



HAL
open science

Etude des propriétés thermiques et mécaniques des bétons isolants structuraux incorporant des cénosphères

Siyimane Mohaine

► **To cite this version:**

Siyimane Mohaine. Etude des propriétés thermiques et mécaniques des bétons isolants structuraux incorporant des cénosphères. Génie civil. École centrale de Nantes, 2018. Français. NNT : 2018ECDN0030 . tel-02097989

HAL Id: tel-02097989

<https://theses.hal.science/tel-02097989>

Submitted on 12 Apr 2019

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

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

THESE DE DOCTORAT DE

L'ÉCOLE CENTRALE DE NANTES
COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

ECOLE DOCTORALE N° 602
Sciences pour l'Ingénieur
Spécialité : Génie Civil

Par

Siyimane MOHAINE

Etude des propriétés thermiques et mécaniques des bétons isolants structurels incorporant des cénosphères

Thèse présentée et soutenue à l'Ecole Centrale de Nantes, le 19 Octobre 2018
Unité de recherche : Génie Civil et Mécanique, UMR CNRS 6183

Composition du Jury :

Président du Jury

Albert NOUMOWE

Professeur, Université de Cergy-Pontoise

Rapporteurs

Eric GARCIA-DIAZ
Karim AIT-MOKHTAR

Professeur, Ecole des Mines d'Alès
Professeur, Université de la Rochelle

Examinatrices

Siham KAMALI-BERNARD
Fabienne ROBERT

Maître de conférences HDR, INSA Rennes
Docteur, CERIB

Directeur de thèse

Ahmed LOUKILI

Professeur, Ecole Centrale de Nantes

Co-directeur

Frédéric GRONDIN

Professeur, Ecole Centrale de Nantes

Invitée

Estelle BREILLAT

Directrice Qualité-Développement, Edycem

« Bref, les développements scientifiques actuels sur ce matériau [le béton] que tant croyaient si teinté d'archaïsme il y a quelques décennies sont en train de bouleverser, et bouleverseront plus encore les résultats économiques, esthétiques, sociaux et environnementaux de l'acte de construire. L'énorme marché mondial des seules constructions courantes consomme annuellement 90 % du béton produit. Sur le marché, l'appropriation par les constructeurs des possibilités qu'offrent toutes les nouvelles performances de ces bétons actuels et futurs commence à se traduire, et va se traduire plus encore dès la prochaine décennie, par la réalisation de constructions très porteuses de développement durable »

Professeur Yves MALIER
Préface du Grand Livre des Bétons

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES	3
REMERCIEMENTS.....	7
INTRODUCTION GENERALE.....	9
1. TRANSFERTS DE CHALEUR DANS LES MATERIAUX CIMENTAIRES.....	15
1.1. Modes de transfert de chaleur.....	15
1.1.1. Transfert conductif.....	15
1.1.2. Transfert convectif.....	18
1.1.3. Transfert radiatif.....	18
1.2. Transferts de chaleur dans les milieux poreux.....	19
1.3. Méthodes de mesure de la conductivité thermique	20
1.3.1. Mesures en régime stationnaire.....	20
1.3.2. Mesures en régime transitoire.....	21
1.4. Influence des paramètres de formulation	22
1.4.1. Granulats.....	23
1.4.2. Matrice cimentaire.....	25
1.4.3. Teneur en eau et température	26
1.5. Bilan.....	28
2. LES PONTS THERMIQUES : IMPACT DE LA SOLUTION BETON ET EVOLUTIONS NORMATIVES	29
2.1. Définition d'un pont thermique dans le bâtiment.....	29
2.2. Evaluation de l'apport des bétons isolants	31
2.2.1. Grandeurs physiques supplémentaires.....	31
2.2.2. Définition du modèle géométrique	32
2.2.3. Résultats.....	33
2.3. Evolution normative : Introduction des Bétons à Propriété Thermique	36
2.4. Vers des Bétons Isolants Structurels Autoplaçants (BISAP).....	38
2.5. Bilan.....	39
3. EVALUATION DU COMPROMIS THERMOMECHANIQUE DES MORTIERS AVEC CENOSPHERES : FORMULES EXPLORATOIRES.....	43
3.1. Les cénoosphères dans une matrice cimentaire : données bibliographiques	44
3.1.1. Formation de cénoosphères	44
3.1.2. Propriétés des cénoosphères	45
3.1.3. Les cénoosphères dans les matériaux cimentaires	46

3.2.	Programme expérimental	49
3.2.1.	Matériaux et formules	49
3.2.2.	Méthodes de caractérisation physico-chimique des cénoosphères	50
3.2.3.	Méthodes de caractérisation mécanique et microstructurale des mortiers	51
3.2.4.	Mesure de la Conductivité thermique	53
3.3.	Résultats et discussion	55
3.3.1.	Caractérisation des Cénoosphères.....	55
3.3.2.	Impact des cénoosphères sur le comportement mécanique des mortiers.....	60
3.3.3.	Porosité et réseau poreux.....	62
3.3.4.	Apport des cénoosphères à la conductivité thermique des mortiers.....	65
3.4.	Bilan	67
4.	EFFET DU DOSAGE EN CENOSPHERES SUR LES PROPRIETES DES BISAP	69
4.1.	Etat de l'art : les bétons légers de structure	69
4.1.1.	Généralités	69
4.1.2.	Propriétés mécaniques des bétons légers.....	70
4.1.3.	Leviers de formulation des bétons autoplaçants légers	74
4.1.4.	Bilan.....	77
4.2.	Programme expérimental	77
4.2.1.	Composition des bétons étudiés	77
4.2.2.	Pré-mouillage des granulats, malaxage et confection d'éprouvettes	80
4.2.3.	Propriétés physiques à l'état frais et propriétés d'écoulement.....	81
4.2.4.	Propriétés mécaniques et thermiques.....	82
4.3.	Résultats et discussion	83
4.3.1.	Les BISAP à l'état frais : résultats de la caractérisation.....	83
4.3.2.	Entre pouvoir isolant et structurel.....	85
4.4.	Bilan	98
5.	CALCUL DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE DES BETONS PAR MODELISATION NUMERIQUE	101
5.1.	Détermination de la conductivité thermique effective	102
5.1.1.	Définition.....	102
5.1.2.	Modèles analytiques et empiriques	103
5.1.3.	Modèles numériques de microstructure des matériaux cimentaires	105
5.2.	Présentation de la démarche de la résolution numérique.....	108
5.2.1.	Définition des échelles	108
5.2.2.	Génération des microstructures	109
5.2.3.	Attribution de propriétés thermiques	111

5.2.4.	Estimation de la conductivité thermique par analyse inverse.....	112
5.3.	Résultats et discussion	114
5.3.1.	Influence de la microstructure de la pâte de ciment sur la conductivité thermique.....	114
5.3.2.	Influence des cénoosphères sur le calcul de la conductivité thermique	116
5.4.	Bilan.....	121
6.	CONTRIBUTION PHYSICO-CHIMIQUE DES CENOSPHERES A LA RESISTANCE MECANIQUE DES MORTIERS NORMALISES.....	125
6.1.	Etat de l'art : approche et outils disponibles.....	125
6.1.1.	Considérations normatives	125
6.1.2.	Principe de l'approche par coefficient d'activité	126
6.1.3.	Quelques résultats sur les additions minérales.....	128
6.1.4.	Quelques résultats sur les cénoosphères.....	131
6.2.	Programme expérimental.....	133
6.2.1.	Matériaux et formules	133
6.2.2.	Mécanique et hydratation.....	133
6.2.3.	Microstructure.....	134
6.3.	Résultats et discussion	136
6.3.1.	Cinétique d'hydratation.....	136
6.3.2.	Résistance à la compression	139
6.3.3.	Indice et coefficient d'activité.....	140
6.3.4.	Microstructure.....	142
6.4.	Bilan.....	152
7.	SENSIBILITE DES BETONS AVEC CENOSPHERES A DES INDICATEURS DE DURABILITE	153
7.1.	Etat de l'art : approches et outils disponibles.....	153
7.1.1.	Retrait de séchage.....	153
7.1.2.	Carbonatation	154
7.2.	Programme expérimental.....	155
7.2.1.	Composition des BISAP étudiés.....	155
7.2.2.	Méthodes expérimentales.....	156
7.3.	Résultats et discussion	157
7.3.1.	Porosité accessible à l'eau.....	158
7.3.2.	Réseau poreux	158
7.3.3.	Profondeur de carbonatation	160
7.3.4.	Carbonatation et indicateurs de durabilité généraux.....	163

7.3.5. Retrait endogène	164
7.3.6. Retrait de séchage.....	164
7.4. Bilan.....	167
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	170
REFERENCES.....	174
8. ANNEXE A.....	192
9. ANNEXE B.....	198
9.1. Généralités sur le retrait.....	198
9.2. Généralités sur la carbonatation	199
10. Annexe C.....	205

REMERCIEMENTS

Les quelques lignes (ou paragraphes ...) suivantes ouvrent le document pour le lecteur mais constituent pour l'auteure le dernier souffle insufflé à cette longue et belle aventure qu'aura constitué la thèse dans mon parcours.

Comme le veut la tradition, les premiers remerciements vont aux membres du Jury qui par leur temps et leur richesse scientifique ont fait de ma « dernière présentation de thèse » la plus riche et intéressante de toutes. Je tiens à remercier très sincèrement tous les membres du jury de ce mémorable 19 octobre 2018. Je remercie M. Albert Noumowé, président du Jury et membre de mon comité de suivi de thèse pour son intérêt pour ces travaux de recherche ; Messieurs Karim Ait-Mokhtar et Eric Garcia-Diaz, rapporteurs de mon manuscrit, pour le temps accordé à la lecture minutieuse de mon rapport et pour tous les échanges qui s'en sont découlés ; Mesdames Siham Kamali-Bernard et Fabienne Robert, examinatrices, pour leurs remarques et questions pertinentes et leurs mots d'encouragement. Je tiens particulièrement à remercier Madame Fabienne Robert, pour avoir participé à clôturer cette étape intense de ma vie et m'avoir ouvert les portes du Centre d'Essais au Feu du CERIB pour continuer à exercer dans le monde de la recherche industrielle, comme j'en rêvais depuis le début de ma thèse. Merci pour ta confiance, ton sourire, et ton accompagnement. Mes sincères remerciements vont également aux trois personnes qui ont rendu cette aventure possible et sans qui je ne serai peut-être pas en train d'écrire ces mots aujourd'hui : Madame Estelle Breillat et Messieurs Frédéric Grondin et Ahmed Loukili. Merci de m'avoir choisi pour cette thèse aux multiples rebondissements et virages, de m'avoir fait confiance et m'avoir donné suffisamment (beaucoup ?) de liberté pour mouler le sujet à ma guise. Je ne peux dire que cela fut tous les jours facile, mais cela m'a permis d'apprendre énormément. Merci pour votre suivi et bonne humeur. Ces dernières années au GeM resteront à jamais mémorables. Longue vie à la Chaire Centrale Nantes-Edycem !

Un très grand merci à Stéphane Pinard, technicien R&D de la chaire, Vincent Wisniewski et Mathias Marcel, techniciens à l'Ecole Centrale de Nantes pour leur aide précieuse. Merci pour toutes les galettes de bétons autoplaçants réussites et ratées ; merci pour tous les fûts de granulats légers mouillés et roulés. Mais plus encore, merci pour votre bonne humeur et pour toutes les parties de rigolades qui rendaient la labeur (parfois) intense au laboratoire moins pénible.

Merci à tous les collègues du GeM : Merci à Abderrahmane pour les longues heures passées à coder sous Castem (et pour son talent culinaire indéniable !) ; à Judy pour son aide précieuse à un moment crucial de la thèse (merci Judy !) ; à Emmanuel pour son expertise et pour avoir toujours su répondre à mes questions ; à Reda pour les chahutages incessants sur le porosimètre à mercure et les créneaux de mesure de retrait de séchage ; à Gildas, l'indéniable formateur et scientifique passionné ayant partagé mon bureau une grande partie de la thèse ; à Ahmed Z. pour avoir toujours répondu oui au besoin ; à Menghuan pour tous les bons moments passés ensemble et pour m'avoir fait goûter la fondue chinoise ; à Aliénor pour sa joie de vivre et son enthousiasme ; à Katia pour sa bonne humeur exubérante ; à Benoît pour toutes les séances au microscope ; à Ran, photographe officiel des soutenances de thèse ; à Sonia, Carol, Mounia, Yu Liang, Roxana, Quentin, Maxime, Ibrahim, Georges et tous les autres membres du GeM Génie Civil que j'aurais pu oublier.

Un grand merci à tous les autres acteurs de Centrale Nantes avec qui j'ai pu collaborer ou échanger. Un grand merci aux membres du bureau de l'ACDC de l'année 2016-2017 pour cette belle expérience et toutes les réunions express de lundi midi : Pierre-Yves, Reda, Julie, Hélène, Laetitia et Mathieu. Merci à Monsieur Jean-Yves Hascoët et Madame Annie Barreau pour nos échanges et l'aide précieuse de la Direction de la Recherche à l'organisation de la Journée Parcours de Docteurs. Un grand merci à Aurélia Tabary pour tous nos échanges, et à toute la team des Doctoriales Bretagne Loire 2017 pour la fabuleuse expérience que ça a constitué et toutes les belles personnes que j'y ai rencontré. Merci à Frédérique Coquet pour son accompagnement, son écoute, ses conseils, et pour tous les événements que nos deux pôles respectifs ont pu monter pendant le mandat de l'ACDC.

Merci à tous mes amis qui m'ont accompagné pendant cette aventure. A Houda pour toutes les séances de rédaction et de débat sur nos projets professionnels à Columbus Café. A ma chère copine de thèse et témoin, Nissrine, pour avoir partagé jusqu'au bout tous les hauts et les bas de la thèse. A mes chères copines de la « Freundschaft » Soukaina, Meryem, Meriem, Hind, Sarah, Hind et Dalal pour être dans ma vie pour la sixième année consécutive. A Yassine et Oussama pour avoir toujours gardé le contact. Merci à mon amie d'enfance Sanae pour cette amitié qui continue à perdurer malgré la distance. A ma chère Sonia pour toutes nos longues discussions les samedis après-midi et pour avoir partagé avec moi l'émotion de la soutenance. A Emilie pour m'avoir fait découvrir le Dancehall au moment propice où j'en avais le plus besoin.

Enfin, je ne pourrai être juste sans rendre compte de toute ma reconnaissance pour ma famille, grâce à qui j'en suis là aujourd'hui.

A ma (petite) sœur Hinane et mon (petit) frère Youba chéris pour tout ce que la fratrie a de bon et de mauvais et pour toutes les parties de Monopoly inachevées. A mes grands-parents pour tout leur amour et leurs encouragements. A toute ma famille éparpillée aux quatre coins du monde et qui ont tous répondu présent l'été dernier. A mes parents, enfin, pour tous leurs sacrifices et efforts. A mon père pour m'avoir toujours poussée vers l'excellence académique ; je lui dois énormément pour cette réussite. A ma maman chérie pour son inépuisable amour, son infinie tendresse, et pour m'avoir toujours fait confiance pour prendre les bonnes décisions. A vous deux, le plus grand de tous les mercis.

Et pour finir, un tendre merci à mon mari chéri Anass pour... tout. Tout simplement.

INTRODUCTION GENERALE

En France, le secteur du bâtiment est responsable d'environ 46 % de la consommation d'énergie finale et de 24 % des émissions de gaz à effet de serre [1], [2]. La plus grande part de l'énergie utilisée se concentre principalement dans la vie en œuvre du bâtiment, étape à laquelle les impacts environnementaux de ce dernier sont les plus importants [2]. En l'occurrence, ce sont les consommations liées à l'utilisation des systèmes de chauffage qui sont les plus énergivores. Pour limiter ces consommations, il est important de rendre performants les bâtiments et notamment leur enveloppe qui est l'élément séparant le climat extérieur et l'ambiance intérieure. Beaucoup d'actions ont été engagées dans ce sens. Nous pouvons citer les premières décisions politiques de mise en œuvre à grande échelle d'un programme de réduction des consommations énergétiques à travers les Grenelles de l'Environnement en 2007 et la réglementation thermique RT2012 qui en a découlé, toujours d'actualité aujourd'hui. Cette dernière, lors de son instauration, a constitué une ambition sans précédent dans la mesure où, en deux ans seulement, les consommations énergétiques des bâtiments neufs ont été divisées par trois par rapport à celle du parc existant ; soit un saut plus grand que celui réalisé les 35 années précédant la mise en place de la RT2012.

La RT2012 est souvent synonyme d'exigence de résultats dans la mesure où elle s'articule autour de trois coefficients à respecter : le *Bbio* (Besoin BIOclimatique), qui traduit l'efficacité énergétique de l'enveloppe ; le *Cep* (Consommation conventionnelle maximale d'Energie Primaire), qui traduit l'efficacité énergétique globale des équipements ; et le *TiC* (exigence de Température Intérieure Conventionnelle), qui sert de base pour l'évaluation du confort d'été. La valeur des deux derniers facteurs dépendra fortement du coefficient *Bbio* dans la mesure où celui-ci traduira les caractéristiques du bâti en besoin de consommation.

Il existe plusieurs manières de jouer sur ces exigences de résultats. Par exemple, dans le cas du *Bbio*, on pourra améliorer l'efficacité énergétique de l'enveloppe en optant pour une conception bioclimatique (mettre à profit les conditions climatiques favorables tout en se protégeant de celles qui sont indésirables), en diminuant les besoins d'éclairage et de chauffage/refroidissement, en augmentant l'épaisseur d'isolant et en traitant le plus possible les ponts thermiques.

Les ponts thermiques constituent les points singuliers de l'enveloppe à travers lesquels s'échappe la chaleur lorsqu'ils ne sont pas traités correctement. Rapportés à une unité de surface, ces pertes deviennent rapidement significatives : la fuite par ponts thermiques est deux fois supérieure à la fuite à travers une fenêtre et cinq fois à celle à travers un mur. Il est possible de limiter ces déperditions en utilisant des *rupteurs* de ponts thermiques, principalement utilisés aux jonctions entre les dalles et les éléments verticaux (voile de façade, balcon) ou en utilisant un jeu de matériaux dont les propriétés thermiques, couplées aux propriétés structurelles, contribuent de manière significative à freiner les fronts de propagation de chaleur et de ce fait diminuent la perte de chaleur en ces points singuliers. Cette deuxième solution est particulièrement intéressante lorsqu'elle est applicable au *béton*. En effet, **l'utilisation d'un béton pouvant remplir à la fois les critères isolant et structurel devient avantageux sur chantier devant l'utilisation des rupteurs**

thermiques : cette solution dispense des temps d'arrêt et de reprise des coulages ainsi que de la main d'œuvre supplémentaire nécessaire pour mettre en place les rupteurs de ponts thermiques.

Longtemps caractérisé, voire défini principalement par sa résistance mécanique, le béton est de plus en plus considéré par son analyse de cycle de vie, son bilan carbone, ou encore son pouvoir d'isolation à travers sa *conductivité thermique*. Cette dernière propriété est d'autant plus importante lorsqu'on s'intéresse aux déperditions thermiques au niveau des façades des bâtiments ; en effet, un béton de façade ayant une conductivité thermique basse permettra de *freiner* les flux de chaleur et aura un apport considérable quant au traitement des ponts thermiques.

Au vu de la place centrale que tient le béton dans le domaine de la construction ainsi que des exigences de la réglementation thermique et de ses éventuelles évolutions, un enrichissement normatif pour pouvoir certifier le pouvoir thermique des bétons a vu le jour en septembre 2016. Le référentiel de certification AFNOR des bétons prêts à l'emploi NF BPE, conforme à la norme NF EN 206 et aux règles de calcul de l'Eurocode 2, intègre dorénavant une nouvelle catégorie de bétons nommés *bétons à propriété thermique*, classifiés par leur conductivité thermique.

Dans ce nouveau contexte réglementaire et normatif, l'intérêt porté aux *bétons légers structurels* (bétons à base de granulats légers), étant par définition suivant le nouveau référentiel des *bétons isolants structurels* (BIS) et à la maîtrise de leur pouvoir isolant prend tout son sens. Cette « nouvelle » famille de bétons devient d'autant plus attractive lorsqu'on lui rajoute une facilité de mise en œuvre à travers un caractère *autoplaçant*. Les bétons autoplaçants présentent l'avantage d'éliminer la vibration du béton, facilitent la mise en place pour les ouvriers, limitent le risque d'accidents sur chantiers et réduisent considérablement les nuisances sonores pour l'environnement et les maladies neurosensorielles pour les compagnons. Nous parlerons alors de *bétons isolants structurels autoplaçants* (BISAP).

Allier ces trois performances (rhéologique, mécanique et thermique) pour un béton présente certaines difficultés dans la mesure où les exigences de formulation derrière chacun des trois mécanismes sont parfois à l'opposé les uns des autres.

Une piste de recherche intéressante pour répondre à ce cahier de charges est de limiter la fraction volumique des granulats légers dans le mélange tout en allégeant la matrice cimentaire en utilisant des inclusions légères. Parmi les matériaux qui se prêtent à cela, on cite les *cénosphères*. Encore assez peu connues dans le monde du génie civil et du bâtiment, les cénosphères présentent pourtant des propriétés intrinsèques très intéressantes qui pourraient trouver usage dans des matériaux cimentaires. Ce sont des sous-produits de la combustion des centrales à charbon lors de la production des cendres volantes. Elles sont silico-alumineuses et représentent à peu près 2 % à 3 % d'une unité de production de cendres volantes. Les cénosphères ont la particularité d'être très légères, parfois moins denses que l'eau, et possèdent un pouvoir d'isolation thermique et acoustique très élevé. Leur forme sphérique les rend très intéressantes du point de vue rhéologique et facilite leur maniabilité. En plus de l'attrait que présentent ces microsphères, leur récupération constitue un acte écologique. Avec la production de plus d'un milliard de tonnes de cendres volantes par an, la valorisation des cénosphères permet d'atténuer le coût de production et de recycler ces matériaux volatiles facilement transportables qui, s'ils sont laissés dans la nature, peuvent présenter des menaces pour la santé des animaux et des hommes si elles sont inhalées.

L'évaluation du marché des cénoosphères est en constante progression et l'évolution de la demande a conduit durant les années précédentes à une multiplication du prix de la tonne dans certaines centrales de production. Dans le domaine du génie civil, un intérêt grandissant est porté à ces matériaux ; au cours des vingt dernières années, on note une croissance importante du nombre d'articles scientifiques consacrés au développement de nouveaux matériaux cimentaires ultra légers et isolant grâce aux cénoosphères.

Dans le cadre de la chaire industrielle entre l'Ecole Centrale de Nantes et l'entreprise Edycem Béton « *des bétons innovants pour de nouvelles applications* », la compréhension des mécanismes qui régissent le comportement des cénoosphères dans une matrice cimentaire ainsi que le couplage de la conductivité thermique et la résistance mécanique des BISAP ont fait l'objet de ce travail de recherche.

Le travail réalisé dans ce mémoire est présenté en trois volets. Le premier axe traite des considérations générales liées aux transferts et ponts thermiques dans les bâtiments et du rôle que joue un *béton isolant structurel* dans ce sens. Le second axe est dédié à la caractérisation physico-chimique des cénoosphères et à l'étude du couplage des aspects isolant et structurel. Enfin, le dernier axe traite de l'influence des cénoosphères, lorsqu'utilisés dans des matrices cimentaires, sur certains indicateurs de durabilité.

Dans la première partie du manuscrit, une synthèse bibliographique sur les différents modes de transfert de la chaleur d'abord de manière générale, puis nous nous focalisons sur le cas particulier des matériaux cimentaires (Chapitre 1). Le Chapitre 2 présente ensuite l'apport de l'utilisation d'un béton de conductivité thermique significativement plus faible que celle d'un béton standard à la réduction des déperditions par ponts thermiques à l'aide de simulations numériques réalisées pour des cas simples. Ce chapitre se termine par la description des moyens mis en œuvre par le nouveau référentiel NF BPE pour la certification de la conductivité thermique des bétons (Chapitre 2).

La seconde partie débute par une caractérisation physico-chimique de trois granulométries différentes de cénoosphères et la présentation des résultats obtenus sur des formules exploratoires de mortiers les incorporant (Chapitre 3). Cette partie permet de comprendre le fonctionnement des cénoosphères dans une matrice cimentaire d'un point de vue mécanique, thermique et microstructural. Ensuite, les résultats expérimentaux sur deux familles de BISAP avec cénoosphères sont présentés (Chapitre 4). Cette étude traite de la réponse au cahier de charges d'un côté et sur l'étude des corrélations entre les différents paramètres étudiés de l'autre. L'analyse des résultats de conductivité thermique est enrichie par une étude numérique multi-échelles en utilisant un modèle micromécanique pour la simulation de l'hydratation des pâtes de ciment (Chapitre 5).

Dans la troisième et dernière partie du manuscrit dédiée à la durabilité, nous commençons par analyser la contribution physico-chimique des cénoosphères à travers la résistance à la compression comme indicateur de durabilité général et via principe de coefficient et indice d'activité (Chapitre 6). L'étude est menée sur des mortiers normalisés. Enfin, la réponse des BISAP étudiés au Chapitre 4 à quelques indicateurs de durabilité est présentée (Chapitre 7). Le but est d'identifier l'influence des cénoosphères sur les mécanismes de dégradation mis en jeu (principalement la carbonatation et le retrait de séchage).

PARTIE I

1. TRANSFERTS DE CHALEUR DANS LES MATERIAUX CIMENTAIRES

Dans ce premier chapitre, faisant office d'une synthèse bibliographique introductive, nous présentons les définitions et bases scientifiques des différents modes de transfert de chaleur de manière générale. Ensuite, nous nous penchons sur le cas particulier de transfert de chaleur dans un milieu poreux, en l'occurrence les matériaux cimentaires. Nous présentons également les différents modes de mesure de la grandeur physique thermique principale retenue pour ces matériaux : la conductivité thermique. Enfin, dans le cadre d'une démarche prescriptive, nous relierons également les différents paramètres de formulation des matériaux cimentaires à l'évolution de la conductivité thermique.

1.1. Modes de transfert de chaleur

Les échanges thermiques sont les phénomènes de transfert d'énergie sous forme de chaleur dus à une différence spatiale de température. Celle-ci est définie comme étant l'énergie transférée du milieu à plus *haute* température vers le milieu à plus *basse* température. Dans un transfert de chaleur, les deux principaux paramètres sont le gradient de température et le flux de chaleur ; le premier représente quantitativement l'énergie thermique des molécules, tandis que le flux représente le mouvement de cette énergie d'une zone à une autre.

On distingue trois principaux modes de transfert de chaleur : la *conduction*, qui décrit le transfert au cœur même de la substance composant le corps ; la *convection*, où la chaleur est transmise par les déplacements convectifs du corps chauffé ; et le rayonnement, où la chaleur est transmise par des ondes électromagnétiques. A ces trois phénomènes physiques est parfois rajouté un transfert par *excitation* [3]. Nous donnons une brève description des trois premiers phénomènes dans ce qui suit.

1.1.1. Transfert conductif

Le transfert de chaleur par conduction est un transfert d'énergie dans un milieu matériel (solide ou fluide) par vibration moléculaire et sans mouvement de matière, lorsque le corps est sujet à un gradient de température. Le transfert par conduction est souvent propre aux solides uniquement ; les liquides et les gaz ont tendance à se déplacer lorsqu'ils sont chauffés – sauf dans le cas où ces derniers sont confinés dans des espaces exigus – et l'on passe dans ce cas à un transfert de chaleur par convection naturelle [4]. Le transfert par conduction peut être étudié soit en régime permanent ou transitoire, suivant l'équilibre thermique du système étudié. La température T [K] est indépendante du temps en régime permanent. Dans ce cas, la loi de Fourier est suffisante pour décrire la conduction dans un milieu isotrope :

Équation 1.1

$$\vec{\varphi} = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}}(T)$$

où $\vec{\varphi}$ [W/m²] représente la densité de flux thermique et λ [W/m.K] la conductivité thermique du matériau.

La conductivité thermique est une grandeur thermo-physique qui caractérise l'aptitude d'un corps à se faire traverser par la chaleur. C'est la chaleur transférée par unité de surface isotherme et de temps sous un gradient de température unitaire. C'est une propriété inhérente au matériau qu'elle caractérise et est fonction de la température et la pression de mesure. Elle est la principale caractéristique du pouvoir isolant d'un matériau.

On définit également la *résistance thermique* d'un matériau R_{th} [m².K/W] comme le rapport de la différence de température sur la densité de flux thermique en régime stationnaire. Pour un élément d'épaisseur constante, la *résistance thermique* peut également être exprimée comme le rapport de l'épaisseur du matériau e [m] sur sa conductivité thermique :

Équation 1.2

$$R_{th} = \frac{e}{\lambda}$$

En régime transitoire, le solide étudié est hors équilibre ; sa température n'est pas uniforme. Il peut également exister à l'intérieur du domaine d'étude des sources de chaleur internes (géothermie, radioactivité) caractérisées par leur puissance interne P [W/m²]. Dans ce cas, la conduction en régime transitoire est décrite par l'équation de la chaleur:

Équation 1.3

$$\lambda \nabla^2 T + P = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t}$$

où ρ [kg/m³] et C_p [J/kg.K] représentent respectivement la masse volumique et la capacité thermique massique du matériau. Cette dernière traduit la quantité de chaleur potentielle que peut absorber un matériau par unité de masse. Plus le matériau est dense et plus sa capacité thermique sera importante. Comme pour la conductivité, c'est une propriété intrinsèque au matériau (indépendamment de son épaisseur, contrairement à sa résistance thermique par exemple) mais qui dépend néanmoins des conditions de mesures (température, pression ...). C'est une propriété essentielle pour caractériser l'*inertie* thermique d'un matériau.

L'équation de la chaleur traduit une conservation d'énergie dans un système. Il existe plusieurs approches pour l'établir, nous présentons dans ce qui suit celle reposant sur l'application du premier principe de thermodynamique et la loi de Fourier. Soit un volume de contrôle V contenu à l'intérieur d'une surface S . On applique le premier principe de thermodynamique entre un temps t et $t + dt$:

Équation 1.4

$$U(t + dt) - U(t) = \delta W + \delta Q$$

où U est l'énergie interne du système, δW le travail des forces extérieures sur le système étudié et δQ la quantité de chaleur échangée avec le milieu extérieur. Par convention, un transfert thermique du système vers l'extérieur est noté négativement.

L'énergie interne du système peut être écrite :

Équation 1.5

$$U(t) = \iiint \rho c_p T(t) dV + f(V)$$

où $f(V)$ est une fonction de volume. De plus, si l'on considère un système isochore ($\delta W = 0$), l'Équation 1.4 devient :

Équation 1.6

$$U(t + dt) - U(t) = \iiint \rho c_p (T(t + dt) - T(t)) dV = \iiint \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} dt dV$$

D'autre part, la chaleur échangée avec l'extérieur est reliée au flux thermique et à la puissance interne des sources de chaleur par :

Équation 1.7

$$\delta Q = - \left(\oint \vec{\varphi} d\vec{S} \right) dt + \left(\iiint P dV \right) dt$$

En combinant l'Équation 1.6 et l'Équation 1.7 et en appliquant le théorème de Green-Ostrogradsky, le premier principe de thermodynamique devient :

Équation 1.8

$$\iiint \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} dt dV = - \iiint \text{div} \vec{\varphi} dV dt + \iiint P dV dt$$

En intégrant sur tout le volume V , en utilisant l'égalité $\text{div}(\overline{\text{grad}}) = \nabla^2 = \Delta$ et en appliquant la loi de Fourier (Équation 1.1), on obtient l'expression de l'équation de la chaleur :

Équation 1.9

$$-\lambda \Delta T = -\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} + P$$

La caractérisation complète du comportement thermique dynamique en régime transitoire est généralement faite en introduisant la *diffusivité* thermique et l'*effusivité* thermique du matériau. Ces grandeurs intensives sont reliées aux propriétés figurant dans l'équation de la chaleur (Équation 1.3).

La diffusivité thermique D [m^2/s] représente la vitesse de diffusion de chaleur au *cœur* du matériau ; plus celle-ci sera élevée et plus le matériau aura tendance à chauffer ou se refroidir rapidement.

L'effusivité E [$\text{J}/\text{K} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{1/2}$], quant à elle, est la capacité qu'a un matériau à échanger de l'énergie thermique avec son environnement. Elle décrit la vitesse à laquelle varie la température en *superficie* du matériau. Dans le cas des bâtiments, et plus particulièrement en hiver, cette grandeur est importante pour la notion de confort thermique. Une paroi à forte effusivité pourra entraîner une sensation de mur froid car le matériau aura tendance à absorber rapidement la chaleur de la peau.

Les expressions des deux grandeurs sont données par les formules suivantes :

Équation 1.10

$$D = \frac{\lambda}{\rho C_p} \quad ; \quad E = \sqrt{\lambda \rho C_p}$$

1.1.2. Transfert convectif

Comme cela a été mentionné plus haut, ce mode de transfert concerne les fluides en mouvement. On note les transferts gouvernant les écoulements intra-fluide ou ceux entre la surface d'un solide et la zone d'interface entre ce dernier et le fluide environnant en mouvement, dite *couche limite* (cas des parois d'un bâtiment). Suivant la source du désordre, on distingue une convection dite *naturelle* d'une convection dite *forcée*. La convection naturelle concerne les mouvements de fluide résultant d'une distribution spatiale non uniforme de la densité, dont un gradient de température est généralement le moteur [5]. Lorsque le mouvement résulte d'une action mécanique, on parle de convection forcée.

Au contact d'un élément chaud, le fluide (dans le domaine du bâtiment, il s'agit généralement de l'air) se met en mouvement et se déplace vers l'élément froid au contact duquel il perd sa chaleur, créant un mouvement vertical qui accélère les échanges thermiques entre les deux éléments. Plus le fluide entrant en jeu est immobile, moins il y a de convection. La présence des mouvements convectifs conduit à une *augmentation* du transport de chaleur global et se traduit par un terme supplémentaire dans l'équation de la chaleur, rendant du transport d'enthalpie par l'écoulement du fluide [6]. En général, on cherche à tout prix à éviter cet apport de chaleur dans le domaine de l'isolation.

Lorsque l'échange s'effectue entre un solide et un fluide, le flux thermique échangé entre la surface et le fluide en mouvement est décrit par la loi de Newton (Équation 1.11) :

Équation 1.11

$$q = hS(T_s - T_f)$$

Où q [W] représente le flux de chaleur ; S [m²] la surface d'échange ; T_s [K] la température de surface du solide ; T_f [K] la température du fluide et h [W/m².K] le coefficient de transfert thermique par convection. Ce dernier permet d'établir l'inverse d'une *résistance* thermique de convection et dépendra de la nature du fluide, de la température de celui-ci ainsi que du type et de l'orientation de l'écoulement.

1.1.3. Transfert radiatif

Le transfert par rayonnement ne nécessite pas la présence d'un milieu matériel intermédiaire dans la mesure où la chaleur peut être transportée à travers le vide (ex : rayonnement solaire) ; c'est même ainsi que ce mode de transfert est le plus efficace. Il peut être défini comme la quantité d'énergie émise par un corps, dont la température diffère du zéro absolu, sous forme de rayonnement électromagnétique de longueur d'onde comprise entre 0.1 et 100 μm . Selon la loi de Planck, l'émission de ce rayonnement est le résultat de la transition des électrons entre deux états d'énergie différents.

Le transfert radiatif concerne aussi bien les solides que les liquides et les gaz ; dans le cas des bâtiments, on s'intéresse surtout à l'émission des surfaces solides. En général, le transfert thermique par rayonnement d'une surface solide s'écrit (Équation 1.12) :

Équation 1.12

$$q = \varepsilon \sigma S (T_{surf}^4 - T_{env}^4)$$

où q [W] représente le flux de chaleur *net* émis par la surface, ε l'émissivité de la surface – cette dernière est comprise entre 0 et 1 et traduit l'efficacité d'une surface à émettre de l'énergie par rapport à un corps noir (1 étant la valeur pour un corps noir parfait), $\sigma = 5.67 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}^4$ la constante de Stefan-Boltzmann qui représente la limite supérieure du pouvoir d'émissivité d'une surface idéale, T_{surf} [K] la température *absolue* de la surface émettrice et T_{env} [K] la température du milieu environnant de la surface. Il est néanmoins important de préciser que la modélisation du transfert thermique radiatif par cette équation repose sur certaines hypothèses fortes : l'irradiation provenant du milieu environnant est approximée par une *émission* d'un corps noir de température T_{env} , et le facteur d'*absorption* de la surface est pris égal à son émissivité (surface grise). Pour plus de détails, le lecteur pourra se référer à l'ouvrage très didactique de Incropera et al [5].

1.2. Transferts de chaleur dans les milieux poreux

Les matériaux cimentaires peuvent être schématisés par des milieux poreux dans la mesure où la matrice cimentaire constitue la matrice solide dont la porosité est saturée en fluide (air et/ou eau). De ce fait, nous pouvons considérer que, à priori, les trois modes de transfert thermique cités plus haut prennent lieu : la conduction dans le squelette solide et les fluides dans les pores, et dans une certaine mesure, les pores peuvent également être le siège de mouvements convectifs et radiatifs. Certains auteurs considèrent que les transferts thermiques au sein des matériaux cimentaires sont plus complexes que pour les autres milieux composites dans la mesure où même certains composants du système peuvent être eux-mêmes assimilés à des milieux poreux [7].

Dans les milieux poreux à température et pression ambiantes, la convection et le rayonnement dans les pores sont souvent supposés négligeables, surtout devant les transferts par conduction au sein des différentes phases [3], [8]. En effet, le transfert thermique est considéré purement conductif lorsque, sous l'effet d'un gradient thermique, le fluide réactif saturant reste immobile, ce qui est le cas lorsque ce dernier est piégé dans des espaces restreints que sont les pores [4], [6]. Certains auteurs rapportent cependant que la contribution de la convection naturelle aux transferts thermiques devient non négligeable à partir d'un seuil donné de diamètre de pores [9]. Ce dernier est déterminé à partir du nombre de Grashof, qui traduit le rapport de la force dirigeant la convection à la force de viscosité s'y opposant ; pour des valeurs supérieures à 1000, il convient de tenir compte de la convection au sein des pores. Dans le cas où la porosité du milieu est emplie d'air à pression atmosphérique et est sujette à une différence de température de 10°C, la convection devient non négligeable pour une porosité très grossière avec des diamètres supérieurs ou égaux à 10 mm. Dans le cas des milieux très poreux (porosité $\geq 50\%$) et dont la taille des pores est supérieure à 100 μm , certains auteurs considèrent que le transfert radiatif à travers les pores doit être pris en compte [10] tandis que d'autres jugent cet apport significatif uniquement

pour des températures très élevées ($> 500\text{ °C}$) [9]. En toute rigueur, nous ne pouvons parler de conductivité thermique qu'en situation de conduction *pure*. Néanmoins, en présence de rayonnement, la contribution de la part radiative peut être modélisée de manière assez simple en définissant une conductivité thermique *équivalente* dans l'équation de Fourier, englobant les parts de conduction et de rayonnement sous un même gradient unitaire de température.

Dans notre cas, par rapport aux considérations mentionnées plus haut, au vu de la porosité *modérée* (généralement en-dessous de 25%) des matériaux cimentaires que nous traitons et de leurs dimensions caractéristiques de pores, nous négligeons les phénomènes de convection et de rayonnement à l'intérieur de ceux-ci. C'est uniquement un transfert conductif pur à travers les différentes phases qui sera pris en compte. Nous nous intéresserons en particulier à la conductivité thermique du matériau, qui est la principale caractéristique régissant ce mode de transfert et qui permet de décrire de manière assez directe le pouvoir isolant - ou conducteur - de celui-ci.

1.3. Méthodes de mesure de la conductivité thermique

Degiovanni [11] propose une classification des méthodes de mesure de conductivité thermique suivant le *régime* de mesure. On distingue donc les méthodes de mesure en régime *stationnaire* et celles en régime *transitoire*. Dans les premières, le facteur temps n'intervient pas et elles permettent de mesurer la conductivité thermique uniquement. En revanche, pour la seconde famille, ces techniques permettent également d'identifier de manière simultanée la diffusivité thermique de l'échantillon, et de remonter ainsi aux autres propriétés caractérisant le transfert conductif en régime transitoire (capacité thermique ou effusivité thermique). Nous donnons dans ce qui suit une brève description de quelques méthodes appartenant à chacune des deux familles. Chacune présente son lot d'avantages et d'inconvénients.

1.3.1. Mesures en régime stationnaire

Ces méthodes reposent sur l'établissement d'un flux unidirectionnel en régime permanent et permettent de mesurer la *résistance* thermique d'un échantillon ; permettant ainsi de remonter à sa conductivité thermique, les éprouvettes étant prismatiques. Le modèle et la méthode d'identification sur lesquels reposent ces méthodes sont élémentaires dans la mesure où il s'agit d'écrire une relation de proportionnalité entre la densité de flux et la différence de température aux bornes de l'éprouvette [12]. Nous citons ici la méthode de la plaque chaude gardée, dite méthode de mesure *absolue*, et la méthode fluxmétrique, dite *relative*. Ces deux techniques sont régies par les normes françaises NF EN 12664 et NF EN 12 667. Pour ces deux essais, il s'agit d'imposer à un échantillon plan un flux de chaleur unidimensionnel de telle manière à ce qu'il soit considéré comme une plaque de largeur infinie délimitée par deux plans parallèles, tout en mesurant la différence de température aux bornes de l'éprouvette [13]. Dans le cas de la plaque chaude gardée, le flux est obtenu *directement* en mesurant la puissance dégagée dans l'enroulement principal des plaques chauffantes. Pour la méthode fluxmétrique, le principe de fonctionnement est le même que celui d'un fluxmètre thermique à gradient : la thermopile délivre une force électromotrice proportionnelle à la différence de température aux bornes de l'éprouvette. La densité de flux est donc obtenue indirectement par une constante d'*étalonnage* ; celle-ci est déterminée sur

un matériau étalon de référence dont la résistance thermique a été préalablement déterminée par la méthode de la plaque chaude gardée. Une illustration des deux dispositifs de mesure est donnée dans la Figure 1.1.

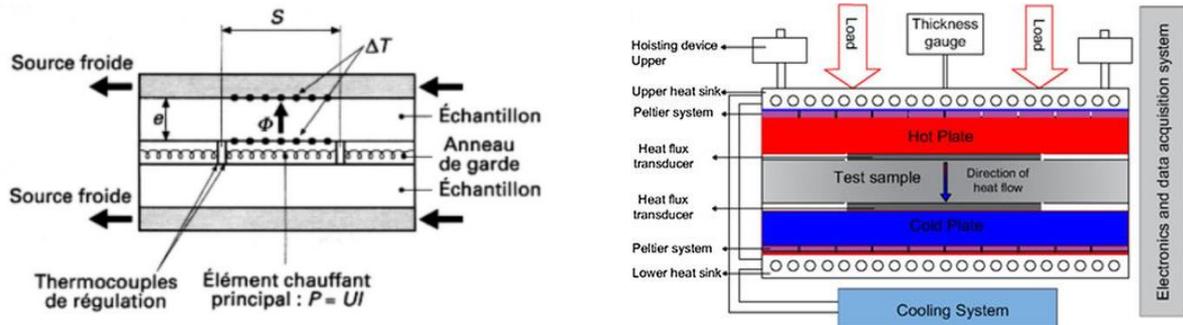


Figure 1.1. Dispositif de plaque chaude gardée à deux éprouvettes (*gauche*) et fluxmètre à une éprouvette (*droite*)

Ces méthodes sont parfois onéreuses en temps de mesure. En effet, les temps nécessaires pour établir un régime permanent au sein de l'éprouvette ainsi qu'un flux unidirectionnel peuvent parfois être longs (de l'ordre de quelques heures). A ceci nous pouvons également ajouter certaines limitations par rapport à la différence de température imposée aux bornes de l'éprouvette ainsi qu'à l'épaisseur de celle-ci. Il est parfois difficile de mesurer de faibles écarts de température même si ceux-ci impliquent des dissipations de puissance électrique plus faibles. En général, une différence de 20 K est établie pour des matériaux isolants, et l'on descend jusqu'à 10 K ou 5 K pour des matériaux relativement conducteurs tels que le béton [12]. L'épaisseur de l'échantillon à tester est bornée afin de pouvoir limiter les déperditions thermiques latérales et de garantir une résistance thermique minimale.

Néanmoins, lorsque les contraintes relatives à la géométrie sont bien maîtrisées, ces méthodes offrent l'avantage de pouvoir garantir un degré d'incertitude de mesure et une répétabilité très intéressante qui ne peuvent être obtenus que sur des éprouvettes de grandes dimensions et par une analyse en régime stationnaire. La plaque chaude gardée offre la meilleure incertitude de mesure ; environ $\pm 2\%$ pour des températures proches de l'ambiante et $\pm 5\%$ pour des températures plus hautes ou plus basses. L'incertitude de la méthode fluxmétrique est, en revanche, *au mieux* égale à celle de la plaque chaude gardée utilisée pour la définition des étalons. En contrepartie, on lui retrouve une excellente répétabilité ; meilleure que $\pm 1\%$ pour des températures ambiantes. Cette qualité est très appréciée lors des contrôles de qualité industriels, où la meilleure répétabilité possible est recherchée pour détecter les écarts éventuels.

1.3.2. Mesures en régime transitoire

Les méthodes en régime variable consistent à appliquer une perturbation thermique sur un échantillon à l'équilibre et à mesurer une *sortie* de type thermique en fonction du temps. Ces méthodes diffèrent entre elles par rapport au type de perturbation choisi, au choix de la sortie de mesure (une ou plusieurs températures, ou flux thermique) ainsi que la géométrie du problème [11]. Parmi les techniques les plus communément utilisées, on peut citer la méthode *flash* ou encore celle du *fil chaud*. La méthode *flash*, parfois appelée *flash face arrière*, a été initialement proposée par Parker et al en 1961 [14] puis reprise et améliorée par Degiovanni [11]. Elle consiste à imposer un flux impulsionnel à un échantillon cylindrique plan et à mesurer l'élévation de la température en fonction du temps sur sa face *arrière*. Cette réponse est dénommée le *thermogramme* de l'échantillon, qui permet de remonter aux

propriétés thermiques du matériau par analyse inverse en utilisant un modèle théorique adapté [15]. Les principales limitations de la méthode sont atteintes lorsque les transferts convecto-radiatifs deviennent importants, en particulier pour les matériaux hautement poreux ($\geq 50\%$) comme cela a été mentionné précédemment. Elle reste néanmoins applicable pour des matériaux composites de faible porosité et relativement « lourds », tels que le béton cellulaire ou de granulats légers [16]. La méthode du fil chaud, d'autre part, a été initialement développée par Carslaw et Jaeger [17] pour la mesure de la conductivité thermique des liquides, puis fut étendue aux solides isolants. Cette technique consiste en la mesure de l'élévation de température d'une source de chaleur de longueur infinie et de diamètre infinitésimal (un fil chaud) encastré dans l'éprouvette de mesure. Une puissance constante correspondant à un échauffement local faible (quelques degrés au-dessus de l'ambiante) est délivrée en même temps que la température du fil chaud est relevée. Les mesures par la méthode du fil chaud se font généralement sur des éprouvettes de taille réduite et sur des temps très courts, faisant de la rapidité l'un de ses principaux avantages [18]. Cependant, le contact imparfait entre le fil chaud et l'éprouvette peut représenter une source importante d'erreur et la pertinence de la méthode pour des matériaux anisotropes ou semi-transparents est discutable [11], [12].

Les méthodes en régime transitoire sont peu coûteuses en temps de mesure et permettent de déterminer simultanément deux propriétés thermiques du matériau. Il reste toutefois que l'interprétation des résultats obtenus pour des matériaux hétérogènes peut être délicate étant donné que l'incertitude des mesures est difficilement inférieure à 10 %.

Les méthodes de mesure de la conductivité thermique étant définies, nous présentons dans ce qui suit l'évolution de la conductivité thermique en fonction des principaux paramètres de formulation, ainsi que l'influence de l'état hydrique et de la température de mesure sur cette dernière.

1.4. Influence des paramètres de formulation

Les mécanismes régissant la conductivité thermique des matériaux cimentaires ne leurs sont pas propres. On retrouve, en général, les mêmes facteurs influents pour les milieux poreux. La conductivité thermique de ces derniers dépendra des conductivités thermiques respectives des phases constituant le matériau. Nous retenons en particulier trois propriétés physiques essentielles pour la maîtrise de la conductivité thermique d'un matériau composite : sa porosité et l'arrangement du réseau poreux, la structure amorphe ou cristallisée de chaque composant et sa teneur en humidité -ou en eau. Dans le cas des matériaux cimentaires, la modification des paramètres ou matériaux de formulation engendrera des écarts aussi bien sur la structure poreuse que sur la composition chimique, ce qui peut se traduire en des propriétés thermiques variables. L'état de saturation de la porosité est également important. En effet, car si la conductivité thermique de l'air à température ambiante est de l'ordre de 0.026 W/m.K, celle de l'eau est jusqu'à 20 fois supérieure et celle du noyau cimentaire (phase solide de la pâte de ciment) peut varier entre 1 W/m.K et 3 W/m.K selon sa composition. Pour une meilleure représentativité, nous présentons donc l'évolution de la conductivité thermique des matériaux cimentaires – en particulier les bétons - en fonction des paramètres de formulation.

1.4.1. Granulats

Les granulats représentent, d'un point de vue volumique, la phase la plus importante dans le béton (environ 60% - 70%). De ce fait, leur influence sur la conductivité thermique du mélange est prépondérante. On distinguera deux contributions allant à l'opposée l'une de l'autre selon la nature des granulats utilisés. Pour les granulats usuels de *densité normale* (2.4 à 2.6), on obtient des bétons relativement *conducteurs* ; leur conductivité thermique est de l'ordre de 1.6 à 2 W/m.K. Dans le cas de granulats *légers*, dont nous donnerons les principales caractéristiques dans ce qui suit, on passe à des bétons relativement *isolants*, avec des conductivités thermiques en dessous de 0.8 W/m.K.

1.4.1.1. Granulats usuels

Le spectre de variation de la conductivité thermique des roches mères des granulats de densité normale utilisés dans le béton est large ; pour des températures ambiantes, celles-ci peuvent varier entre des valeurs allant de 1 W/m.K à 6 W/m.K [3], [19]–[22] et constituent en général la phase la plus conductrice dans le béton. Plus leur fraction volumique sera importante et plus le béton pourra conduire de la chaleur. On retrouve en tête de liste les roches à base de quartz telles que le quartzite ou le grès ; suivent ensuite les roches ignées telles que le granite, le gneiss ou les roches carbonates et calcaires [23], [24]. Enfin, c'est pour les roches telles que le basalte, l'anorthosite ou la dolérite que l'on retrouve les conductivités thermiques les plus basses (entre 1 W/m.K et 1.7 W/m.K). Les roches mères des granulats de densité normale sont de nature polycristalline et composées de différents minéraux dont les degrés d'anisotropie et d'asymétrie sont assez prononcés. En particulier, c'est la micro-anisotropie qui est en lien avec l'arrangement des minéraux composant le matériau. Celle-ci se transposera sur la conductivité thermique dans la mesure où les valeurs obtenues seront différentes suivant l'axe de mesure (parallèle à l'axe optique des minéraux ou à celui de stratification ou de schistosité des roches) [3]. Le degré de cristallisation est également déterminant dans la capacité du matériau à conduire la chaleur. Des roches à structure cristalline conduiront mieux la chaleur que des roches à structure amorphe ou vitreuse tout en ayant la même composition chimique [25]. **C'est donc le degré de cristallinité plutôt que la composition chimique des granulats qui pilotera leur conductivité thermique.**

1.4.1.2. Granulats légers

Le béton n'est généralement pas considéré comme un matériau isolant. Cependant, l'utilisation d'un squelette granulaire composé de granulats légers permet de conférer au béton un potentiel d'isolation thermique intéressant. Celui-ci lui permettra de contribuer positivement à l'amélioration de la résistance thermique de la paroi dans laquelle il sera utilisé. Dans ce cas, plus la fraction volumique du squelette léger sera importante et meilleure sera l'isolation. Nous donnons une brève description des particularités de ces matériaux dans ce qui suit.

Les granulats légers peuvent, suivant leur origine, être classés soit en granulats légers naturels ou artificiels [26]. Bien que parfois d'origines différentes, la composition chimique des granulats légers est semblable et majoritairement composée de silice et d'alumine, avec quelques traces de chaux, de magnésie ou d'oxyde ferrique [7]. Les granulats légers *naturels* sont dans leur quasi-totalité d'origine volcanique. On peut citer la pierre ponce, souvent utilisée à des fins d'isolation répartie. Les granulats légers *artificiels* sont plus répandus et

plus communément utilisés. Ces derniers sont généralement classés en fonction des matières premières dont ils sont issus (argile, schiste...). Ces granulats sont obtenus par chauffage à très hautes températures (entre 1000 °C et 1200 °C) dans des fours rotatifs qui les expansent, multipliant le volume des masses initiales par cinq. La structure caverneuse ainsi obtenue est maintenue pendant le refroidissement, garantissant des granulats de densité apparente significativement plus faible que celle des matières premières avant le chauffage. La masse volumique en vrac des granulats légers artificiels courants se situe généralement entre 300 kg/m³ et 1300 kg/m³, soit deux à trois fois moins que celle des granulats courants. Cette baisse de densité va de pair avec une amélioration significative du pouvoir isolant des granulats. Cette fois-ci, l'ordre de grandeur de la conductivité thermique des granulats est autour de 0.1 W/m.K – 0.2 W/m.K. Si les granulats légers ne brillent pas par leur pouvoir isolant comparés aux *matériaux isolants* utilisés dans le domaine de la construction, ces derniers présentent toutefois des résistances mécaniques et une durabilité exemplaire et offrent des compromis très compétitifs [26].

Bien que parfois d'origines différentes, la composition chimique des granulats légers est semblable et majoritairement composée de silice et d'alumine, avec quelques traces de chaux, de magnésie ou d'oxyde ferrique [7].

Le procédé d'expansion des granulats légers leur confère une porosité qui peut constituer jusqu'à la moitié de leur volume. Cependant, à même matière première, des différences de procédé de fabrication peuvent conduire à des morphologies et structures poreuses différentes et se répercuter sur leur contribution à améliorer l'isolation du béton. Nous illustrons cela par deux granulats légers à base de laitier expansé ayant chacun un mode d'expansion propre (Tableau 1.1). Le premier granulat (EVS) est de forme angulaire avec une porosité ouverte grossière (> 150 µm), tandis que le second (ESG) a une forme ronde et contient un plus grand ratio de pores plus fins (entre 1 µm et 120 µm). Même si la densité du béton à base d'EVS est légèrement supérieure, c'est pour ce béton qu'on retrouve la conductivité thermique la plus basse. La diminution de la conductivité thermique en la présence de pores est un résultat classique ; seulement, cette baisse ne dépend pas uniquement de la porosité globale mais surtout de la structure poreuse et de la percolation des pores. **A même porosité, plus celle-ci sera grossière et connectée et meilleure sera l'isolation apportée par le matériau** [27], [28].

Tableau 1.1. Comparaison entre bétons de granulats légers artificiels de laitier expansé ([29], repris par [7])

Type de granulat léger	Masse volumique sèche du béton (kg/m ³)	Conductivité thermique sèche du béton (W/m.K)
EVS (<i>expanded vesicular slag</i>)	1420	0.28
ESG (<i>expanded slag gravel</i>)	1400	0.31

Ceci a été également illustré par Nguyen [7] dans ses travaux de thèse portant sur la caractérisation de bétons isolants structurels à base de granulats légers ; un ordre de grandeur de conductivité de 0.4 W/m.K a pu être atteint. Si la conductivité thermique des bétons ne dépendait que de leur porosité totale ou de la densité des granulats, les rapports conductivité sèche/densité sèche des différents bétons seraient similaire quelle que soit la nature du granulat (Figure 1.2-*gauche* et nomenclature rapportée dans le Tableau 1.2). La distribution et la taille des pores de la matrice cimentaire aussi bien que celle des gravillons a un rôle à jouer. L'auteur présente aussi l'hypothèse que la coque externe plus dense des

granulats de schiste expansé peut constituer un « pont thermique » favorisant le transfert de chaleur et donc conduire à une conductivité thermique légèrement plus élevée du béton.

Les mêmes conclusions peuvent être transposées lorsqu'on « élargit » le squelette granulaire léger en substituant du sable de densité normale par du sable léger. Toujours dans les travaux de Nguyen [7], nous pouvons observer que le taux de réduction de la conductivité thermique est tributaire de la nature du sable léger ; pour chaque famille de béton, le sable léger utilisé est de même nature que les gravillons légers (Figure 1.2- droite).

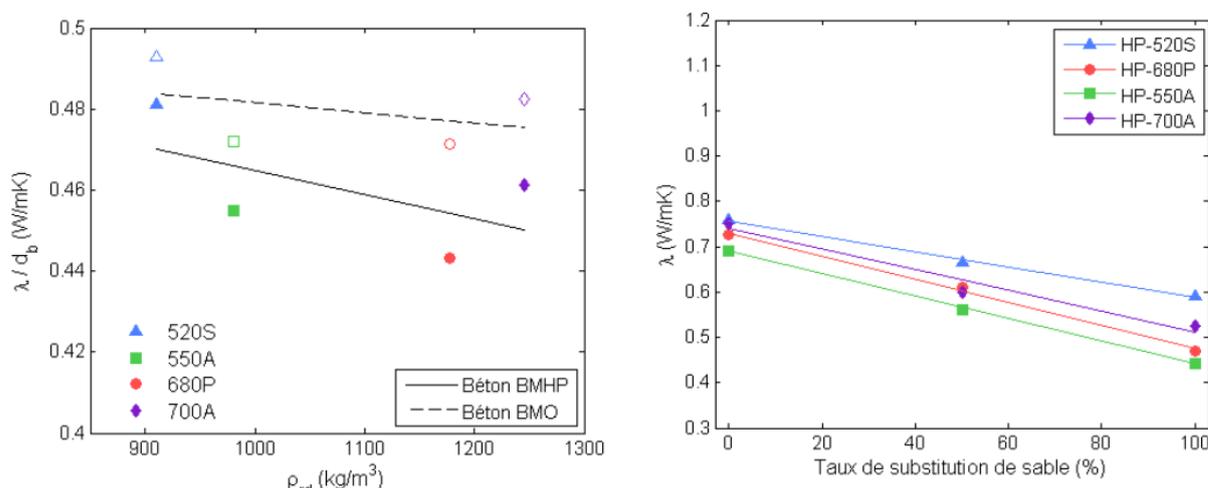


Figure 1.2. Rapport *conductivité sèche/densité sèche* des bétons en fonction de la masse volumique réelle des granulats légers (*gauche*); Evolution de la conductivité thermique des bétons de granulats légers en fonction de la substitution de sable de densité normale par du sable léger (*droite*) [7]

Tableau 1.2. Nomenclature des granulats légers utilisés dans la Figure 1.2

Nomenclature	Nature du granulat	Classe granulaire
520S	Schiste expansé	4/10
680P	Pierre ponce	5/8
550A	Argile expansée	4/10
700A	Argile expansée	4/8

1.4.2. Matrice cimentaire

En général, à l'échelle du béton, les changements dans la composition du liant ou du ratio eau/liant n'influencent pas de manière aussi prépondérante la conductivité thermique que le ferait un changement de la fraction volumique du squelette granulaire – léger ou non -[7], [30]. Nous présentons ici les effets, favorables ou défavorables, des paramètres de composition de la pâte. Nous considérons qu'un élément aura une contribution *favorable* lorsqu'il contribuera *positivement* à améliorer le pouvoir *isolant* du matériau ; i.e. *diminuer* sa conductivité thermique. Il semble difficile d'aller au-delà des tendances d'évolution et d'établir une loi d'évolution générale de la conductivité thermique en fonction de la porosité du système ou des paramètres de formulation. Comme pour les « lois » résistance mécanique-porosité, par exemple, celles-ci restent empiriques et propres à chaque famille de bétons ou mortiers. Néanmoins, des travaux de recherche sur ce sujet, nous retenons :

- A squelette granulaire constant, une contribution *défavorable* de l'augmentation du dosage en ciment et/ou de la réduction du ratio eau/ciment (E/C) [31], [32]. La diminution de la porosité de la matrice cimentaire va de pair avec celle de E/C. Lorsque les comparaisons

sont faites directement à l'échelle de la pâte cimentaire, une régression non linéaire de la conductivité thermique en fonction du ratio E/C est observée (Figure 1.3).

- A tous paramètres de formulation constants, le type de ciment n'a, en revanche, que peu d'influence sur la conductivité thermique [33].

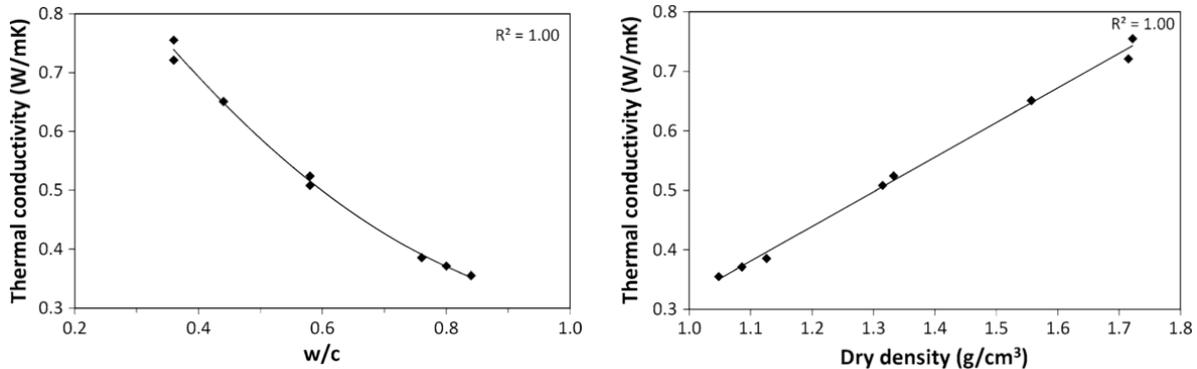


Figure 1.3. Evolution de la conductivité thermique en fonction du ratio E/C et de la densité sèche pour des pâtes cimentaires séchées à 105 °C [34]

- Une contribution *favorable* de la présence d'additions minérales comme substitut au ciment, de par leur densité plus faible et pour certaines, une structure majoritairement amorphe. Les cendres volantes se démarquent avec une meilleure contribution [31], [33], [35]–[38]. De tous les facteurs présentés jusqu'ici, c'est le seul paramètre qui contribue positivement aussi bien à l'aspect thermique que mécanique.

1.4.3. Teneur en eau et température

La teneur en eau est déterminante pour la conductivité thermique du béton dans la mesure où, comme nous l'avons évoqué plus haut, la conductivité de l'eau est jusqu'à vingt fois supérieure à celle de l'air. La conductivité thermique des matériaux cimentaires augmente avec leur teneur en humidité, et ce proportionnellement à leur porosité [39]–[41]. De ce fait, la conductivité des bétons de granulats légers est particulièrement sensible à ce paramètre. En effet, la structure poreuse ouverte des gravillons et sable légers leur confère des coefficients d'absorption d'eau très importants comparés aux granulats de densité normale (18 % contre 1 % à 2 % d'absorption dans l'eau à 24 h). Le passage d'une mesure d'un état sec à un état saturé peut conduire à une majoration de 50 % de la conductivité thermique en présence de gravillons légers et plus encore en complétant le squelette granulaire par du sable léger (Figure 1.4). A même degré de saturation, un béton avec un squelette granulaire 100 % léger contiendra une fraction d'eau rapportée au volume du béton plus importante [7].

Les mesures de conductivité thermique des bétons partiellement ou totalement saturés peuvent parfois se révéler délicates du fait des éventuels transferts d'eau dans des échantillons. Dès que les échantillons ne sont pas secs, ce sont les méthodes en régime transitoire qui sont privilégiées ; la rapidité de la mesure permet de s'affranchir des transferts d'humidité [41].

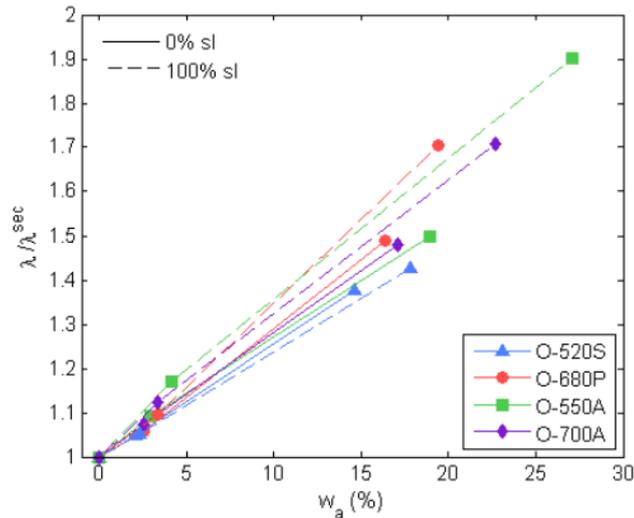


Figure 1.4. Gain en conductivité thermique en fonction de la teneur en eau et de la nature du squelette granulaire [30]

Nous ne citons ici que la tendance d'évolution de la conductivité thermique sur une plage de températures dites *ambiantes*. Son évolution à hautes températures dépasse les considérations du présent travail ; à ce sujet, le lecteur pourra se référer aux ouvrages suivants [22], [40], [42],[43].

En général, l'augmentation de la température moyenne de mesure aura un effet *défavorable* sur la conductivité thermique. La conduction dans les solides non métalliques est principalement assurée par les vibrations dans le réseau cristallin dont le quantum est nommé *phonon*[44]. Ces modes sont propres à chaque minéral. Pour certains, la conductivité thermique aura tendance à augmenter avec la température ; c'est le cas par exemple du quartz amorphe, du feldspath ou de l'anorthite. Pour d'autres, ce sera plutôt le contraire : le quartz α , la calcite ou encore l'aragonite [7], [44], [45]. Pour des températures ambiantes entre 5 °C et 40 °C, la conductivité thermique de l'air et de l'eau augmenteront aussi avec la température. Pour des bétons secs, nous pouvons émettre l'hypothèse que l'élévation de la conductivité thermique de l'eau piégée dans les pores fermés pourra également contribuer à la conduction de chaleur dans le matériau. L'apport de la température dépendra donc fortement de la composition chimique et de la fraction volumique des différents minéraux composant le matériau. Il est toutefois pertinent de signaler que, sur une plage de température aussi restreinte, la conduction de chaleur n'est favorisée que d'une augmentation de quelques centièmes voire dixième d'unité tout au plus de conductivité thermique du matériau (exemple : Figure 1.5).

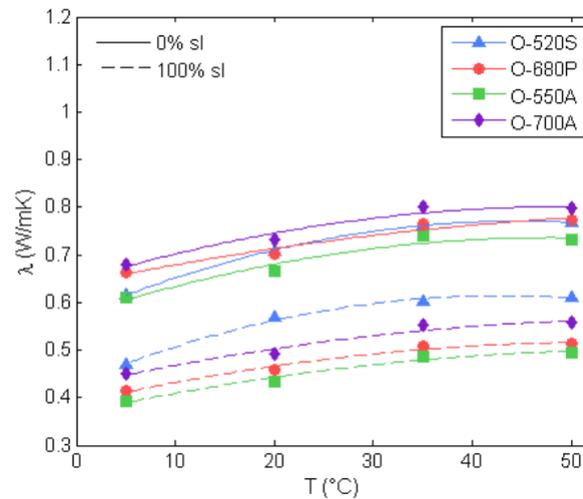


Figure 1.5. Evolution de la conductivité thermique de différents bétons légers en fonction de la température d'ambiante [7]

1.5. Bilan

Le transfert de chaleur au cœur des matériaux cimentaires est principalement régi par le phénomène de conduction. La porosité globale et les dimensions caractéristiques des pores de ces matériaux nous permettent de négliger les apports convecto-radiatifs dans la matrice solide. Ces deux modes de transferts ne sont donc pris en compte que lors de la caractérisation du transfert de chaleur en surface du matériau, dans une ambiance donnée.

La conductivité thermique est une propriété physique propre au matériau et permet de rendre de son pouvoir d'isolation – ou de conduction – thermique. Afin de bien maîtriser ce paramètre, facteur clé dans ces travaux de recherche, nous avons passé en revue les différents moyens expérimentaux existants pour la mesure de la conductivité thermique. Les méthodes de mesure en régime permanent semblent être le choix pertinent lorsqu'on recherche les meilleures précision et répétabilité possibles. A également été présentée l'évolution de cette propriété en fonction de différents facteurs de formulation du béton et des matériaux cimentaires en général. Il ressort que la fraction volumique et la conductivité thermique de chaque composante, le degré de cristallinité ainsi que la connectivité des pores et leurs dimensions sont les facteurs clés derrière les changements de conductivité thermique. La teneur en eau du matériau est également un point important dans la mesure où la conductivité de l'eau est beaucoup plus élevée que celle de l'air sec. Enfin, une légère augmentation de la conductivité thermique accompagne l'élévation de la température de mesure.

Dans un bâtiment, les échanges de chaleur entre l'intérieur et l'extérieur sont multiples et complexes, et dépendront de facteurs aussi divers que la géométrie, l'orientation et la nature des matériaux mis en jeu. A l'échelle de l'enveloppe d'un bâtiment, l'un des points les plus préjudiciables pour le confort thermique reste les fuites à travers les points sensibles de celle-ci : les ponts thermiques. Dans ce qui suit, nous traitons de ces derniers et nous relierons leur impact à la conductivité thermique du béton utilisé.

2. LES PONTS THERMIQUES : IMPACT DE LA SOLUTION BETON ET EVOLUTIONS NORMATIVES

Gallauziaux et Fedullo ont illustré dans leur ouvrage *Le Grand Livre de l'Isolation* [1] l'importance que revêt le traitement des ponts thermiques par une très belle et simple analogie : Si l'on considère un bâtiment comme un récipient dans lequel on voudrait conserver la chaleur comme on le ferait pour un liquide, rendre le récipient étanche aurait peu d'intérêt pour contenir le liquide si celui-ci est troué. Dans le bâtiment, les ponts thermiques constitueraient les trous par lesquels fuirait la chaleur. Celle-ci aura toujours tendance à emprunter la voie la plus facile pour traverser les matériaux; *i.e.* la moins isolée.

Le but principal de ce chapitre est de montrer l'intérêt qu'aurait l'utilisation d'un béton *isolant* comme solution *constructive* à réduire les ponts thermiques les plus défavorables dans un bâtiment. Nous commençons par une définition des différents ponts thermiques dans un bâtiment et l'introduction des paramètres physiques nécessaires pour leur calcul. Nous abordons ensuite l'impact de la réduction de la conductivité thermique du béton sur les ponts thermiques par des simulations numériques. Enfin, nous présentons les évolutions normatives vis-à-vis de la certification de la conductivité thermique des bétons et l'orientation que nous donnons à nos travaux de recherche au regard des conclusions tirées de ces deux premiers chapitres.

2.1. Définition d'un pont thermique dans le bâtiment

Dans les règles de calcul Th-Bat établies à la suite de la RT 2012 [46], les ponts thermiques sont définis comme étant « *une partie de l'enveloppe du bâtiment où la résistance thermique n'est plus uniforme* ». Cette modification peut être causée soit par la pénétration de systèmes constructifs dans des couches isolantes et dont la conductivité thermique diffère sensiblement de celle de la couche d'isolant ; soit par un changement local de l'épaisseur des matériaux constituant la paroi, et donc de sa résistance locale; ou lors d'une différence entre les faces extérieure et intérieure, ce qui est généralement le cas aux liaisons entre différentes parois qui constituent des points singuliers de l'enveloppe et où l'on retrouve une discontinuité de l'isolation (Figure 2.1).

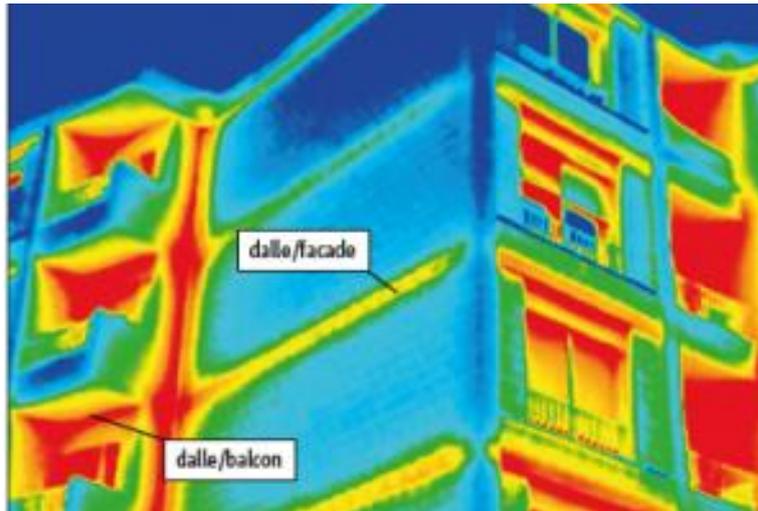


Figure 2.1. Thermographie des ponts thermiques en Isolation Thermique par l'Intérieur [47]

Dans un bâtiment non isolé, les ponts thermiques ont une contribution minimale car la chaleur passe partout. En revanche, ils deviennent un véritable problème lorsque le bâtiment est isolé. Les ponts thermiques peuvent être à l'origine de jusqu'à 40 % des déperditions thermiques à travers l'enveloppe et sont souvent le siège de désordres dus à une condensation superficielle du côté intérieur de la paroi.

On distingue deux principaux types de ponts thermiques suivant la discontinuité mise en jeu. On parle de ponts thermiques *ponctuels* ou *intégrés* χ [W/K] lorsque la perturbation locale est causée par des éléments de fixation ou des ossatures secondaires (chevilles de fixation métallique, poutrelle en béton d'un plancher à hourdis...). Lorsque la discontinuité de la résistance est due à un changement de paroi (mur/plancher, mur/toit...) ou de plan (vertical/horizontal), on parle de ponts thermiques linéaires ψ [W/m.K]. Ces derniers peuvent être soit en 2D ou en 3D (liaison entre un plancher et deux murs perpendiculaires de façade). C'est au cas des ponts thermiques linéaires en 2D que nous nous intéresserons dans la suite du chapitre. La même démarche de calcul est transposable pour le cas des calculs 3D.

L'intensité des ponts thermiques linéaires dépend aussi bien des jonctions concernées que du procédé d'utilisation utilisé. En isolation thermique par l'extérieur (ITE), les ponts thermiques sont pratiquement inexistants. En revanche, en isolation thermique par l'intérieur (ITI), qui reste la solution la plus répandue en France, des améliorations à apporter aux principes constructifs sont souvent nécessaires pour *limiter* les ponts thermiques [1]. C'est cette configuration qui a été étudiée dans notre travail et plus précisément la jonction la plus défavorable de point de vue déperdition (pont thermique proche de 1 W/m.K) : la jonction plancher intermédiaire/façade. En particulier, nous analysons le cas de figure où l'on aurait recours à une solution béton pour le voile de façade. Dans ce qui suit est présenté l'apport qu'aurait un béton de conductivité thermique significativement plus faible que celle d'un béton classique (et conservant les mêmes propriétés structurales de celui-ci) à la limitation des ponts thermiques pour la jonction choisie. En général, ce sont des rupteurs de ponts thermiques qui sont classiquement utilisés pour traiter ces problèmes ; mais l'alternative d'utiliser une solution béton qui répondrait à la fois aux exigences structurales et thermiques permettrait de s'affranchir des arrêts et reprises de coulage nécessaires à la pose des rupteurs. Un tel béton sera dit *Béton Isolant Structurel* (BIS).

2.2. Evaluation de l'apport des bétons isolants

La transmission de chaleur de l'air ambiant à une paroi s'effectuera par une action combinée du rayonnement et de la convection. Au cœur de la paroi, la chaleur progressera par conduction. En plus des grandeurs physiques présentées précédemment (Chapitre 1 - section 1.1) décrivant ces trois modes de transfert, il est nécessaire de définir des paramètres supplémentaires pour aborder le calcul des ponts thermiques.

2.2.1. Grandeurs physiques supplémentaires

La résistance thermique R_{th} d'une paroi, comme définie précédemment (Section 1.1.1), permet de caractériser le transfert conductif *au cœur* du matériau. Pour la description d'un transfert thermique d'un matériau dans un environnement donné, il convient de prendre en compte les transferts en *surface* du matériau en complétant la résistance thermique du matériau par des *résistances thermiques superficielles* décrivant le barrage rencontré par le flux thermique pour passer de la convection dans l'air ambiant à la conduction dans la paroi. Cette grandeur a été évoquée à la section 1.1.2 sur le transfert convectif. La résistance thermique superficielle correspond à l'inverse du coefficient de transmission par convection. Suivant l'exposition de la paroi, on définit une résistance superficielle *intérieure* R_{si} (résistance au passage du flux de l'air ambiant intérieur à la paroi) et une résistance superficielle extérieure R_{se} (résistance au passage du flux de la paroi à l'air extérieur). Celles-ci dépendent de l'orientation du flux thermique (ascendant, descendant ou horizontal). Elles constituent *les conditions aux limites* thermiques de la paroi étudiée. En l'absence d'exigences spécifiques sur les conditions aux limites des surfaces planes, on utilise les valeurs des résistances superficielles tabulées données par les règles de calcul thermique Th-Bat [46]. Celles-ci sont présentées sur la Figure 2.2 et nous nous appuyerons là-dessus pour nos calculs. Les températures d'ambiances *chaude* et *froide* sont définies à 20 °C et 0 °C respectivement.

Paroi donnant sur : - l'extérieur - un passage ouvert - un local ouvert ⁽²⁾	R_{si} m ² .K/W	R_{se} ⁽¹⁾ m ² .K/W	$R_{si} + R_{se}$ m ² .K/W	
Paroi verticale Inclinaison $\geq 60^\circ$ Flux horizontal	0,13	0,04	0,17	
Paroi Horizontale Inclinaison $< 60^\circ$	Flux ascendant	0,10	0,04	0,14
	Flux descendant	0,17	0,04	0,21

⁽¹⁾ Si la paroi donne sur un local non chauffé, R_{si} s'applique des deux côtés

Tableau I

La valeur de R_{si} pour le flux ascendant s'applique aux planchers dotés d'un système de chauffage intégré et aux entrepôts frigorifiques.

⁽²⁾ Un local est dit ouvert si le rapport de la surface totale de ses ouvertures permanentes sur l'extérieur, à son volume, est égal ou supérieur à 0,005 m²/m³. Ce peut être le cas, par exemple, d'une circulation à l'air libre, pour des raisons de sécurité contre l'incendie.

Figure 2.2. Valeurs par défaut des résistances thermiques superficielles [46]

La résistance thermique *totale* de la paroi R_T sera donc la somme de la résistance thermique des matériaux composant la paroi et des résistances superficielles :

Équation 2.1

$$R_T = R_{th} + R_{si} + R_{se}$$

Si la résistance thermique totale permet de décrire le comportement *global* de la paroi, il n'en est pas de même pour la conductivité thermique. A ce dessein, on rajoute généralement un troisième paramètre : le *coefficient de transmission surfacique* U [$W/m^2.K$]. Celui-ci est l'inverse de la résistance thermique totale et représente la quantité de chaleur traversant un mètre carré de paroi sous une différence de température unitaire. Ce coefficient permet de décrire le transfert de chaleur global à travers la paroi ; plus U sera faible et moins il y aura de déperditions à travers la paroi. Dans le cas de pertes par ponts thermiques, les déperditions engendrées doivent également être prises en compte dans le calcul du coefficient de transmission surfacique.

