mortier a servi de matériau modèle afin d'évaluer l'influence du traitement thermique sur son comportement hydraulique, mécanique et poro-mécanique. Il s'agit de l'évaluation de propriétés *résiduelles*, après un cycle complet de chauffage/refroidissement. Nous avons utilisé des échantillons de mortier préalablement séchés à 60°C jusqu'à masse constante. Cet état définit l'état initial du matériau, i.e. l'état sain ou état de référence, préalable à tout traitement thermique éventuel. Quatre températures de traitement thermique ont été adoptées : $T_{max} = 105^{\circ}\text{C}$, 200°C , 300°C et 400°C . La vitesse choisie au chauffage et au refroidissement a été lente, avec une valeur de $20^{\circ}\text{C}/\text{h}$, et la température du four a été maintenue constante pendant une heure dès la température cible T_{max} atteinte.

Les résultats obtenus lors de l'étude expérimentale amènent les conclusions suivantes :

- Le traitement thermique, dès 200°C , induit une augmentation notable de la porosité et de la perméabilité au gaz sous chargement hydrostatique. La perméabilité est alors sensible au confinement. Ceci met en évidence la création de micro-fissures provoquée par dilatation thermique différentielle entre pâte et granulats, déshydratation chimique de la pâte de ciment (ettringite et C-S-H) et variation de la pression interne des pores pendant le chauffage. La sensibilité de la perméabilité au niveau de confinement est liée à la fermeture des micro-fissures et à l'effondrement éventuel de ponts solides.
- Les essais mécaniques en compression uniaxiale et hydrostatique montrent que le comportement change, passant de fragile à ductile, avec la température de traitement thermique à partir de 200°C . Les propriétés élastiques (modules d'Young, résistance en compression) diminuent après traitement thermique. Ces résultats, mis en parallèle avec ceux de porosité et de perméabilité, indiquent une modification notable de la microstructure induite par ce traitement.
- Lors d'un chargement en compression hydrostatique avec déviateur, la perméabilité au gaz augmente significativement dès qu'un seuil dit de fissuration est atteint. Il correspond à la transition de comportement du matériau, qui passe de contractant à dilatant, i.e. l'évolution de la déformation volumique change de sens. Ce seuil correspond à 60 à 90% de la contrainte au pic, et à une coalescence des micro-fissures.
- Les essais poro-mécaniques en compression hydrostatique drainés confirment le passage d'un comportement (ε_v, P_c) linéaire et élastique, typique d'une matrice solide non fissurée, pour un traitement thermique jusqu'à $T_{max} \leq 105^{\circ}\text{C}$, à un comportement de plus en plus ductile avec T_{max} . Ceci confirme que, suite au traitement thermique à $T_{max} \geq 200^{\circ}\text{C}$, une micro-fissuration a été générée au sein du matériau, et plus généralement une fragilisation de la matrice cimentaire par perte d'eau

structurelle. Pour les échantillons traités à $T > 200^\circ C$, deux effets concomitants sont observés sur le module d'incompressibilité drainée K_b : (1) à traitement thermique donné, il augmente avec P_c , alors que (2) à confinement P_c donné, K_b diminue avec la température de traitement thermique T_{max} . Le premier effet est la conséquence de l'existence de microfissures : quand la pression de confinement augmente, les microfissures sont progressivement refermées, ce qui rigidifie l'ensemble du matériau. Le second effet est dû à l'augmentation de la dégradation du matériau avec T_{max} .

Par ailleurs, les essais par *changement de pression interstitielle* montrent que pour les pressions de confinement P_c faibles, le module d'incompressibilité apparent de la matrice solide K_s et le coefficient de Biot $b = 1 - (K_b/K_s)$ augmentent ; par contre, quand P_c augmente, K_s (et b) retrouvent les valeurs du matériau intact, avant traitement thermique. Notre interprétation est que des pores occlus deviennent interconnectés grâce aux microfissures créées par le traitement thermique, ce qui diminue la proportion de pores occlus dans la matrice solide. On mesure alors une plus grande rigidité, représentée par K_s , que pour le matériau intact. En revanche, au-delà d'une valeur seuil de P_c (évaluée à 15-20 MPa), le confinement bloque l'accès à certains pores en refermant les microfissures créées par le chauffage. Ces pores refermés redeviennent des pores 'occlus' dans la matrice solide, ce qui diminue sa rigidité K_s .

- L'essai de mesure de la variation du volume de pores a mis en évidence cette création de porosité occluse sous confinement, et le fait qu'elle est perdue de façon irréversible lors du premier cycle de chargement hydrostatique. Ceci a permis de justifier l'interprétation faite pour l'évolution de K_s avec P_c et T_{max} .

Au final, nous avons remarqué qu'un traitement thermique jusqu'à $T_{max} = 200, 300$ ou $400^\circ C$ dégrade notablement le squelette solide du mortier normalisé *via* différents effets. On peut citer la création de micro-fissures, l'augmentation de volume de la porosité connectée et les décompositions chimiques de l'ettringite et des hydrates (C-S-H) qui rigidifient et fragilisent la matrice cimentaire.

Ce travail a aussi mis en évidence un effet bouchon (ou rétention de gaz) lors du chauffage jusqu'à $200^\circ C$ d'un matériau cimentaire (mortier ou béton) sous confinement constant. Les causes en sont principalement le degré de saturation initial en eau, la vitesse de chauffage appliquée, et l'élanement de l'échantillon testé (i.e. son rapport longueur sur diamètre). La vapeur d'eau (ou l'eau liquide) obstrue le réseau poreux de l'échantillon, de telle sorte que le gaz ne peut plus passer pendant le chauffage. Ce phénomène n'est pas observé pour des échantillons secs, ni pour des échantillons courts de mortier ou de béton. Néanmoins, pour de tels échantillons, la perméabilité diminue lors du chauffage (jusqu'à être divisée par deux). A l'autre extrême, la rétention de gaz se produit pour un échantillon d'élanement d'environ 2, avec un degré de saturation initial en eau S_w de l'ordre de 45% au moins et pour une vitesse de chauffage assez élevée (de 2,5 à 4,9 $^\circ C/min$ selon le niveau de saturation initial du matériau). La composition du matériau cimentaire influence la rétention des gaz dans le sens où la déshydratation des C-S-H (l'eau liée) est plus ou moins atténuée avec la présence d'additifs comme les cendres volantes ou le laitier de haut fourneau. Pour un béton CEM V ANDRA initialement sec, une très bonne résistance en température a été mesurée jusqu'à $200^\circ C$, c'est-à-dire que la perméabilité au gaz n'a pas diminué significativement pendant le chauffage, grâce à la déshydratation très progressive des C-S-H. Mais pour le même béton, un échantillon de degré de saturation initial élevé (environ 80%), la rétention de gaz est observée pour une vitesse de chauffage relativement faible, i.e. lors d'un chauffage jusqu'à $105^\circ C$.

A partir des données expérimentales, un modèle thermo-élastoplastique couplé à un endommagement isotrope a été formulé et une procédure d'identification des paramètres en fonction de la température T_{max} a été proposée. Une série de simulations numériques des essais de compression simple et triaxiale, utilisés pour la plupart pour l'identification du modèle, a été menée pour différentes températures de traitement thermique. Les comparaisons entre les simulations numériques et les données expérimentales ont montré que le modèle reproduit les principaux aspects du comportement du mortier après traitement thermique. Le modèle est aussi validé positivement sur un chemin de chargement original, correspondant à une extension latérale, dans lequel un état de contrainte déviatorique ($p=40\text{MPa}$; $q=50\text{MPa}$) est obtenu avant de dé-confiner successivement jusqu'à ($p=5\text{MPa}$; $q=50\text{MPa}$) i.e. en maintenant la contrainte déviatorique q . C'est un chemin de chargement différent de ceux utilisés pour identifier le modèle, pendant lequel un niveau de plasticité notable est généré. Du point de vue qualitatif, nous avons obtenu une très bonne concordance entre les modélisations et les données expérimentales.

En nous appuyant également sur nos essais de compression hydrostatique sur échantillons de mortier soumis à différentes températures de traitement thermique T_{max} , nous avons proposé une analyse micro-mécanique basée sur les travaux de R. W. Zimmerman [158] décrivant la présence de microfissures au sein du matériau. Les résultats montrent que dans le mortier, celles-ci augmentent considérablement avec T_{max} , de même que la densité et la porosité totale de micro-fissures. Le rapport d'aspect des microfissures dépend également de T_{max} . En outre, la porosité totale de fissures $\phi_{fissures}$ est corrélée à la perméabilité intrinsèque K_{int} du mortier. La réponse mécanique du mortier sous compression hydrostatique a également été étudiée, et l'évolution de sa déformation plastique avec le confinement a été décrite. Une bonne concordance a été observée entre les prédictions numériques et les mesures expérimentales. Ce modèle est capable de décrire les déformations élastiques et plastiques en tenant compte des microfissures induites par le traitement thermique.

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont abouti à un certain nombre de résultats, toutefois certaines questions méritent d'être posées et d'autres pistes de recherche d'être proposées.

- Sur le plan expérimental, il serait également intéressant d'étudier le comportement des matériaux cimentaires après plusieurs cycles de chauffage/refroidissement, ou avec une vitesse de chauffage plus élevée, ou en utilisant différents procédés de refroidissement (dans l'eau ou dans l'air), de façon à faire varier la morphologie de sa micro-fissuration. Par ailleurs, des bétons industriels (par exemple des bétons à hautes performances) pourraient être employés, en lien avec une application spécifique. Concernant le dispositif expérimental de mesure de la perméabilité sous température élevée (jusqu'à 200°C), des développements pourraient être effectués de manière à mesurer également les déformations du matériau. Ainsi, le comportement mécanique pourrait être évalué directement sous température et comparé aux effets résiduels.
- Dans l'étude de perméabilité au gaz en température, le gradient spatial de température (l'effet de structure) n'a pas été abordé, car nos échantillons, de diamètre relativement réduit, sont soumis à une température uniforme tout au long du chauffage. Le gradient de température entre le coeur et la surface de l'échantillon est négligeable. Toutefois, le gradient spatial de température pourrait aggraver les effets de rétention de gaz et même de provoquer d'autres phénomènes physiques qui n'ont pas pu être observés dans ce travail, tel que l'écaillage. La porosité des matériaux influence également l'apparition de l'effet bouchon, mais ceci n'a pas pu être identifié

dans ce travail, car le mortier et les bétons utilisés ont des porosités très proches (12,9 et 14,2% respectivement). Ces aspects seront abordés dans la suite de nos travaux.

- En terme de modélisation, nous avons proposé un modèle constitutif qui a simulé le comportement mécanique après traitement thermique et un modèle micro-mécanique qui a simulé la variation du module d'incompressibilité drainée K_b avec la pression de confinement P_c . A l'avenir, il serait utile de modéliser la variation du comportement hydraulique après traitement thermique en prenant en compte notamment l'interaction entre les microfissures, et la fragilisation de la matrice solide avec T_{max} . La modélisation du module K_s et du coefficient de biot b doit ainsi être poursuivie.

Annexe

Résultats des essais poro-élastiques drainés en compression hydrostatique

Echantillon	N°7				N°8			
Pc (MPa)	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b
12	15370	26030	37531	0,590	17544	26926	50351	0,652
15	15613	25271	40853	0,618	17241	26287	50101	0,656
20	15686	-	-	-	17857	27856	49747	0,641
25	15576	24512	42726	0,635	17794	28359	47763	0,627

Echantillon	N°24			
Pc (MPa)	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b
12	15974	24838	44761	0,643
15	15522	23825	44540	0,652
20	15238	-	-	-
25	16181	24500	47654	0,660

TABLE 4.4 – Variation des propriétés poro-élastiques en fonction de la pression de confinement (mortier intact).

Echantillon	N°11				N°19			
P_c (MPa)	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b
12	16270	26896	41182	0,605	15948	24822	44609	0,642
15	16092	26140	41864	0,616	16291	25245	45931	0,645
20	15946	27232	38476	0,586	15838	-	-	-
25	16212	26882	40845	0,603	16265	25780	44068	0,631

TABLE 4.5 – Variation des propriétés poro-élastiques en fonction de la pression de confinement (mortier traité thermiquement à 105°C).

Echantillon	N°21				N°22			
	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b
12	12375	17440	42610	0,710	-	-	-	-
15	12533	18385	39374	0,682	13175	19627	40078	0,671
20	12846	18785	40632	0,684	13307	-	-	-
25	13550	20191	41197	0,671	13913	22581	36245	0,616

TABLE 4.6 – Variation des propriétés poro-élastiques en fonction de la pression de confinement (mortier traité thermiquement à 200°C).

Echantillon	N°14				N°38			
	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b
12	9917	-	-	-	8362	-	-	-
15	10412	12999	52318	0,801	9262	11297	51417	0,820
20	10811	14785	40222	0,731	9712	-	-	-
25	11639	16526	39359	0,704	10793	14618	41248	0,738

TABLE 4.7 – Variation des propriétés poro-élastiques en fonction de la pression de confinement (mortier traité thermiquement à 300°C).

Echantillon	N°15				N°25			
	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b	K_b (MPa)	H (MPa)	K_s (MPa)	b
12	8202	-	-	-	7512	8432	68849	0,891
15	9430	10954	67780	0,861	8734	10019	68098	0,872
20	9891	12560	46546	0,788	9285	11439	49309	0,812
25	10462	13474	46801	0,776	9853	12881	41914	0,765

TABLE 4.8 – Variation des propriétés poro-élastiques en fonction de la pression de confinement (mortier traité thermiquement à 400°C).

Evolution de la perméabilité des bétons CERIB en température

Ce travail préliminaire a concerné cinq échantillons de béton BAP de type Garonne (avec granulats roulés siliceux) ou Bathonien (avec granulats concassés calcaires), initialement secs ou partiellement saturés, et de longueur (donc de volume) variable, voir Tableau 4.9. Cette étape nous a permis de dégager certains comportements que l'on retrouve par la suite, pour le mortier normalisé et pour le béton CEMV ANDRA.

Cas de l'échantillon Gris N°1, initialement sec et de longueur moyenne (58 mm)

Résultats de perméabilité apparente. A température ambiante, la perméabilité apparente vaut $9,01 \times 10^{-18} \text{m}^2$, voir Fig. 4.23. Elle est relativement stationnaire lors du premier chauffage de 18 à 105°C. Après refroidissement jusqu'à température ambiante, la perméabilité apparente

Echantillon	Etat initial	Longueur (mm)	Vitesse de chauffage maxi (°C/min)
Gris N°1 (Gar)	Sec	58	4,05
Gris-N°4C (Gar)	60 %HR	40	3,73
Gris-N°4L (Gar)	60 %HR	80	3,74
Rose-N°5C (Bath)	60 %HR	40	3,72
Rose-N°5L (Bath)	60 %HR	80	3,73

TABLE 4.9 – Etat initial et conditions de chauffage pour les échantillons de béton CERIB gris (granulats Garonne roulés siliceux) ou rose (granulats Bathoniens concassés calcaires).

vaut $9,54 \times 10^{-18} \text{m}^2$. La perméabilité est donc peu modifiée apr ce premier cycle de chauffage, ce qui signifie qu'il n'y a pas d'importante modification de la microstructure lors d'un chauffage jusqu'à 105°C .

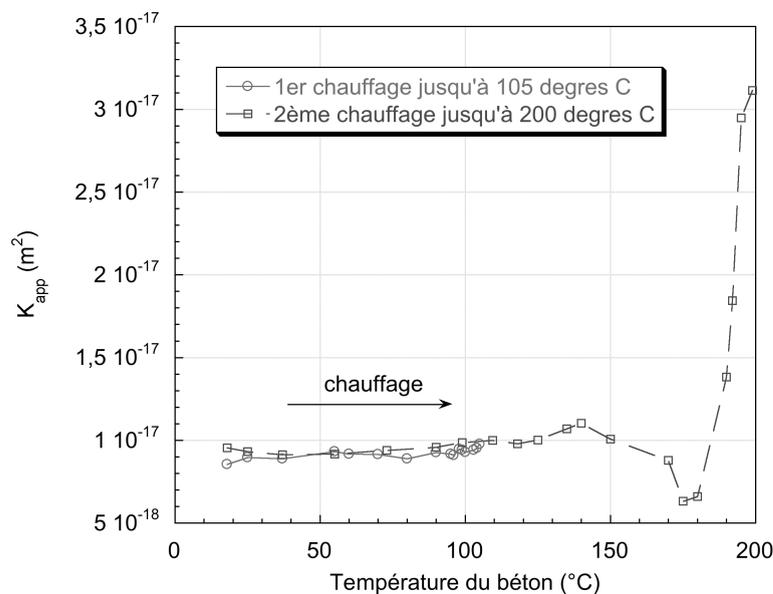


FIGURE 4.23 – Echantillon Gris N°1 (Sec) - Variation de la perméabilité apparente en fonction de la température du béton, lors des deux cycles de chauffage/refroidissement jusqu'à 105°C puis jusqu'à 200°C . Seules les données au chauffage sont représentées.

Lors du second chauffage jusqu'à 200°C , K_{app} est également relativement stationnaire entre 18°C et 150°C , voir toujours Fig. 4.23. Par contre, à partir de 150°C et jusqu'à 175°C , il y a une diminution nette de la perméabilité apparente. A partir de 175°C et jusqu'à 200°C , la perméabilité apparente augmente fortement, pour atteindre des valeurs de l'ordre de $3 \times 10^{-17} \text{m}^2$.

Ainsi, entre 150°C et 175°C , il se produit un *effet bouchon* partiel, dans le sens où le gaz passe plus difficilement au travers de l'échantillon poreux (mais il passe tout de même) ; l'augmentation de K_{app} au-delà de 175°C est attribuée à une dégradation progressive du réseau poreux, de telle sorte qu'il s'élargit.

Résultats de perméabilité intrinsèque et de coefficient de Klinkenberg. La Fig. 4.24 présente les résultats en terme de perméabilité intrinsèque et de coefficient de Klinkenberg β suivant l'équation de Klinkenberg. Au départ de l'essai (i.e. à température ambiante), la perméabilité intrinsèque K_{int} vaut $6,62 \times 10^{-18} \text{m}^2$ et le coefficient de Klinkenberg β est égal à $0,292 \text{MPa}$, voir également le Tableau 4.10.

La Fig. 4.25(a) permet de visualiser l'évolution de la perméabilité intrinsèque en fonction de la température : comme observé précédemment par M. Lion [91] sur une roche calcaire et par L. Montigny [101] sur le même matériau, K_{int} évolue peu jusqu'à 105°C , par contre elle augmente significativement au-delà : le béton Gris N°1 (Sec), après avoir été chauffé à 200°C , est entre 3 et 4 fois plus perméable qu'à l'état initial.

La Fig. 4.25(b) montre que le coefficient de Klinkenberg β mesuré ne suit pas l'évolution théorique β_{th} , qui suppose que le rayon moyen de pore n'est pas modifié par le chauffage. La diminution de β mesuré signifie que le rayon moyen de pore r a augmenté notablement, et que le béton est devenu plus perméable. Cet effet n'est réellement notable que lors du chauffage au-delà de 105°C .

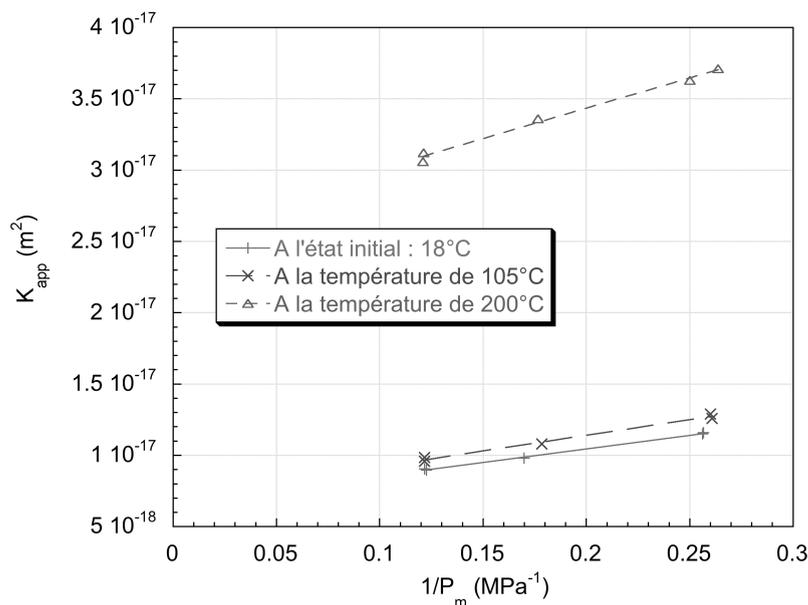


FIGURE 4.24 – Echantillon Gris N°1 (Sec) : Variation de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz, mesurée à 18°C , à 105°C puis à 200°C .

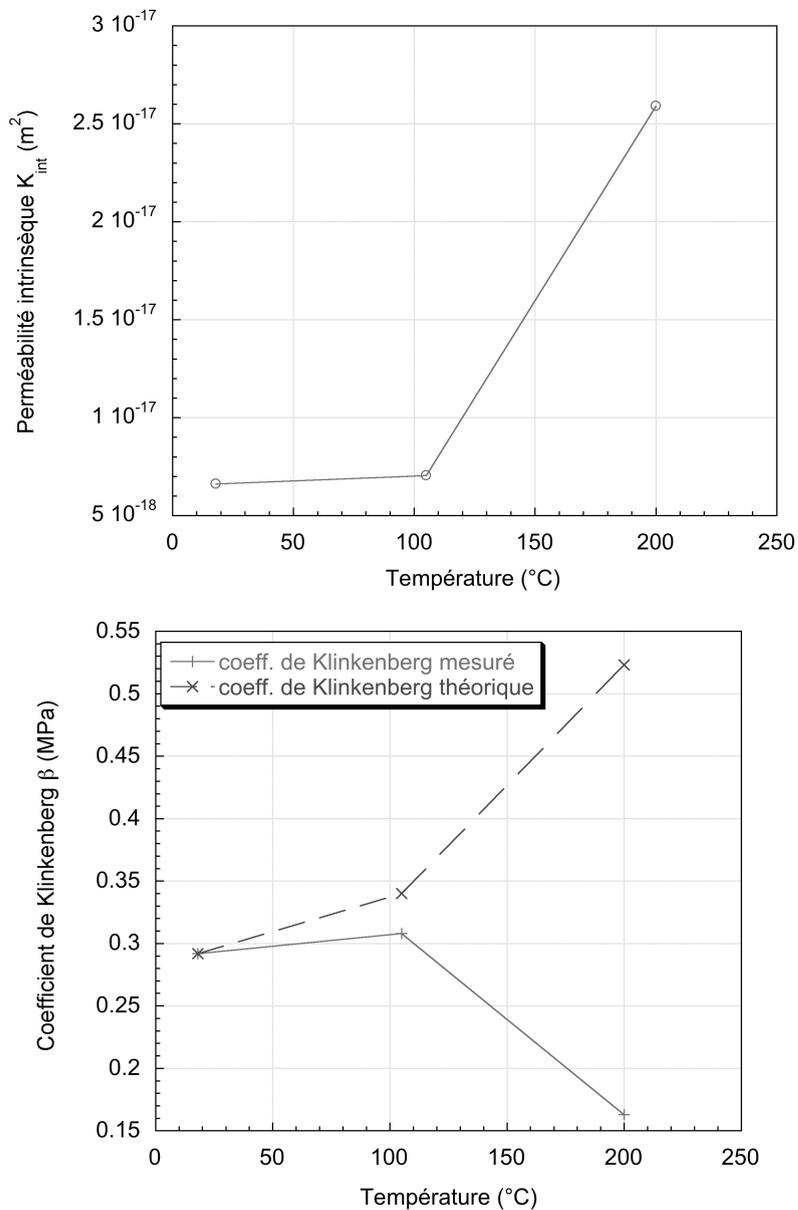


FIGURE 4.25 – Echantillon Gris N°1 (Sec) - (a) : Variation de la perméabilité intrinsèque en fonction de la température de chauffage. (b) : Variation du coefficient de Klinkenberg en fonction de la température de chauffage.

Température (°C)	K_{int} (m ²)	β (MPa)	$\beta_{(Th.)}$ (MPa)	R^2
18	$6,62 \times 10^{-18}$	0,292	0,292	0,997
105	$7,05 \times 10^{-18}$	0,308	0,340	0,991
200	$2,59 \times 10^{-17}$	0,163	0,523	0,991

TABLE 4.10 – Echantillon Gris N°1 Sec : Valeurs de la perméabilité intrinsèque, du coefficient de Klinkenberg et du coefficient de Pearson R^2 évalués par interpolation linéaire, et comparaison avec le coefficient de Klinkenberg théorique entre 18°C et 200°C.