En toute rigueur, la détermination du pont thermique repose sur le calcul numérique d'un flux de chaleur à travers une représentation en 2D de la géométrie composant la jonction à étudier. Le modèle géométrique comprend aussi bien le pont thermique que la géométrie environnante, à savoir les parois, dont les longueurs respectives sont limitées par des plans de coupe suffisamment éloignés des perturbations thermiques causées par le pont thermique. Le coefficient de transfert linéique ψ est ensuite obtenu en retranchant du flux total traversant toute la géométrie φ_T [W/m] (dit flux *perturbé*), les flux thermiques traversant les éléments adjacents à la zone de perturbation, déterminés séparément φ_i [W/m] (dits flux *non perturbés*), pour i parois :

Équation 2.2

$$\psi = \frac{\varphi_T - \sum \varphi_i}{\Delta T} = \frac{\varphi_T}{\Delta T} - \sum U_i L_i$$

où ΔT [K] est la différence de température entre les deux ambiances chaude et froide et L_i [m] est la longueur intérieure sur laquelle s'applique U_i dans le modèle 2D.

Les flux thermiques en 2D sont calculés numériquement par une discrétisation en éléments finis. La densité du maillage doit être d'autant plus forte que l'on se rapproche du centre du pont thermique où la densité de flux est maximale [46]. Ces exigences sont détaillées dans la norme NF EN ISO 10211[48].

2.2.2. Définition du modèle géométrique

Pour nos simulations, le code éléments finis qui a été utilisé est Therm 7.6, développé par le *Lawrence Berkeley National Laboratory* (LNBL) pour la modélisation des trois modes de transferts de chaleur en 2D à travers les composantes d'un bâtiment. La géométrie utilisée pour la liaison plancher intermédiaire/voile de façade avec isolation par l'intérieur est présentée sur la Figure 2.3. Les flèches représentent le sens de transfert de chaleur de l'ambiance intérieure chaude vers l'ambiance extérieure froide. Pour les deux pans du voile et du plancher, les plans de coupe adiabatiques sont situés à $L_i = 1\text{ m}$ (en dimensions intérieures) de la perturbation. Les propriétés des matériaux utilisés sont regroupées dans le Tableau 2.1. Les valeurs de conductivité thermique prises pour les matériaux du plancher et de l'isolant correspondent aux valeurs par défaut du fascicule Th-Bat. Dans le cas du voile de

façade, une configuration avec béton plein et deux configurations en BIS, de conductivité thermique respective 0.8 W/m.K et 0.4 W/m.K, ont été analysés.

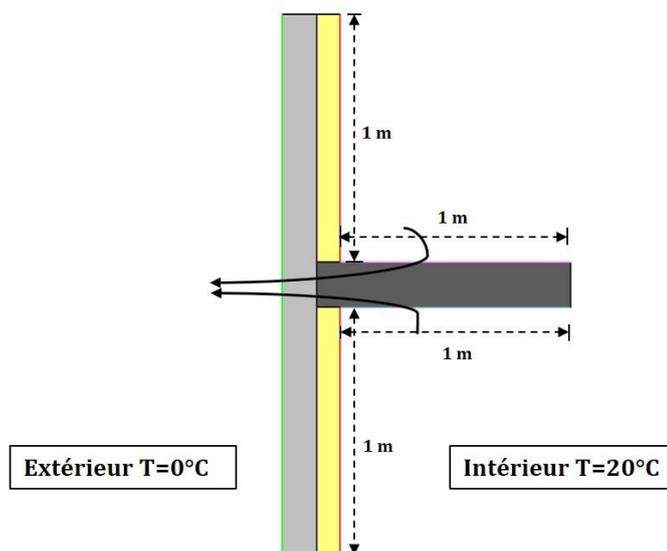


Figure 2.3. Modèle adopté de la liaison façade/plancher intermédiaire

Tableau 2.1. Propriétés des matériaux utilisés pour le modèle

Désignation	Matériau	Code Couleur	Conductivité thermique (W/m.K)	Epaisseur (cm)
Plancher	Béton plein		2	18
Voile de façade	Béton plein ou BIS		Variable (0.4 ou 0.8)	15
Isolant	Laine de verre		0.038	10

2.2.3. Résultats

La Figure 2.4 présente les cartes de distribution de température pour les trois configurations. On peut observer la faiblesse locale au niveau de l'intersection entre les éléments verticaux et horizontaux. La chaleur tend à s'échapper par la dalle vers l'extérieur. Dans le cas de l'utilisation d'un béton plein classique pour la dalle et le mur (configuration 1), le front de température est rapide par la présence de deux éléments conducteurs. On retrouve également un gradient de température important à l'intérieur du bout de dalle pris entre les deux isolants. Les surfaces intérieures de la dalle et de l'isolant sont plus froides, ce qui, au contact de l'air chaud intérieur, est à l'origine de la formation de la condensation et des désordres qui s'en suivent (mauvaises odeurs et moisissures). Lorsque le béton plein est remplacé par un BIS (configurations 2 et 3), le front de température est décalé et l'on conserve des températures proches de l'ambiante sur les faces intérieures des parois. La chaleur a plus de mal à s'échapper et la distribution de température à l'intérieur de la jonction est moins intense.

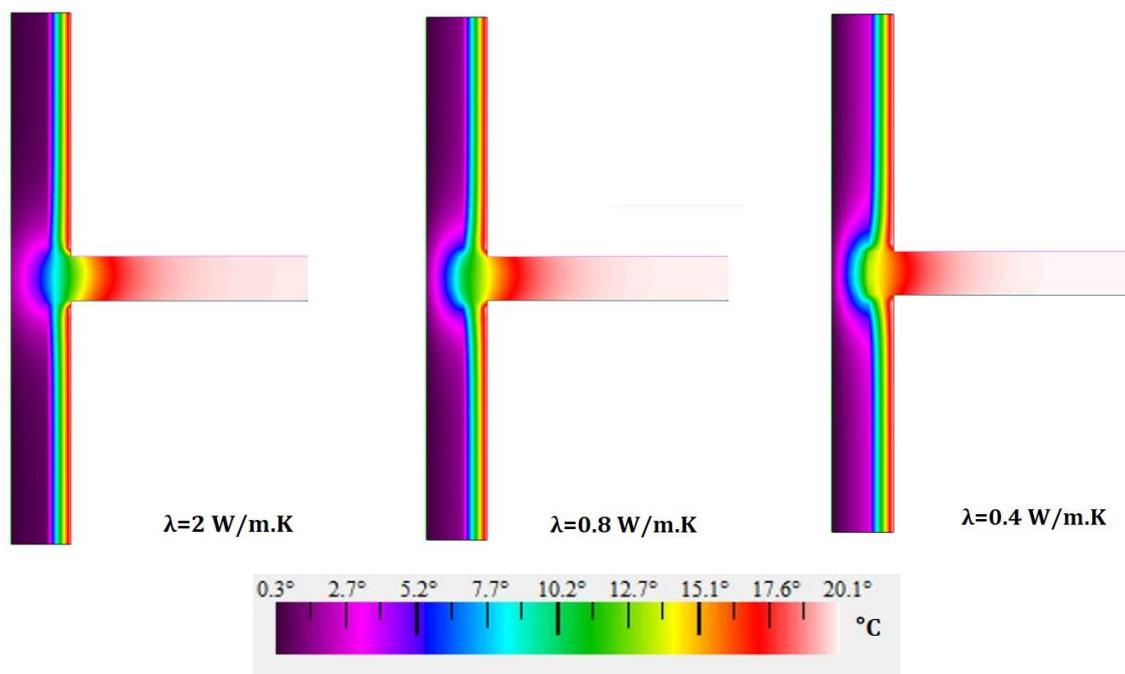


Figure 2.4. Cartes de température selon la conductivité thermique du béton de façade

La Figure 2.5 présente la distribution de la densité de flux dans la géométrie pour les trois cas de figure. Cette grandeur physique permet d'illustrer de manière plus franche l'ampleur des déperditions de chaleur. Celles-ci sont concentrées dans la zone entourant la discontinuité de l'isolant jusqu'à la face extérieure du voile de façade. La valeur de déperdition maximale se situe au cœur de l'intersection géométrique des éléments verticaux et horizontaux ; c'est également à ce niveau qu'on observe le gradient de température maximal. Lorsque les deux éléments sont en béton plein, la densité de flux maximale est d'environ 115 W/m^2 ; cette valeur est divisée par deux lorsque la conductivité du béton de façade est divisée par 5 et la déperdition qui parvient à la surface extérieure est nettement plus faible.

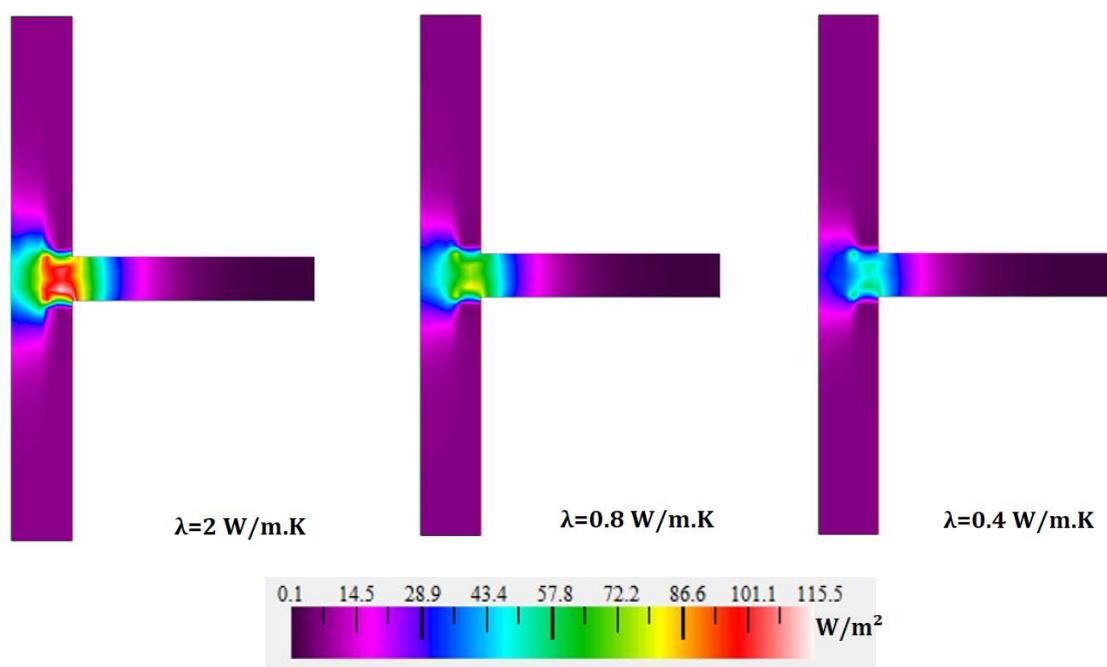


Figure 2.5. Cartes de densité de flux suivant la conductivité thermique du béton de façade

Enfin, la Figure 2.6 présente les valeurs numériques des ponts thermiques obtenus pour chaque cas. Pour représenter au mieux la courbe de tendance pont thermique-conductivité, deux points supplémentaires ont été ajoutés et correspondent à des bétons de façades de conductivité thermique 1.6 W/m.K et 1.2 W/m.K respectivement. La tendance observée est une diminution du pont thermique de la jonction voile de façade/plancher intermédiaire en régression polynomiale de second degré avec le pouvoir isolant du béton de façade. Pour un béton plein courant, le pont thermique est proche de la valeur limite 1 W/m.K. En passant à un BIS de conductivité thermique 0.8 W/m.K et 0.4 W/m.K, le pont thermique est réduit de 29% et 52% respectivement. Cette réduction peut être améliorée en augmentant l'épaisseur du BIS pour rallonger le parcours de la chaleur. Nous tenons toutefois à signaler que ce taux de réduction est propre à la jonction présentée et qu'il diffèrera en fonction de la configuration étudiée.

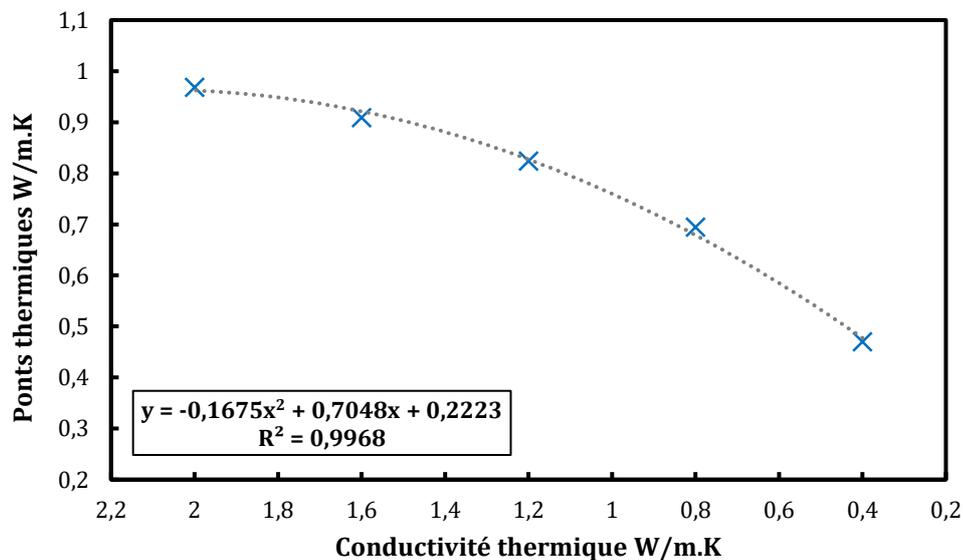


Figure 2.6. Evolution de la valeur de pont thermique avec la conductivité thermique du béton de façade

Limiter les déperditions par ponts thermique se transposera à l'échelle de la structure par une réduction de coûts de chauffage de l'habitation [49]. A titre d'exemple, Real et al [50] ont effectué une comparaison entre les bilans énergétiques d'un appartement pour deux bétons de conductivité 1.98 W/m.K et 0.94 W/m.K respectivement. Sur une année, ce changement de conductivité thermique a conduit, pour de mêmes consignes de températures, à réduire les charges de chauffage d'environ 15%.

Par cette brève étude numérique, nous avons pu montrer que l'utilisation d'une solution *béton isolant structurel* en voile de façade extérieure est d'un grand intérêt lorsqu'il s'agit de limiter les déperditions thermiques au niveau des points sensibles de l'enveloppe. De ce fait, pour mettre à profit les apports de la conductivité thermique aussi bien à l'échelle du matériau que de la structure, la maîtrise de cette propriété du béton, souvent délaissée, prend tout son sens. Nous présentons dans ce qui suit les évolutions normatives qui ont été mises en place dans ce sens.

2.3. Evolution normative : Introduction des Bétons à Propriété Thermique

L'intérêt technique et pratique qu'offrent ces Bétons Isolants Structurels, par le respect du double enjeu de la conductivité thermique et de la résistance mécanique, a conduit à un élargissement du marquage NF des Bétons Prêts à l'Emploi (NF-BPE) par l'AFNOR pour couvrir la conductivité thermique des bétons. Car si la plupart des autres propriétés de base des bétons sont certifiées (résistance à la compression, étalement, densité...), ce n'est pas le cas de la conductivité thermique. La prise en compte de cette propriété pour les bétons de façades est traditionnellement faite en passant par des valeurs par défaut proposées dans les Règles Th-Bat [46], en l'absence de valeurs délivrées par un organisme certifié tierce.

Publié en septembre 2016 et mis en place à partir de juin 2017, le nouveau référentiel NF BPE permet de certifier la conductivité thermique des bétons et introduit la nomenclature de Béton à Propriété Thermique. Celui-ci est défini comme étant « *un béton prêt à l'emploi conforme à la norme NF EN 206/CN, à structure fermée, conjuguant performances thermiques et performances structurales pour la réalisation d'un ouvrage ou un élément d'ouvrage ayant une exigence thermique. Le béton à propriété thermique est un Béton à Propriétés Spécifiques au sens de la norme NF EN 206/CN, la conductivité thermique constituant une propriété particulière de ce type de béton* » [51], [52].

On distingue deux catégories de Bétons à Propriété Thermique suivant l'intervalle dans lequel se situe leur conductivité thermique et le rôle qu'elle joue dans la diffusion de la chaleur dans l'ouvrage :

- Les bétons de conductivité thermique *plus basse* que celle d'un béton classique et destinés à *améliorer l'isolation* dans l'ouvrage. L'intervalle de variation de leur masse volumique après séchage à l'étuve est situé entre 800 kg/m^3 et 2000 kg/m^3 . Ce sont, par définition, des bétons de granulats légers - avec éventuellement du sable léger - et ils sont dénommés Bétons Isolants Structurels (BIS).
- Les bétons de conductivité thermique généralement *plus élevée* qu'un béton classique et destinés à *améliorer la diffusion de chaleur* dans l'ouvrage (cas des chapes fluides par exemple). Leur masse volumique après séchage à l'étuve est comprise entre 2000 kg/m^3 et 2600 kg/m^3 . Ces bétons sont dénommés Bétons Conducteurs (BC).

Nous présentons dans ce qui suit le vocabulaire et les moyens de contrôle définis par le référentiel NF BPE pour une maîtrise complète de la conductivité thermique des bétons.

Dans notre revue bibliographique, l'accent a été mis sur la sensibilité de la conductivité thermique des bétons à leur teneur en humidité et à la température de mesure. Ainsi, pour des raisons pratiques, les essais de conductivité thermique sont menés sur des éprouvettes sèches pour une meilleure reproductibilité. On définit la conductivité thermique sèche λ_s comme étant la conductivité thermique du béton mesurée au-delà de 28 jours après séchage à l'étuve à $105 \text{ }^\circ\text{C}$. On considère que la masse de l'éprouvette est devenue constante lorsque la variation de masse de l'éprouvette sur une période de 24 h est inférieure à 0.1 % en masse. λ_s peut être déterminée par la méthode de la plaque chaude gardée, la méthode fluxmétrique ou encore celle du fil chaud, en respectant leurs modes opératoires respectifs.

Cependant, les valeurs de conductivité thermique dont tiennent compte les règles de calcul Th-Bat correspondent à une ambiance forfaitaire à un niveau d'humidité donné à considérer

dans les matériaux. Celle-ci correspond à une température moyenne de mesure de 10 °C et une teneur en humidité égale au taux d'humidité d'équilibre dans une ambiance à 23 °C et 50 % d'HR. On parle de *conductivité thermique utile* λ_u , et c'est sur la base de ce paramètre que sont définies les classes de conductivité thermique.

Le passage de λ_s à λ_u se fait par la multiplication de la conductivité thermique sèche par deux facteurs. Le premier facteur F_T est lié à la température et dépend de la méthode d'essai. Il s'agit de minorer les conductivités thermiques sèches mesurées à des températures supérieures à la température moyenne de référence (Tableau 2.2). Le second facteur F_m est lié à la teneur en humidité et est fonction du type de granulat léger utilisé dans le béton (Tableau 2.3). Ces conversions s'appliquent pour passer d'une valeur de λ_u seuil définissant une classe de conductivité thermique, à la λ_s seuil correspondante. Les conductivités thermiques sèches doivent être arrondies à 3 décimales pour les BIS.

Tableau 2.2. Facteur de conversion lié à la température [51]

Type d'essai utilisé pour la mesure de λ_s	Facteur F_T
Plaque chaude gardée ou méthode fluxmétrique à 10 °C	1.00
Fil chaud à 20°C ou 23°C	0.99

Tableau 2.3. Facteur de conversion lié à la teneur en humidité [51]

Type de granulat léger utilisé dans le béton	Facteur F_m
Béton avec argile expansé comme granulat majoritaire, ou avec plus de 70 % de granulat en laitier de haut fourneau expansé, ou avec granulat majoritaire obtenu par la combustion du charbon, ou béton de ponce sans autres granulats	1.083
Béton avec d'autres granulats légers	1.127

La classification de la conductivité thermique se fait suivant des niveaux – ou classes – de conductivité thermique utile *maximale* pour les BIS et de conductivité thermique utile *minimale* pour les BC. La nomenclature utilisée pour les classes de conductivité est THI-'xx' (*Thermiquement Isolant*) pour les BIS et THC-'yy' (*Thermiquement Conducteur*) pour les BC. Les classes de conductivité des Bétons à Propriété Thermique proposées par le référentiel sont présentés dans le Tableau 2.4. Les classes de conductivité proposées pour les BIS sont plus resserrées que celles des BC. Il est utile de rappeler qu'il est beaucoup plus difficile et significatif d'un point de vue de la formulation de *baisser* la conductivité thermique d'un béton tout en maintenant ses propriétés structurelles que de *augmenter*.

Tableau 2.4. Classes de conductivité thermique des Bétons à Propriété Thermique [51]

Bétons Isolants Structurels		Bétons Conducteurs	
Classes de conductivité	Conductivité thermique utile <u>maximale</u> $\lambda_{u,max}$ [W/m.K]	Classes de conductivité	Conductivité thermique utile <u>minimale</u> $\lambda_{u,min}$ [W/m.K]
THI0.3	0.3	THC1.2	1.2
THI0.4	0.4	THC1.6	1.6
THI0.5	0.5	THC2.0	2.0
THI0.6	0.6	THC2.5	2.5
THI0.8	0.8	THC3.0	3.0

Exemple :

Si l'on souhaite certifier un BIS de classe THI0.8, ce dernier devra justifier d'une conductivité thermique utile $\lambda_u \leq \lambda_{u,max} = 0.8 \text{ W/m.K}$.

La conductivité thermique sèche *maximale* que ce béton pourra afficher, si l'on suppose que les mesures sont faites par la méthode fluxmétrique à une température moyenne de 10 °C, et que le béton est formulé à base d'argile expansée : $\lambda_s \leq \lambda_{s,max} = \frac{0.8}{1.083} = 0.739 \text{ W/m.K}$.

2.4. Vers des Bétons Isolants Structurels Autoplaçants (BISAP)

Comme nous venons de le voir, l'introduction des Bétons Isolants Structurels a été pensée de telle façon à rajouter un aspect isolant au béton sans dégrader ses propriétés d'usage, à savoir sa rhéologie, sa résistance mécanique et sa durabilité. Si le niveau « *Isolant* » est défini par les classes de conductivité thermique, une définition n'est pas donnée pour le niveau « *Structurel* ». On considère généralement un béton ayant une résistance en compression à 28 jours de 25 MPa minimum comme tel. Une définition est toutefois donnée par l'*American Concrete Society* (ACI) dans leur guide des bétons structurels formulés à base de granulats légers [53] : est considéré comme tel un béton dont la résistance mécanique à 28 jours est au minimum égale à 17 MPa et dont la masse volumique sèche est située entre 1120 kg/m³ et 1920kg/m³. Cette définition ne vaut pas spécification étant donné que les exigences requises pour un béton léger peuvent varier très largement d'un projet à l'autre. Nous définissons donc logiquement cet aspect structurel dans notre étude par une classe de résistance mécanique *minimale* LC20/22 (LC : *Lightweight Concrete*, de résistance caractéristique sur cylindre/cube 20/22 MPa).

En général, les résistances obtenues en utilisant des granulats légers sont plus faibles que celles que l'on aurait obtenues avec des granulats de densité normale. Celles-ci restent néanmoins intéressantes et des valeurs aussi importantes que 60 MPa peuvent être obtenues [54]. Le talon d'Achille de ces bétons réside dans la rigidité 1/3 à 2/3 plus faible que celle d'un béton classique, induite par la structure caverneuse des granulats légers. Cette limitation réduit leur utilisation à des applications verticales ; une application en éléments horizontaux impliquerait un risque de flèche importante et une médiocre isolation phonique aux bruits solidiens. Leur application pour traiter les ponts thermiques au niveau des balcons reste cependant envisageable. Les mécanismes régissant les propriétés mécaniques des bétons à base de granulats légers seront abordés dans les chapitres suivants.

A ces propriétés Isolante et Structurelle peut être rajouté un caractère autoplaçant pour une meilleure facilité de mise en œuvre. Cette particularité, en plus de l'aisance technique qu'elle engage, permet de s'affranchir du problème de ségrégation des granulats légers. Ces bétons allient donc fluidité, résistance mécanique et isolation thermique : des *Bétons Isolants Structurals Autoplaçants* (BISAP). La particularité des BAP réside dans l'utilisation d'un volume de pâte plus élevé et une fraction granulaire plus faible que celles d'un béton vibré pour garantir la fluidité souhaitée. En général, pour limiter les coûts, un volume plus important d'additions que celui autorisé par la norme NF EN 206/CN est utilisé (Figure 2.7).

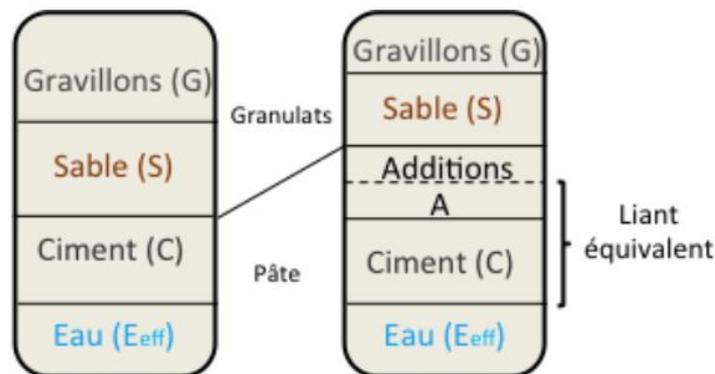


Figure 2.7. Composition des bétons vibrés et BAP [55]

Allier ces trois performances rend la formulation des BISAP complexe dans la mesure où chaque propriété exige certains prérequis dans la composition du mélange qui ne sont pas favorables pour les deux autres. A titre d'exemple, nous avons vu dans la synthèse bibliographique introductive qu'une fraction volumique importante de gravillons légers et une porosité connectée grossière constituaient des facteurs favorables pour une meilleure conductivité thermique. Or, cela détériore les propriétés mécaniques du béton - en particulier sa rigidité -, ne permet pas d'obtenir l'ouvrabilité recherchée et rend le mélange plus prompt à ségréger. Une porosité plus grossière conduira également à de faibles performances mécaniques. **En plafonnant le volume des granulats légers dans le béton, comment optimiser la composition de la matrice cimentaire de telle sorte à pouvoir continuer à réduire la conductivité thermique du mélange tout en conservant des propriétés d'écoulement et mécaniques acceptables et tout en respectant une démarche prescriptive au sens de la norme actuelle?** Idéalement, il s'agirait d'introduire des éléments fins, *significativement* légers et isolants, dont les propriétés intrinsèques ne viendraient pas détériorer de manière significative la viscosité du mélange ni sa fluidité, et ne dégraderaient pas sa résistance mécanique ni sa rigidité ; ou du moins permettraient de garder un compromis intéressant entre les trois performances recherchées. Les bétons formulés garderaient également une bonne durabilité dans le temps. Pour répondre à cette question, nous sommes allés regarder au-delà des matériaux traditionnellement utilisés dans des compositions cimentaires. A cet effet, les *cénosphères*, sous-produit de la combustion de charbon lors de la production de cendres volantes ont été retenues pour ces travaux de recherche. Une caractérisation précise de ces matériaux et de leur utilisation dans une matrice cimentaire sera abordée au chapitre suivant.

2.5. Bilan

Dans ce second chapitre, nous avons introduit les grandeurs physiques nécessaires pour une caractérisation complète des phénomènes de ponts thermiques. Nous avons ensuite brièvement analysé l'impact de l'utilisation d'un béton structurel, mais de conductivité thermique significativement plus faible que celle d'un béton dit classique, comme voile de façade sur les déperditions de chaleur dues aux ponts thermiques. Sur une jonction plancher intermédiaire/voile de façade en ITI, nous avons montré par une simulation numérique que diviser la conductivité du béton de façade par 5 permettait de réduire le pont thermique de moitié. Le traitement de ces points singuliers de l'enveloppe permet une meilleure rentabilisation de l'isolation et une économie significative sur les frais de chauffage engagés. Cette valeur ajoutée intéressante a conduit à une révision du référentiel de certification des BPE afin de pouvoir certifier la conductivité thermique des bétons et définir des niveaux ainsi que les méthodes de mesure de ce paramètre d'un point de vue normatif. Lorsqu'ils sont destinés à améliorer l'isolation de l'ouvrage, l'appellation de *Bétons Isolants Structurels* est utilisée. Ces derniers sont, par définition, des bétons à squelette granulaire léger. Dans nos travaux, nous rajoutons également l'aspect *Autoplaçant* pour une mise en œuvre plus aisée. D'un point de vue de formulation, allier l'aspect autoplaçant, d'isolation thermique et de résistance mécanique est complexe. La satisfaction de ces trois critères nous a orienté vers l'utilisation de « nouveaux » matériaux : les cénosphères de cendres volantes. Dans la suite de nos travaux, nous caractérisons plusieurs formules de BISAP dont le pouvoir d'isolation apporté par le squelette granulaire léger est complété par les cénosphères. Une caractérisation détaillée des cénosphères et les résultats de formules exploratoires sur mortier sont d'abord présentés ; l'accent est ensuite mis sur la compétition des aspects isolant et structurel de ces bétons.

PARTIE II

3. EVALUATION DU COMPROMIS THERMOMECHANIQUE DES MORTIERS AVEC CENOSPHERES : FORMULES EXPLORATOIRES

Le mot cénosphères résulte de la combinaison de deux mots grecs : *kenos* (creuses) et *sphaera* (sphères), ce qui décrit littéralement leur nature. Ces microsphères creuses sont issues du même processus d'obtention des cendres volantes et sont présentes à hauteur de 0.5 % à 5 % du total de la production, avec une gamme de granulométrie étalée [56],[57]. Les cénosphères ont la particularité d'être très légères, parfois moins denses que l'eau, et possèdent un pouvoir d'isolation thermique et acoustique important. Leur forme sphérique les rend très intéressantes d'un point de vue rhéologique. Ces propriétés font que les cénosphères trouvent des applications dans plusieurs domaines de l'industrie. Pour ne citer que quelques exemples, elles sont utilisées pour améliorer l'isolation thermique et phonique des enduits et des peintures, sont intégrées dans des thermoplastiques et thermodurcissables afin de les rendre plus légers et plus résistants, ou encore dans le domaine du camouflage militaire, où elles sont utilisées pour développer des masques capables de camoufler la chaleur émise par le corps d'un soldat [58]. Dans les différents domaines industriels où les cénosphères sont utilisées, on retrouve une fin commune : la production de produits finis plus légers et plus isolants.

L'utilisation d'un matériau nouveau dans une matrice cimentaire nécessite une bonne maîtrise de ses propriétés intrinsèques afin de les corrélérer correctement aux propriétés globales obtenues à l'échelle du matériau cimentaire final. Avant d'utiliser les cénosphères à grande échelle dans le béton, il nous a paru utile de débiter notre recherche par une étude complète sur mortiers avec trois différentes granulométries de cénosphères. Une brève revue bibliographique des propriétés des cénosphères et de leur apport dans la formulation de matériaux isolants et structurels est d'abord présentée. L'accent sera ensuite mis sur une caractérisation mécanique, thermique et microstructurale de mortiers cimentaires incorporant les trois granulométries de cénosphères

3.1. Les cénoosphères dans une matrice cimentaire : données bibliographiques

3.1.1. Formation de cénoosphères

La formation des cénoosphères dépend aussi bien du processus de combustion que de la teneur en charbon présente [59]. Le charbon brûlé en centrale thermique est composé de matériaux organogènes, cristallisés et amorphes. Lorsque le processus de chauffe est amorcé, les composés organiques brûlent en premier. Le changement d'état des silicates et carbonates présents dans le charbon conduisent à une déshydratation, déshydroxylation et décarbonatation des matériaux fondus. Les produits à ce stade sont principalement sous forme de verre amorphe majoritairement silico-alumineux [60],[61]. La présence de certaines phases cristallines, entre autres le quartz, la chaux, l'anhydrite, la mullite, les aluminates ou la ferrite [57],[62], dépend de la composition initiale du charbon. Cette première phase correspond généralement à la production des cendres volantes avec des tailles de particules de l'ordre du micromètre ou dizaines de micromètres. Lorsque la température continue de monter, au-delà de 1000 °C à 1200 °C, les particules de quartz non fondues sont piégées dans les phases vitreuses fondues ou partiellement dissoutes, induisant un ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ plus élevé. La rapidité des interactions ainsi que la mouillabilité des matériaux conduit à la fusion des petites gouttes en formant de plus larges tout en maintenant les rapports entre les composés silicates et ferreux [60]. C'est à ce stade que sont formées les cénoosphères. L'hypothèse faisant l'objet d'un large consensus quant au processus de leur formation est la suivante : la décomposition des composés organiques, des carbonates, des hydrosilicates, du nitrogène et l'évaporation de l'eau interstitielle des grains de charbon conduisent à la formation de gaz condensés qui sont ensuite piégés dans les microsphères fondues. Ces gaz sont capables de « gonfler » la structure fondue à des diamètres pouvant aller jusqu'à 500 μm , formant de ce fait des particules sphériques creuses [4],[5],[63]. La Figure 3.1 présente la morphologie des différents constituants rencontrés lors de la combustion des centrales à charbon pour produire des cendres volantes. Lorsque les cendres volantes constituent le gros des particules entre 1 μm et 100 μm , les cénoosphères et les particules de carbone non brûlées se placent respectivement aux extrémités haute et basse de la courbe granulométrique [64]. La présence d'agglomérats et de particules de forme irrégulière est souvent incombée à un refroidissement rapide.

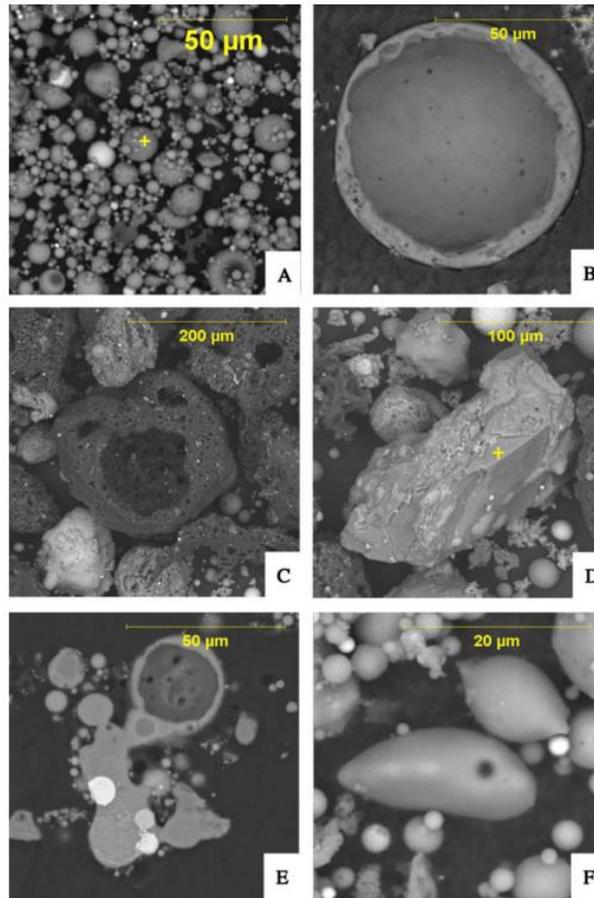


Figure 3.1. Images par électrons rétrodiffusés de A- particules de cendres volantes courantes ; B- coupe d'une particule de cénoosphères ; C- particule de carbone non brûlée ; D- particules de quartz ; E- coupe d'un agglomérat de particules ; F- particules amorphes de forme irrégulière [64]

3.1.2. Propriétés des cénoosphères

La composition chimique des cénoosphères est globalement semblable à celle des cendres volantes. Elles sont majoritairement silico-alumineuses avec la présence, dans une moindre mesure, d'éléments tels que du calcium, du fer, du potassium ou du magnésium. Quelques traces de sodium, titane, phosphore ou soufre sont parfois enregistrées [57], [65]. Ces éléments sont présents soit sous forme cristallisée ou amorphe. La Figure 3.2 schématise la distribution des différentes phases. Les phases cristallisées majoritaires composant les cénoosphères sont la mullite, la cristobalite, la magnétite, le quartz, avec de faibles quantités de chaux et de périclase. Ces phases cristallisées constituent le squelette des cénoosphères ce qui assure leur stabilité sur une large gamme de températures [60], [66]. La capsule des cénoosphères est constituée de 90% d'amorphes qui lui confère sa surface lisse. D'autres phases cristallisées peuvent être retrouvées à la surface des capsules suivant le procédé de récupération des cénoosphères. Notamment, on parle de gypse, de portlandite, de brucite ou de carbonates tels que la calcite, la dolomite ou la magnésite par absorption de dioxyde de carbone présent dans l'air.

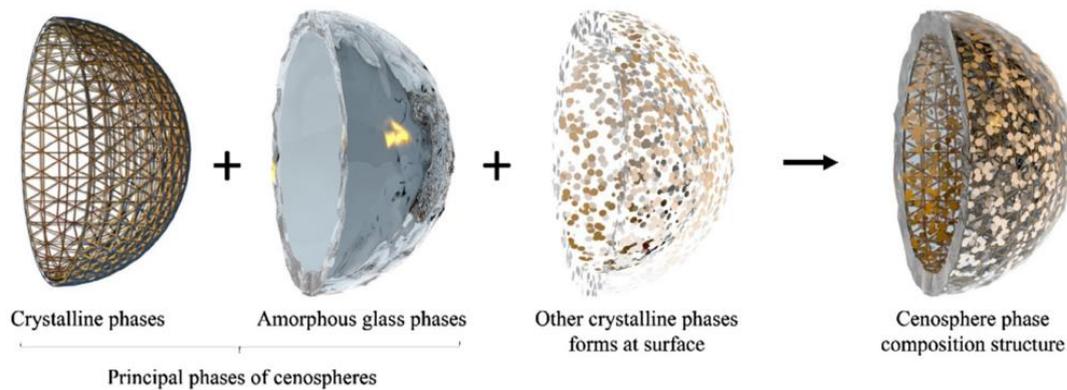


Figure 3.2. Schéma de distribution de phases des cénoosphères [60]

L'une des principales caractéristiques des cénoosphères est leur légèreté, avec une masse volumique apparente de l'ordre de 0.4 à 0.7 g/cm^3 . Cette dernière est plus conférée par leur nature creuse que par leur composition minéralogique ; pour les cendres volantes, on retrouve un ordre de grandeur de 2 g/cm^3 environ. C'est d'ailleurs le vaste écart de densité entre les cendres volantes et les cénoosphères qui est utilisé comme base de séparation des deux produits [67], [68].

Comme il a été mentionné auparavant, la formation des cénoosphères fait que ces dernières peuvent atteindre des diamètres allant jusqu'à $500 \text{ }\mu\text{m}$. Toutefois, les diamètres se concentrent plus entre $20 \text{ }\mu\text{m}$ et $300 \text{ }\mu\text{m}$ avec une épaisseur de capsule de l'ordre de 1 à $10 \text{ }\mu\text{m}$ [69]. La taille des particules de cénoosphères dépend principalement de la vitesse de chauffe lors de la combustion, ce qui affecte indirectement leur composition chimique, en particulier le ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Il apparaît que les particules de plus grands diamètres ont un faible ratio comparé aux plus petits diamètres [70].

3.1.3. Les cénoosphères dans les matériaux cimentaires

Le but principal de l'utilisation des cénoosphères dans les matériaux cimentaires est la réduction de la masse volumique et de la conductivité thermique des mélanges tout en garantissant de bonnes propriétés mécaniques, en particulier la résistance à la compression. Leur forme sphérique leur confère un faible ratio surface/volume, ce qui ne nécessite pas une demande en eau ou en liant supplémentaire et en fait un *filler* -au sens propre du remplissage – très intéressant [60]. Leur faible dimension est également considérée comme un atout vis-à-vis de la rhéologie des mélanges, en particulier lorsqu'elles sont comparées à des granulats légers classiques. S'ajoutent à la liste leur stabilité thermique, bonne tenue au feu et résistance à l'écrasement [71].

Si les premières études sur les cénoosphères dans des pâtes cimentaires remontent à 1984 avec les travaux de Montgomery et Diamond [72], ce n'est qu'au cours des deux dernières décennies que l'engouement des chercheurs pour l'utilisation des cénoosphères pour produire des matériaux cimentaires plus légers et structurels s'est véritablement profilé. On cite notamment les travaux de Blanco et al [73], Shukla et al [74] mais aussi Tiwari et al [75] qui ont souligné les gains en isolation acoustique apportés par les cénoosphères dans le béton. On retrouve aussi, plus récemment, les travaux relatifs au développement des *Ultra Lightweight*

Cement Composites (ULCC) à base de cénosphères au cours des cinq dernières années [76]–[81]. Les cénosphères, rajoutées à une pâte cimentaire, sont considérés comme les principaux -et seuls- granulats dans le mélange. Les auteurs présentent des composites avec des propriétés très attractives : une conductivité thermique au plus égale à 0.4 W/m.K (soit cinq fois moins que celle du béton), des résistances à la compression équivalentes à celle du béton (40 – 70 MPa) et une densité deux fois plus faible (Figure 3.3). Il faudrait toutefois souligner que la quantité de ciment utilisée pour la formulation des ULCC est jusqu'à deux fois plus importante que celle utilisée dans le béton auquel ils sont comparés... Il y a équivalence de performance finale, mais pas en formulation ; ni en coût ! La comparaison avec les pâtes cimentaires semble plus pertinente. A même rapport E/C, la résistance à la compression est la même, avec une conductivité thermique réduite de moitié. Les modules de Young obtenus sont toutefois plus faibles en présence de cénosphères.

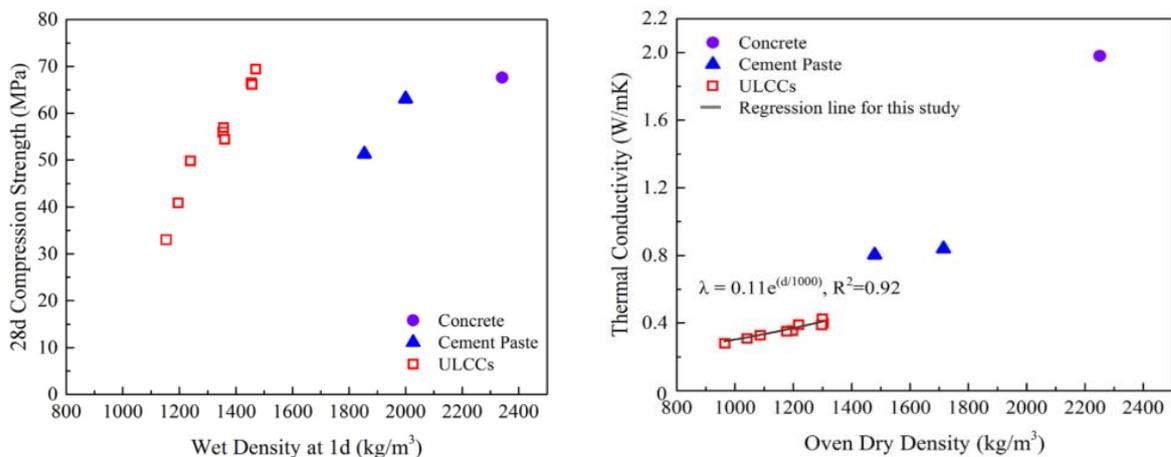


Figure 3.3. Evolution de la résistance à la compression en fonction de la masse volumique humide (gauche) et de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique sèche (droite) ; ULCC et béton standard [76]

Brooks, dans une étude récente [82], a comparé la performance de plusieurs inclusions légères comme substitution partielle du sable sur certaines propriétés, à savoir la résistance à la compression et la conductivité (ou la résistance) thermique résultantes des mortiers. Les trois types d'inclusions utilisées sont du polystyrène expansé (EPS), des billes de verre (HGM) et deux cénosphères de cendres volantes (FAC). Les résultats sont présentés sur la Figure 3.4. Résultat classique, la résistance thermique des mortiers augmente avec le taux d'utilisation d'inclusions, tout type confondu, par le biais de la légèreté et donc de la faible conductivité thermique qu'elles apportent au matériau. Toutefois, à volume de substitution égal, les résistances mécaniques obtenues diffèrent en fonction du type et de la taille des inclusions. On retrouve la performance la plus médiocre pour du polystyrène expansé, pour lequel la résistance à la compression décroît rapidement avec le taux de substitution. Parmi les trois matériaux, les billes d'EPS sont les plus grossières (1 mm de diamètre environ) et ont la masse volumique la plus faible (environ 0.03 g/cm³). La faible résistance intrinsèque des billes de PSE et la médiocre adhérence développée avec la matrice sont les principales causes des faibles performances obtenues. Concernant les billes de verre et les cénosphères de plus petit diamètre (FAC 106), l'utilisation des inclusions améliore la compacité du matériau jusqu'à un certain taux, et les résistances à la compression les plus intéressantes sont obtenues pour les cénosphères. Comparées aux billes de verre, ces dernières ont des capsules plus robustes faisant jusqu'à 4 fois plus en épaisseur et une densité deux fois plus importante. Cependant, dès lors que l'on passe sur des diamètres plus importants, les gains apportés par les cénosphères disparaissent (FAC E200/600). Des observations au microscope faites par

l'auteur ont montré que la propension des capsules à être brisées lors du chargement est beaucoup plus importante pour les billes de verre et les cénoosphères grossières que pour les cénoosphères plus fines.

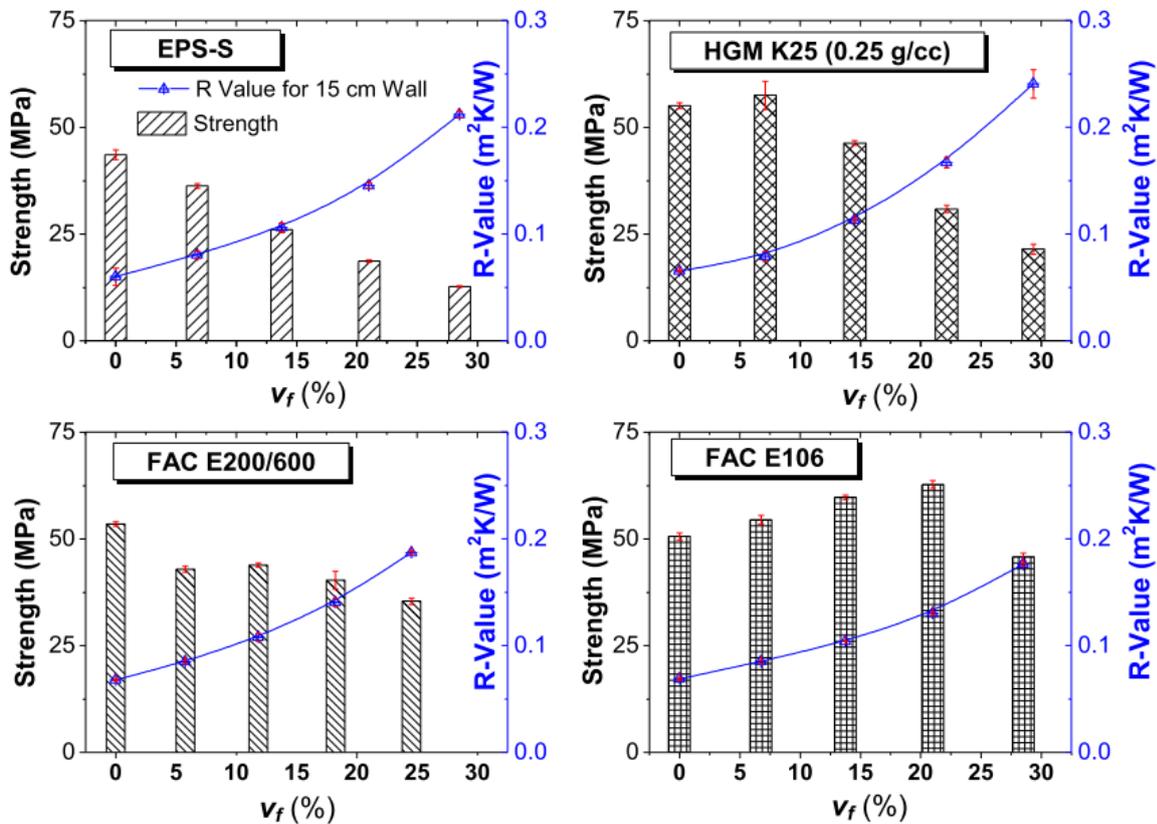


Figure 3.4. Evolution de la résistance à la compression et de la résistance thermique des mortiers en fonction du taux de substitution par des inclusions légères (EPS : polystyrène expansé ; HGM : billes de verre ; FAC : cénoosphères) [82]

D'ores et déjà, nous pouvons conclure sur le fort potentiel que semblent offrir les cénoosphères comparées à d'autres inclusions légères pour produire des matériaux cimentaires plus légers, plus isolants d'un point de vue thermique et tout aussi résistants sur le plan mécanique. **La plupart des travaux ont porté sur l'utilisation des cénoosphères comme un substitut partiel ou total de la phase granulat**, ce qui peut conduire à des produits finis certes très performants, mais onéreux. Dans la suite, nous proposons d'introduire les cénoosphères comme ajout à la matrice cimentaire en gardant un squelette granulaire constant. Nous faisons le choix, dans cette partie, d'étudier trois granulométries différentes de cénoosphères pour déceler et analyser les éventuels écarts de performance sur les propriétés souhaitées.

3.2. Programme expérimental

3.2.1. Matériaux et formules

Les cénoosphères sont issues de la même unité de production et sont fournies par OMYA© . Elles font partie de leur gamme FILLITE©, offrant différentes plages de granulométrie allant de 10 à 500 μm . Plus particulièrement, les trois cénoosphères utilisées sont les Fillite 160W, Fillite SG500 et Fillite 527S, que l'on nommera respectivement CN-125, CN-200 et CN-215. La nomenclature utilisée correspond aux diamètres passant à 90% (les analyses granulométriques seront présentées dans ce qui suit). Le fournisseur donnant uniquement des plages de variation communes pour un grand nombre de caractéristiques physiques et chimiques des trois cénoosphères, une caractérisation plus précise a été effectuée en laboratoire.

Afin d'évaluer la contribution des cénoosphères lorsqu'elles sont intégrées dans la pâte aux propriétés qui nous intéressent, des formules exploratoires de mortier ont été confectionnées. Les compositions des mortiers sont données dans le Tableau 3.1.

Tableau 3.1. Formulations exploratoires étudiées

Constituants (kg/m^3)	Mortier de Référence	Mortiers avec cénoosphères		
		M-CN125	M-CN200	M-CN215
Ciment CEM II/A-LL 42.5	554	508	508	508
Cénoosphères	-	28.6	28.6	28.6
Eau	312	286	286	286
Sable 0/4		1241		
E/C		0.56		

Les mortiers à base de cénoosphères correspondent à une même formule afin de comparer leurs performances à formulation massique équivalente. Un rapport E/C de 0.56 est adopté pour toutes les formules. Comme les cénoosphères ne sont pas considérées comme étant des additions minérales, telles que les cendres volantes, le choix a été fait de comparer, dans cette partie, les mortiers à cénoosphères avec un mortier de référence ayant le même rapport E/C plutôt qu'un même rapport Eau/(ciment + cénoosphères). Une même teneur massique en sable est également adoptée. La faisabilité de la substitution du ciment par des cénoosphères est étudiée en détail dans la Partie III. Des mélanges de pâte de ciment correspondant aux quatre mortiers ont également été confectionnés pour des observations au microscope. Les mortiers et leurs pâtes de ciment respectives sont nommés M-'x' et PC-'x', où 'x' indique le type de cénoosphères utilisées.

Les constituants sont mélangés à sec pendant deux minutes dans un premier temps, puis l'eau est progressivement rajoutée tout en malaxant pendant trois minutes jusqu'à obtenir un mélange homogène. Les moules sont remplis en deux fois, avec vibration sur une table vibrante pendant quelques secondes. Une fois remplis, les moules sont enveloppés d'un film plastique et stockés dans une chambre à 95 % d'humidité relative pendant 24h. Ensuite, les éprouvettes sont stockées dans des bacs d'eau jusqu'à 28 jours, échéance choisie pour toutes les caractérisations. En fonction des mesures souhaitées, plusieurs dimensions d'éprouvettes ont été utilisées :

- Des éprouvettes prismatiques de 4 x 4 x 16 cm³ pour la résistance à la compression et le module de Young dynamique ;
- Des éprouvettes prismatiques de 30 x 30 x 5,5 cm³ pour la conductivité thermique ;
- Des cylindres de Ø11x22 cm pour la porosité à l'eau ;
- Des éprouvettes prismatiques de 1.5 x 1.5 x 1.5 cm³ pour la porosité par intrusion de mercure.

3.2.2. Méthodes de caractérisation physico-chimique des cénoosphères

Au vu de leurs faibles dimensions, la **densité apparente** des cénoosphères a été mesurée grâce à un pycnomètre à hélium. Cette technique non destructive est utilisée pour obtenir, de façon rapide et fiable, la densité et les volumes réels et apparents grâce au déplacement du gaz inerte, utilisé comme milieu de déplacement. Des échantillons de cénoosphères dont la masse varie entre 250 mg et 320 mg ont été utilisés et la densité calculée comme la moyenne de cinq mesures consécutives.

La faible densité des cénoosphères a été un point déterminant dans le choix de la méthode de granulométrie laser pour la mesure de la distribution granulométrique de ces dernières. En effet, leur densité plus faible que l'eau, comme nous le verrons par la suite, rend impraticable l'utilisation de l'eau comme solvant pour la mesure du moment où la plupart des particules auront tendance à flotter à la surface de l'eau. Au lieu d'utiliser un autre solvant, tel que l'isopropanol par exemple, nous avons opté pour la méthode de mesure sèche. D'autre part, les cénoosphères étant des particules sphériques et ne connaissant pas les propriétés optiques du matériau, l'approximation de *Fraunhofer* a été adoptée. Selon *Fraunhofer*, l'angle de diffraction et l'intensité du rayon diffracté sont inversement proportionnels à la taille des particules supposées sphériques, suffisamment éloignées les unes des autres et animées d'un mouvement aléatoire. La limite en dessous de laquelle cette approximation peut atteindre des erreurs de dizaines de pourcents se situe généralement autour de 5-6 µm [83]. Pour chaque type de cénoosphères, les résultats présentés sont une moyenne sur deux mesures.

Afin de faire une comparaison qualitative de la **composition minéralogique** des trois cénoosphères, une analyse par diffraction à rayons X a été menée. Cette méthode, quoique principalement utilisée pour de la matière cristalline, permet de caractériser les matières premières et donne une idée sur la teneur en phase amorphe du matériau, qui pourrait lui conférer une certaine réactivité chimique lorsqu'utilisé dans une matrice cimentaire, en particulier la réaction pouzzolanique. Les diffractogrammes des cénoosphères aléatoirement orientées ont été enregistrés entre 2°2θ et 60°2θ avec un pas de 0.017°2θ et un temps de mesure d'une seconde par pas.

Des observations par microscopie électronique à balayage (MEB) ont été menées pour l'interprétation de différents paramètres relatifs aux cénoosphères. Cette technique permet de caractériser visuellement plusieurs paramètres relatifs au matériau : **forme, dimension, porosité et homogénéité du matériau durci**, etc. En couplant ces observations à une sonde de spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie, ou EDX pour *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*, il est également possible d'avoir une cartographie regroupant la répartition des éléments chimiques composant la surface du matériau observée. Le canon du MEB émet un faisceau d'électrons primaires qui est reçu par l'échantillon placé dans une chambre sous vide

total et qui, en réponse, émet certaines particules qui sont analysées et interprétées par les différents détecteurs pour reconstruire une image de la surface.

Le MEB a été utilisé sur deux types d'échantillons. Les premiers, sur des cénosphères entières, pour comparer leur morphologie, la forme et la taille des particules. Les deuxièmes ont consisté en des sections polies de cénosphères afin d'exposer le cœur des capsules et comparer leurs épaisseurs. Une analyse EDS sur les sections polies des cénosphères a également été menée pour analyser leur composition minéralogique.

Pour l'observation des cénosphères, une fine couche de ces dernières a été saupoudrée sur un plot muni d'un scotch double-face. Ensuite, une fine couche de spray carbone d'environ 15nm a été appliquée.

Afin d'exposer l'intérieur creux des sphères, des échantillons cylindriques contenant un mélange de résine et des cénosphères ont été confectionnés. La résine a été préparée en mélangeant sept parts de résine à une part d'agent durcisseur par unité de masse du Kit SpeciFix-40. Ensuite, une petite quantité de cénosphères est mélangée à la résine obtenue puis versée dans de petits moules cylindriques de 25 mm de diamètre et 20 mm de hauteur. Les moules sont laissés au repos pendant 48 heures puis démoulés. Les cylindres sont ensuite polis pour obtenir une surface lisse d'observation. Une couche d'environ 15nm de spray carbone est également appliquée.

3.2.3. Méthodes de caractérisation mécanique et microstructurale des mortiers

La résistance à la compression des mortiers est effectuée sur des moitiés d'éprouvettes 4x4x16cm³ obtenues par rupture en flexion suivant les préconisations de la norme NF EN 196-1. Une rampe de chargement de 2.4 kN/s jusqu'à la rupture a été adoptée. Pour chaque mortier, les valeurs moyennes sont obtenues sur six mesures. Le module dynamique est évalué par un essai non destructif à l'aide du *Grindosonic*. Ce dernier permet de mesurer la fréquence de résonance d'une vibration créée par un choc léger sur l'éprouvette 4x4x16. Afin de pouvoir interpréter les résultats obtenus, des mesures de la teneur en air occlus de ces mortiers ont également été effectués grâce à un aéromètre à mortier.

Des sections polies des pâtes de ciment contenant des cénosphères ont également été observées au MEB. En général, lorsque des matériaux cimentaires sont exposés au vide total de la chambre du MEB, des microfissures dues au séchage excessif et aux conditions violentes de vide total apparaissent de façon naturelle. La distribution des cénosphères dans les pâtes cimentaires ainsi que la propagation et l'épaisseur de ces fissures ont été observées afin de recueillir des informations sur l'adhérence à l'interface cénosphère-matrice. Pour ce faire, des échantillons de 15x15x20 mm³ ont été découpés des pâtes de ciment confectionnées à 28 jours puis polis. Les échantillons ont été passés dans un bain ultrasonique pendant 5 minutes et séchés à l'air libre avant d'être introduits dans la chambre MEB.

Afin de caractériser l'effet des cénosphères sur la porosité des mortiers, des essais de porosité accessible à l'eau et de porosimétrie par intrusion de mercure sont réalisés.

La porosité accessible à l'eau, ou porosité ouverte, englobe les pores en communication avec l'extérieur que ce soit de façon directe ou par contact de proche en proche. L'essai de porosité

est effectué sur des cylindres de 5 cm de hauteur sont prélevés au cœur de trois éprouvettes Ø11x22 cm. L'essai consiste à placer les corps d'épreuves dans une cloche sous vide uniquement dans un premier temps, puis dans l'eau sous vide pour une durée totale de 48 heures. La porosité est ensuite calculée à partir de trois masses :

- Masse à l'air libre de l'éprouvette imbibée M_{air}
- Masse apparente par pesée hydrostatique de la même éprouvette imbibée M_{hydro}
- Masse de l'éprouvette après séchage à 105 °C jusqu'à masse constante $M_{sèche}$

La porosité accessible à l'eau, en pourcentage, est alors donnée par la formule suivante :

$$\emptyset (\%) = \frac{M_{air} - M_{sèche}}{M_{air} - M_{hydro}} \times 100$$

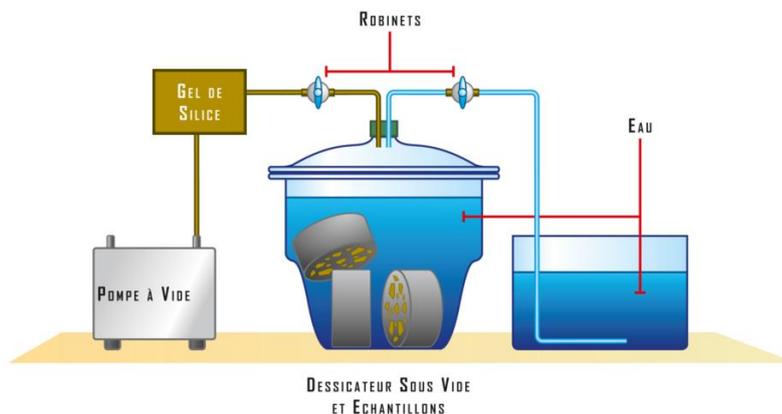


Figure 3.5. Dispositif d'essai de porosité accessible à l'eau

La porosimétrie par intrusion de mercure est l'une des techniques les plus communément utilisées pour caractériser la structure poreuse complexe des matériaux cimentaires. Cette méthode consiste à injecter un fluide non mouillant dans la structure poreuse du matériau, avec une pression croissante par palier. Les mesures sont effectuées sur des éprouvettes cubiques de dimensions $1.5 \times 1.5 \times 1.5 \text{ cm}^3$ prélevées au cœur d'éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$. Les éprouvettes sont ensuite séchées à l'air libre dans une pièce à 20 °C avant d'être introduites dans le porosimètre. Pour des mêmes conditions de cure, les mesures obtenues par porosimétrie à mercure offrent une très bonne répétabilité [84]. Un seul échantillon par mortier a donc été testé. L'appareil utilisé est un porosimètre Micromeritics Autopore IV-9500. Les échantillons sont placés dans un pénétromètre où un vide partiel (70 µmHg) est établi. La première étape, appelée étape de basse pression, consiste à appliquer une pression de 30 psi (soit 0.2 MPa) en injectant du mercure grâce à de l'azote. La seconde étape, de haute pression, consiste à élever la pression jusqu'à 60 000 psi (soit 414 MPa) afin d'atteindre des pores aussi petits que 3 nm.

La pertinence de l'exploitation quantitative des résultats obtenus par cette méthode sur des matériaux cimentaires a longtemps été critiquée au vu des limitations qu'elle présente [85]. En effet, cette méthode mesure les entrées de pores et non les diamètres des pores eux-mêmes, ce qui conduit à une surestimation des petits pores et sous-estimation des plus gros dans la mesure où ils sont comptabilisés avec des pores plus fins. Toutefois, plusieurs auteurs s'accordent à dire que la porosimétrie par intrusion de mercure peut être utilisée à des fins de comparaison, en particulier en exploitant trois principaux paramètres : le volume total de pores percolés, le diamètre seuil d'entrée de pore et le diamètre critique d'entrée de pore [84],

[86]. Dans cette étude, nous nous intéressons au premier et troisième paramètre. Le volume total de pores percolés, ou la porosité intrudée, correspond au volume total de pores enregistré pendant l'essai. Il correspond à la porosité connectée totale cumulée correspondant à la pression maximale appliquée. Cette porosité ne correspond pas à la porosité connectée totale de l'éprouvette étant donné qu'elle couvre uniquement les pores situés dans une plage donnée. Le diamètre critique d'entrée de pore est le plus grand diamètre auquel un volume de pore significatif est détecté et en-dessous duquel une intrusion de mercure importante prend lieu [87]. Ce diamètre est interprété comme étant la valeur à laquelle les pores commencent à percoler. Il est défini mathématiquement comme étant le premier point d'inflexion de la courbe de porosité cumulée.

3.2.4. Mesure de la Conductivité thermique

Dans toute notre étude, les mesures de conductivité thermique sont réalisées par la méthode fluxmétrique. Comme mentionné au premier chapitre (Section 1.3.1), cette technique présente l'avantage de garantir une bonne répétabilité pour des éprouvettes de grandes dimensions ainsi qu'un coût de temps d'exécution et des incertitudes de mesures acceptables. L'appareil utilisé est un fluxmètre HFM 436/3/1/E permettant de mesurer la conductivité thermique de matériaux de surface 300x300 mm² et pouvant avoir des épaisseurs allant de 5 à 100 mm, à des températures allant de -30 °C à 90 °C et pour des conductivités allant de 0.002 W/m.K à 2 W/m.K.

L'un des premiers critères pour les mesures de conductivité thermique est le choix des dimensions de l'éprouvette à tester, en l'occurrence son épaisseur. Cette dimension joue un rôle important dans la limitation des fuites thermiques latérales. Ces dernières sont largement affectées par les conditions aux limites au bord des éprouvettes (isolations périphériques, éléments chauffants auxiliaires de la zone de garde et la température ambiante) et tendent à augmenter avec l'épaisseur des éprouvettes. Cela nécessite donc d'avoir une idée préalable de la conductivité du matériau à tester. L'épaisseur minimale des éprouvettes est également limitée par les résistances de contact pouvant avoir lieu. Dans notre étude, nous nous intéressons à la mesure de la conductivité thermique de mortiers dont la conductivité est en général largement en dessous de 1.5 W/m.K, et par la suite à des bétons isolants dont la conductivité est inférieure à 0.8 W/m.K. Pour toutes nos éprouvettes, et suivant les préconisations données par la norme de mesures par la méthode fluxmétrique [88], une épaisseur de 55 mm est prise pour se situer entre les situations citées plus haut.

Les matériaux cimentaires sont des matériaux suffisamment rigides pour que des éprouvettes de mortier ou de béton soient sensiblement affectées dans leur forme par la pression exercée par les éléments chaud et froid de l'appareil de mesure. La rigidité du matériau empêche d'établir un contact thermique uniforme sur la totalité des faces des éléments chaud et froid placés contre l'éprouvette, en résultent donc des résistances de contact. De ce fait, la résistance mesurée par le fluxmètre est composée non seulement de la résistance de l'éprouvette, mais est augmentée de deux résistances de contact :

Équation 3.1

$$R_{totale} = R_{éprouvette} + 2 \times R_{contact}$$

La résistance de contact dépend de la nature des deux matériaux adjacents et de leur rugosité. Elle est définie par la différence de température entre les deux éléments (δT) suite à leur contact thermique imparfait, divisée par le flux q .

Équation 3.2

$$R_{contact} = \frac{\delta T}{q}$$

Lorsque le matériau est très isolant, sa résistance thermique est faible et les résistances de contact sont négligeables par rapport à la résistance de l'éprouvette. Cependant, pour des matériaux rigides tels que les matériaux cimentaires, dont la conductivité thermique est généralement moyenne ou grande, les résistances thermiques de contact deviennent significatives devant les résistances thermiques des éprouvettes et la résistance thermique mesurée est alors majorée.

Afin de corriger ces erreurs, il est possible d'équiper l'appareil par des plaques en silicone compressible. En épousant la forme entre les éléments chaud et froid et l'éprouvette, celles-ci permettent de corriger les résistances de contact. Des thermocouples sont montés entre les plaques de silicone et l'éprouvette afin de mesurer la différence de température réelle aux bornes de celle-ci. Le dispositif de montage est illustré sur la Figure 3.6. La norme NF EN 12-664 recommande le recours à ces techniques de mesures dès lors que la résistance thermique de l'éprouvette est inférieure ou égale à $3 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$, ce qui est généralement le cas des matériaux cimentaires.

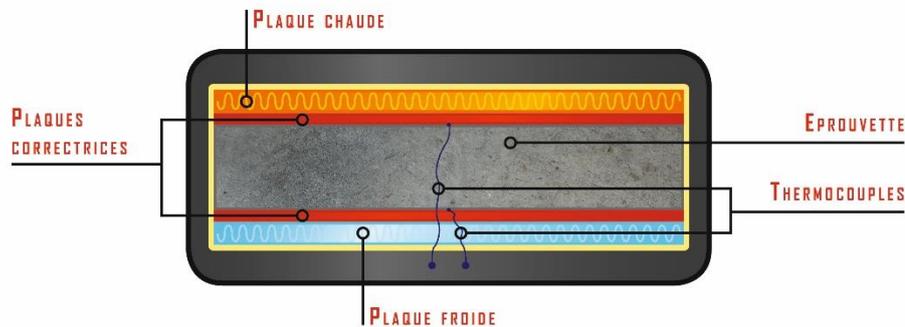


Figure 3.6. Dispositif de correction des résistances de contact d'un fluxmètre

La différence de température lue par les thermocouples aux bornes de l'éprouvette est généralement plus faible que l'écart de température imposé lors de l'essai. L'erreur sur l'écart de température dépend de plusieurs facteurs, à savoir la section des thermocouples utilisés, les propriétés des plaques correctrices mais aussi de la résistance même de l'éprouvette. Il convient donc de corriger la résistance thermique mesurée par le facteur f_r donné par la norme NF EN 12 664 décrit par l'équation suivante :

Équation 3.3

$$f_r = 1 - \frac{e_t}{2e_c} \frac{2R_c}{R}$$

où

e_t : est l'épaisseur du thermocouple. Dans notre cas, les thermocouples ont une épaisseur de 0.05 mm ;

e_c : l'épaisseur d'une feuille de contact simple, ici égale à 3 mm ;

R_c : la résistance thermique de la feuille de contact, ici égale à 0.03 m².K/W

et R : la résistance de l'éprouvette (m².K/W).

L'erreur est d'autant plus grande que la résistance de l'éprouvette est petite. Par exemple, pour une éprouvette de résistance 0.05 m².K/W, l'erreur de mesure induite est de 1 %. Pour une résistance thermique de 0.22 m².K/W, l'erreur est de 0.23%.

Afin de respecter les préconisations du nouveau référentiel NF BPE pour les mesures de conductivité thermique (Section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**), les essais sont réalisés à une température moyenne imposée de 10 °C, avec une tolérance de ±1 °C. La différence de température imposée entre les plaques chaude et froide est également prise égale à 10°C.

3.3. Résultats et discussion

3.3.1. Caractérisation des Cénosphères

Les images obtenues par observations MEB des trois cénosphères sont présentées dans les Figure 3.7, Figure 3.8 et Figure 3.9. Les trois cénosphères se présentent toutes comme des particules sphériques. CN-200 et CN-215 ont des particules de diamètres relativement proches. Les microsphères observées ont des diamètres compris entre 50 µm et 300 µm environ (Figure 3.8). Les cénosphères CN-125, quant à elles, exhibent des diamètres plus petits. La plus petite particule observée au MEB a un diamètre de 8 µm tandis que le plus large reste en dessous de 160 µm.

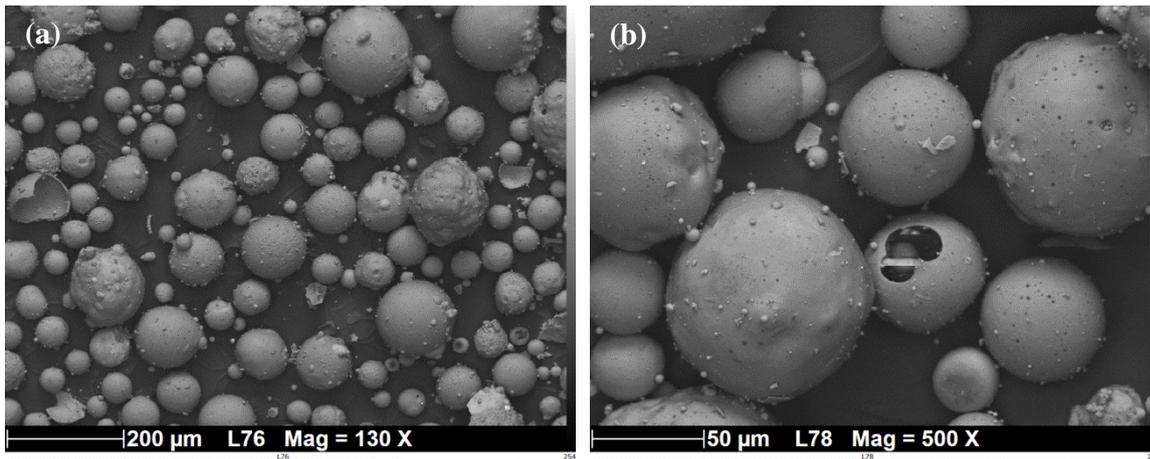


Figure 3.7. Particules de cénoosphères CN-125

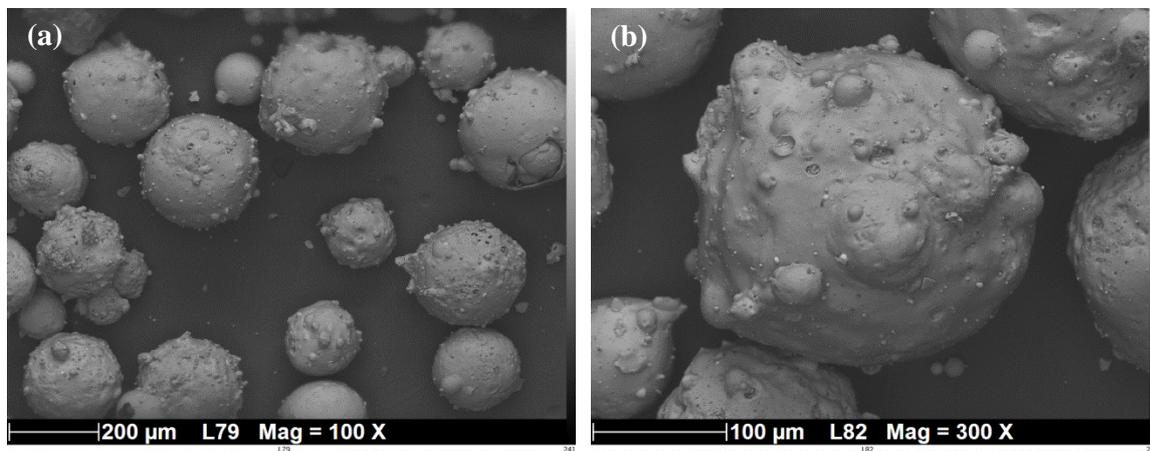


Figure 3.8. Particules de cénoosphères CN-200

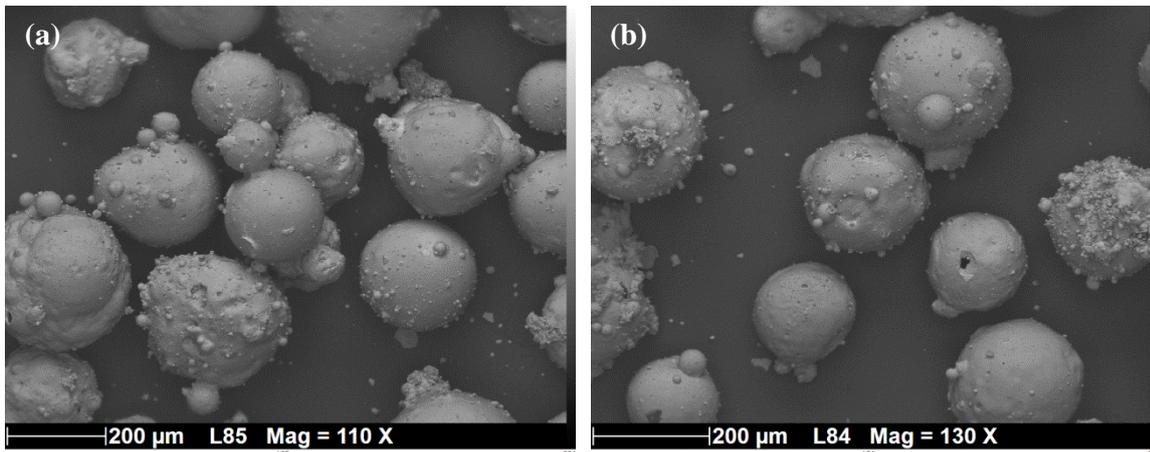


Figure 3.9. Particules de cénoosphères CN-215

La morphologie des cénoosphères diffère d'un type à un autre. En effet, les particules des cénoosphères CN-125 ont pour la plupart des surfaces extérieures lisses et parfaitement sphériques avec une porosité plus prononcée tandis que CN-200 et CN-215 ont des surfaces cabossées et sont recouvertes de portions de petites sphères naissantes. Ces irrégularités sont également présentes pour certaines microsphères de plus grand diamètre de CN-125. La plupart des études traitant des cénoosphères dans des matériaux cimentaires décrivent ces

dernières comme étant des sphères lisses [60], ce qui n'est pas toujours le cas comme nous pouvons l'observer ici. Ces différences peuvent être dues au processus de fabrication où chaque fragment de charbon réagit individuellement pendant la combustion et conduit à des produits finaux qui peuvent être différents aussi bien dans la forme que la composition chimique [89].

Les observations des coupes des cénosphères (Figure 3.10, Figure 3.11 et Figure 3.12) viennent compléter les informations ci-dessus. Les trois microsphères sont creuses et l'épaisseur de leur capsule est poreuse ; ceci est particulièrement visible sur les Figure 3.10-b et Figure 3.12-b . Les microsphères de plus petits diamètres semblent avoir des capsules d'épaisseur uniforme, tandis que des épaisseurs variables se retrouvent pour les plus grandes particules, comme illustré sur la Figure 3.10.b. Pour les trois matériaux, les sphères ont des épaisseurs de capsules variant entre 3 μm et 30 μm , avec une forte porosité à l'intérieur des capsules faisant entre 20 μm et 30 μm . Aucune corrélation n'a pu être établie entre l'épaisseur des capsules et le diamètre des sphères avec les observations effectuées, étant donné que le polissage ne pouvait garantir une coupe au milieu des cénosphères qui aurait permis de mesurer leur diamètre. Toutefois, certains auteurs ont pu corréler ces deux grandeurs, avec un rapport du diamètre sur l'épaisseur des capsules allant de 20 à 30 [60], [69].