Cas de l'échantillon Gris N°-4L, long (80 mm) et partiellement saturé

Résultats de perméabilité apparente. La Fig. 4.26 permet de visualiser la variation de perméabilité apparente en fonction de la température de ce béton initialement partiellement saturé et de volume plus important que le précédent Gris N°1 (Sec), lors des deux premiers cycles de chauffage/refroidissement jusqu'à 60°C puis 105°C. Les deux courbes présentent la même tendance : K_{app} est relativement stable entre 20°C et 60°C, puis entre 20°C et 105°C. La perméabilité est légèrement plus faible lors du second cycle de chauffage, où la vitesse imposée est plus importante que lors du premier cycle. Ceci peut également s'interpréter comme une conséquence de la présence d'eau dans l'échantillon, qui peut se dilater plus ou moins facilement dans le matériau à la faveur d'un chauffage, et se redistribuer dans la porosité.

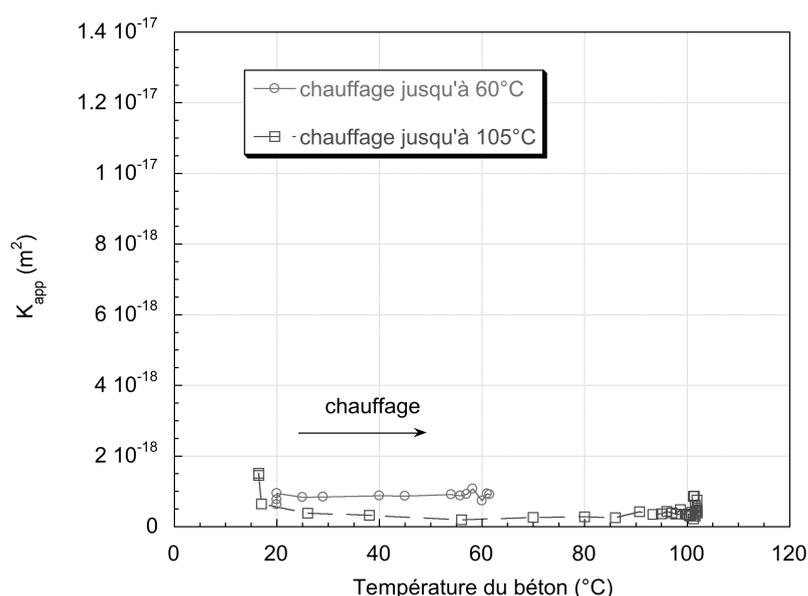


FIGURE 4.26 – Echantillon Gris N°-4L - Variation de la perméabilité apparente en fonction de la température du béton, lors des deux cycles de chauffage/refroidissement jusqu'à 60°C puis 105°C.

Quant à lui, le chauffage jusqu'à 200°C a duré deux journées et une nuit. La 1ère phase de 20°C→200°C a eu lieu pendant la 1ère journée ; la 2ème phase s'est faite à une température stabilisée de l'ordre de 190°C pendant toute la nuit (de 19h30 jusqu'au lendemain 8h) ; la 3ème phase, de 190°C→200°C, a eu lieu durant la 2ème journée, voir Fig. 4.27.

Phase 1 : chauffage de 20°C jusqu'à 200°C.

Le relevé des mesures du capteur de pression montre qu'à partir de 65°C (température du béton), le gaz ne peut plus passer au travers du le réseau poreux. En effet, la pression d'injection de gaz ne diminue plus, et on observe même qu'elle augmente petit à petit. En parallèle, des gouttes d'eau sortent de la tige de drainage de façon régulière. Le temps entre chaque goutte est de l'ordre de quelques secondes. La Fig. 4.28(a) permet de visualiser la perméabilité apparente K_{app} en fonction de la température lors de cette phase 1. On peut voir que la perméabilité K_{app} , déduite de la loi de Darcy, est nulle entre 65°C et 189°C, du fait que la pression de gaz augmente en amont de l'échantillon ($P_{moy} = 0$). On peut qualifier ce phénomène d'*effet bouchon*. Cela signifie que le gaz qui devrait percoler à travers le matériau poreux se trouve bloqué, très

certainement par l'eau contenue dans les pores (échantillon partiellement saturé), qui est expulsée sous forme de vapeur (ou de liquide) du côté aval de l'échantillon. A partir de 189°C, il y a une légère augmentation de la perméabilité apparente. Entre 190°C et 200°C, il y a encore un "effet bouchon" relatif, l'eau n'ayant pas eu le temps de s'évacuer complètement du réseau poreux.

On remarque que, lors du chauffage jusqu'à 105°C, il n'y a pas eu d'effet bouchon. En effet, lors du cycle jusqu'à 200°C, on a chauffé deux fois plus vite, voir Chapitre 2, aussi l'eau dans l'échantillon passe à l'état vapeur plus vite. Elle ne peut toutefois pas s'évacuer assez vite, d'où l'effet bouchon. Lors de son évacuation par le drainage supérieur, la vapeur d'eau se liquéfie probablement au contact de la tige de drainage en métal, d'où l'observation régulière de gouttes d'eau.

Phase 2 : température stabilisée autour de 190°C pendant toute une nuit.

Comme de l'eau sortait continûment de la tige de drainage, nous avons décidé de laisser l'essai sous confinement et à température constante pendant toute une nuit. Pour éviter que la pression de confinement ne diminue trop, on a fermé la vanne de réglage et stabilisé la température du béton autour de 190°C. On a rajouté un réservoir tampon de 6 litres pour assurer une pression d'injection de gaz autour de 1,5 MPa pendant le temps nécessaire. Pendant la nuit, à cause des variations de la température ambiante, la pression de confinement a toutefois augmenté de 5,4 MPa à 6,5 MPa. La Fig. 4.28(b) représente l'évolution de la température du béton et de l'huile pendant la nuit : on observe une chute ponctuelle de la température mesurée par le thermocouple au contact du béton, en même temps que des gouttes d'eau sortent régulièrement du dispositif. Ce processus se poursuit pendant plusieurs heures. La Fig. 4.28(a) montre qu'il y a une légère augmentation de la perméabilité apparente lors du maintien à 190°C, très certainement liée à la perte d'eau dans le réseau poreux. Par contre, l'augmentation de la pression de confinement (de 5,4 à 6,5MPa) ne semble pas avoir affecté notablement K_{app} .

Phase 3 : chauffage de 190°C jusqu'à 200°C.

La Fig. 4.28(a) permet également de visualiser la variation de perméabilité apparente en fonction de la température, pour l'ensemble des trois phases de chauffage. A partir de 190°C et jusqu'à 200°C, il y a une forte augmentation de la perméabilité apparente, jusqu'à ce qu'elle atteigne des valeurs de l'ordre de $1,7 \times 10^{-17} \text{m}^2$, et on n'observe plus d'évacuation de gouttes d'eau hors du dispositif. Nous en concluons que, lors de cette dernière phase, l'eau libre est suffisamment évacuée du réseau poreux pour qu'il n'y ait plus d'effet bouchon, et pour que l'effet de l'élargissement du réseau poreux soit notable sur K_{app} .

Résultats de perméabilité intrinsèque et de coefficient de Klinkenberg. La Fig. 4.29 présente les résultats obtenus pour l'échantillon Gris N°-4L. A température ambiante, on observe qu'il n'y a pas d'effet Klinkenberg, car la valeur de β calculée est négative. En effet, l'échantillon étant partiellement saturé, il y a encore de l'eau libre dans le réseau poreux, qui induit une perméabilité intrinsèque très faible, de l'ordre de 10^{-19}m^2 . On remarque également que plus la pression d'injection de gaz augmente ($1/P_m$ diminue), plus la quantité de gaz qui peut passer par le réseau poreux augmente, ce qui explique que l'on mesure une perméabilité apparente plus élevée. La valeur de $\beta_{(T_h)}$ étant calculée par rapport la valeur de β à la température ambiante, on n'aura pas accès à celle-ci pour la suite.

Après le premier cycle de chauffage/refroidissement à 60°C, à température ambiante, on observe qu'il n'y a toujours pas d'effet Klinkenberg, et que la perméabilité apparente augmente légèrement quand la pression d'injection de gaz augmente. A 105°C, il n'y a pas non plus d'effet Klinkenberg : la valeur de β calculée reste négative. Notre interprétation est que jusqu'à 105°C, il subsiste de l'eau libre dans le réseau poreux. Après refroidissement suite au chauffage à 105°C, on observe par contre qu'il y a un faible effet Klinkenberg : le coefficient Klinkenberg β est

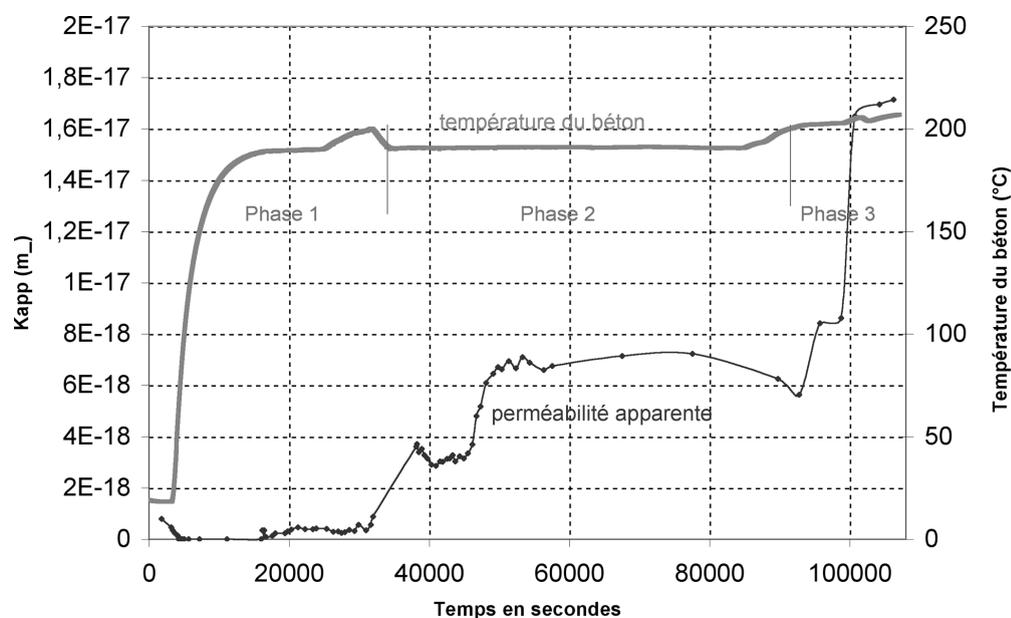


FIGURE 4.27 – Echantillon Gris N°-4L : Variation de la perméabilité apparente et de la température du béton en fonction du temps, lors du troisième cycle de chauffage/refroidissement jusqu'à 200°C (Phases 1, 2 et 3)

égal à 0,11MPa, et la perméabilité intrinsèque K_{int} vaut $6,29 \times 10^{-19} \text{m}^2$. On constate que les perméabilités à 105°C et après refroidissement sont du même ordre de grandeur (10^{-19}m^2). Après refroidissement, le coefficient de Klinkenberg β est très faible, et on ne peut pas conclure que le réseau poreux est notablement affecté. Nous estimons qu'il peut y avoir encore de l'eau dans le réseau, ce qui fait que très peu de gaz circule dans les pores (voir valeur faible de K_{int}), et on n'a pas d'effet Klinkenberg notable.

A 200°C, la perméabilité intrinsèque K_{int} vaut $7,88 \times 10^{-18} \text{m}^2$. Le béton, après avoir été chauffé à 200°C, est donc beaucoup plus perméable qu'à l'état initial. Le coefficient de Klinkenberg β est égal à 0,379MPa.

Les mesures de perméabilité apparente n'ont pas été faites après refroidissement, du fait de l'endommagement de la membrane protectrice en Viton.

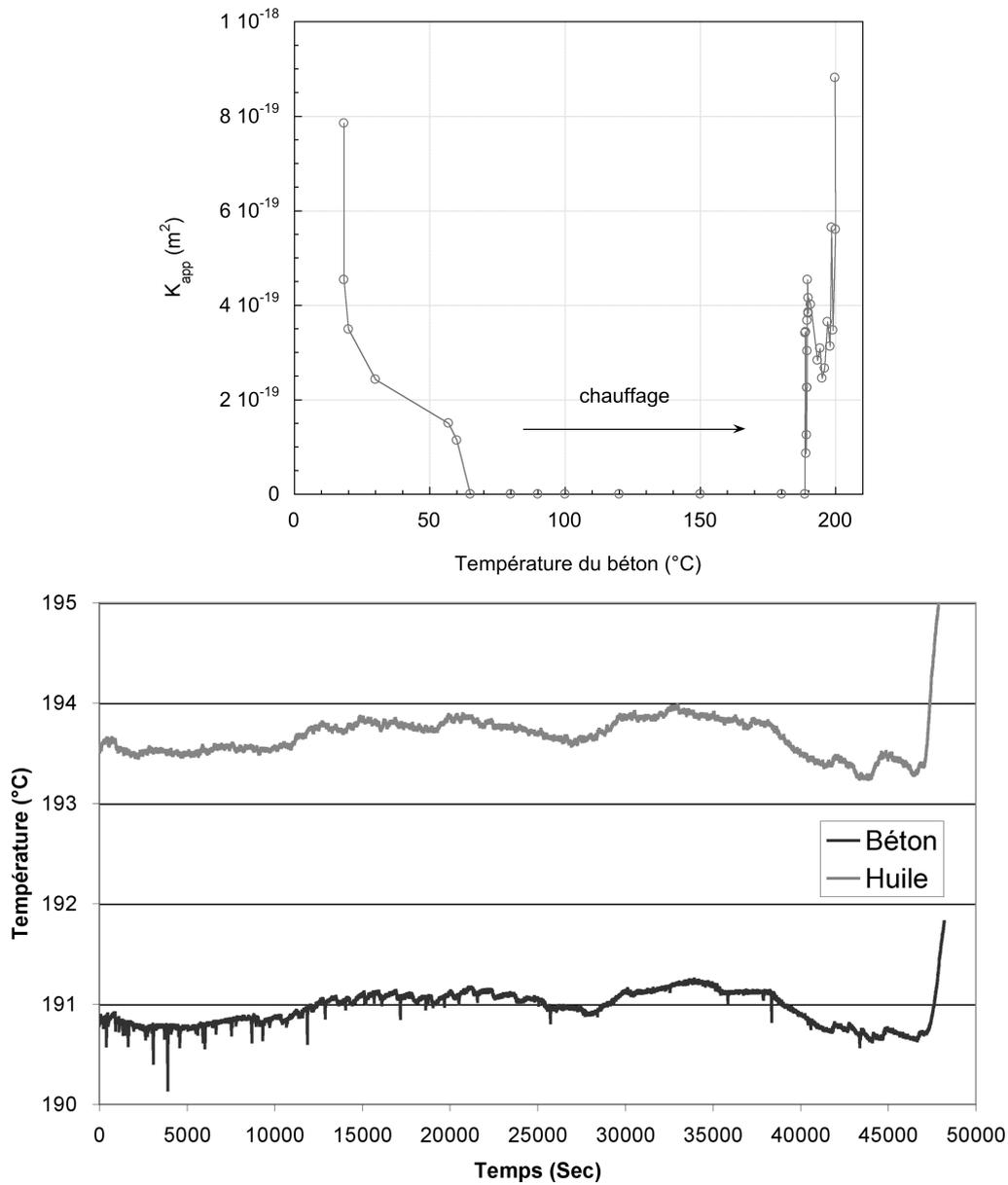


FIGURE 4.28 – Echantillon Gris N^o-4L - ZOOMS sur (a) : la perméabilité apparente en fonction de la température du béton lors du chauffage jusqu'à 200 $^{\circ}C$ (Phase 1); (b) : la température de l'huile et du béton autour de 190 $^{\circ}C$ (Phase 2), correspondant à l'évacuation de gouttes d'eau par le drainage supérieur.

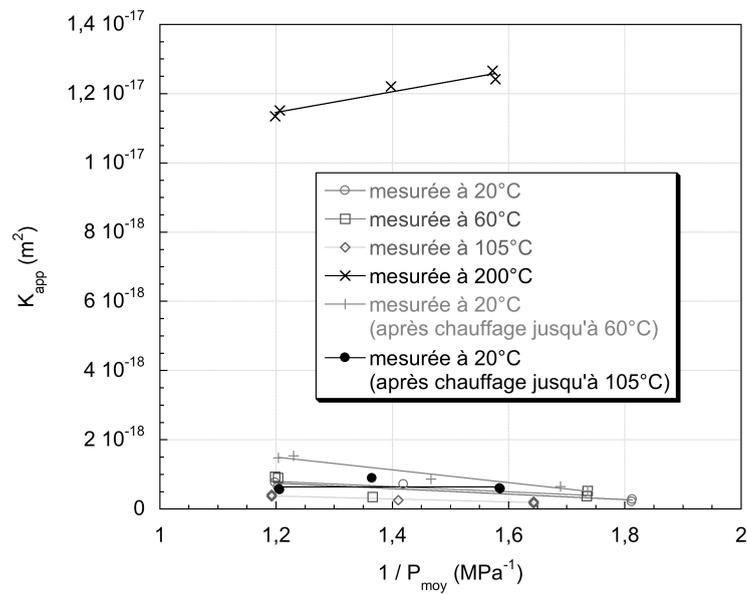


FIGURE 4.29 – Echantillon Gris N°-4L : Variation de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz, mesurée à $20^\circ C$, à $60^\circ C$, à $105^\circ C$ puis à $200^\circ C$.

Cas de l'échantillon Gris N^o-4C, court (40 mm) et partiellement saturé

Résultats de perméabilité apparente. La Fig. 4.30 permet de visualiser la variation de perméabilité apparente K_{app} en fonction de la température lors du seul cycle de chauffage jusqu'à 200°C de cet échantillon. A partir de 150°C (température du béton) et jusqu'à 180°C, le capteur de pression situé en amont de l'échantillon montre que le gaz ne peut plus passer par le réseau poreux. Comme pour l'échantillon Gris N^o-4L, la pression d'injection de gaz ne diminue plus, elle augmente même petit à petit, de sorte que $K_{app} = 0$. A partir de 120°C, des gouttes d'eau sortent de la tige de drainage; le temps entre deux gouttes est de l'ordre de quelques secondes. La Fig. 4.30 montre qu'à partir de 180°C, il y a une forte augmentation de la perméabilité apparente, jusqu'à atteindre des valeurs de l'ordre de $7 \times 10^{-18} \text{m}^2$. En fin de cycle, lorsque l'on revient à température ambiante, on remarque que la valeur de la perméabilité apparente reste beaucoup plus élevée par rapport à la valeur initiale.

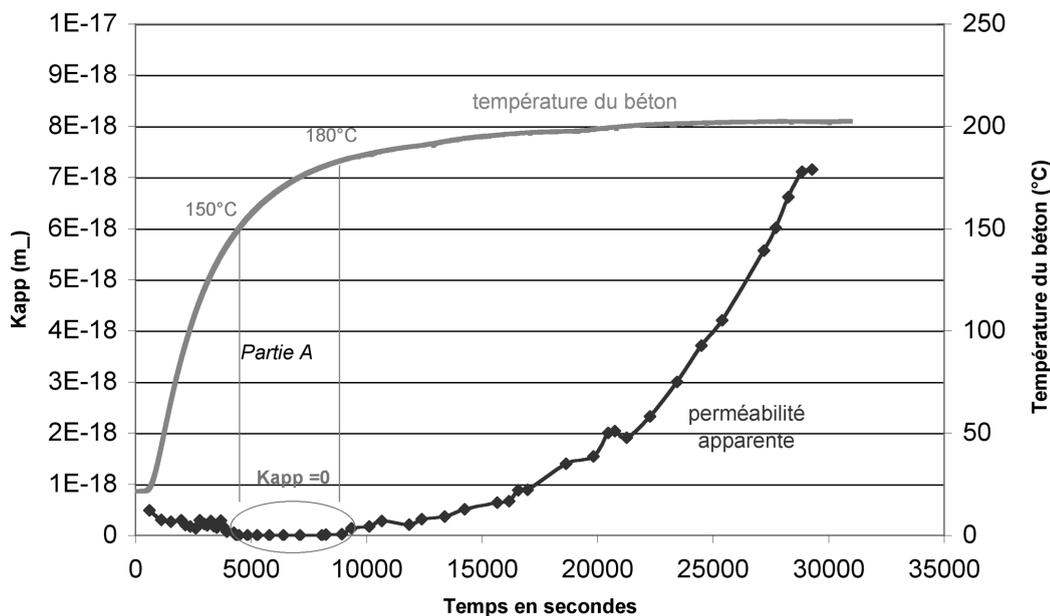


FIGURE 4.30 – Echantillon Gris N^o-4C - Variation de la perméabilité apparente en fonction de la température du béton lors du chauffage jusqu'à 200°C.

La masse de l'échantillon est mesurée avant et après le cycle de chauffage/refroidissement. Après essai, l'échantillon est replacé en étuve à 105°C, pour vérifier s'il contient encore de l'eau libre. Après 12 jours en étuve à 105°C, l'échantillon a perdu seulement 0,1g : on peut dire qu'il n'y avait plus réellement d'eau libre dans l'échantillon après chauffage jusqu'à 200°C, voir le Tableau 4.12.

Résultats de perméabilité intrinsèque et de coefficient de Klinkenberg. A température ambiante, on observe qu'il n'y a pas d'effet Klinkenberg, car la valeur de β calculée est négative, voir la Fig. 4.31. L'interprétation est la même que pour les essais précédents. On trouve une perméabilité apparente très faible, de l'ordre de 10^{-19}m^2 . Par contre, à 200°C, la perméabilité intrinsèque K_{int} vaut $3,98 \times 10^{-18} \text{m}^2$: cet échantillon, après avoir été chauffé à 200°C, est beaucoup plus perméable qu'à l'état initial. Le coefficient de Klinkenberg β est égal à 0,653MPa. Mais en l'absence d'effet Klinkenberg à température ambiante, on ne peut pas comparer ce résultat

avec $\beta_{(T_h)}$.

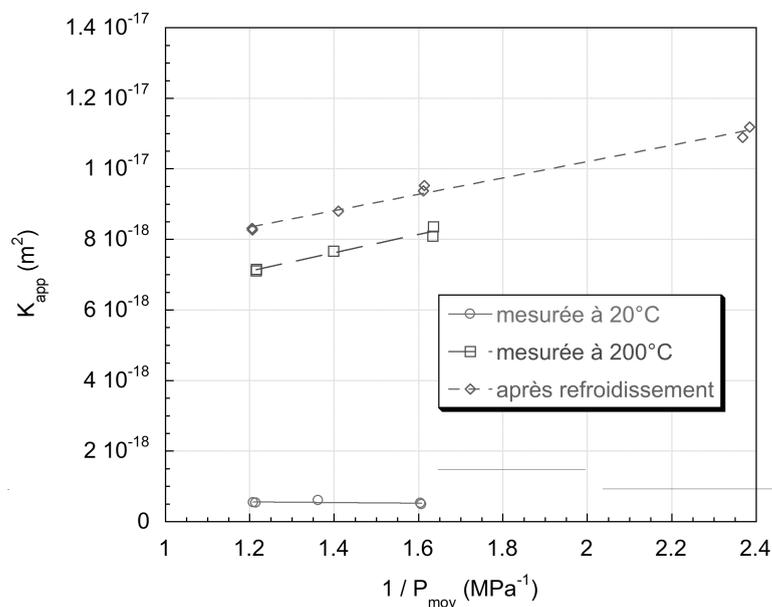


FIGURE 4.31 – Echantillon Gris N°-4C : Variation de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz, mesurée à 20°C, à 200°C puis à nouveau à 20°C après refroidissement.

Des mesures de perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg ont également été faites après refroidissement. On a utilisé quatre pressions d'injection de gaz (et non pas trois comme précédemment) : 1,5MPa, 1,2MPa, 1MPa et 0,6MPa. La perméabilité intrinsèque K_{int} après retour à 20°C vaut $5,57 \times 10^{-18} \text{m}^2$. Le coefficient de Klinkenberg β est égal à 0,417MPa. En comparant à la valeur de β à 200°C ($\beta = 0,653 \text{MPa}$), cela signifie que la taille du réseau poreux a augmenté après refroidissement, très certainement du fait de la contraction du squelette solide lors du refroidissement.