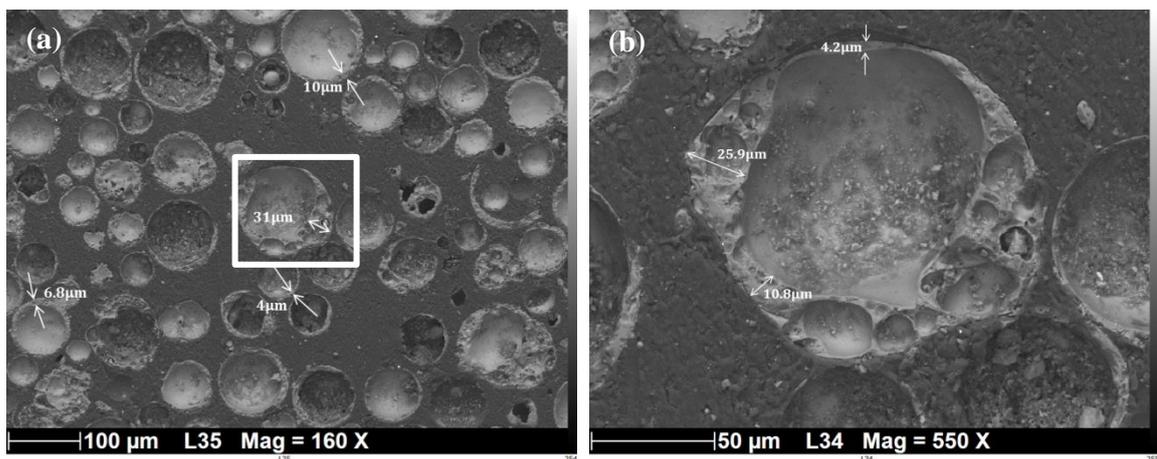


Figure 3.10. Sections de cénosphères CN-125 et épaisseurs des capsules

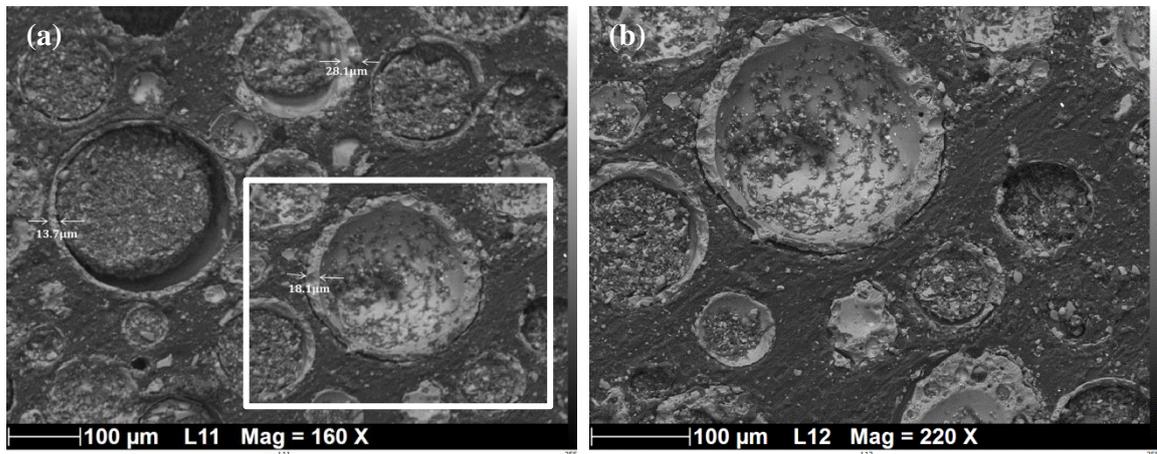


Figure 3.11. Sections de cénosphères CN-200 et épaisseurs des capsules

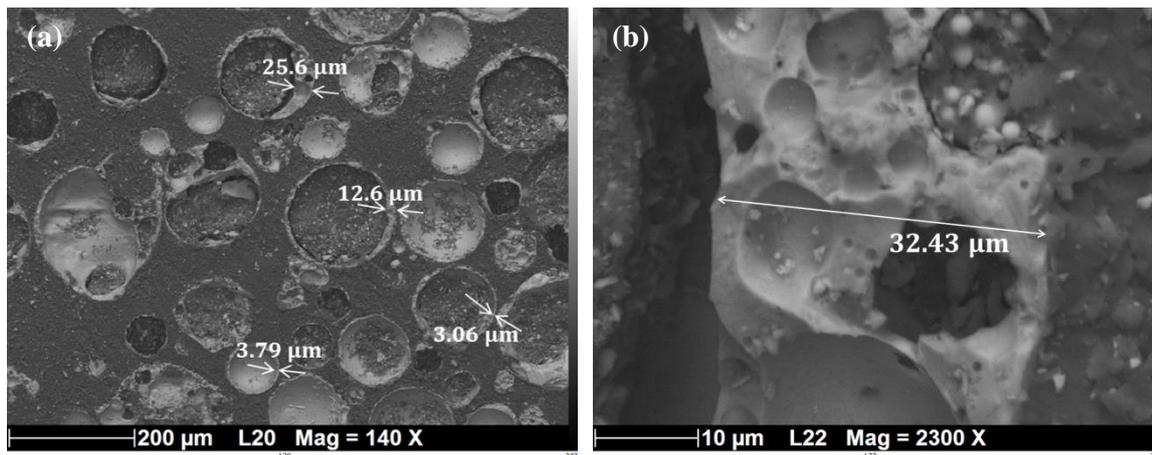


Figure 3.12. Sections de cénoosphères CN-215 et épaisseur des capsules

Les densités des cénoosphères mesurées par pycnomètre à Hélium sont données dans le Tableau 3.2. Les trois matériaux ont des densités inférieures à 1, ce qui reflète leur nature creuse. Les densités des cénoosphères CN-200 et CN-215 sont très proches l'une de l'autre. La différence de densité, quoique faible, pourrait être attribuée à une différence de concentration d'éléments chimiques entre les trois microsphères. La distribution granulométrique des cénoosphères ainsi que les diamètres passants sont regroupés sur la Figure 3.13 et dans le Tableau 3.3. Ces données viennent confirmer les observations par MEB. L'étendue de la courbe granulométrique est représentée par le ratio $[dv90-dv10]/dv50$ où $dv90$, $dv50$ et $dv10$ qui fournissent les diamètres en-dessous desquels 10 %, 50 % et 90 % du volume de l'échantillon sont inclus respectivement. Ce paramètre est généralement utilisé pour décrire l'étendue spatiale de la distribution obtenue par granulométrie laser. Plus cette valeur sera petite, plus homogène et étroite sera la distribution. Parmi les trois matériaux, CN-125 affiche la densité la plus faible ainsi que la distribution granulométrique la plus homogène. Toutefois, il est assez difficile d'établir une corrélation entre la taille des cénoosphères et leur densité, surtout au vu de la grande porosité des capsules plus épaisses.

Tableau 3.2. Densité des cénoosphères mesurée par pycnomètre à hélium

	CN-125	CN-200	CN-215
Masse de l'échantillon (mg)	290.8	315.9	263.3
Densité apparente	$0.87 \pm 1 \cdot 10^{-3}$	$0.992 \pm 4 \cdot 10^{-4}$	$0.979 \pm 9 \cdot 10^{-4}$

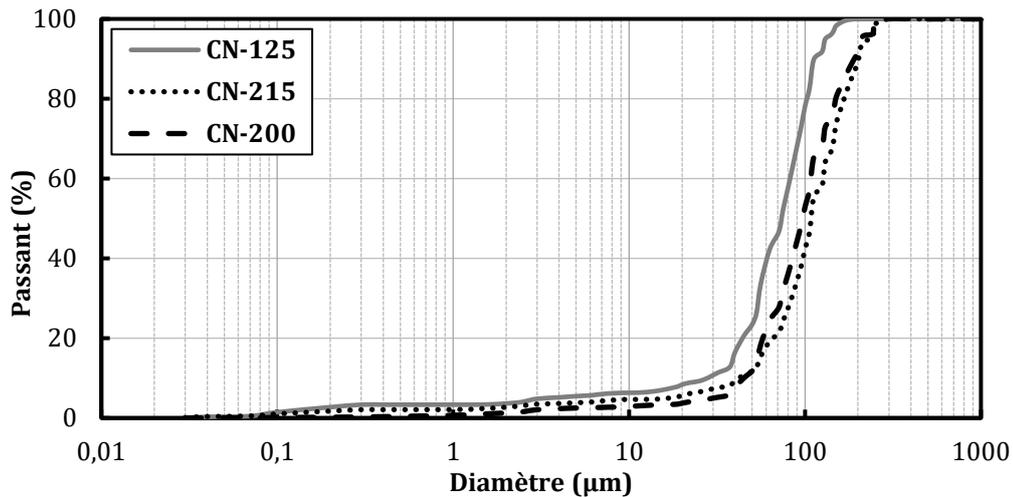


Figure 3.13. Granulométrie des trois cénoosphères étudiées

Tableau 3.3. Diamètres passants D10, D50 et D90 des cénoosphères

	dv10 (µm)	dv50 (µm)	dv90 (µm)	Etendue
CN-125	31.7	97.96	125.57	0.95
CN-200	49.89	102.32	200.72	1.47
CN-215	47.13	116.99	215.68	1.44

Les diffractogrammes des cénoosphères sont présentés sur la Figure 3.14. Les spectres obtenus sont très similaires à ceux des cendres volantes étant donné que les deux matériaux sont issus du même procédé de fabrication. Les trois microsphères se présentent comme étant des matériaux majoritairement amorphes avec du quartz et de la mullite comme principales phases cristallines. Les diagrammes de CN-125 et CN-215 sont superposables tandis que CN-200 semble avoir une teneur en quartz sensiblement plus élevée. Les écarts de teneur en phases cristallines et verre dépendent des différences de conditions de combustion ou du refroidissement qui s'en suit. Des taux de refroidissement différents peuvent faire aboutir, en fonction de la taille des particules, à des matériaux amorphes ou cristallins [60], [70]. Une analyse qualitative de la composition chimique élémentaire des cénoosphères par MEB-EDX est présentée dans le Tableau 3.4. L'analyse a été réalisée sur les sections des cénoosphères avec un grossissement de 5000. La principale difficulté a été de trouver une zone suffisamment plate sur les coupes des capsules pour pouvoir conduire l'analyse. Cette dernière est considérée acceptable lorsque le pourcentage massique total des différents éléments composant la zone est le plus proche possible de 100 %. Les résultats présentés ici correspondent à des pourcentages massiques totaux de 84 %, 98 % et 93 % pour CN-125, CN-200 et CN-215 respectivement. La nature silico-alumineuse des cénoosphères est bien illustrée par la prédominance de trois principaux éléments, le silicium, l'alumine et l'oxygène. La présence d'éléments plus lourds tels que le calcium et le fer en plus grandes proportions dans CN-200 et CN-215 pourrait être à l'origine de la différence de densité entre les cénoosphères.

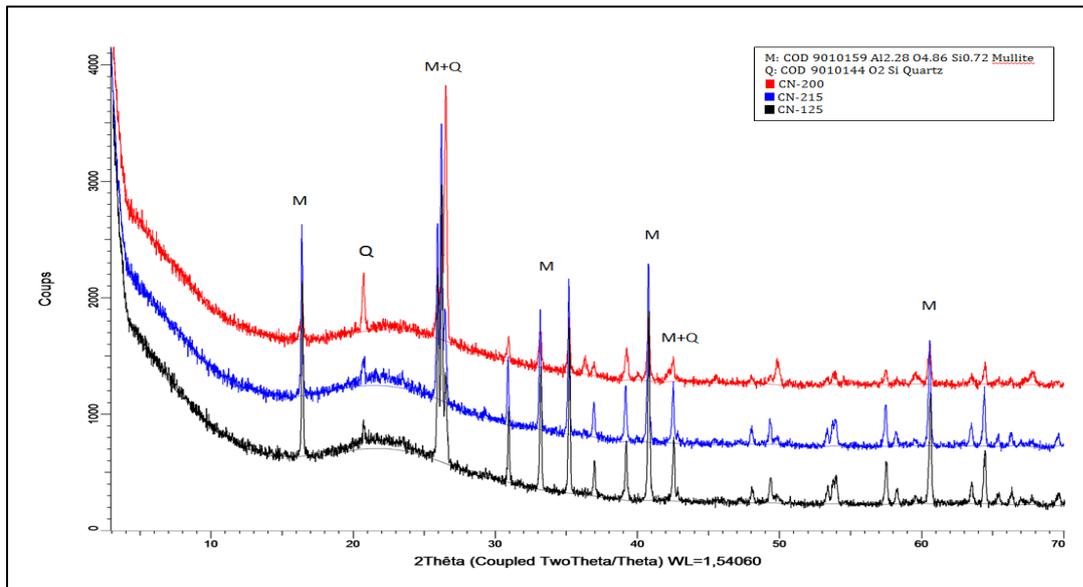


Figure 3.14. Diffractogrammes des cénoosphères

Tableau 3.4. Composition atomique élémentaire des cénoosphères obtenue par MEB/EDS

Sample	Element (Atomic %)							
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Fe
CN-125	57.2	0.29	0.24	17.77	23.48	0.66	0.03	0.35
CN-200	59.03	1.21	2.25	10.77	21.46	0.80	0.54	3.93
CN-215	66.50	0.81	0.11	6.12	25.38	0.20	0.14	0.74

3.3.2. Impact des cénoosphères sur le comportement mécanique des mortiers

Les valeurs moyennes des résistances à la compression à 28 jours des mortiers ayant une même teneur massique en cénoosphères sont présentées sur la Figure 3.15. Les mortiers sont présentés dans un ordre de densité de cénoosphères croissante. A titre de rappel, les densités des cénoosphères sont 0.87, 0.97 et 0.99 pour CN-125, CN-215 et CN-200 respectivement. Cet ordre de présentation a été privilégié car il présente une certaine corrélation entre la densité des cénoosphères et les valeurs des résistances obtenues. Comparés au mortier de référence (sans cénoosphères) ayant le même rapport E/C, l'introduction des cénoosphères conduit à une baisse de la résistance, exceptée pour M-CN125 où les deux formules peuvent être considérées équivalentes en performance (différence entre les deux moyennes des résistances est inférieure à 1 MPa). Pour M-CN200 et M-CN215, la différence est d'environ 5 MPa et 9 MPa respectivement. Les écarts de résistance obtenus entre les trois mortiers à cénoosphères montrent qu'il existe une différence de performances entre ces dernières. A teneur massique égale, le volume occupé par les cénoosphères est inversement proportionnel à leur densité. Cela se traduit sur le volume d'air occlus mesuré pour les quatre mortiers (Tableau 3.5). En effet, Les mortiers M-CN200 et M-CN215 incluant les cénoosphères aux plus grandes densités ont une teneur en air occlus légèrement plus grande que le mortier témoin

et M-CN125, ce qui expliquerait en partie les différences de résistance. Des études sur d'autres types d'inclusions légères montrent également une dépendance de la résistance mécanique à la taille de celles-ci ; plus les particules sont de faible dimension, meilleure est la résistance à la compression [82], [90].

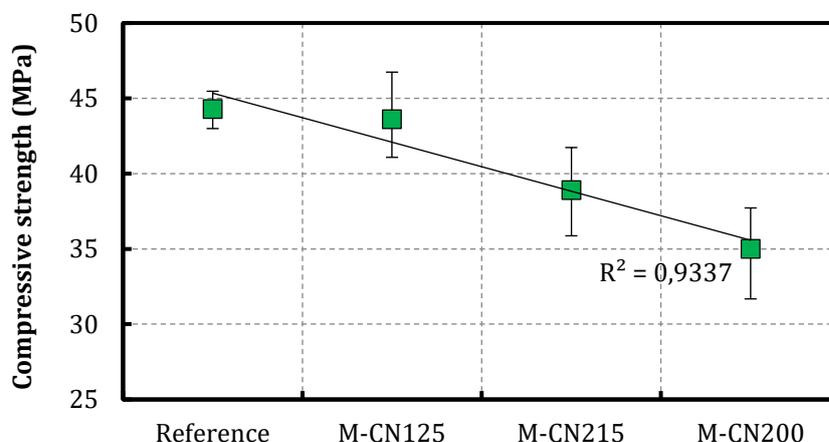


Figure 3.15. Résistances à la compression des formules exploratoires de mortiers à cénoosphères à 28 jours

Tableau 3.5. Teneur en air occlus des formules exploratoires de mortier

	Reference	M-CN125	M-CN215	M-CN200
Air occlus (%)	4	3.75	4.90	4.15

Ces résultats peuvent être mieux interprétés en observant de plus près la microstructure environnante des cénoosphères. Les fissures artificielles induites par le vide dans la chambre du MEB sur les pâtes de ciment avec cénoosphères sont présentées sur la Figure 3.16. Le point commun entre les trois configurations est le réseau de propagation des fissures ; lorsque celles-ci arrivent au niveau d'une cénoosphère, elles la contournent et se propagent le long d'une portion de l'interface entre cette dernière et la matrice qui l'entoure au lieu de « traverser » la capsule. Très peu de capsules cassées ont été observées (elles sont principalement observées au niveau de la pâte CP-CN200) ; et lorsque c'est le cas, la largeur des fissures y est moins prononcée comparée à celles qui traversent les pores (Figure 3.17 et Figure 3.16-b). Deux hypothèses peuvent être avancées d'après ces observations : l'épaisseur des capsules pourrait être à l'origine de la déviation de la fissure lorsqu'elle arrive à la particule de cénoosphère, d'autant plus lorsqu'on observe qu'un pore de même taille n'a qu'un effet très faible, sinon négligeable, sur le chemin de propagation de la fissure. La deuxième hypothèse est la faiblesse de l'interface de transition entre les cénoosphères et la matrice cimentaire qui l'entoure qui favorise la propagation de la fissure. Les périphéries des cénoosphères détachées semblent exemptes d'existence de produits de réaction supplémentaires, ce qui pourrait signifier qu'à l'âge auquel les observations ont été faites (28 jours), la réactivité des cénoosphères est très faible ou inexistante. L'épaisseur des fissures diffère également d'un type de cénoosphère à l'autre. Les plus larges fissures sont observées sur CP-CN200 et CP-CN215, en particulier au niveau des sphères de plus grands diamètres. La présence d'un plus grand nombre de larges particules rendrait alors les matrices dans lesquelles elles sont incorporées moins compactes et plus sensibles à la fissuration en introduisant des interfaces plus fragiles. Cela pourrait expliquer les écarts de performance en résistance à la compression obtenus.

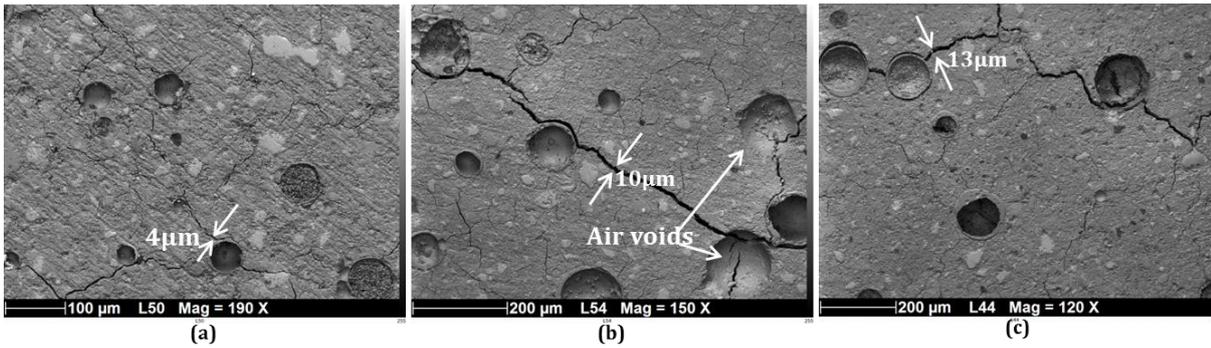


Figure 3.16. Réseau de fissures artificielles de (a) CP-CN125, (b) CP-CN200 et (c) CP-CN215

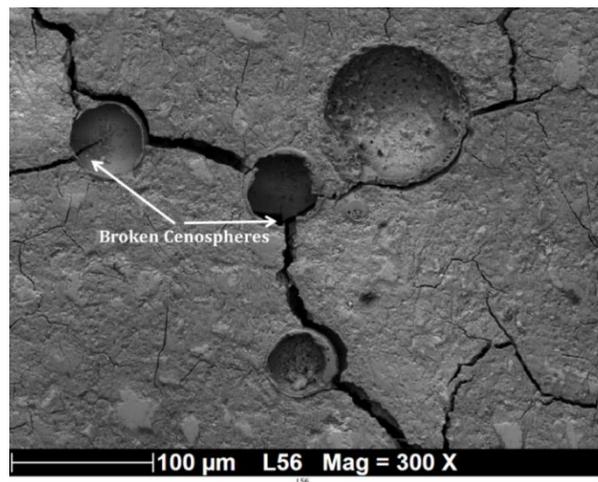


Figure 3.17. Capsules de cénoosphères cassées pour CP-CN200

Le module dynamique des mortiers ne semble pas avoir été affecté par la présence de cénoosphères (Tableau 3.6). Cela peut être expliqué par la teneur en sable égale des quatre mortiers, étant donné que c'est le squelette granulaire qui pilote principalement le module des mortiers.

Tableau 3.6. Module dynamique des mortiers à cénoosphères

	Reference	M-CN125	M-CN215	M-CN200
Module (GPa)	33.6	34.2	33.6	33.3

3.3.3. Porosité et réseau poreux

Dans les matériaux étudiés, la porosité joue un rôle important quoiqu'ambivalent, dans la mesure où l'on souhaite coupler une performance mécanique et thermique des matériaux cimentaires étudiés. Une porosité élevée détériore la résistance mécanique et, en même temps, est bénéfique pour le pouvoir isolant des mortiers et plus généralement des bétons. Les résultats de mesures pour cerner l'influence des cénoosphères sur ce paramètre central sont présentés dans ce qui suit.

Aux premiers abords, les mesures de porosité accessible à l'eau (Tableau 3.7) montrent que la porosité connectée des mortiers à cénoosphères est légèrement plus basse (environ 2 %) que celle du mortier témoin.

Tableau 3.7. Porosité accessible à l'eau des formules exploratoires de mortier à 28 jours

	Reference	M-CN125	M-CN215	M-CN200
Porosité ouverte	23.2 %	21.5 %	21.5 %	20.8 %

La porosité des trois mortiers à cénoosphères est relativement identique, avec un maxima pour CN125 et un minima pour CN200. La présence des microsphères ne semble donc pas engendrer de porosité connectée supplémentaire. Pour compléter ces résultats, une comparaison qualitative entre les spectres de porosité par porosimétrie à mercure est présentée. Cette technique, comme il a été décrit à la section 3.2.3, permet de pénétrer des pores de diamètre minimal 3 nm.

Le Tableau 3.8 regroupe les diamètres moyens et médians des pores ainsi que le diamètre critique défini comme étant le plus grand diamètre auquel un volume de pore significatif est détecté, et en-dessous duquel une intrusion de mercure importante prend lieu [87]. Ce diamètre est interprété comme étant la valeur à laquelle les pores commencent à percoler et correspond au premier point d'inflexion de la courbe de porosité cumulée. On remarque que les mortiers M-CN200 et M-CN215 ont un diamètre critique proche de la référence alors que celui de M-CN125 est plus grand que celui du mortier témoin. C'est-à-dire que les pores commencent à percoler à partir d'un diamètre plus grand (d'environ 1 μm) pour M-CN125 comparé aux autres mortiers.

Tableau 3.8. Diamètres moyens, médians et critiques des mortiers à cénoosphères par porosimétrie à mercure

	Reference	M-CN125	M-CN215	M-CN200
Diamètre de pore médian (nm)	27.1	24.4	25.1	34.2
Diamètre de pore moyen (nm)	19.6	17.6	20	22.5
Diamètre critique d'entrée de pore d_c (nm)	1580	2542	1161.3	1159.1
Porosité intrudée (%)	11.63	15.09	15.73	15.32

Les valeurs de porosité connectée cumulée enregistrées par intrusion de mercure (Tableau 3.8) sont plus faibles que celles obtenues par porosimétrie accessible à l'eau ; ce résultat était attendu au vu des limitations de la technique décrites plus hauts. En revanche, il est intéressant de comparer la tendance de porosité obtenue par les deux méthodes de mesure : les porosités accessibles à l'eau des mortiers avec cénoosphères sont plus faibles que celle du mortier témoin tandis que l'inverse se produit par intrusion de mercure (Figure 3.18). En combinant ces deux résultats, nous pouvons avancer que la présence des cénoosphères change la « répartition » des pores comparée au mortier témoin ; ces dernières conduisent à un volume de mésopores et macropores (> 3 nm) plus important au dépend des micropores. Il semble peu probable que la porosité intérieure des cénoosphères ait une contribution à la porosité des mortiers étant donné que peu de cénoosphères ont été observées brisées ou en cours de dissolution, et les échantillons n'ont subi aucun séchage excessif avant d'être testés.

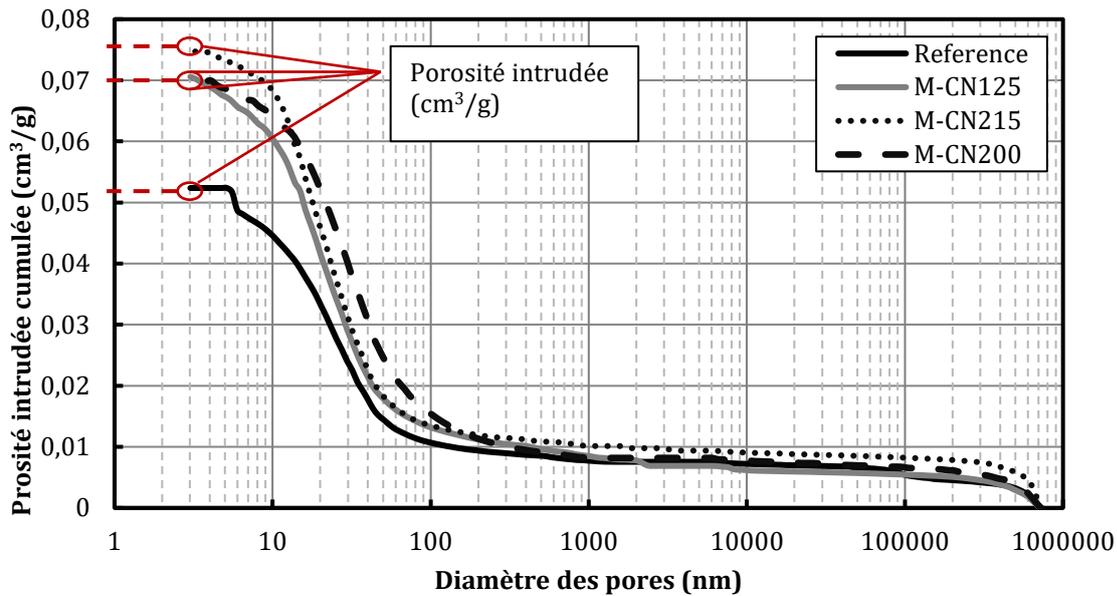


Figure 3.18. Porosité cumulée des mortiers à cénoosphères à 28 jours

La distribution des pores dans une matrice cimentaire est caractérisée par la présence de différentes populations ou modes de pores, localisées autour de différents diamètres. On distingue trois principales populations : les bulles d'air, les pores capillaires et les pores de gel CSH. Les bulles d'air sont les plus grands pores dans une matrice cimentaire et résultent en général de la mise en œuvre. Ces pores sont de l'ordre du micromètre au millimètre[84]. Les pores capillaires représentent les vides restants non occupés par les produits d'hydratation ou des grains de ciment n'ayant pas réagi, leur taille est de l'ordre du micromètre jusqu'à quelques nanomètres. La dernière population est le résultat de l'avancée d'hydratation de la matrice cimentaire et concerne la porosité intrinsèque des hydrates de CSH ; elle est de l'ordre du nanomètre [91]. Ces trois populations sont illustrées sur la Figure 3.19. Les deux premières populations sont présentes pour les quatre mortiers, tandis que la troisième est largement prééminente dans le mortier témoin par rapport aux mortiers avec cénoosphères. Le pic de M-CN215 par rapport aux autres mortiers dans la première population explique la plus grande valeur obtenue pour la porosité cumulée mortier et conforte la mesure d'air occlus obtenue précédemment (Tableau 3.5). Dans la plage de porosité capillaire, les quatre mortiers ont un mode commun autour de 10-100 nm, avec un volume d'intrusion plus important en présence de cénoosphères. La présence de ces pores plus larges pourrait également contribuer à la résistance mécanique plus faible de ces mortiers. Cela est particulièrement vrai pour M-CN200 si l'on effectue une comparaison horizontale des spectres ainsi que des diamètres moyens et médians (Figure 3.19). Quoique les porosités intrudées de M-CN125 et M-CN200 soient très similaires, la courbe d'intrusion différentielle de mercure montre un affinement de la porosité pour M-CN125, pour lequel le mode de porosité capillaire est légèrement vers la gauche, tandis que M-CN200 est plutôt vers la droite, avec des diamètres moyen et médian plus importants que ceux du mortier témoin.

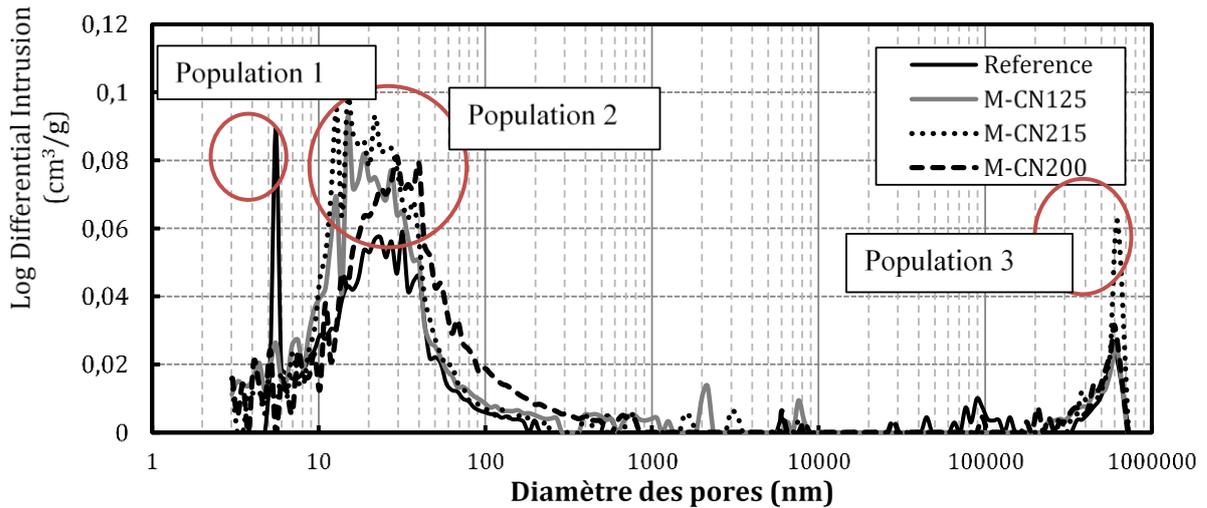


Figure 3.19. Spectres du réseau poreux des mortiers incorporant des cénoosphères

3.3.4. Apport des cénoosphères à la conductivité thermique des mortiers

Les données relatives aux mesures de conductivité thermique sont regroupées dans le

Tableau 3.9. Pour les quatre matériaux, la différence de température mesurée aux bornes des éprouvettes est sensiblement inférieure à celle imposée entre les plaques de l'appareil (10 K). Cela est généralement le cas pour des matériaux relativement conducteurs et rigides. Le flux se propagera d'autant plus rapidement à travers une éprouvette lorsque la résistance thermique de celle-ci sera plus faible et les résistances thermiques de contact induites seront plus grandes. De ce fait, plus un matériau sera isolant, plus le delta de température mesuré pourra se rapprocher de la différence de température imposée aux bornes de l'appareil. Il est conseillé d'avoir un écart de température au moins égal à 5 K aux bornes de l'éprouvette [88]. L'erreur induite sur les mesures de conductivité thermique se situe ici entre 0.7 % et 1 %.

Tableau 3.9. Récapitulatif des mesures de conductivité thermique des mortiers à cénoosphères

	$\rho_{s\grave{e}che}$ (kg/m^3)	T_{moy} ($^{\circ}C$)	ΔT (K)	$\lambda_{mesur\acute{e}}$ ($W/m.K$)	$R_{mesur\acute{e}}$ ($m^2.K/W$)	Facteur de correction	$\lambda_{corrige\acute{e}}$ ($W/m.K$)
Référence	1982	9.5	5.36	1.145	0.048	0.9896	1.157
M-CN125	1908	9.1	6.16	0.747	0.0737	0.9932	0.752
M-CN200	1889	9.2	5.87	0.885	0.0621	0.992	0.892
M-CN215	1934	9.0	5.59	0.966	0.0569	0.9912	0.975

Une représentation graphique de la conductivité thermique corrigée et les masses volumiques sèches des mortiers est donnée sur la Figure 3.20. L'introduction des cénoosphères dans la matrice réduit, comme escompté, la conductivité thermique des mélanges au vu de la nature creuse des particules, de leur faible conductivité thermique propre et du volume de pores capillaires plus important qu'elles induisent. La conductivité thermique des mortiers contenant des cénoosphères est inférieure de 35 %, 23 % et 16 % pour M-CN125, M-CN200 et

M-CN215 respectivement par rapport au mortier témoin. Ici encore, c'est le mortier avec CN-125 qui exhibe une meilleure performance. A porosité ouverte égale, la principale différence entre les trois mortiers est le volume occupé par les cénoosphères et, dans une moindre mesure, la distribution du réseau poreux. La conductivité thermique d'un matériau traduit sa capacité à conduire la chaleur et dépend donc fortement de la distribution des différentes phases qui composent le matériau. Comme mentionné précédemment, CN-125 occupent un volume légèrement plus grand dans la matrice comparée aux deux autres cénoosphères, au vu de leur densité plus faible. Le diamètre critique d'entrée de pore de M-CN125 est également plus grand, ce qui signifie que les pores percolés incluent comprennent de plus grands pores comparés aux autres mortiers. Cela pourrait expliquer la valeur la plus faible de conductivité thermique obtenue pour CN-125. D'un autre côté, il est généralement observé que plus les inclusions légères utilisées ont des dimensions importantes, moins importante est la réduction en conductivité thermique [82]. La taille des microsphères CN-215 ainsi que le volume d'air occlus plus important dans M-CN215 seraient à-même d'expliquer la conductivité thermique obtenue pour ce mortier. Il est également intéressant de noter que la conductivité thermique et la masse volumique sèche ne sont pas strictement corrélées sur des intervalles de variation restreints.

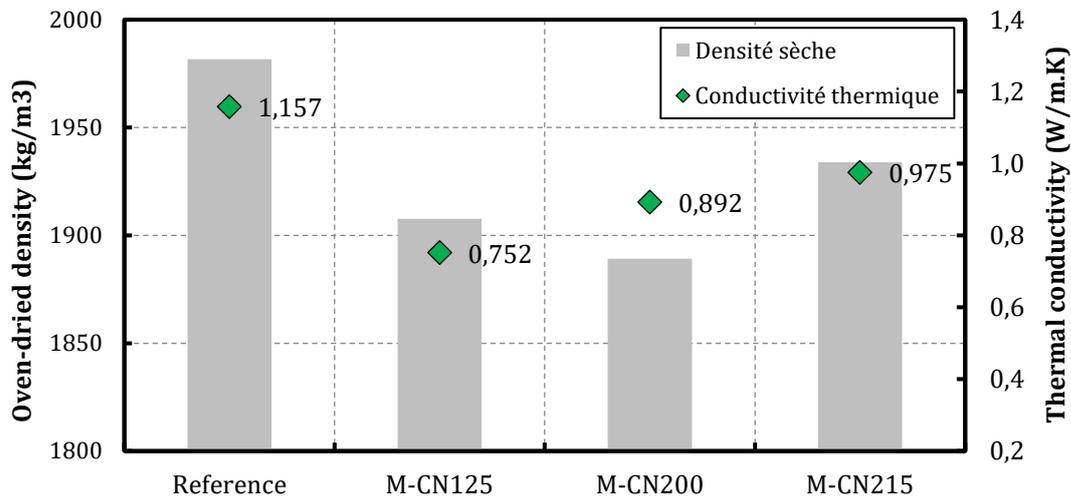


Figure 3.20. Conductivité thermique et masse volumique sèche des mortiers à cénoosphères

3.4. Bilan

Le but de ce chapitre est d'introduire l'utilisation des cénoosphères dans une matrice cimentaire. A travers des formulations de mortiers exploratoires, trois différentes granulométries de cénoosphères sont utilisées et comparées en termes de compromis entre la résistance à la compression et la conductivité thermique des mortiers. Une comparaison à teneur massique fixe plutôt que volumique a semblé plus pertinente dans cette partie pour pouvoir comparer les performances finales à *coût égal*. De ce chapitre, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

Les cénoosphères étudiées sont toutes de forme sphérique et les surfaces les plus lisses et homogènes sont retrouvées pour les cénoosphères plus fines (CN125). Les trois microsphères ont des capsules dont l'épaisseur est poreuse et dont la porosité augmente avec le diamètre des sphères. L'analyse chimique a révélé que les cénoosphères sont majoritairement amorphes, avec du quartz et de la mullite comme principales phases cristallines. Les trois granulométries présentent des densités inférieures à celle de l'eau, et les différences de densité sembleraient être attribuées à la présence d'éléments plus lourds tels que du fer.

Une quantité modérée des cénoosphères (environ 2% en masse) altère la résistance à la compression des mortiers dans lesquels elles sont incorporées, mais pas de façon égale. En présence de cénoosphères, les résistances à la compression sont plus faibles que celle du mortier témoin et les écarts semblent être pilotés par quatre facteurs : la densité des cénoosphères, leur granulométrie, l'épaisseur des capsules et la bonne adhérence avec la matrice environnante. A teneur massique constante, ce sont les cénoosphères à plus faible densité et granulométrie qui présentent les meilleures performances mécaniques avec une résistance à la compression quasiment égale à celle du mortier témoin. Des observations au microscope montrent également que la largeur des fissures autour des cénoosphères tend à augmenter avec le diamètre des capsules. Dans notre cas, le module dynamique des mortiers n'est aucunement affecté par la présence de cénoosphères. La faible quantité utilisée ainsi que la teneur en granulats constante serait à même de justifier ce comportement.

L'utilisation des cénoosphères n'engendre pas de porosité connectée supplémentaire. La comparaison des spectres du réseau poreux des mortiers montre toutefois un certain réarrangement de porosité et la présence d'une porosité capillaire plus importante. La mesure de la conductivité thermique des mortiers engendre une erreur de mesure induite par leur rigidité de tout au plus 1 %. La conductivité thermique des mortiers est réduite par la présence modeste des cénoosphères et le meilleur rapport est obtenu pour les cénoosphères CN-125 : jusqu'à 35% de réduction de la conductivité thermique. Cette réduction est attribuée à la nature même des cénoosphères plutôt qu'à la porosité des mortiers, qui reste du même ordre de grandeur que celle du mortier témoin.

Afin de trancher sur le compromis réalisé entre la résistance à la compression et la conductivité thermique, il est intéressant de comparer le rapport $C = \frac{f_{c,28}}{\lambda_{s,28}}$. Plus ce rapport sera important, meilleur sera le compromis entre la tendance souhaitée pour les deux paramètres : une grande résistance à la compression et une faible conductivité thermique. Ces rapports sont présentés sur la Figure 3.21. En termes de compromis, les mortiers témoin, M-CN200 et M-CN215 sont équivalents ; les pertes de résistance résultantes de l'utilisation des cénoosphères sont « compensées » par le gain en isolation thermique et on revient à un compromis équivalent à celui du mortier témoin. M-CN125 se démarque largement par un

rapport C plus grand ; en plus d'avoir la conductivité thermique la plus faible des quatre mélanges, la perte en résistance est également la plus faible.

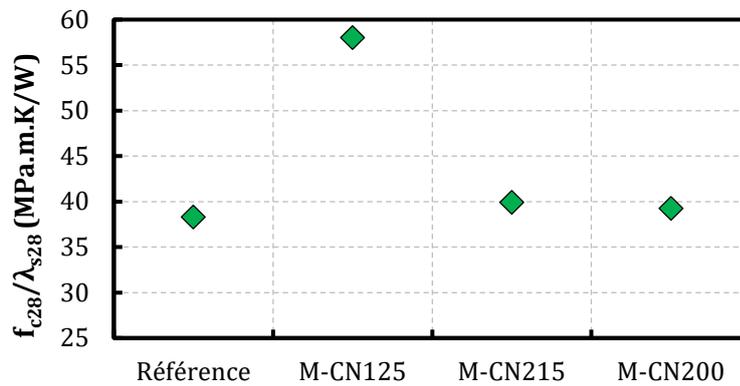


Figure 3.21. Ratio résistance à la compression/conductivité thermique des mortiers à céosphères

Ce sont donc les céosphères CN-125 qui seront utilisées dans la suite à l'échelle du béton pour la formulation et l'étude des Bétons Isolans Structuraux Autoplaçants (BISAP). Dans toute la partie sur le béton, nous utiliserons la nomenclature 'CN' uniquement pour les CN-125 pour alléger les notations.

4. EFFET DU DOSAGE EN CENOSPHERES SUR LES PROPRIETES DES BISAP

Les Bétons Isolants et Structurels sont par définition des bétons de granulats légers. Si l'appellation est nouvelle, l'intérêt et la caractérisation de ces bétons est de longue date. La possibilité de rajouter la fonction d'isolation thermique ou d'allègement de la structure en plus de la fonction de résistance mécanique, classiquement confiée au béton, a largement encouragé à en définir les bases de la formulation. Les singularités apportées par la structure particulière des granulats légers, naturels soient-ils ou artificiels, sont bien connues et maîtrisées, d'autant plus lorsqu'on souhaite rajouter un critère d'autoplacement au béton léger en question.

Le but de cette étude est non pas d'étudier la formulation d'un béton de granulats légers autoplaçant à proprement dit, mais plutôt de partir d'un ou de bétons légers autoplaçants et de venir compléter le pouvoir isolant apporté par le squelette granulaire léger en allégeant la matrice par une substitution partielle de cénoosphères. De ce fait, la conductivité thermique du matériau est améliorée sans détériorer les propriétés mécaniques de manière significative ni l'ouvrabilité a priori. A travers une revue bibliographique, nous présentons les principaux mécanismes régissant la formulation et le comportement mécanique des bétons légers et des bétons légers autoplaçants.

4.1. Etat de l'art : les bétons légers de structure

4.1.1. Généralités

La norme NF EN 206 classe les bétons suivant leur masse volumique sèche en trois grandes familles : Les bétons lourds ($MV_{\text{sèche}} \geq 2600 \text{ kg/m}^3$), les bétons de densité normale ($2000 \text{ kg/m}^3 \leq MV_{\text{sèche}} \leq 2600 \text{ kg/m}^3$) et les bétons légers de structure ($800 \text{ kg/m}^3 \leq MV_{\text{sèche}} \leq 2000 \text{ kg/m}^3$). Il existe trois types de béton léger, suivant les endroits où l'air est incorporé [92] : dans la matrice (bétons cellulaires), entre les gros granulats par suppression des granulats fins (bétons caverneux) ou à l'intérieur même des granulats (bétons de granulats légers). Ces derniers présentent l'avantage de pouvoir être utilisés pour confectionner des bétons de structure, contrairement aux bétons cellulaires et caverneux. Les résistances obtenues par ces derniers dépassent rarement les 10 MPa du fait de leur structure poreuse grossière.

Comme cela a été mentionné au Chapitre 1 (Section 1.4.1.2), la porosité des granulats légers peut constituer jusqu'à la moitié de leur volume. Celle-ci n'est cependant pas entièrement accessible du fait de la présence d'une quantité importante de pores fermés non interconnectés. Les pores de diamètres les plus importants se situent généralement au cœur des granulats dès le début de l'expansion et s'affinent au fur et à mesure que l'on s'approche de la surface, donnant ainsi au grain une coque extérieure dense enveloppant sa porosité interne [93]. Les pores présents à la surface des granulats sont perméables et permettent une

absorption rapide pendant les premières heures d'exposition. Du fait de leur large réseau poreux, l'absorption dans l'eau des granulats légers est beaucoup plus importante par rapport aux granulats de densité normale : jusqu'à 18% environ contre 1-2% à 24 heures [94] [30]. La porosité non connectée au cœur des granulats, peut prendre, quant à elle, plusieurs mois voire plusieurs années pour atteindre son degré de saturation [53].

4.1.2. Propriétés mécaniques des bétons légers

La structure cellulaire des granulats légers en fait des matériaux peu rigides. Le module d'Young de ces derniers présente une certaine corrélation avec la densité sèche du grain (Figure 4.1) et représente à peu près un à deux tiers du module de Young des granulats de densité normale. Cet écart se transpose aussi sur la rigidité globale des bétons formulés à base de granulats légers. Par exemple, un béton avec une résistance à la compression de 25 MPa aura un module de Young de l'ordre de 15 GPa s'il est fait à base de granulats légers, et de 30 GPa s'il est à base de granulats de densité normale (Figure 4.2).

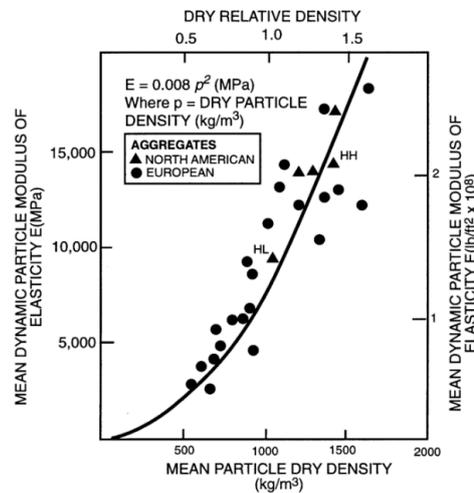


Figure 4.1. Relation entre la masse volumique moyenne et le module élastique dynamique moyen des particules de granulats légers [95]

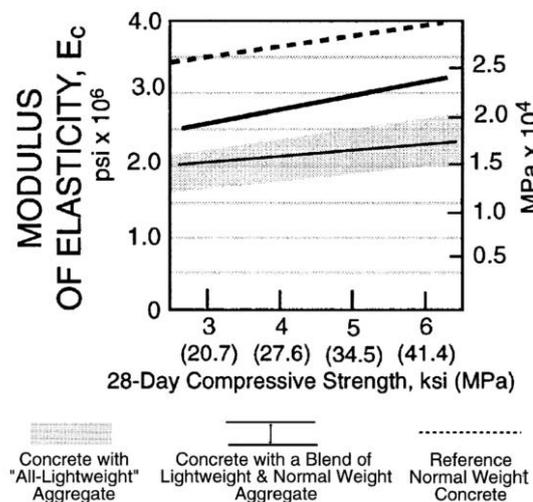


Figure 4.2. Comparaison des modules élastiques des bétons à base de granulats légers et granulats de densité normale [53]

Le mode de rupture des bétons légers est différent de celui des bétons de densité normale. Si l'on considère le béton comme un matériau biphasique composé de mortier et de granulats légers, c'est la phase la plus rigide, donc le mortier, qui « travaille » le plus et pilote le comportement du béton [96], [97] : le transfert de contraintes se fait principalement à travers celui-ci (Figure 4.3). Les fissures traversent les granulats légers au lieu de les contourner et réduisent d'autant plus la résistance du béton que l'écart de rigidité entre les deux phases est important [98]. La performance mécanique du béton est donc plafonnée et pilotée par la résistance et la rigidité du grain. Cette dernière dépend principalement de l'épaisseur de la coque externe du grain et de sa taille, directement corrélée à sa porosité. Néanmoins, il est tout à fait possible d'atteindre, par le biais d'un squelette granulaire léger, des résistances à la compression courantes voire élevées pouvant aller jusqu'à 60 MPa [54], [93], [99].

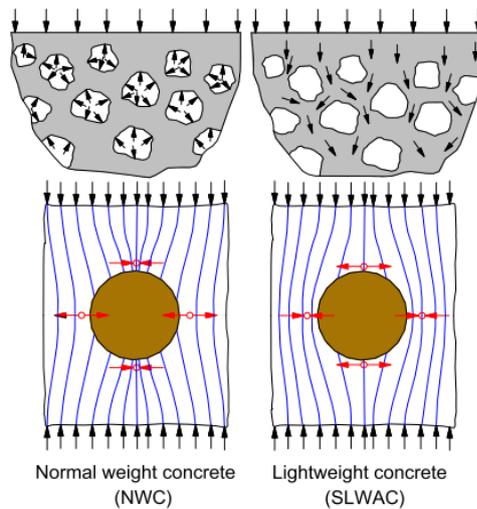


Figure 4.3. Transfert de contraintes dans un béton de granulats de densité normale (*gauche*) et de granulats légers (*droite*) [97]

La fragilité des granulats légers est partiellement compensée par une meilleure adhérence mécanique pâte/granulat [100]. En effet, l'auréole de transition entre les grains et la pâte cimentaire est d'autant plus dense que la croûte des gravillons légers est poreuse. Cette densification est le résultat d'une interaction d'ordre physique et chimique entre les deux phases. Ces interactions ont été schématisées, en autres, par Zhang et al. [101] et sont illustrées sur la Figure 4.4.

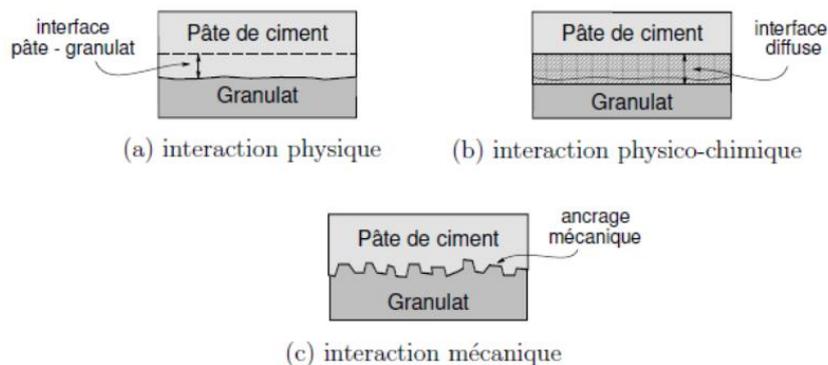


Figure 4.4. Mécanismes d'interaction pâte - granulat léger [101] (*rapporté par* [93])

L'interaction d'ordre chimique, lorsqu'elle a lieu, se produit généralement à long terme, au-delà de 28 jours. Elle se traduit par une formation d'hydrates plus dense autour des grains du fait de leur réactivité pouzzolanique, conférée par leur structure vitreuse et leur forte teneur en silice [102]. Ainsi, les granulats légers absorbent une quantité importante d'ions Ca^{2+} et OH^- en même temps qu'ils libèrent des ions Si^{4+} dans la solution de la matrice cimentaire. Un dépôt de portlandite dans les pores en surface des grains peut également être observé [103]. La contribution la plus prépondérante reste toutefois l'interaction physique. Cette dernière est liée à l'absorption d'eau par les granulats légers dans la matrice cimentaire. Dans un béton à granulats de densité normale, plus les gravillons auront une forme angulaire fermée et rugueuse et plus l'interface de transition sera poreuse et épaisse. A cause des effets de parois localisés, une certaine quantité d'eau de ressuage s'accumule à la surface des gros grains et augmente localement le rapport E/C [104]. L'inverse est observé pour les bétons légers. L'absorption d'eau par la surface extérieure poreuse des gravillons légers conduit à une baisse locale du rapport E/C à la périphérie des inclusions, rendant l'interface de transition moins poreuse, moins épaisse mais surtout plus dense. Cette adhérence parfaite est ce qui illustre le phénomène dit d'*encrage mécanique*, traduisant l'interaction mécanique pâte/granat. Cet ancrage mécanique augmente avec la porosité surfacique des gravillons. Toutefois, la contribution de cette densification à la résistance mécanique du béton devient négligeable dès lors que la porosité du granulat est importante [105]. Certains auteurs ont observé une corrélation entre l'épaisseur de la coque et sa proportion dans le grain et la performance mécanique des bétons légers [104].

Au vu des considérations discutées plus haut, un autre résultat, classique, est celui de la diminution de la performance mécanique des bétons légers avec l'augmentation de la proportion volumique des granulats légers [7],[36]. La matrice absorbe une part de contraintes plus importante lorsque le volume des gravillons augmente, ce qui conduit à une rupture prématurée du béton.

De même que pour les bétons de granulats de densité normale, la composition de la matrice joue un rôle dans le pilotage de la performance mécanique des bétons légers. Cette influence est cependant relayée au second rang derrière l'influence de la nature et la fraction volumique des gravillons légers discutée dans les paragraphes précédents.

Les mêmes résultats classiques de l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la qualité de la pâte sont retrouvés, avec quelques légères altérations. Comme pour les bétons de densité normale, la résistance à la compression des bétons légers est améliorée avec un dosage en ciment plus important. Néanmoins, à partir d'un certain seuil, l'évolution de la résistance à la compression tend à se stabiliser et devient indifférente au dosage en ciment [26], [106]. Certains auteurs rapportent qu'une augmentation du dosage en ciment de 10% correspond tout au plus à un gain d'environ 5% en résistance à la compression [107]. Les mécanismes de contribution des additions minérales aux propriétés mécaniques sont identiques à leur utilisation dans un béton de densité normale [108]. Le seuil de stagnation de la résistance mécanique, indépendamment de l'amélioration de la nature de la pâte, correspond au plafond imposé par les propriétés intrinsèques du squelette léger. De manière générale, pour un béton de même résistance, et plus celle-ci est élevée, le dosage en ciment est plus important pour un béton à squelette granulaire léger comparé à un squelette granulaire de densité normale (Tableau 4.1).

Tableau 4.1. Comparaison entre les dosages en ciment de bétons de granulats fins légers et de densité normale en fonction de leur résistance moyenne [26]

Résistance moyenne à la compression sur cylindre normalisé (MPa)	Dosage en ciment	
	Avec granulats fins légers (kg/m ³)	Avec granulats fins de densité normale (kg/m ³)
17	240 à 300	240 à 300
21	260 à 330	260 à 330
28	310 à 390	290 à 390
34	370 à 450	360 à 450
41	440 à 500	420 à 500

D'un autre côté, l'eau de gâchage disponible joue aussi un rôle à travers le rapport E/C. La notion d'eau efficace est d'autant plus importante que l'on utilise des gravillons légers dont la porosité et l'absorption sont très importantes. Cette eau disponible *et nécessaire* pour l'hydratation du ciment est intimement liée à l'état de saturation initial des gravillons légers [106], [109]. L'utilisation de granulats légers secs induit une forte absorption d'eau par les grains pendant le malaxage et cause une chute importante du rapport E/C, pouvant aller jusqu'à la raréfaction de l'eau nécessaire pour l'hydratation du ciment (Figure 4.5). En revanche, un contrôle de l'hygrométrie des granulats par une saturation préalable permet de ramener leur absorption à celle de granulats de densité normale. En plus de pouvoir maintenir le rapport E_{eff}/C souhaité, la saturation des granulats légers peut contribuer à l'hydratation du ciment. L'eau présente dans les granulats légers peut migrer vers les pores capillaires au fur et à mesure que l'humidité relative y chute à la suite de l'avancée d'hydratation du ciment. Cette migration est susceptible d'améliorer l'hydratation du ciment et de ce fait, de contribuer positivement à la résistance mécanique du béton.

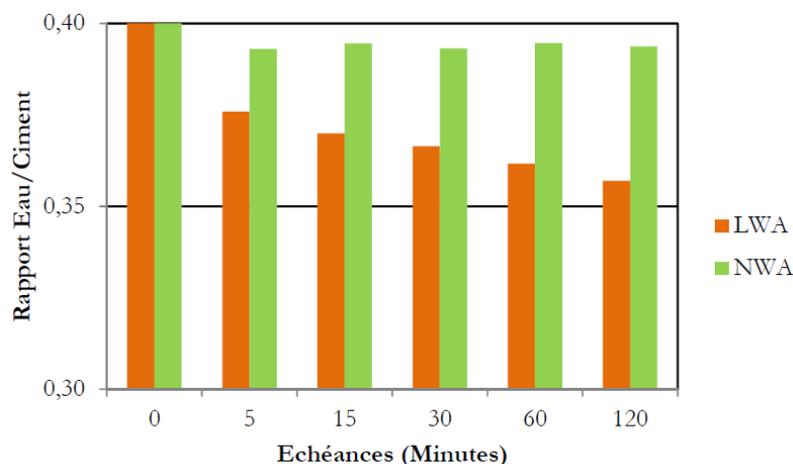


Figure 4.5. Evolution du rapport E/C en fonction du type de granulats dans un mélange pâte/granulats [93]

4.1.3. Leviers de formulation des bétons autoplaçants légers

Les spécifications à observer lors de la formulation des bétons légers structurels diffèrent suivant les projets. En général, elle est régie par les mêmes principes que celle des bétons ordinaires. On aura, au *minima*, des exigences de maniabilité et de résistance seuil à 28 jours. Pour les bétons légers structurels, s'ajoute une caractéristique du béton souvent négligée, à savoir la densité, et une éventuelle exigence sur le module élastique [96].

Si l'on s'intéresse en particulier à la famille des bétons autoplaçants, les méthodes de formulation des BISAP sont généralement des versions adaptées aux particularités des granulats légers, à partir des méthodes de formulation courantes des bétons autoplaçants « classiques ». Ces dernières peuvent être classées suivant la phase du béton qui est optimisée : la pâte, le mortier ou le squelette granulaire [110], [55], [111].

La légèreté recherchée par l'utilisation des granulats légers constitue l'une des principales difficultés pour la formulation des bétons légers autoplaçants. Des considérations supplémentaires concernant certaines propriétés intrinsèques des granulats légers, avec tout ce qu'elles impliquent, doivent être prises en compte. Les principaux facteurs qui ressortent dans la plupart des travaux sont la porosité, et *de facto* l'absorption des granulats légers, ainsi que la résistance intrinsèque des grains qui, comme il a été présenté plus haut, pilotent la résistance maximale que peut avoir le béton [54]. Certains auteurs donnent tout autant d'importance au facteur de forme des grains légers [112]. Pour tenir compte de ces particularités, les auteurs ont souvent recours au pré-mouillage des granulats pour contrôler l'ouvrabilité et à l'utilisation d'agent de viscosité pour maîtriser les risques de ségrégation. Nous reviendrons sur ces deux points plus en détail par la suite. Ces considérations maîtrisées, la plupart des méthodes de formulation convergent vers l'optimisation de la compacité du squelette granulaire tout en jouant sur la formulation d'une pâte aux propriétés rhéologiques optimales ; en effet, celles-ci doivent à la fois faciliter l'écoulement du mélange (donc seuil de cisaillement faible) et limiter le risque de blocage des granulats légers (donc grande viscosité). Pour plus de détails, le lecteur pourra se référer aux travaux de Kaffetzakis et Papanicolaou [26] [43], Nepomuceno et al [112], Vakhshouri et Nejadi [114], Lotfy et al [115] et Bello [93], pour ne citer que quelques contributions. Dans ce qui suit, nous décrivons la méthodologie très intéressante proposée par Bello [93].

Les travaux de thèse de Bello [93] ont porté sur la proposition d'une méthode de formulation de bétons légers autoplaçants et structurels avec des gravillons légers et du sable normal comme squelette granulaire. Le cahier de charges sur lequel a été validé cette méthode est constitué de trois familles de bétons avec des exigences de masse volumique sèche *maximale* et de résistance à la compression à 28 jours *minimale* (B1 : 1500 kg/m³ et 35 MPa ; B2 : 1800 kg/m³ et 50 MPa ; B3 : 2000 kg/m³ et 60 MPa), et des classes d'étalement allant de SF1 à SF3. La démarche proposée repose sur deux variables d'entrées quantifiables et itératives : le volume de pâte ($350 \text{ l} \leq V_p \leq 450 \text{ l}$) pour piloter l'ouvrabilité, et la concentration du liant pour contrôler sa résistance. Le niveau de serrage du squelette granulaire est défini par un intervalle d'indice de serrage ($4,5 < K < 5,5$) et la prévision de la résistance à la compression est basée sur l'utilisation du modèle série-parallèle [96]. Les formules proposées par le biais de cette méthode ont permis de répondre au cahier de charges des familles B2 et B3, avec toutefois un dosage assez élevé en ciment pour la famille B2 (jusqu'à 490 kg/m³). D'autre part, les masses volumiques sèches de 1500 kg/m³ ont été difficilement atteignables grâce à la méthodologie suivie. Pour y répondre, l'auteur propose de partir sur un squelette granulaire

« tout léger ». Cette fois-ci, le cahier de charges est satisfait, mais une quantité très importante de ciment est toujours nécessaire (environ 420 kg/m³) pour obtenir la résistance ciblée. Un autre bémol souligné par l'auteur est la propension plus accrue des mélanges à ségréger. Somme toute, pour une gamme de masses volumiques basses de bétons légers (≤ 1500 kg/m³), il semble nécessaire de prendre en compte, à l'amont de la conception, la densité souhaitée de la même façon que l'ouvrabilité et la résistance mécanique souhaitées.

Comme il a été mentionné auparavant, une pré-humidification des granulats légers est bien souvent une condition *sine qua none* pour maîtriser l'ouvrabilité des bétons légers, d'autant plus lorsqu'il s'agit de bétons autoplacants. Pour rappel, l'absorption dans l'eau des granulats légers peut aller jusqu'à 18%, lorsque celle des granulats de densité normale n'excède généralement par les 2%. Une absorption aussi forte, lorsqu'elle n'est pas traitée en conséquence, conduit généralement à une perte trop rapide de la maniabilité. Al-Khaiat a observé une perte d'étalement d'environ 25 mm au bout de 10 minutes après la fin du malaxage pour des granulats légers immergés 10 minutes dans l'eau avant la confection du béton [116].

Un protocole d'absorption des granulats légers dans la pâte cimentaire a été élaboré par Bello [109]. Lorsque des granulats légers préséchés sont utilisés, le ratio E_{eff}/C diminue progressivement au cours des 120 premières minutes, tandis qu'il reste constant pour des granulats de densité usuelle. Pour des rapports initialement faibles, la valeur du rapport E/C stœchiométrique en dessous de laquelle l'eau disponible sert principalement à l'hydratation du ciment peut être atteinte au bout de 15 minutes, portant un coup à la maniabilité du mélange. Selon Bello, cette diminution progressive traduit la cinétique d'absorption des granulats légers dans la pâte : elle est forte pendant les cinq premières minutes, malaxage y compris, et ralentit d'autant plus que le ratio initial E/C est faible (moins d'eau disponible). Un raidissement précoce de la pâte est observable.

Un autre résultat intéressant obtenu concerne l'influence du degré de saturation initiale des gravillons légers sur le maintien de rhéologie suivi par des mesures d'étalement au cône MBE. Les résultats d'évolution d'étalement ainsi que de l'absorption dans l'eau dans le temps sont présentés sur les Figure 4.6 et Figure 4.7. L'étalement relatif présenté est calculé comme suit :

Équation 4.1

$$\Gamma = \left(\frac{d}{d_0}\right)^2 - 1$$

où d est le diamètre moyen de l'étalement et d_0 le diamètre de base du mini-cône.

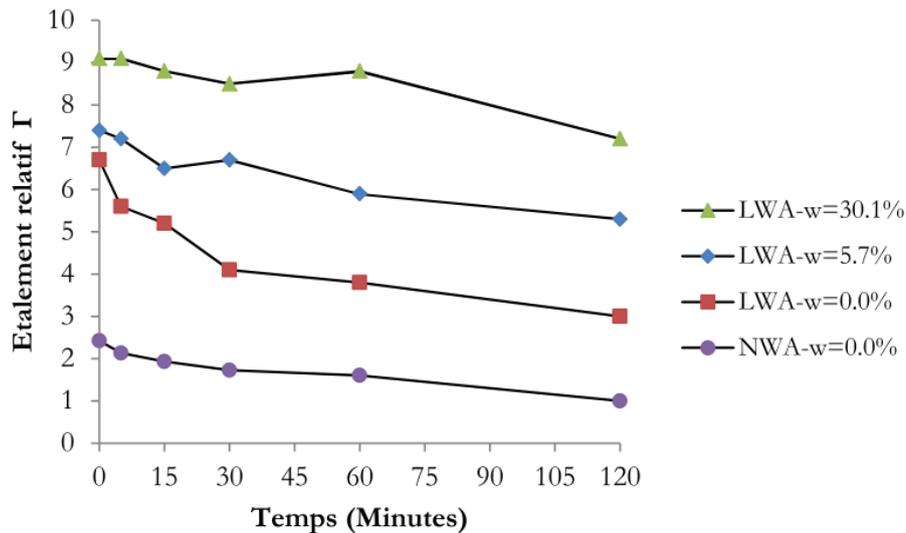


Figure 4.6. Evolution de l'étalement relatif au mini-cône en fonction du taux de saturation initiale des granulats légers avec E/C=0.5 [93]

La perte d'étalement relatif la plus importante est enregistrée pour les granulats légers secs, avec une chute prononcée pendant les 30 premières minutes. Pour les granulats légers partiellement saturés (wt=5.7%) ou sursaturés (wt=30%), la cinétique d'évolution de l'étalement est semblable à celle du granulat de densité usuelle, raidissement naturel induit par l'avancée de l'hydratation de la pâte de ciment. Ces différences d'évolution ainsi que les valeurs d'étalement relatif initiales sont dues à l'absorption des granulats légers dans la pâte (Figure 4.7). Dans le cas des granulats sursaturés, un relargage de l'eau des granulats vers la pâte pendant les cinq premières minutes est observé, ce qui explique la valeur d'étalement plus importante comparée aux autres taux de saturation. L'absorption est modérée pour les granulats partiellement saturés (environ 2 % au bout de 2 h) et triplée lorsque les granulats sont secs. D'autre part, Bello a pu mettre en avant l'adéquation de la saturation des granulats à leur coefficient d'absorption à 24h : pour cette teneur en eau, les granulats légers n'absorbent pas d'eau dans la pâte. Une correction de la teneur en eau à cette échéance est effectuée par l'auteur via le protocole d'absorption dans la pâte pour une meilleure précision.

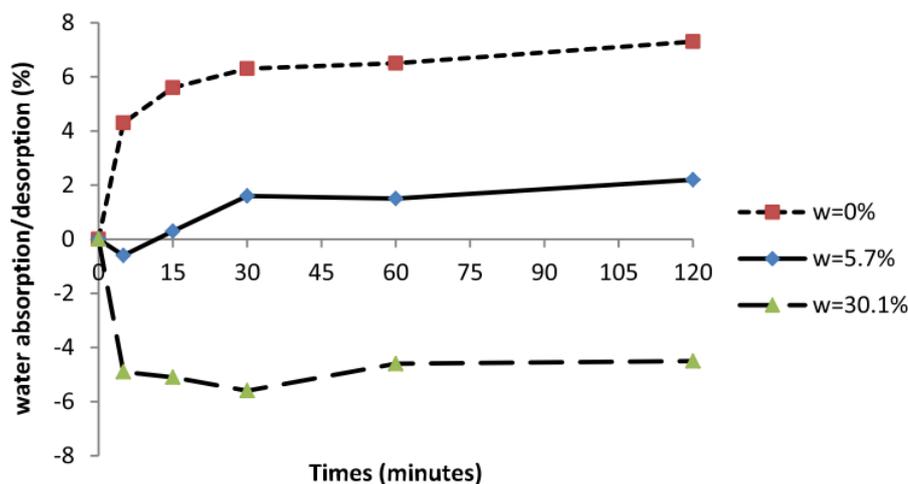


Figure 4.7. Influence du degré de saturation initiale des granulats légers sur l'absorption d'eau dans une pâte E/C=0.5 [109]

4.1.4. Bilan

La synthèse bibliographique a permis de mettre en avant les principales différences entre les mécanismes régissant les bétons de granulats usuels et ceux de granulats légers. Dans le cas des granulats légers, d'un point de vue mécanique, la reprise de contraintes est principalement faite au niveau de la matrice cimentaire, les granulats constituant la phase la moins rigide dans le mélange biphasique. Ceci fait que la performance mécanique d'un béton de granulats légers sera plafonnée et pilotée par la résistance du grain, d'où l'importance du choix d'un squelette granulaire léger performant pour obtenir des bétons structurels.

D'autre part, le degré de saturation initiale des granulats légers est un paramètre critique dans la mesure où ce dernier contrôlera de façon drastique les transferts hydriques au sein du béton et *de facto* l'ouvrabilité des bétons autoplaçants. L'utilisation de granulats légers saturés dont la teneur en eau est ramenée à leur absorption à 24 h semble présenter un bon compromis d'utilisation ; dans ce cas de figure, il semblerait que les granulats légers n'absorbent ni ne relarguent de l'eau dans le mélange, contribuent à l'hydratation du béton et se comportent, d'un point de vue de maintien d'ouvrabilité, comme des granulats de densité usuelle.

4.2. Programme expérimental

4.2.1. Composition des bétons étudiés

Dans cette partie, le but de la campagne expérimentale est double : caractériser des BISAP répondant au cahier des charges décrit dans le Tableau 4.2, mais surtout, étudier la faisabilité de l'allègement de la pâte, à travers le dosage en cénoosphères, sur les propriétés souhaitées des bétons formulés. Pour ce faire, le choix a été fait de travailler à certains paramètres de formulation fixes de départ, choisis de manière à permettre de répondre au cahier de charge. Les premiers paramètres déterminants pour fixer le squelette granulaire sont le *volume de pâte* ainsi que le rapport *G/S*. Ceux-ci sont pris de manière à garantir une bonne ouvrabilité et un empilement compressible optimal, et de telle sorte à obtenir des bétons stables non ségrégants, en se basant sur les données disponibles dans la littérature [55], [93], [99]. Le volume de pâte est également indirectement lié à la densité cible recherchée. Dans ce travail, un volume de pâte de 400 l et un rapport *G/S* de 0.98 sont utilisés.

Tableau 4.2. Cahier de charges des BISAP à cénoosphères

Classe de conductivité thermique	TH10.8 ou mieux ($\lambda_s < 0.74 \text{ W/m.K}$)
Classe de densité sèche	D1.4 - D1.6
Classe de résistance à la compression	LC20/22 à LC30/33
Module d'élasticité	13 -15 GPa
Classes d'étalement	SF1 à SF3

Une fois le squelette granulaire fixé, on détermine dans un premier temps la composition de la pâte de ciment à travers :

- Le rapport E/L_{eq}
- Le volume d'eau
- La composition du liant équivalent L_{eq} au sens de la norme NF EN 206.

Le rapport E/L_{eq} pilote la résistance et il est choisi de telle sorte à atteindre la classe de résistance haute définie dans le cahier de charges (LC30/33).

La quantité d'eau est importante dans la mesure où la stabilité et l'ouvrabilité du béton autoplaçant en dépendront. En partant de la base de données importante disponible dans la littérature [93], [99], un premier intervalle de variation du volume d'eau est déterminé (170 l – 180 l) et le volume final est calibré expérimentalement pour répondre au cahier de charges à l'état frais.

La norme NF EN 206 n'autorise qu'une prise en compte partielle des additions comme substitution au ciment au sens du liant équivalent. La quantité autorisée est limitée par le facteur $A/A+C$; dans le cas du filler calcaire, utilisé dans cette étude, il est de 0.3 pour les classes d'exposition courantes. Cette quantité est prise en compte dans le calcul du liant équivalent par le coefficient d'activité k ($L_{eq} = C + k \times F$).

Une fois ces trois paramètres définis, il est possible de calculer le volume de filler calcaire F_r utilisé *en excès* (par rapport à la quantité autorisée dans le calcul du liant équivalent) pour compléter le volume de pâte choisi ; il est à noter que les bétons sont formulés avec une teneur en air occlus de 3 % :

Équation 4.2

$$V_{F_r} = V_{p\grave{a}te} - (V_{ciment} + V_{eau} + V_{filler,liant} + V_{air\ occlus})$$

C'est ce volume excédentaire au sens de la norme NF EN 206 qui sera partiellement substitué par des cénoosphères. Le détail de la composition des formules est donné dans le Tableau 4.3.

Cette première famille de bétons est nommée BISAP- L_{CF} , faisant référence à un liant équivalent binaire composé de ciment et de filler. La nomenclature utilisée pour les formules est $CN_x Fr_{1-x}$, où x correspond à la fraction volumique du filler *excédentaire* substitué par des cénoosphères. Un pas de substitution volumique de 25% du filler excédentaire est utilisé pour passer d'une formule à l'autre. A titre indicatif sont également donnés les rapports E/L (ciment + filler dans liant + filler excédentaire) correspondants pour chaque formule.

Tableau 4.3. Composition de la famille de BISAP-L_{CF}

Composition (kg/m ³)	Référence	CN _{0.25} Fr _{0.75}	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN _{0.75} Fr _{0.25}	CN ₁ Fr ₀
Gravillons légers (argile expansée) 2/14			587		
Sable marin 0/4			223		
Ciment CEM I 52.5			340		
Filler calcaire (L _{eq})			145		
Filler calcaire (remplissage)	88.6	66.5	44.3	22.2	0
Cénosphères CN125	0	7.14	14.3	21.4	28.6
Volume occupé par les cénosphères (l/m ³)	0	8.2	16.4	24.6	32.9
Eau efficace			172		
Superplastifiant			2.72		
A/(A+C)			0.3		
E/C			0.51		
E/L _{eq}			0.46		
E/L (C+F)	0.299	0.31	0.325	0.34	0.354
Volume de pâte (litres)			400		
(G/S) _{massique}			0.98		

Le dosage en saturation du superplastifiant du liant est déterminé par la méthode d'écoulement au cône de Marsh [117] ; celui-ci est pris à 0.8 % de la masse du ciment. Afin de cerner au mieux la contribution des cénosphères sur les propriétés d'écoulement des BISAP, nous n'avons ajouté ni d'agent de viscosité ni d'entraîneur d'air.

Le volume disponible de filler excédentaire pour la famille BISAP-L_{CF} est d'environ 3% du volume total du béton et la quantité de cénosphères utilisable est donc majorée par ce volume. Afin de pouvoir utiliser des quantités plus conséquentes, nous rajoutons une seconde famille de BISAP. L'idée est de rajouter une seconde famille dont le béton de référence est équivalent en performance (ouvrabilité, résistance mécanique, densité...) à celui de BISAP-L_{CF} et offrant un volume de substitution du filler *excédentaire* par des cénosphères plus large. Nous considérons donc un béton en tout point identique à la composition du béton de référence - L_{CF} mais dont le liant équivalent est composé cette fois-ci uniquement de *ciment*. Pour cette seconde famille, que nous appelons BISAP-L_C, la teneur massique en liant équivalent est :

Équation 4.3

$$L_{eq} = C = (C + k \times F)_{BISAP-L_{CF}} = 340 + 0.25 \times 145 \approx 376 \text{ kg/m}^3$$

Cette fois-ci, le volume disponible de filler excédentaire est plus grand car le volume occupé par le liant équivalent (i.e. le ciment) est moins important que pour la première famille :

Équation 4.4

$$V_{Fr} = V_{p\grave{a}te} - (V_{ciment} + V_{eau} + V_{air\ occlus})$$

Le volume de substitution disponible est d'environ 7.5% du volume total du béton. Un pas de substitution volumique progressif de 1/6^{ème} du filler excédentaire est effectué pour cette famille pour un meilleur suivi de l'apport des cénoosphères. Les compositions des 7 formules de la famille BISAP-L_C sont données dans le Tableau 4.4.

Tableau 4.4. Composition de la famille de BISAP-L_C

Composition (kg/m ³)	Référence	CN _{1/6} Fr _{5/6}	CN _{1/3} Fr _{2/3}	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN _{2/3} Fr _{1/3}	CN _{5/6} Fr _{1/6}	CN ₁ Fr ₀
Gravillons légers (argile expansée) 2/14 Sable marin 0/4				587			
Ciment CEM I 52.5 Filler calcaire (L _{eq})				223			
				376			
Filler (remplissage) Cénoosphères CN125	202.6 0	168.8 10.9	135.1 21.8	101.3 32.6	67.5 43.5	33.8 54.4	0 65.3
Volume occupé par les cénoosphères (l/m ³)	0	12.5	25.1	37.5	50	62.5	75.1
Eau efficace Superplastifiant				172 3.01			
A/(A+C) E/C E/L _{eq}				0.3 0.46 0.46			
E / L (C+F)	0.297	0.316	0.337	0.36	0.388	0.42	0.47
Volume de pâte (litres) (G/S) _{massique}				400 0.98			

Afin de situer les formules des deux familles entre elles, notons que la formule CN_{0.75} Fr_{0.25} de la famille BISAP-L_{CF} est équivalente à la formule CN_{1/3} Fr_{2/3} de la famille BISAP-L_C en teneur en cénoosphères (environ 21.5 kg/m³) et en rapport eau/Liant (ciment + filler total). Les points correspondant à ces deux formules seront présentés avec une couleur différente (orange) dans les différents graphes concernés pour une meilleure lisibilité.

4.2.2. Pré-mouillage des granulats, malaxage et confection d'éprouvettes

Afin de garantir une teneur en eau initiale homogène et reproductible aussi bien des granulats légers que des bétons dans lesquels ils sont incorporés et éviter les problèmes d'ouvrabilité discutés dans la revue bibliographique (Section 4.1.3), un protocole de pré-mouillage est mis en place. *A priori*, le contrôle d'hygrométrie des granulats permet de s'affranchir du suivi du maintien de rhéologie après le malaxage du béton.

Le pré-mouillage des granulats vise à ramener la teneur en eau initiale de ces derniers à l'absorption d'eau des granulats à 24 h. Comme discuté dans la revue bibliographique, ce protocole permet de ramener l'absorption d'eau des granulats légers dans la pâte à celle de

granulats de densité usuelle. Pour l'argile expansée utilisée dans notre étude, cette valeur est de 9.8 %.

Les granulats légers sont séchés à l'étuve pendant 48 heures à 105 ± 5 °C. Ensuite, la quantité d'eau nécessaire pour ramener les granulats à leur taux d'absorption à 24 h leur est rajoutée. Les gravillons et la quantité d'eau absorbables sont vigoureusement homogénéisés puis laissés au repos pendant au moins 24 h. Enfin, la teneur en eau finale est de nouveau contrôlée avant l'utilisation des granulats. Les écarts par rapport à la valeur cible varient en valeur absolue entre 0.1 % et 5 %.

Les constituants sont malaxés à sec dans le malaxeur pendant 5 minutes jusqu'à homogénéisation du mélange. L'eau ainsi que le superplastifiant sont introduits en deux temps. La durée totale du malaxage est d'environ 15 minutes. Conformément à la mise en place des bétons autoplaçants, les éprouvettes des essais à l'état durci sont remplies sans vibration ni choc extérieur. Les éprouvettes sont ensuite recouvertes d'un film plastique, stockées dans une salle humide à 95 % HR, décoffrées après 24 h puis stockées dans des bacs d'eau jusqu'à l'âge des essais (28 jours).

4.2.3. Propriétés physiques à l'état frais et propriétés d'écoulement

La masse volumique à l'état frais est mesurée par un aéromètre à béton de 8 litres suivant la norme NF EN 12350-6. Le volume d'air occlus par aéromètre n'est pas applicable d'un point de vue normatif aux bétons de granulats légers au vu de la grande porosité de ces matériaux. La teneur en air occlus est donc qualitativement analysée à travers le rendement de masse volumique à l'état frais du béton. Ce dernier est défini par le rapport de la densité théorique sur la densité expérimentale à l'état frais. Un rendement supérieur à 1 traduit une présence de volume d'air plus important que le volume théorique (soit 3 %) et inversement.

Dans notre étude, l'ouvrabilité des bétons a été caractérisée à travers l'essai d'étalement au cône d'Abrams (mobilité en milieu non confiné) et l'essai d'écoulement à travers le V-Funnel (viscosité apparente) [118].

L'essai au cône d'Abrams permet de mesurer un étalement dont le diamètre est proportionnel au seuil de cisaillement du béton. De manière générale, ce paramètre détermine l'arrêt de l'écoulement et donc la forme finale du remplissage d'un coffrage. Un béton fluide peut être assimilé à un fluide de Bingham [119], où la contrainte de cisaillement est une fonction linéaire de la vitesse de déformation :

Équation 4.5

$$\tau = \tau_0 + \mu \times \dot{\gamma}$$

où τ_0 et μ représentent respectivement le seuil de cisaillement et la viscosité du béton. Les trois classes d'étalement normalisées sont présentées dans le Tableau 4.5. La ségrégation du béton est contrôlée visuellement lors de l'essai d'étalement.

Tableau 4.5. Classes d'étalement au cône d'Abrams [120]

Classe d'étalement	Etalement au cône d'Abrams en mm
SF1	550 à 650
SF2	660 à 750
SF3	760 à 850

L'essai au V-funnel permet d'évaluer la vitesse d'écoulement d'un béton passant à travers l'ouverture d'un entonnoir à travers la mesure d'un temps d'écoulement t_V . La mesure de ce temps donne une indication sur la viscosité apparente du mélange. Plus la viscosité d'un fluide augmente et plus sa capacité à s'écouler facilement diminue. Les deux classes d'écoulement définies par la norme sont présentées dans le Tableau 4.6.

Tableau 4.6. Classes de viscosité apparente au sens de la norme NF EN 206/CN [120]

Classes de viscosité apparente	Temps d'écoulement t_V (s)
VF1	< 9,0
VF2	9,0 à 25,0

Pour chacun des deux essais, que nous supposons répétables, une seule mesure par formulation est effectuée.