Cas de l'échantillon Rose N°-5C, court (40 mm) et partiellement saturé

Résultats de perméabilité apparente. La Fig. 4.32 permet de visualiser la variation de perméabilité apparente en fonction du temps et de la température. Il n'y a pas d'effet bouchon pendant l'essai, peut-être à la cause de sa plus grande porosité, qui représente 7,3 %, à comparer à $\phi_0 = 10\%$ pour le béton gris. La faiblesse de K_{app} jusqu'à 65°C (elle est de l'ordre de 10^{-19}m^2) implique une difficulté à mesurer avec davantage de précision la perméabilité réelle en régime quasi permanent. Pour mesurer plus précisément d'aussi faibles perméabilités, il faudrait passer à une technique de *pulse test* (connue au laboratoire mais impliquant un nouveau dispositif expérimental). A partir de 120°C , des gouttes d'eau sortent par intermittence de la tige de drainage. Il s'agit très probablement de vapeur d'eau issue de l'échantillon, qui se liquéfie au contact de la tige de drainage en métal. Par rapport au béton gris, les gouttes d'eau sortent moins fréquemment. A la fin de l'essai, il ne sort presque plus de gouttes d'eau. On note également sur la Fig. 4.32 que la perméabilité apparente ne varie pas significativement jusqu'à 150°C , mais qu'elle augmente fortement à partir de 165°C .

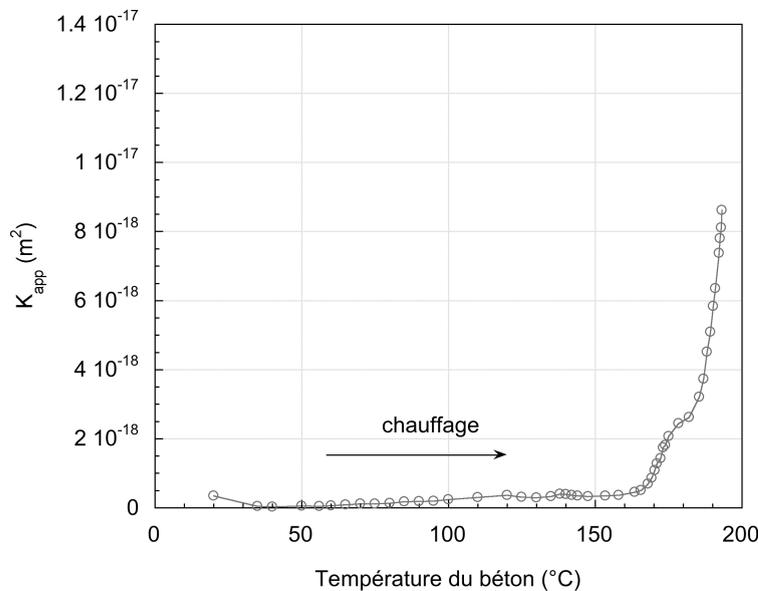


FIGURE 4.32 – Echantillon Rose N°-5C - Variation de la perméabilité apparente en fonction de la température du béton lors du chauffage jusqu'à 200°C .

Résultats de perméabilité intrinsèque et de coefficient de Klinkenberg. A température ambiante, on trouve que la perméabilité intrinsèque est très faible, de l'ordre de 10^{-19}m^2 , et que le coefficient de Klinkenberg β est égal à $0,289\text{MPa}$, voir la Fig. 4.33.

A 200°C , la perméabilité intrinsèque K_{int} vaut $4,22 \times 10^{-18}\text{m}^2$, voir la Fig. 4.33. Ce béton, lorsqu'il est chauffé à 200°C , est donc beaucoup plus perméable qu'à l'état initial. Le coefficient de Klinkenberg β est égal à $0,846\text{MPa}$, et il est plus élevé que $\beta_{(Th.)}$ qui vaut $0,513\text{MPa}$. Concernant ces valeurs qui témoignent d'une apparente diminution de la taille moyenne de pore, notre interprétation est que la dilatation des granulats avec la température a pu refermer des fissures ou des pores existant dans le squelette cimentaire du matériau [101].

En fin de cycle, lorsque nous revenons à température ambiante, la perméabilité apparente est

beaucoup plus élevée par rapport à la valeur initiale. La perméabilité intrinsèque K_{int} à 20°C vaut $6,55 \times 10^{-18} \text{m}^2$. Le coefficient de Klinkenberg β est égal à $0,365 \text{MPa}$: il correspond à une augmentation du rayon moyen du réseau poreux par rapport à 200°C , et, très probablement, à la contraction du squelette solide lors du refroidissement.

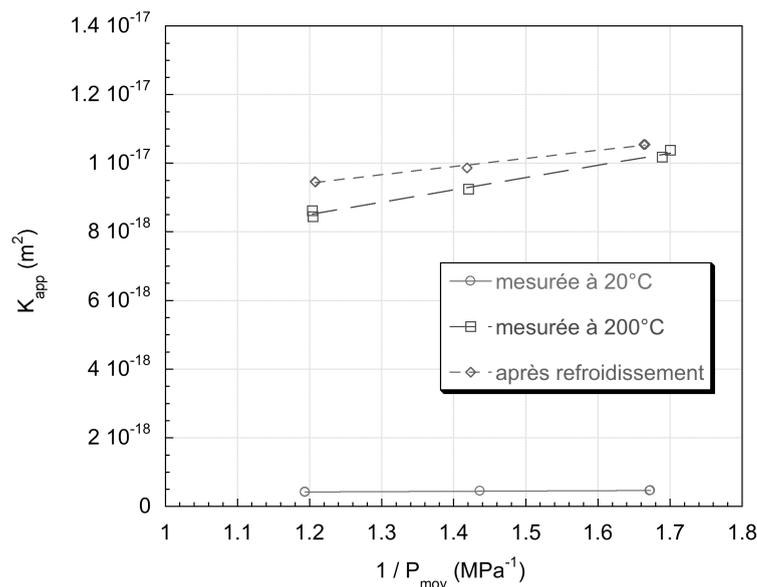


FIGURE 4.33 – Echantillon Rose N°-5C : Variation de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz, mesurée à 20°C , à 200°C puis à nouveau à 20°C (après refroidissement).

Cas de l'échantillon Rose N°-5L, long (80 mm) et partiellement saturé

Résultats de perméabilité apparente. La Fig. 4.34 permet de visualiser la variation de perméabilité apparente en fonction du temps et de la température. On observe un effet bouchon de façon nette (de 52°C à 192°C - température du béton). A partir de $128,5^{\circ}\text{C}$ (température du béton), des gouttes d'eau sortent de la tige de drainage. Nous observons également une tendance à l'augmentation de la perméabilité apparente à partir de 192°C et au-delà, marquée par quelques fluctuations. Nous estimons que les gouttes d'eau qui sortent de la tige de drainage perturbent légèrement la mesure de perméabilité.

Nous avons attendu 3 heures environ la stabilisation de la température à 200°C . On constate alors que la perméabilité apparente est beaucoup plus élevée par rapport à celle à l'état initial (avant chauffage) : elle est de l'ordre de 10^{-18}m^2 . Lors de l'essai, des gouttes d'eau sortaient encore de la tige de temps en temps, c'est-à-dire qu'il y avait encore de l'eau dans le réseau poreux (peut-être due la décomposition des C-S-H).

Résultats de perméabilité intrinsèque et de coefficient de Klinkenberg. A température ambiante, la perméabilité intrinsèque est très faible, de l'ordre de 10^{-19}m^2 . Comme il y a beaucoup d'eau dans le réseau poreux, le coefficient de Klinkenberg β est négatif, voir la Fig. 4.35. La perméabilité intrinsèque et le coefficient de Klinkenberg sont mesurés à stabilisation de la température à 200°C , après environ 3 heures. La Fig. 4.35 montre que le coefficient de

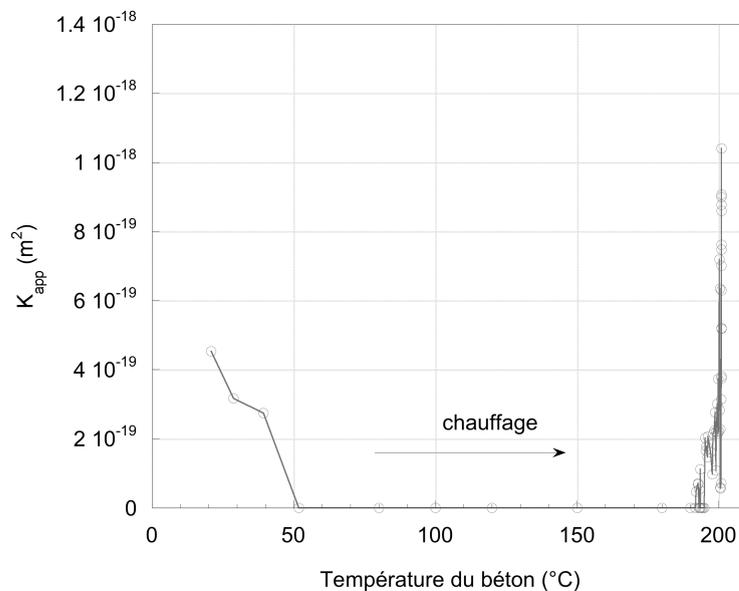


FIGURE 4.34 – Echantillon Rose N°-5L - Variation de la perméabilité apparente en fonction de la température du béton lors du chauffage jusqu'à 200°C.

Klinkenberg reste négatif, et que la perméabilité augmente légèrement avec la pression d'injection. Par contre, en fin de cycle, lorsque l'on revient à la température ambiante, la perméabilité intrinsèque est beaucoup plus élevée par rapport à la valeur initiale : K_{int} vaut $2,55 \times 10^{-18} m^2$. Le coefficient de Klinkenberg β est égal à 0,594MPa, mais il ne peut pas être comparé à d'autres valeurs obtenues pour cet échantillon.

Résumé des résultats obtenus : effet bouchon et effet Klinkenberg

Les principaux résultats de cette étude expérimentale sont les suivants :

- Pour le béton avec granulats roulés siliceux (BAP M60 Gar, dit "gris" ou Garonne), avec un échantillon long (longueur 80mm, diamètre 65mm), on n'observe un effet bouchon que pour une vitesse de chauffage imposée suffisamment élevée. En effet, on ne l'observe pas si on impose une consigne de chauffage de 20 à 105°C (vitesse de chauffage d'environ 1,35°C/min), par contre on l'observe très longuement (plusieurs heures) pour un chauffage allant directement de 20 à 200°C (vitesse de 3,74 °C/min). Sur ce béton gris, il n'y a pas d'effet de structure sur l'existence de l'effet bouchon : il existe même sur un échantillon beaucoup plus court (40mm de long et toujours 65mm de diamètre). Il dure également longtemps (plusieurs heures), voir le Tableau 4.11.
- Pour le béton avec granulats concassés calcaires (BAP M60 Bath, dit "rose" ou Bathonien), on n'observe un effet bouchon que pour l'échantillon long (80mm) lorsqu'on chauffe assez vite (3,74°C/min), mais il existe de façon nette (de 52°C à 192°C - température du béton) , voir le Tableau 4.11. Hormis la plus grande porosité de ce matériau par rapport au béton gris, une explication de l'absence d'effet bouchon sur l'échantillon court peut être liée à la présence de gros pores inattendus sur la carotte (bulles d'air de plusieurs mm de diamètre), qui permettent *a priori* aux fluides (eau

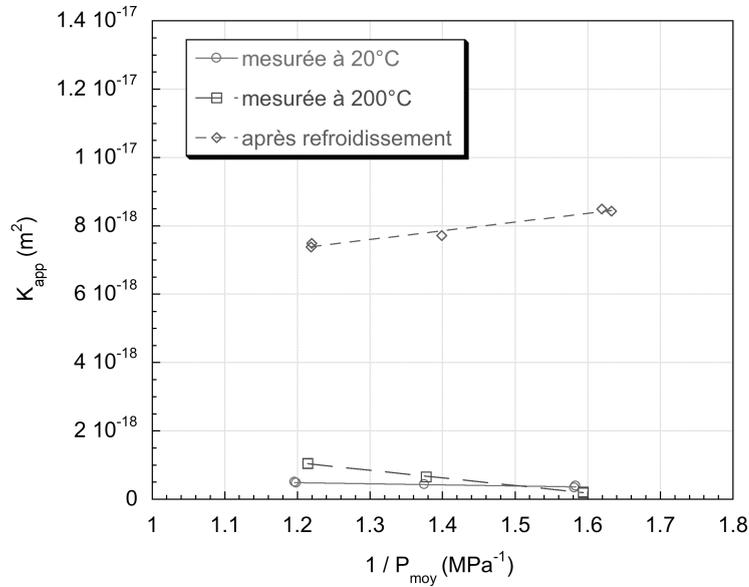


FIGURE 4.35 – Echantillon Rose N°-5L : Variation de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz, mesurée à 20°C, à 200°C, puis à nouveau à 20°C (après refroidissement).

vaporisée ou gaz) de passer à travers l'échantillon sans difficulté.

- La perméabilité intrinsèque augmente pour tous les échantillons, après un cycle de chauffage/refroidissement à 200°C, voir le Tableau 4.12. Suite à ce cycle, les échantillons étuvés à 105°C ne perdent plus de masse (moins de 1% de variation) : ils ont perdu toute leur eau libre lors du cycle à 200°C.
- Pour l'échantillon Gris N°1 (Sec), la valeur du coefficient de Klinkenberg β est plus petite que la valeur $\beta_{(Th.)}$ à 200°C, voir le Tableau 4.13. Cela signifie que le rayon poreux r augmente à chaud et donc que la microstructure est modifiée dans le sens d'une plus grande porosité ouverte. Pour les échantillons partiellement saturés, il n'y a pas d'effet Klinkenberg à la température ambiante, sauf pour l'échantillon court Rose-N°5C (qui présente une porosité plus importante). Pour cet échantillon également, la valeur de β à 200°C est plus grande que celle après refroidissement. Notre interprétation est que la dilatation des granulats à 200°C a pu refermer des fissures ou des pores existants dans le squelette solide du matériau. Cet effet existe également pour l'échantillon de béton court Gris - N°4C.

Echantillon	Etat initial	Longueur (mm)	Vitesse de chauffage maxi (°C/min)	Effet bouchon		
				T° début (°C)	T° fin (°C)	Durée
Gris N°1 (Gar)	Sec	58	4,05	150	175	1h 24 min
Gris-N°4C (Gar)	60 %HR	40	3,73	150	180	1h 30 min
Gris-N°4L (Gar)	60 %HR	80	3,74	65	189	3h
Rose-N°5C (Bath)	60 %HR	40	3,72	AUCUN		
Rose-N°5L (Bath)	60 %HR	80	3,73	52	192	4h 30 min

TABLE 4.11 – Etat initial et conditions de chauffage en lien avec l'apparition de l'effet bouchon.

Echantillon	K_{int} initial (m ²)	K_{int} final 200°C (m ²)	K_{int} après retour 20°C (m ²)	Eau libre résiduelle après essai (g)
Gris N°1 (Gar)	$6,62 \times 10^{-18}$	$2,59 \times 10^{-17}$	-	-
Gris-N°4L (Gar)	10^{-19}	$7,88 \times 10^{-18}$	-	-
Gris-N°4C (Gar)	10^{-19}	$3,98 \times 10^{-18}$	$5,57 \times 10^{-18}$	0,1
Rose-N°5C (Bath)	$3,12 \times 10^{-19}$	$4,22 \times 10^{-18}$	$6,55 \times 10^{-18}$	0,1
Rose-N°5L (Bath)	10^{-19}	10^{-18}	$2,55 \times 10^{-18}$	0,1

TABLE 4.12 – Valeurs de la perméabilité intrinsèque avant/après chauffage et masse d'eau libre résiduelle après essai.

Echantillon	β initial (MPa)	$\beta_{(Th.)}$ initial (MPa)	β final 200°C (MPa)	$\beta_{(Th.)}$ final 200°C (MPa)	β après retour à 20°C (MPa)	$\beta_{(Th.)}$ après retour à 20°C (MPa)
Gris N°1 (Gar)	0,292	0,292	0,163	0,523	Non mesuré	Non mesuré
Gris-N°4L (Gar)	Aucun	-	0,379	-	Non mesuré	-
Gris-N°4C (Gar)	Aucun	-	0,653	-	0,417	-
Rose-N°5C (Bath)	0,289	0,289	0,846	0,513	0,365	0,289
Rose-N°5L (Bath)	Aucun	-	Aucun	-	0,594	-

TABLE 4.13 – Valeurs du coefficient de Klinkenberg mesuré et du coefficient de Klinkenberg théorique avant/après chauffage.

Bibliographie

- [1] F. Agostini. *Inertage et valorisation des sédiments de dragage marins*. Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, France, 2006.
- [2] F. Agostini, Z. Lafhaj, F. Skoczylas, and H. Loosveldt. Experimental study of accelerated leaching on hollow cylinders of mortar. *Cement and Concrete Research*, 37 :71–78, 2007.
- [3] Y. Anderberg. Spalling phenomena of HPC and OC. In *Proceedings of International Workshop on Fire Performance of High-Strength Concrete*, pages 69–73. Nation Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, Md., 1997.
- [4] B.D. Barnes, S. Diamond, and W.L. Dolch. The contact zone between portland cement paste and glass aggregate surfaces. *Cement and Concrete Research*, 8(2) :233–243, 1978.
- [5] V. Baroghel-Bouny. *Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 1994.
- [6] J. Baron and R. Sauterey. *Le béton hydraulique : connaissance et pratique*. Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 1982.
- [7] Z.P. Bažant and M.F. Kaplan. *Dynamics of fluids in porous media*. Longman Group, England, 1996.
- [8] J. Bear. *Concrete at High Temperatures : Material Properties and Mathematical Models*. Dover Publication Inc., NY, 1988.
- [9] F. Benboudjema. *Modélisation des déformations différées du béton sous sollicitation biaxiales - Application aux enceintes de confinement de bâtiments réacteurs des centrales nucléaires*. Thèse de Doctorat de l'Université de Marne la Vallée, U.F.R. de Science et Technologies, Marne la Vallée, France, 2002.
- [10] M.A. Biot. General theory of three-dimensional consolidation. *Journal of Applied Physics*, 12 :155–164, 1941.
- [11] J. Bisschop and J.G.M. van Mier. How to study drying shrinkage microcracking in cement-based materials using optical and scanning electron microscopy. *Cement Concrete Research*, 32 :279–287, 2002.
- [12] M. D. Bolton. *A Guide to Soil Mechanics*. Macmillan, London (reprinted by Chung Hwa Books, and published by M.D. and K. Bolton in 1991, and 1998), 1979.
- [13] Lucien Borel and Daniel Favrat. *Thermodynamique et énergétique*. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Suisse, 814 pages, 2005.
- [14] N. Burlion. *Technique d'essai et caractérisation expérimentale*. in Comportement mécanique du béton, édité par G. Pijaudier-Cabot et J.M. Reynouard, Traité MIN, Hermès, Paris, 2002.

- [15] N. Burlion, N. Bourgeois, and J.F. Shao. Effects of desiccation on mechanical behaviour of concrete. *Cement Concrete Composites*, 27(3) :367–379, 2005.
- [16] M. Castellote, C. Alonso, C. Andrade, X. Turrillas, and J. Campo. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cement and Concrete Research*, 34 :1633–1644, 2004.
- [17] C. Castillo and A.J. Durrani. Effect of transient high temperature on high strength concrete. *American Concrete Institute (ACI) Materials Journal*, 35(1) :47–53, 1990.
- [18] X. T. Chen, C. A. Davy, F. Skoczylas, and M. Moranville. Poro-mechanical properties of heat-treated mortars under confinement. In *Creep, Shrinkage and Durability Mechanics of Concrete and Concrete Structures, Proceedings of the 8th International Conference CONCREEP 2008*, pages 999–1004. CRC Press, Taylor & Francis Group, 2008.
- [19] X. T. Chen, C. A. Davy, F. Skoczylas, and M. Moranville. Analysis of thermal damage effects on poroelastic property of cement-based materials. In *Poromechanics IV, Proceedings of the 4th Biot Conference on Poromechanics, Columbia University, New York*, pages 858–863. DEStech Publications, Inc., 2009.
- [20] X. T. Chen, C. A. Davy, F. Skoczylas, and J. F. Shao. Analyse micromécanique des propriétés poro-élastiques d’un matériau à matrice cimentaire après chauffage. *Congrès Français de Mécanique CFM’2009*, 2009.
- [21] X. T. Chen, C. A. Davy, F. Skoczylas, and J. F. Shao. Effect of heat-treatment and hydrostatic loading upon the poro-elastic properties of a mortar. *Cement and Concrete Research*, 39 :195–205, 2009.
- [22] X. T. Chen, C. A. Davy, F. Skoczylas, and J. F. Shao. Propriétés poro-élastiques d’un matériau à matrice cimentaire après chauffage - expérimentation et modélisation. *AUGC 2009 27^e Rencontres Universitaires de Génie Civil*, 2009.
- [23] X. T. Chen, C. A. Davy, F. Skoczylas, and J. F. Shao. Sur la création de porosité ouverte dans une matrice cimentaire suite à un chauffage - validation expérimentale. *Congrès Français de Mécanique CFM’2009*, 2009.
- [24] X. T. Chen, F. Robert, C. A. Davy, F. Skoczylas, and M. Moranville. Gas retention phenomenon in dry or partially-saturated concrete : permeability assessment. In *Thermo-Hydrromechanical and Chemical Coupling in Geomaterials and Applications, Proceedings of the 3rd International Symposium GeoProc 2008*, pages 151–159. J. Wiley & Sons, New York, 2008.
- [25] X. T. Chen, Th. Rougelot, C. A. Davy, W. Chen, F. Agostini, F. Skoczylas, and X. Bourbon. Experimental evidence of a moisture clog effect in cement-based materials under temperature. *Cement and Concrete Research, en 2^{eme} lecture*, 2009.
- [26] X. T. Chen, J. F. Shao, C. A. Davy, and F. Skoczylas. Elastoplastic modelling of cement based material and influence of temperature. *International Symposium on Plasticity 2009*, 2009.
- [27] X. T. Chen, J. F. Shao, C. A. Davy, and F. Skoczylas. Experimental and micro-mechanical analysis of heat-induced microcracks in mortar. *soumis à Cement and Concrete Composites*, 2009.
- [28] X. T. Chen, J. F. Shao, C. A. Davy, and F. Skoczylas. Experimental study and constitutive modelling of elastoplastic damage in heat-treated mortar. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, DOI : 10.1002/nag.805, 2009.

- [29] M. Choinska. *Effets de la température, du chargement mécanique et de leurs interactions sur la perméabilité du béton de structure*. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Nantes et l'Université de Nantes, France, 2006.
- [30] H. Claudot-Loosveldt. *Etude expérimentale des comportements hydraulique et poromécanique d'un mortier sain ou dégradé chimiquement*. Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, France, 2002.
- [31] The Chemical Rubber Publishing Company. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. 82nd ed., CRC Press, Boca Raton, FL, 2001.
- [32] G. Constantinides and F. J. Ulm. The nanogranular nature of C-S-H. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55 :64–90, 2007.
- [33] L. E. Copeland and J. C. Hayes. The determination of non-evaporable water in hardened cement paste. *ASTM Bulletin, cité par [Neville-96]*, 194 :70–74, 1953.
- [34] O. Coussy. *Mécanique des milieux poreux*. Ed. Technip, Paris, 1991.
- [35] O. Coussy. *Poromechanics*. J. Wiley & Sons, New York, 2004.
- [36] E. Dana. *Contribution à la caractérisation des écoulements biphasiques dans les matériaux poreux. Etude expérimentale sur trois grès*. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de l'Université de Lille I, France, 1999.
- [37] E. Dana and F. Skoczylas. Experimental study of two-phase flow in three sandstones. II. capillary pressure curve measurement and relative permeability pore space capillary models. *International Journal of Multiphase Flow*, 28(12) :1965–1981, 2002.
- [38] C. Davy, F. Skoczylas, J.-D. Barnichon, and P. Lebon. Permeability of macro-cracked argillite under confinement : gas and water testing. *Physics and Chemistry of the Earth*, 32 :pp. 667–680, 2007.
- [39] C. A. Davy, M. D. Bolton, and N. A. Fleck. The shearing behaviour of a sugar aggregate. *Acta Materialia*, 52 :3587–3601, 2004.
- [40] R. de Boer. Theoretical poroelasticity - a new approach. *Chaos, Solitons and Fractals*, 25 :861–878, 2005.
- [41] G. de Marsily. *Quantitative Hydrogeology*. Groundwater Hydrology for Engineers, Ed. Academic Press, New-York, 1986.
- [42] S. Diamond. Mercury porosimetry : An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, 30 :1517–1525, 2000.
- [43] U. Diederichs, U.M. Jumppanen, and V. Penttala. *Behaviour of high strength concrete at high temperature*. Espoo : Helsinki University of Technology, Report 92, 1983.
- [44] L. Dormieux, D. Kondo, and F.J. Ulm. *Microporomechanics*. Wiley & Sons Ed., 2006.
- [45] F.A.L. Dullien. *Porous media, fluid transport and pore structure*. 2nd edition, Academic Press, San Diego, 1992.
- [46] A. Elsharief, M. D. Cohen, and J. Olek. Influence of lightweight aggregate on the microstructure and durability of mortar. *Cement and Concrete Research*, 35 :1368–1376, 2005.
- [47] L. Montigny et F. Skoczylas. *Etude expérimentale de la perméabilité de bétons pour le CERIB*. rapport de contrat de recherches CERIB/EC Lille, juillet 2006.