4.2.4. Propriétés mécaniques et thermiques

Les résistances à la compression ainsi que le module de Young à 28 jours sont réalisées sur des éprouvettes cylindriques $\emptyset 11 \times 22 \text{ cm}^2$. Les éprouvettes sont équipées de trois capteurs de déformation LVDT de course $\pm 2.5 \text{ mm}$ afin de déterminer le module élastique. La précharge se fait par un pilotage en déplacement jusqu'à 10 kN, avec une vitesse de 0.2 mm/s. La charge se fait par un pilotage en force de 5 kN/s jusqu'à la rupture. Les valeurs de résistance à la compression et du module sont moyennées sur trois résultats de mesure.

La conductivité thermique des bétons est réalisée suivant le protocole décrit au Chapitre 3 (3.2.4). Cette fois-ci, les valeurs de conductivité sont moyennées sur deux éprouvettes. Les mesures sont également effectuées à 10 °C.

4.3. Résultats et discussion

4.3.1. Les BISAP à l'état frais : résultats de la caractérisation

Les masses volumiques à l'état frais et les rendements des deux familles de BISAP sont regroupés dans le

Tableau 4.7. Les masses volumiques se situent entre 1470 kg/m³ et 1640 kg/m³. En général, la différence entre la masse volumique réelle à l'état frais et la masse volumique sèche est estimée entre 100 et 250 l pour les bétons légers [93], [99]. Nous pouvons dès lors considérer que le critère de classe de densité sèche du cahier de charge est satisfait. Au vu des rendements obtenus, tous les bétons formulés ont un volume d'air occlus inférieur à 30 l/m³, sauf pour les deux derniers taux de substitution de cénoosphères de la famille BISAP-Lc (rendement >1).

Tableau 4.7. Masse volumique à l'état frais et rendement des BISAP

	Formules	MV à l'état frais (kg/m ³)	Rendement
BISAP-L _{CF}	Référence	1619	99.9%
	CN _{0.25} Fr _{0.75}	1607	99.7%
	CN _{0.5} Fr _{0.5}	1601	99.2%
	CN _{0.75} Fr _{0.25}	1604	98.1%
	CN ₁ Fr ₀	1570	99.2%
BISAP-L _C	Référence	1640	98.9%
	CN _{1/6} Fr _{5/6}	1619	98.8%
	CN _{1/3} Fr _{2/3}	1596	98.7%
	CN _{0.5} Fr _{0.5}	1573	98.8%
	CN _{2/3} Fr _{1/3}	1555	98.4%
	CN _{5/6} Fr _{1/6}	1495	100.8%
	CN ₁ Fr ₀	1473	100.8%

L'évolution des mesures d'étalement et de viscosité apparente de la famille BISAP-L_{CF} est donnée sur la Figure 4.8. La viscosité apparente de ces bétons tend à croître avec le dosage en cénoosphères et elle est accompagnée d'une diminution -quoique moins prononcée- de l'étalement. Visuellement, à la fin du malaxage, les cénoosphères apportent le même effet « moussant » observé lors de l'utilisation d'un entraîneur d'air ; les bulles d'air semblent plus petites et mieux dispersées dans le mélange. Lors des essais d'étalement, les « galettes » obtenues sont stables et ne semblent pas manifester de propension à la ségrégation, si ce n'est pour le béton avec le taux de substitution le plus important, où une laitance est observée (Figure 4.9).

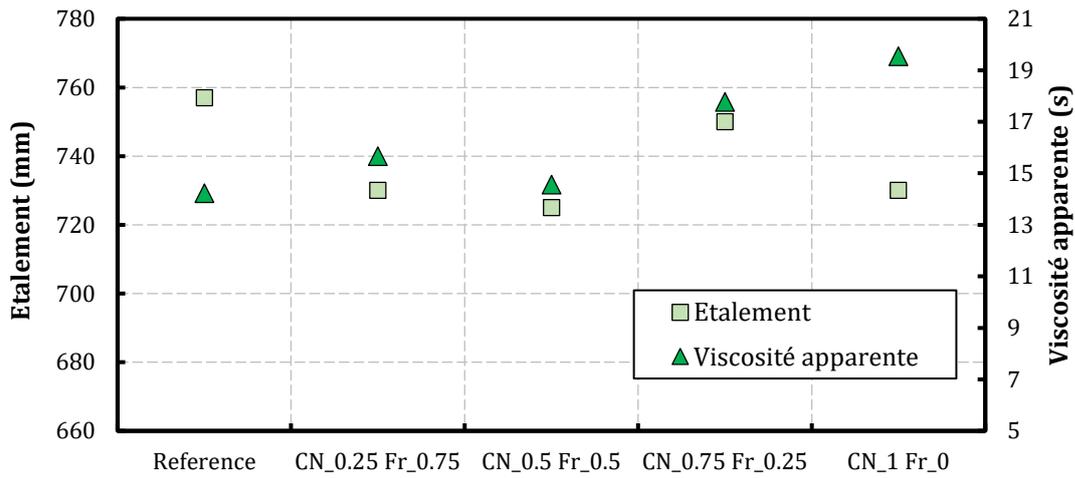


Figure 4.8. Etallement et viscosité apparente des BISAP-LcF

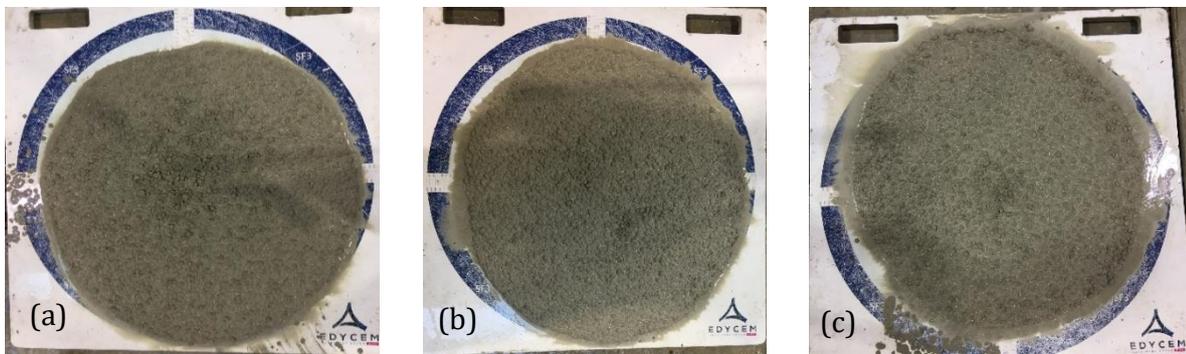


Figure 4.9. Etallement des bétons (a)-Reference (b)-CN_{0.5} Fr_{0.5} et (c)-CN₁ Fr₀ de la famille BISAP-LcF

Les tendances obtenues pour la famille BISAP-Lc diffèrent de celles de la première famille. Si l'on exclut la formule CN₁ Fr₀, l'étalement a tendance à augmenter avec le taux de substitution des cénoosphères (Figure 4.10) tandis que la viscosité apparente ne semble présenter aucune corrélation. Les bétons sont tous stables et homogènes sauf pour CN₁ Fr₀. En plus de la présence de laitance en périphérie, les cénoosphères semblent être en excès et une partie se détache avec l'eau autour de la galette (Figure 4.11).

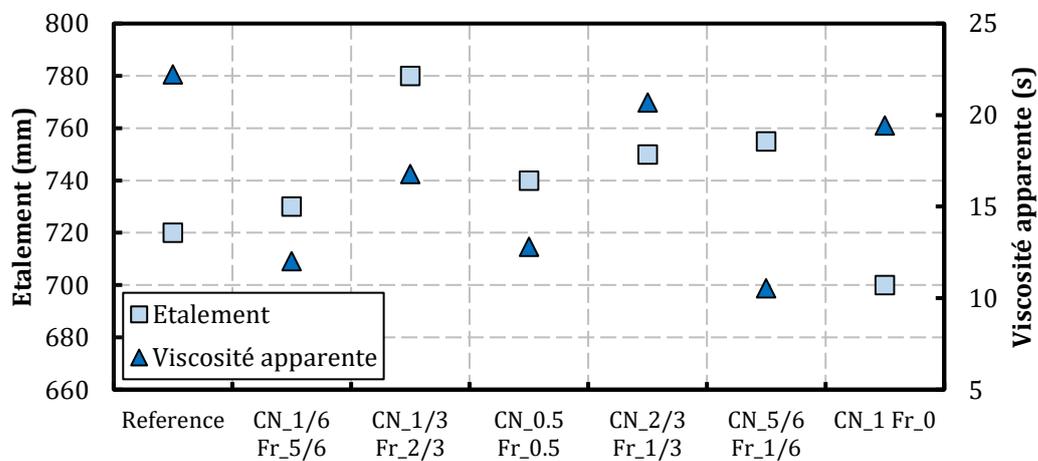


Figure 4.10. Etallement et viscosité apparente des BISAP-Lc

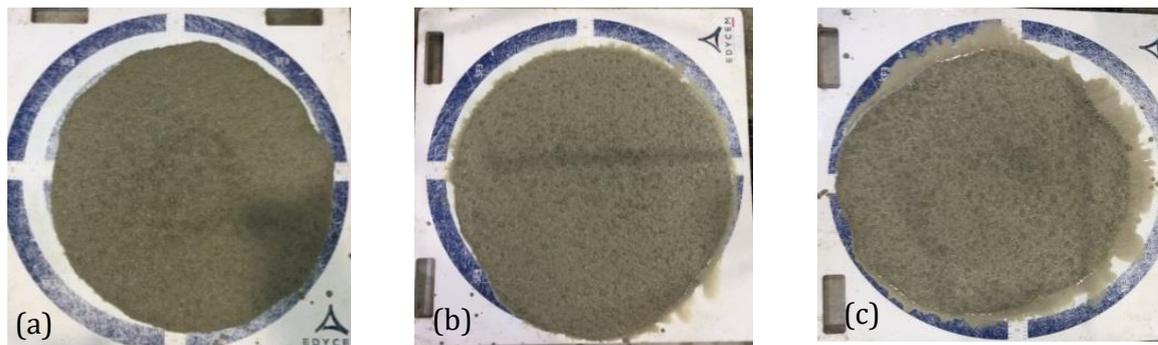


Figure 4.11. Etalement des bétons (a)-Reference (b)-CN_{0.5} Fr_{0.5} et (c)-CN₁ Fr₀ de la famille BISAP-Lc

Cette première partie de caractérisation à l'état frais montre que l'on a a priori, à travers l'utilisation des cénoosphères, pu répondre à l'exigence de densité du cahier de charges (Tableau 4.2) si l'on considère la relation entre la masse volumique sèche et humide d'un béton léger. D'un point de vue de stabilité des bétons, l'apparition de laitance est surtout enregistrée pour les formules comportant un dosage important en cénoosphères dans les deux familles. Un ajustement de la quantité d'eau par rapport au dosage en cénoosphères semble nécessaire. D'autre part, si l'on réussit à répondre au cahier de charges en termes de propriétés d'écoulement (étalement et viscosité apparente), il est difficile de trancher sur l'influence des cénoosphères sur ces propriétés. Il semblerait que l'utilisation des cénoosphères favorise l'écoulement du béton d'un côté (il ressort une tendance générale de l'augmentation du diamètre d'étalement avec le dosage en cénoosphères) et le rendrait probablement plus visqueux, même si les évolutions des viscosités apparentes sont assez disparates. Une étude complémentaire sur la rhéologie des composés ternaires ciment-filler-cénoosphères semble nécessaire pour conclure de manière plus rigoureuse sur cet effet.

4.3.2. Entre pouvoir isolant et structurel

4.3.2.1. Propriétés mécaniques

Les évolutions de la résistance à la compression et du module de Young à 28 jours sont données sur la Figure 4.12 pour la famille BISAP-L_{CF}. Les pertes relatives par rapport aux points de référence sont données sur chaque graphe pour une meilleure interprétation.

Comme cela était prévisible, au vu résultats mécaniques sur mortier (Chapitre 3 – Section 3.3.2), les performances mécaniques des BISAP diminuent avec le taux de substitution du filler excédentaire par des cénoosphères. Toutefois, pour les deux familles de bétons, les réductions de la résistance à la compression et du module de Young ne suivent pas les mêmes évolutions.

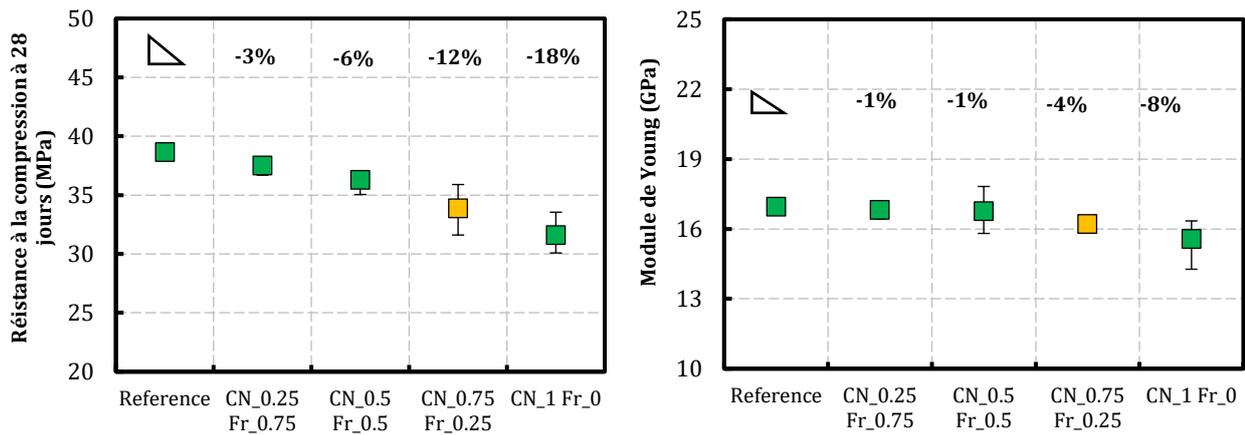


Figure 4.12. Résistances à la compression (*gauche*) et module de Young (*droite*) à 28 jours des BISAP-L_{CF}

Pour la famille BISAP-L_{CF} (Figure 4.12), la réduction de la résistance à la compression en fonction du taux de substitution des cénoosphères est deux à quatre fois plus importante que la réduction du module. Cette différence se justifie en partie par l'utilisation d'un même squelette granulaire. La contribution des cénoosphères à la rigidité du mélange est moindre, dans la mesure où l'on garde une robustesse plus ou moins égale du squelette granulaire et une porosité initiale constante pour toutes les formules. On peut également avancer que la porosité intrinsèque des cénoosphères est partiellement « compensée » par la rigidité des capsules, ce qui, d'après certains auteurs, justifie les pertes modérées en module d'élasticité [77]. La baisse plus importante de la résistance à la compression peut être attribuée à deux facteurs. D'un côté, l'introduction de zones de faiblesse aux interfaces matrice-cénoosphères, discutée et mise en avant au chapitre précédent (Section 3.3.2). Celle-ci devient d'autant plus significative lorsque le taux de cénoosphères dans la matrice devient important. D'un autre côté, la compacité de la matrice est altérée par la substitution d'éléments fins (filler calcaire) par des éléments beaucoup plus grossiers (cénoosphères), ayant des diamètres d_{50} et d_{90} respectivement cinq et deux fois plus importants (Figure 4.13). Il se pourrait également que le changement de la composition de la pâte change les mécanismes d'adhérence entre les granulats et la pâte en fragilisant l'auréole de transition, comme cela a été rapporté par certains auteurs [7].

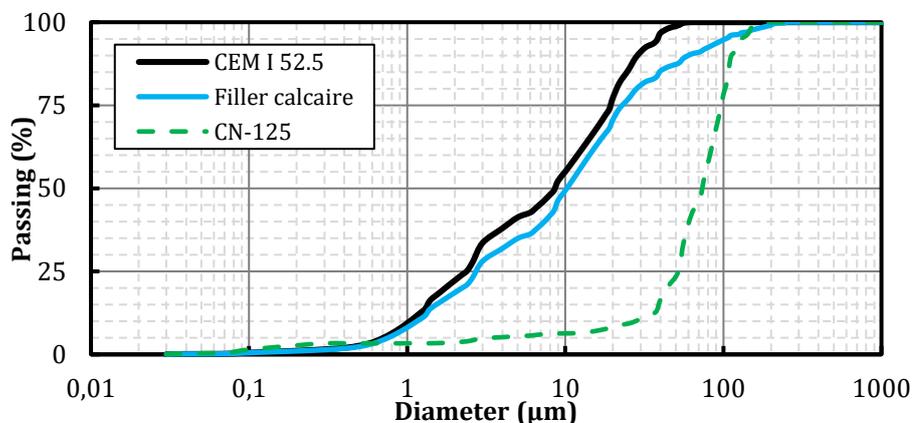


Figure 4.13. Courbes granulométriques du ciment, filler calcaire et cénoosphères CN-125

Les évolutions de la résistance à la compression et du module de Young présentent une certaine corrélation avec la teneur en cénoosphères. En effet, nous pouvons noter, pour les

deux propriétés, un certain changement de pente à partir de la formule $CN_{0.5}Fr_{0.5}$ où la moitié du volume total de filler excédentaire est remplacé par des cénoosphères. Pour les deux premiers taux de substitution, la baisse de la résistance à la compression par rapport à la référence est d'environ 3 % pour chaque pas (soit une perte de 1.1 MPa par pas en moyenne) et passe au double par la suite (environ 2.2 MPa en moyenne pour chaque pas). Quant au module, nous pouvons avancer que sur la première moitié des formules, celui-ci reste quasiment constant. Par rapport à la référence, la perte est de tout au plus 1 %, soit une diminution de 0.1 GPa. Ensuite, la perte est légèrement plus grande, environ 4 % soit 0.4 GPa à chaque pas. Il semblerait qu'à partir d'une certaine teneur en cénoosphères, ici 14 kg/m³, la matrice soit un peu plus fragilisée, avec toutefois des propriétés mécaniques acceptables. Au minima, pour cette famille, nous obtenons une résistance à la compression de 31.6 MPa et un module de Young correspondant de 15.6 GPa.

Intéressons-nous ensuite à la famille BISAP-L_C. Cette famille de BISAP, pour le rappeler, dispose d'un volume total de filler excédentaire deux fois plus important que celui de la première famille et permet donc d'aller plus loin en substitution de cénoosphères.

Pour cette famille, la corrélation entre la teneur en cénoosphères et la résistance à la compression des BISAP est moins évidente (Figure 4.14). Sur l'intervalle de substitution, l'évolution de la résistance peut être décomposée en trois parties. Une première réduction de la résistance, jusqu'à la formule $CN_{1/3}Fr_{2/3}$, est assez semblable à l'évolution retrouvée pour la première famille. Ensuite, on retrouve un palier sur le deuxième tiers de substitution jusqu'à la formule $CN_{2/3}Fr_{1/3}$; la résistance à la compression ne semble pas être affectée par la présence supplémentaire de cénoosphères. Une compacité équivalente des trois matrices pourrait être à l'origine de cette égalité de résistance. Enfin, sur le dernier tiers, on trouve une diminution plus importante de la résistance mécanique. Nous notons une pente plus raide et une chute de la résistance de la formule exempte de toute présence de filler quatre fois plus importante que celle de la formule $CN_{2/3}Fr_{1/3}$ et 44 % plus faible que celle de la référence. Comme cela a été observé pour l'étalement, le dosage en cénoosphères semble être en excès pour cette formule, surtout par rapport à la quantité d'eau utilisée. Le passage d'un système ternaire (ciment-filler-cénoosphères) à un système binaire (ciment-cénoosphères) - à tous autres paramètres de formulation identiques - semble détériorer de manière significative les propriétés mécaniques du mélange. De plus, au vu des valeurs de rendement volumique présentées (

Tableau 4.7), ces deux dernières formules semblent contenir un volume d'air occlus plus important par rapport aux autres, ce qui pourrait expliquer la pente plus raide. Des mesures de porosité accessible à l'eau ont été effectuées pour les deux familles de BISAP afin de déceler une éventuelle corrélation entre les résistances mécaniques obtenues et les porosités ouvertes correspondantes. Les valeurs obtenues ne permettent pas d'interpréter les tendances observées pour les résistances. Les résultats de porosité à l'eau seront donc plutôt présentés par la suite avec les résultats de conductivité thermique et discutés dans la Partie III, dans le cadre de l'étude de sensibilité à quelques indicateurs de durabilité.

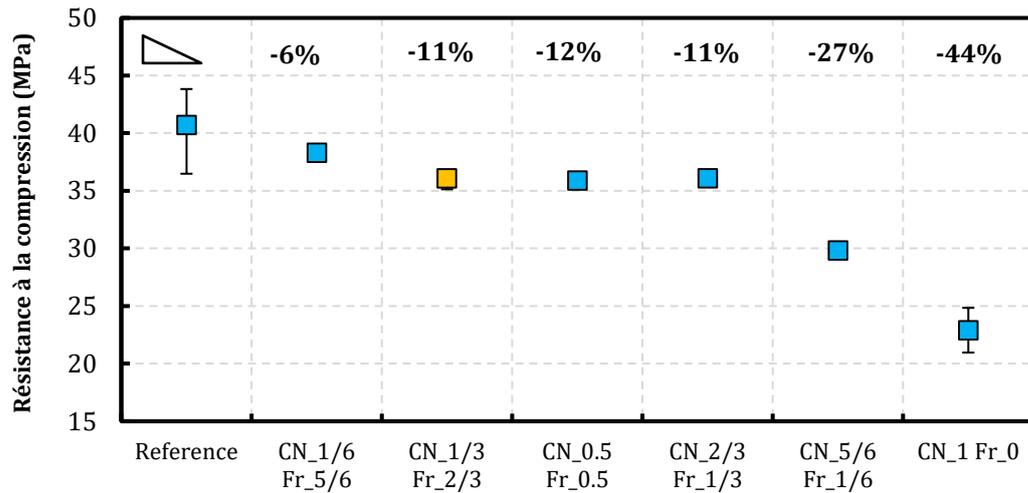


Figure 4.14. Résistances à la compression à 28 jours des BISAP-Lc¹

La différence entre l'évolution de la résistance à la compression et le module de Young en fonction du taux de substitution de cénoosphères n'est pas aussi prononcée que celle retrouvée pour la première famille (Figure 4.15). Cette fois-ci, les pertes relatives sont quasiment les mêmes pour la résistance et pour le module sur le premier tiers des formules. On enregistre une réduction d'environ 1.7 GPa pour CN_{1/3} Fr_{2/3} par rapport à la référence. Même si cet écart est plus important que celui enregistré pour la formule équivalente CN_{0.75} Fr_{0.25} de la famille BISAP-L_{CF} (environ 0.7 GPa par rapport à la référence), il est important de noter que les modules des deux formules sont égaux (16.2 GPa – 16.3 GPa). Un palier est ensuite retrouvé pour les formules CN_{1/3} Fr_{2/3} et CN_{0.5} Fr_{0.5}. Ce n'est qu'à partir des deux derniers taux de substitution que la perte en résistance à la compression devient 1.5 fois -voire plus- plus importante que la perte de rigidité. Comme pour la première famille, ceci est un résultat direct du mode de prise en compte des cénoosphères dans la formulation du béton. Dans cet intervalle, il semblerait que la matrice cimentaire soit beaucoup plus sensible à l'introduction des zones de faiblesse via l'utilisation des cénoosphères présentes en grande quantité, d'où une dégradation importante de la résistance. Leur effet sur la rigidité est relayé au second rang, le squelette granulaire restant constant entre toutes les formules.

¹ Les points où n'apparaissent pas les barres d'erreur sont des formules affichant une très bonne répétabilité de la valeur moyenne (barres d'erreur très resserrées donc non visibles). La même remarque prévaut pour le reste des graphes du manuscrit où des essais de répétabilité sont effectués.

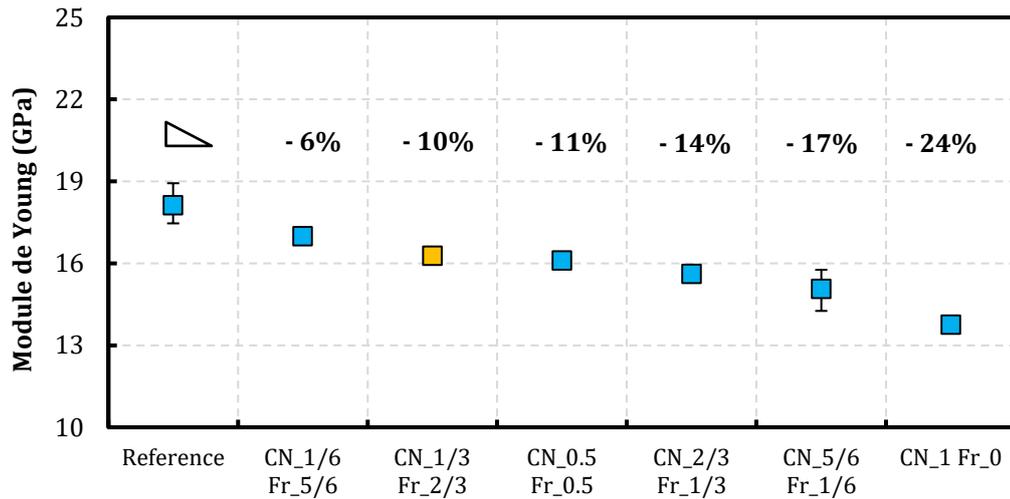


Figure 4.15. Module de Young à 28 jours des BISAP-Lc

Au-delà d'une démarche prescriptive, il est intéressant d'analyser l'évolution des propriétés mécaniques en fonction du ratio eau/liant *total*, en considérant aussi bien le filler pris en compte dans le liant équivalent que le filler excédentaire. L'évolution de ce rapport traduit indirectement celle du dosage en cénoosphères et permet de rassembler les deux familles de BISAP. Sur la Figure 4.16, nous pouvons clairement voir que le ratio E/L est plus représentatif de l'évolution de la résistance et du module que le rapport E/L_{eq}, constant pour tous les bétons². Globalement, on retrouve une décroissance du module de Young en fonction du dosage en cénoosphères sans pour autant que la réduction soit très défavorable. Jusqu'à un dosage de 65 kg/m³ en cénoosphères, on obtient des modules variants entre 14 GPa et 18 GPa. La linéarité est moins franche pour les résistances à la compression. Jusqu'à un ratio E/L=0.4 environ –soit un dosage en cénoosphères de 43.5 kg/m³ – les résistances convergent pour la plupart entre 35 et 40 MPa. Ce n'est qu'au-delà de ce dosage que la résistance chute de manière plus prononcée, pour atteindre une valeur de 23 MPa. Les bétons formulés sont classés LC20/22, LC25/28 (pour la plupart) ou LC30/33, à une exception près.

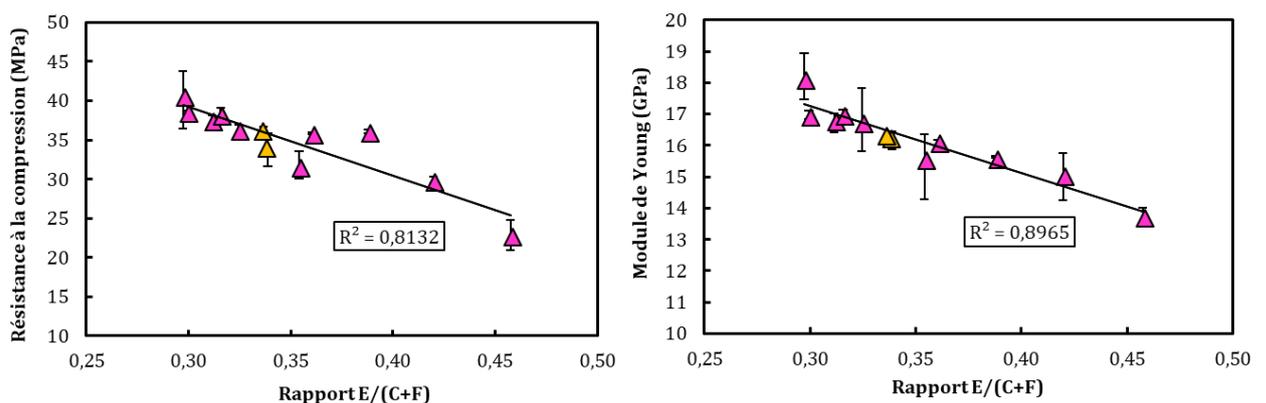


Figure 4.16. Evolution de la résistance à la compression (*gauche*) et du module de Young (*droite*) en fonction du ratio eau/liant (ciment+ filler total)

² Les points superposés correspondent à des formules de chacune des deux familles des BISAP ayant des dosages en cénoosphères équivalents

4.3.2.2. Conductivité thermique

Les résultats des mesures de conductivité thermique ainsi que les masses volumiques sèches de la famille BISAP- L_{CF} sont présentés sur les Figure 4.17 et Figure 4.18. Comme pour les propriétés mécaniques, nous indiquons les pertes relatives par rapport aux points de référence pour les conductivités thermiques.

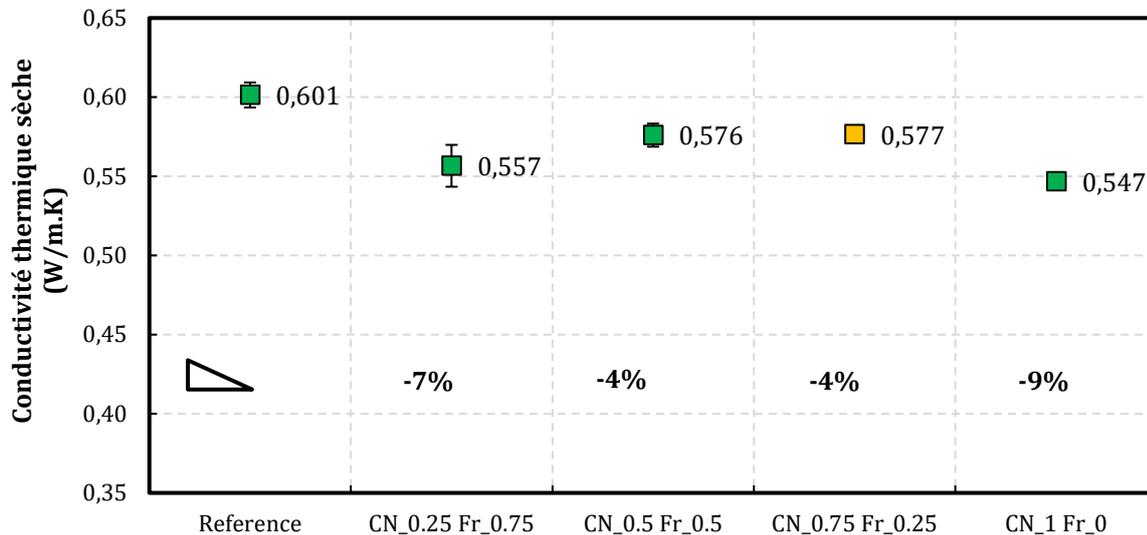


Figure 4.17. Conductivité thermique sèche des BISAP- L_{CF}

L'interprétation de l'évolution obtenue de la conductivité thermique est moins évidente que celle des propriétés mécaniques. A priori, on aurait tendance à croire que la conductivité thermique des BISAP décroît proportionnellement à l'incorporation progressive d'éléments plus légers dans la matrice. Cela n'est clairement pas le cas au vu des valeurs de la première famille (Figure 4.17). Au premier taux de substitution, on note une réduction de la conductivité d'environ 7% – soit 0.04 W/m.K – puis un léger regain d'environ 3% pour les deux formules suivantes alors même que l'on continue à « alléger » la matrice, pour finir sur une valeur quasiment équivalente – à 0.01 W/m.K près – à celle de la formule $CN_{0.25} Fr_{0.75}$. On pourrait avancer que le pas de substitution n'est pas suffisamment important pour impacter de manière significative la conductivité thermique. D'une formule à l'autre, on introduit à chaque fois 7.14 kg/m³ de cénoosphères, ce qui correspond tout juste à environ 0.8% du volume total du béton. Cela peut se voir sur les masses volumiques sèches des bétons (Figure 4.18). En effet, les masses volumiques des trois premières formules sont quasiment égales puis s'en suit une diminution progressive de 30 kg/m³. Seulement, une corrélation avec la masse volumique sèche à elle seule ne peut expliquer la tendance obtenue.

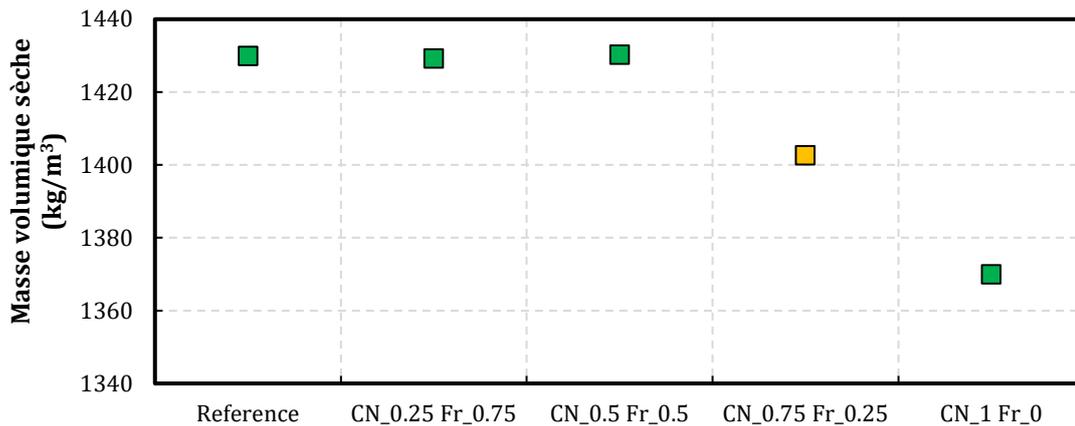


Figure 4.18. Masse volumique sèche des BISAP-LcF

Si l'argument peut expliquer les valeurs des trois premières conductivités, il n'est plus valable dès lors qu'on rajoute les deux points suivants ; la conductivité de CN_{0.75} Fr_{0.25} est légèrement plus élevée que celle de la formule précédente alors que plus légère, et plus encore, les conductivités de CN₁ Fr₀ et CN_{0.25} Fr_{0.75} sont proches alors qu'un écart de 60 kg/m³ les sépare. Le même raisonnement peut être appliqué pour la porosité accessible à l'eau de ces bétons (Tableau 4.8). Si certains écarts de porosité, déjà faibles, peuvent expliquer la tendance entre deux points isolés (par exemple, la légère diminution de porosité ouverte de CN_{0.25} Fr_{0.75} à CN_{0.5} Fr_{0.5} pourrait être à même d'expliquer le gain, léger également, de la conductivité thermique entre les deux formules), l'argument ne prévaut plus lorsqu'on analyse la série de mesure dans sa globalité.

Tableau 4.8. Porosité accessible à l'eau des BISAP-LcF

Formule	Référence	CN _{0.25} Fr _{0.75}	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN _{0.75} Fr _{0.25}	CN ₁ Fr ₀
Porosité (%)	19.21	18.43	18.12	18.80	18.32

Lorsque l'intervalle d'incorporation de cénoosphères dans le béton est plus large et que le pas de substitution est plus important, comme cela est le cas pour la famille BISAP-Lc (introduction de 10.14 kg/m³ à chaque pas, ce qui correspond à 1.25% du volume total du béton), de meilleures corrélations entre le taux de substitution des cénoosphères et la conductivité thermique (Figure 4.19) et plus particulièrement la masse volumique sèche (Figure 4.20) sont observées.

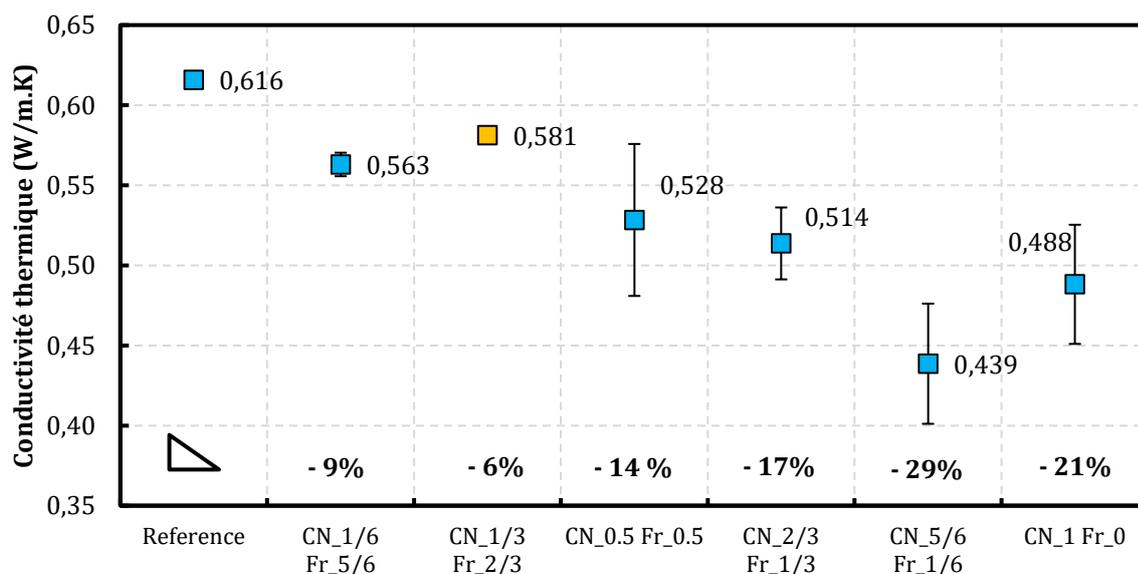


Figure 4.19. Conductivité thermique sèche des BISAP-Lc

La masse volumique des BISAP-Lc diminue quasi linéairement avec le taux de cénoosphères et l'on arrive jusqu'à des bétons de masse volumique moyenne de 1315 kg/m³. La substitution de filler calcaire par des cénoosphères permet d'obtenir des conductivités thermiques jusqu'à 29 % plus basses que celle de la référence. La conductivité thermique moyenne la plus faible obtenue est de 0.44 W/m.K. Ici encore, la réduction de conductivité d'un pas à l'autre n'est pas unifiée et on note aussi une dispersion plus importante autour des valeurs moyennes à partir de CN_{0.5} Fr_{0.5}. Nous retrouvons également deux « gains » de conductivité pour les formules CN_{1/3} Fr_{2/3} et CN₁ Fr₀. Une remarque très intéressante est que les formules « équivalentes » entre les deux familles (CN_{0.75} Fr_{0.25} pour -L_{CF} et CN_{1/3} Fr_{2/3} pour -L_C) ont des conductivités thermiques équivalentes, des masses volumiques sèches proches (à 15 kg/m³ près); mais surtout, que ces deux formules représentent les points où un gain de conductivité thermique est enregistré dans leurs familles respectives ! Force est de constater que cela ne peut être un artefact expérimental. Afin de pouvoir expliquer et mieux interpréter ces points, les mesures expérimentales des deux familles de bétons sont complétées par des simulations numériques sur la base d'une homogénéisation thermique multi-échelles. La démarche ainsi que les résultats obtenus sont détaillées au chapitre suivant.

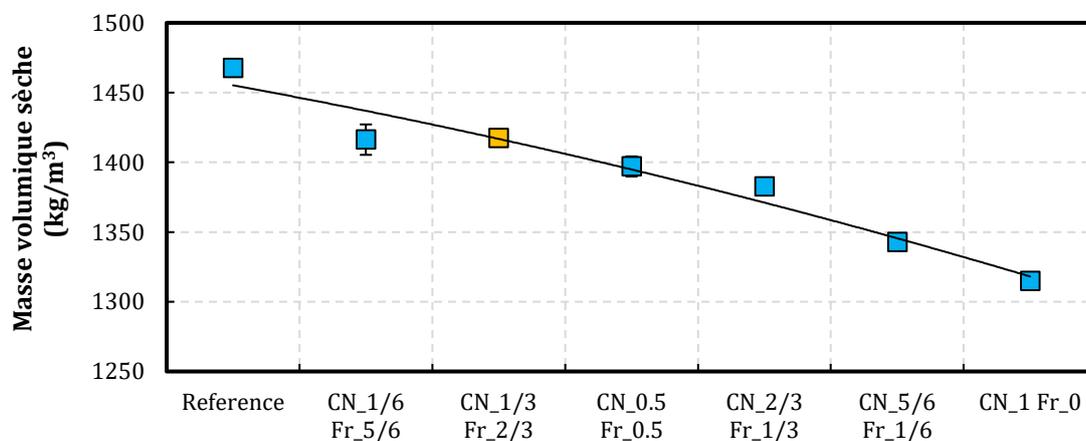


Figure 4.20. Masses volumiques sèches des bétons BISAP-Lc

4.3.2.3. Corrélations entre les grandeurs physiques étudiées

Sur la Figure 4.21, nous avons tracé la conductivité thermique sèche en fonction de la masse volumique correspondante de tous les bétons testés. Les résultats individuels de mesures - plutôt que les moyennes - sont tracés pour une meilleure représentativité.

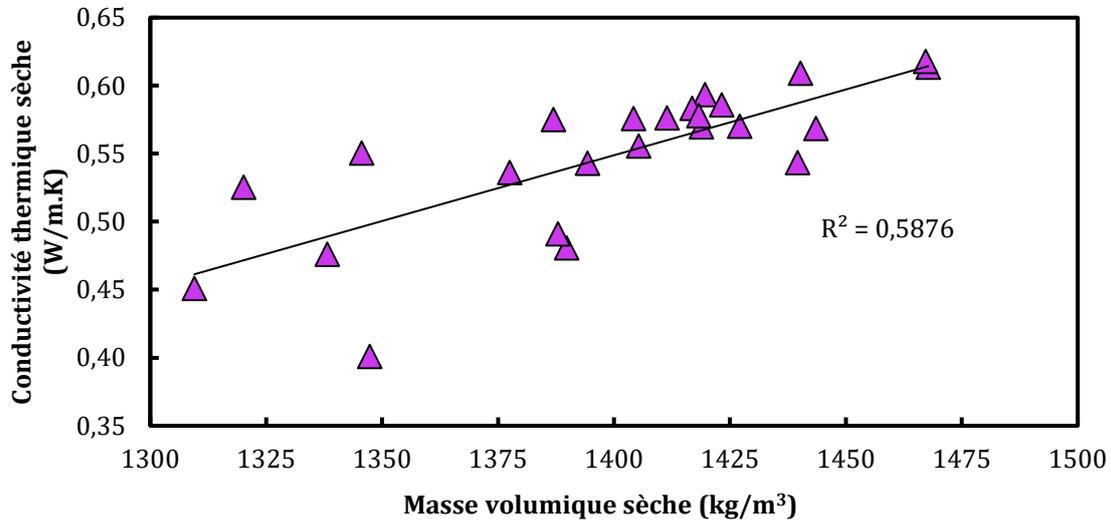


Figure 4.21. Rapport entre la conductivité thermique sèche et la masse volumique sèche des BISAP

L'intervalle maximal de masse volumique sèche sur lequel on se place est situé entre 1300 kg/m³ et 1500 kg/m³ environ, et les conductivités maximales et minimales obtenues sont respectivement 0.617 W/m.K et 0.401 W/m.K. Dans cet intervalle de masse volumique, assez restreint, la conductivité thermique n'évolue pas linéairement avec la densité ($R^2=0.59$), résultat que l'on retrouve généralement sur des intervalles trois à cinq fois plus larges (Figure 4.22).

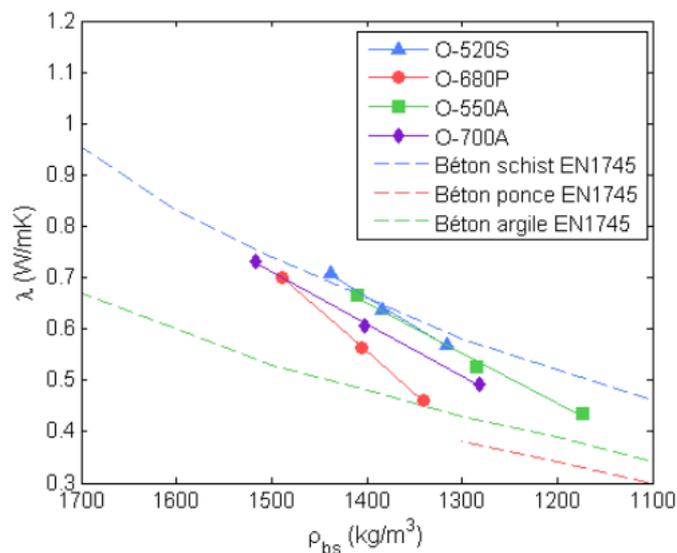


Figure 4.22. Evolution de la conductivité thermique des bétons de différents granulats légers en fonction de la masse volumique sèche après séchage à l'étuve [7]

Dans notre cas, la tendance générale qui est celle de la diminution de la conductivité avec la masse volumique se profile, mais certains écarts significatifs subsistent. Par exemple, on

retrouve deux bétons de masse volumique 1345 kg/m^3 environ et ayant deux conductivités écartées de 0.15 W/m.K comme on enregistre deux bétons de conductivité 0.55 W/m.K et ayant deux masses volumiques sèches différentes de presque 100 kg/m^3 . Ce point a été discuté par Nguyen [7] dans ses travaux de thèse en comparant la conductivité thermique obtenue sur des bétons avec différents granulats légers. A même composition de matrice, on peut retrouver deux bétons ayant des masses volumiques sèches significativement différentes mais ayant la même conductivité thermique sèche pour deux types de gravillons légers. Nguyen avance que si celle-ci dépendait uniquement de la masse volumique globale du béton et donc de son volume total des pores, les rapports λ_s/ρ_s seraient les mêmes pour tous les granulats confondus. Selon l'auteur, la distribution porale à l'intérieur des grains aussi bien que la distribution des phases et le degré de cristallinité des phases solides serait à même d'expliquer les tendances obtenues. Dans notre cas, les questions relatives aux propriétés intrinsèques des grains ne se posent pas car le squelette granulaire est figé, mais le raisonnement pourrait être extrapolé à la distribution des pores et des hydrates au sein même de la pâte. Le changement de la quantité de filler d'un béton à l'autre pourrait être à l'origine d'écarts de propriétés physiques à l'échelle du système ternaire ciment-chargeur-eau avant même de considérer la contribution des cénoosphères. Cette hypothèse sera étudiée et détaillée dans le chapitre suivant lors de la modélisation numérique de la conductivité thermique des BISAP.

Si l'on trace ensuite l'évolution des propriétés mécaniques (résistance à la compression et module d'élasticité) en fonction de la conductivité thermique, on obtient des dispersions plus ou moins semblables à celle observée avec la masse volumique sèche (Figure 4.23). Entre 0.5 W/m.K et 0.6 W/m.K , on retrouve plusieurs points exhibant une même résistance (environ 36 MPa) et des modules d'élasticité équivalents (environ 0.6 GPa d'écart). La majorité des BISAP à cénoosphères se retrouvent dans cet intervalle. Toutefois, une formule semble se démarquer du lot avec le meilleur compromis entre les trois propriétés : une conductivité de 0.44 W/m.K , une résistance moyenne à la compression de 30 MPa et un module d'élasticité de 15 GPa . Le point concerné est encerclé sur la Figure 4.23.

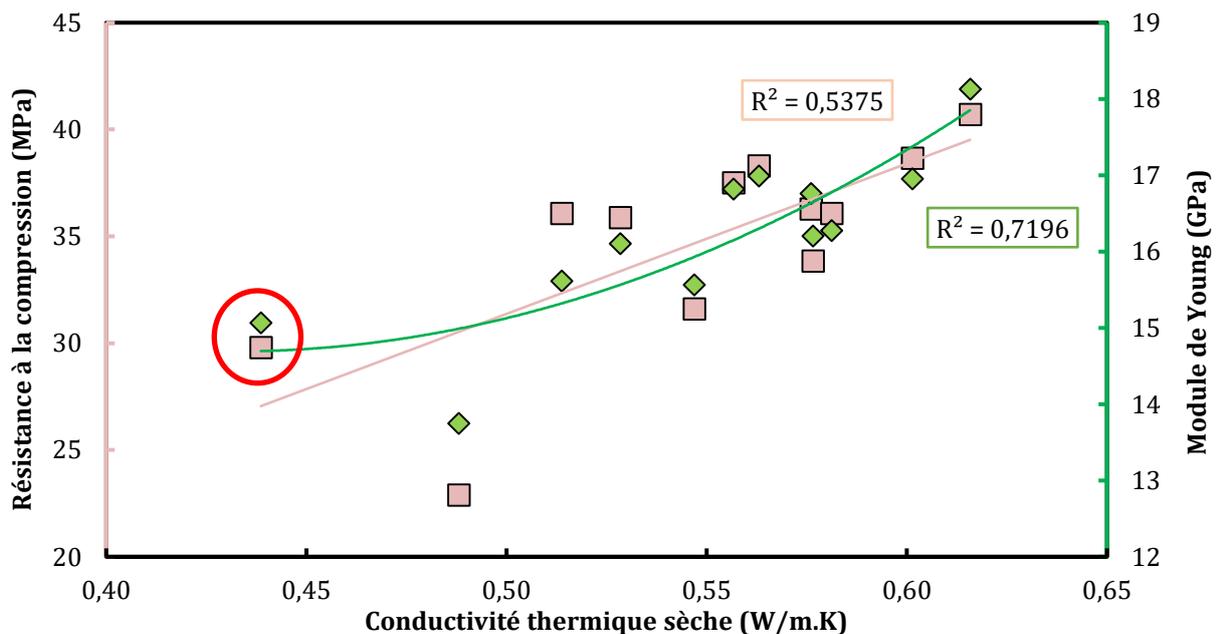


Figure 4.23. Distribution des propriétés mécaniques en fonction de la conductivité thermique des BISAP

Si les propriétés mécaniques ne présentent à priori pas de corrélation avec la conductivité thermique, il en est autre chose avec la masse volumique sèche du béton durci. En général, la résistance moyenne à la compression est bien reliée à la masse volumique sèche du béton et plusieurs auteurs proposent des formules empiriques entre ces deux propriétés pour les bétons légers. Nous en citons trois à titre d'exemple :

- $f_{c,m} = 20 + 50 \times (\rho_s - 1.45)$, proposée par Arnould et Virlogeux [121];
- $f_{c,m} = 127 \times \rho_s^2 - 378 \times \rho_s + 314$, proposée par Ke [122] ;
- $f_{c,m} = 111 \times \rho_s - 150$, proposée par Bello [93]

où ρ_s est exprimée en g/cm^3 .

La dernière formule est particulièrement intéressante car elle concerne des **bétons autoplaçants légers** et nous permettra de situer les bétons formulés dans le cadre de cette thèse. Dans tous les cas, les formules proposées sont soit linéaires ou polynomiales de second degré. Papanicolaou et Kaffetzakis [99] ont réalisé un état de l'art assez exhaustif des formulations de bétons autoplaçants légers structurels retrouvés dans la littérature, ainsi que leurs propriétés à l'état durci. Nous regroupons sur la Figure 4.24 l'évolution de la résistance à la compression en fonction de la masse volumique sèche des bétons légers autoplaçants : formulés dans le cadre de cette thèse, ceux caractérisés par Bello [93] et ceux regroupés dans l'état de l'art proposé par Papanicolaou et Kaffetzakis [99]. Ces derniers, issus des travaux de différents chercheurs, ne présentent pour la plupart aucune corrélation entre eux. On retrouve par exemple des bétons de même résistance à la compression (environ 45 MPa) et ayant jusqu'à 500 kg/m^3 de différence en masse volumique sèche. La corrélation proposée par Bello ne permet pas d'approcher les bétons formulés dans le cadre de nos travaux, qui viennent alimenter un intervalle de masse volumique sèche encore insuffisamment peuplé. Le nuage de points de BISAP à cénosphères représente à peu près une quasi-translation de 300 kg/m^3 de la fin de courbe obtenue par Bello. Nous présentons à titre indicatif la corrélation obtenue sur nos BISAP à cénosphères :

$$f_{c,m} = -497 \times \rho_s^2 + 1487 \times \rho_s - 1072 \quad \text{où } \rho_s \text{ est exprimée en } g/cm^3.$$

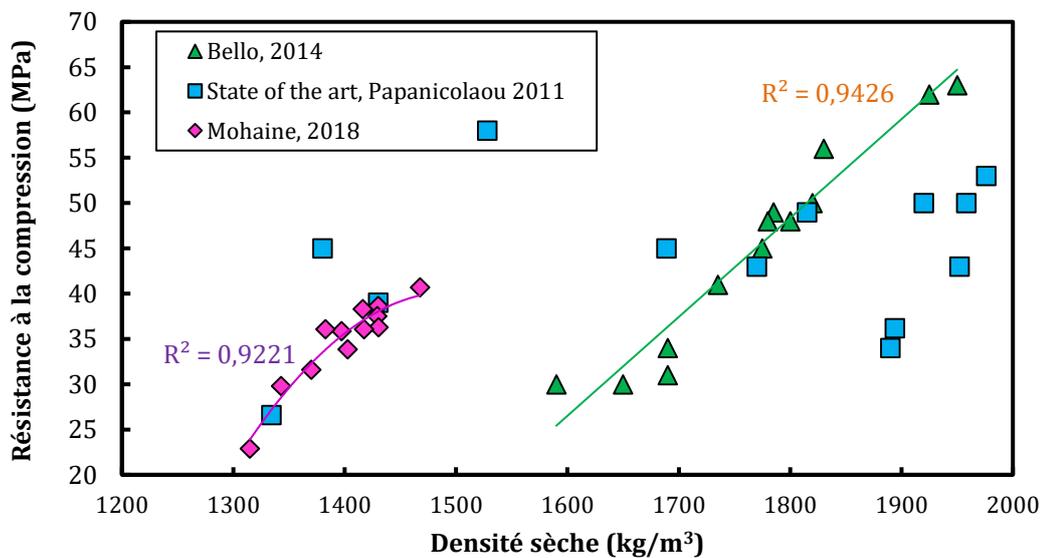


Figure 4.24. Relation entre la masse volumique sèche et la résistance à la compression des bétons autoplaçants légers : résultats expérimentaux et littérature

En général, on essaye de relier le module d'élasticité à la résistance à la compression car le module est rarement mesuré. Comme pour la résistance à la compression, il existe diverses formules empiriques dans la littérature. Nous retenons ici celle proposée par l'Eurocode 2 [123] et l'adaptation effectuée par Ke dans ses travaux[122]. L'Eurocode 2 définit les bétons de granulats légers comme des bétons de masse volumique inférieure ou égale à 2200 kg/m³. L'estimation de leur module de Young est obtenue à partir de celle des bétons de masse volumique normale avec un facteur de prise en compte de leur masse volumique plus faible :

Équation 4.6

$$E_c = 22000 \times \left(\frac{f_{c,m}}{10}\right)^{0.3} \times \left(\frac{\rho_s}{2200}\right)^2$$

Ke [122] a proposé une adaptation de cette formule car elle sous-estime les valeurs des modules. La prise en compte de la masse volumique est modifiée en changeant la valeur de l'exposant. La formule devient :

Équation 4.7

$$E_{c,Ke} = 22000 \times \left(\frac{f_{c,m}}{10}\right)^{0.3} \times \left(\frac{\rho_s}{2200}\right)^{1.5}$$

Les deux formules sont utilisées pour évaluer les modules de Young des BISAP. La Figure 4.25 regroupe la confrontation des résultats expérimentaux aux deux formules empiriques. Comme cela a été constaté par Ke, la formule proposée par l'Eurocode 2 sous-estime les modules des BISAP d'environ 3 à 4 GPa. L'écart tend à croître avec la diminution de la masse volumique. L'ajustement proposé par Ke, en diminuant la contribution de la densité sèche des bétons légers, permet d'estimer correctement les modules des BISAP.

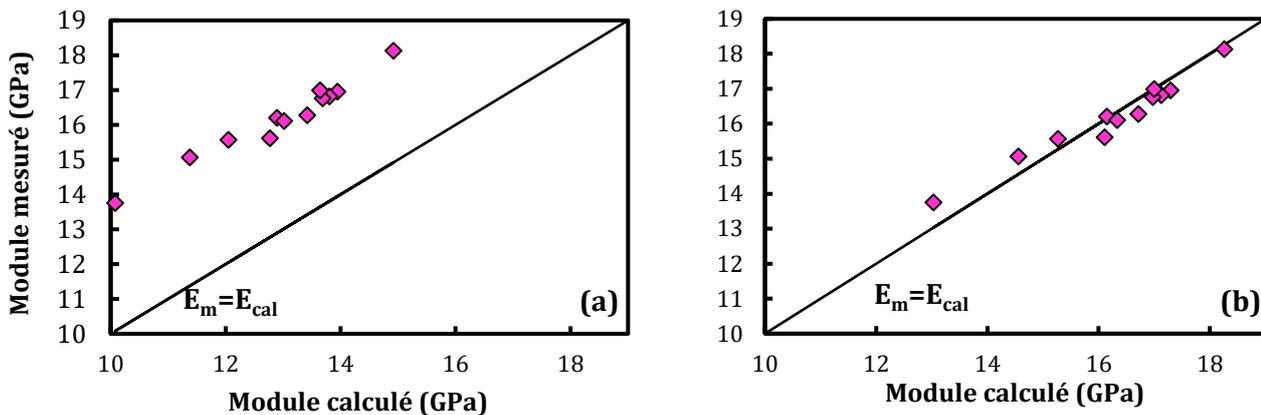


Figure 4.25. Relation entre le Module d'Young mesuré et calculé suivant (a) l'Eurocode 2 et (b) le modèle de Ke [122]

Enfin, pour conclure cette partie, nous proposons de départager les formulations étudiées grâce à un ratio permettant de quantifier le compromis entre les propriétés thermiques et structurelles recherchées. A la fin du chapitre précédent (Bilan 0), ce ratio est simplement pris comme le rapport entre la résistance à la compression et la conductivité thermique des mortiers. Ici, nous proposons d'évaluer le compromis par le biais de deux indicateurs : un compromis entre la conductivité thermique et la résistance à la compression d'une part, et la rigidité à travers le module de Young d'autre part, tout en prenant en compte la masse volumique sèche du béton. Ces ratios sont définis respectivement par $C_1 = \frac{f_{c,m}}{\lambda_s \times d_s}$ et $C_2 = \frac{E_{c,m}}{\lambda_s \times d_s}$ et sont illustrés sur les Figure 4.26 et Figure 4.27. Les performances réalisées diffèrent suivant la propriété mécanique que nous relierons à la conductivité thermique. Pour la résistance, une seule formulation uniquement se démarque par un ratio C_1 plus grand que celui de la référence pour la famille des BISAP- L_{CF} . Les ratios plus faibles sont principalement dus aux regains en conductivité thermique accompagnés d'une réduction continue de la résistance à la compression. Pour la famille BISAP- L_C , le ratio C_1 est amélioré pour toutes les formules à l'exception des deux points où des regains de conductivité thermique ont été enregistrés. Quant à la rigidité, les ratios C_2 des BISAP à cénoosphères sont tous sensiblement améliorés. Concernant les formules où des regains de conductivité thermique sont observés, on retrouve une performance équivalente à celles des bétons de référence.

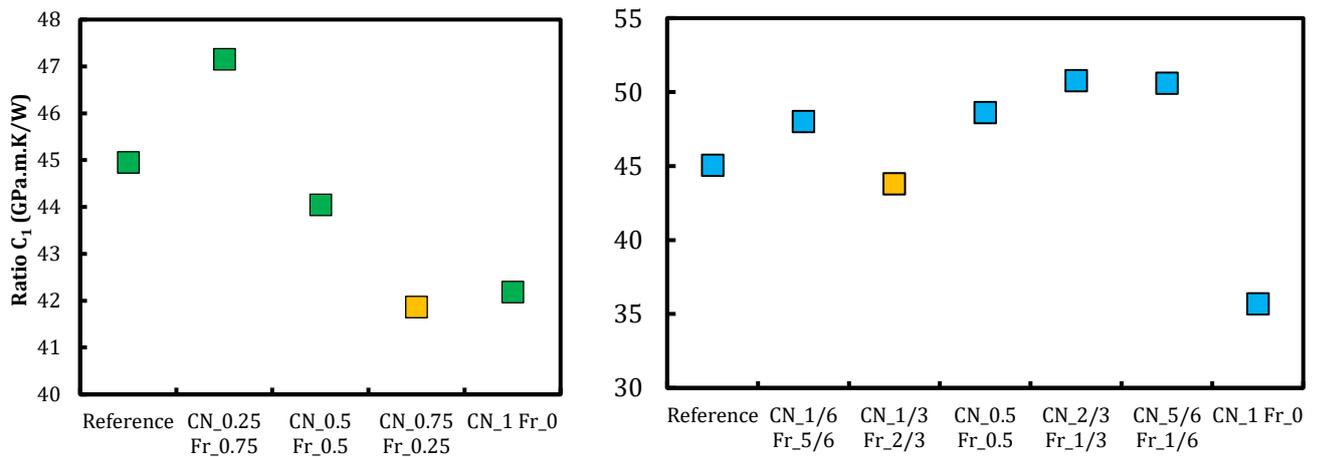


Figure 4.26. Ratio C_1 Résistance à la compression/(conductivité*densité) des BISAP- L_{CF} (gauche) et - L_C (droite)

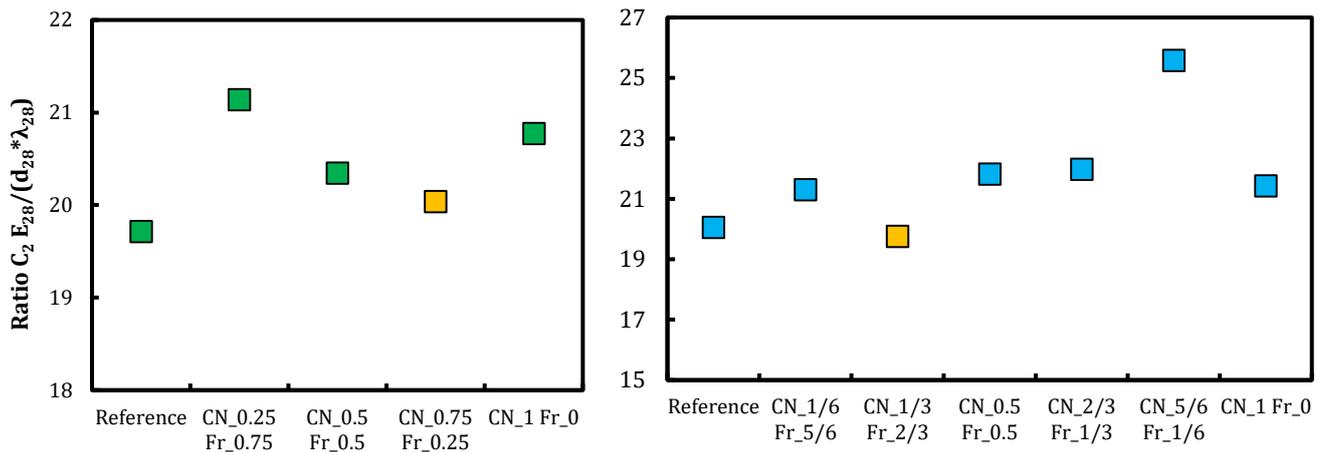


Figure 4.27. Ratios C_2 Module de Young/(conductivité*densité) des BISAP-LcF (gauche) et -Lc (droite)

4.4. Bilan

Dans ce chapitre, des bétons isolants structuraux autoplaçants (BISAP) dont le filler excédentaire a été progressivement remplacé par des cénoosphères ont été caractérisés. De manière générale, les critères d'autoplacement et de stabilité sont remplis lors de l'utilisation des cénoosphères sauf lorsque l'on passe à un système binaire ciment-cénoosphères avec un dosage important de ces dernières. Dans ces cas-là, un ajustement de la quantité d'eau mise en œuvre semble nécessaire. Une analyse du comportement rhéologique des systèmes ternaire (ciment-filler-cénoosphères) et binaire (ciment-cénoosphères) ainsi que de la demande en eau et en superplastifiant du liant en présence de cénoosphères pourraient aider à définir les domaines de formulation favorables en termes de maniabilité. Plus que par un simple contrôle visuel, une caractérisation plus précise de la sensibilité des BISAP incorporant des cénoosphères à la ségrégation serait également très intéressante.

L'évolution des propriétés mécaniques (résistance à la compression et module d'élasticité) en fonction du dosage en cénoosphères, à tous autres paramètres de formulation constants, est étudiée. La perte en rigidité des bétons est deux à quatre fois moins importante que celle enregistrée pour la résistance à la compression. Cette dernière est affectée de manière plus significative par la présence des cénoosphères du fait de l'altération de la compacité du mélange d'un côté (substitution d'éléments plus fins (le filler calcaire) par d'autres plus grossiers (les cénoosphères)) et de l'introduction de zones de faiblesse comme nous l'avons vu à travers des observations MEB au chapitre précédent. Cette « évolution » de la résistance n'est cependant pas linéaire avec le taux de substitution de cénoosphères et ce n'est qu'à partir d'un certain seuil, où le couple eau-cénoosphères ne semble pas adapté (appuyé par les mesures d'étalement) où celle-ci chute drastiquement. Vis-à-vis du cahier des charges, l'intervalle de variation de ces propriétés reste néanmoins très intéressant et les bétons formulés répondent dans leur quasi-totalité au cahier des charge défini. Le seul manquement à la règle est enregistré pour la formule où une substitution totale du filler est effectuée, avec une résistance moyenne de 22 MPa et un module de 13.75 GPa.

L'évolution de la conductivité thermique des BISAP est plus délicate à interpréter. Dans certains cas, la conductivité thermique augmente d'une formule à une autre alors même que l'on continue à alléger la matrice en introduisant des éléments plus légers et dont la conductivité thermique est significativement plus basse que celle des éléments substitués. Les

valeurs de porosité accessible à l'eau ou de densité sèche à elles seules ne sont pas en mesure d'expliquer les tendances obtenues. Nous nous appuyons par la suite sur une résolution numérique d'un modèle de calcul de la conductivité thermique pour une meilleure compréhension des résultats obtenus. Le calcul de la conductivité thermique sur plusieurs échelles de la pâte au béton pourrait permettre de déceler l'origine des écarts et tendances obtenus ainsi que la dispersion des résultats autour de la moyenne. D'une manière générale, l'utilisation des cénosphères permet de réduire davantage la conductivité thermique des BISAP. La valeur enregistrée la plus basse est de 0.44 W/m.K contre 0.62 W/m.K pour le béton de référence. Un autre point délicat est la difficulté de corrélérer la conductivité thermique aux autres propriétés à l'état durci qui nous intéressent.

Lorsque les données sont concentrées sur des intervalles de faible étendue, la conductivité thermique ne semble pas être corrélée à la densité sèche du béton, même si la tendance globale, qui est l'évolution dans le même sens des deux paramètres, est retrouvée. La distribution du réseau poreux au sein des granulats légers et de la matrice joue un grand rôle pour expliquer ces écarts. Il semble également difficile de proposer une corrélation entre la conductivité thermique et les propriétés mécaniques. En revanche, la résistance à la compression présente une assez bonne corrélation avec la densité sèche du béton. Une confrontation de la corrélation obtenue sur les BISAP de cette étude à celles disponibles dans la littérature a été effectuée. Globalement, on retrouve la même forme d'équation. Un point intéressant et encourageant vis-à-vis de la formulation des BISAP est tout de même à noter : en comparant aux données disponibles dans la littérature, on arrive à « translater » le nuage des résistances vers une gamme de densité plus faible par l'utilisation de BISAP à cénosphères.

Enfin, les calculs des ratios de compromis des propriétés mécaniques et de la conductivité thermique montrent qu'il est tout à fait possible, grâce aux cénosphères de cendres volantes, d'arriver à des compromis de performances plus élevés que ceux d'un béton au squelette granulaire léger classique.

5. CALCUL DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE DES BETONS PAR MODELISATION NUMERIQUE

Les méthodes d'homogénéisation sont généralement utilisées pour connaître le comportement d'un milieu hétérogène sous une sollicitation donnée, ou identifier certaines de ses propriétés qui sont difficiles d'accès d'un point de vue de caractérisation expérimentale. Ces méthodes permettent de décrire le comportement global du milieu à travers ceux des hétérogénéités qui le composent. On distingue les méthodes explicites d'homogénéisation, basées sur des représentations très simplifiées de la microstructure et conduisant à des résolutions analytiques des problèmes cellulaires, et des méthodes d'homogénéisation par modélisation numérique qui permettent une représentation plus fine et complète de la microstructure, mais qui nécessitent une résolution numérique des problèmes cellulaires [124]. Ces dernières permettent une meilleure prédiction du comportement et une meilleure localisation des champs physiques. La définition de plusieurs échelles est souvent nécessaire pour pouvoir correctement relier les propriétés microscopiques à celles macroscopiques. Dans le cas du béton, il est possible d'en distinguer trois principales associées à la taille des inclusions : la pâte cimentaire avec la distribution d'hydrates et de porosité ; le mortier, où les grains de sable sont noyés dans la pâte cimentaire ; et le béton, avec les gravillons comme inclusions. Ainsi, pour chaque échelle, les modèles d'homogénéisation permettent de rendre une bonne approximation des propriétés effectives à partir des propriétés et de la distribution des phases composant le matériau. Dans le cas des phénomènes de transfert de chaleur en conduction, le comportement homogénéisé recherché est la distribution du flux de chaleur et la conductivité thermique effective qui y conduit.

Le choix des échelles est intimement lié à la définition du volume du matériau choisi pour le calcul. Il est généralement appelé Volume Élémentaire Représentatif (VER). Il doit être suffisamment grand pour pouvoir représenter le matériau et ses propriétés, et suffisamment petit pour que la grandeur définie conserve un caractère local et représente bien les spécificités de sa microstructure. Lorsque les propriétés locales qui y sont définies sont indépendantes de la position de celui-ci au sein de l'échantillon, le milieu est dit homogène à une échelle macroscopique [6].

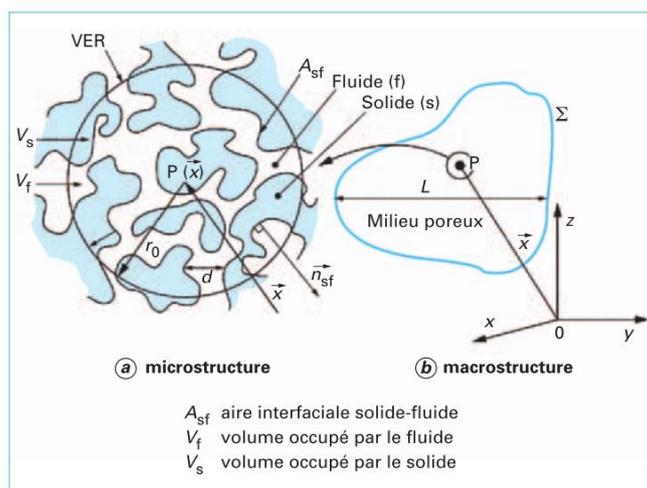


Figure 5.1. Volume élémentaire représentatif de prise de moyenne [6]

Dans le chapitre précédent, nous avons vu que l'interprétation de l'évolution de la conductivité thermique effective du béton était parfois délicate et ne correspondait pas à la tendance à laquelle on aurait pu s'attendre. Afin de mieux comprendre ce phénomène, nous proposons de calculer numériquement la conductivité thermique effective aux différentes échelles, allant de la pâte cimentaire au béton.

5.1. Détermination de la conductivité thermique effective

5.1.1. Définition

La description macroscopique des équations microscopiques s'effectue par une moyenne volumique sur le volume du VER :

Équation 5.1

$$\langle \cdot \rangle_{VER} = \frac{1}{V} \int_V \blacksquare dV$$

On obtient un comportement isotrope où la conductivité thermique *effective* relie la moyenne de la densité du flux thermique à la moyenne du gradient thermique dans le VER :

Équation 5.2

$$\langle \vec{\varphi} \rangle_{VER} = -\lambda^* \langle \nabla T \rangle_{VER}$$

Pour caractériser λ^* , il est nécessaire de connaître les conductivités thermiques respectives des phases constituant le VER, la fraction volumique des phases, la porosité et la distribution de la matrice solide. Elle est d'autant plus difficile à estimer que la géométrie du domaine est complexe, et que les conductivités thermiques des différents constituants sont différentes.

En l'absence de sources de chaleur internes, le transfert de chaleur à l'échelle microscopique à travers chaque constituant du VER est décrit par l'équation générale de transfert de la chaleur, à laquelle il convient de rajouter les conditions initiales (

Équation 5.4) et les conditions aux limites aux surfaces délimitant le VER :

Équation 5.3

$$\lambda^* \nabla^2 T = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t}$$

Équation 5.4

$$\forall x \in V, T(x, 0) = T_0(x)$$

où λ , ρ et C_p représentent respectivement la conductivité thermique [W/m.K], la masse volumique [kg/m³] et la chaleur spécifique à pression constante [J/kg.K].

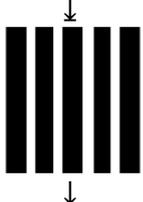
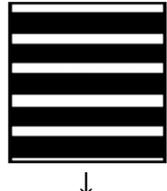
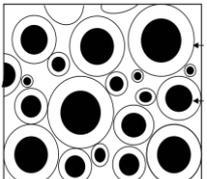
Les conditions aux limites peuvent être de type Dirichlet (température imposée sur les bords du VER) ou Neumann (condition de flux imposé).

Dans le cas où l'on ne considère que le transfert conductif, ce qui est le cas dans notre étude (Cf Chapitre 1, Section 1.2), l'évaluation de la conductivité thermique effective repose sur l'établissement de modèles permettant d'identifier au mieux la structure géométrique du milieu poreux. La résolution du problème se fait ensuite soit de manière théorique rigoureuse, par calcul numérique ou par des modèles analytiques et empiriques basés en grande partie sur des hypothèses simplificatrices.

5.1.2. Modèles analytiques et empiriques

La simplification de la géométrie du milieu poreux permet d'exprimer de manière explicite λ^* en fonction des conductivités thermiques des phases, de la porosité ainsi que de leur distribution dans la matrice. En général, les modèles utilisés sont basés sur le comportement physique des matériaux (conductivité électrique, perméabilité et propriétés mécaniques). Le principe mathématique de base pour la formulation du problème est le même malgré les différences entre ces caractéristiques (sauf dans le cas de prise en compte de la percolation). Mottram et Taylor [125], repris par Boudenna dans sa synthèse bibliographique [126], donnent une classification des modèles de prévision de la conductivité thermique effective pour des matériaux composites solides biphasiques constitués d'inclusions dispersées dans une matrice. Ces derniers les classent en modèles du 1^{er}, 2^{ème}, 3^{ème} et 4^{ème} ordre selon la prise en compte de la géométrie des inclusions. Quelques modèles classiques sont présentés dans le Tableau 5.1. Les conductivités thermiques de la matrice et des inclusions sont respectivement λ_1 et λ_2 ; ε représente la fraction volumique des inclusions. Les modèles du premier ordre sont les approximations de Voigt et Reuss classiquement connues. Ces dernières résultent de l'analogie électrique pour un système en série ou parallèle. Bien que les approximations soient grossières, ces deux bornes permettent d'obtenir un encadrement de λ^* et de cerner son ordre de grandeur lorsque les conductivités respectives des phases sont connues. Les modèles de 2nd ordre introduisent un facteur de forme relatif à la géométrie des inclusions et prennent en compte la perturbation entre les différentes phases. On cite notamment les travaux pionniers de Maxwell (1873) [127] et Rayleigh (1892) [128] sur les transferts macroscopiques en milieu hétérogène. L'approche de Maxwell considère les inclusions comme des sphères diluées dans le volume, en contact parfait avec la matrice environnante. Rayleigh a généralisé cette approche en considérant une interaction mutuelle entre les éléments voisins. Nous pouvons également citer les modèles de Hashin-Shtrikman [129], de Mori Tanaka [130] et l'estimation auto-cohérente généralisée [131], [132]. Ces modèles sont généralisables à des matériaux multiphasiques. Les modèles de 3^{ème} et 4^{ème} ordre, en plus des considérations mentionnées plus haut, rajoutent un terme lié à des fonctions statistiques de répartition des inclusions dans la matrice [126], [133].

Tableau 5.1. Modèles analytiques de calcul de la conductivité thermique effective

Modèle	Expression de λ^*	Représentation
Parallèle (Borne supérieure de Reuss)	$\lambda^* = \lambda_1(1 - \varepsilon) + \lambda_2\varepsilon$	Milieu constitué de strates de phases parallèles au flux thermique 
Série (Borne inférieure de Voigt)	$\lambda^* = \left(\frac{1 - \varepsilon}{\lambda_1} + \frac{\varepsilon}{\lambda_2} \right)^{-1}$	Milieu constitué de strates de phases perpendiculaires au flux thermique 
Maxwell	$\lambda^* = \lambda_1 \frac{2\lambda_1 + \lambda_2 - 2\varepsilon(\lambda_1 - \lambda_2)}{2\lambda_1 + \lambda_2 + \varepsilon(\lambda_1 - \lambda_2)}$	Milieu constitué de sphères dispersées dans une phase fluide continue. Pas d'influence entre particules
Rayleigh	$\lambda^* = \lambda_1 \left(1 - \frac{3\varepsilon}{\left(2 + \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \right) \left(1 + \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \right) + \varepsilon - 0.52 \frac{10}{3} \left(1 - \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \right) \left(\frac{4}{3} + \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \right)} \right)$	Prise en compte de l'interaction mutuelle entre les éléments voisins de la phase dispersée
Hashin-Shtrikman	$\frac{\lambda^*}{\lambda_1} = \frac{1 + (d - 1)\varepsilon\beta}{1 - \varepsilon\beta}$ $\beta = \frac{\lambda_2 - \lambda_1}{\lambda_2 - (d - 1)\lambda_1}$ <p> d : paramètre représentant la dimension du système et la forme des inclusions $\varepsilon = \frac{r_2^3}{r_1^3}$ </p>	Les inclusions sont générées de manière non aléatoire : des sphères de conductivité λ_2 et de rayon r_1 entourées de coquilles de conductivité λ_1 et de rayon r_1 avec : $\lambda_2 > \lambda_1$ 

5.1.3. Modèles numériques de microstructure des matériaux cimentaires

Lorsqu'il est question d'approcher la conductivité thermique effective, aucun des modèles cités précédemment n'est véritablement complet car tous reposent sur certaines hypothèses fortes. En particulier, celles du contact parfait entre les phases et la distribution, taille et forme des grains supposés dans les modèles [126]. C'est particulièrement le cas pour les matériaux cimentaires, où l'on retrouve des facteurs de forme et une distribution des granulats aussi bien que des phases d'hydrates très différents et de distribution spatiale aléatoire. On retrouve d'ailleurs dans certaines études un fort impact de l'orientation et le facteur de forme des granulats sur la valeur de conductivité thermique effective [134].

Les méthodes de modélisation numérique peuvent être basées sur des générations périodiques de la microstructure, où est supposée la périodicité du milieu hétérogène [135], ou des générations aléatoires de la microstructure (Figure 5.2).