- [48] F. Skoczylas et J.M. Fleureau. *GDR FORPRO, Benchmark Perméabilité sur mortier et argilite. Synthèse des résultats*. In : Actes du Colloque du GDR-FORPRO, 22-24 septembre, 2003.
- [49] Shao J. F., Jia Y., Kondo D., and Chiarelli A.S. A coupled elastoplastic damage model for semi-brittle materials and extension to unsaturated conditions. *Mechanics of materials*, 38 :218–232, 2006.
- [50] D. Hoxha F. Homand-Etienne and J.F. Shao. A continuum damage constitutive law for brittle rocks. *Computers and Geotechnics*, 22 :135–151, 1998.
- [51] D. Fabre and J. Gustkiewicz. Poroelastic properties of limestone and sandstones under hydrostatic conditions. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Science*, 34 :127–134, 1997.
- [52] M. C. R. Farage, J. Sercombe, and C. Gallé. Rehydration and microstructure of cement paste after heating at temperatures up to 300 degrees c. *Cement and Concrete Research*, 33 :1047–1056, 2003.
- [53] B. Fauchet. *Analyse poroplastique des barrages en béton et leurs fondations. Rôle de la pression interstitielle*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France, 1991.
- [54] R. F. Feldman and P. J. Sereda. A model for hydrated portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties. *Materials and Structures*, pages 509–519, 1968.
- [55] G. J. Fischer and M.S. Paterson. Dilatancy during rock deformation at high temperatures and pressures. *Geophysical Research*, 94 :17607–17617, 1989.
- [56] Y.F. Fu, Y.L. Wong, C.S. Poon, and C.A. Tang. Stress-strain behaviour of high-strength concrete at elevated temperature. *Magazine of Concrete Research*, 57, No. 9 :535–544, 2005.
- [57] Y.F. Fu, Y.L. Wong, C.S. Poon, C.A. Tang, and P. Lin. Experimental study of micro/macro crack development and stress-strain relations of cement-based composite materials at elevated temperatures. *Cement and Concrete Research*, 34 :789–797, 2004.
- [58] Y.F. Fu, Y.L. Wong, C.A. Tang, and C.S. Poon. Thermal induced stress and associated cracking in cement-based composite at elevated temperatures-Part II : thermal cracking around multiple inclusions. *Cement and Concrete Composites*, 26 :113–126, 2004.
- [59] K. Fuji and W. Kondo. Heterogeneous equilibrium of calcium silicate hydrate in water at 30°C. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 2 :645–651, 1981.
- [60] I. Gaweska-Hager. *Comportement à haute température des bétons à haute performance - évolution des principales propriétés mécaniques*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées/Ecole Polytechnique de Cracovie, France, 2004.
- [61] D. Gawin, C. E. Majorana, and B. A. Schrefler. Numerical analysis of hygro-thermal behaviour and damage of concrete at high temperature. *Mechanics of Cohesive-Frictional Materials*, 4 :37–74, 1999.
- [62] D.T. Griggs, F.J. Turner, and H. C. Heard. Deformation of rocks at 500 to 800 °C. *Rock deformation, The Geological Society America*, 79, 1960.
- [63] E. Guyon, J.P. Hulon, L. Petit, and P.-G. de Gennes. *Hydrodynamique physique*. EDP Sciences, CNRS Editions, 2001.

- [64] T.A. Hammer, H. Justnes, and S. Smeplass. *A concrete technological approach to spalling during fire*. Paper presented at a Nordic mini-seminar, SINTEF-report no. STF65 A89036, Trondheim, 1989.
- [65] D.J. Hart and H.F. Wang. A single test method for determination of poroelastic constants and flow parameters in rocks with low hydraulic conductivities. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Science*, 38 :577–583, 2001.
- [66] T. Hastié, R. Tibshirani, and J. Friedman. The Elements of Statistical Learning : Data Mining, Influence and Prediction. In *Springer, NY.*, 2003.
- [67] Ulrich Häussler-Combe and J. Hartig. Formulation and numerical implementation of a constitutive law for concrete with strain-based damage and plasticity. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 43 :399–415, 2008.
- [68] H. C. Heard. Transition from brittle fracture to ductile flow in solenhofen limestone as a function of temperature, confining pressure, and intersitial fluid pressure. *Rock deformation, The Geological Society America*, 79, 1960.
- [69] N. Hearn. Effect of shrinkage and load-induced cracking on water permeability of concrete. *ACI Material J.*, 96(2) :234–241, 1999.
- [70] N. Hearn and G. Lok. Measurement of permeability under uniaxial compression - A test method. *ACI Material J.*, 95 :691–694, 1998.
- [71] F. H. Heukamp and F.-J. Ulm and J. T. Germaine. Poroplastic properties of calcium-leached cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, 33 :1155–1173, 2003.
- [72] F. Homand. Comportement mécanique des roches en fonction de la température. In *Editions de la Fondation Scientifique de la Géologie et de ses Applications*, 1986.
- [73] F. Homand, J.F. Shao, A. Giraud, C. Auvray, and D. Hoxha. Pétrofabrique et propriétés mécaniques des argilites. *C.R. Geoscience*, 338(12-13) :882–891, 2006.
- [74] M. Husem. The effects of high temperature on compressive and flexural strengths of ordinary and high-performance concrete. *Fire Safety Journal*, 41 :155–163, 2006.
- [75] P. Jamet, A. Millard, and G. Nahas. Triaxial behaviour of a micro-concrete complete stress-strain for confining from 0 to 100mpa. *Proc. of International Conference on Concrete under Multiaxial Conditions, Presses de l'Université Paul Sabatier, Toulouse*, 36 :17–30, 1986.
- [76] H. M. Jennings. A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste. *Cement and Concrete Research*, 30(1) :101–116, 2000.
- [77] H. M. Jennings. Refinements to colloid model of C-S-H in cement : CM-II. *Cement and Concrete Research*, 38 :275–289, 2008.
- [78] Y. Jia. *Contribution à la modélisation thermo-hydro-mécanique des roches partiellement saturées : application au stockage des déchets radioactifs*. Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, France, 2006.
- [79] J.W. Ju. On energy based coupled elastoplastic damage theories : constitutive modeling and computational aspects. *Int. J. Solids Structures*, 25(7) :803–833, 1989.
- [80] R. Kherbouche. *Etude du comportement poro-élasto-plastique de la craie*. Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, France, 1994.
- [81] L.J. Klinkenberg. The permeability of porous media to liquids and gases. *API Drilling and Production Practices*, pages 200–213, 1941.

- [82] V. K. R. Kodur and L. T. Phan. Critical factors governing the fire performance of high-strength concrete systems. *Fire Safety Journal*, to appear, 2007.
- [83] J. A. Larbi. Microstructure of the interfacial zone around aggregate particles in concrete. *Heron*, 38(1) :1–69, 1993.
- [84] F. Lea. *The Chemistry of Cement and Concrete*. J.Wiley & Sons Ed., 1998.
- [85] P. Lebon and B. Mouroux. Knowledge of the three french underground laboratory sites. *Engineering Geology*, 52 :pp. 251–256, 1999.
- [86] J. Lemaitre and J.-L. Chaboche. *Mécanique des matériaux solides*. 2e edition, Dunod Ed., Paris, 1988.
- [87] Ch. Lempp, O. Bayer, and D.H. Welte. The effect of temperature on rock mechanical properties and fracture mechanisms in source rocks. *Experimental results, Eurock 94*, pages 147–154, 1994.
- [88] M. Lion. *Influence de la température sur le comportement poromécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier. Etudes expérimentales*. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lille, France, 2004.
- [89] M. Lion, F. Skoczylas, Z. Lafhaj, and M. Sersar. Experimental study on a mortar. Temperature effects on porosity and permeability. Residual properties or direct measurements under temperature. *Cement and Concrete Research*, 35 :1937–1942, 2005.
- [90] M. Lion, F. Skoczylas, and B. Ledésert. Determination of the main hydraulic and poro-elastic properties of a limestone from Bourgogne, France. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Science*, 41 :915–925, 2004.
- [91] M. Lion, F. Skoczylas, and B. Ledésert. Effects of heating on the hydraulic and poroelastic properties of Bourgogne limestone. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Science*, 42 :508–520, 2005.
- [92] H. Loosveldt, Z. Lafhaj, and F. Skoczylas. Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar. *Cement and Concrete Research*, 32 :1357–1363, 2002.
- [93] A. Loukili, A. Khelidj, and P. Richard. Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogenous shrinkage of ultra-high-strength concrete. *Cement and Concrete Research*, 29 :577–584, 1999.
- [94] B.M. Luccioni, M.I. Figueroa, and R.F. Danesi. Thermo-mechanic model for concrete exposed to elevated temperatures. *Engineering Structures*, 25 :729–742, 2002.
- [95] J. Mazars. *Application de la mécanique de l'endommagement non linéaire et à la rupture du béton de structure*. Thèse de doctorat, ENS Cachan/Paris VI University, France, 1984.
- [96] A. Menou. *Etude du comportement thermomécanique des bétons à haute température : approche multi échelles de l'endommagement thermique*. Thèse de doctorat de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2004.
- [97] H. Meziani and F. Skoczylas. An experimental study of the mechanical behaviour of a mortar and of its permeability under deviatoric loading. *Materials and Structures*, 32 :403D409, 1999.
- [98] C. Mian and C. Zhida. Effective stress laws for multi-porosity media. *Applied Mathematics and Mechanics, English Edition*, 20(11) :1207–1213, 1999.