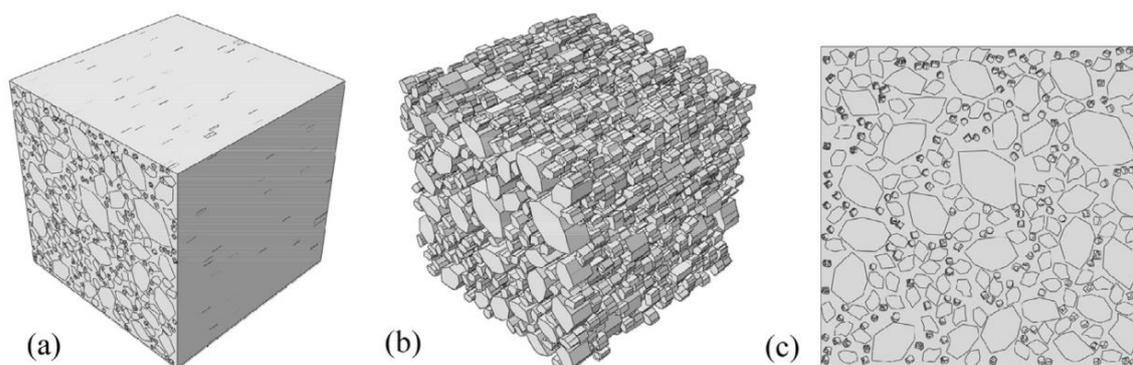


Figure 5.2. Illustration d'une génération aléatoire de (a)-microstructure de béton bitumineux (b)- des granulats (c)- d'une section 2D [134]

Ces dernières peuvent être obtenues soit à partir de représentations théoriques de la microstructure, ou grâce à des représentations 3D de la microstructure recrées à partir de techniques d'imagerie avancée (micro-tomographie aux rayons X, MEB, etc). En particulier, la technique de micro-tomographie aux rayons X permet la visualisation tridimensionnelle d'un objet de façon non destructive. La visualisation est obtenue à travers une reconstruction de la structure à partir de projections 2D. Cette technique a l'avantage de pouvoir caractériser les inclusions de toute forme et d'étudier la disposition en volume des phases et des hétérogénéités, mais présente certaines limitations quant à la résolution obtenue (au mieux quelques millimètres) et un post-traitement délicat. On retrouve plusieurs travaux de prévision de la conductivité thermique effective des matériaux cimentaires basés sur une reconstruction de microstructure par micro-tomographie à rayons X et la résolution de l'équation de la chaleur. Wei et al [136] ont utilisé cette technique pour reconstruire la distribution spatiale du réseau poral d'un béton cellulaire. Couplée à des fonctions probabilistes pour la génération spatiale de la distribution de microstructure, Chung et al [137] l'ont utilisée pour étudier les différentes distribution des vides de pâtes cimentaires isolantes à base de billes de verre. Les limitations dues à la résolution et le post-traitement de la technique conduisent souvent à considérer l'échantillon comme un matériau biphasique, en négligeant les hétérogénéités au sein de la pâte (Figure 5.3). Wu et al [138] ont considéré

une distribution triphasique de la pâte de ciment par reconstruction, composée de produits hydratés (84 %), non hydratés (2 %) et de micropores saturés en eau (14 %). Ces représentations sont assez grossières et ne rendent pas correctement la complexité de la microstructure d'une pâte cimentaire.

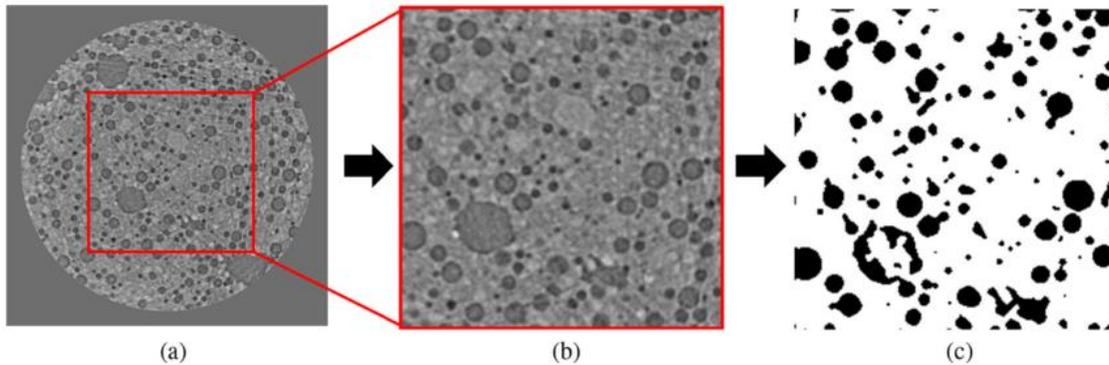


Figure 5.3. Génération de microstructure par scan de micro-tomographie. (a) Image 8 bit initiale (b) sélection du VER (c) binarisation de l'image (noir : vides ; blanc : matrice solide) [137]

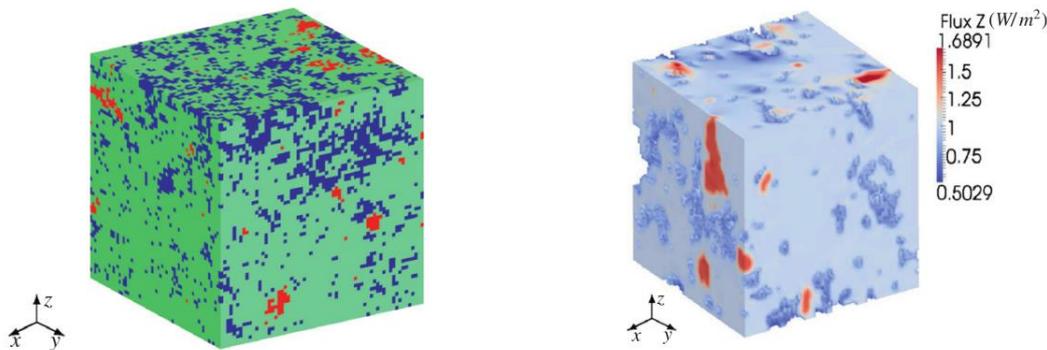
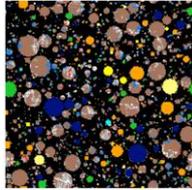
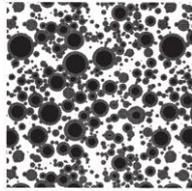
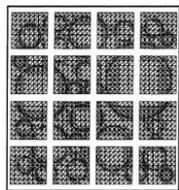
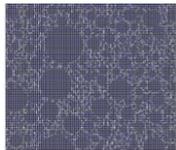


Figure 5.4. Reconstruction d'un scan par micro tomographie d'une pâte de ciment hydratée sur un échantillon de $(64\mu\text{m})^3$ (gauche), distribution des flux de chaleur dans l'échantillon [138]

Les modèles permettant de simuler de manière réaliste la structure composite complexe du béton ont été initialement introduits sous l'appellation de *Béton Numérique* par Roelfstra [139]. Ces derniers permettent de décrire la géométrie des inclusions par des lois morphologiques et de faire varier de manière systématique les paramètres de formulation clés du béton. En général, l'étude des propriétés physiques des microstructures créées se fait par une analyse éléments finis. Une brève description de quelques modèles de Bétons Numériques que l'on retrouve dans la littérature est donnée dans le Tableau 5.2. Toutefois, malgré l'intérêt que ces techniques semblent présenter, leur utilisation pour le calcul de la conductivité thermique effective est faible.

Tableau 5.2. Présentation de quelques modèles numériques pour les matériaux cimentaires

Modèle	Description	Illustration	Références
VCCTL (NIST)	<ul style="list-style-type: none"> - Basé sur le code d'hydratation des pâtes cimentaires CEMHYD3D (NIST). Possibilité de prise en compte des additions minérales. - Représentation aléatoire des inclusions par des images digitales. - Bibliothèque de granulats courants avec des facteurs de forme réalistes reproduits d'observations par microtomographie à rayons X. - Différentiation des inclusions et matrice par des regroupements de pixels. - Prise en compte de l'interface pâte-granulat - Possibilité d'exporter les microstructures 3D vers des codes éléments finis. - Prise en compte des phénomènes de percolation en 3D. - Applications : diffusivité des pâtes cimentaires pendant la maturation, simulation de la cinétique d'hydratation, propriétés élastiques et mécaniques des pâtes. 		<p>Bentz, 2000 [140]</p> <p>Bullard, 2014 [141]</p> <p>Valentini et al, 2014 [142]</p> <p>Bentz et Conway, 2001 [143]</p> <p>Garbotzi et Bentz, 1999 [144]</p> <p>Garbotzi et Bentz, 1998 [145]</p>
SPACE (TU Delft)	<ul style="list-style-type: none"> - Génération aléatoire des granulats (inclusions sphériques) - Inclusions affectées de coordonnées dynamiques - Définition de la compacité optimale des inclusions - Prise en compte des auréoles de transition (ITZ) par un maillage triangulaire très fin - Applications : calcul de l'endommagement des bétons selon le modèle de Mazars, simulation de l'hydratation des pâtes cimentaires. 		<p>Stroeven, 1999 [146]</p> <p>Stroeven et Stroeven, 1999 [147]</p> <p>Stroeven et al, 2001 [148]</p>
EPFL	<ul style="list-style-type: none"> - Génération aléatoire de la granulométrie (inclusions sphériques) - Résolution itérative sur le VER en travaillant sur des sous-domaines - Applications : comportement élastique et viscoélastique des bétons 		<p>Huet, 1999 [149]</p>
Béton numérique (CSTB)	<ul style="list-style-type: none"> - Modèle implémenté dans le code de calcul EF SYMPHONIE - Génération aléatoire de la distribution des granulats et pores - Affectation incrémentale des caractéristiques du squelette (matrice, inclusions 1, inclusions 2...) - Applications : caractérisation du comportement thermo-hygro-mécanique équivalent des matériaux cimentaires, analyse des champs locaux de déformation et contraintes, couplage au modèle d'endommagement MODEV dans SYMPHONIE 		<p>Grondin, 2005 [124]</p> <p>Mounajed, 2002 [150]</p> <p>Mounajed et al, 2006[151]</p> <p>Mohaine et al, 2016[152]</p>

Les modèles Bétons Numériques sont en effet souvent utilisés pour étudier les comportements mécaniques ou certains indicateurs de durabilité des matériaux cimentaires. Dans ce travail, un calcul de la conductivité thermique effective et l'analyse des propriétés thermiques des bétons avec cénosphères ont été réalisés en exploitant un VER numérique. L'utilisation d'un modèle Béton Numérique nous est nécessaire pour prédire le plus précisément possible la conductivité thermique des différentes pâtes cimentaires et remonter à celle de leurs bétons respectifs.

5.2. Présentation de la démarche de la résolution numérique

5.2.1. Définition des échelles

Comme cela a été mentionné précédemment, il est possible de distinguer trois échelles différentes à travers la taille des inclusions : la pâte cimentaire, le mortier et le béton. Ici, une échelle supplémentaire a été ajoutée entre la pâte et le mortier pour introduire les cénosphères (Figure 5.5) pour deux raisons. En effet, celles-ci ne peuvent être incorporées ni à l'échelle du mortier ni à celle de la pâte, au vu d'une incompatibilité des tailles d'inclusions et donc de la définition de la dimension du VER. De plus, cela permet suivre l'évolution de la conductivité thermique effective des pâtes cimentaires « classiques » (ciment-filler-eau) indépendamment de la contribution apportée par les cénosphères. A toutes les échelles, la dimension du VER est prise égale à trois fois la taille de la plus grosse inclusion, et la taille d'un élément correspond au tiers de celle de la plus petite inclusion. La pertinence de ce choix a été abordée en effectuant une étude de sensibilité de la conductivité thermique effective à la taille du VER sur une pâte de ciment. Les matériaux utilisés dans cette partie sont ceux du chapitre précédent, utilisés pour la confection des deux familles de BISAP. Les plages de variation des granulométries des différentes inclusions sont récapitulées dans le Tableau 5.3. Les granulats légers d'argile expansée présentent une granulométrie très étalée (2/14 mm), ce qui rend la génération des inclusions dans un VER unique difficile numériquement. Pour des fins de modélisation, ceux-ci sont donc scindés en deux fractions granulaires entre le mortier et le béton, comme présenté dans le Tableau 5.3. La granulométrie du filler est tronquée au d_{90} de celui-ci. A titre indicatif, les granulométries détaillées des différents composants ainsi que la sensibilité à la taille du VER sont données dans l'Annexe A.

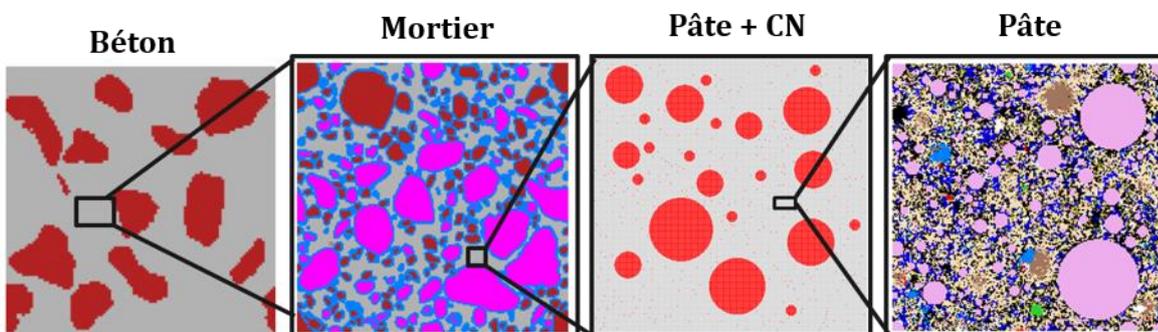


Figure 5.5. Echelles utilisées pour le calcul de la conductivité thermique effective λ^* . De droite à gauche : Echelle 1 : pâte (hydrates), Echelle 2 : pâte+ cénosphères, Echelle 3 : mortier, Echelle 4 : béton

Tableau 5.3. Plage de variation de la granulométrie des inclusions aux différentes échelles

Echelle	Matériau	D_{\min}	D_{\max}
Pâte	Ciment CEM I	0.03 μm	53 μm
	Filler calcaire	1 μm	65 μm
Pâte intermédiaire	Cénosphères CN125	2.5 μm	118.5 μm
Mortier	Sable 0/4	0.25 mm	5.6 mm
	Granulats légers 2/5	0.6 mm	5 mm
Béton	Granulats légers 5/14	5.6 mm	16 mm

5.2.2. Génération des microstructures

5.2.2.1. Pâtes de ciment hydratées

La génération de la microstructure d'une pâte de ciment hydratée est faite en deux étapes : la création du mélange puis son hydratation. Des microstructures de pâtes de ciment de taille 200 μm x 200 μm x 200 μm discrétisées par des voxels de taille 1 μm^3 sont générées en utilisant le code VCCTL [140]. La composition élémentaire du ciment (fournie par le cimentier), la granulométrie du ciment et filler (déterminées par granulométrie laser) ainsi que les paramètres de formulation sont fournis comme paramètres d'entrée. Ces derniers sont regroupés dans le Tableau 5.4 pour la famille BISAP- L_{CF} et dans le Tableau 5.5 pour la famille BISAP- L_C . La forme des grains de clinker est définie sur VCCTL par des harmoniques sphériques, et leur distribution spatiale est décrite par des fonctions d'autocorrélation permettant de produire des particules de clinker multiphasiques ayant des distributions de taille et de forme réalistes [142], [153], [154]. L'hydratation est ensuite modélisée par un set de règles probabilistes permettant de simuler les cycles de dissolution, diffusion et précipitation des hydrates présents dans le mélange. Le calcul itératif du dégagement de chaleur est basé sur l'enthalpie de dissolution et précipitation de chaque phase. L'évolution temporelle de la courbe de flux de chaleur prédite est calibrée en utilisant des courbes d'évolution de flux de chaleur obtenues expérimentalement par calorimétrie isotherme. Dans notre étude, deux essais de calorimétrie isotherme correspondant à chacun des ratios E/C des deux familles ont été effectués. Les essais ont été prolongés jusqu'à 28 jours pour assurer une plus fine calibration. Les courbes obtenues sont données à titre indicatif dans l'Annexe A. La microstructure obtenue est représentée en 3D, où à chaque voxel est assigné un indice correspondant à une phase donnée de la pâte de ciment hydratée.

Tableau 5.4. Paramètres d'entrée des pâtes de ciment de la famille BISAP- L_{CF}

	Référence	CN _{0.25} Fr _{0.75}	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN _{0.75} Fr _{0.25}	CN ₁ Fr ₀
$\frac{V_F}{V_C + V_F}$	0.444	0.42	0.393	0.364	0.332
$\frac{E}{C}$ (massique)	0.51				
$\frac{E}{C+F}$ (massique)	0.299	0.311	0.3245	0.339	0.354

Tableau 5.5. Paramètres d'entrée des pâtes de ciment de la famille BISAP-Lc

	Référence	CN _{1/6} Fr _{5/6}	CN _{1/3} Fr _{2/3}	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN _{2/3} Fr _{1/3}	CN _{5/6} Fr _{1/6}	CN ₁ Fr ₀
$\frac{V_F}{V_C + V_F}$	0.385	0.342	0.294	0.238	0.172	0.094	0
$\frac{E}{C}$ (massique)	0.46						
$\frac{E}{C+F}$ (massique)	0.3	0.32	0.34	0.36	0.39	0.42	0.46

5.2.2.2. Pâtes avec cénoosphères

Pour cette échelle, la génération aléatoire d'une distribution de particules sphériques (les cénoosphères) dans un VER est directement codée sous CAST3M. La distribution granulométrique des cénoosphères est réduite à dix classes granulaires moyennes pour alléger les temps de calcul. Pour chaque formule, plusieurs générations aléatoires sont effectuées afin de moyenniser les calculs sur plusieurs sections. Les fractions volumiques des cénoosphères par rapport au volume de pâte totale sont données dans le Tableau 5.6 pour la famille BISAP-L_{CF} et dans le Tableau 5.7 pour la famille BISAP-L_C.

Tableau 5.6. Fractions volumiques des cénoosphères de la famille BISAP-L_{CF}

	CN _{0.25} Fr _{0.75}	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN _{0.75} Fr _{0.25}	CN ₁ Fr ₀
V_{CN}/V_{P_total}	0.02	0.05	0.07	0.09

Tableau 5.7. Fractions volumiques des cénoosphères de la famille BISAP-L_C

	CN _{1/6} Fr _{5/6}	CN _{1/3} Fr _{2/3}	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN _{2/3} Fr _{1/3}	CN _{5/6} Fr _{1/6}	CN ₁ Fr ₀
V_{CN}/V_{P_total}	0.03	0.07	0.10	0.14	0.17	0.20

5.2.2.3. Mortier et béton

Pour ces deux échelles, le code VCCTL est utilisé pour simuler la distribution aléatoire des granulats dans chacune des matrices. Ce dernier dispose d'une bibliothèque de granulats de facteur de forme et de taille réalistes. La construction de ces familles de granulats est faite à partir d'une reconstruction 3D par micro-tomographie à rayons X et, comme pour les grains de clinker, leurs facteurs de forme sont décrits par des harmoniques sphériques [155]. Pour les simulations, nous avons choisi dans la bibliothèque la famille dont la distribution se rapproche le plus visuellement de celle obtenue expérimentalement (Figure 5.6). Comme les deux familles de BISAP disposent d'un même squelette granulaire, les microstructures des mortiers et bétons des douze formules sont donc décrites par une même fraction de granulats par rapport à chacune des deux échelles (Tableau 5.8). Lors de la génération des microstructures, le code VCCTL définit automatiquement des auréoles de transition autour des granulats. Celles-ci n'ont pas été considérées dans notre étude par indisponibilité des données et nous leur attribuons les mêmes propriétés que celles de la matrice.

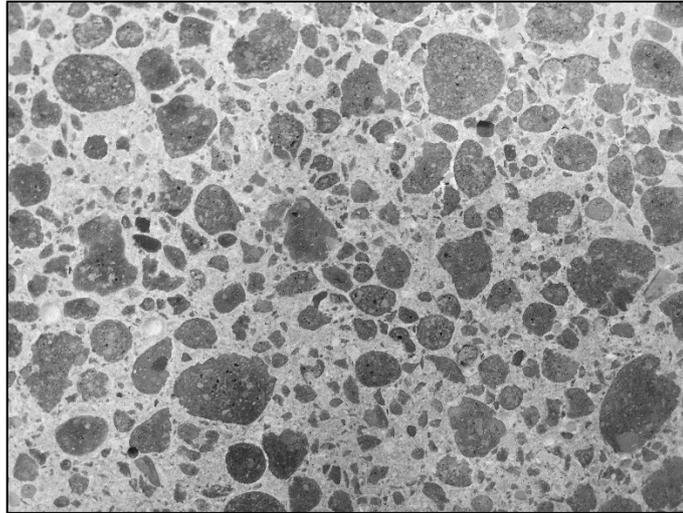


Figure 5.6. Illustration du facteur de forme des granulats et de leur distribution au sein du béton

Tableau 5.8 . Fractions volumiques des granulats aux échelles béton et mortier des BISAP

	Echelle mortier		Echelle béton
Inclusions	Sable 0/4	G. Légers 2/5	G. Légers 5/14
Fraction volumique	0.12	0.33	0.27

5.2.3. Attribution de propriétés thermiques

Si la finesse de la reconstitution des différentes phases composant une pâte cimentaire hydratée est recherchée pour une meilleure description de la microstructure, c'est aussi l'une des principales difficultés lorsqu'il s'agit d'attribuer à chaque phase ses propriétés physiques et thermiques. Afin de résoudre l'équation de la chaleur, trois propriétés sont nécessaires pour chaque phase : la masse volumique, la conductivité thermique et la chaleur spécifique. Les données ne sont pas toujours disponibles dans la littérature, en particulier pour la conductivité thermique. Dans certains cas, il est nécessaire d'attribuer à certaines phases la conductivité thermique du minéral le plus proche morphologiquement. Nous avons recensé les conductivités thermiques à 20 °C des différentes phases constituant la pâte cimentaire à partir de travaux disponibles dans la littérature. L'hypothèse est que la conductivité thermique de chaque phase ne varie pas -ou trop peu, comme cela a été abordé au premier chapitre, section 1.4.3 - dans l'intervalle de température dans lequel une différence de température (15 °C - 25 °C) est imposée. La masse volumique est également considérée constante pour chaque phase. Pour la chaleur spécifique, on retrouve son expression en fonction de la température comme suit :

Équation 5.5

$$C_p = a + b \times T + \frac{c}{T^2} \text{ [J/kg.K]}$$

où a , b et c sont des paramètres du matériau.

Concernant la porosité, la distinction est faite entre la porosité du gel et la porosité capillaire. A la première sont affectées les propriétés physiques et thermiques de l'eau à 20 °C, et à la seconde les propriétés de l'air sec à 20 °C. Cette dernière considération est adoptée pour se rapprocher le plus possible d'une conductivité thermique effective *sèche* de la pâte cimentaire hydratée.

Les propriétés physiques et thermiques des cénosphères et des granulats d'argile expansés sont tirées des fiches techniques des matériaux. Seule la conductivité thermique du sable est ajustée pour que le modèle théorique reproduise au mieux la conductivité thermique de la formule de référence de la famille BISAP- L_{CF} . Nous avons choisi de calibrer la conductivité d'une phase constante pour toutes les formules, pour ne pas avoir de répercussions sur l'évolution de la conductivité thermique d'une formule à l'autre. Les propriétés des différents matériaux et phases sont données en détail dans l'Annexe A.

Compte tenu de la disponibilité des données de conductivité à 20 °C, les mesures expérimentales de conductivité thermiques des BISAP ont également été effectuées à 20 °C, suivant le même protocole expérimental décrit au Chapitre 3 (Section 3.2.4) Ici aussi, une différence de 10 °C est prise entre les plaques chaude et froide.

5.2.4. Estimation de la conductivité thermique par analyse inverse

La méthode d'analyse inverse consiste à déterminer les paramètres d'un système à partir de la connaissance de la sortie (signal de réponse à une sollicitation en entrée), de l'état courant et de l'entrée [15]. Dans notre cas, on détermine la valeur de la conductivité thermique effective d'un matériau *homogène* qui permettrait de reproduire la même courbe d'évolution du flux au cœur du VER que celle d'un matériau *hétérogène*, dans lequel chaque phase est affectée à une conductivité thermique propre.

Le problème est basé sur la résolution numérique de l'Équation 5.3. Comme condition initiale, une température de 20°C est imposée dans le VER. La première étape est la définition de la sollicitation d'entrée, à savoir le flux thermique. Afin de se rapprocher le plus possible du dispositif expérimental de mesure de conductivité thermique (la méthode fluxmétrique), nous avons imposé le même gradient de température pour obtenir une température moyenne au cœur du matériau de 20 °C. De part et d'autre, une température froide de 15 °C et une température chaude de 25 °C sont imposées (Figure 5.7). Des conditions de flux nul sont appliquées sur les faces supérieure et inférieure du VER pour simuler un transfert de conduction en 1D. Comme sollicitation d'entrée pour le modèle inverse, nous avons choisi la moyenne du flux de chaleur sur les éléments de la côte centrale du VER, parallèle au gradient de température (Figure 5.7).

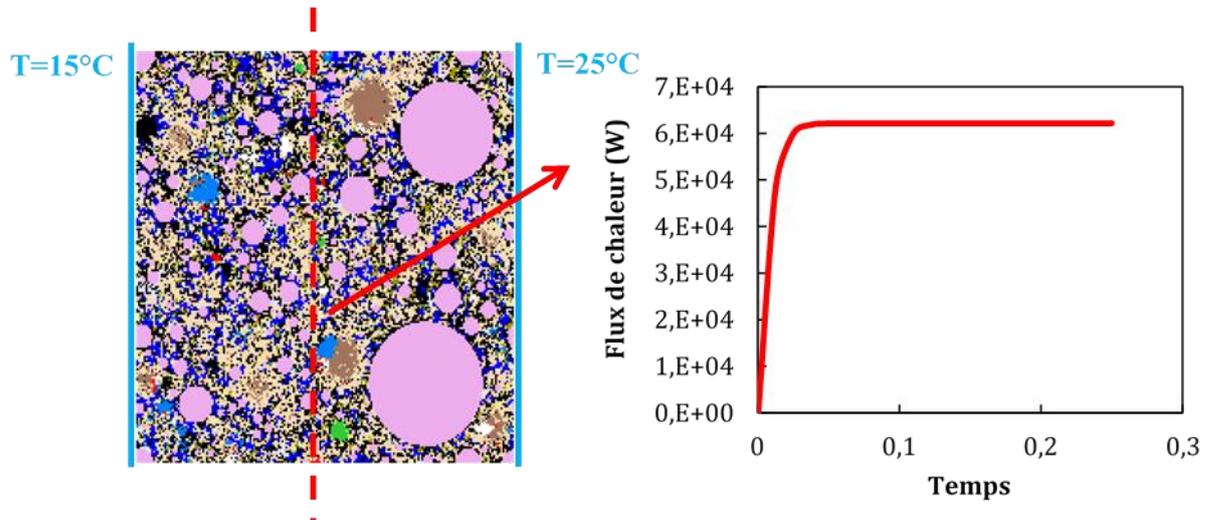


Figure 5.7. Détermination du modèle direct de calcul de flux thermique

Une fois la sollicitation d'entrée calculée, la conductivité thermique effective est déterminée par analyse inverse sur un VER de mêmes dimensions, soumis aux mêmes conditions aux limites mais cette fois-ci *homogène*. Ce dernier devra avoir une conductivité thermique permettant de reproduire un flux central moyen similaire à celui du matériau hétérogène. Les méthodes inverses sont basées sur la définition d'une fonction d'erreur permettant de quantifier la différence entre les informations issues des essais (ici la sollicitation d'entrée) et celles simulées (ici le flux moyen central du VER homogène). La minimisation de cette fonction d'erreur est supposée donner une estimation réaliste des paramètres du modèle : ici la conductivité thermique effective. La résolution d'un problème d'analyse inverse est tributaire du choix du critère d'erreur et de la stratégie adoptée pour minimiser celle-ci [156]. La fonction d'erreur la plus souvent adoptée pour résoudre ces problèmes est celle de moindres carrés.

Nous utilisons ici la méthode de Levenberg-Marquardt (LM), implémentée dans CAST3M [157]. Cet algorithme condense la méthode de Newton et celle du gradient [158]. Plus stable que l'algorithme de Gauss-Newton, il permet de converger rapidement vers une solution même s'il est démarré très loin d'un minimum. La procédure de l'algorithme est itérative. Elle repose sur la minimisation de la fonctionnelle $r = \frac{1}{2} F(x)^T F(x)$, où F est une fonction représentant l'écart entre les flux. Dans ce qui suit une brève description des étapes de l'algorithme [159]:

- Un vecteur de départ λ_0 pour l'itération $k = 0$ est choisi. Pour toutes les résolutions de cette étude, on pose $\lambda_0 = 1$.
- A chaque nouvelle itération k , on calcule $f(\lambda_k)$, son gradient $\nabla f(\lambda_k)$ où f est la fonction à optimiser (ici le flux homogène) ;
- On calcule $\Delta\lambda_k$. Ce dernier est déterminé en résolvant le système $[\nabla f(\lambda_k)^T f(\lambda_k) + \mu_k I] \times \Delta\lambda_k = f(\lambda_k)^T f(\lambda_k)$ où μ_k est un paramètre positif.
- On calcule la solution optimale du pas suivant $\lambda_{k+1} = \lambda_k - \alpha_k \Delta\lambda_k$ où α_k représente l'amplitude de recherche.
- Le critère de convergence est pris ici égal à 10^{-3} .

Les calculs en 3D étant très lourds, nous avons choisi de simuler les problèmes uniquement en 2D, tout en travaillant sur plusieurs sections différentes pour prendre en compte l'effet de la distribution aléatoire des inclusions au sein de la matrice. Pour chaque formule et pour chaque échelle, la démarche ainsi présentée est conduite sur 5 à 10 sections différentes à chaque fois.

5.3. Résultats et discussion

La démarche adoptée pour analyser les différents résultats est la suivante : dans un premier temps, nous proposons de regarder individuellement les conductivités thermiques obtenues à l'échelle 1 de la pâte, où les différences obtenues sont imputées uniquement à la distribution volumique des hydrates. Ensuite, nous rajoutons les résultats de l'échelle 2 (pâte + cénosphères). C'est à cette échelle que l'on peut quantifier le véritable apport des microsphères à la conductivité du système dans lequel elles sont utilisées. Puis nous présentons une vue globale de l'évolution de la conductivité thermique effective des quatre échelles pour chaque famille. Enfin, les conductivités thermiques effectives calculées à l'échelle du béton sont comparées aux mesures expérimentales pour pouvoir conclure sur la pertinence de la méthodologie adoptée à prédire correctement la conductivité.

5.3.1. Influence de la microstructure de la pâte de ciment sur la conductivité thermique

Les valeurs moyennes des conductivités thermiques des pâtes de ciment hydratées équivalentes des bétons BISAP-L_{CF} et BISAP-L_C sont présentées sur les Figure 5.8 et Figure 5.9 respectivement. Ici encore, les pertes relatives par rapport à la référence et les écarts de mesures par rapport à la moyenne (barres d'erreur) sont présentés.

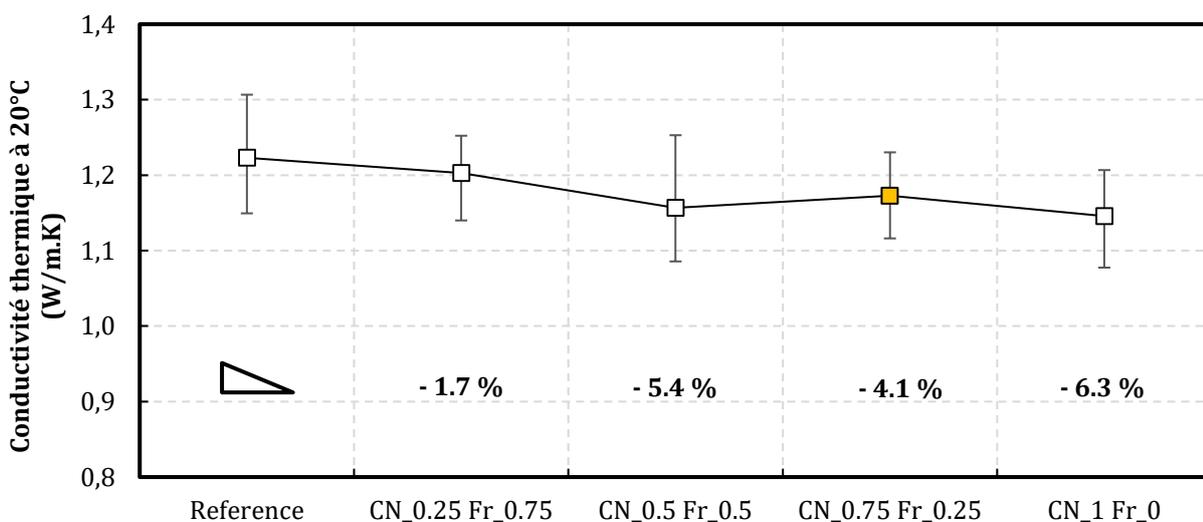


Figure 5.8. Evolution de la conductivité thermique des pâtes cimentaires hydratées de la famille BISAP-L_{CF}

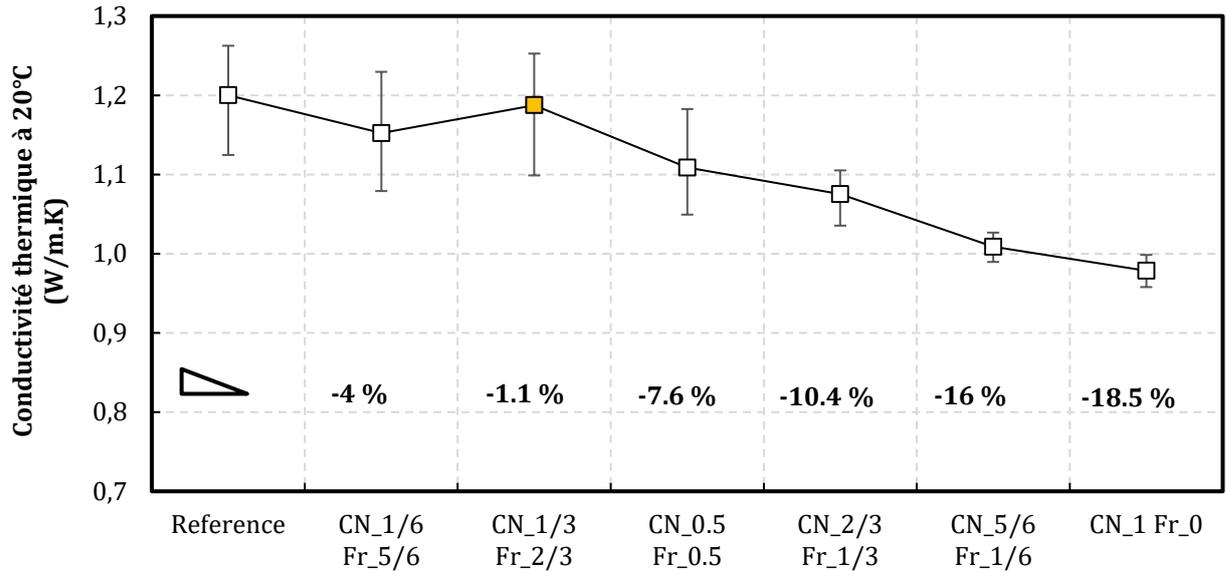


Figure 5.9. Evolution de la conductivité thermique des pâtes cimentaires hydratées de la famille BISAP-LC

Un premier commentaire peut être fait sur l'existence même de ces marges d'erreur. Si d'une section à une autre et pour une même formule les fractions volumiques des phases sont les mêmes, la distribution et l'orientation des phases sont différentes et cela influe sur les valeurs de flux locaux. Cela se répercute sur les conductivités thermiques effectives avec des coefficients de variation (rapport de l'écart-type sur la moyenne) allant de 3 % à 5 % pour les BISAP-L_{CF} et 1 % à 6 % pour les BISAP-L_C. Les intervalles de variation de la conductivité thermique effective sont assez modestes. Pour la famille BISAP-L_{CF}, l'étendue de l'intervalle est tout juste de 0,08 W/m.K et celle des BISAP-L_C de 0,22 W/m.K. Dans le cas des pâtes cimentaires, il n'y a pas d'inclusions légères prises en compte. D'une formule à une autre, la fraction volumique du filler par rapport au volume de la pâte diminue et la part volumique de l'eau devient de plus en plus importante (à E/C constant). Pour une porosité initiale croissante et un volume de solide qui diminue, il est donc attendu que la conductivité thermique baisse au fur et à mesure. C'est ce qui est observé sauf pour les mêmes deux points singuliers retrouvés pour les bétons. Un regain de la valeur moyenne de conductivité est observé pour les formules CN_{0.75} Fr_{0.25} de BISAP-L_{CF} et CN_{1/3} Fr_{2/3} de BISAP-L_C.

Pour comprendre l'origine de cette « irrégularité », nous traçons l'évolution des fractions volumiques des phases constituant les pâtes cimentaires hydratées des différentes formules. La distribution des phases autour du point singulier CN_{1/3} Fr_{2/3} de la famille BISAP-L_C est illustrée sur la Figure 5.10 (les distributions des autres formules sont présentées à titre indicatif dans l'Annexe A ; Figure 8.3 et Figure 8.4). Les pâtes cimentaires hydratées modélisées sont constituées de 18 phases chacune. La diminution de la quantité de filler ($\lambda = 3,37 \text{ W/m.K}$) se fait au profit d'un volume d'hydrates croissant pour la plupart des phases et dont la conductivité thermique, pour la majorité, est plus faible que celle du filler, à une exception près. Les tendances d'évolution des phases sont toutes régulières sauf pour l'ettringite (ETTR) et l'aluminate tricalcique hydraté (C₃AH₆). La fraction volumique d'ettringite de la pâte cimentaire du béton CN_{1/3} Fr_{2/3} est plus faible que celle des deux formules qui l'entourent, et le contraire est valable pour C₃AH₆. Les différences sont d'environ 0,2 % - 0,5 % pour chacune des deux phases. Si ces écarts semblent faibles, ils deviennent néanmoins significatifs lorsqu'on compare les conductivités thermiques des deux espèces

minérales : 5.48 W/m.K pour l'aluminate tricalcique hydraté contre 0.98 W/m.K pour l'ettringite. En effet, car si une quantité d'ettringite plus faible de 0.2 % à 0.5 % ne signifie qu'une conductivité diminuée de 0.0025 W/m.K à 0.0053 W/m.K, une même quantité de C_3AH_6 en plus implique une augmentation de la conductivité de 0.015 W/m.K à 0.03 W/m.K, soit le même ordre de grandeur des écarts de conductivité thermique effective des pâtes hydratées (10^{-2} W/m.K). Ainsi, des différences dans la distribution volumique des hydrates de différentes conductivités thermiques composant une pâte de ciment, à travers des rapports de formulation différents (ici le rapport E/C+F), aussi faibles soient-elles, peuvent se traduire de manière significative à l'échelle de la pâte et faire entorse à la tendance d'évolution de conductivité thermique attendue.

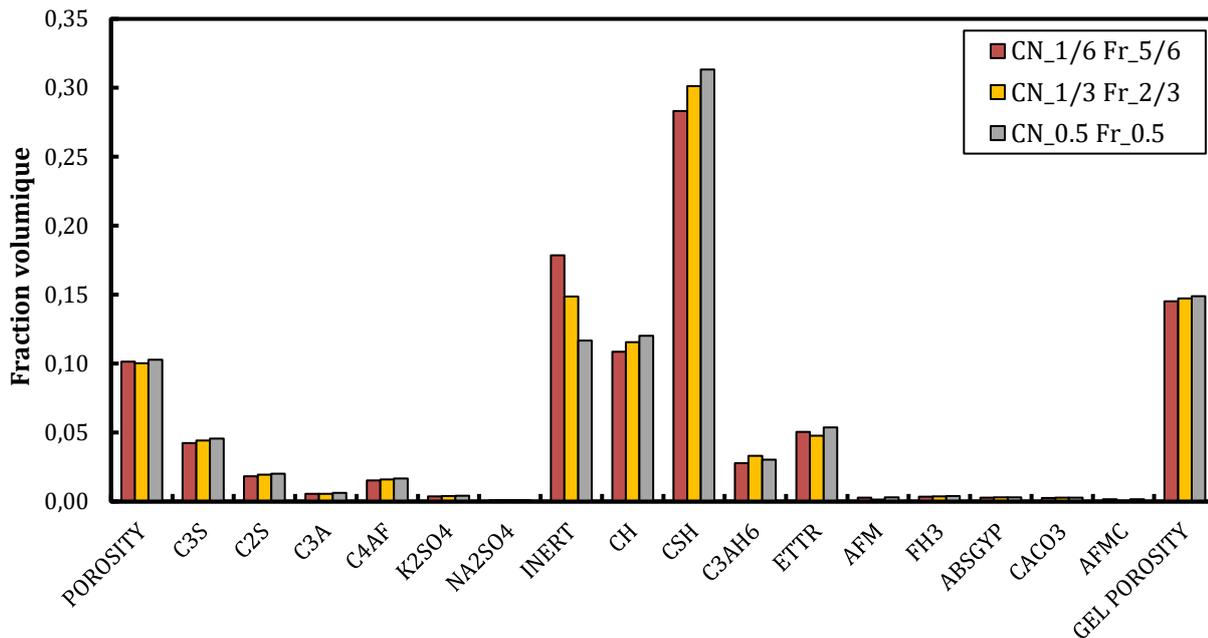


Figure 5.10. Distribution des phases au sein des pâtes cimentaires hydratées de bétons BISAP-Lc

5.3.2. Influence des cénoosphères sur le calcul de la conductivité thermique

Nous passons ensuite à l'échelle (pâte + cénoosphères). Pour chaque famille sont présentées conjointement les conductivités thermiques de l'échelle 1 et l'échelle 2 (Figure 5.11 et Figure 5.12). Cette fois-ci, plutôt que de rapporter les pertes de conductivité à la référence, nous avons fait le choix de rapporter chaque conductivité thermique effective de l'échelle (pâte + cénoosphères) à celle correspondante de l'échelle précédente pour mieux représenter l'apport des cénoosphères. En présence d'éléments légers dont la conductivité thermique contraste sensiblement avec celle de la matrice, les étendues des intervalles de variation de celle-ci sont plus larges : 0.23 W/m.K pour la famille BISAP-L_{CF} et presque le triple (0.61 W/m.K) pour la famille BISAP-L_C. Jusqu'à une fraction volumique d'environ 7 % de cénoosphères (ce qui correspond aux formules CN_{0.75} Fr_{0.25} BISAP-L_{CF} et CN_{1/3} Fr_{2/3} BISAP-L_C), c'est la conductivité thermique de la matrice qui l'« emporte » et l'évolution de la conductivité thermique à l'échelle 2 suit quasiment la même allure que celle de la matrice à l'échelle une, et ce malgré une augmentation progressive du dosage en cénoosphères. En revanche, au-delà de 7 %, un

écart de plus en plus important se creuse - en particulier pour la famille BISAP-L_C - jusqu'à une réduction de la conductivité de la pâte d'environ 40 % pour une fraction volumique des cénoosphères de 20 %.

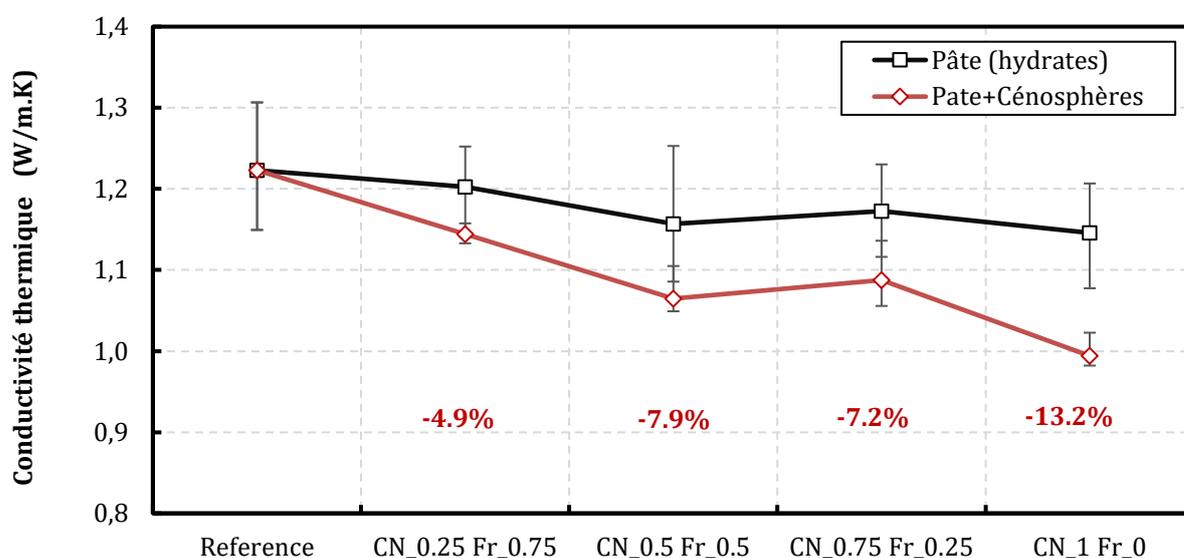


Figure 5.11. Apport des cénoosphères à la conductivité thermique effective de la pâte des BISAP-L_{Cf}

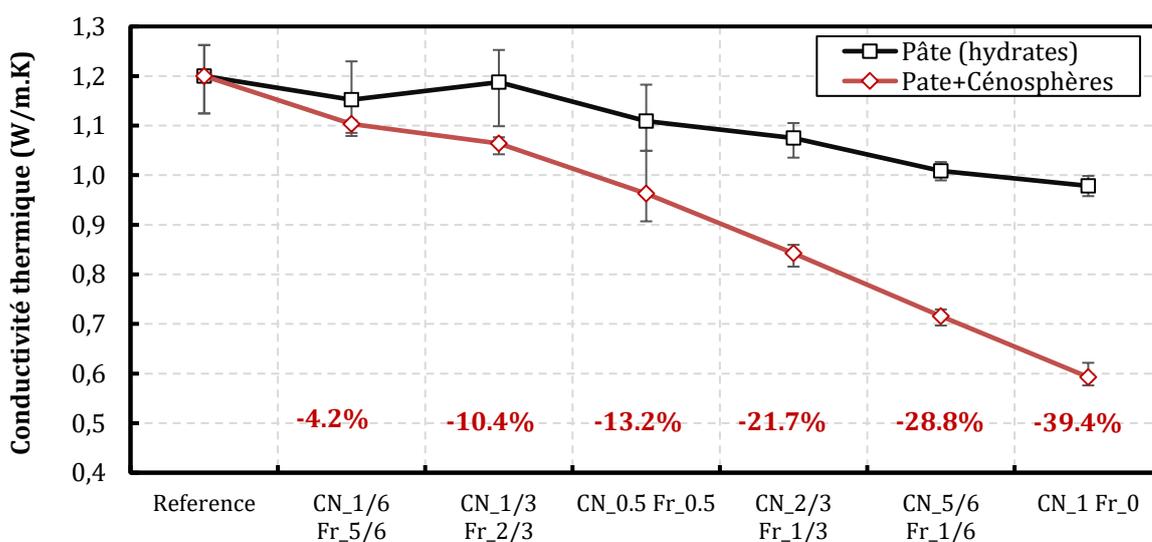


Figure 5.12. Apport des cénoosphères à la conductivité thermique effective de la pâte des BISAP-L_C

Comme cela a été mentionné précédemment (section 5.2.2.2), la génération aléatoire de cénoosphères au sein de la matrice a été codée directement sous CAST3M, et la conductivité thermique effective calculée par analyse inverse comme réponse au flux de chaleur central du VER. Si cette démarche de résolution a été adoptée aux autres échelles et le code VCCTL utilisé pour générer les microstructures, c'est au regard de la forte hétérogénéité de celles-ci et surtout aux facteurs de formes irréguliers des inclusions. Ce n'est toutefois pas le cas à l'échelle 2 et on pourrait se poser la question de l'applicabilité des modèles analytiques présentés dans la revue bibliographique (5.1.2). En effet, les cénoosphères sont considérées comme des particules de forme sphérique et c'est bien l'une des principales hypothèses sur lesquelles se basent la plupart des modèles analytiques. Nous faisons donc une comparaison entre les résultats obtenus par résolution numérique et par les modèles de Maxwell et

Rayleigh présentés plus haut (Tableau 5.1). Lorsque le volume des inclusions est limité ($\varepsilon \leq 10\%$), les modèles analytiques permettent de reproduire de manière assez fidèle les valeurs de conductivité thermique effective obtenues numériquement (Figure 5.13). Au-delà, l'écart se creuse entre les modèles analytiques et numérique d'autant plus que la fraction volumique des inclusions augmente. Sur cet intervalle, les modèles de Maxwell et Rayleigh tendent à surestimer les conductivités thermiques effectives. Si les deux approches considèrent une même forme des particules, il n'en est pas moins que les modèles analytiques ne prennent pas en compte leur distribution de taille et leur concentration. Dans le cas des matériaux composites où la conductivité thermique des inclusions est largement supérieure à celle de la matrice, une divergence des modèles analytiques et semi-empiriques d'estimation de λ^* aux fortes concentrations d'inclusions est également observée [126]. Dans notre modèle numérique, nous avons défini la granulométrie des cénosphères en dix classes granulaires représentatives de sa distribution. Pour de faibles fractions volumiques et au vu de la taille du VER, ce sont uniquement les classes granulaires les plus faibles qui sont utilisées pour générer aléatoirement les inclusions. Au fur et à mesure que la fraction volumique des cénosphères augmente, les classes supérieures sont également utilisées et la représentativité de la granulométrie est améliorée. Cette prise en compte graduelle de la dispersion des tailles des inclusions pourrait être à même d'expliquer la concordance des modèles analytiques aux simulations numériques jusqu'à un certain seuil puis leur divergence.

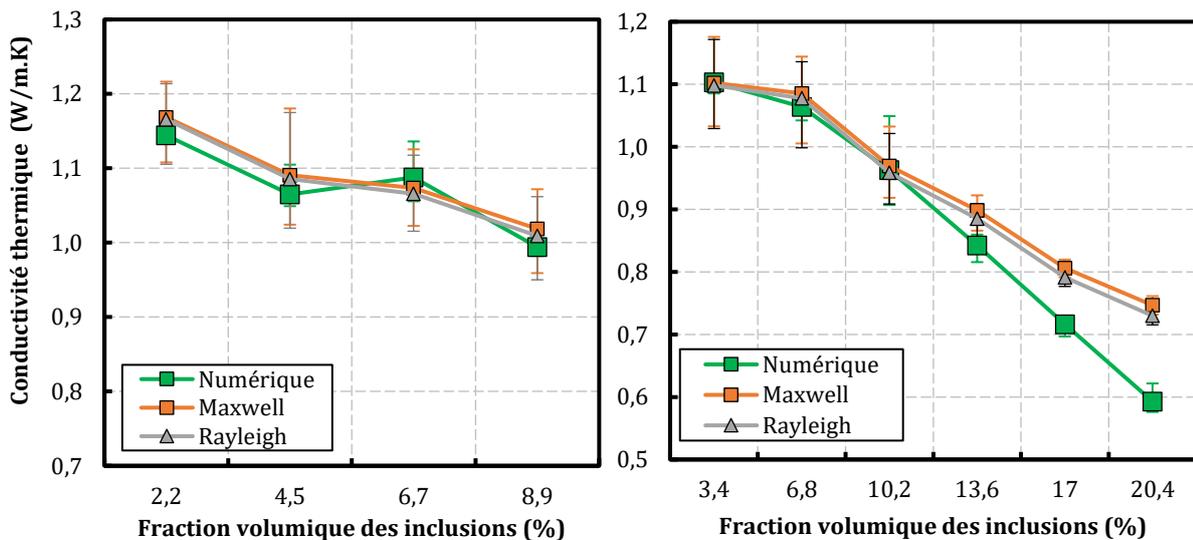


Figure 5.13. Comparaison de la conductivité thermique à l'échelle 2 (pâte + cénosphères) obtenues par différents modèles. *Gauche* : BISAP-L_{CF} ; *droite* : BISAP-L_C

Si en passant de l'échelle des hydrates à celle de la matrice homogénéisée, l'étendue de la réduction de la conductivité thermique effective est plus large, le contraire se produit lorsqu'on passe aux échelles suivantes. Les résultats de la famille BISAP-L_{CF} sont regroupés sur la Figure 5.14. Les valeurs sont comparées horizontalement (pour chaque échelle, les variations entre les formules) et verticalement (pour chaque formule, les variations entre les échelles). L'étendue de réduction de λ^* est de 0.13 W/m.K pour le mortier et 0.076 W/m.K pour le béton, soit deux à trois fois moins que celle de l'échelle 2. Pour ces deux échelles, rappelons que la seule différence entre les formules est la conductivité thermique effective de leur matrice, ayant un squelette granulaire constant identique. C'est d'ailleurs la raison pour laquelle les allures des courbes de mortier et de béton se situent entre celle de la pâte et de la pâte à cénosphères. Le passage de l'échelle de la matrice à celle du mortier se traduit par une

réduction de λ^* d'environ 19 % à 20 % pour toutes les formules sauf la dernière (environ 16 %). Quant au passage du mortier au béton, la courbe est quasi translatée avec une réduction de 33% pour toutes les formules.

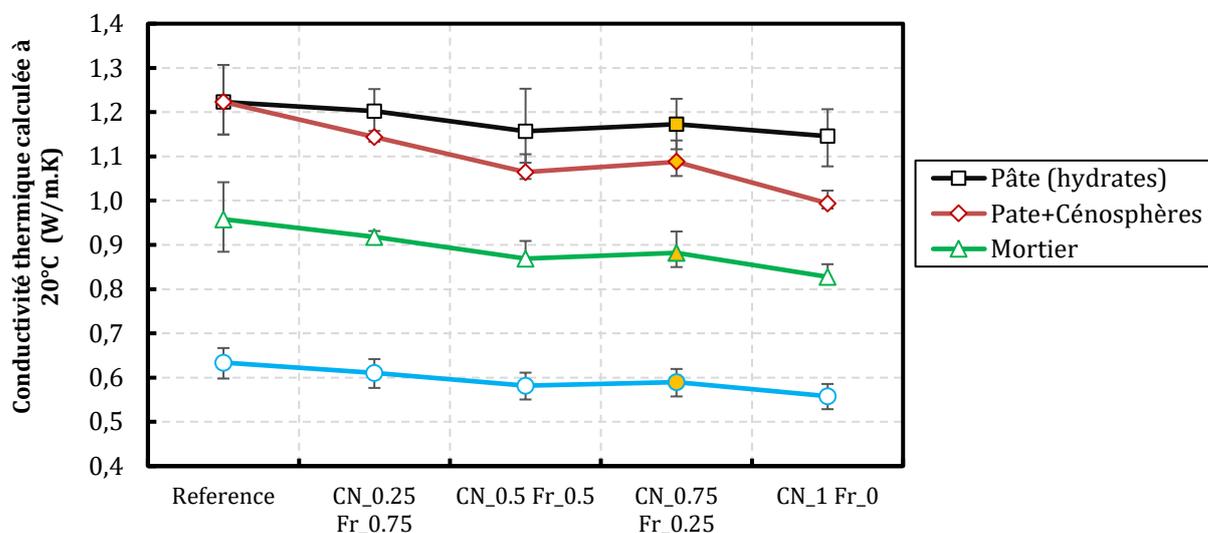


Figure 5.14. Conductivité thermique homogénéisée aux différentes échelles étudiées pour la famille BISAP-L_{CF}

Les résultats de la famille BISAP-L_c permettent de compléter l'analyse sur un intervalle plus large (Figure 5.15). Ici aussi, l'étendue de réduction de λ^* est deux à trois fois plus faible que celle de la matrice pour le mortier et le béton respectivement. Une singularité intéressante et la comparaison du profil de la matrice à celui du mortier. Au fur et à mesure que la conductivité de la matrice diminue, l'écart de λ^* entre les deux échelles diminue jusqu'à ce que le mortier ait la même conductivité que sa matrice. On peut parler ici d'une conductivité « plafonnée » par celle des inclusions. A l'échelle du mortier, une partie des inclusions est constituée de granulats d'argile expansée ($\lambda = 0.11 W/m.K$) et de sable normal dont la conductivité est beaucoup plus élevée ($\lambda = 3.75 W/m.K$). Ainsi, plus la matrice sera isolante et moins elle contribuera à réduire davantage la conductivité thermique effective du mortier. Dans une bien moindre mesure, la même chose est constatée pour le béton, avec une différence de contribution de 4% entre les mortiers de conductivité maximale et minimale. Ici encore, l'allure de la courbe béton est comprise entre celle de la pâte (hydrates) et de la matrice (pâte et cénosphères).

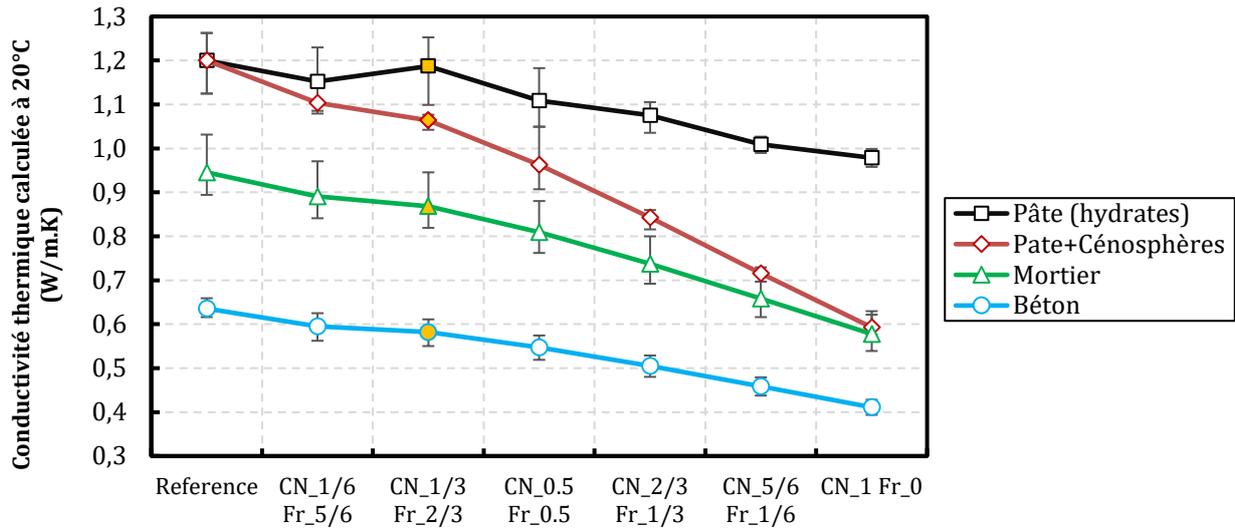


Figure 5.15. Conductivité thermique homogénéisée aux différentes échelles étudiées pour la famille BISAP-Lc

Enfin, nous confrontons les conductivités thermiques du béton calculées et mesurées expérimentalement. Sur les Figure 5.16 et Figure 5.17, nous pouvons déjà observer que le changement de la température moyenne de mesure (ici 20 °C alors que 10 °C au chapitre précédent) conduit à des valeurs de conductivité légèrement plus grandes. La tendance obtenue par résolution numérique traduit assez bien les mesures expérimentales, surtout si l'on prend en compte les barres d'erreur dans lesquels s'inscrivent quasiment les formules des deux familles de bétons (sauf pour CN₁ Fr₀ de BISAP-L_C qui résulte présumablement d'un artefact expérimental).

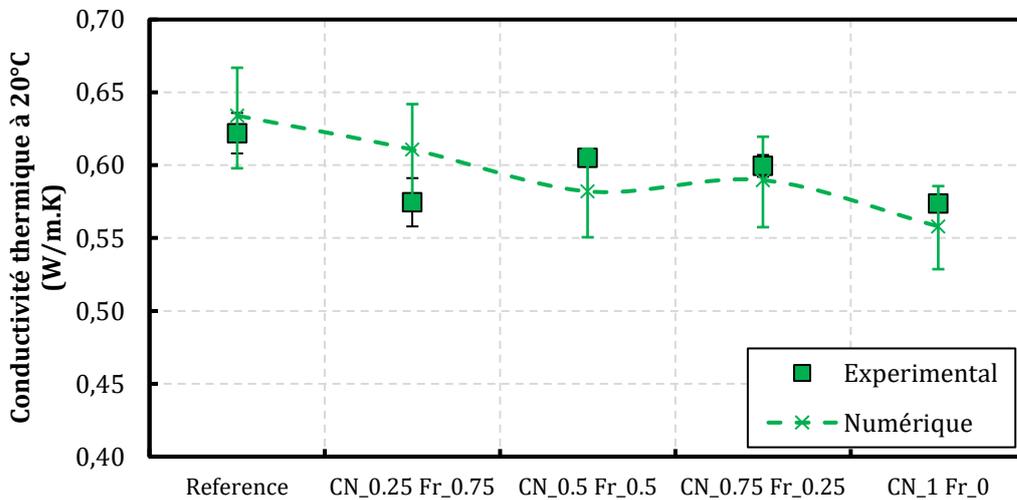


Figure 5.16. Confrontation des résultats expérimentaux et numériques de la conductivité thermique des BISAP-L_C

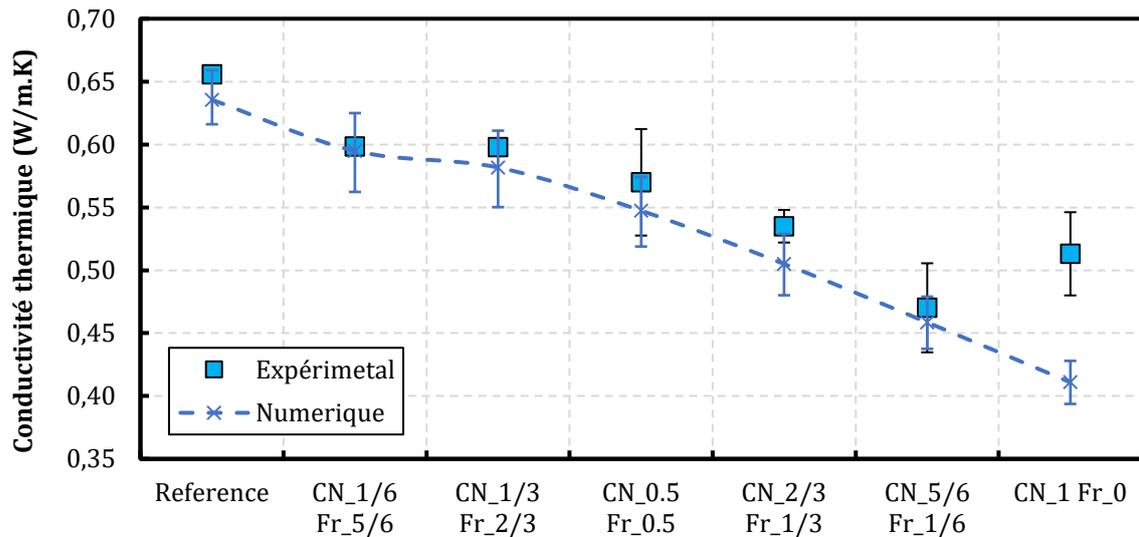


Figure 5.17. Confrontation des résultats expérimentaux et numériques de la conductivité thermique des BISAP-Lc

5.4. Bilan

Dans cette partie, une démarche pour la détermination de la conductivité thermique des BISAP par résolution numérique a été proposée. La plupart des modèles analytiques utilisés pour la prédiction de celle-ci reposent sur des simplifications de la géométrie et ne permettent pas de rendre correctement une hétérogénéité aussi complexe que celle que l'on retrouve pour les matériaux cimentaires. Nous nous sommes donc orientés vers un modèle micromécanique qui permet de générer de manière plus fine les microstructures de pâtes de ciment hydratées, ainsi que celle des bétons et mortiers avec des facteurs de forme réalistes des granulats. La conductivité thermique effective des douze formules de BISAP est calculée sur quatre échelles, de la pâte au béton, par analyse inverse en résolvant l'équation de la chaleur sur un VER. Cette démarche nous a permis de suivre les évolutions de la conductivité thermique effective au fil des échelles et en fonction de certains paramètres de formulation.

A l'échelle de la pâte, les variations de la conductivité thermique sont dues à des différences d'arrangement volumique de phases hydratées ayant différentes conductivités thermiques, résultant de paramètres de formulation différents (ici le rapport E/L). Les tendances obtenues persistent à travers les différentes échelles et se retrouvent à celle du béton. Lorsque les céosphères sont incorporées dans la matrice, c'est à cette échelle que sont observées les réductions les plus importantes de conductivité thermique. Du fait de la nature sphérique des céosphères, nous avons également comparé les résultats numériques à cette échelle avec les modèles analytiques de Maxwell et Rayleigh pour vérifier leur applicabilité. Ces derniers permettent de reproduire les valeurs obtenues jusqu'à une certaine fraction volumique des inclusions puis divergent, en surestimant les conductivités thermiques. Enfin, pour un squelette granulaire constant, nous avons observé que la conductivité thermique du matériau est plafonnée par celle des inclusions.

La confrontation des mesures expérimentales aux calculs numériques de la conductivité thermique des bétons montre qu'il y a une bonne concordance entre celles-ci. Les mesures expérimentales se situent à l'intérieur des intervalles d'erreur de calcul numérique pour la quasi-totalité des formules. La démarche proposée permet donc de prédire correctement la

conductivité thermique des bétons, et a surtout servi à mettre en avant l'importance et l'impact de la prise en compte des hétérogénéités au sein de la pâte. Cette étude numérique multi-échelles n'est pas coûteuse en mesures expérimentales nécessaires comme données d'entrée, ayant nécessité la calibration de la conductivité thermique d'un seul paramètre, constant à travers toutes les formules (ici le sable) à partir d'une moyenne sur deux mesures expérimentales d'une formule de béton, ainsi que des mesures par calorimétrie isotherme pour rendre correctement l'hydratation de la pâte. Pour minimiser les temps de calcul, nous avons simulé uniquement en 2D en prenant en compte une moyenne sur 5 à 10 sections. Un moyen d'améliorer les prévisions obtenues serait d'augmenter considérablement le nombre de sections ou de passer en 3D, la distribution et l'orientation spatiale ayant un impact non négligeable sur la conductivité thermique effective.

PARTIE III

6. CONTRIBUTION PHYSICO-CHIMIQUE DES CENOSPHERES A LA RESISTANCE MECANIQUE DES MORTIERS NORMALISES

Dans ce travail, les cénosphères ont été utilisées comme ajout dans le liant total des BISAP sans toucher à la teneur en ciment. Nous avons observé une certaine influence sur les propriétés mécaniques et il est légitime de s'interroger sur leur impact concernant la durabilité des bétons où elles sont incorporées. Nous proposons à travers ce chapitre d'aborder l'influence des cénosphères sur la durabilité potentielle des matériaux cimentaires à travers le plus *général* des indicateurs : la résistance à la compression. Il nous a semblé ici intéressant de coupler cette évaluation à celle du principe de performance équivalente défini par la norme NF EN 206. En effet, lorsqu'une partie du ciment est substituée par une addition, celle-ci est définie -ou prise en compte - à travers un coefficient d'activité supposé illustrer une *équivalence* de la contribution du substituant à la fraction substituée, tant sur le plan mécanique que vis-à-vis des agressions de l'environnement externe.

Dans ce chapitre, l'évaluation de la contribution des cénosphères à la résistance mécanique est donc effectuée de manière *absolue* en la comparant à celle du ciment. L'évaluation de l'indice et du coefficient d'activité des trois cénosphères à différents taux de substitution du ciment également réalisée. Cette caractérisation est complétée par un suivi de la teneur en portlandite des mélanges pour quantifier l'éventuelle réaction pouzzolanique des cénosphères.

6.1. Etat de l'art : approche et outils disponibles

6.1.1. Considérations normatives

La normalisation européenne actuelle définit un coefficient d'activité forfaitaire k pour chaque type d'addition qui permet leur prise en compte dans la formulation des bétons (Figure 6.1). Cette prise en compte est majorée par des valeurs limites de composition suivant les classes d'exposition des ouvrages concernés. Pour certaines additions, la valeur du coefficient d'activité s'appuie sur la définition de valeurs minimales d'un *indice d'activité* $i(t)$ à certaines échéances (7, 28 ou 90 jours). Aucune relation entre ces deux paramètres n'est cependant présentée par la norme. Le coefficient d'activité est supposé unique pour chaque addition, indépendamment de l'âge, de la nature du ciment substitué ou encore du taux d'utilisation de l'addition. Or, si nombreuses sont les études ayant montré qu'une équivalence *unique* et forfaitaire d'un point de vue mécanique n'est pas suffisante, que nous ne saurions toutes les énumérer dans ce travail. L'activité d'une addition dépendra de facteurs aussi divers que l'âge, les paramètres de formulation ou encore le couple ciment-addition [91], [160]-[166].

La norme NF EN 206/CN distingue deux familles d'additions suivant la nature de leur contribution. On distingue les additions *quasi-inertes* de type filler, dites de type I, et les additions à *caractère pouzzolanique ou hydraulique latent* telles les cendres volantes ou les laitiers de haut fourneau, dites de type II.

Dénomination de l'addition	Valeur du coefficient k	Conditions supplémentaires à remplir par rapport aux exigences des normes de spécifications des additions considérées
Additions de type II		
Cendres volantes pour béton	0,60	Si $i_{28} \geq 0,83$ et $i_{90} \geq 0,95$
	0,50	Si $i_{28} \geq 0,80$ et $i_{90} \geq 0,90$
	0,40	Sans objet
Fumées de silice	2,00	Si dans une exposition XA $E / C \leq 0,45$ et $C \geq 295 \text{ kg/m}^3$
		Si dans les expositions différentes de XA $E / C \leq 0,45$ et $C \geq 280 \text{ kg/m}^3$
Laitiers vitrifiés moulus de haut-fourneau	1,00	Dans tous les autres cas ou sur prescription particulière
	0,90	$i_7 \geq 0,65$ et $i_{28} \geq 0,85$ (Classes A et B)
Laitiers vitrifiés moulus de haut-fourneau	0,60	Sans objet (Classe C)
	1,00	Sans objet
Métakoalins de type A	1,00	Sans objet
Additions de type I		
Additions calcaire	0,25	Sans objet
Additions siliceuses de minéralogie Qz	0,25	Sans objet
Toutes les additions		
Pour les quantités d'additions dépassant les valeurs indiquées au Tableau NA.F.1 ou au Tableau NA.F.2 et pour les autres ciments ou les autres additions que celles mentionnées dans NA.5.2.5.2.1	0,00	
NOTE i_7, i_{28}, i_{90} sont des indices d'activité déterminés selon la norme de spécifications de l'addition considérée.		

Figure 6.1. Valeurs du coefficient d'activité k normalisé [120]

6.1.2. Principe de l'approche par coefficient d'activité

La notion d'indice d'activité $i(p, t)$ a été introduite pour quantifier l'effet, ou la *classe d'activité* d'une substitution partielle du ciment par une fraction p d'une addition minérale sur la résistance à la compression d'un mortier à un temps t donné. L'indice d'activité pour une addition quelconque est calculé par le biais de la formule :

Équation 6.1

$$i(p, t) = \frac{f_p(t)}{f_0(t)}$$

Où $f_p(t)$ et $f_0(t)$ sont respectivement la résistance en compression du mortier contenant une fraction p d'addition substituée *en masse* au ciment, et la résistance du mortier témoin à un âge t donné. L'indice d'activité est classiquement calculé à 28 jours et additionnellement à 90 jours pour des additions à caractère pouzzolanique. La principale hypothèse du calcul de l'indice d'activité repose sur l'utilisation d'une proportion de substitution $p = \frac{A}{A+C}$ où A est la

quantité d'addition et C celle de ciment. Ce ratio permet de calculer la quantité d'addition à utiliser. Dans les années 80, les premières études sur l'activité des cendres volantes sur des mortiers normalisés ont défini ce taux à 25% [167].

Le coefficient d'activité k permet de prendre en compte une addition comme substitution partielle du ciment en considérant qu'un mélange contenant une quantité C_0 de ciment est équivalent à l'incorporation d'une quantité $C + k \times A$ de liant. Ce coefficient dépend de la nature du ciment, de l'âge, du type d'addition et de sa quantité [160]. Par définition, k est nul lorsque l'addition est considérée inerte, (c'est-à-dire lorsqu'elle ne manifeste aucune propriété liante et qu'elle ne modifie pas les propriétés du ciment) et égal à un lorsque l'addition est équivalente au ciment. Il est possible de classer l'activité de l'addition suivant la valeur obtenue de k (Figure 6.2) :

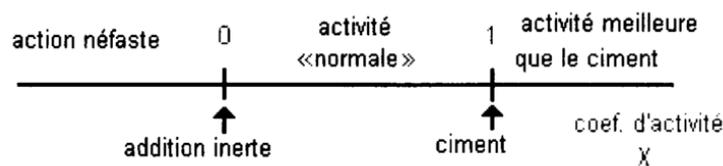


Figure 6.2. Classes d'activité des additions suivant le coefficient d'activité [160]

L'indice et le coefficient d'activité peuvent être mis en relation grâce aux modèles prédictifs de résistance mécanique tels que celui de Bolomey ou de Féret. Ici, nous utilisons la formule de Bolomey :

Équation 6.2

$$f_{0,B} = K_B * \left(\frac{C_0}{E + V} - 0.5 \right)$$

$f_{0,B}$: Résistance à la compression d'un mortier sans additions selon Bolomey

K_B : Coefficient prenant en compte la classe du ciment et des granulats

C_0 : Masse de liant égale à la masse de ciment dans le mortier témoin

E : Masse d'eau réelle

V : Masse d'eau équivalente au volume occupé par le volume d'air occlus

Pour un mortier contenant une part d'addition $A = p * C_0$ et une part de ciment $C = (1 - p) * C_0$, la résistance à la compression du mortier avec addition est donnée par :

Équation 6.3

$$f_{p,B} = K_B \left(\frac{C + kA}{E + V} - 0.5 \right) = K_B \left(\frac{[1 - p + k * p] * C_0}{E + V} - 0.5 \right)$$

En négligeant l'air occlus qui représente environ 3% du volume total du mortier normalisé, et avec un rapport $\frac{E}{C_0} = 0.5$, une expression simplifiée de l'indice d'activité est :

Équation 6.4

$$i(p) = 1 - \frac{p(1 - k)}{0.75}$$

Il est alors possible de calculer le seuil d'indice d'activité $i_0(p)$ correspondant à une addition théoriquement inerte ($k = 0$) pour un taux de substitution donné (Figure 6.3). Ce calcul direct d'indice d'activité nous permet d'ores et déjà de situer le domaine d'activité d'une addition à un taux donné (normale ou néfaste). La même démarche peut être adoptée pour situer l'activité de l'addition par rapport à celle du ciment en calculant les indices d'activité pour $k=1$.

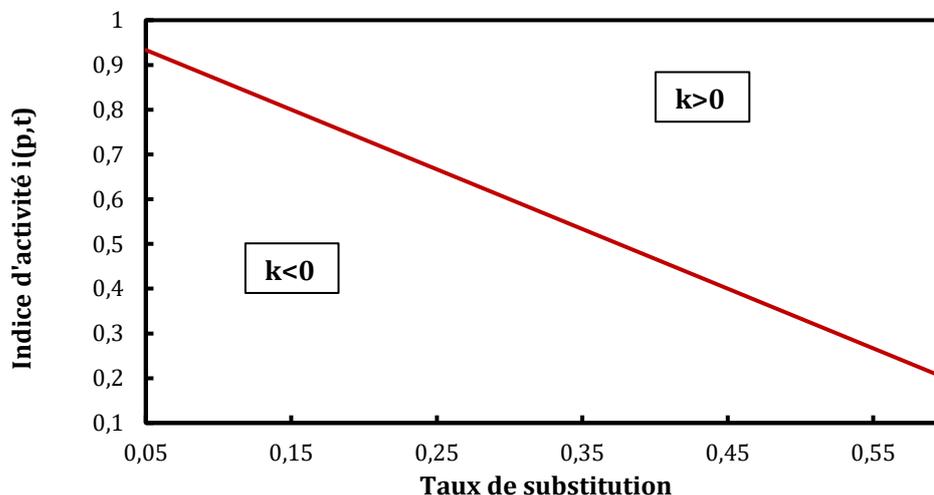


Figure 6.3. Évolution de l'indice d'activité d'une addition théoriquement inerte en fonction du taux de substitution

6.1.3. Quelques résultats sur les additions minérales

Dans cette partie, nous présentons les principaux mécanismes derrière les contributions des additions minérales les plus courantes aux propriétés mécaniques. On distingue des contributions d'ordre *physique* et *chimique*. La classification des interactions entre la matrice cimentaire et les additions ainsi que la nomenclature adoptée diffèrent d'un auteur à l'autre. Nous en énumérons quelques-unes dans leur ordre chronologique, sans que cette liste se veuille exhaustive.

De Larrard [168], repris par Caré et al [164], proposent cinq effets pour les additions calcaires. Les auteurs distinguent un effet *d'accélération*, à travers lequel les additions calcaires jouent un rôle de sites de nucléation, permettant une meilleure répartition des hydrates aussi bien qu'une accélération de l'hydratation par la présence du $CaCO_3$. Un effet *liant*, où les additions peuvent former des carboaluminates au contact des phases aluminates et contribueraient ainsi à la résistance mécanique au même titre que les autres hydrates. Un effet de *stabilisation par diminution du ressuage* dans la mesure où le ressuage est considérablement diminué par l'augmentation de la surface spécifique de la phase solide lors de l'introduction d'additions calcaires. Un effet de *correcteur granulaire*, où une amélioration de la compacité du mélange peut être obtenue. A ces quatre effets positifs se rajoute un effet défavorable, dit *d'écartement des granulats*, lorsque l'addition est utilisée au détriment d'un volume donné de granulats. Ceci engendre un épaissement de l'Épaisseur Maximale de Pâte (EMP) qui se répercute négativement sur la résistance à la compression [169].

Pour les additions siliceuses plus grossières que les cendres volantes ou la fumée de silice, Caré et al [164] ne gardent que l'effet *accélérateur* et dans une moindre mesure, une – faible – activité pouzzolanique. L'effet *liant* est considéré négligeable par les auteurs pour ces additions du fait de leur caractère faiblement amorphe.

Dans sa synthèse bibliographique, Bessa-Badreddine [163] classe ces contributions en trois effets principaux. Elle distingue un effet *granulaire* regroupant les modifications sur le serrage des particules induites par la présence des additions fines ou ultrafines dans le squelette granulaire à l'état frais, du fait de la capacité d'empilement des particules de l'addition et leur intensité de friction avec les autres grains solides. Cet effet est proche de l'effet *correcteur granulaire* défini par de Larrard. Bessa-Badreddine présente toutefois cet effet comme pouvant être favorable ou défavorable au mélange. Dans la mesure où les additions n'ont qu'une influence minime sur les frictions intergranulaires et parviennent à remplir les porosités du squelette granulaire, la compacité et la résistance mécanique du mélange peuvent être améliorées et l'effet est considéré favorable. Dans le cas contraire, lorsque les additions sont de forme irrégulière par exemple, la compacité est d'autant plus détériorée que la teneur en addition est importante et l'effet *granulaire* est dit défavorable. Le deuxième effet, dit *physico-chimique et microstructural*, correspond à l'effet *accélérateur* défini plus haut, et est d'autant plus présent que les particules sont fines. La contribution de cet effet devient cependant négligeable à partir de 28 jours, échéance à laquelle c'est l'effet *chimique* qui revêt une plus grande importance. L'auteure regroupe dans cet effet la capacité des additions à réagir avec l'eau et les composants anhydres ou hydratés du ciment, et ce du fait de leurs propriétés pouzzolaniques et/ou hydrauliques. Ainsi, des produits d'hydratation supplémentaires sont créés et cet effet est complémentaire à celui *physico-chimique* dans la contribution à la résistance mécanique. Un effet *chimique* défavorable peut exister pour les cendres volantes dans la mesure où l'on observe un effet retardateur de quelques heures sur le début de prise du ciment [26].

Cyr et al [161], [170], [171] ont proposé une schématisation découplée de ces contributions à la résistance mécanique des mortiers (Figure 6.4). Les auteurs définissent la résistance mécanique résultante comme la somme de trois contributions. La première, dite de *dilution* ($f_{dilution}$), est proportionnelle à la quantité de ciment $C = C_0 \times (1 - p)$ présente dans le mélange, sans prendre en considération aucun des effets physiques ni chimique des additions. Dans les faits, cette « contribution » traduit le changement du ratio E/C résultant de l'introduction des additions et donc la diminution de la quantité de ciment hydraté. Le deuxième terme (Δf_ϕ) concerne la contribution *physique* de l'addition ; soit l'effet d'*accélération*, ainsi que l'effet *liant* dans le cas des additions calcaires. Le troisième et dernier terme (Δf_{pz}) traduit l'amélioration de la résistance mécanique grâce à un effet *chimique*, qui est la réaction pouzzolanique de l'addition.

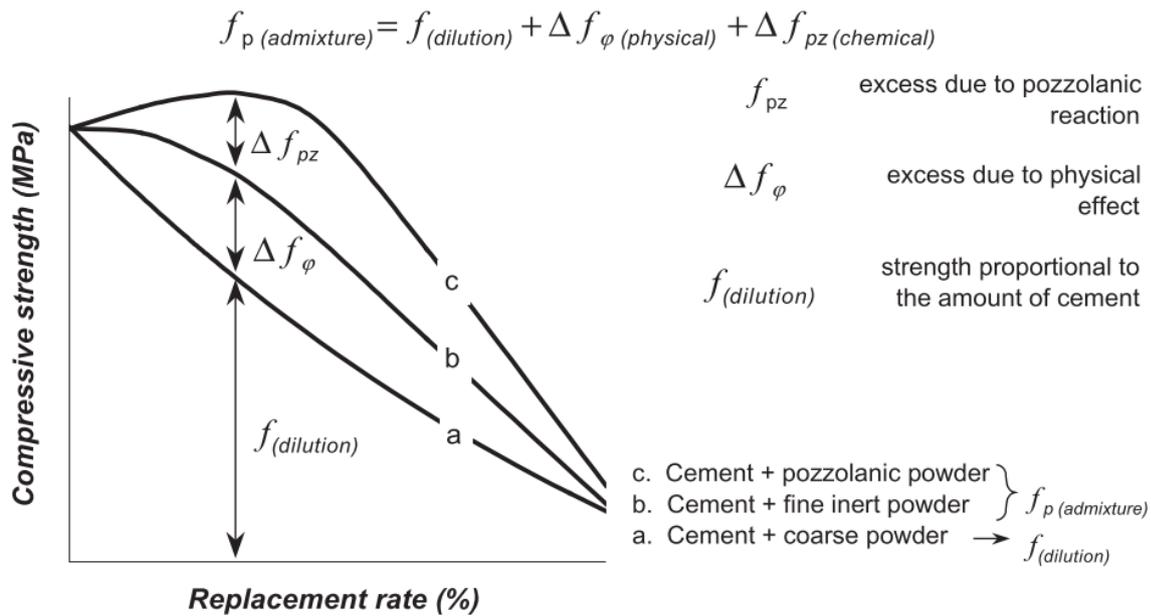


Figure 6.4. Découplage des contributions d'ordre physique et chimique des additions minérales à la résistance à la compression [161]

Chez les anglo-saxons, on retrouve le plus souvent l'appellation de *filler effect*. Celle-ci englobe à la fois l'effet d'*accélération* et celui de *dilution* des additions minérales [84], [172]–[175]. Cet effet, qui permet de contribuer significativement à l'hydratation du ciment, est supposé exister pour tous types de fillers ou matériaux inertes tels que le quartz, comme cela est illustré sur les Figure 6.5 et Figure 6.6. Toutefois, Cyr et al [161] ont relevé que pour de faibles finesses (23 m²/kg), aucune contribution à l'hydratation du ciment n'est observée.

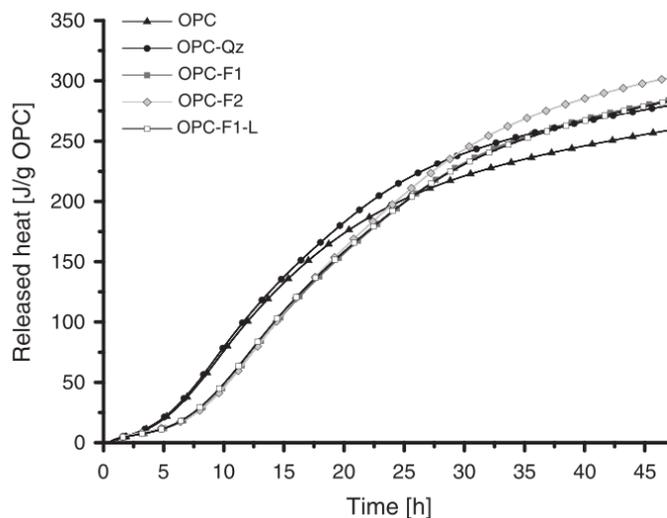


Figure 6.5. Flux de chaleur normalisé par gramme de ciment à 23°C pour E/L=0.5 avec OPC : ciment ; Qz : Quartz ; F1, F2 : cendres volantes ; L : filler calcaire [174]

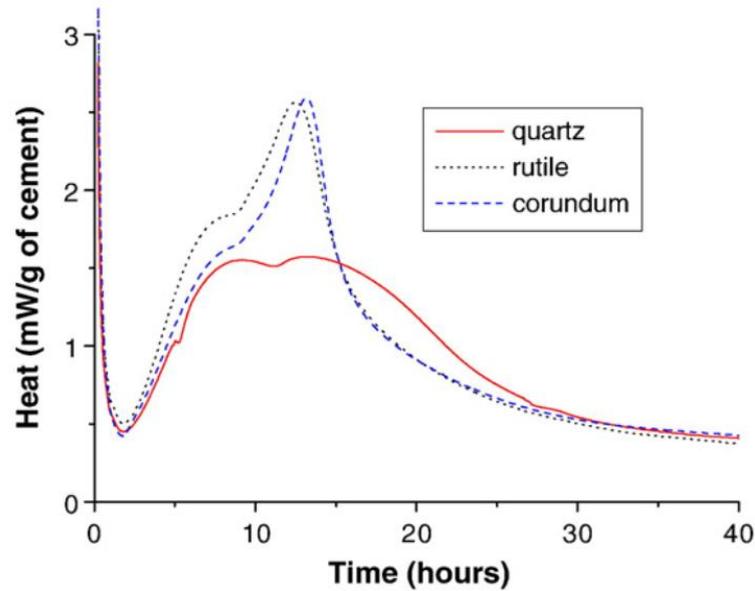


Figure 6.6. Evolution du flux de chaleur de pâtes cimentaires avec du corindon (5.4 m²/g), rutile (9.1 m²/g) et quartz (0.76 m²/g) [172], adapté de [176]

Les écarts entre les différentes contributions d'une addition minérale à la résistance mécanique dépendent aussi bien des propriétés intrinsèques de celle-ci que des paramètres physiques et chimiques du milieu dans lequel elle sera incorporée. La solubilité de la phase siliceuse vitreuse d'une addition sera fonction de sa composition chimique ainsi que du pH et de la température de la solution. Plus le pH de la solution sera élevé et plus rapide sera la réaction [172], [177]. Les réactions pouzzolanique et hydraulique des cendres volantes et des laitiers de haut fourneau sont également sensibles à la température. La cinétique d'hydratation aura tendance à être accélérée lorsque la température initiale du mélange sera plus élevée [91], [178]–[180]. Nous pouvons également rajouter la finesse de l'addition, dans la mesure où une présence de particules submicroniques permet une meilleure structuration des hydrates et une amélioration de l'efficacité des liaisons mécaniques [163]. L'auteur relève toutefois que cette contribution ne peut être que qualitative, la contribution des additions fines au remplissage de la porosité capillaire de la matrice étant largement moindre comparée à leur contribution à l'amélioration des propriétés mécaniques. Dans le cas des additions à caractère pouzzolanique, cette réaction est supposée intervenir à la surface des particules sans engendrer d'effet volumique significatif.

6.1.4. Quelques résultats sur les cénoosphères

La littérature ne fournit pas d'études systématiques permettant de quantifier la contribution des cénoosphères aux propriétés mécaniques des matériaux cimentaires. Nous citons néanmoins les travaux très intéressants de Lilkov et *al* [181], [182] sur des pâtes cimentaires à base de cénoosphères. Les cénoosphères sont introduites de telle sorte à faire varier le ratio eau/solides tout en gardant la même teneur en ciment. Les auteurs ont noté une croissance de la résistance à la compression plus forte pour les pâtes avec cénoosphères jusqu'à 2 jours, puis une même résistance à 7 jours. D'après les auteurs, les cénoosphères ont une part à jouer dans la structuration lors de l'hydratation du ciment à très jeune âge en agissant comme des inclusions dissipatrices d'énergie [72]. L'étude a aussi comparé l'évolution des résistances à la compression à 28 jours en changeant la température de cure (20 °C et 75 °C, Tableau 6.1). A température ambiante, les résistances des pâtes à cénoosphères sont plus faibles que celle

de la pâte témoin tandis que ces écarts sont compensés en élevant la température de cure. Comme pour les additions à caractère pouzzolanique ou hydraulique, cet effet est bénéfique et conduit à une cristallisation supplémentaire des produits d'hydratation.

Tableau 6.1. Evolution de la résistance à la compression de pâtes de ciment selon la température de cure [182]

Température de cure	Formule	Résistance à la compression (MPa)	
		2 jours	28 jours
20°C	Pâte témoin	3.10	13.3
	+ 10% céosphères (par rapport à la teneur en ciment)	2.60	12.6
75 °C	Pâte témoin	9.80	17.40
	+ 10% céosphères (par rapport à la teneur en ciment)	11.10	18.45

Une hausse de la température conduit à une activation des réactions chimiques entre les composés minéraux des céosphères et la portlandite résultante de l'hydratation du ciment. Un constat similaire est retrouvé dans une autre étude [183] ; la réaction pouzzolanique de céosphères de 106 µm de diamètre est constatée limitée pour des températures de cure de 28 °C - 30 °C, mais devient importante et significative lorsqu'elle est haussée à 80 °C. A 9 mois, la quantité de portlandite restante dans le mélange est très faible et des produits d'hydratation (principalement de la tobermorite) sont retrouvés à l'intérieur des capsules (Figure 6.7).

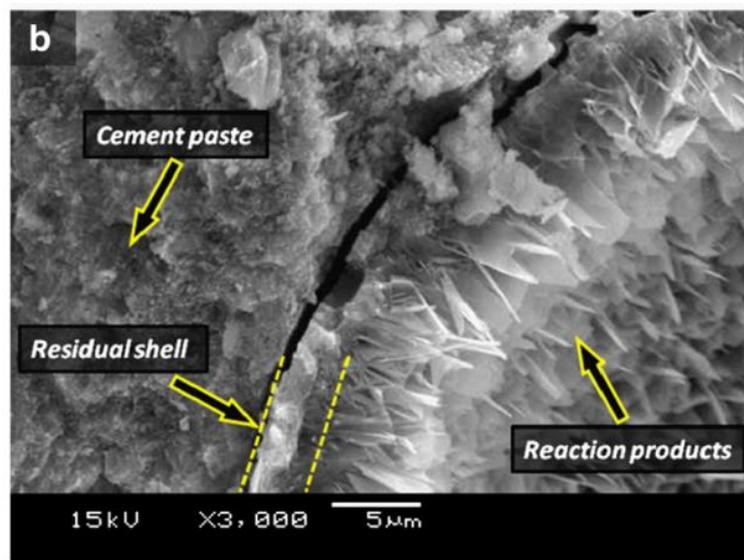


Figure 6.7. Image MEB d'une capsule de céosphère après 9 mois de cure suivant le protocole du test ASTM C1260 [183]

6.2. Programme expérimental

6.2.1. Matériaux et formules

Les mesures d'indice d'activité sont traditionnellement réalisées sur des mortiers normalisés tels que définis par la norme EN 196-1 [184]. Ces derniers sont composés d'une part de ciment, ici un CEM I 52.5 N, trois parts de sable normalisé et une demi part d'eau, soit un ratio $\frac{E}{C_0} = 0.5$. Trois taux de substitution partielle du ciment sont étudiés : 5 %, 18 % et 25% pour les trois cénoosphères étudiées au Chapitre 3 (section 3.3.1). Le récapitulatif des formules est donné dans le Tableau 6.2. Les mortiers sont malaxés suivant le protocole de l'EN 196-1 puis coulés dans des éprouvettes prismatiques 4 x 4 x 16 cm³. Les éprouvettes sont décoffrées à 24 h puis conservées dans une pièce à 20 °C dans l'eau jusqu'aux échéances des essais. Des pâtes de ciment équivalentes aux mortiers étudiés sont également confectionnées pour les analyses MEB et ATG. Les mélanges avec substitution sont référencés dans la suite par MCN'x'-p', où 'x' est le type des cénoosphères et 'p' le taux de substitution.

Tableau 6.2. Composition des mortiers normalisés avec substitution partielle du ciment par des cénoosphères

	E/C	Ciment (g)	Cénoosphères (g)	Eau (g)	Sable (g)
Référence	0.5	450	-	225	1350
$\frac{A}{A+C} = 5\%$	0.53	426.3	23.7	225	1350
$\frac{A}{A+C} = 18\%$	0.61	370.6	79.4	225	1350
$\frac{A}{A+C} = 25\%$	0.67	337.5	112.5	225	1350

6.2.2. Mécanique et hydratation

Les résistances à la compression des mortiers sont obtenues suivant le même protocole décrit au Chapitre 3 (section 3.2.3). Les échéances choisies pour les mesures d'indice d'activité sont 28 jours et 90 jours.

Pour les taux de substitution que nous utilisons, les valeurs seuils correspondant à l'indice d'activité d'une addition théoriquement inerte (Figure 6.3) sont données dans le Tableau 6.3.

Tableau 6.3. Indice d'activité d'une addition inerte en fonction du taux de substitution

p (%)	5%	18%	25%
i_0	0.93	0.76	0.67

Pour tous les mélanges, la cinétique d'hydratation du ciment est suivie au moyen d'un calorimètre isotherme [185]. Cette méthode est plus particulièrement adaptée pour les réactions à jeune âge. La faiblesse du signal au bout d'un temps d'essai important rend le traitement quantitatif des données obtenues délicat ; la sensibilité des détecteurs de chaleur est généralement de l'ordre du μW . Dans notre étude, une mesure jusqu'à 7 jours est effectuée.

Un calorimètre isotherme TAM Air est utilisé. L'appareil permet une mesure sensible du flux de chaleur sur une plage de température de fonctionnement entre 5 °C et 90 °C. Nous utilisons ici une température de 20 °C pour nos essais. Chaque canal du calorimètre est composé d'une cellule dite de référence et d'une cellule pour l'échantillon. Directement après la fin du malaxage, 100 g de mortier sont prélevés et mis dans un flacon en verre de 125 ml de volume. La mesure calorimétrique est basée sur l'équation générale du bilan thermique :

Équation 6.5

$$\frac{dQ}{dt} = \Phi + C \times \frac{dT}{dt} \quad [J/s]$$

Où $\frac{dQ}{dt}$ est le taux de production de chaleur, Φ le flux de chaleur, C [J/K] la capacité calorifique et $C \times \frac{dT}{dt}$ le taux d'accumulation de chaleur. Le flux de chaleur en sortie du calorimètre est la différence entre les signaux émis par l'échantillon et la référence. Cette dernière consiste en général en du sable ; la référence doit avoir les mêmes propriétés que l'échantillon, en particulier la même capacité thermique, mais sans production de chaleur. L'étalonnage permet de réduire significativement le bruit de mesure. L'enregistrement des données commence 45 minutes après l'installation des échantillons.

6.2.3. Microstructure

La mesure de la quantité d'eau liée et la teneur en certains hydrates par analyse thermogravimétrique (ATG) permet également de suivre l'hydratation du ciment. Il est aussi possible d'évaluer la réactivité de certaines additions utilisées, en particulier leur réactivité pouzzolanique, par le biais de la teneur en portlandite. L'ATG consiste à enregistrer la perte de masse de l'échantillon avec la montée en température. Les hydrates et les minéraux peuvent subir plusieurs transformations thermiques telles que la déshydratation, déshydroxylation ou la décarbonisation. Ces réactions sont souvent associées à des changements de masse ou production de chaleur et se produisent à des températures typiques propres à chaque minéral ou hydrate [84]. Une représentation type des phases constituant une pâte cimentaire recensées grâce à ce dispositif expérimental est donnée sur la Figure 6.8.

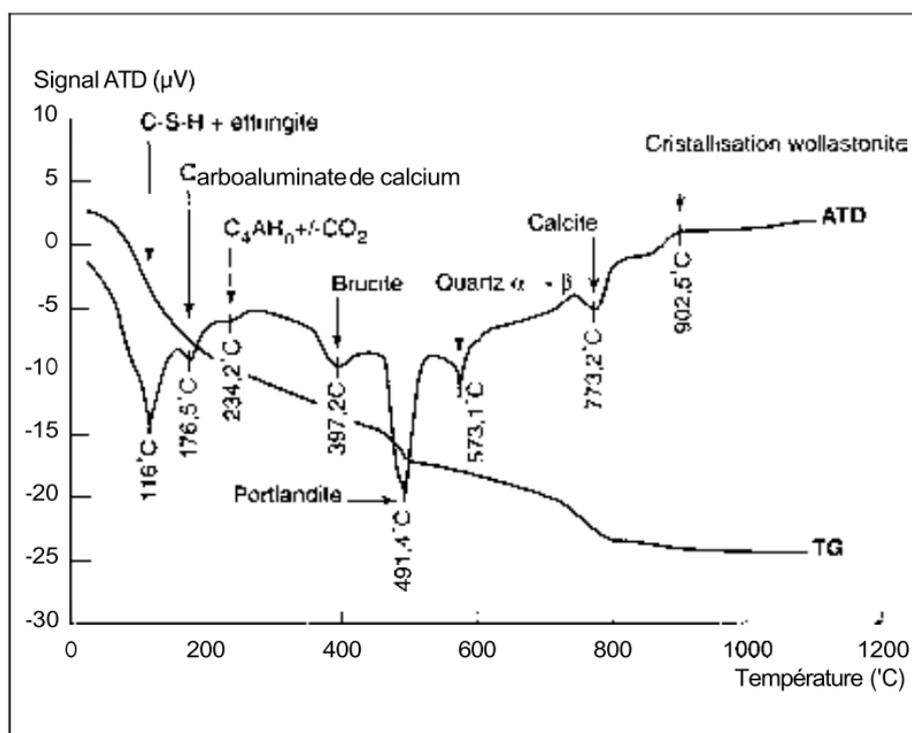


Figure 6.8. Courbe ATG et ATD types d'un échantillon de pâte cimentaire [186]

Dans cette étude, nous nous intéressons particulièrement à l'évolution de la teneur en portlandite ($Ca(OH)_2$) en fonction du taux de substitution des cénoosphères à différents âges pour pouvoir estimer leur réactivité pouzzolanique. En effet, lorsque la réaction d'hydratation du clinker libère de la portlandite, la réaction pouzzolanique en consomme :



La déshydroxylation de la portlandite se produit entre 400 °C et 600 °C ($Ca(OH)_2 \rightarrow CaO + H_2O$). La perte de masse $PM_{Ca(OH)_2(400^\circ \rightarrow 600^\circ C)}$ (%) due à l'évaporation de l'eau est alors utilisée pour calculer la quantité de portlandite présente en utilisant les masses molaires de la portlandite ($m_{Ca(OH)_2} = 74 \text{ g/mol}$) et celle de l'eau ($m_{H_2O} = 18 \text{ g/mol}$), rapportée à la masse du ciment dans le mélange [84] :

Équation 6.6

$$Ca(OH)_{2,mesuré}(\%) = PM_{Ca(OH)_2(400^\circ \rightarrow 600^\circ C)} \times \frac{m_{Ca(OH)_2}}{m_{H_2O}} \times \frac{m_{échantillon}}{m_{ciment}}$$

Aux différentes échéances d'analyse (7, 28, 90, 120 et 180 jours), des échantillons des pâtes cimentaires équivalentes des différents mortiers étudiés sont réduits en poudre. L'hétérogénéité de la pâte de ciment pour des échantillons de masse comprise entre 10 mg et 50 mg induit une erreur d'à peu près 5 % à 10 % sur les mesures d'ATG [174], [187]. Dans notre étude, nous prélevons des échantillons de poudre pesant entre 100 mg et 200 mg pour une meilleure représentativité. Les analyses sont conduites sur une plage de température allant de 20 °C à 1200 °C avec un pas de chauffe de 10 °C/min. De l'azote est utilisé comme gaz de purge.

Des observations au MEB et une analyse DRX pour la pâte de référence et celles avec $p=25\%$ sont aussi conduites à 180 jours pour compléter l'analyse de la microstructure. Pour les observations au MEB, la préparation des échantillons est la même que celle décrite au Chapitre 3 (section 3.2.2). Les pâtes cimentaires sont réduites en poudre pour les analyses DRX est le protocole suivi est le même que celui de l'analyse des cénoosphères (Section 3.2.2).

6.3. Résultats et discussion

6.3.1. Cinétique d'hydratation

Afin de mettre en évidence l'influence de la substitution du ciment sur la cinétique d'hydratation du mélange, les mesures de flux de chaleur sont généralement rapportées à la masse de ciment plutôt qu'à la masse totale du liant. L'influence du taux de substitution pour un type de cénoosphères donné (Figure 6.9) et celle du type de cénoosphères pour un taux de substitution donné (Figure 6.10) sont étudiées dans cette partie. Les résultats sont présentés uniquement sur une durée de 30 heures ; après cette durée, les flux de chaleur des différents mélanges sont très proches. Sur la Figure 6.9, on remarque que les flux de chaleur des mélanges de référence et pour $p = 5\%$ sont quasiment confondus, avec un dégagement de chaleur plus faible aux premières heures de la réaction en présence de cénoosphères. Cela pourrait être dû à la faible conductivité thermique des cénoosphères devant les autres composantes. Lorsque le taux de substitution est plus important ($p = 18\%$ et 25%), un effet retardateur ainsi qu'une valeur de pic légèrement plus élevée sont observés. Le pic de flux en présence de cénoosphères est enregistré environ une heure après celui du mortier témoin. En général, ce retard de prise est observé avec l'augmentation du rapport E/C [188] ou avec une substitution du ciment par des cendres volantes, qui est d'environ 2 h lorsque $p=25\%$ [162], [174]. Il est à noter qu'une hydratation différée du ciment peut être bénéfique d'un point de vue durabilité, car susceptible de cicatrifier d'éventuelles microfissures [186]. La hausse de la valeur du pic (quoiqu'assez modeste ici) est attribuée à l'*effet filler* qui a été présenté plus haut. Grâce à la surface supplémentaire fournies par les fines particules inertes, il y a création de sites de nucléation supplémentaires pour produits d'hydratation des phases de clinker [189]. L'effet filler que présentent les matériaux inertes est indépendant de leurs propriétés pouzzolaniques [190]. Cet effet physique se traduit par une chaleur cumulée dégagée plus importante que celle du mortier témoin. Ici, les courbes de chaleur cumulée en présence de cénoosphères sont quasiment identiques et superposables. Les cénoosphères ne semblent pas modifier de manière très significative la cinétique de l'hydratation du ciment, du moins au jeune âge.

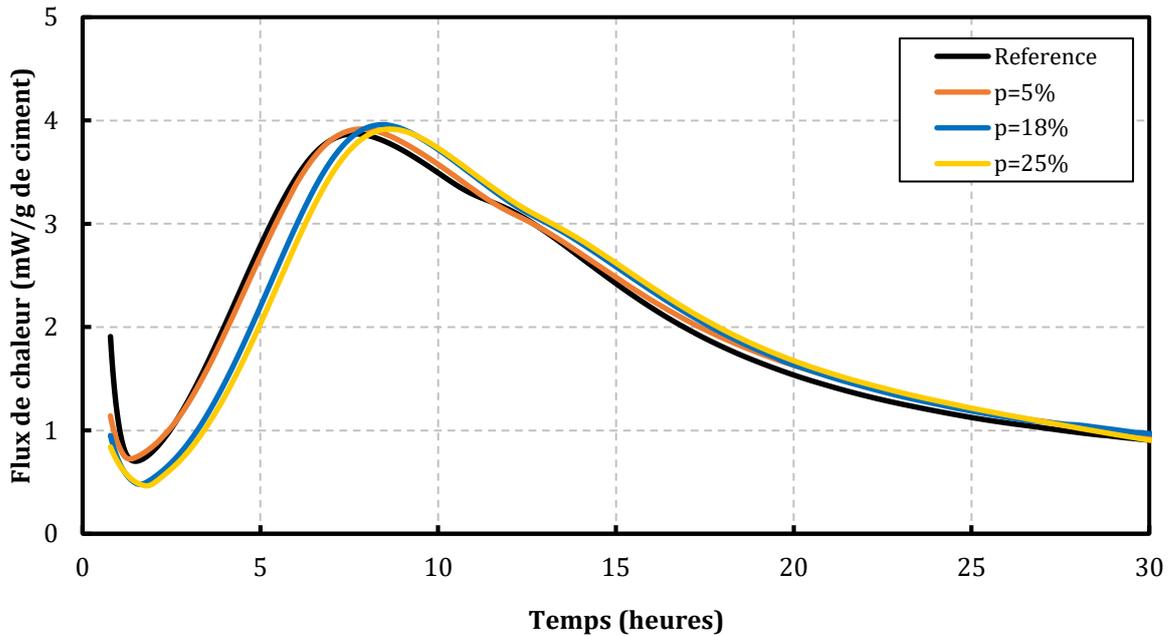


Figure 6.9. Evolution du flux de chaleur et de la chaleur cumulée normalisée avec le taux de substitution pour les cénoosphères CN125

Pour un taux de substitution donné, ici $p = 18\%$, la cinétique d'hydratation diffère légèrement en fonction du type de cénoosphères. Le même retard de prise est observé pour MCN200 tandis que la courbe de flux de chaleur de MCN215 est confondue avec celle du mortier témoin. Un léger bombement est noté sur la période de ralentissement du mortier avec CN200. Ce dernier correspond généralement à la dissolution de l'ettringite de type AFt en type AFm. Pour un même taux, il ne semble pas y avoir de corrélation entre la granulométrie des microsphères et leur contribution ; CN200 et CN215 ont des distributions granulométriques assez proches alors que CN215 ne présente à priori aucune contribution à l'hydratation du ciment.

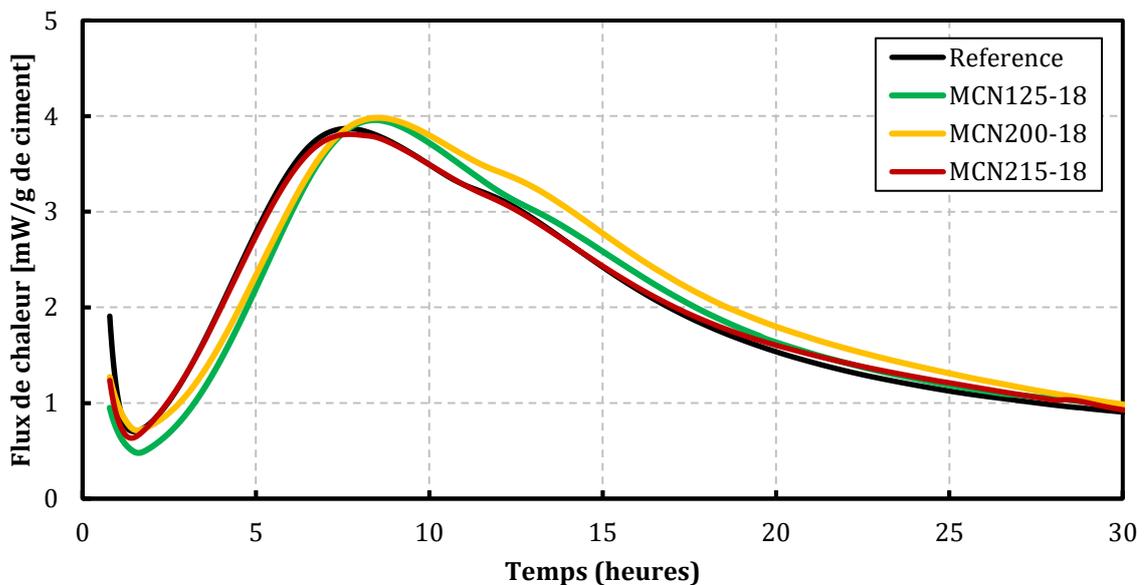


Figure 6.10. Flux de chaleur des mortiers normalisés pour $p=18\%$ en fonction du type de cénoosphères

Pour une échéance donnée, il est possible de calculer le degré d'hydratation du mélange à partir des courbes de chaleur cumulée. La définition de ce paramètre se fait en rapportant la chaleur cumulée émise à l'instant t à la chaleur totale théorique émise à $t = +\infty$. Pour un temps suffisamment grand, la chaleur est linéaire en fonction de $t^{-1/2}$, ce qui permet d'obtenir la chaleur à l'infini $Q(t = +\infty)$ par extrapolation et de calculer le degré d'hydratation comme suit :

Équation 6.7

$$\alpha(t) = \frac{Q(t)}{Q(t = +\infty)}$$

Les essais de calorimétrie isotherme ayant été effectués sur une durée de 7 jours, c'est à cette échéance que nous calculons le degré d'hydratation des mortiers (Figure 6.11). Pour un taux de substitution $p = 5\%$, le degré d'hydratation est légèrement amélioré pour les mortiers MCN125 et MCN215 par rapport au mortier témoin (environ 0.5 % et 1 % respectivement) tandis qu'il reste constant pour MCN200. Lorsque le taux de substitution augmente, la différence entre les trois cénosphères s'estompe mais en revanche le degré d'hydratation devient plus faible que celui du mortier témoin (1 % en moins pour $p = 25\%$). Les tendances obtenues sont à l'opposé de ce qui est observé en présence d'additions minérales inertes ou plus généralement pour des ratios E/C plus élevés. En effet, plus le taux de substitution – et par conséquent le rapport E/C – est élevé, meilleure est l'hydratation du ciment. L'un des mécanismes est la création de sites de nucléation supplémentaires présenté plus haut. Le second mécanisme est plus général car ne concerne pas uniquement les particules les plus fines. Lorsqu'une quantité de ciment est substituée par une addition inerte, pour un même rapport eau/solides, le rapport eau/clinker augmente et les hydrates ont plus d'espace pour précipiter étant donné que l'addition inerte n'en produit pas [170]–[172]. Pour les cénosphères, la principale différence avec les additions minérales classiques réside dans le volume occupé lors de la substitution. Pour le filler ou les cendres volantes par exemple, pour une même masse de solide, le volume occupé par l'addition est tout au plus égal à 1.2 celui du ciment, tandis que pour les cénosphères, ce rapport est compris entre 3 et 3.5 ! Pour une même quantité d'eau, une fraction plus grande de celle-ci sera utilisée pour mouiller le volume de cénosphères plus important. La quantité d'eau disponible pour hydrater le clinker est d'autant plus réduite que le taux de substitution est important, d'où un degré d'hydratation plus faible.

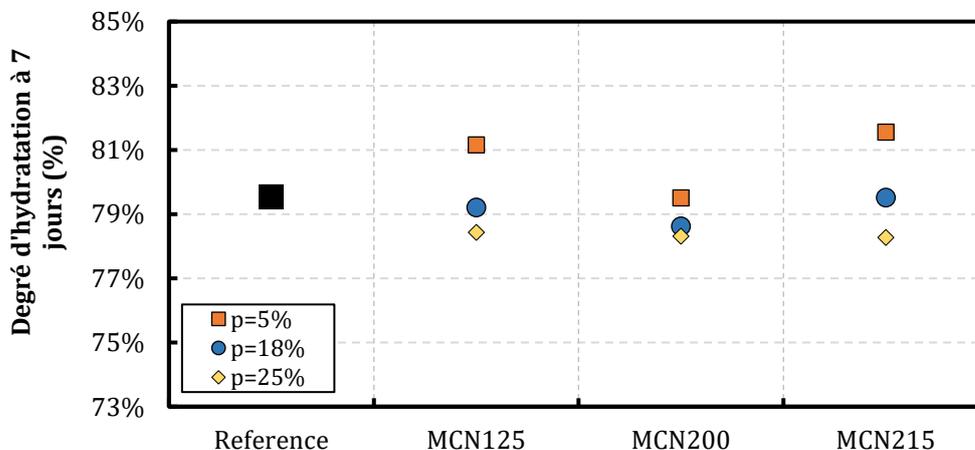


Figure 6.11. Degré d'hydratation des mortiers normalisés à 7 jours suivant le taux de substitution et le type de cénosphères

6.3.2. Résistance à la compression

Les Figure 6.12 à Figure 6.14 illustrent les résistances à la compression à 28 et 90 jours des mortiers contenant respectivement les cénosphères CN125, CN200 et CN215. Pour les trois matériaux et les trois taux de substitution, la performance mécanique des mortiers à cénosphères est plus faible que celle de la référence. Pour $p = 5\%$, MCN200 se démarque avec une meilleure résistance comparée aux deux autres mortiers à cénosphères. Ce résultat ne correspond pas à ce à quoi on aurait pu s'attendre dans la mesure où, pour les formules exploratoires menées au Chapitre 2, pour une faible et même teneur massique de cénosphères, ce sont les CN-125 qui exhibaient de meilleures performances. Nous aurions tendance à croire que, dans tous les cas, des additions plus fines seraient plus performantes que d'autres plus grossières. Pour faire la part des choses, nous rappelons qu'entre les deux groupes de formules, deux ciments différents ont été utilisés (CEM II 42.5 ALL et CEM I 52.5). Une sensibilité à la nature du ciment pour des additions siliceuses a été relevée par Caré et al [164] dans leur analyse statistique sur l'effet des additions minérales sur les propriétés d'usage des bétons. Dans leurs travaux, la meilleure performance des additions siliceuses grossières pour un ciment donné est attribuée à une meilleure correction granulaire par rapport aux additions fines. Toutefois, au-delà de $p=5\%$, cette différence s'efface et on trouve des performances égales pour les trois cénosphères. Entre 28 et 90 jours, l'évolution de la résistance à la compression de chaque mortier est très modérée. Pour les additions minérales à caractère pouzzolanique comme les cendres volantes, l'échéance de 90 jours est généralement rajoutée pour illustrer cette réactivité. Pour les cénosphères, si cette réactivité existe, elle semble être très faible ou tout du moins ne contribue pas de manière significative à la résistance à la compression du béton. Dans le cas des cendres volantes, la réaction pouzzolanique est très lente mais commence à se manifester au-delà de 28 jours. Pour des teneurs élevées en cendres volantes, seules 15 à 20 % semblent avoir réagi à 90 jours, mais contribuent néanmoins à une amélioration d'environ 20 % de la résistance à la compression [191], [192].

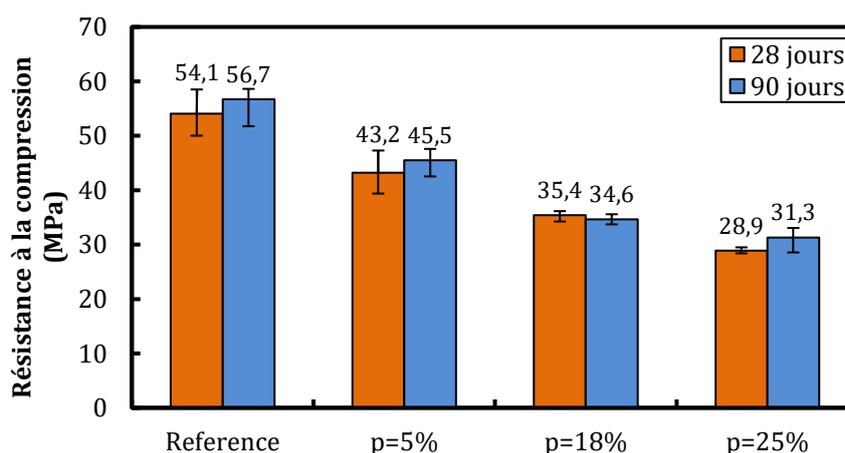


Figure 6.12. Résistances à la compression à 28 et 90 jours des mortiers MCN125

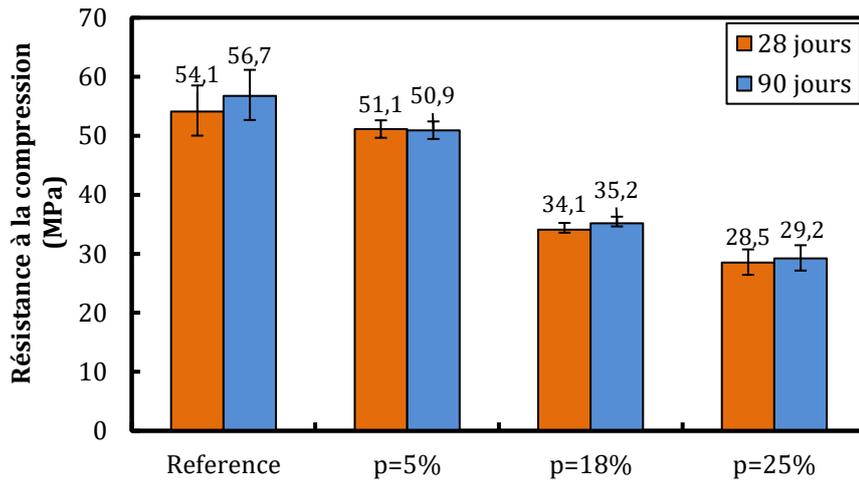


Figure 6.13. Résistances à la compression à 28 et 90 jours des mortiers MCN200

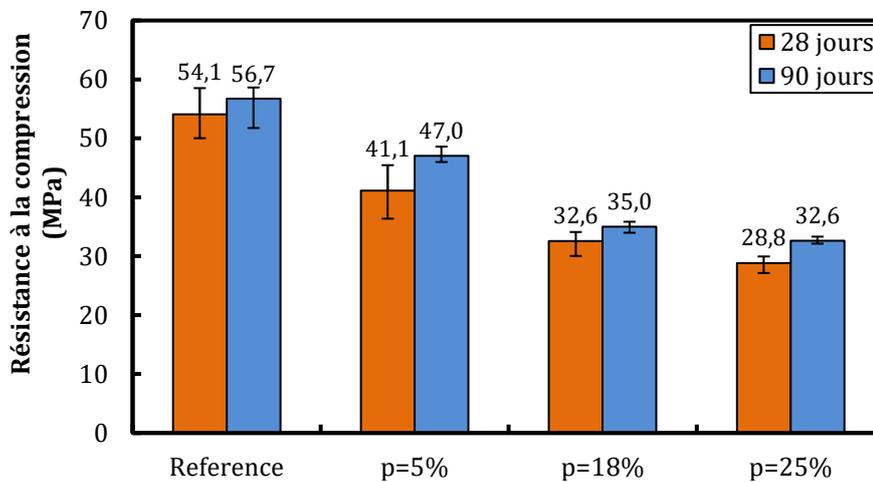


Figure 6.14. Résistances à la compression à 28 et 90 jours des mortiers MCN215

6.3.3. Indice et coefficient d'activité

Les indices d'activité des 9 mortiers à 28 jours sont présentés sur la Figure 6.15 et à 90 jours sur la Figure 6.16. Pour une meilleure interprétation, nous traçons la droite correspondant à une addition théoriquement inerte ($k = 0$) pour les taux de substitution étudiés (Tableau 6.3). Le domaine au-dessus de la droite correspond à une addition dont l'activité est supposée *normale*, celui d'au-dessous à une addition dont l'activité est supposée *néfaste*. Pour les trois taux de substitutions et les trois cénoosphères - à une exception près- l'indice d'activité est plus faible que celui d'une addition théoriquement inerte. Pour chaque taux, la différence est d'environ 13-15 % à 28 jours et 12-14 % à 90 jours par rapport à celle-ci. Pour des taux de substitution du ciment de 18 % et 25 %, la perte en résistance engendrée correspond environ au double du taux substitué, ce qui est largement plus important que ce qu'on obtient pour des cendres volantes (Figure 6.17). Pour une substitution du ciment par 25 % et 50 % de cendres volantes, la perte de résistance est d'environ 25 % et 55 % respectivement. Celle-ci reste du même ordre de grandeur que la quantité substituée.

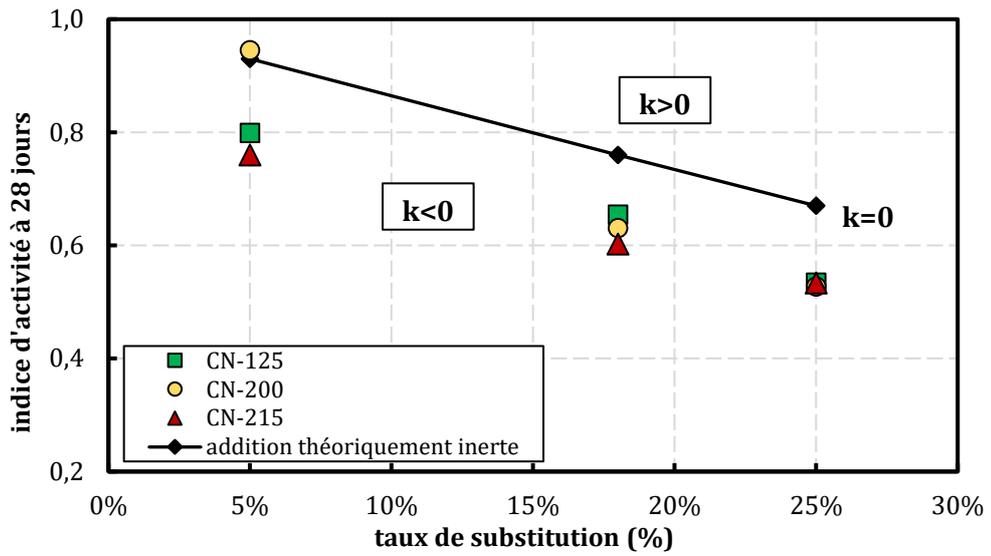


Figure 6.15. Indice d'activité à 28 jours des mortiers en fonction du taux de substitution et type de cénosphères

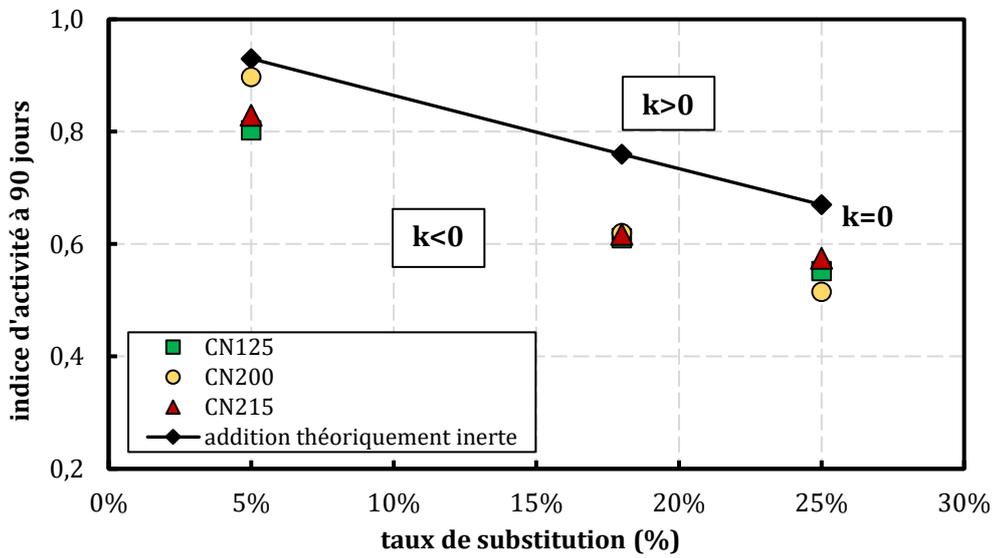


Figure 6.16. Indice d'activité à 90 jours des mortiers en fonction du taux de substitution et type de cénosphères

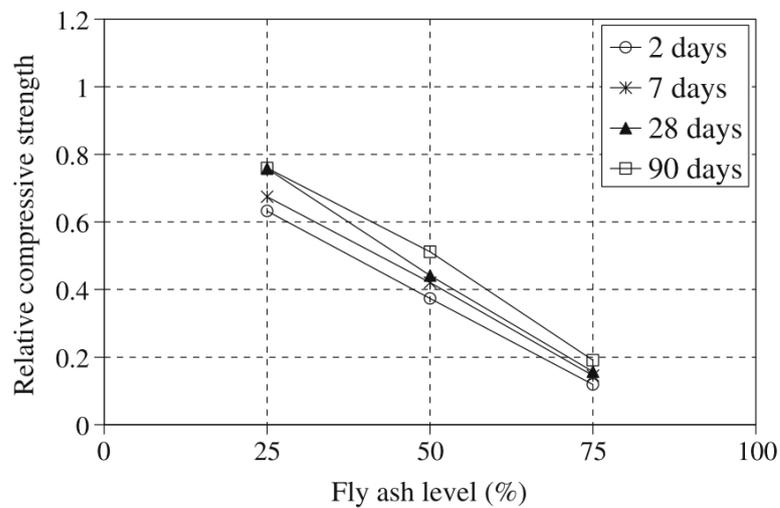


Figure 6.17. Evolution de l'indice d'activité des mortiers en fonction de l'âge et du taux de cendres volantes [91]

C'est bien cette perte plus importante que la quantité de ciment substituée qui rend l'activité des cénosphères *néfaste* à celle du ciment, avec un coefficient d'activité k - tel que défini par la méthode de Bolomey - négatif. Cela signifie que l'on ne peut, d'un point de vue de performance mécanique et dans une plus large mesure de durabilité, substituer les cénosphères au ciment. Pour deux mortiers ayant une même teneur en ciment, cet effet se traduira par une résistance à la compression plus faible en présence de cénosphères. C'est le résultat que nous avons obtenu en Partie II pour les BISAP. Les cénosphères ne présentent donc, *a priori*, aucun des effets physiques ni chimiques favorables qu'exercent les additions minérales sur la résistance à la compression présentés dans notre revue bibliographique, ou du moins de façon non notoire aux échéances étudiées. Nous présentons les valeurs du coefficient d'activité des 9 mortiers à 28 jours dans le Tableau 6.4. Excepté pour le mélange MCN200-5, l'activité la plus *néfaste* est enregistrée pour $p = 5\%$; et pour les trois cénosphères, le coefficient d'activité k augmente -tout en restant négatif - avec le taux de substitution. Les valeurs les plus intéressantes sont retrouvées pour CN125 à $p = 18\%$ et $p = 25\%$.

Tableau 6.4. Coefficient d'activité par la méthode de Bolomey des cénosphères en fonction du taux de substitution à 28 jours

Mortier	$p = 5\%$	$p = 18\%$	$p = 25\%$
M-CN125	-2.02	-0.44	-0.39
M-CN200	0.18	-0.54	-0.42
M-CN215	-2.6	-0.66	-0.40

6.3.4. Microstructure

L'analyse de la microstructure s'est effectuée sur des pâtes cimentaires dont la composition est équivalente à celle des mortiers normalisés. Ce passage du mortier à la pâte est dicté par la finesse requise par les dispositifs expérimentaux utilisés pour la caractérisation. Le sable étant inerte, il est supposé ne pas influencer la distribution des phases solides de la matrice, point qui nous intéresse dans cette partie. Une vue globale des mesures effectuées par ATG pour les mélanges où $p = 25\%$ à la première et dernière échéance de mesure sont présentées sur la Figure 6.18 (7 jours) et la Figure 6.19 (180 jours).

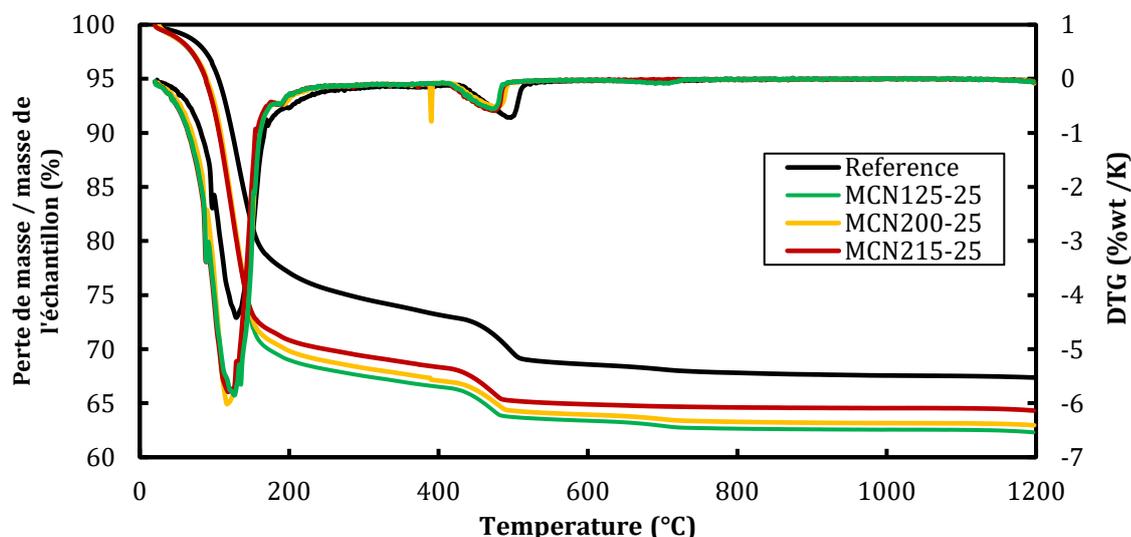


Figure 6.18. Comparatif des courbes d'ATG des pâtes cimentaires suivant la nature des cénosphères pour $p = 25\%$ à 7 jours

Aux deux échéances, on distingue deux principaux pics sur les courbes de DTG. Le premier pic est souvent le siège de plusieurs transformations combinées ; entre 20 °C et 200 °C, on considère que l'eau libre est complètement évaporée. L'eau liée commence à partir dès 105°C. Ce pic est également généralement attribué à la réaction endothermique de la décomposition de l'ettringite, des CSH et du gypse. L'eau entre les colonnes composant la géométrie prismatique hexagonale de l'ettringite part aux alentours de 100 °C [84]. Pour les CSH, une grande partie de leur déshydroxylation ainsi que le départ d'eau liée présente dans les inter-couches ont lieu dans cet intervalle. La transformation des CSH continue toutefois sur un large intervalle, jusqu'à environ 600 °C, et peut se cristalliser en wollastonite entre 800 °C et 900 °C [84]. Entre 100 °C et 140 °C a également lieu une première transformation du gypse en hémihydrates [84]. Aux deux échéances, la perte de masse est légèrement plus importante en présence de cénoosphères. Les températures de la valeur maximale du pic sont également légèrement décalées. A 7 jours, elle est de 137 °C environ pour la pâte témoin et de 125 °C à peu près en présence de cénoosphères. Six mois plus tard, les valeurs maximales du pic se produisent à des températures légèrement plus basses (111 °C pour la référence et 105 °C pour les cénoosphères). Ce léger décalage de la décomposition dans le temps a également été noté par d'autres auteurs pour des pâtes cimentaires contenant du filler calcaire [84], [193]. Le deuxième pic, entre 450 °C et 500 °C correspond à la réaction endothermique de la déshydroxylation de la portlandite (Figure 6.8). Nous nous intéresserons à la quantification de ce pic par la suite pour étudier la réactivité pouzzolanique des cénoosphères. Son amplitude est plus faible en présence de celles-ci. Comme pour le premier pic, nous observons des écarts de température à ses valeurs maximales. A 7 jours (resp. 180 jours), il prend effet à 503 °C (resp. 507 °C) pour la référence et 480 °C (resp. 465 °C) en présence de cénoosphères. Nous tenons à préciser que la chute abrupte de la perte de masse un peu avant le 2^{ème} pic, observée à 180 jours pour les mélanges M-CN200 et M-CN215 ne correspond pas à des décompositions de phases mais plutôt à des artefacts expérimentaux, sans nul doute due à un tassement imparfait des poudres lors de la chauffe. En général, on observe également un troisième pic entre 700 °C et 800 °C qui correspond à la décomposition de la calcite ou la carbonatation des mélanges. Il n'est pas observé aux deux échéances – et plus généralement aux échéances intermédiaires – dans le cas de nos mélanges.

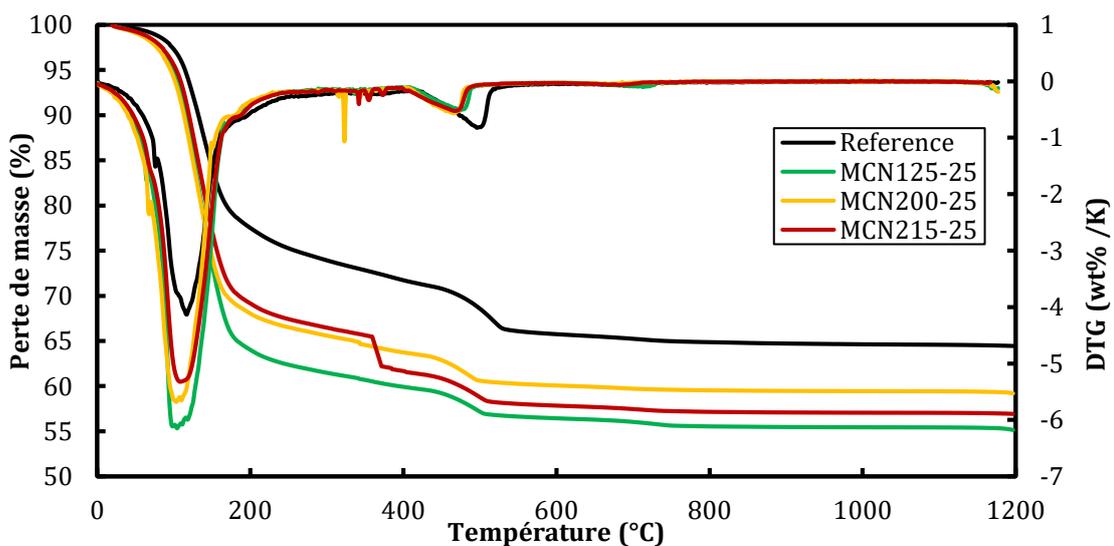
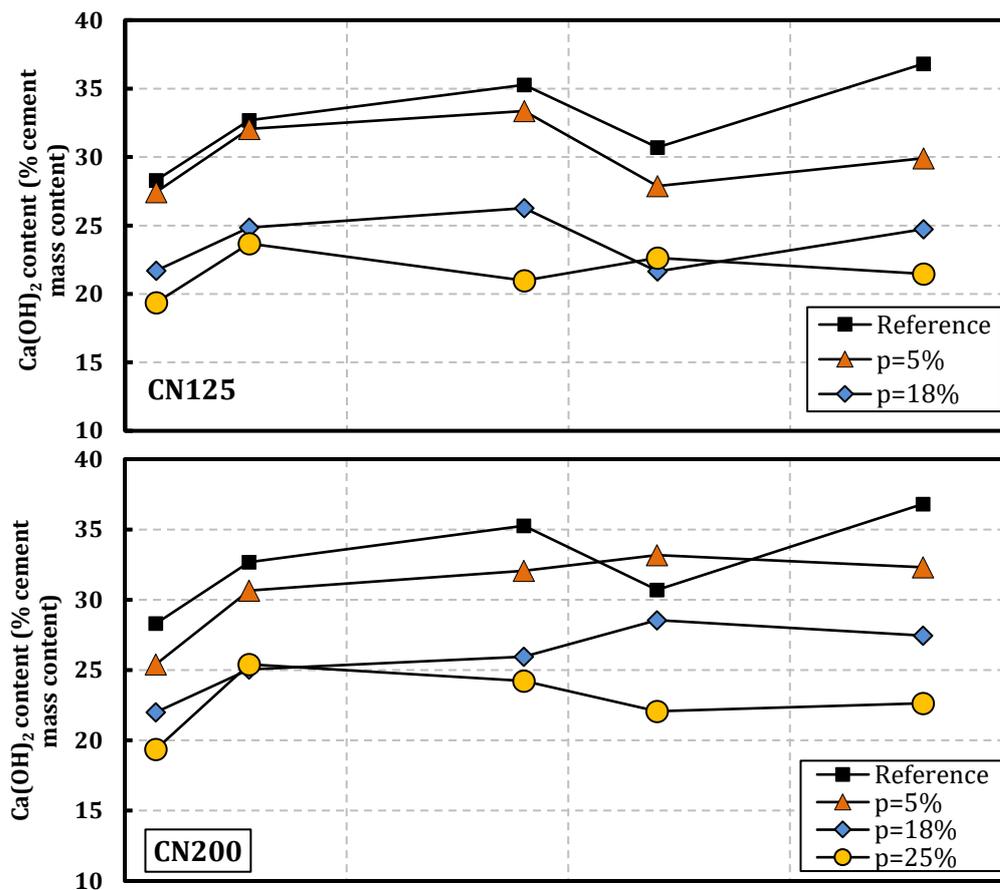


Figure 6.19. Comparatif des courbes d'ATG des pâtes cimentaires suivant la nature des cénoosphères pour p=25% à 180 jours

La Figure 6.20 regroupe l'évolution de la teneur en portlandite en fonction du taux de substitution pour chaque type de cénoosphères. La portlandite présente dans nos mélanges est déterminée à travers l'eau évaporée entre 400 °C et 600 °C rapportée à la masse de ciment (Équation 6.6). Pour les trois matériaux, la teneur en portlandite des pâtes diminue avec le taux de substitution et, de manière générale, augmente avec le temps. L'augmentation progressive de la portlandite dans le temps traduit une avancée de l'hydratation des mélanges [194]. Entre 7 et 28 jours, l'évolution de celle-ci est identique pour toutes les pâtes à tous taux confondus. Dans le cas des cendres volantes, Deschner et al [174] ont observé une augmentation de la portlandite épousant celle de la pâte de ciment seul jusqu'à une valeur maximale à 7 jours, suivie d'une diminution progressive jusqu'à l'échéance finale (550 jours). Cet écart creusé est interprété comme une avancée de la réaction pouzzolanique. Toutefois, si l'on compare, pour tous les mélanges, les valeurs enregistrées à 7 jours et 180 jours, l'écart par rapport à la référence augmente. En particulier, si l'on prend les pâtes avec $p=25\%$, pour les trois cénoosphères l'écart en teneur en portlandite passe de 9 % environ à 7 jours à 14 % environ à 180 jours. Toutefois, nous ne pouvons attribuer ces écarts grandissants – et modestes – directement à une réaction pouzzolanique des cénoosphères. Même si les teneurs en portlandite ont été normalisées par rapport à la teneur en ciment, il n'en reste pas moins que les ratios E/C des pâtes sont différents. Ceci implique des réactions et des produits d'hydratation – la portlandite entre autres – différents [195]. Pour chaque échéance, l'écart entre la référence et la pâte à cénoosphères est une combinaison de ces deux effets.



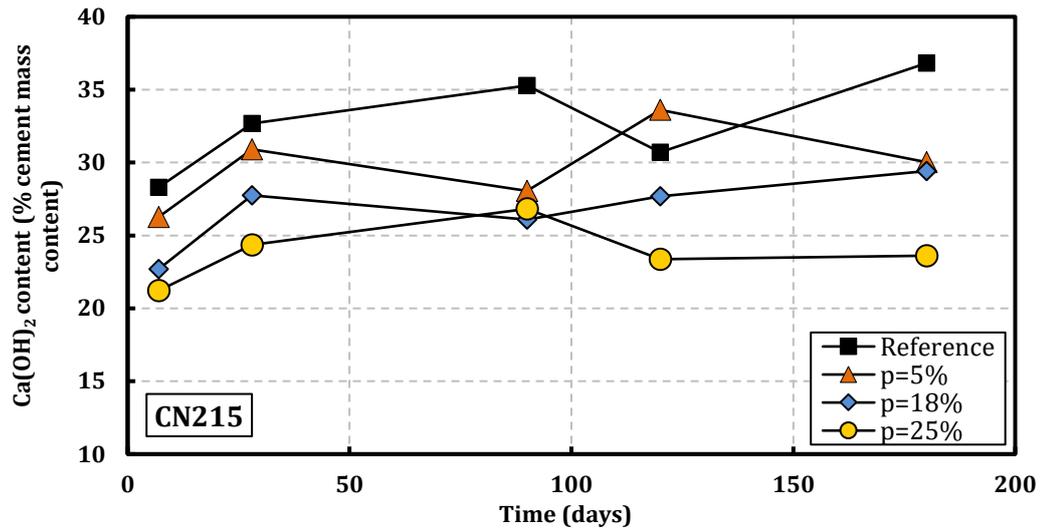


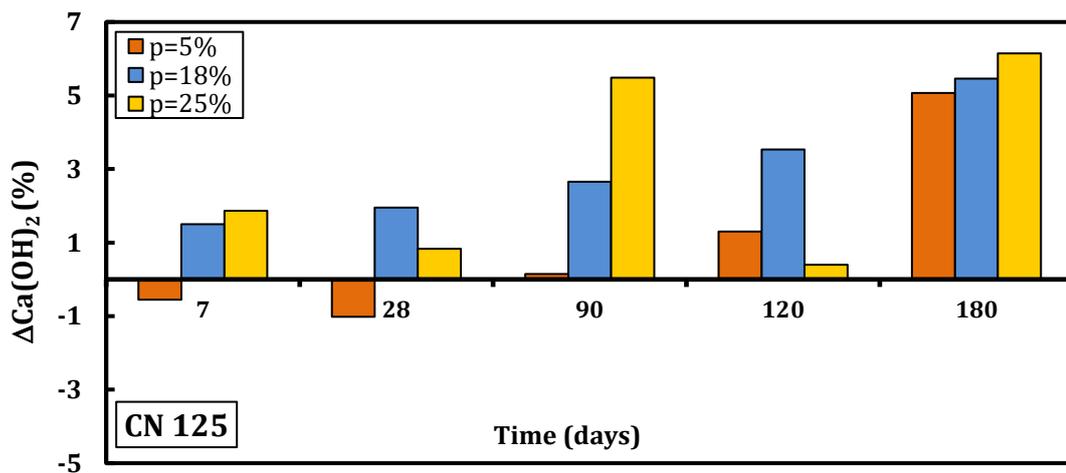
Figure 6.20. Evolution de la teneur en portlandite en fonction du taux de substitution pour chaque type de cénosphères

Pour isoler la contribution de la réaction pouzzolanique des cénosphères, nous proposons de calculer une différence de portlandite *normalisée* :

Équation 6.8

$$\Delta Ca(OH)_2(p, t) = Ca(OH)_{2ref}(t) \times (1 - p) - Ca(OH)_{2produite}(p, t)$$

La portlandite produite par la pâte de ciment est pondérée de telle sorte à ne garder que la quantité issue de la même quantité de clinker présente dans la pâte avec cénosphères. Avec cette approximation, nous considérons que cet écart est dans la mesure d'illustrer uniquement la contribution des cénosphères. S'il est positif, cela signifie qu'il y a consommation de portlandite dans la pâte à cénosphères par une réaction pouzzolanique de celles-ci. Dans le cas contraire, cette réactivité est considérée ne pas avoir lieu. Pour chaque type de cénosphères, nous illustrons l'évolution de la quantité de portlandite normalisée en fonction du taux de substitution dans temps (Figure 6.21)



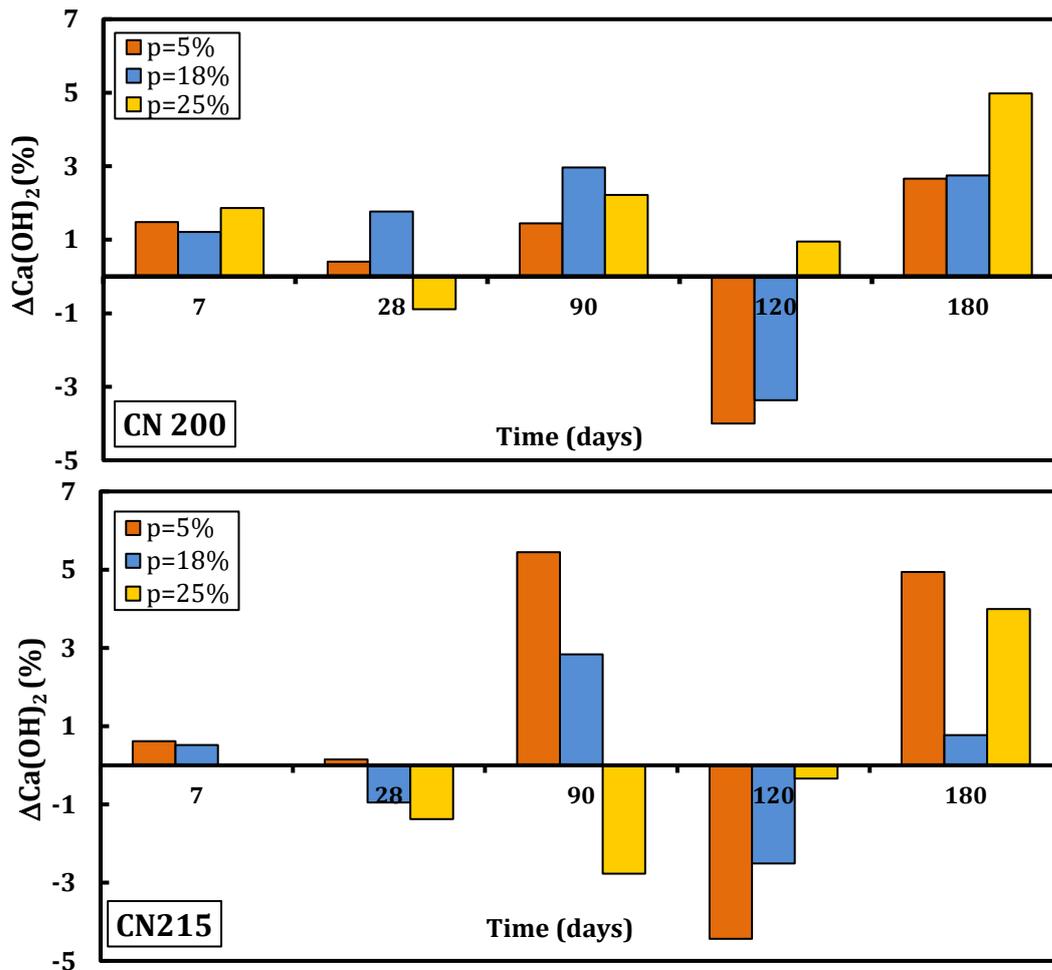


Figure 6.21. Evolution de la portlandite normalisée par rapport à la référence avec le taux de substitution du ciment p% et le type de cénoosphères

Les résultats montrent que la réaction pouzzolanique des cénoosphères est très limitée et, lorsqu'elle se manifeste, ce n'est qu'à un âge assez avancé. L'évolution la plus homogène et aboutie est observée pour les cénoosphères CN125, qui, nous le rappelons, présentent la granulométrie la moins grossière des trois. La réactivité présentée est différente suivant la concentration des microsphères dans la matrice. Pour p=5 %, la quantité de portlandite normalisée est nulle voire négative et ce jusqu'à 120 jours. A p=18 % et 25 %, les valeurs de $\Delta Ca(OH)_2$ sont toutes positives et ce dès la première échéance de mesure, même si les valeurs restent assez modestes au premier mois. Les valeurs plus basses à 4 mois pour les trois taux sont dues à une quantité de portlandite produite de la pâte référence plus faible par rapport aux autres échéances. C'est à l'âge de six mois que les quantités les plus importantes ont été enregistrées pour les trois compositions. Cependant, il est nécessaire de les relativiser, car les valeurs obtenues à cette échéance correspondent à ce que d'autres auteurs ont obtenu à 28 jours pour des liants ternaires à base de métakaolin et de filler calcaire [196]. La réaction pouzzolanique des cénoosphères est donc très faible devant celle qu'exhibent d'autres additions minérales. Ce constat vient rejoindre les observations MEB effectuées sur les pâtes cimentaires étudiées au Chapitre 3, où aucune réactivité des cénoosphères n'a été observée à cette échéance. Pour les deux autres microsphères, l'évolution en fonction du temps et du taux de substitution est moins franche. A quasiment toutes les échéances (sauf pour p = 5 %), les valeurs de $\Delta Ca(OH)_2$ sont inférieures à celles de CN125. La réaction pouzzolanique des

cénosphères est donc d'autant plus faible que leur granulométrie est grossière, comme cela a été suggéré par d'autres auteurs [183].

Afin de vérifier si les écarts de performance mécaniques pouvaient être corrélés à la réaction enregistrée, nous avons lié les indices d'activités des mortiers normalisés calculés à 28 jours et 90 jours à la teneur en portlandite mesurée sur les pâtes équivalentes. Les résultats sont présentés sur les Figure 6.22 (28 jours) et Figure 6.23 (90 jours). Aux deux échéances et pour les trois taux de substitution, nous pouvons remarquer qu'il n'y a pas de corrélation entre ces deux grandeurs. Si la réaction pouzzolanique à ces échéances était significative, on aurait observé une amélioration de l'indice d'activité avec l'augmentation du $\Delta Ca(OH)_2$. Or, si l'on fait une comparaison horizontale, on retrouve des indices d'activité très proches mais des valeurs de $\Delta Ca(OH)_2$ aussi bien positives que négatives, alors même que la teneur en clinker est identique (même taux de substitution). De même lorsqu'on fait une comparaison verticale, on note des indices d'activité différents pour des $\Delta Ca(OH)_2$ assez proches, en particulier à 28 jours. Lorsque comparée au ciment, l'activité chimique des cénosphères n'est donc pas en mesure de contribuer à la résistance mécanique des mortiers et c'est l'effet granulaire défavorable ainsi que l'introduction de zones de faiblesse autour des capsules (cf Chapitre 3 section 3.3.2) qui l'emportent sur la diminution de celle-ci.

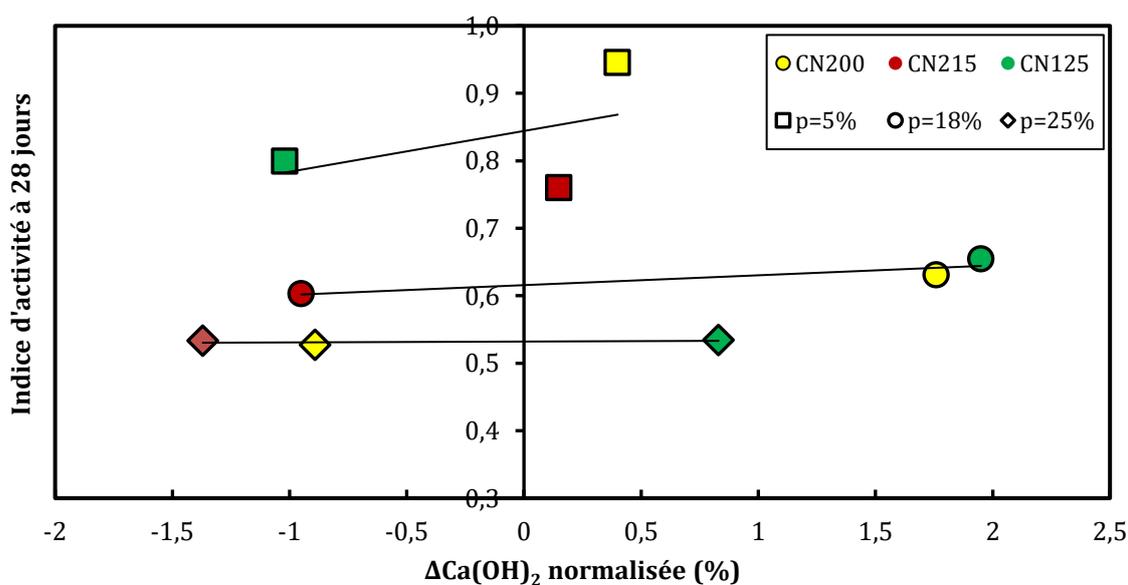


Figure 6.22. Corrélation entre la quantité de portlandite normalisée et l'indice d'activité à 28 jours

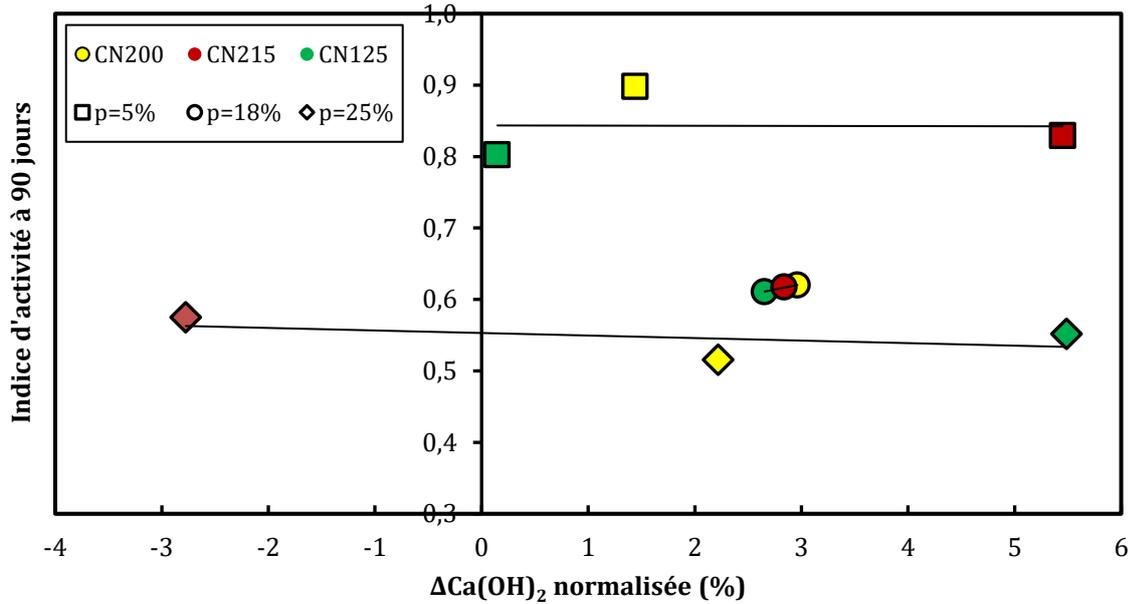


Figure 6.23. Corrélation entre la quantité de portlandite normalisée et l'indice d'activité à 90 jours

C'est à l'échéance de 180 jours et pour $p=25\%$ que nous observons la plus « forte » réaction pouzzolanique. Nous complétons donc l'analyse de la microstructure de ces formules à cette échéance-là par une analyse DRX et des observations au MEB.

Les diffractogrammes des pâtes avec $p=25\%$ ainsi que la référence sont présentés sur la Figure 6.24. Ces derniers viennent confirmer et compléter les données d'ATG. On retrouve la portlandite et l'ettringite comme principales phases cristallisées, avec, en plus, de la mullite et de la calcite. Qualitativement, nous pouvons noter la présence d'une quantité plus faible de portlandite pour les pâtes à cénoosphères à travers des intensités de pics légèrement plus faibles, en particulier pour CN125 et CN200. La mullite, qui est l'une des principales phases cristallisées des cénoosphères, est retrouvée dans les trois pâtes à base de ces dernières et dans une moindre mesure dans la référence. La même chose est valable pour la calcite. Le mélange avec CN125 présente le plus grand pic. Deux hypothèses peuvent être émises par rapport à cela. La première est la carbonatation de la pâte pendant la période de préparation du mélange ; la seconde est que la teneur en calcite provient des cénoosphères en elles-mêmes. En effet, comme nous y avons fait allusion dans la synthèse bibliographique sur les propriétés des cénoosphères (section 3.1.2), des traces de calcite sont souvent retrouvées à la surface des cénoosphères, et certains auteurs relèvent des quantités d'autant plus importantes que la granulométrie des capsules est faible [82].

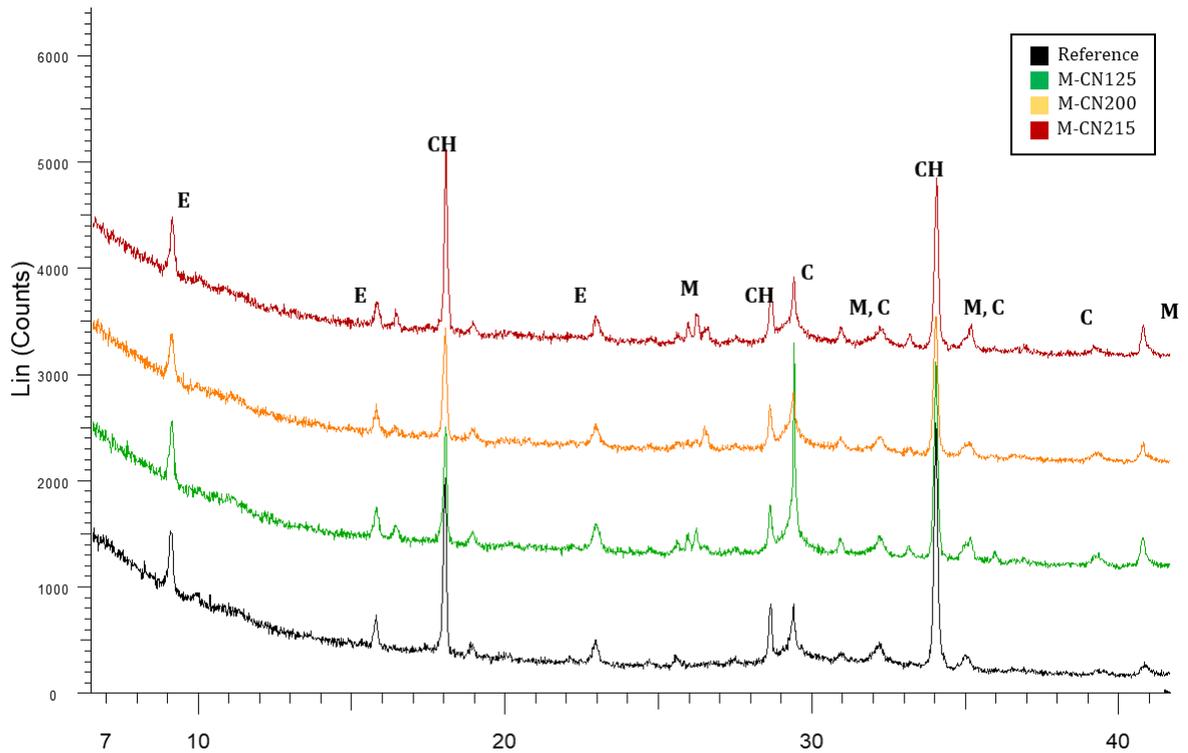


Figure 6.24. Analyse DRX de poudres des pâtes avec cénoosphères à p=25% à 180 jours avec E : Ettringite, CH : Portlandite, M : Mullite, C : Calcite

Les cénoosphères, comme les cendres volantes, sont caractérisées par une grande hétérogénéité et variabilité de la composition chimique des particules – degré de cristallinité et contenu amorphe-. L'illustration de quelques particules uniquement peut donc difficilement être considérée représentative de cette hétérogénéité. Néanmoins, des observations MEB permettent de constater visuellement la réactivité relevée et les changements de microstructure qui en découleraient sur les cénoosphères au sein des matrices cimentaires. Quelques images des particules qui semblent avoir réagi ont été sélectionnées pour les trois pâtes cimentaires à cénoosphères et sont présentées dans la suite (Figure 6.25 à Figure 6.27).