- [99] J. G. M. Van Mier. *Strain softening of concrete under multiaxial loading conditions*. Thèse de Doctorat, Université Technologique d'Eindhoven, Pays Bas, 1984.
- [100] J. G. M. Van Mier. Framework for a generalized four-stage fracture model of cement-based materials. *Engineering Fracture Mechanics*, 75 :5072–5086, 2008.
- [101] L. Montigny. *Etude de la perméabilité de matériaux cimentaires sous température*. Rapport de Mastère Recherche, Ecole Centrale de Lille, juin 2006.
- [102] G. Mounajed and W. Obeid. *Modélisation du comportement thermo-hygro-mécanique des bétons à hautes températures*. Rapport intermédiaire pour le livre BHP 2000, document MOCAD, 2001.
- [103] P. Mounanga. *Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques*. Thèse de doctorat de l'Université de Nantes, 2003.
- [104] T. Mura. *Micromechanics of defects in solids*. Second, revised edition, Martinus Nijhoff Publishers, 1987.
- [105] K. W. Nasser and H.M. Marzouk. Properties of mass concrete containing fly ash at high temperatures. *American Concrete Institute (ACI) Materials Journal*, 76 :537–550, 1979.
- [106] S. Nemat-Nasser and M. Hori. *Micromechanics : overall properties of heterogeneous materials*. North-Holland, Amsterdam, The Netherlands, 1993.
- [107] A. M. Neville. *Properties of Concrete*. Wiley & Sons, 4th Ed., 1996.
- [108] A. Noumowé. *Effet des hautes températures (20-600° C) sur les bétons, cas particulier du béton à hautes performances*. Thèse de doctorat, 1995.
- [109] A. N. Noumowé, R. Siddique, and G. Debicki. Permeability of high-performance concrete subjected to elevated temperature (600°c). *Construction and Building Materials*, 23 :1855–1861, 2009.
- [110] A.N. Noumowe, P. Clastres, G. Debicki, and J.L. Costaz. Transient heating effect on high strength concrete. *Nuclear Engineering and Design*, 166 :99–108, 1996.
- [111] A. Nur and J. D. Byerlee. An exact effective stress law for elastic deformation of rock with fluids. *J. Geophys. Res.*, 76(26) :6414–6419, 1971.
- [112] V. A. Papathanasopoulou, D. I. Fotiadis, G. Foutsitzi, and C. V. Massalas. A poroelastic bone model for internal remodeling. *International Journal of Engineering Science*, 40 :511–530, 2002.
- [113] G.F. Peng. *Evaluation of fire damage to high performance concrete*. PhD thesis, The Hong Kong Polytechnic University, Hong Kong, 1999.
- [114] V. Pensée, D. Kondo, and L. Dormieux. Micromechanical analysis of anisotropic damage in brittle materials. *J. Engng. Mech.*, ASCE 128(8) :889–897, 2002.
- [115] L. T. Phan and N. J. Carino. Fire performance of high strength concrete : research needs. In *Proceedings of the Advanced Technology in Structural Engineering, ASCE/SEI Structures Congress, Philadelphia, M. Elgaali Ed.*, 2000.
- [116] J. Piasta. Heat deformations of cement phases and microstructures of cement paste. *Materials and Structures : research and testing*, RILEM 17(102) :415–420, 1984.
- [117] S. Pietruszczak, J. Jing, and F.A. Mirza. An elastoplastic constitutive model for concrete. *Int. J. Solids & Structures*, 24 (7) :705–722, 1988.

- [118] J.R. Rice and M.R. Cleary. Some basic stress-diffusion solutions for fluid-saturated elastic porous media with compressible constituents. *Rev Geophys*, 14 :227–241, 1976.
- [119] I. G. Richardson. The nature of the hydration products in hardened cement pastes. *Cement & Concrete Composites*, 22 :97–113, 2000.
- [120] I. G. Richardson. The calcium silicate hydrates. *Cement & Concrete Research*, 38 :137–158, 2008.
- [121] M. Rossler and I. Odler. Investigations on the relationship between porosity, structure and strength of hydrated portland cement pastes. 1. effect of porosity. *Cement & Concrete Research*, 15(2) :320–330, 1985.
- [122] R.S. Rostasy, R. Weiss, and G. Wiedemann. Changes of pore structure of cement mortar due to temperatures. *Cement and Concrete Research*, 10 :157–164, 1980.
- [123] T. Rougelot. *Etude expérimentale multi-échelles des couplages hydriques, mécaniques et chimiques dans les matériaux cimentaires*. Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, France, 2008.
- [124] E.H. Rutter. The influence of temperature, strain rate and interstitial water in the experimental deformation of calcite rocks. *Tectonophysics*, 22 :311–334, 1974.
- [125] S.A. Salih. *Permeability and pore structure of cementitious composites*. Thèse de Doctorat, University of Sheffield, 1987.
- [126] J. Sanahuja, L. Dormieux, and G. Chanvillard. Modelling elasticity of a hydrating cement paste. *Cement & Concrete Research*, 37 :1427–1439, 2007.
- [127] K. Scrivener. Backscattered electron imaging of cementitious microstructures : understanding and quantification. *Cement & Concrete Composites*, 26 :935–945, 2004.
- [128] K. Scrivener, A. K. Crumbie, and P. Laugesen. The interfacial transition zone (itz) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface Science*, 12 :411–421, 2004.
- [129] J.F. Shao. Poroelastic behaviour of brittle rock materials with anisotropic damage. *Mechanics of Materials*, 30 :41–53, 1998.
- [130] J.F. Shao, D. Hoxha, M. Bart, F. Homand, G. Duveau, M. Souley, and N. Hoteit. Modelling of induced anisotropic damage in granite. *Int. J. of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 36 :1001–1012, 1999.
- [131] J.F. Shao and J.W. Rudnicki. A microcrack-based continuous damage model for brittle materials. *Mechanics of materials*, 32(10) :607–619, 2000.
- [132] M. Sibai. *Etude de l'interaction fluide squelette dans les roches ; méthodes expérimentales et modélisations*. Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, France, 1990.
- [133] M. Sibai, L. Dormieux, V. Pensée, and D. Kondo. Effets de la microfissuration en poroélasticité des roches : étude expérimentale et analyse théorique. In *Proceedings of the 16th French Mechanics Congress (CFM)*, 2003.
- [134] R. Sierra. *Contribution à l'étude de l'hydratation des silicates calciques hydrauliques*. Rapport de recherche N 39, Laboratoire des Ponts et Chaussées, France, 1974.
- [135] F. Skoczylas, N. Burlion, and I. Yurtdas. About drying effects and poro-mechanical behaviour of mortars. *Cement and Concrete Composites*, 29 :383–390, 2007.
- [136] F. Skoczylas and H. Meziani. Variation de la perméabilité d'un mortier sous charge déviatorique. *AUGC Durabilité des géomatériaux GEO*, pages 101–110, 1999.

- [137] T. H. Smit, J. M. Huyghe, and S. C. Cowin. Estimation of the poroelastic parameters of cortical bone. *Journal of Biomechanics*, 35 :829–835, 2002.
- [138] T. Sugiyama, T.W. Bremner, and T.A. Holm. Effect of stress on gas permeability in concrete. *ACI Materials Journal*, 93(5) :443– 450, 1996.
- [139] RILEM TC14-CPC. Modulus of elasticity of concrete in compression (cpc8). *Materials and Structure*, 6(30), 1972.
- [140] P. D. Tennis and H. M. Jennings. A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 30(6) :855–863, 2000.
- [141] J. M. Torrenti. *Comportement multiaxial du béton : aspects expérimentaux et modélisation*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, France, 1987.
- [142] J. M. Torrenti, L. Granger, M. Diruy, and P. Genin. Modélisation du retrait du béton en ambiance variable. *Revue Française de Génie Civil*, 1(4) :687–698, 1997.
- [143] J.M. Torrenti, O. Didry, J.P. Ollivier, and F. Plas. *La dégradation des bétons*. Paris : Editions Hermes, 2000.
- [144] J.M. Torrenti, V.H. Nguyen, H. Colina, F. Le Maou, F. Benboudjema, and F. Deruyelle. Coupling between leaching and creep of concrete. *Cement and Concrete Research*, 38(6) :816–821, 2008.
- [145] M. Tsimbrovska. *Dégradation des bétons à hautes performances soumis à des températures élevées, évolution de la perméabilité en liaison avec la microstructure*. Thèse de Doctorat, Université de Grenoble, France, 1998.
- [146] S. Tsivilis, J. Tsantilas, G. Kakali, E. Chaniotakis, and A. Sakellariou. The permeability of portland limestone cement concrete. *Cement and Concrete Research*, 33 :1465–1471, 2003.
- [147] T. Turgay, H. O. Köksal, Z. Polat, and C. Karakoç. Stress-strain model for concrete confined with cfrp jackets. *Materials and Design, in Press*, 2008.
- [148] F. J. Ulm, G. Constantinides, and F. H. Heukamp. Is concrete a poromechanics materials? A multiscale investigation of poroelastic properties. *Materials and Structures/Concrete Science and Engineering*, 37 :43–58, 2004.
- [149] J. Červenka and V. K. Papanikolaou. Three dimensional combined fracture-plastic material model for concrete. *International Journal of Plasticity*, 24 :2192–2220, 2008.
- [150] K.J. Willam and E.D. Warnke. Constitutive model for the triaxial behaviour of concrete. *Proc. Int. Ass. For Bridge and Struct. Engng*, 19, ISMES, Bergamo :174–186, 1975.
- [151] J. Xiao and H. Falkner. On residual strength of high-performance concrete with and without polypropylene fibres at elevated temperatures. *Fire Safety Journal*, 41 :115–121, 2006.
- [152] Y. Xu, Y.L. Wong, C.S. Poon, and M. Anson. Influence of PFA on cracking of concrete and cement paste after exposure to high temperatures. *Cement & Concrete Research*, 33 :2009–2016, 2003.
- [153] I. Yurtdas. *Couplage comportement mécanique et dessiccation des matériaux à matrice cimentaire : étude expérimentale sur mortiers*. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lille, France, 2003.

- [154] I. Yurtdas, N. Burlion, and F. Skoczylas. Triaxial mechanical behaviour of mortar : effects of drying. *Cement and Concrete Research*, 34 :1131–1143, 2004.
- [155] G. P. Zairaisky and V. N. Balashov. *Compressibility of Sandstones*. Amsterdam, Elsevier, 1991.
- [156] H. Zhou, Y. Jia, and J. F. Shao. A unified elastic-plastic and viscoplastic damage model for quasi-brittle rocks. *International Journal of Rock and Mining Sciences*, 45 :1237–1251, 2008.
- [157] R. W. Zimmerman. Discussion of : The constitutive theory for fluid-filled porous materials, by N. Katsube. *ASME Journal of Applied Mechanics*, 52(4) :983, 1985.
- [158] R. W. Zimmerman. *Compressibility of sandstones*. Elsevier, Amsterdam, The Netherlands, 1991.
- [159] R.W. Zimmerman. Coupling in poroelasticity and thermoelasticity. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Science*, 37 :79–87, 2000.

Effets d'un traitement thermique sur le comportement mécanique et poro-mécanique de matériaux cimentaires – propriétés hydrauliques et changements morphologiques

Cette thèse a permis d'évaluer l'effet des changements de morphologie d'un matériau cimentaire soumis à un traitement thermique jusqu'à $T (\leq 400^{\circ}\text{C})$. Pour cela, nous avons caractérisé expérimentalement le comportement mécanique (en compression uniaxiale, compression hydrostatique avec ou sans déviateur), poro-mécanique (modules d'incompressibilité K_b , K_s et coefficient de Biot b) et hydraulique (perméabilité au gaz), d'un mortier modèle $E/C=0,5$ suite à un cycle de chauffage/refroidissement. Les essais mécaniques multiaxiaux sont couplés aux mesures de perméabilité, qui servent d'indicateur de la progression de la fissuration du matériau sous contrainte. Nous avons également mis au point un essai original, permettant de quantifier le volume de l'espace poreux interconnecté sous chargement hydrostatique P_c . La création de porosité occluse sous l'effet d'un accroissement du confinement est confirmée, et ainsi la diminution de la rigidité de la matrice solide K_s avec P_c après traitement thermique $T > 200^{\circ}\text{C}$. Nous avons également identifié un effet bouchon (aucun passage de gaz) lors d'un chargement couplé, thermique et en compression hydrostatique du mortier mais aussi de bétons industriels (CERIB et ANDRA). Afin d'analyser l'évolution des propriétés mécaniques et poro-élastiques après traitement thermique, un modèle prédictif thermo-élasto-plastique avec endommagement isotrope et une approche micro-mécanique descriptive, intégrant la présence de micro-fissures, y sont couplés.

Mots clés : mortier, traitement thermique, micro-fissuration, poro-élasticité, perméabilité

Effect of heat treatment upon the mechanical and poro-mechanical behaviour of cement-based materials - hydraulic properties and morphological changes

This work investigates the effects of morphological changes of a cement-based material subjected to heat treatment (up to 400°C). For a model $W/C=0.5$ mortar, we have characterized experimentally hydraulic behaviour (gas permeability), mechanical behaviour (in uniaxial compression, hydrostatic compression with or without deviatoric stress) and poro-mechanical behaviour (incompressibility moduli K_b , K_s and Biot's coefficient b) after a heating/cooling cycle. We have also developed an original experiment aimed at quantifying the accessible pore space volume under hydrostatic compression. The creation of occluded porosity under high confinement is confirmed, which justifies the observed decrease of solid matrix rigidity K_s under high confinement. A gas retention phenomenon was identified under simultaneous thermal and hydrostatic loadings for mortar, and industrial concretes (provided by CERIB and ANDRA). A predictive thermo-elasto-plastic model with isotropic damage and a micro-mechanical approach, which represents micro-cracking, are coupled in order to analyze or predict the evolution of mechanical and poro-elastic properties after heat cycling.

Key words: mortar, heat treatment, micro-cracking, poro-elasticity, permeability