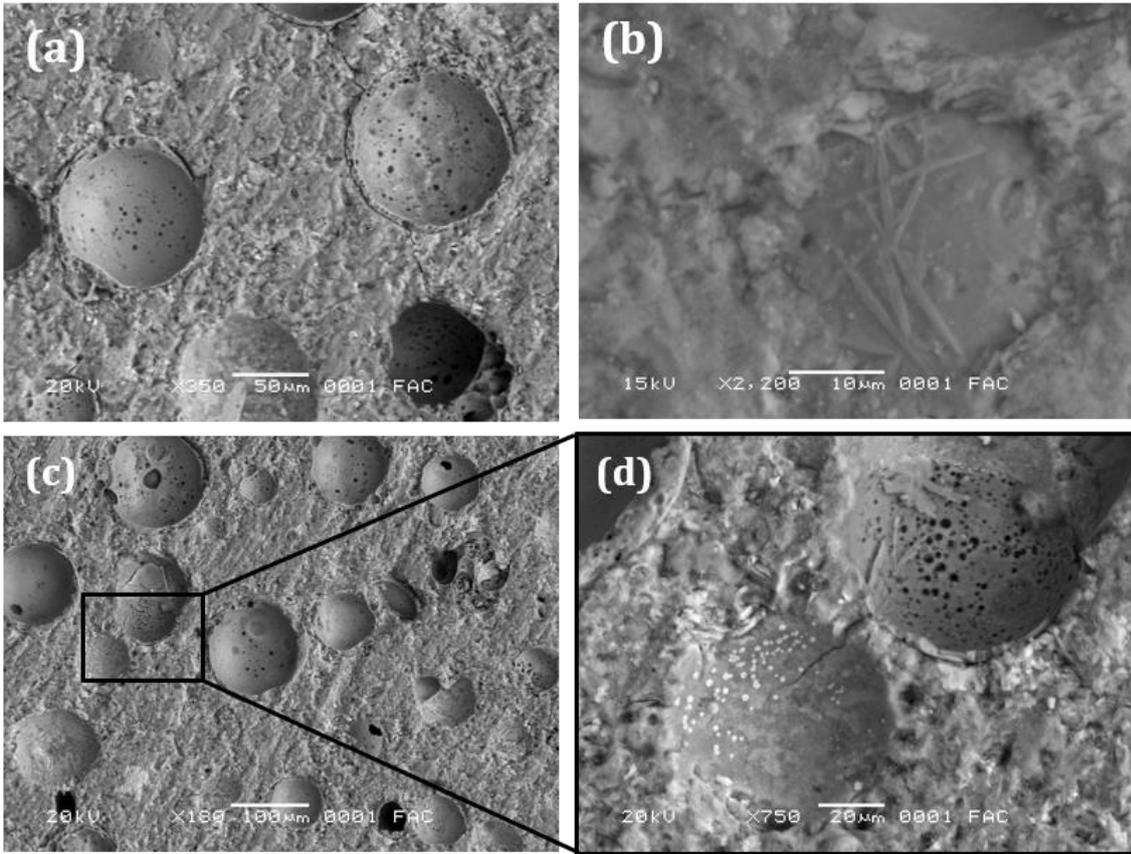


Figure 6.25. Observations MEB des pâtes de ciment MCN125-25 à 180 jours

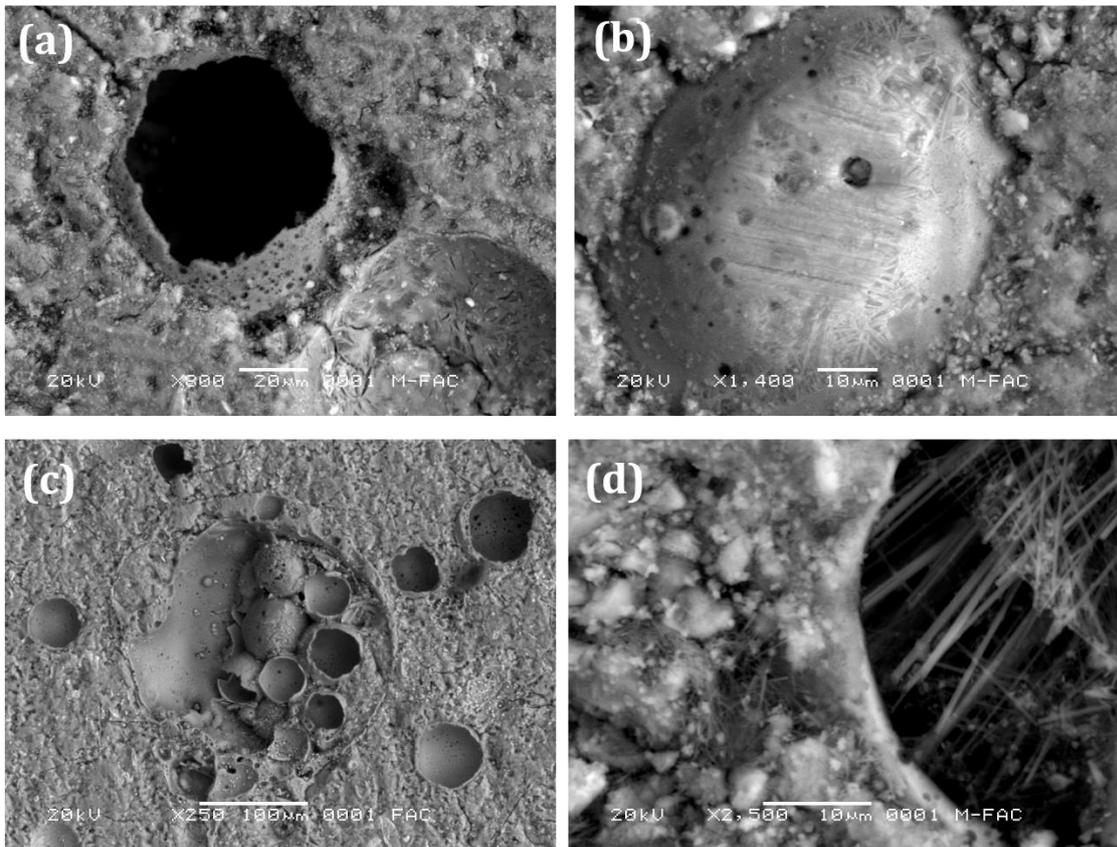


Figure 6.26. Observations MEB des pâtes de ciment MCN200-25 à 180 jours

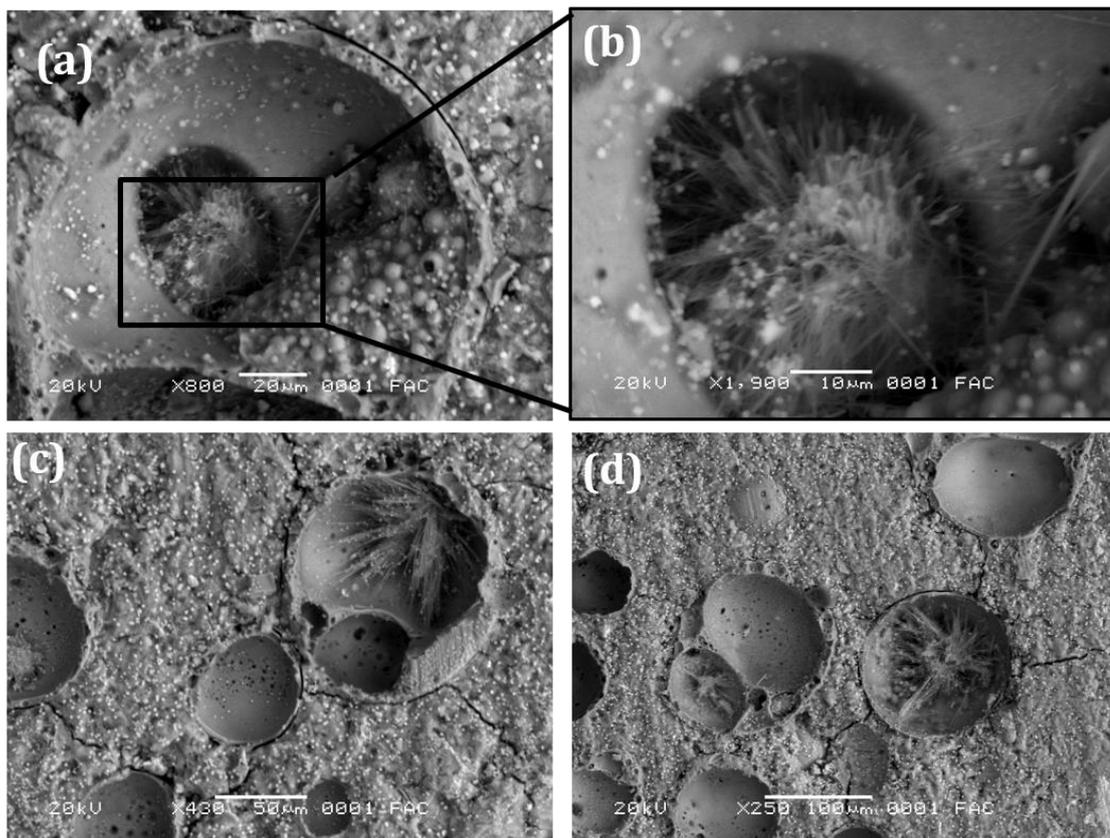


Figure 6.27. Observations MEB des pâtes de ciment MCN215-25 à 180 jours

Pour les trois cénoosphères, on observe une porosité plus accrue des capsules, signe d'une dissolution partielle par la réaction pouzzolanique. Celle-ci est particulièrement plus prononcée pour CN125, où un plus grand nombre de particules en cours de dissolution sont présentes. Pour certaines capsules, on observe une exposition d'aiguilles de mullite à la surface extérieure des cénoosphères (Figure 6.25-b et dans une moindre mesure Figure 6.26-b). Cette structure caractéristique a également été observée par Diamond [89] dans ses travaux sur la morphologie externe des cendres volantes. Ce dernier a brièvement exposé les cénoosphères à de l'acide fluorhydrique, l'un des rares liquides capables de dissoudre le verre. D'après nos observations, il ne semble pas y avoir de produits d'hydratation supplémentaires à l'intérieur de CN125, si ce n'est peut-être une meilleure adhérence à la matrice environnante comparé aux observations à 28 jours.

Dans le cas des pâtes avec les cénoosphères CN200 et CN215, on observe, en plus des considérations précédentes, une présence importante des cristaux de forme aciculaire d'ettringite à l'intérieur de certaines capsules (Figure 6.26-d et Figure 6.27). L'ettringite est l'un des principaux produits de l'hydratation de ciment qui se forme entre gypse et les aluminates de calcium. L'ettringite de type primaire cristallise dans les espaces vides du matériau avant le durcissement du béton tandis que l'ettringite de formation tardive, expansive, cristallise dans le béton durci. Les cénoosphères, comme les cendres volantes, sont une source supplémentaire d'aluminium qui serait à même d'alimenter la formation supplémentaire d'ettringite en milieu basique. Le fait qu'on retrouve ces aiguilles uniquement à l'intérieur des cénoosphères CN200 et CN215 est sans doute lié à leur relative fragilité dans la mesure où lorsqu'elles se percent (ou réagissent), la solution interstitielle peut pénétrer à

l'intérieur des capsules et former des « bouquets » d'aiguilles en séchant (Figure 6.27- c et - d). En général, lorsque l'ettringite se forme dans des espaces libres tels que la porosité capillaire ou les bulles d'air, elle cristallise en gros cristaux ; certains auteurs observent des cristaux allant jusqu'à 120 μm [197], [198]. La cavité intérieure de certaines capsules semble donc jouer également ce rôle de sites vacants pour la précipitation de l'ettringite. D'après l'analyse DRX, il semblerait toutefois que les teneurs en ettringite des trois pâtes ne soient guère significativement différentes, même si l'on observe *a priori* une plus grande teneur pour CN215 du fait de la formation à l'intérieur des capsules. Ceci est peut-être attribué au fait que la DRX ne fait pas la différence entre l'ettringite bien cristallisée – que ce soit dans les cénoosphères ou les pores d'air occlus – et l'ettringite micrométrique mélangée aux CSH.

6.4. Bilan

Pour les trois granulométries étudiées et aux différents taux de substitution, les cénoosphères présentent une activité *néfaste* à celle du ciment (au sens de l'indice d'activité), et ce aussi bien à 28 qu'à 90 jours. En effet, à tous les taux de substitution, les cénoosphères présentent des valeurs d'indice d'activité inférieures à ceux qu'aurait une addition *théoriquement inerte*, ce qui correspond à un coefficient de prise en compte négatif. Contrairement à ce qui est observé pour certaines additions minérales, l'hydratation du ciment n'est pas améliorée par leur présence, en particulier pour les taux de substitution les plus importants. Les cénoosphères – en particulier CN125 – présentent une faible réactivité pouzzolanique qui ne se manifeste d'autant plus qu'à un âge très avancé. Cette contribution d'ordre chimique est négligeable aux échéances étudiées et ne contribuent pas à la résistance mécanique des mortiers à cénoosphères dont la chute est plutôt pilotée par l'effet granulaire défavorable des capsules. Il serait intéressant de regarder si la contribution de cette réaction pouzzolanique aux propriétés mécaniques devient significative aux échéances auxquelles elle se manifeste de façon notable.

L'utilisation des cénoosphères comme substitut au ciment ne peut donc être justifiée ni d'un point de vue mécanique, ni de durabilité si l'on considère la résistance à la compression comme un indicateur général de la durabilité potentielle des mortiers étudiés, et ce même en dehors du contexte normatif. Dans la formulation des BISAP au chapitre 4, nous avons utilisé les cénoosphères comme substitut partiel du filler de remplissage. Or, même si d'un point de vue normatif, cette quantité n'est pas comptabilisée dans le liant équivalent, elle contribue néanmoins aux propriétés mécaniques de la pâte, et serait à même d'influer sur la durabilité du béton. Dans le dernier chapitre de ce manuscrit, nous proposons donc d'analyser la sensibilité des BISAP formulés vis-à-vis de certains indicateurs de durabilité.

7. SENSIBILITE DES BETONS AVEC CENOSPHERES A DES INDICATEURS DE DURABILITE

En parlant de la durabilité d'un béton, on sous-entend généralement une garantie de qualité orientant aussi bien la conception de l'ouvrage que celle du matériau et sa durée de vie – prise à 50 ans *au minima* dans les normes actuelles [199]. Pour prédire ou évaluer celle-ci, il est nécessaire de connaître les mécanismes potentiellement acteurs des dégradations à prévenir et la réponse du matériau à celles-ci. On peut citer, sans être exhaustifs, les réactions chimiques internes, telles que l'alcali-réaction ou encore les attaques sulfatiques internes et les cycles de gel-dégel, pouvant conduire à un gonflement et/ou fissuration du matériau. La carbonatation est également un mécanisme très important à prendre en compte pour limiter la corrosion des armatures du béton armé et garantir une durée de vie en service réglementaire.

Toutes ces dégradations sont prises en compte dans le cadre de l'approche performantielle à travers des indicateurs de durabilité généraux ou spécifiques. Dans le chapitre précédent, nous nous sommes plus focalisés sur l'évaluation de la performance des cénosphères comme substitut au ciment *via* leur réactivité physico-chimique et leur prise en compte par le coefficient d'activité k . Dans ce qui suit, nous compléterons la caractérisation des BISAP étudiés au Chapitre 3 ; le but principal étant de suivre l'évolution de la réponse des BISAP à certains indicateurs de durabilité avec l'ajout des cénosphères. En particulier, sont retenus pour cette étude la porosité et la carbonatation; nous rajoutons également une estimation du retrait compte tenu de son importance dans le mécanisme de la fissuration.

7.1. Etat de l'art : approches et outils disponibles

Pour chacun des indicateurs de durabilité étudiés, les généralités sur les mécanismes derrière chaque phénomène sont présentées dans l'Annexe B.

7.1.1. Retrait de séchage

Le retrait de séchage, mode de retrait le plus prédominant dans les matériaux cimentaires, sera plus ou moins prononcé aussi bien en fonction de facteurs *externes* propres au séchage auquel sera soumis le béton (température ambiante, teneur en humidité), qu'à des facteurs *internes*, c'est-à-dire à la composition même du béton. En particulier, le retrait de séchage sera régi par le volume d'eau susceptible de migrer vers le milieu extérieur, volume que l'on peut caractériser à travers la *porosité* du béton et sa *teneur en eau*. L'influence de la porosité se manifesterà du fait du volume total des pores aussi bien que de leur distribution. En particulier, ce sont les mésopores des pores capillaires (10 -50 nm) qui influencent les

déformations de retrait et fluage de manière plus significative [200]. Peut également être rajoutée la porosité de fissuration qui, lorsqu'elle existe, peut être à même d'accélérer la cinétique de séchage du béton [201]. Certains auteurs rajoutent aussi l'influence favorable vis-à-vis du retrait du facteur granulat et de sa rigidité par son *effet restrictif*. Pickett [202] considère que ces derniers contribuent à diminuer le retrait du béton car représentant la phase la moins « déformable » et sensible au retrait du mélange. Pour Hobbs [203], les trois principaux paramètres pilotes du retrait de séchage d'un béton seront le retrait de la pâte, la fraction volumique des granulats ainsi que leur module de Young.

Particularité des bétons de granulats légers

La saturation de la porosité intrinsèque importante des granulats légers est souvent utilisée comme une technique de *cure interne* : cette eau supplémentaire fournie permet de réduire, *à priori*, aussi bien le retrait endogène que le retrait de dessiccation du béton dans lequel ils sont incorporés, et plus particulièrement lorsqu'il s'agit d'un béton à hautes performances à faible ratio E/C [204]–[209]. Cette eau permettrait de compenser l'eau perdue via le séchage de la pâte de ciment, et donc de poursuivre l'hydratation. L'effet de cure interne sera d'autant plus intéressant que le pouvoir de désorption du granulat à humidité relative élevée sera important [94]. Les avis restent toutefois mitigés sur l'efficacité de ce pouvoir de cure interne sur le long terme. D'un côté, certains auteurs considèrent que l'effet de cure apporté par la saturation des granulats légers disparaît sur le long terme, avec des déformations de retrait de séchage équivalentes, voire plus grandes que celles observées pour un béton de granulats usuels [206], [210], [211]. De l'autre, l'efficacité n'est plus à démontrer, avec, pour quelques auteurs, une élimination totale du retrait endogène [207], [208], [212]. La disparité des résultats obtenus est principalement due à la compétition entre deux grandeurs physiques: le retrait de séchage d'un béton est proportionnel à sa chute moyenne d'humidité relative et inversement proportionnel à son module de Young [213]. Lorsque l'effet de cure diminue au cours du séchage de l'éprouvette, le faible module de Young des bétons légers – qui, nous le rappelons, est 1/3 à 2/3 plus faible que celui d'un béton de granulats de densité normale – continuera à contribuer à la déformabilité du béton.

7.1.2. Carbonatation

Particularité des bétons légers

En général, il est considéré que la résistance à la carbonatation des bétons légers est plus faible que celle des bétons de granulats usuels [219].

Pour les bétons légers, il convient de prendre également en compte la porosité des granulats légers, au-delà de celle de la pâte cimentaire. Comme les granulats légers ne sont pas en mesure de lier le CO₂ et que leur porosité est significativement plus importante que celle de la matrice cimentaire environnante, la diffusion du CO₂ au cœur des granulats - si leur teneur en eau n'est pas significative - est plus rapide et importante que celle dans la pâte, d'où une résistance à la carbonatation plus faible (Figure 7.1) [220]. Ceci se traduit, quand la porosité du granulat est très grande, par un front de carbonatation prononcé autour des granulats. Zhang et Gjørsv [221] considèrent en effet que la perméabilité des granulats légers, aussi performants soient-ils, est équivalente à celle qu'aurait une pâte cimentaire de ratio E/C = 0.9. La contribution de la qualité de la pâte sera plus significative pour les bétons de granulats légers que des granulats usuels ; un faible ratio E/C, et donc une meilleure compacité et une

auréole de transition plus dense sera plus à même de « retarder » le front de carbonatation et d'améliorer la résistance du béton à la diffusion du CO₂ [222]. Ceci est en mesure d'expliquer, d'ailleurs, que pour un niveau de résistance à la compression donné, la profondeur de carbonatation d'un béton de granulats légers sera plus faible que celle d'un béton de granulats usuels [223].

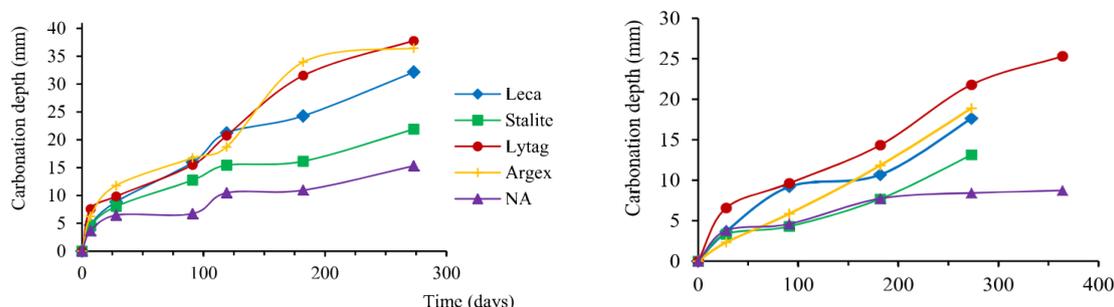


Figure 7.1. Evolution de la profondeur de carbonatation en fonction du type de granulat. Ciment CEMI et E/L=0.55 (gauche) et E/L=0.45 (droite) avec $\phi_{Argex} \geq \phi_{Leca} \geq \phi_{Stalite}$ et coque poreuse pour Lytag et NA : granulats usuels [220]

7.2. Programme expérimental

7.2.1. Composition des BISAP étudiés

Les caractérisations sont effectuées sur les deux familles de BISAP étudiées au Chapitre 4. Le récapitulatif des essais étudiés dans ce chapitre est présenté dans le Tableau 7.1. Pour chaque formule, les éprouvettes sont coulées à partir des mêmes gâchées ayant servi à caractériser les performances mécaniques et la conductivité thermique des BISAP, à l'exception des caractérisations par intrusion de mercure. Les protocoles expérimentaux utilisés pour chaque caractérisation sont présentés dans ce qui suit.

Tableau 7.1. Récapitulatif des caractérisations effectuées pour les différentes formulations

	Formules	Porosité à l'eau	Porosimétrie à mercure*	Carbonatation	Retrait
BISAP-L _{CF}	CN ₀ Fr ₁	x	x	x	x
	CN _{0.25} Fr _{0.75}	x		x	
	CN _{0.5} Fr _{0.5}	x	x	x	x
	CN _{0.75} Fr _{0.25}	x		x	
	CN ₁ Fr ₀	x	x	x	x
BISAP-L _C	CN ₀ Fr ₁	x	x	x	x
	CN _{1/6} Fr _{5/6}	x		x	
	CN _{1/3} Fr _{2/3}	x		x	
	CN _{0.5} Fr _{0.5}	x	x	x	x
	CN _{2/3} Fr _{1/3}	x		x	
	CN _{5/6} Fr _{1/6}	x		x	
	CN ₁ Fr ₀	x	x	x	x

* mesures effectuées sur des éprouvettes de mortier équivalent

7.2.2. Méthodes expérimentales

7.2.2.1. Réseau poreux

La porosité des BISAP est caractérisée à travers deux dispositifs expérimentaux : la porosité accessible à l'eau et la porosimétrie par intrusion de mercure. Pour ces deux techniques, nous utilisons les mêmes protocoles expérimentaux présentés au Chapitre 3 (Section 3.2.3).

Le fait d'effectuer les mesures de porosité accessible à l'eau sur des éprouvettes *sciées* des BISAP surestime la porosité du béton dans la mesure où une partie de la porosité des granulats légers découverte aux surfaces sciées est également prise en compte. Néanmoins, nos formules ayant toutes un squelette granulaire léger identique et les résultats étant moyennés sur deux mesures, nous considérons que la contribution de cette porosité partielle des granulats est similaire pour toutes les éprouvettes. Les mesures obtenues seront utilisées pour une analyse *comparative* de l'évolution de la porosité totale des bétons.

Ces mesures sont complétées par la caractérisation du réseau poreux par intrusion de mercure pour certaines formules sélectionnées. Les dimensions des éprouvettes d'essais pour cette technique sont faibles (environ $(1.5 \text{ cm})^3$) et non représentatives à l'échelle du béton. Nous faisons donc le choix d'effectuer ces caractérisations sur des formules de *mortiers* équivalents aux formulations des BISAP en supprimant la phase de gravillons. Un seul essai par formule est réalisé.

7.2.2.2. Carbonatation

Le protocole suivi pour les essais de carbonatation accéléré est inspiré de la seconde version du mode opératoire proposé par le Groupe de Travail du projet National PERFDUB, en adaptant le temps de cure [225].

Après une cure humide à 28 jours, une éprouvette cylindrique $\emptyset 11 \times 22 \text{ cm}^3$ est scié à mi-hauteur pour obtenir deux cylindres de $\emptyset 11 \times 10.5 \text{ cm}^3$ environ pour chaque formulation. Afin de simuler une carbonatation radiale, les éprouvettes sont imperméabilisées sur leurs deux surfaces planes aux extrémités. Ensuite, celles-ci sont sujettes à un pré-conditionnement d'une semaine avant l'essai (séchage à l'étuve à $45 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ et conservation à $20 \text{ }^\circ\text{C}$ et $65 \pm 5 \%$ d'humidité relative. Une mesure de la carbonatation *initiale* sur un cylindre $\emptyset 11 \times 10.5 \text{ cm}^3$ pour chaque formulation est effectuée avant le lancement à proprement dit de l'essai de carbonatation accélérée. Les éprouvettes sont ensuite placées dans une enceinte hermétique isotherme de carbonatation. Cette dernière est alimentée d'un flux continu de dioxyde de carbone de telle sorte à maintenir un volume de 50% de CO_2 et une humidité relative de $65 \pm 5 \%$ en continu à l'intérieur de l'enceinte.

Aussi bien pour la mesure de carbonatation initiale qu'après une exposition de 28 jours en enceinte, les cylindres sont fendus en deux et de la phénolphthaléine est pulvérisée sur les faciès exposés. Les profondeurs de carbonatation sont moyennées sur 4 à 5 mesures prises au front de coloration, comme présenté sur la Figure 7.2.

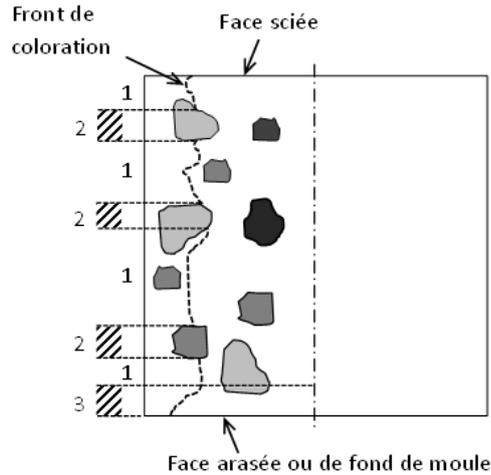


Figure 7.2. Zones de mesure sur le faciès de rupture après fendage d'une éprouvette cylindrique. Seules les zones (1) sont prises en compte dans les mesures [225].

7.2.2.3. Retrait endogène et de séchage

Les mesures de retrait sont effectuées sur des éprouvettes prismatiques $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$ directement après le démoulage à 24 heures. Les éprouvettes sont maintenues pendant toute la durée des essais à une humidité et température contrôlées (50 % HR et $20 \text{ }^\circ\text{C}$). Des mesures de retrait endogène (sans échange avec le milieu extérieur par application d'un film adhésif) sont effectuées uniquement par souci de vérification, les ratios E/C des bétons que nous étudions étant suffisamment élevés pour que ce dernier soit considéré négligeable. Pour les éprouvettes de retrait avec séchage, celles-ci sont protégées uniquement sur les deux faces haute et basse par une double couche d'adhésif aluminium pour simuler un séchage radial. Pour chaque mélange, les essais de retrait endogène et de séchage sont lancés simultanément.

Les éprouvettes sont équipées de plots métalliques disposés à chaque extrémité du moule. Ceci permet de pouvoir positionner les éprouvettes sur des bâtis verticaux où la déformation longitudinale est mesurée par des capteurs de déformation LVDT (Figure 7.3). Les mesures sont relevées toutes les heures. Les essais de retrait endogène et de séchage sont poursuivis pendant un mois et demi et trois mois respectivement.

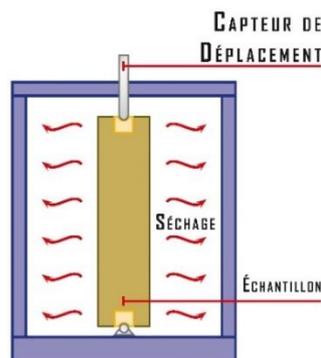


Figure 7.3. Dispositif de mesure du retrait de séchage

7.3. Résultats et discussion

7.3.1. Porosité accessible à l'eau

Globalement, les tendances observées pour la porosité accessible à l'eau sont les mêmes (Tableau 7.2 et Tableau 7.3). Pour les deux familles de BISAP, les porosités globales sont très proches, voire identiques. Pour les BISAP- L_{CF} , l'écart maximal entre les porosités globales est d'un point de pourcentage. Ici encore, l'ajout de cénoosphères semble contribuer à une très légère réduction de la porosité totale sans que cela soit suffisamment significatif pour discriminer les bétons par cet indicateur. Dans le cas des BISAP- L_C , même lorsque l'intervalle de substitution par des cénoosphères est jusqu'à deux fois plus large, les porosités totales des bétons ne diffèrent que d'un point et demi de pourcentage (Tableau 7.3). Pour cette série de bétons, les porosités globales des bétons à cénoosphères sont légèrement plus grandes que celle du béton de référence, sans qu'il n'y ait de corrélation directe avec le taux de substitution des cénoosphères. Pour les deux familles, comme nous l'avons mentionné au Chapitre 4 (section 4.3.2.1), les mesures de porosité accessible à l'eau, très proches, ne sont pas à même de fournir un critère d'interprétation des écarts obtenus pour les résistances mécaniques ni pour les autres indicateurs que nous traiterons dans la suite.

Tableau 7.2. Porosité accessible à l'eau à 28 jours des BISAP- L_{CF}

Formule	Référence	CN _{0.25} Fr _{0.75}	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN _{0.75} Fr _{0.25}	CN ₁ Fr ₀
Porosité moyenne (%)	19.2	18.4	18.1	18.8	18.3

Tableau 7.3. Porosité accessible à l'eau à 28 jours des BISAP- L_C

Formule	Référence	CN _{1/6} Fr _{5/6}	CN _{1/3} Fr _{2/3}	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN _{2/3} Fr _{1/3}	CN _{5/6} Fr _{1/6}	CN ₁ Fr ₀
Porosité moyenne (%)	17.4	17.7	18.3	18.9	18.3	17.5	18.4

7.3.2. Réseau poreux

Les mesures de porosité par intrusion de mercure ont été effectuées uniquement sur les formules de référence, CN_{0.5} Fr_{0.5} et CN₁ Fr₀. Les courbes de porosité cumulée (axe droit, courbes en pointillés) et les spectres de distribution des réseaux poreux (axe gauche, courbes en trait plein) sont présentés sur les Figure 7.4 et Figure 7.5. Cet essai, rapporté à l'échelle du mortier, permet de discriminer les différentes compositions. Dans les deux cas de figure, la porosité des mortiers équivalents augmente sensiblement avec le dosage en cénoosphères, et plus particulièrement pour la famille BISAP- L_C où l'écart est creusé de façon beaucoup plus notable pour la composition CN₁ Fr₀. La position du diamètre critique à partir duquel on enregistre une percolation importante des pores est différentes d'une famille à l'autre. Pour les mortiers de BISAP- L_{CF} , il est plus grand – d'une trentaine de nanomètres - en présence de cénoosphères tandis que l'inverse se produit pour les BISAP- L_C .

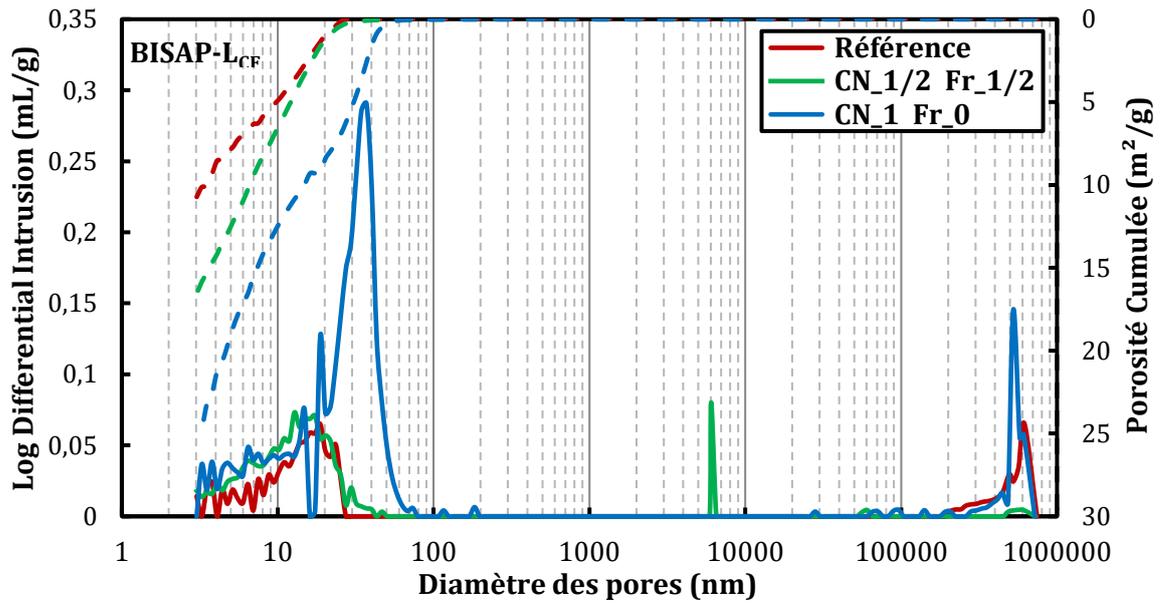


Figure 7.4. Mesures de porosimétrie à mercure des bétons de la famille BISAP-L_{CF}

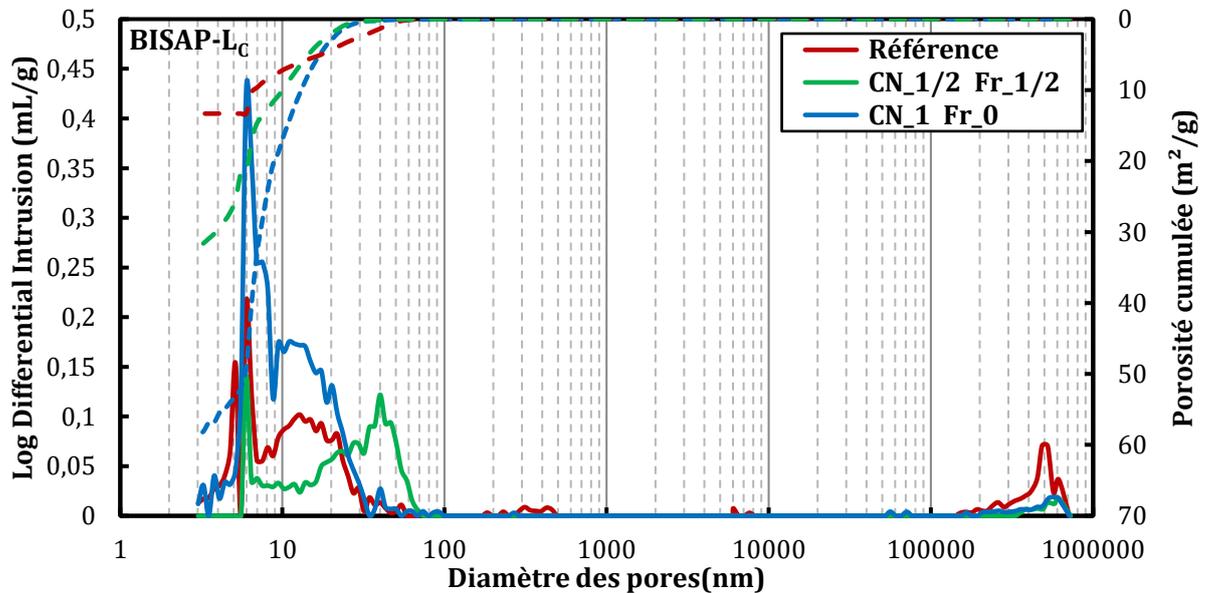


Figure 7.5. Mesures de porosimétrie à mercure des bétons de la famille BISAP-L_c

Nous pouvons également rajouter un commentaire qualitatif quant à l'arrangement du réseau poreux. L'évolution de la porosité des mortiers avec la substitution par des cénoosphères se traduit aussi bien par une amplification du mode poreux principal, correspondant aux pores capillaires - que par sa translation, conduisant donc à un changement des diamètres de pores médians et moyens (Figure 7.6). A un point près (la composition CN₁ Fr₀ -L_{CF}), cette translation se fait vers des diamètres plus faibles, le réseau poreux devenant plus important mais *a priori* plus fin au fur et à mesure que le dosage en cénoosphères augmente.

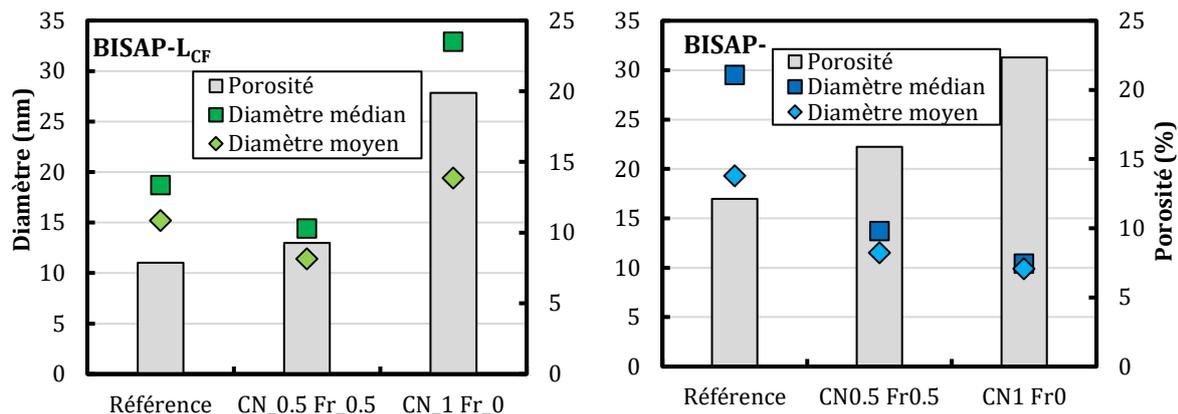


Figure 7.6. Porosité cumulée et diamètres médian et moyen par intrusion de mercure

7.3.3. Profondeur de carbonatation

Pour toutes les éprouvettes, aucune carbonatation initiale n'a été constatée (front de carbonatation initial nul). Nous présentons donc directement les résultats de profondeur de carbonatation après exposition au CO₂ dans l'enceinte de carbonatation. Comme cela a été mentionné plus haut, pour chaque faciès, 4 à 5 mesures de l'avancement du front de carbonatation sont effectuées sur chacun des deux côtés. Pour toutes les éprouvettes, l'écart-type des mesures sur chaque côté est compris entre 1.8 % et 8.8 %. Une moyenne est ensuite calculée sur les dix mesures correspondant aux deux faces d'un même côté. Pour chaque éprouvette, nous présentons donc la moyenne de ces deux valeurs et les barres d'erreur correspondent aux écarts maximum et minimum par rapport à cette moyenne (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). Comme au Chapitre 4, nous représentons de la même couleur les points de chacune des deux familles correspondant à des dosages équivalents en cénoosphères.

Pour les deux familles, nous observons une augmentation du front de carbonatation avec la substitution du filler de remplissage par des cénoosphères. Pour les BISAP-L_{CF}, si l'on tient compte des valeurs moyennes, on retrouve un pseudo palier sur la première moitié des formules, dans lequel la profondeur de carbonatation n'est pas sensiblement modifiée ; ensuite, le front augmente de façon importante sur la seconde moitié des formules jusqu'à atteindre une profondeur de carbonatation environ 50 % plus importante que celle du béton de référence. Pour la famille BISAP-L_C, l'évolution peut être découpée en trois parties : au premier taux de substitution, le front de carbonatation est identique à celui de la référence ; ensuite, on retrouve un quasi-palier entre CN_{1/3} Fr_{2/3} et CN_{2/3} Fr_{1/3} pour ensuite finir sur une augmentation en pente avec une profondeur de carbonatation de CN₁ Fr₀ de l'ordre du double de celle de la référence.

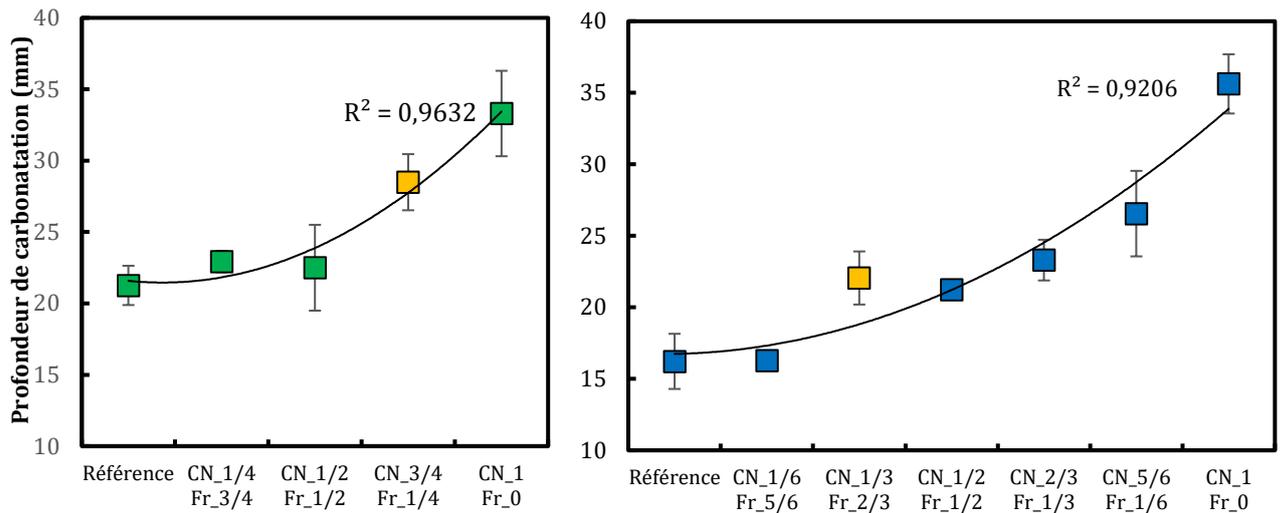


Figure 7.7. Profondeur de carbonatation accélérée des BISAP (a)-LcF, (b)-Lc

Contrairement à la porosité accessible à l'eau, l'essai de carbonatation accélérée est sensible à la teneur en céosphères. En effet, on retrouve certaines similitudes avec le profil d'évolution des résistances à la compression, en particulier pour la famille BISAP-Lc : le second palier est retrouvé pour les deux propriétés et la dégradation la plus prononcée est observée quand la totalité du filler est substituée. Nous avons mis l'accent lors de notre revue bibliographique sur l'importance que revêt la qualité de la pâte des bétons de granulats légers à retarder le front de carbonatation en limitant l'accessibilité et la participation des pores de ceux-ci à la diffusion du CO_2 . Dans notre cas, la substitution du filler de remplissage par des céosphères se traduit à l'échelle de la matrice par une porosité plus accrue, ce qui pourrait expliquer l'augmentation graduelle de la profondeur de carbonatation. L'observation visuelle des fronts de carbonatation de quelques BISAP par pulvérisation de phénolphtaléine permet également de faire un constat intéressant quant à la contribution de la porosité des granulats légers à la carbonatation du béton (Figure 7.8).

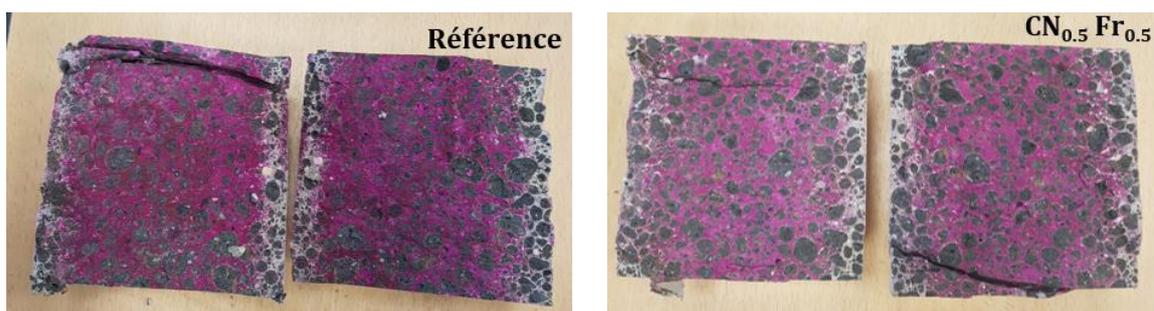




Figure 7.8. Illustration du front de carbonatation par pulvérisation de phénolphtaléine de quelques BISAP-Lc

Plus le taux de cénoosphères est important – et donc plus la matrice autour des granulats sera poreuse *à priori* – et plus grande sera la fraction de granulats légers contribuant à la diffusion du CO_2 . Ceci est plus particulièrement visible dans le cas de la composition $\text{CN}_{5/6} \text{Fr}_{1/6}$: lorsque le front de carbonatation atteint les granulats, ces derniers participent à une diffusion plus élevée du CO_2 . Dans ces cas de figure, Ferrer et al [227] suggèrent que même lorsque des pâtes cimentaires de faible ou moyenne qualité sont utilisées, une durée de service de 50 ans vis-à-vis du risque de carbonatation peut être garantie du moment qu’une épaisseur appropriée du béton léger est utilisée. Une autre hypothèse serait la contribution des cénoosphères elles-mêmes, par leur teneur interne en dioxyde de carbone, à la favorisation du processus de carbonatation. Cette hypothèse reste néanmoins à être vérifiée, au vu de la non détection d’une quantité de calcite significative dans les mélanges contenant des cénoosphères étudiés au chapitre précédent d’un côté, et de la carbonatation initiale nulle de ces mêmes bétons carbonatés contenant des cénoosphères de l’autre.

Il est également intéressant de comparer les valeurs de profondeur de carbonatation entre les deux familles. Les amplitudes maximales sont très proches pour les deux familles (33 mm pour BISAP-L_{CF} et 35mm pour BISAP-L_C) même si le dosage en cénoosphères est doublé entre les compositions $\text{CN}_1 \text{Fr}_0$ des deux familles. Les deux compositions ayant des teneurs en cénoosphères proches (les deux points jaunes sur la Figure 7.9), ont une profondeur de carbonatation de 28.5 mm pour la famille -L_{CF} et 22.1 mm pour la famille -L_C. Si nous rapportons cette augmentation à la profondeur de carbonatation des compositions de référence respectives de chaque famille, on trouve une avancée du front de 34 % et 36 % respectivement. La contribution des cénoosphères au mécanisme est donc similaire pour les deux familles, mais la valeur absolue de la profondeur de carbonatation dépendra principalement de la composition du liant. C’est bien le dosage en ciment plutôt que le ratio E/L qui l’emporte dans notre cas. Nous pouvons le constater en comparant la profondeur de carbonatation des deux formules de référence, dont la composition est semblable en tous points sauf à la répartition du dosage du couple ciment-chargeur ou encore en traçant l’évolution de la profondeur de carbonatation en fonction du ratio E/L (Figure 7.9) : deux bétons ayant un même ratio E/L pourront avoir deux réponses différentes à l’essai de carbonatation accélérée et un niveau de profondeur de carbonatation pourra être retrouvé pour des bétons ayant des ratios E/L sensiblement différents.

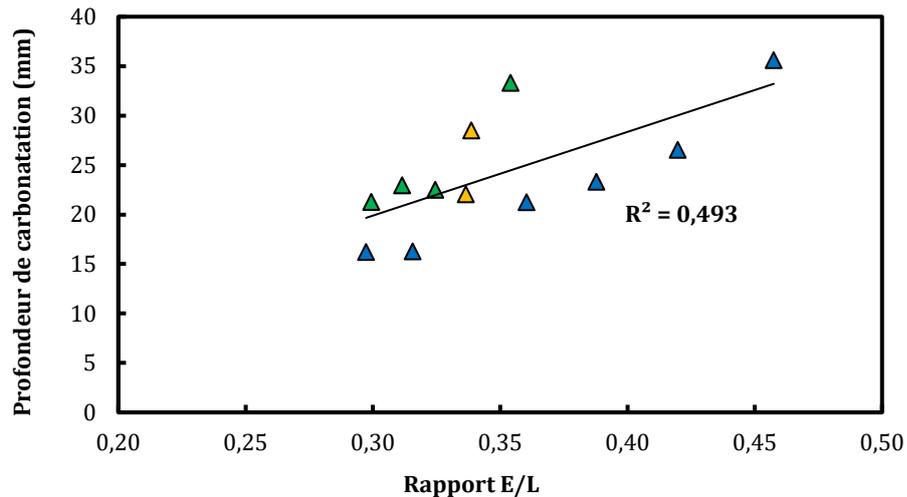


Figure 7.9. Profondeur de carbonatation des BISAP en fonction du ratio E/L_{total} . Vert : BISAP-LCF, bleu : BISAP-LC

7.3.4. Carbonatation et indicateurs de durabilité généraux

La porosité accessible à l'eau ne semble pas être le bon indicateur pour classer les bétons vis-à-vis du risque de carbonatation. En effet, les écarts de profondeur de carbonatation enregistrés ne sont pas accompagnés par un changement de porosité totale, qui, comme nous l'avons vu, ne varie que sur une plage très restreinte pour les deux familles. Cette dispersion de valeurs de profondeur de carbonatation autour d'un niveau de porosité a également été observé par d'autres auteurs [228], [229].

C'est bien la résistance à la compression des BISAP qui donne les résultats les plus satisfaisants. Sur la Figure 7.10, nous pouvons retrouver la tendance classique de l'amélioration de la résistance à la carbonatation avec la résistance. Si l'on prend chaque famille individuellement, la corrélation entre les deux grandeurs est meilleure : une régression linéaire relie la profondeur de carbonatation à la résistance à la compression du béton. Dans notre cas, cette dernière est un bon indicateur général de la durabilité pour estimer le risque de carbonatation.

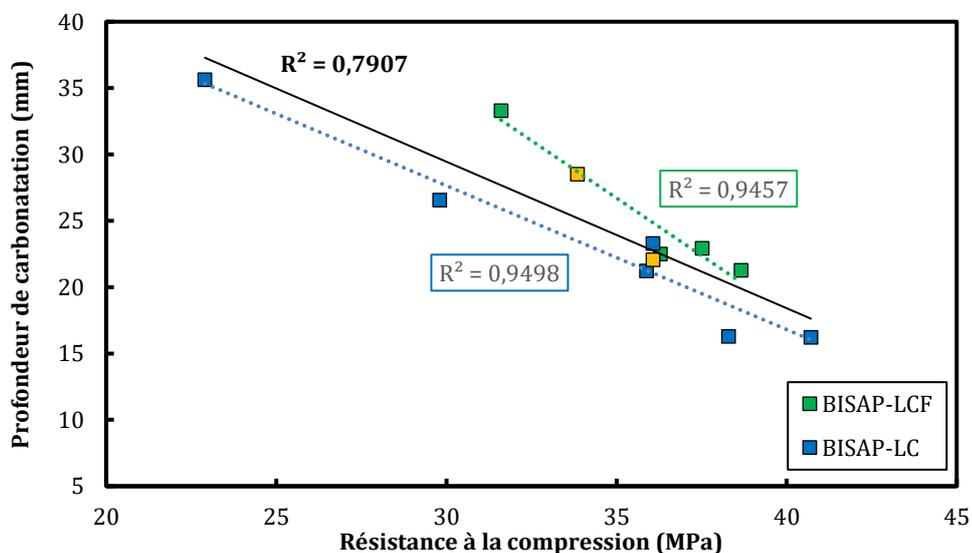


Figure 7.10. Corrélation entre la résistance à la compression à 28 jours et la profondeur de carbonatation des BISAP

7.3.5. Retrait endogène

Au vu des rapports E/C de nos mélanges, les déformations dues au retrait endogène des différentes formules sont très faibles. L'amplitude maximale, de l'ordre de 50 $\mu\text{m}/\text{m}$, est enregistrée pour les deux bétons de référence. Les amplitudes de retrait endogène des compositions contenant des céosphères sont plus faibles. Néanmoins, il est difficile de discriminer les formules de manière rigoureuse. Car si la précision des capteurs est de l'ordre du μm et que la répétabilité des essais de retrait est de l'ordre de $\pm 5\%$ [230], il n'en est pas moins qu'il existe souvent des artefacts de mesure pour le retrait endogène (séchage superficiel, étanchéité, thermique ...). A titre indicatif, les courbes de retrait endogène sont données dans l'Annexe B.

Il nous semble pertinent ici de citer des travaux de recherche de Liu et *al* [231]. Les auteurs ont mis en avant la contribution de céosphères saturées en eau à la réduction du retrait endogène pour des mélanges où ce dernier est présent (E/C= 0.35). Dans ce cas de figure, les céosphères jouent le même rôle de cure interne des granulats légers que nous avons abordé dans notre revue bibliographique. Ce relargage d'eau continu a conduit à une réduction notable du retrait endogène, voire à son élimination complète lorsque les céosphères sont perforées.

Le retrait endogène étant négligeable, nous assimilerons le retrait total au mécanisme de retrait prépondérant dans les compositions étudiées : le retrait de dessiccation.

7.3.6. Retrait de séchage

Les Figure 7.11 et Figure 7.12 montrent les évolutions du retrait de séchage sur une période de trois mois. Dans les deux cas de figure, nous pouvons constater que les compositions CN_{0.5} Fr_{0.5} et CN₁ Fr₀ font plus de retrait comparé aux bétons de référence respectifs. Au départ, sur les quatre premiers jours de mesure, la cinétique et l'amplitude du retrait est identique pour les bétons de chaque famille ; ensuite, l'écart commence à se creuser entre les bétons de référence d'un côté et les compositions contenant les céosphères de l'autre. Pour ces dernières, nous constatons en effet que leur cinétique de séchage ainsi que l'amplitude du retrait enregistré restent assez proches, avec néanmoins des valeurs légèrement plus grandes pour les formules CN_{0.5} Fr_{0.5} pour les deux familles.

Les dépressions capillaires à l'origine du retrait de dessiccation sont inversement proportionnelles aux rayons des pores, et les déformations qui en sont induites sont d'autant plus importantes que le rayon est petit, ce qu'illustre l'équation de Kelvin-Laplace :

Équation 7.1

$$P_{cap} = P_g - P_l = \frac{2\sigma}{r} \cos(\alpha_m)$$

Où P_{cap} [Pa] est la pression capillaire, P_g [Pa] la pression du gaz, P_l [Pa] la pression du liquide, σ [N/m] la tension superficielle entre le liquide et la phase gazeuse, r [m] la courbure ou rayon du pore et α_m [rad] l'angle de contact.

A priori, cette relation entre la distribution du réseau poreux et les dépressions capillaires est en mesure d'expliquer les déformations plus importantes obtenues pour les compositions à base de cénoosphères. Nous avons montré plus haut (Figure 7.6) que la porosité *totale* (au sens de l'intrusion de mercure) des matrices composant les BISAP sont plus importantes pour les compositions comprenant des cénoosphères et que le réseau poreux devenait qualitativement plus fin (hormis pour CN₁ Fr₀-L_{CF} à laquelle nous reviendrons dans ce qui suit). D'un autre côté, nous pouvons également mentionner la rigidité plus faible des BISAP à cénoosphères comparés aux bétons de référence respectifs (cf Chapitre 3). Cette baisse de module, même si elle ne provient pas des granulats, pourrait contribuer, dans une certaine mesure, à la déformabilité du béton. Dans le cas de la formule CN₁ Fr₀ de la famille BISAP-L_{CF}, c'est même ce qui pourrait entièrement expliquer le fait d'avoir une amplitude de retrait plus grande que celle du béton de référence. En effet, car pour cette formule, le réseau poreux est plus grossier que celui du béton témoin et la percolation des pores commence à un diamètre de pore plus important; *a priori*, les dépressions capillaires devraient donc être moins importantes pour ce béton et donc ferait moins de retrait. Pour ce béton, c'est donc sans doute la rigidité plus faible du matériau qui l'emporte et qui conduit à un retrait plus important.

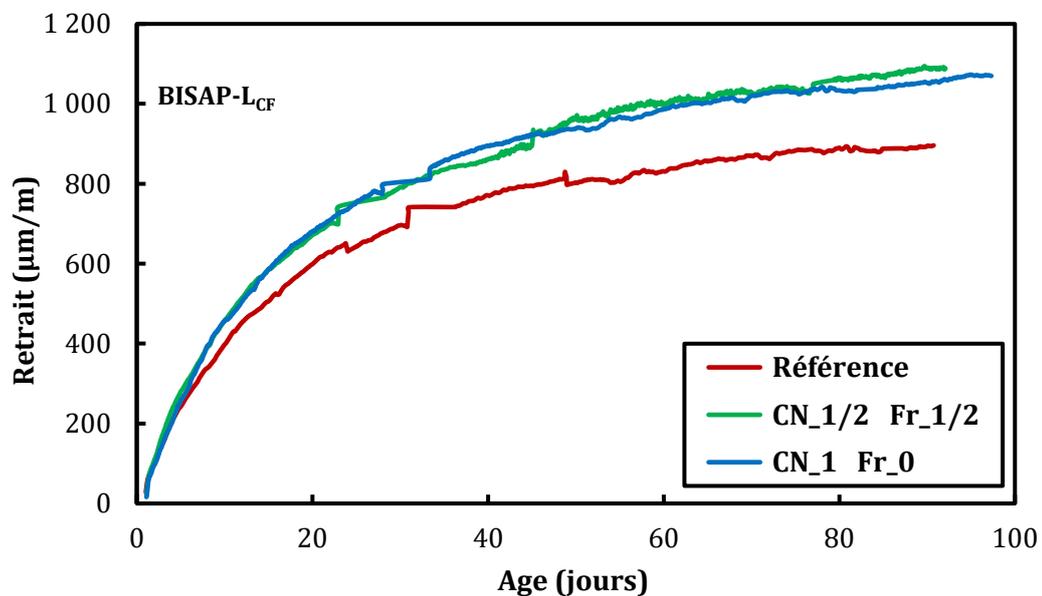


Figure 7.11. Evolution des retraits de séchage des bétons de la famille BISAP-L_{CF}

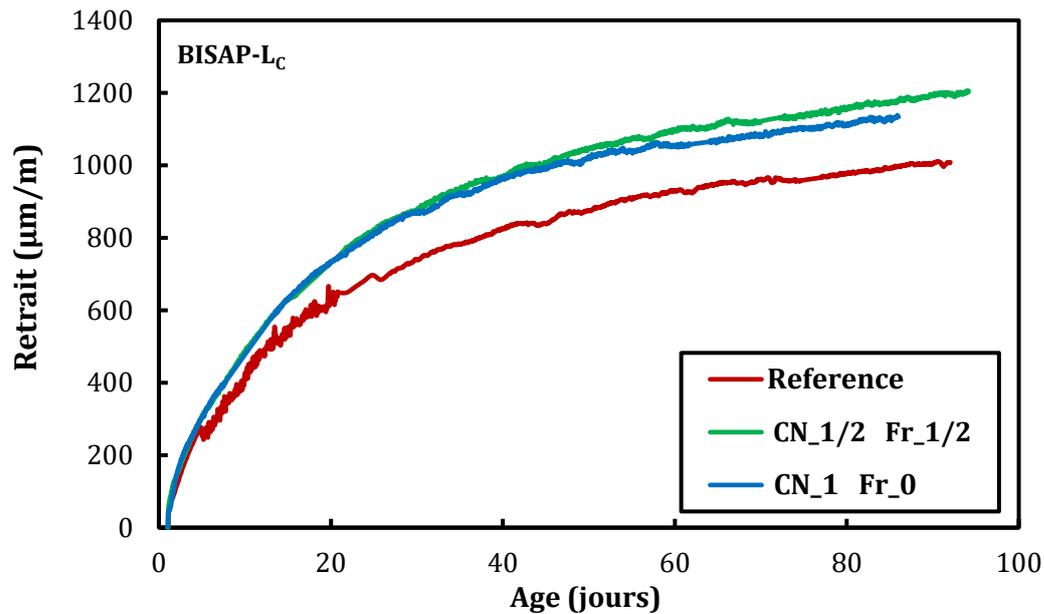


Figure 7.12. Evolution du retrait de séchage des bétons de la famille BISAP-Lc

Nous pouvons également constater que le taux de cénoosphères en soi n'a pas d'influence notable sur l'amplitude maximale du retrait pour les deux familles. Avant d'analyser ces différences, nous proposons de calculer la valeur du retrait de séchage à long terme, au-delà des trois mois de mesure disponibles.

Dans la littérature, il existe plusieurs modèles permettant aussi bien de prédire le retrait de dessiccation que d'extrapoler celui-ci sur le long terme à partir d'une calibration des données expérimentales disponibles sur une période de mesure. Ces derniers, dans leur majorité, présentent une *forme* commune, dans la mesure où le retrait de dessiccation est supposé être le produit d'une fonction d'amplitude de retrait à l'*infini* et d'une fonction cinétique. Dans ses travaux de recherche, Samouh [55] a effectué une comparaison entre les modèles prédictifs les plus répandus dans la littérature en analysant leur capacité à reproduire correctement le profil du retrait de dessiccation à différentes échéances de mesure. Il en sort que le modèle le plus pertinent et permettant une bonne extrapolation du retrait à long terme à partir d'une durée d'essai courte est le modèle de Hansen [232]. Il s'agit de l'un des premiers modèles proposés pour le retrait et est reconnu pour la simplicité de sa formulation mathématique (fonction hyperbolique) et l'interprétabilité de ses paramètres :

Équation 7.2

$$\varepsilon^{d\text{ess}}(t) = \varepsilon^{\infty} \frac{t}{t + N_s}$$

Où ε^{∞} [µm/m] représente le retrait de séchage à long terme et N_s [j] la durée nécessaire pour atteindre la moitié de ε^{∞} .

Le Tableau 7.4 regroupe les deux paramètres du modèle de Hansen calculés pour les six compositions.

Tableau 7.4. Paramètres du retrait à long terme par le modèle de Hansen

	BISAP-L _{CF}			BISAP-L _C		
	Référence	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN ₁ Fr ₀	Référence	CN _{0.5} Fr _{0.5}	CN ₁ Fr ₀
ε^∞ [$\mu\text{m}/\text{m}$]	1070	1316	1272	1213	1440	1356
N_s [j]	16.5	19.5	17.7	18.9	19.2	16.9

Pour les deux familles, la valeur maximale de retrait à long terme est enregistrée pour CN_{0.5} Fr_{0.5}, même si l'écart entre celles-ci et les formules CN₁ Fr₀ est modéré – 44 $\mu\text{m}/\text{m}$ pour la famille -L_{CF} et 86 $\mu\text{m}/\text{m}$ pour la famille -L_C -. Les taux d'augmentation par rapport aux bétons témoins ne semblent pas être directement corrélés à la composition des mélanges, comme cela a pu être observé pour la profondeur de carbonatation par exemple : pour les BISAP-L_{CF}, l'amplitude maximale du retrait à long terme est 30 % et 19 % plus grande pour CN_{0.5} Fr_{0.5} et CN₁ Fr₀ respectivement, tandis que pour les BISAP-L_C, où la quantité de cénosphères pour chaque composition est de l'ordre du double, elle est augmentée de 19 % et 12 % respectivement. On aurait tendance à penser que ce serait la composition CN₁ Fr₀ de la seconde famille qui exhiberait l'amplitude maximale de retrait : des six compositions étudiées, c'est la formule dont la matrice semble être la plus poreuse (Figure 7.5 et Figure 7.6) et de rigidité la plus faible (Figure 4.15 au Chapitre 4). Seulement, ce béton est également celui qui présente le plus grand taux d'air occlus (

Tableau 4.7 du Chapitre 4). La présence d'un plus grand nombre de bulles d'air contribuerait à contrebalancer l'effet de ces deux facteurs et donc conduire à une amplitude de retrait légèrement plus faible que CN_{0.5} Fr_{0.5}³.

7.4. Bilan

Dans ce chapitre, nous avons complété la caractérisation des BISAP étudiés au Chapitre 3 par une étude de la réponse et sensibilité de ces bétons à quelques indicateurs de durabilité, notamment via les altérations que pourraient apporter les cénosphères. La porosité accessible à l'eau de ces bétons ne semble pas avoir été affectée de manière significative par les changements de composition de pâte. Sur l'intervalle de pores caractérisés par porosimétrie à mercure, l'introduction de cénosphères se traduit par une augmentation progressive de la porosité, en particulier le volume de pores capillaires, en fonction du taux de substitution. Une tendance commune est également une légère translation du mode poreux principal vers des diamètres plus faibles.

L'essai de carbonatation accéléré est particulièrement sensible au changement de la composition de la pâte. La profondeur carbonatée augmente progressivement avec la

³ A noter que des mesures de pertes de masse ont été effectuées en parallèle avec les essais de retrait. Néanmoins il est difficile d'exploiter les résultats obtenus pour interpréter les tendances observées. Les résultats de perte de masse sont donc donnés à titre indicatif dans l'Annexe B.

substitution du filler de remplissage par des cénosphères. Ceci a été expliqué par une double contribution des cénosphères : la matrice devient plus poreuse, et donc la diffusion en est plus aisée ; et cette même « fragilisation » de la pâte autour des granulats légers rend leur porosité interne accessible à la diffusion du CO₂ et accélère la propagation du front de carbonatation. Néanmoins, la valeur absolue de la profondeur de carbonatation dépendra principalement et surtout de la composition du liant initial avant l'ajout de cénosphères, et plus particulièrement de la teneur en ciment.

L'évolution du retrait de séchage en fonction de la substitution par des cénosphères est moins franche. Globalement, on notera une amplitude à long terme plus importante en présence de cénosphères. Ceci résultera de la compétition entre la rigidité du béton plus faible d'une part, et du réarrangement du réseau poreux d'autre part. Le résultat de ce compromis est propre à chacune des formules que nous avons étudiées. Il serait intéressant de creuser ce point plus en détail pour essayer de quantifier la part de chacun des deux facteurs, en complétant les résultats obtenus par un suivi de l'humidité relative interne de chaque béton et en exploitant la loi de Kelvin-Laplace.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Si les transferts de chaleur dans un milieu poreux se font communément suivant les trois modes – conduction, convection et rayonnement – à la fois, on ne considère généralement que la conduction *au cœur* des matériaux cimentaires. La porosité modérée de ces matériaux ainsi que leur diamètre caractéristique des pores font que les transferts par rayonnement et convection y sont négligeables. De ce fait, c'est la conductivité thermique qui est prise comme principale propriété pour caractériser les transferts thermiques au cœur des bétons et définir leur pouvoir isolant - ou conducteur. De notre synthèse bibliographique introductive, il ressort que les principaux facteurs influençant la conductivité thermique des bétons sont les fractions volumiques et les conductivités thermiques respectives des différents constituants (en particulier les granulats), leur degré de cristallinité, l'état hydrique du matériau ainsi que la distribution du réseaux poreux : à porosité totale égale, une porosité grossière et connectée sera plus à même de contribuer à la réduction de la conductivité thermique.

La conductivité thermique est importante aussi bien à l'échelle du matériau que de la structure. En plus de contribuer à l'isolation thermique de la paroi, l'utilisation d'un béton de conductivité thermique *significativement* plus faible que celle d'un béton classique est bénéfique lorsqu'il s'agit de traiter les pertes de chaleur au niveau des points singuliers de l'enveloppe : les ponts thermiques. Pour illustrer nos propos, une brève étude numérique a été effectuée sur une jonction plancher intermédiaire/voile de façade en faisant varier la conductivité thermique de ce dernier. Par une simulation numérique, nous avons montré que l'utilisation d'un béton de conductivité thermique de 0.8 W/m.K ou 0.4 W/m.K (contre une conductivité thermique usuelle de 2 W/m.K) permet de réduire l'intensité du pont thermique de 29% et 50% respectivement. L'inclusion de la certification de la conductivité thermique des bétons dans le nouveau référentiel NF BPE prend donc tout son sens. Ce dernier introduit une nomenclature précise et des moyens de contrôle bien définis pour pouvoir estimer correctement la conductivité thermique. Lorsqu'il s'agit de conférer au béton une propriété d'amélioration de l'isolation d'un élément d'ouvrage, l'appellation de Bétons Isolants Structurels (BIS) est adoptée.

Ce travail de thèse a porté sur le développement et la caractérisation de Bétons Isolants Structurels et Autoplaçants afin de répondre aux nouvelles exigences réglementaires pour les bétons incorporant l'aspect thermique. Notre apport essentiel réside dans l'incorporation des *cénosphères au sein de la matrice cimentaire*. Ces matériaux étant encore assez peu connus et utilisés dans la sphère du Génie Civil, une caractérisation physico-chimique a d'abord été effectuée. Majoritairement silico-alumineuses, la composition chimique de celles-ci est proche de celle des cendres volantes, mais avec une granulométrie beaucoup plus grossière. Leur nature creuse et leur légèreté sont reflétées par une densité très faible. Trois granulométries différentes ont été caractérisées puis étudiées dans de premières formulations exploratoires sur mortier pour pouvoir sélectionner les cénosphères les plus intéressantes d'un point de vue performance : résistance mécanique - conductivité thermique. De premières conclusions sur la contribution des cénosphères sur ces propriétés ont pu être tirées. L'altération de la résistance à la compression est principalement due à l'introduction d'interface de faiblesse entre les cénosphères et la matrice les entourant et au changement du

réseau poreux qui devient plus grossier. Cette baisse des résistances mécaniques est d'autant plus importante lorsque la granulométrie des cénoosphères augmente. La meilleure performance donnant une faible conductivité avec une bonne résistance est obtenue pour les cénoosphères les plus fines ; ce sont celles-ci qui sont utilisées pour la formulation des BISAP.

Une campagne expérimentale a ensuite été menée sur deux familles de BISAP à cénoosphères pour, d'une part tenter de répondre à un cahier des charges alliant les trois aspects rhéologique, mécanique et thermique, et d'autre part étudier l'influence du dosage en cénoosphères sur chacun des critères exigés. Celles-ci ont été incorporées dans le béton comme substitution progressive du filler calcaire excédentaire au sens du liant équivalent défini par la norme NF EN206, en gardant constants les autres paramètres de formulation. D'un point de vue rhéologique, il semble difficile de trancher sur l'impact des cénoosphères même s'il semblerait que celles-ci tendraient à favoriser l'écoulement du béton et augmenteraient sa viscosité apparente. Dans ce sens, une étude plus approfondie sur la rhéologie des composés ternaires (ciment - filler - cénoosphères) et binaires (ciment -cénoosphères) paraît nécessaire pour une meilleure compréhension des mécanismes mis en jeu. De plus, pour des dosages importants en cénoosphères, il semble également nécessaire d'optimiser la quantité d'eau mise en jeu pour contrôler la stabilité des BISAP. D'un point de vue mécanique, la rigidité des bétons est moins impactée par la présence des cénoosphères que la résistance à la compression, et ce du fait de l'utilisation d'un même squelette granulaire pour les différentes compositions. Toutefois, la perte de résistance n'est pas proportionnelle à la teneur en cénoosphères utilisée et l'on retrouve, sur certains intervalles de substitution, un plateau où la résistance à la compression des BISAP est indifférente à la teneur en cénoosphères. Lorsque celle-ci devient importante, et plus particulièrement lorsque l'on se rapproche d'un système binaire ciment - cénoosphères, la baisse de résistance du béton est plus abrupte en raison d'une fragilisation plus importante de la matrice cimentaire. Du point de vue thermique, l'allègement progressif des mélanges conduit à une baisse de la conductivité même si certains points qui paraissent irréguliers aux premiers abords sont affichés. En effet, sur certains intervalles de substitution, la conductivité thermique subit un léger regain alors même qu'on continue à alléger la matrice en introduisant une quantité de cénoosphères plus importante. Une démarche de résolution numérique multi-échelles a été menée pour pouvoir expliquer de manière « physique » les tendances obtenues.

Dans notre étude, la précision requise pour approcher les formulations étudiées a justifié le choix d'utiliser un modèle de *béton numérique* plutôt qu'une démarche d'homogénéisation analytique classique. Ce modèle permet de reprendre de manière plus précise l'hétérogénéité de la pâte cimentaire et de suivre l'évolution de la conductivité thermique de celle-ci en changeant les paramètres de formulation. Pour ce faire, un travail important de recensement des conductivités des différentes phases d'une pâte de ciment disponibles dans la littérature a été effectué. La démarche suivie a été satisfaisante quant à la reproduction de l'évolution de la conductivité thermique expérimentale des bétons et a permis de mettre la lumière sur un résultat très intéressant : les écarts constatés à l'échelle du béton trouvent leur origine à l'échelle même de la pâte, sans intervention préalable des cénoosphères ou du squelette granulaire. La simple variation de la teneur volumique des composants de la pâte (ciment - filler -eau) a conduit à une variation de la distribution volumique des hydrates dont la conductivité thermique est sensiblement différente, et de facto à des écarts sur la conductivité effective de la pâte de ciment. Ces écarts sont *dilués* lorsque l'on passe à l'échelle supérieure (pâte + cénoosphères) mais restent néanmoins présents.

Un volet de l'étude a également été consacré à la caractérisation de la durabilité des matériaux cimentaires incorporant des cénoosphères. Celle-ci a été abordée depuis deux angles sensiblement différents. Le premier angle, plus général, a consisté à étudier la contribution des cénoosphères à la durabilité *via* l'évaluation de la résistance à la compression et le principe de performance équivalente par rapport au ciment. La démarche communément appliquée pour l'évaluation de l'activité des additions minérales a été appliquée aux cénoosphères. Cette caractérisation a été complétée par la quantification de la réaction pouzzolanique des cénoosphères jusqu'à l'âge de 6 mois par analyse thermogravimétrique couplée à des observations MEB. En général, pour les trois granulométries des cénoosphères et à différents taux d'utilisation, leur contribution à la résistance comme substitution *au ciment* est très défavorable. En effet, les indices d'activité calculés sont inférieurs à celui qu'aurait une addition *théoriquement inerte* vis-à-vis du ciment. Aux échéances étudiées (1 et 3 mois), c'est l'effet granulaire défavorable des cénoosphères qui pilote les pertes de résistance ; la réaction pouzzolanique enregistrée à ces âges-là est très faible et non corrélée aux résultats obtenus. Ce n'est qu'à partir de six mois environ que cette réactivité devient importante et visible à l'échelle de la microstructure.

Le second angle d'étude a consisté en un *complément* de la caractérisation des BISAP avec cénoosphères. Leur sensibilité à plusieurs indicateurs de durabilité (porosité accessible à l'eau, carbonatation, retrait de séchage) a été étudiée. Globalement, l'essai de porosité accessible à l'eau est peu sensible aux changements induits par l'utilisation des cénoosphères dans une matrice cimentaire. Le front de propagation de la carbonatation, en revanche, évolue en fonction de la teneur en cénoosphères dans la matrice. Une forte présence de celles-ci facilitera la propagation du CO₂ dans la mesure où, d'un côté, la matrice sera plus poreuse et de l'autre, la porosité en surface des granulats sera plus accessible et contribuera à accélérer le front de carbonatation. Quant au retrait de séchage que subissent les BISAP, son amplitude à long terme est plus importante en présence des cénoosphères sans que celle-ci soit corrélée à la teneur des microsphères. Ces retraits plus importants sont expliqués par une compétition entre la rigidité plus faible des bétons d'un côté et le réarrangement du réseau poreux de l'autre.

Globalement, la thèse a permis de montrer le potentiel prometteur que peuvent offrir les cénoosphères dans la formulation de BISAP aux compromis thermomécaniques optimisés. L'un des principaux objectifs de cette thèse a été de contribuer à une compréhension plus large de la particularité de ces matériaux. Plus loin que de proposer « *une formule gagnante* », c'est l'étude rationnelle et la mise à disposition d'une base scientifique de l'incorporation d'un matériau « nouveau », *les cénoosphères*, dans le béton et les matériaux cimentaires en général et les altérations qui en découlent qui a constitué le cœur de cette thèse. L'objectif industriel de la thèse a également été atteint dans la mesure où un brevet sur l'utilisation de ces matériaux a été récemment déposé avec l'entreprise Edychem.

Ces travaux de thèse ne constituent qu'une première étape vers une utilisation maîtrisée et contrôlée des cénoosphères dans une matrice cimentaire. La multiplication des formules étudiées a permis de répondre à plusieurs questions mais aussi à en soulever d'autres. Comme cela a été mentionné auparavant, une étude plus approfondie sur la rhéologie des pâtes cimentaires contenant des cénoosphères mérite d'être menée. Une étude de la sensibilité des cénoosphères à l'adjuvantage utilisée semble également pertinente. L'optimisation de la quantité d'eau dans ce sens est également nécessaire pour une meilleure maîtrise de

l'ouvrabilité et la stabilité des BISAP à cénosphères. Une caractérisation plus complète de la sensibilité des BISAP à la ségrégation serait intéressante.

D'un point de vue mécanique, on pourrait également se poser la question sur l'énergie d'activation des cénosphères. Comme pour certaines additions, l'utilisation d'une température de cure plus élevée pourrait permettre d'*activer* la réaction pouzzolanique latente des cénosphères et d'en tirer profit pour améliorer la résistance à la compression de la matrice cimentaire. Cela peut s'avérer intéressant dans le domaine de la préfabrication. Dans la même optique, un léger traitement chimique pour exposer directement les phases amorphes contenues dans les cénosphères permettrait de converger vers le même résultat. L'amélioration de l'adhérence pâte-cénosphères et l'étude de l'évolution de la porosité des auréoles de transition seraient également des pistes intéressantes à explorer.

La démarche proposée pour le calcul numérique de la conductivité thermique s'est avérée satisfaisante. Une piste de recherche intéressante serait d'enrichir le modèle proposé pour en faire un outil systématique de prévision des intervalles de variation de la conductivité en fonction des paramètres de formulation d'entrée. Ceci permettrait d'alléger les campagnes expérimentales à mener.

Une première évaluation de l'influence des cénosphères sur la durabilité potentielle des bétons dans lesquels elles sont incorporées a été faite via quelques indicateurs de durabilité. Les résultats de retrait de séchage méritent néanmoins d'être étayés par une étude plus large des mécanismes entourant ce phénomène ainsi que de la sensibilité de ces bétons à la microfissuration. D'autres indicateurs de durabilité méritent également d'être étudiés. Comment l'utilisation des cénosphères fait-elle évoluer la sensibilité des BIS aux risques de gel-dégel ? à leur résistance aux agents chimiques agressifs (notamment les chlorures et sulfates) ? A la tenue de ces bétons au feu ?

REFERENCES

- [1] T. Gallauziaux and D. Fedullo, *Le grand livre de l'isolation*, Eyrolles. 2012.
- [2] "Efficacité énergétique et confort dans les bâtiments," <https://www.effinergie.org/web/>.
- [3] V. Cermak and L. Rybach, "Thermal properties: Thermal conductivity and specific heat of minerals and rocks," in *Landolt-Bornstein Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik, Neue Serie*, G. Angenei., no. 1, 1982, pp. 305–343.
- [4] VDI, *VDI Heat Atlas*. Germany: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2010.
- [5] F. P. Incropera, D. P. DeWitt, T. L. Bergman, and A. S. Lavine, *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*, John Wiley. 2007.
- [6] S. Bories, M. Prat, and M. Quintard, "Transferts de chaleur dans les milieux poreux - Conduction, convection, rayonnement," *Tech. l'ingénieur*, vol. 33, no. 0, pp. 1–22, 2012.
- [7] L. H. Nguyen, "Béton de structure à propriétés d'isolation thermique améliorées: Approche expérimentale et modélisation numérique, PhD thesis," Université de Cergy-Pontoise, 2013.
- [8] J. V Brakel, "Capillary liquid transport in porous media, PhD thesis," Technische Hogeschool, 1975.
- [9] B. Naitali, "Elaboration , caractérisation et modélisation de matériaux poreux . Influence de la structure poreuse sur la conductivité thermique effective, Thèse de Doctorat," Université de Limoges, 2005.
- [10] A. Helte, "Radiative and conductive heat transfer in porous media: Estimation of the effective thermal conductivity," *J. Appl. Phys.*, vol. 73, 1993.
- [11] Degiovanni. A, "Conductivité et diffusivité thermique des solides," *Tech. l'ingénieur, Trait. Mes. Contrôle*, vol. 33, no. 0, 1994.
- [12] F. De Ponte and S. Klarsfeld, "Conductivité thermique des isolants," *Tech. l'ingénieur*, vol. R 2 930, no. 0, p. 21, 2002.
- [13] D. Salmon, "Thermal conductivity of insulations using guarded hot plates, including recent developments and sources of reference materials," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 12, no. 12, p. R89, 2001.
- [14] W. J. Parker, R. J. Jenkins, C. P. Butler, and G. L. Abbott, "Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity," *J. Appl. Phys.*, vol. 32, no. 1679, 1961.
- [15] M. Niezgoda, "Modélisation du transfert thermique au sein de matériaux poreux multiconstituants, Thèse de doctorat," Université d'Orléans, 2012.
- [16] J. Zach, M. Hubertova, and J. Hroudova, "Possibilities of Determination of Thermal

- Conductivity of Lightweight Concrete With Utilization of Non Stationary Hot-Wire Method,” in *The 10th International Conference of the Slovenian Society for Non-Destructive Testing: Application of Contemporary Non-Destructive Testing in Engineering*, 2009, pp. 207–213.
- [17] H. S. Carslaw and J. C. Jaeger, *Conduction of Heats in Solids, 2nd edition*, Oxford Uni. 1959.
- [18] S. A. Al-Ajlan, “Measurements of thermal properties of insulation materials by using transient plane source technique,” *Appl. Therm. Eng.*, vol. 26, no. 17–18, pp. 2184–2191, Dec. 2006.
- [19] A. L. Marshall, “The thermal properties of concrete,” *Build. Sci.*, vol. 7, no. 3, pp. 167–174, 1972.
- [20] D. Campbell-Allen and C. P. Thorne, “The thermal conductivity of concrete,” *Mag. Concr. Res.*, vol. 15, no. 43, pp. 39–48, 1963.
- [21] M. . Khan, “Factors affecting the thermal properties of concrete and applicability of its prediction models,” *Build. Environ.*, vol. 37, no. 6, pp. 607–614, Jun. 2002.
- [22] N. G. Zoldners, “Thermal properties of concrete under sustained elevated temperatures,” *ACI Publ. SP-25*, pp. 1–31, 1971.
- [23] W. Zhang, H. Min, X. Gu, Y. Xi, and Y. Xing, “Mesoscale model for thermal conductivity of concrete,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 98, pp. 8–16, 2015.
- [24] D. . Bentz, M. Peltz, A. Duran-Herrera, P. Valdez, and C. Juarez, “Thermal properties of high-volume fly ash mortars and concretes,” *J. Build. Phys.*, vol. 34, no. 3, pp. 263–275, 2011.
- [25] A. Missenard, “Recherches théoriques et expérimentales sur la conductivité thermique des bétons,” *Ann. l’Institut Tech. du Batim. des Trav. Publics*, vol. 18, no. 211–212, pp. 950–967, 1965.
- [26] A. Neville, *Propriétés des bétons*, Eyrolles. 2000.
- [27] E. Kamseu *et al.*, “Cumulative pore volume, pore size distribution and phases percolation in porous inorganic polymer composites: Relation microstructure and effective thermal conductivity,” *Energy Build.*, vol. 88, pp. 45–56, 2015.
- [28] E. Kamseu, B. Nait-Ali, M. C. Bignozzi, C. Leonelli, S. Rossignol, and D. S. Smith, “Bulk composition and microstructure dependence of effective thermal conductivity of porous inorganic polymer cements,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 8, pp. 1593–1603, 2012.
- [29] S. Chandra and L. Berntsson, “Physical Properties of Lightweight Aggregate Concrete,” in *Lightweight Aggregate Concrete*, S. Chandra and L. Berntsson, Eds. Norwich, NY: William Andrew Publishing, 2002, pp. 167–229.
- [30] L. H. Nguyen, A. Beaucour, S. Ortola, and A. Noumowé, “Influence of the volume fraction and the nature of fine lightweight aggregates on the thermal and mechanical properties of structural concrete,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 51, pp. 121–132, 2014.
- [31] H. Uysal, R. Demirboğa, R. Şahin, and R. Gül, “The effects of different cement dosages,

slumps, and pumice aggregate ratios on the thermal conductivity and density of concrete," *Cem. Concr. Res.*, vol. 34, no. 5, pp. 845–848, May 2004.

- [32] L. Gündüz, "The effects of pumice aggregate/cement ratios on the low-strength concrete properties," *Constr. Build. Mater.*, vol. 22, no. 5, pp. 721–728, 2008.
- [33] K.-H. Kim, S.-E. Jeon, J.-K. Kim, and S. Yang, "An experimental study on thermal conductivity of concrete," *Cem. Concr. Res.*, vol. 33, no. 3, pp. 363–371, 2003.
- [34] M. H. Baghban, P. J. Hovde, and S. Jacobsen, "Analytical and experimental study on thermal conductivity of hardened cement pastes," *Mater. Struct.*, pp. 1537–1546, 2013.
- [35] C. Narattha, P. Thongsanitgarn, and A. Chaipanich, "Thermogravimetry analysis , compressive strength and thermal conductivity tests of non-autoclaved aerated Portland cement – fly ash – silica fume concrete," *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 122, no. 1, pp. 11–20, 2015.
- [36] R. Demirboğa, I. Örüng, and R. Gül, "Effects of expanded perlite aggregate and mineral admixtures on the compressive strength of low-density concretes," *Cem. Concr. Res.*, vol. 31, no. 11, pp. 1627–1632, 2001.
- [37] R. Demirboğa, "Influence of mineral admixtures on thermal conductivity and compressive strength of mortar," *Energy Build.*, vol. 35, no. 2, pp. 189–192, Feb. 2003.
- [38] X. Fu and D. D. L. Chung, "Effect of admixtures on thermal and thermomechanical behavior of cement paste," *ACI Materials Journal*, vol. 96, no. 4. pp. 455–461, 1999.
- [39] M. G. Gomes, I. Flores-Colen, L. M. Manga, A. Soares, and J. de Brito, "The influence of moisture content on the thermal conductivity of external thermal mortars," *Constr. Build. Mater.*, vol. 135, pp. 279–286, 2017.
- [40] E. Mnahoncakova *et al.*, "Effect of Moisture on the Thermal Conductivity of a Cementitious Composite," *Int. J. Thermophys.*, vol. 27, no. 4, pp. 1228–1240, 2006.
- [41] T. D. Brown and M. Y. Javaid, "The thermal conductivity of fresh concrete," *Matériaux Constr.*, vol. 3, no. 18, pp. 411–416, 1970.
- [42] V. T. Nguyen, "Comportement des bétons ordinaire et à hautes performances soumis à haute température : application à des éprouvettes de grandes dimensions, PhD thesis," Université de Cergy-Pontoise, 2013.
- [43] U. Schneider, U. Diederichs, and C. Ehm, "Effect of temperature on steel and concrete for PCRVs," *Nucl. Eng. Des.*, vol. 67, no. 2, pp. 245–258, 1982.
- [44] M. Laurent, "Conductivité thermique des solides," *Tech. l'ingénieur*, vol. 33, no. 0, p. 30, 2012.
- [45] C. Clauser and E. Huenges, *Thermal Conductivity of Rocks and Minerals*. 1995.
- [46] ADEME, "Règles Th-Bat." 2015.
- [47] A. Haré, "Ponts thermiques, conséquences et bonnes pratiques," <http://blog.pages-energie.com/ponts-thermiques-consequences-bonnes-pratiques.html>, 2017. .
- [48] AFNOR, "NF EN ISO 10211: Ponts thermiques dans les bâtiments - Flux thermiques

et températures superficielles - Calculs détaillés.” .

- [49] TARMAC, “Low Thermal Conductivity Concrete - Solution Guide.” 2015.
- [50] S. Real, M. G. Gomes, A. Moret Rodrigues, and J. A. Bogas, “Contribution of structural lightweight aggregate concrete to the reduction of thermal bridging effect in buildings,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 121, pp. 460–470, Sep. 2016.
- [51] AFNOR, “Référentiel de certification NF - Béton Prêt à l’Emploi.” 2016.
- [52] S. N. du B. P. à l’Emploi SNBPE, “Bétons à Propriétés Thermiques : Guide pour la marque NF des Bétons à Propriété Thermique.” 2017.
- [53] J. P. Ries *et al.*, “Guide for Structural Lightweight-Aggregate Concrete Reported by ACI Committee 213,” 2003.
- [54] M. Kaffetzakis and C. C. Papanicolaou, “Lightweight Aggregate Self-Compacting Concrete (LWASCC) semi-automated mix design methodology,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 123, pp. 254–260, 2016.
- [55] H. Samouh, “Nouvelles approches des relations entre formulation et comportement différé des matériaux cimentaires: application aux bétons autoplaçants. Thèse de Doctorat,” Ecole Centrale de Nantes, 2015.
- [56] E. V. Fomenko, N. N. Anshits, L. A. Solovyov, O. A. Mikhaylova, and A. G. Anshits, “Composition and morphology of fly ash cenospheres produced from the combustion of Kuznetsk coal,” *Energy Fuels*, vol. 27, no. 9, pp. 5440–5448, 2013.
- [57] E. V. Sokol, N. V. Maksimova, N. I. Volkova, E. N. Nigmatulina, and A. E. Frenkel, “Hollow silicate microspheres from fly ashes of the Chelyabinsk brown coals (South Urals, Russia),” *Fuel Process. Technol.*, vol. 67, no. 1, pp. 35–52, Jun. 2000.
- [58] “Camouflage; Cacher ce char que je ne saurais voir,” *The Economist - Londres*, 2009.
- [59] S. Ghosal and S. A. Self, “Particle size-density relation and cenosphere content of coal fly ash,” *Fuel*, vol. 74, no. 4, pp. 522–529, 1995.
- [60] N. Ranjbar and C. Kuenzel, “Cenospheres: A review,” *Fuel*, vol. 207, pp. 1–12, 2017.
- [61] S. V. Vassilev and C. G. Vassileva, “Mineralogy of combustion wastes from coal-fired power stations,” *Fuel Process. Technol.*, vol. 47, no. 3, pp. 261–280, 1996.
- [62] F. Goodarzi, “Characteristics and composition of fly ash from Canadian coal-fired power plants,” *Fuel*, vol. 85, no. 10–11, pp. 1418–1427, 2006.
- [63] S. V. Vassilev, R. Menendez, M. Diaz-Somoano, and M. R. Martinez-Tarazona, “Phase-mineral and chemical composition of coal fly ashes as a basis for their multicomponent utilization. 2. Characterization of ceramic cenosphere and salt concentrates,” *Fuel*, vol. 83, no. 4–5, pp. 585–603, 2004.
- [64] B. G. Kutchko and A. G. Kim, “Fly ash characterization by SEM-EDS,” *Fuel*, vol. 85, no. 17–18, pp. 2537–2544, 2006.
- [65] P. K. Kolay and D. N. Singh, “Physical, chemical, mineralogical, and thermal properties of cenospheres from an ash lagoon,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 31, no. 4, pp. 539–542, 2001.

- [66] A. Sarkar, R. Rano, K. K. Mishra, and A. Mazumder, "Characterization of cenospheres collected from ash-pond of a super thermal power plant," *Energy Sources, Part A Recover. Util. Environ. Eff.*, vol. 30, no. 3, pp. 271–283, 2008.
- [67] J. F. Chàvez Alcala, R. Morales Dàvila, and R. Lastra Quintero, "Recovery of Cenospheres and Magnetite from Coal Burning Power Plant Ash. Technical Report," 1987.
- [68] H. T. B. M. Petrus, T. Hirajima, Y. Oosako, M. Nonaka, K. Sasaki, and T. Ando, "Performance of dry-separation processes in the recovery of cenospheres from fly ash and their implementation in a recovery unit," *Int. J. Miner. Process.*, vol. 98, no. 1–2, pp. 15–23, 2011.
- [69] E. V. Fomenko *et al.*, "Characterization of Fly Ash Cenospheres Produced from the Combustion of Ekibastuz Coal," *Energy and Fuels*, vol. 29, no. 8, pp. 5390–5403, 2015.
- [70] T. Matsunaga, J. K. Kim, S. Hardcastle, and P. K. Rohatgi, "Crystallinity and selected properties of fly ash particles," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 325, no. 1–2, pp. 333–343, Feb. 2002.
- [71] A. Hanif, Z. Lu, and Z. Li, "Utilization of fly ash cenosphere as lightweight filler in cement-based composites – A review," *Construction and Building Materials*, vol. 144, pp. 373–384, 2017.
- [72] D. Montgomery and S. Diamond, "The influence of fly ash cenospheres on the details of cracking in flyash-bearing cement pastes," *Cem. Concr. Res.*, vol. 14, no. c, pp. 767–775, 1984.
- [73] F. Blanco, P. Garcia, P. Mateos, and J. Ayala, "Characteristics and properties of lightweight concrete manufactured with cenospheres," *Cem. Concr. Res.*, vol. 30, pp. 1715–1722, 2000.
- [74] A. Shukla, A. Bose, K. Wayne Lee, and S. P. McBride, "Processing and characterization of a lightweight concrete using cenospheres, Research Report," Rhode Island, 2001.
- [75] V. Tiwari, A. Shukla, and A. Bose, "Acoustic properties of cenosphere reinforced cement and asphalt concrete," *Appl. Acoust.*, vol. 65, pp. 263–275, 2004.
- [76] Y. Wu, J. Wang, P. J. M. Monteiro, and M. Zhang, "Development of ultra-lightweight cement composites with low thermal conductivity and high specific strength for energy efficient buildings," *Constr. Build. Mater.*, vol. 87, pp. 100–112, 2015.
- [77] V. Rheinheimer *et al.*, "Multi-scale study of high-strength low-thermal-conductivity cement composites containing cenospheres," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 80, pp. 91–103, 2017.
- [78] Z. Huang, J. Y. R. Liew, and W. Li, "Evaluation of compressive behavior of ultra-lightweight cement composite after elevated temperature exposure," *Constr. Build. Mater.*, vol. 148, pp. 579–589, 2017.
- [79] J. Y. Wang, X. L. Gao, and J. B. Yan, "Developments and mechanical behaviors of steel fiber reinforced ultra-lightweight cement composite with different densities," *Constr. Build. Mater.*, vol. 171, pp. 643–653, 2018.

- [80] J. B. Yan, J. Y. Wang, J. Y. R. Liew, and X. Qian, "Applications of ultra-lightweight cement composite in flat slabs and double skin composite structures," *Constr. Build. Mater.*, vol. 111, pp. 774–793, 2016.
- [81] K. M. A. Sohel, K. Al-Jabri, M. H. Zhang, and J. Y. R. Liew, "Flexural fatigue behavior of ultra-lightweight cement composite and high strength lightweight aggregate concrete," *Constr. Build. Mater.*, vol. 173, pp. 90–100, 2018.
- [82] A. L. Brooks, H. Zhou, and D. Hanna, "Comparative study of the mechanical and thermal properties of lightweight cementitious composites," *Constr. Build. Mater.*, vol. 159, pp. 316–328, 2018.
- [83] M. Cyr, "Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires, PhD thesis," Université de Sherbrooke, 1999.
- [84] K. Scrivener, R. Snellings, and B. Lothenbach, *A practical guide to microstructural Analysis of Cementitious Materials*, CRC Press. 2016.
- [85] S. Diamond, "Mercury porosimetry: an inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based material," *Cem. Concr. Res.*, vol. 30, no. 10, pp. 1517–1525, 2000.
- [86] H. Ma, "Mercury intrusion porosimetry in concrete technology: Tips in measurement, pore structure parameter acquisition and application," *J. Porous Mater.*, vol. 21, no. 2, pp. 207–215, 2014.
- [87] P. Pipilikaki and M. Beazi-Katsioti, "The assessment of porosity and pore size distribution of limestone Portland cement pastes," *Constr. Build. Mater.*, vol. 23, no. 5, pp. 1966–1970, 2009.
- [88] AFNOR, "NF EN 12664: Détermination de la résistance thermique par la méthode de la plaque chaude gardée et la méthode fluxmétrique. Produits secs et humides de moyenne et basse résistance thermique," 2001.
- [89] S. Diamond, "Particle morphologies in fly ash," *Cem. Concr. Res.*, vol. 16, no. 4, pp. 569–579, 1986.
- [90] R. Le Roy, E. Parant, and C. Boulay, "Taking into account the inclusions' size in lightweight concrete compressive strength prediction," *Cem. Concr. Res.*, vol. 35, no. 4, pp. 770–775, 2005.
- [91] M. I. A. Khokhar, "Optimisation of concrete mix design with high content of mineral additions: effet on microstructure, hydration and shrinkage, PhD Thesis," Ecole Centrale de Nantes, 2010.
- [92] A. Short and W. Kinniburgh, *Lightweight Concrete*. C.R. Books, 1963.
- [93] L. Bello, "Mise au Point d'une Méthodologie Pour Formuler des Bétons Auto-Plaçants légers et Durables, PhD thesis," Université Montpellier 2, 2014.
- [94] J. Castro, L. Keiser, M. Golias, and J. Weiss, "Absorption and desorption properties of fine lightweight aggregate for application to internally cured concrete mixtures," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 33, no. 10, pp. 1001–1008, 2011.
- [95] T. W. Bremner and T. A. Holm, "Elastic Compatibility and the Behavior of Concrete,"

ACIJ. Proc., vol. 83, no. 2, pp. 244–250, 1986.

- [96] F. de Larrard, “Une nouvelle approche de la formulation des bétons légers de structure,” *Bull. des Lab. des Ponts Chaussees*, no. 195, pp. 1–26, 1995.
- [97] J. A. Bogas and A. Gomes, “Compressive behavior and failure modes of structural lightweight aggregate concrete - Characterization and strength prediction,” *Mater. Des.*, vol. 46, pp. 832–841, 2013.
- [98] H. Z. Cui, T. Y. Lo, S. A. Memon, and W. Xu, “Effect of lightweight aggregates on the mechanical properties and brittleness of lightweight aggregate concrete,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 35, pp. 149–158, 2012.
- [99] C. G. Papanicolaou and M. I. Kaffetzakis, “Lightweight Aggregate Self-Compacting Concrete: State-of-the-Art & Pumice Application,” *J. Adv. Concr. Technol.*, vol. 9, no. 1, pp. 15–29, 2011.
- [100] P. Vargas, O. Restrepo-Baena, and J. I. Tobón, “Microstructural analysis of interfacial transition zone (ITZ) and its impact on the compressive strength of lightweight concretes,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 137, pp. 381–389, 2017.
- [101] M. H. Zhang and O. E. GjØrv, “Microstructure of the interfacial zone between lightweight aggregate and cement paste,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 20, no. 4, pp. 610–618, 1990.
- [102] L. Kong, L. Hou, and Y. Du, “Chemical reactivity of lightweight aggregate in cement paste,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 64, pp. 22–27, 2014.
- [103] R. Wasserman and A. Bentur, “Interfacial interactions in lightweight aggregate concretes and their influence on the concrete strength,” *Cem. Concr. Compos.*, vol. 18, no. 1, pp. 67–76, 1996.
- [104] Y. Ke, a L. Beaucour, S. Ortola, H. Dumontet, and R. Cabrillac, “Comportement Mécanique des Bétons de Granulats Légers : Étude Expérimentale et Modélisation,” *Rev. Française Génie Civ.*, vol. X, pp. 1–8.
- [105] L. Zhang, Y. Zhang, C. Liu, L. Liu, and K. Tang, “Study on microstructure and bond strength of interfacial transition zone between cement paste and high-performance lightweight aggregates prepared from ferrochromium slag,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 142, pp. 31–41, 2017.
- [106] T. Y. Lo, H. Z. Cui, and Z. G. Li, “Influence of aggregate pre-wetting and fly ash on mechanical properties of lightweight concrete,” *Waste Manag.*, vol. 24, no. 4, pp. 333–338, 2004.
- [107] R. Sahin, R. Demirboğa, H. Uysal, and R. Gül, “The effects of different cement dosages, slumps and pumice aggregate ratios on the freezing and thawing of concrete,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 33, pp. 1245–1249, 2003.
- [108] K. H. Mo, T. C. Ling, U. J. Alengaram, S. P. Yap, and C. W. Yuen, “Overview of supplementary cementitious materials usage in lightweight aggregate concrete,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 139, pp. 403–418, 2017.
- [109] L. Bello, E. Garcia-Diaz, and P. Rougeau, “An original test method to assess water absorption/desorption of lightweight aggregates in presence of cement paste,”

- Constr. Build. Mater.*, vol. 154, pp. 752–762, 2017.
- [110] H. Okamura and M. Ouchi, “Self-compacting concrete,” *J. Adv. Technol.*, vol. 1, no. 1, pp. 5–15, 2003.
- [111] T. Sedran and F. de Larrard, “RENE - LCPC - Un logiciel pour optimiser la granularité des matériaux de Génie Civil,” *Bull. des Lab. des Ponts Chaussées*, vol. 194, pp. 87–93, 1994.
- [112] M. C. S. Nepomuceno, L. A. Pereira-de-Oliveira, and S. F. Pereira, “Mix design of structural lightweight self-compacting concrete incorporating coarse lightweight expanded clay aggregates,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 166, pp. 373–385, 2018.
- [113] M. Kaffetzakis and C. Papanicolaou, “Mix Proportioning Method for Lightweight Aggregate SCC (LWASCC) Based on the Optimum Packing Point Concept,” in *Innovative Materials and Techniques in Concrete Construction*, 2012, pp. 131–151.
- [114] B. Vakhshouri and S. Nejadi, “Mix design of light-weight self-compacting concrete,” *Case Stud. Constr. Mater.*, vol. 4, pp. 1–14, 2016.
- [115] A. Lotfy, K. M. A. Hossain, and M. Lachemi, “Application of statistical models in proportioning lightweight self-consolidating concrete with expanded clay aggregates,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 65, pp. 450–469, 2014.
- [116] H. Al-Khaiat and M. N. Haque, “Effect of initial curing on early strength and physical properties of a lightweight concrete,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 28, no. 6, pp. 859–866, 1998.
- [117] F. De Larrard, F. Bosc, C. Catherine, and F. Deflorenne, “La nouvelle méthode des coulis de l’AFREM pour la formulation des bétons à hautes performances,” *Bull. des Lab. des ponts chaussées*, vol. 202, pp. 61–69, 1996.
- [118] Association Française de Génie Civil and PN-B@P, “RECOMMANDATIONS POUR L’EMPLOI DES BÉTONS AUTO-PLAÇANTS,” 2008.
- [119] T. Sedran, “Rhéologie et rhéométrie des bétons. Application aux bétons autonivelants, Thèse de Doctorat,” Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1999.
- [120] AFNOR, “NF EN 206/CN: Béton -Spécifications, performance, production et conformité - Complément national à la norme NF EN 206.” 2014.
- [121] M. Arnould and M. Virlogeux, *Granulats et bétons légers*, Presse de. 1986.
- [122] Y. Ke, “Caractérisation du comportement mécanique des bétons de granulats légers: Expérience et modélisation, Thèse de Doctorat,” Université de Cergy Pontoise, 2008.
- [123] AFNOR, “NF EN 1992-1-1/NA. Eurocode 2: Calcul de structures en béton - Partie 1-1: Règles générales et règles pour le bâtiment,” 2007.
- [124] F. A. Grondin, “Modélisation Multi-échelles du comportement thermo-hydro-mécanique des matériaux hétérogènes: Applications aux Matériaux Cimentaires sous Sollicitations Sévères, Thèse de Doctorat,” Université Paris 6, 2005.
- [125] J. T. Mottram and R. Taylor, “Thermal transport properties,” in *International Encyclopaedia of Composites*, VCH Publis., S. M. Lee, Ed. 1991, pp. 476–496.

- [126] A. Boudenne, "Etude expérimentale et théorique des propriétés thermophysiques de matériaux composites à matrice polymère, Thèse de Doctorat," Université Paris XII Val de Marne, 2003.
- [127] J. C. Maxwell, *A treatise on electricity and magnetism, Volume I*, Oxford Uni. London, 1873.
- [128] L. R. S. R.S., "LVI. On the influence of obstacles arranged in rectangular order upon the properties of a medium," *London, Edinburgh, Dublin Philos. Mag. J. Sci.*, vol. 34, no. 211, pp. 481–502, 1892.
- [129] Z. Hashin and S. Shtrikman, "A Variational approach to the theory of the effective magnetic permeability of multiphase materials," *J. Appl. Phys.*, vol. 33, no. 10, pp. 3125–3131, 1962.
- [130] T. Mori and K. Tanaka, "Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions," *Acta Metall.*, vol. 21, no. 5, pp. 571–574, 1973.
- [131] Y. Benveniste, "Revisiting the generalized self-consistent scheme in composites: Clarification of some aspects and a new formulation," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 56, no. 10, pp. 2984–3002, 2008.
- [132] Y. Benveniste, "On the effective thermal conductivity of multiphase composites," *J. Appl. Math. Phys.*, vol. 37, no. 5, pp. 696–713, 1986.
- [133] K. Pietrak and T. S. Wisniewski, "A review of models for effective thermal conductivity of composite materials," *J. Powder Technol.*, vol. 95, no. 1, pp. 14–24, 2015.
- [134] J. Chen, M. Zhang, H. Wang, and L. Li, "Evaluation of thermal conductivity of asphalt concrete with heterogeneous microstructure," *Appl. Therm. Eng.*, vol. 84, pp. 368–374, 2015.
- [135] M. Bornert, T. Bretheau, and P. Gilormini, *Homogénéisation en mécanique des matériaux, Tome 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*. Hermes science, 2001.
- [136] S. Wei, C. Yiqiang, Z. Yunsheng, and M. R. Jones, "Characterization and simulation of microstructure and thermal properties of foamed concrete," *Constr. Build. Mater.*, vol. 47, pp. 1278–1291, 2013.
- [137] S. Y. Chung, T. S. Han, S. Y. Kim, J. H. Jay Kim, K. S. Youm, and J. H. Lim, "Evaluation of effect of glass beads on thermal conductivity of insulating concrete using micro CT images and probability functions," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 65, pp. 150–162, 2016.
- [138] T. Wu, I. Temizer, and P. Wriggers, "Computational thermal homogenization of concrete," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 35, no. 1, pp. 59–70, 2013.
- [139] P. E. Roelfstra, H. Sadouki, and F. H. Wittmann, "Le béton numérique," *Matériaux Constr.*, vol. 18, no. 107, pp. 327–335, 1985.
- [140] D. P. Bentz, "CEMHYD3D: A three-dimensional Cement Hydration and Microstructure Development Modelling Package. Version 2.0," 2000.
- [141] J. W. Bullard, "NIST Special Publication 1173: Virtual Cement and Concrete Testing Laboratory," 2014.

- [142] L. Valentini *et al.*, "Simulation of the hydration kinetics and elastic moduli of cement mortars by microstructural modelling," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 52, pp. 54–63, Sep. 2014.
- [143] D. P. Bentz and J. T. Conway, "Computer modeling of the replacement of 'coarse' cement particles by inert fillers in low w/c ratio concretes Hydration and strength," *Cem. Concr. Res.*, vol. 31, no. 3, pp. 503–506, 2001.
- [144] E. J. Garboczi and D. P. Bentz, "Percolation Aspects of Cement Paste and Concrete - Properties and Durability," in *High-Performance Concrete: Research to Practice, American Concrete Institute, Special Publication 189. Proceedings. American Concrete Institute Spring Convention*, 1999, pp. 147–164.
- [145] E. J. Garboczi and D. P. Bentz, "Multiscale Analytical / Numerical Theory of the Diffusivity of Concrete," *Adv. Cem. Mater.*, vol. 8, pp. 77–88, 1998.
- [146] M. Stroeven and P. Stroeven, "SPACE system for simulation of aggregated matter application to cement hydration," *Cem. Concr. Res.*, vol. 29, no. 8, pp. 1299–1304, 1999.
- [147] P. Stroeven and M. Stroeven, "Assessment of packing characteristics by computer simulation," *Cem. Concr. Res.*, vol. 29, no. 8, pp. 1201–1206, 1999.
- [148] P. Stroeven and M. Stroeven, "Reconstructions by SPACE of the Interfacial Transition Zone," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 23, no. 2–3, pp. 189–200, 2001.
- [149] C. Huet, "Coupled size and boundary-condition effects in viscoelastic heterogeneous and composite bodies," *Mech. Mater.*, vol. 31, no. 12, pp. 787–829, 1999.
- [150] G. Mounajed, "Exploitation du nouveau modèle béton numérique dans symphonie: Concept, homogénéisation du comportement thermomécanique des BHP et simulation de l'endommagement thermique," *Cah. du CSTB*, vol. 3421, 2002.
- [151] G. Mounajed *et al.*, "Digital Concrete : A Multi-scale Approach for the Concrete Behavior," *J. Comput. Methods Sci. Eng.*, vol. 6, pp. 325–337, 2006.
- [152] S. Mohaine, J. Feliu, F. Grondin, M. Karkri, and A. Loukili, "Multiscale modelling for the thermal creep analysis of PCM concrete," *Energy Build.*, vol. 131, pp. 99–112, 2016.
- [153] D. P. Bentz, "Quantitative comparison of real and CEMHYD3D model microstructures using correlation functions," *Cem. Concr. Res.*, vol. 36, no. 2, pp. 259–263, 2006.
- [154] E. J. Garboczi and J. W. Bullard, "Shape analysis of a reference cement," *Cem. Concr. Res.*, vol. 34, no. 10, pp. 1933–1937, 2004.
- [155] E. J. Garboczi, "Three-dimensional mathematical analysis of particle shape using X-ray tomography and spherical harmonics: Application to aggregates used in concrete," *Cem. Concr. Res.*, vol. 32, no. 10, pp. 1621–1638, 2002.
- [156] J. F. Dubé, "Identification des paramètres d'un modèle de comportement pour les structures en béton. Mémoire HDR," Université de Montpellier II, 2005.
- [157] D. W. Marquardt, "An algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters," *J. thr Soc. Ind. Appl. Math.*, vol. 11, no. 2, pp. 431–441, 1963.

- [158] E. Walter and L. Prontazo, *Identification des modèles paramétriques à partir de données expérimentales*, Masson, 1994.
- [159] M. I. a Lourakis, "A Brief Description of the Levenberg-Marquardt Algorithm Implemented by levmar," *Matrix*, vol. 3, p. 2, 2005.
- [160] P. Lawrence and E. Ringot, "Prise en compte des additions minérales dans le calcul des résistances de mortiers," *Rev. Française Génie Civ.*, vol. 4, no. 4, pp. 525–542, 2000.
- [161] M. Cyr, P. Lawrence, and E. Ringot, "Efficiency of mineral admixtures in mortars: Quantification of the physical and chemical effects of fine admixtures in relation with compressive strength," *Cem. Concr. Res.*, vol. 36, no. 2, pp. 264–277, 2006.
- [162] M. I. A. Khokhar, E. Roziere, P. Turcry, F. Grondin, and A. Loukili, "Mix design of concrete with high content of mineral additions: Optimisation to improve early age strength," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 32, no. 5, pp. 377–385, 2010.
- [163] A. Bessa-Badreddine, "Etude de la contribution des additions minérales aux propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers, PhD thesis," Université Cergy-Pontoise, 2004.
- [164] S. Caré, R. Linder, V. Baroghel-Bouny, F. de Larrard, and Y. Charonnat, "Effet des additions minérales sur les propriétés d'usage des bétons, Plans d'expériences et analyse statistique," *Etudes Rech. des Lab. des Ponts Chaussées*, 2000.
- [165] S. W. Dean, D. P. Bentz, A. Durán-Herrera, and D. Galvez-Moreno, "Comparison of ASTM C311 Strength Activity Index Testing versus Testing Based on Constant Volumetric Proportions," *J. ASTM Int.*, vol. 9, no. 1, p. 104138, 2012.
- [166] H. Fanghui, W. Qiang, and F. Jingjing, "The differences among the roles of ground fly ash in the paste, mortar and concrete," *Constr. Build. Mater.*, vol. 93, pp. 172–179, 2015.
- [167] E. 450-1, "Fly ash for concrete - Part 1: Definition, specifications and conformity criteria."
- [168] F. de Larrard, *Concrete Mixture-Proportioning - A Scientific Approach*, E & FN SPO., vol. 9. Londres, 1999.
- [169] F. de Larrard and P. Tondat, "Sur la contribution de la topologie du squelette granulaire à la résistance en compression du béton," *Mater. Struct.*, vol. 26, no. 9, pp. 505–516, 1993.
- [170] P. Lawrence, M. Cyr, and E. Ringot, "Mineral admixtures in mortars," *Cem. Concr. Res.*, vol. 33, no. 12, pp. 1939–1947, 2003.
- [171] M. Cyr, P. Lawrence, and E. Ringot, "Mineral admixtures in mortars: Quantification of the physical effects of inert materials on short-term hydration," *Cem. Concr. Res.*, vol. 35, no. 4, pp. 719–730, 2005.
- [172] B. Lothenbach, K. Scrivener, and R. D. Hooton, "Supplementary cementitious materials," *Cem. Concr. Res.*, vol. 41, no. 12, pp. 1244–1256, 2011.
- [173] A. Schöler, B. Lothenbach, F. Winnefeld, M. Ben Haha, M. Zajac, and H. M. Ludwig, "Early hydration of SCM-blended Portland cements: A pore solution and isothermal

- calorimetry study," *Cem. Concr. Res.*, vol. 93, pp. 71–82, 2017.
- [174] F. Deschner *et al.*, "Hydration of Portland cement with high replacement by siliceous fly ash," *Cem. Concr. Res.*, vol. 42, no. 10, pp. 1389–1400, 2012.
- [175] D. Harbec, A. Zidol, A. Tagnit-Hamou, and F. Gitzhofer, "Mechanical and durability properties of high performance glass fume concrete and mortars," *Constr. Build. Mater.*, vol. 134, pp. 142–156, 2017.
- [176] G. Le Saout and K. Scrivener, "Early hydration of Portland Cement with corundum addition," in *16 Internationale Baustofftagung (ibausil)*, 2006, pp. 409–416.
- [177] S. F. Dove, Patricia M.; Elston, "Dissolution kinetics of quartz in sodium chloride solutions: Analysis of existing data and a rate model for 25 °C," *Geochim. Cosmochim. Acta*, vol. 56, pp. 4147–4156, 1992.
- [178] L. Y. Gómez-Zamorano and J. I. Escalante-García, "Effect of curing temperature on the nonevaporable water in portland cement blended with geothermal silica waste," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 32, no. 8, pp. 603–610, 2010.
- [179] S. Hanehara, F. Tomosawa, M. Kobayakawa, and K. R. Hwang, "Effects of water/powder ratio, mixing ratio of fly ash, and curing temperature on pozzolanic reaction of fly ash in cement paste," *Cem. Concr. Res.*, vol. 31, no. 1, pp. 31–39, 2001.
- [180] G. Le Saoût, E. Lécolier, A. Rivereau, and H. Zanni, "Chemical structure of cement aged at normal and elevated temperatures and pressures, Part II: Low permeability class G oilwell cement," *Cem. Concr. Res.*, vol. 36, no. 3, pp. 428–433, 2006.
- [181] V. Lilkov, N. Djabarov, G. Bechev, and O. Petrov, "Properties and hydration products of lightweight and expansive cements Part II," *Cem. Concr. Res.*, vol. 29, no. 10, pp. 1641–1646, 1999.
- [182] V. Lilkov, N. Djabarov, G. Bechev, and O. Petrov, "Properties and hydration products of lightweight and expansive cements Part I," *Cem. Concr. Res.*, vol. 29, no. 10, pp. 1635–1641, 1999.
- [183] J. Y. Wang, M. H. Zhang, W. Li, K. S. Chia, and R. J. Y. Liew, "Stability of cenospheres in lightweight cement composites in terms of alkali-silica reaction," *Cem. Concr. Res.*, vol. 42, no. 5, pp. 721–727, 2012.
- [184] AFNOR, "NF EN 196-1 - Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances - Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : Détermination des résistances." 2016.
- [185] K. L. Scrivener *et al.*, "TC 238-SCM: hydration and microstructure of concrete with SCMs: State of the art on methods to determine degree of reaction of SCMs," *Mater. Struct. Constr.*, vol. 48, no. 4, pp. 835–862, 2015.
- [186] V. Baroghel-Bouny *et al.*, "Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons, Méthodes de mesure et d'essai de laboratoire," *Tech. méthodes des Lab. des ponts chaussées*, vol. 58, p. 90, 2002.
- [187] B. Lothenbach and F. Winnefeld, "Thermodynamic modelling of the hydration of Portland cement," *Cem. Concr. Res.*, vol. 36, no. 2, pp. 209–226, 2006.
- [188] U. H. Danielson, "Heat of hydration of cement as affected by water-cement ratio," in

Proceedings of the 4th International Symposium on the Chemistry of Cement, 1962, pp. 519–526.

- [189] E. H. Kadri, S. Aggoun, G. De Schutter, and K. Ezziane, “Combined effect of chemical nature and fineness of mineral powders on Portland cement hydration,” *Mater. Struct.*, vol. 43, no. 5, pp. 665–673, 2010.
- [190] R. Fernandez, F. Martirena, and K. L. Scrivener, “The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and montmorillonite,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 41, no. 1, pp. 113–122, Jan. 2011.
- [191] L. Lam, Y. L. Wong, and C. S. Poon, “Degree of hydration and gel/space ratio of high-volume fly ash/cement systems,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 30, no. 5, pp. 747–756, 2000.
- [192] C. S. Poon, L. Lam, and Y. L. Wong, “A study on high strength concrete prepared with large volumes of low calcium fly ash,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 30, no. 3, pp. 447–455, 2000.
- [193] B. Lothenbach, G. Le Saout, E. Gallucci, and K. Scrivener, “Influence of limestone on the hydration of Portland cements,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 38, no. 6, pp. 848–860, 2008.
- [194] I. Pane and W. Hansen, “Investigation of blended cement hydration by isothermal calorimetry and thermal analysis,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 35, no. 6, pp. 1155–1164, 2005.
- [195] A. Hanif, P. Parthasarathy, H. Ma, T. Fan, and Z. Li, “Properties improvement of fly ash cenosphere modified cement pastes using nano silica,” *Cem. Concr. Compos.*, vol. 81, pp. 35–48, 2017.
- [196] S. Medjigbodo, E. Rozière, K. Charier, I. Izoret, and A. Loukili, “Early age behavior and durability of ternary binders containing Portland cement, limestone filler and metakaolin (article en soumission),” *Constr. Build. Mater.*, pp. 1–22, 2018.
- [197] H. G. Midgley and K. Pettifer, “The micro structure of hydrated super sulphated cement,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 1, no. 1, pp. 101–104, 1971.
- [198] N. Petrov and A. Tagnit-Hamou, “Approche Holistique de la Formation Différée de l’Ettringite,” in *7ème édition des Journées Scientifiques du RF²B*, 2006, pp. 147–160.
- [199] V. Baroghel-Bouny, “Nouvelle approche de la durabilité du béton,” *Tech. l’ingénieur - Constr. travaux publics Les superstructures du bâtiment*, vol. C 245, no. 0, 2005.
- [200] A. Hilaire, “Étude Des Déformations Différées Des Bétons En Compression Et En Traction , Du Jeune Âge Au Long Terme, Thèse de Doctorat,” Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2014.
- [201] Z. P. Bazant, S. Sener, and J. K. Kim, “Effect of Cracking on Drying Permeability and Diffusivity of Concrete,” *ACI Mater. J.*, vol. 84, no. 5, pp. 351–357, 1987.
- [202] G. Pickett, “Effect of Aggregate on Shrinkage of Concrete and a Hypothesis Concerning Shrinkage,” *ACI Journal Proceedings*, vol. 52, no. 1, 1956.
- [203] D. W. Hobbs, “INFLUENCE OF AGGREGATE RESTRAINT ON THE SHRINKAGE OF CONCRETE.,” *J Am Concr Inst*, vol. 71, no. 9, pp. 445–450, 1974.

- [204] J. Liu, C. Shi, X. Ma, K. H. Khayat, J. Zhang, and D. Wang, "An overview on the effect of internal curing on shrinkage of high performance cement-based materials," *Constr. Build. Mater.*, vol. 146, pp. 702–712, 2017.
- [205] M. Golias, J. Castro, and J. Weiss, "The influence of the initial moisture content of lightweight aggregate on internal curing," *Constr. Build. Mater.*, vol. 35, pp. 52–62, 2012.
- [206] J. T. Kevern and Q. C. Nowasell, "Internal curing of pervious concrete using lightweight aggregates," *Constr. Build. Mater.*, vol. 161, pp. 229–235, 2018.
- [207] S. Zhutovsky, K. Kovler, and a Bentur, "Efficiency of lightweight aggregates for internal curing of high strength concrete to eliminate autogenous shrinkage," *Mater. Struct.*, vol. 35, no. 2, pp. 97–101, 2002.
- [208] A. Bentur, S. I. Igarashi, and K. Kovler, "Prevention of autogenous shrinkage in high-strength concrete by internal curing using wet lightweight aggregates," *Cem. Concr. Res.*, vol. 31, no. 11, pp. 1587–1591, 2001.
- [209] J. Ye, S. Hu, F. Wang, Y. Zhou, and Z. Liu, "Effect of pre-wetted light-weight aggregate on internal relative humidity and autogenous shrinkage of concrete," *J. Wuhan Univ. Technol. Mater. Sci. Ed.*, vol. 21, no. 1, pp. 134–137, 2006.
- [210] S. Asamoto, T. Ishida, and K. Maekawa, "Investigations into Volumetric Stability of Aggregates and Shrinkage of Concrete as a Composite," *J. Adv. Concr. Technol.*, vol. 6, no. 1, pp. 77–90, 2008.
- [211] M.-H. Zhang, L. Li, and P. Paramasivam, "Shrinkage of high-strength lightweight aggregate concrete exposed to dry environment," *ACI Mater. J.*, vol. 102, no. 2, pp. 86–92, 2005.
- [212] T. Fujiwara, "Effect of Aggregate on Drying Shrinkage of Concrete," *J. Adv. Concr. Technol.*, vol. 6, no. 1, pp. 31–44, 2008.
- [213] S. Choi, "Internal relative humidity and drying shrinkage of hardening concrete containing lightweight and normal-weight coarse aggregates: A comparative experimental study and modeling," *Constr. Build. Mater.*, vol. 148, pp. 288–296, 2017.
- [214] S. Assié, "Durabilité des bétons autoplaçants, Thèse de Doctorat," INSA Toulouse, 2004.
- [215] V. Baroghel-Bouny *et al.*, "Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages. Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali réaction," 2004.
- [216] G. Medjibodo, "Etude des transferts de la vapeur d'eau dans les bétons endommagés: de l'éprouvette à la structure, Thèse de Doctorat," Ecole Centrale de Nantes, 2014.
- [217] V. Picandet, "influence d'un endommagement mécanique sur la perméabilité et sur la diffusivité hydrique des bétons, Thèse de Doctorat," Université de Nantes, 2001.
- [218] 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, 2006.

- [219] M. N. Haque, H. Al-Khaiat, and O. Kayali, "Strength and durability of lightweight concrete," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 26, no. 4, pp. 307–314, 2004.
- [220] J. A. Bogas, S. Real, and B. Ferrer, "Biphasic carbonation behaviour of structural lightweight aggregate concrete produced with different types of binder," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 71, pp. 110–121, 2016.
- [221] M.-H. Z. and O. E. Gjorv, "Characteristics of Lightweight Aggregates for High-Strength Concrete," *Mater. J.*, vol. 88, no. 2.
- [222] A. Bilodeau, R. Chevrier, M. Malhotra, and G. C. Hoff, "Mechanical properties, durability and fire resistance of high-strength lightweight concrete," in *International Symposium on Structural Lightweight Aggregate Concrete*, 1995, pp. 432–443.
- [223] T. Y. Lo, W. C. Tang, and A. Nadeem, "Comparison of carbonation of lightweight concrete with normal weight concrete at similar strength levels," *Constr. Build. Mater.*, vol. 22, no. 8, pp. 1648–1655, 2008.
- [224] L. J. Klinkenberg, "The Permeability Of Porous Media To Liquids And Gases," *Drilling and Production Practice*. American Petroleum Institute, New York, New York, 1941.
- [225] P. Projet National PERFDUB, "Essai de carbonatation accélérée NF - Mode opératoire Version 2." 2017.
- [226] S. Real and J. A. Bogas, "Oxygen permeability of structural lightweight aggregate concrete," *Constr. Build. Mater.*, vol. 137, pp. 21–34, 2017.
- [227] B. Ferrer, J. Alexandre Bogas, and S. Real, "Service life of structural lightweight aggregate concrete under carbonation-induced corrosion," *Constr. Build. Mater.*, vol. 120, pp. 161–171, 2016.
- [228] E. Rozière, "Etude de la durabilité des bétons par une approche performantielle, Thèse de Doctorat," Ecole Centrale de Nantes, 2007.
- [229] G. De Schutter and K. Audenaert, "Evaluation of water absorption of concrete as a measure for resistance against carbonation and chloride migration," *Mater. Struct. Constr.*, vol. 37, no. 273, pp. 591–596, 2004.
- [230] H. Samouh, E. Rozière, V. Wisniewski, and A. Loukili, "Consequences of longer sealed curing on drying shrinkage, cracking and carbonation of concrete," *Cem. Concr. Res.*, vol. 95, pp. 117–131, 2017.
- [231] F. Liu, J. Wang, X. Qian, and J. Hollingsworth, "Internal curing of high performance concrete using cenospheres," *Cem. Concr. Res.*, vol. 95, pp. 39–46, 2017.
- [232] T. C. Hansen and A. H. Mattock, "Influence of Size and Shape of Member on the Shrinkage and Creep of Concrete," *J. Proc.*, vol. 63, no. 2, pp. 267–290, 1966.
- [233] P. Termkhajornkit, Q. H. Vu, R. Barbarulo, S. Daronnat, and G. Chanvillard, "Dependence of compressive strength on phase assemblage in cement pastes: Beyond gel-space ratio - Experimental evidence and micromechanical modeling," *Cem. Concr. Res.*, vol. 56, pp. 1–11, 2014.

- [234] M. J. Abdolhosseini Qomi, F.-J. Ulm, and R. J.-M. Pellenq, "Physical Origins of Thermal Properties of Cement Paste," *Phys. Rev. Appl.*, vol. 3, no. 6, 2015.
- [235] "Arcanite mineral data <http://webmineral.com/data/Arcanite.shtml#.WOJpUIXyiUk>." .
- [236] Thermoddem, "Thermochemical and mineralogical tables for geochemical modeling <http://thermoddem.brgm.fr/data/mineraux.php>." .
- [237] "Thernadite mineral data <http://webmineral.com/data/Thenardite.shtml#.WxfE-0iFM2x>." .
- [238] T. J. Ahrens, *Rock Physics and Phase Relations: A Handbook of Physical Constants*. American Geophysical Union, 2013.
- [239] "Ettringite mineral data <http://webmineral.com/data/Ettringite.shtml#.WO0YMFWLSUk>." .
- [240] "Kuzelite mineral data <http://webmineral.com/data/Kuzelite.shtml#.WxfN90iFM2w>." .
- [241] K. De Weerd, "Ternary Blended Cements with Fly ash and Limestone Part TT: Limestone powder," 2007.
- [242] D. W. Waples and J. S. Waples, "A review and evaluation of specific heat capacities of rocks, minerals, and subsurface fluids. Part 1: Minerals and nonporous rocks," *Nat. Resour. Res.*, vol. 13, no. 2, pp. 97–122, 2004.
- [243] A. Haouas, "Comportement au jeune âge des matériaux cimentaires - caractérisation et modélisation chimio-hydro-mécanique du retrait, Thèse de Doctorat," Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2007.
- [244] P. Mehta and P. Monteiro, *Concrete: Structure, Properties, and Materials*. 2013.
- [245] H. Le Chatelier, *Recherches expérimentales sur la constitution des mortiers hydrauliques*. Dunod, 1887.
- [246] P. C. Aïtcin, A. M. Neville, and P. Acker, "Les différents types de retrait du béton," *Bull. Des Ponts*, no. 215, pp. 41–51, 1998.
- [247] H. E. Davis, "Autogenous Volume Changes of Concrete," in *Proceedings of the 43rd Annual American society for Testing Materials*, 1940, pp. 1103–1113.
- [248] P. Lura, O. Jensen, and K. Van Breugel, "Autogenous shrinkage in high-performance cement paste: an evaluation of basic mechanisms," *Cem. Concr. Res.*, vol. 33, pp. 223–232, 2003.
- [249] F. Benboudjema, "Modélisation des déformations différées du béton sous sollicitations biaxiales. Application aux enceintes de confinement de bâtiments réacteurs des centrales nucléaires, Thèse de Doctorat," Université de Marne La Vallée, 2002.
- [250] C. F. Ferraris and F. H. Wittmann, "Shrinkage mechanisms of hardened cement paste," *Cem. Concr. Res.*, vol. 17, no. 3, pp. 453–464, 1987.
- [251] C. L. Hwang and J. F. Young, "Drying shrinkage of portland cement pastes I. Microcracking during drying," *Cem. Concr. Res.*, vol. 14, no. 4, pp. 585–594, 1984.

- [252] A. Cherki El Idrissi, "Géopolymérisation et activation alcaline des coulis d'injection: structuration, micromécanique et résistance aux sollicitations physico-chimiques, Thèse de Doctorat," Ecole Centrale de Nantes, 2016.
- [253] F. Wittmann, "Surface Tension. Shrinkage. and Strength of Hardened Cement Paste," *Matériaux Constr.*, vol. 1, pp. 547–552, 1968.
- [254] H. Darcy, *Les fontaines publiques de la ville de Dijon*, Dalmont. 1856.
- [255] F. A. L. DULLIEN, "4 - Single-Phase Transport Phenomena in Porous Media," in *Porous Media*, F. A. L. DULLIEN, Ed. Academic Press, 1979, pp. 157–234.
- [256] C. G. V. and M. N. F. Vagelis G. Papadakis, "Fundamental Modeling and Experimental Investigation of Concrete Carbonation," *Mater. J.*, vol. 88, no. 4.
- [257] A. Younsi, "Carbonatation de bétons à forts taux de substitution du ciment par des additions minérales, Thèse de Doctorat," Université de La Rochelle, 2011.
- [258] A. Morandeau, "Carbonatation atmosphérique des systèmes cimentaires a faible teneur en portlandite, Thèse de Doctorat," Université Paris-Est, 2014.
- [259] S. E. Pihlajavaara, "Some results of the effect of carbonation on the porosity and pore size distribution of cement paste," *Matériaux Constr.*, vol. 1, no. 6, pp. 521–527, 1968.
- [260] Y. F. Houst and F. H. Wittmann, "Influence of porosity and water content on the diffusivity of CO₂ and O₂ through hydrated cement paste," *Cem. Concr. Res.*, vol. 24, no. 6, pp. 1165–1176, 1994.
- [261] V. T. Ngala and C. L. Page, "Effects of carbonation on pore structure and diffusional," *Cem. Concr. Res.*, vol. 27, no. 7, pp. 995–1007, 1997.
- [262] J. L. Branch, R. Epps, and D. S. Kosson, "The impact of carbonation on bulk and ITZ porosity in microconcrete materials with fly ash replacement," *Cem. Concr. Res.*, vol. 103, no. October 2017, pp. 170–178, 2018.
- [263] S. Lammertijn and N. De Belie, "Porosity, gas permeability, carbonation and their interaction in high-volume fly ash concrete," *Mag. Concr. Res.*, vol. 60, no. 7, pp. 535–545, 2008.
- [264] B. Wu and G. Ye, "Development of porosity of cement paste blended with supplementary cementitious materials after carbonation," *Constr. Build. Mater.*, vol. 145, pp. 52–61, 2017.
- [265] V. Shah, K. Scrivener, B. Bhattacharjee, and S. Bishnoi, "Changes in microstructure characteristics of cement paste on carbonation," *Cem. Concr. Res.*, vol. 109, no. September 2017, pp. 184–197, 2018.
- [266] M. Daimon, T. Akiba, and R. Kondo, "Through pore size distribution and kinetics of the carbonation reaction of Portland cement mortars," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 54, no. 9, pp. 423–428, 1971.
- [267] M. Thiéry *et al.*, "Effect of carbonation on the microstructure and the moisture properties of cement-based materials," in *12th International Conference on Durability of Building Materials and Components*, 2011, pp. 1–8.

- [268] C.-F. Chang and J.-W. Chen, "Strength and Elastic Modulus of Carbonated Concrete," *Mater. J.*, vol. 102, no. 5, pp. 315–321, 2005.

8. ANNEXE A

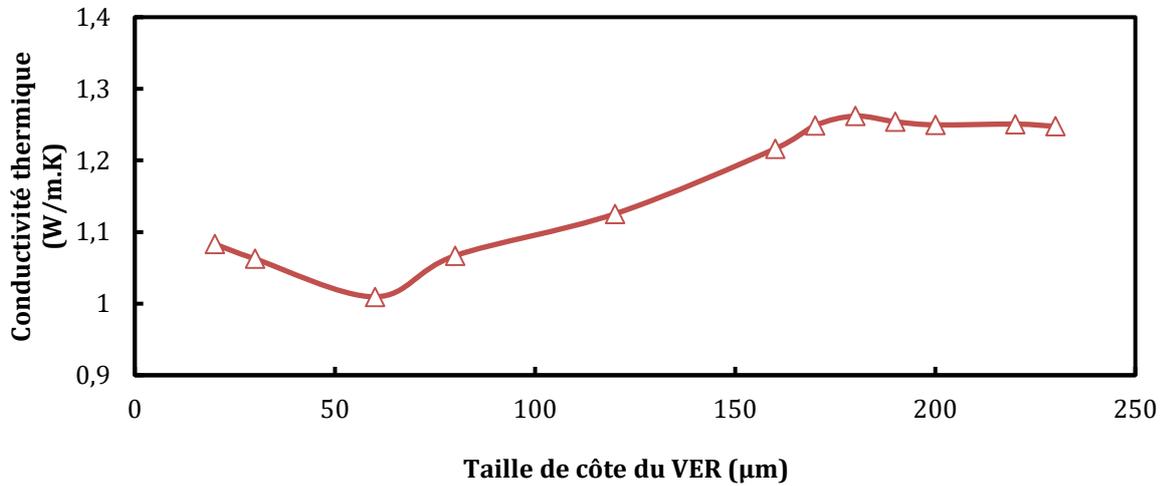


Figure 8.1. Sensibilité de la conductivité thermique effective aux dimensions du VER pour une pâte de ciment

Tableau 8.1. Granulométrie des inclusions des échelles de pâte et pâte intermédiaire

Pâte				Pâte intermédiaire	
Ciment CEM I		Filler calcaire		Cénosphères CN125	
Dmoy (µm)	%	Dmoy (µm)	%	Dmoy (µm)	%
0.03	0.08	1	11.93	2.5	4.84
0.04	0.05	2	5.49	15.5	5.22
0.07	0.35	3	5.04	36.5	10.58
0.1	0.57	4	4.60	50.5	12.99
0.2	0.44	5	4.21	63.5	13.08
0.3	0.43	6	3.83	75.5	10.95
0.4	0.67	7	3.51	85	10.46
0.5	0.95	8	3.19	95	10.03
0.6	1.31	9	2.91	106	11.64
0.7	1.44	10	2.64	118.5	10.24
0.8	1.51	11	2.41		
0.9	1.54	12	2.18		
1	1.5	13	1.99		
1.1	1.46	14	1.81		
1.2	1.39	15	1.65		
1.3	2.56	16	1.50		
1.4	2.25	17	1.37		
1.6	1.99	18	1.25		
1.8	1.72	19	1.15		
2	1.55	20	1.05		
2.2	1.43	21	0.97		
2.4	2.62	22	0.90		
2.6	5.72	23	0.84		

3	4.37	24	0.78
4	3.31	25	0.74
5	1.42	26	0.70
6	1.35	27	0.66
6.5	1.33	28	0.63
7	1.34	29	0.61
7.5	1.36	30	0.59
8	1.38	31	0.85
8.5	2.79	33	1.10
9	2.77	35	1.07
10	2.65	37	1.06
11	2.46	39	1.05
12	2.28	41	1.05
13	2.14	43	1.04
14	2	45	1.03
15	1.92	47	1.01
16	1.85	49	0.99
17	1.81	51	0.96
18	1.76	53	0.92
19	3.34	55	0.87
20	4.51	57	0.81
22	3.81	59	0.75
25	3.92	61	0.69
28	2.89	63	0.62
32	1.2	65	13.10
36	1.07		
38	2.12		
40	1.45		
45	0.62		
50	0.45		
53	0.55		
56	0.2		

Tableau 8.2. Granulométrie des inclusions des échelles mortier et béton

Echelle mortier						Echelle béton		
Sable 0/4			Granulats légers 2/5			Granulats légers 5/14		
D _{min} (mm)	D _{max} (mm)	%	D _{min} (mm)	D _{max} (mm)	%	D _{min} (mm)	D _{max} (mm)	%
4	5.6	2	4	5	31.9	13.2	16	8.81
3.35	4	2.93	3.35	4	8.1	12.5	13.2	4.4
2.8	3.35	2.48	2.8	3.35	13.5	9.5	11.2	16.5
2.36	2.8	1.98	2.36	2.8	13.84	8	9.5	14.15
2	2.36	1.62	2	2.36	11.32	6.7	8	23.1
1.7	2	6	1.7	2	1.15	6.3	6.7	7.10
1.4	1.7	6	1.4	1.7	1.4	5.6	6.3	13.21
1.18	1.4	4.4	1.18	1.4	1.91			
1	1.18	3.6	1	1.18	1.91			
0.85	1	8.7	0.85	1	4.47			

0.71	0.85	8.12	0.71	0.85	4.17	
0.6	0.71	6.38	0.6	0.71	3.28	
0.5	0.6	5.8	0.5	0.6	2.98	
0.425	0.5	12				
0.355	0.425	11.2				
0.3	0.355	8.8				
0.25	0.3	8				

Tableau 8.3. Propriétés thermiques des phases constituant une pâte cimentaire hydratée

Phase	Masse volumique (g/cm ³)	λ (W/m.K)	Facteur a C_p (J/kg.K)	Facteur b C_p (J/kg.K ²)	Facteur c C_p (J.K/kg)	Références
Porosité (air)	1.22	0.025	934	195.9	9.27	
C3S	3.15	3.35	710	0	0	[233],[234]
C2S	3.27	3.45	720	0	0	[233],[234]
C3A	3.04	3.45	720	0	0	Propriétés thermiques supposées identiques à C2S
C4AF	3.73					
K2SO4	2.68	0.98	754	0	0	[235], λ supposée identique au CSH, [236]
NA2SO4	2.68		741	815	-72.4	[237], [236]
INERT FILLER	2.67	3.37	996	269	-216	Propriétés thermiques du CaCO ₃ [3], [236]
CH	2.24	1.32	1205	447	-140	[234], [236]
CSH	2.11	0.98	930	0	0	[234]
C3AH6	2.52	5.48	772	1483	0	[238],[236]
ETTR	1.98	0.98	1545	629	0	[239] λ supposée identique au CSH [236]
AFM	2.01	0.98	954	1876	0	[240], λ supposée identique au CSH, [236]
FH3	3.06	0.98	951	0	0	λ supposée identique au CSH, [236]
ABSGYP	2.32	2.97	1081.5	0	0	[3], [236]
CACO3	2.71	3.37	996	269	-216	[3], [236]
AFMC	2.14	0.98	1299	00	0	[241], λ supposée identique au CSH,[236]
Porosité du gel (eau)	0.997	0.58	4762.9	-1846.41	0	[242]

Tableau 8.4. Propriétés thermiques des inclusions

Inclusions	Masse volumique (g/cm ³)	λ (W/m.K)	Facteur $a C_p$ (J/kg.K)	Facteur $b C_p$ (J/kg.K ²)	Facteur $c C_p$ (J.K/kg)
Sable	2.67	3.75	600	0	0
Granulats légers	1.14	0.13	1100	0	0
Cénosphères	0.87	0.11	850	0	0

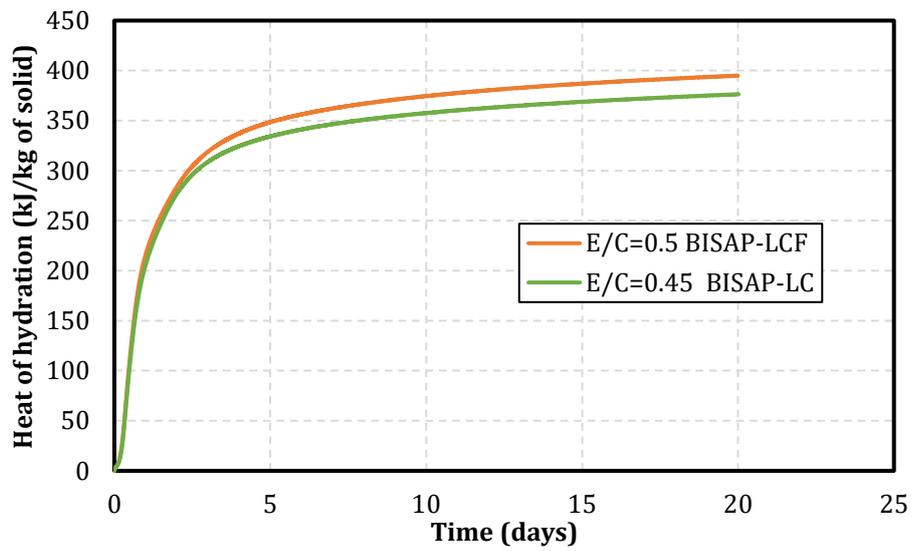


Figure 8.2. Chaleur cumulée des pâtes cimentaires hydratées équivalentes

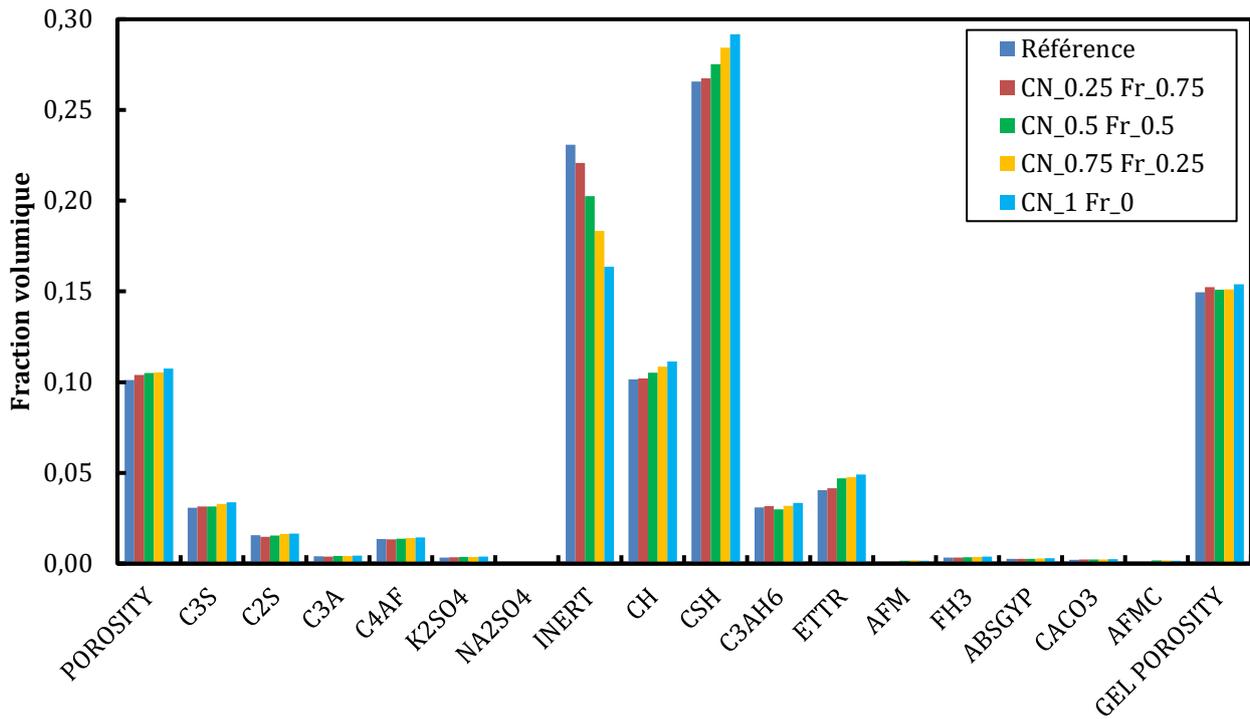


Figure 8.3. Distribution des phases des pâtes cimentaires hydratées équivalentes des bétons BISAP-LCF

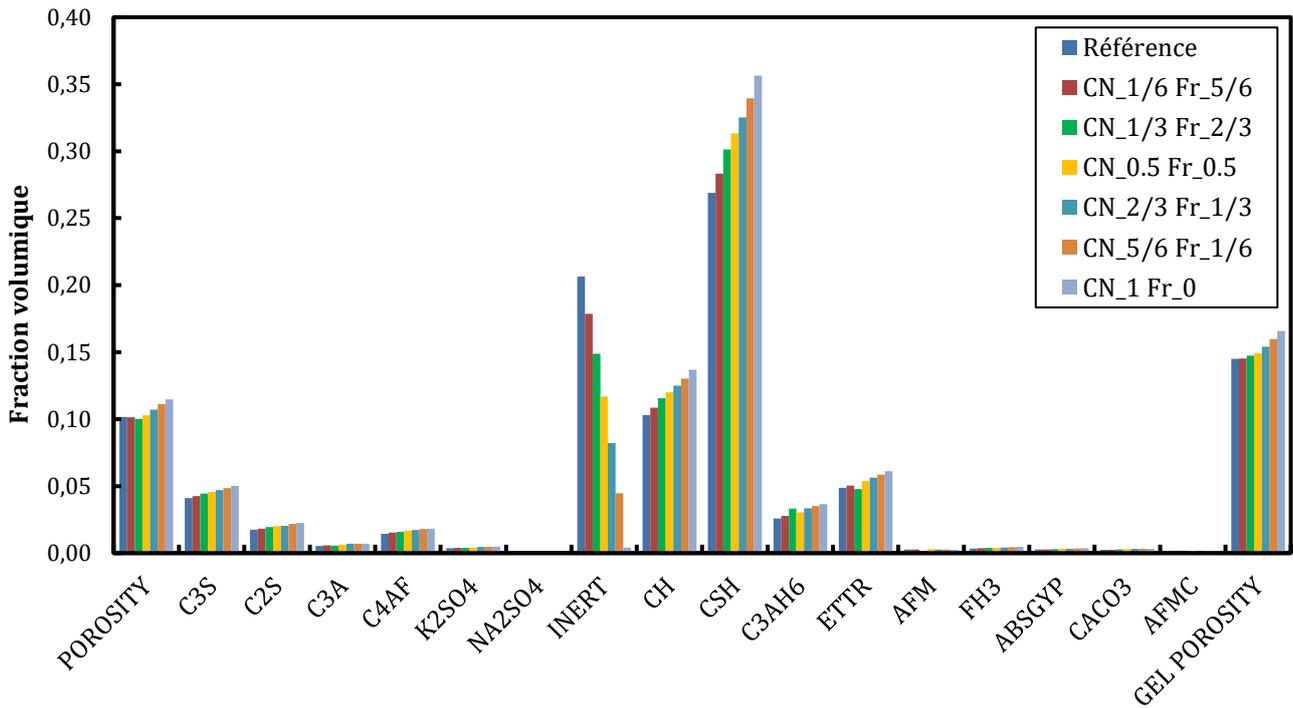


Figure 8.4. Distribution des phases des pâtes cimentaires hydratées équivalentes des bétons BISAP-Lc

9.1. Généralités sur le retrait

Dans les matériaux cimentaires, le retrait traduit une déformation *volumique* au cours de l'hydratation de ces derniers, sans nécessité de présence de chargement extérieur. Ces diminutions volumiques peuvent être le résultat d'un départ d'eau en *interne* et/ou en *externe*. On distingue cinq désignations de retraits en fonction de la période concernée - allant du plus jeune âge au long terme - et des mécanismes à l'origine de la déformation : le retrait *plastique*, *thermique*, *endogène*, de *carbonatation* et de *dessiccation* - ou de *séchage*. Lorsque plusieurs de ces retraits prennent place simultanément, la somme de leurs effets est appelée retrait *total*.

Le retrait *plastique*, comme son nom l'indique, a lieu avant le début de percolation de la phase solide lorsque le béton à très jeune âge est encore à l'état plastique. Ce dernier est le résultat de la perte d'eau en surface par évaporation ou succion des couches inférieures [26]. Ceci provoque une forte contraction de la pâte qui se traduit par des fissures ouvertes à la surface externe du matériau, à la manière de fissuration des argiles par leur dessèchement [243], [244].

Le retrait *thermique* est le résultat du fort gradient de température qui s'instaure entre le cœur du béton, où la température est encore élevée du fait du caractère exothermique de la réaction d'hydratation du ciment, et l'extérieur du matériau qui commence à refroidir. Ce dernier est particulièrement significatif pour les pièces massives de béton.

Le retrait *endogène* est la transposition même de la réaction d'hydratation ; les déformations qui en résultent sont auto-générées par le matériau [243]. On regroupe généralement sous ce dernier le retrait *chimique* et le retrait d'*auto-dessiccation* qui en résulte. Le retrait chimique est également connu sous le nom de *Contraction de Le Chatelier* [245] : le volume molaire des produits de la réaction d'hydratation est inférieur à celui des réactifs : la quantité d'eau dans le capillaire consommée par la réaction d'hydratation n'est que partiellement compensée par le volume des hydrates formés. Lorsque le béton est en conditions isothermes et qu'il n'est pas en contact avec une source d'eau extérieure, pour de faibles rapports eau-sur-ciment, il n'y aura plus suffisamment d'eau pour saturer la surface solide des capillaires et poursuivre les capillaires [246]. Il y a donc création de ménisques dans les pores, ce qui conduit à une traction de l'eau et une mise en compression du squelette solide. En général, pour les bétons courants, ce type de retrait n'est pas significatif devant les déformations induites par le retrait de séchage - que nous aborderons dans ce qui suit - ; il convient toutefois d'en tenir compte dans le cas des bétons à hautes performances (BHP) où la microstructure est fine et l'eau disponible est en défaut par rapport à l'hydratation du ciment [247], [248].

On parle de retrait de carbonatation lorsque l'eau libérée par la réaction de carbonatation s'évapore et contribue au retrait du béton par les mêmes mécanismes de dépression capillaire. Ce retrait se développe surtout dans la couche de béton très mince exposée à l'air, et dont l'humidité est comprise entre 30% et 70% [246]. On retrouve le retrait de

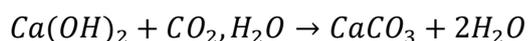
carbonatation de manière plus prononcée dans les environnements à forte teneur en gaz carbonique[243].

Enfin, nous avons le retrait de *dessiccation*, ou de *séchage*, qui constitue le mode de retrait prépondérant auquel est soumis le matériau à l'état durci. Les déformations sont liées, cette fois-ci, à un départ d'eau vers l'*extérieur* par évaporation à travers lequel le matériau évoluera vers un équilibre hygrothermique avec son milieu environnant. Ce départ est déclenché par la différence d'humidité relative entre le matériau et son environnement. Le retrait de séchage est résultat de la combinaison de plusieurs forces. Les *forces capillaires* constituent le mécanisme majoritaire. La diminution continue de l'humidité relative au cœur du matériau, du fait de son séchage, conduit à une baisse de la pression de vapeur interne. La coexistence des phases liquide et gazeuse à l'intérieur des pores conduit à la création de ménisques où naissent des tensions superficielles qui appliquent une contrainte sur le squelette solide au fur et à mesure que la quantité d'eau décroît. La distribution du réseau poreux joue un rôle important dans les déformations dues au retrait de dessiccation [249], [250]. D'après Hwang et al. [251], ces ménisques apparaissent uniquement pour des pores dont le diamètre est supérieur à 2.5 nm. Les pores du matériau se vident en ordre décroissant de taille, et la pression capillaire n'est plus considérée comme un mécanisme conduisant au retrait de séchage dès lors que l'humidité relative passe en dessous de 50% [252]. A cet effet se rajoutent les contributions des *pressions d'adjonction* et la *variation de l'énergie surfacique solide*. Lorsque l'espace entre deux parois est insuffisant, il y a création d'une zone dite *d'adsorption empêchée* qui est soumise à une pression de disjonction. Celle-ci tend à *séparer* les parois adjacentes et gonfler le matériau. Lorsque l'on se retrouve en configuration de séchage, le nombre de molécules d'eau adsorbées diminue et avec elles les forces répulsives ; d'où le retrait [253]. Enfin, nous citons la contribution de l'énergie surfacique des particules de CSH. Celle-ci crée des contraintes de traction en surface et de compression au sein du solide qui augmentent d'autant plus que la désorption est importante [249]. Ces tensions causent une diminution du volume des particules de CSH, ce qui se traduit à l'échelle macroscopique par une déformation volumique de retrait.

9.2. Généralités sur la carbonatation

La carbonatation des matériaux cimentaires peut être définie comme la réaction de la neutralisation des bases présentes dans certaines phases de ciment hydraté – en particulier la portlandite et dans une moindre mesure les CSH [256]- par le dioxyde de carbone atmosphérique présent dans l'air à raison de 0.035% environ en volume. La dégradation par la réaction avec la portlandite peut être modélisée par le bilan suivant :

Équation 9.1



Le processus de carbonatation fait intervenir plusieurs équilibres chimiques et leurs constantes ; car si la réaction a lieu en solution aqueuse, elle fait intervenir à la base une phase gazeuse – le CO₂ – et une phase solide - la matrice cimentaire [228]. La phénoménologie de la carbonatation peut être brièvement décrite comme suit : le processus commence à l'interface du béton avec l'air par une diffusion progressive du CO₂ atmosphérique dans le béton d'abord sous forme gazeuse, puis se dissout dans la solution interstitielle ; la réaction avec la portlandite et les CSH est entamée pour former des carbonates de calcium CaCO₃ présents sous forme cristalline. Une porosité plus accrue, ou un réseau poreux plus grossier,

faciliteront donc la diffusion du CO₂ au sein du béton. D'un point de vue d'approche prescriptive, on pourra mentionner, par exemple, un rôle négatif de l'augmentation du rapport E/L et de la substitution du ciment par des additions minérales, en particulier à fortes doses, (i.e. augmentation de la profondeur de carbonatation). Une revue plus détaillée de l'influence des paramètres de formulation sur la profondeur de carbonatation est présentée dans les synthèses bibliographiques de Rozière [228] ou de Younsi [257].

La réaction de carbonatation a des conséquences sur le béton en lui-même (modifications d'ordre physique et chimique) mais aussi sur le béton armé ou précontraint. D'un point de vue chimique, la microstructure de la pâte cimentaire est altérée à travers un réarrangement de la phase solide, par la dissolution de la portlandite et la décalcification des CSH [258]. Plusieurs études rapportent également une modification de la structure poreuse de la matrice cimentaire. En général, le volume poreux total tend à diminuer après la carbonatation du matériau [259]–[262]. On recense néanmoins certains cas où la porosité *augmente* après la carbonatation, en particulier pour des taux de substitution importants du ciment par des additions minérales, ou lors d'utilisation de ciments avec ajouts importants [263], [264]. La distribution porale tend à migrer vers un réseau plus grossier avec un colmatage des micropores [259], [260], [265]. Ces changements de microstructure affectent également les propriétés de transfert des matériaux cimentaires après carbonatation. La perméabilité du béton aura tendance à évoluer dans le même sens que la porosité après carbonatation, avec une certaine dépendance aux paramètres de formulation du béton, en l'occurrence le ratio E/C [261], [266], [267]. Toutefois, ces changements n'altèrent pas de manière significative la durabilité du béton ou encore ses propriétés mécaniques. Il semblerait même que la résistance à la compression et le module du béton soient améliorés suite à la carbonatation, néanmoins accompagnés d'une fragilisation du matériau [228], [268]. En revanche, la carbonatation peut nuire à la durabilité du béton armé ou précontraint en entraînant une corrosion des armatures. Dans un système cimentaire sain, la portlandite confère à la solution interstitielle sa basicité. Lorsqu'elle se dissout, elle est accompagnée d'une baisse de pH qui détruit progressivement la couche passivante autour des armatures. La corrosion de celles-ci sera entamée en présence de dioxygène et le gonflement des produits d'oxydation des armatures sera à même de conduire à un éclatement du béton d'enrobage. Le processus de carbonatation d'un béton armé est souvent schématisé en deux phases principales (Figure 9.1): une phase d'incubation, sur laquelle repose en général l'évaluation de la durée de vie de l'ouvrage, et une phase de propagation, période à partir de laquelle la corrosion est amorcée et les dégradations commencent à apparaître [199].

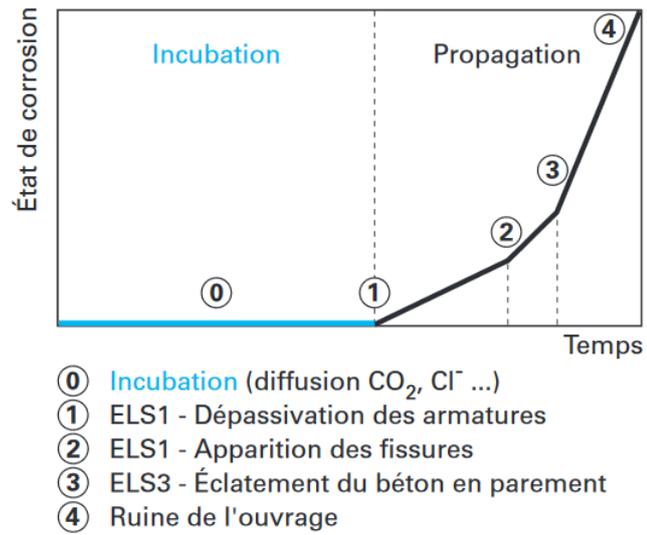


Figure 9.1. Modèle conceptuel de corrosion des aciers dans le béton armé : phases d'incubation et de propagation [199]

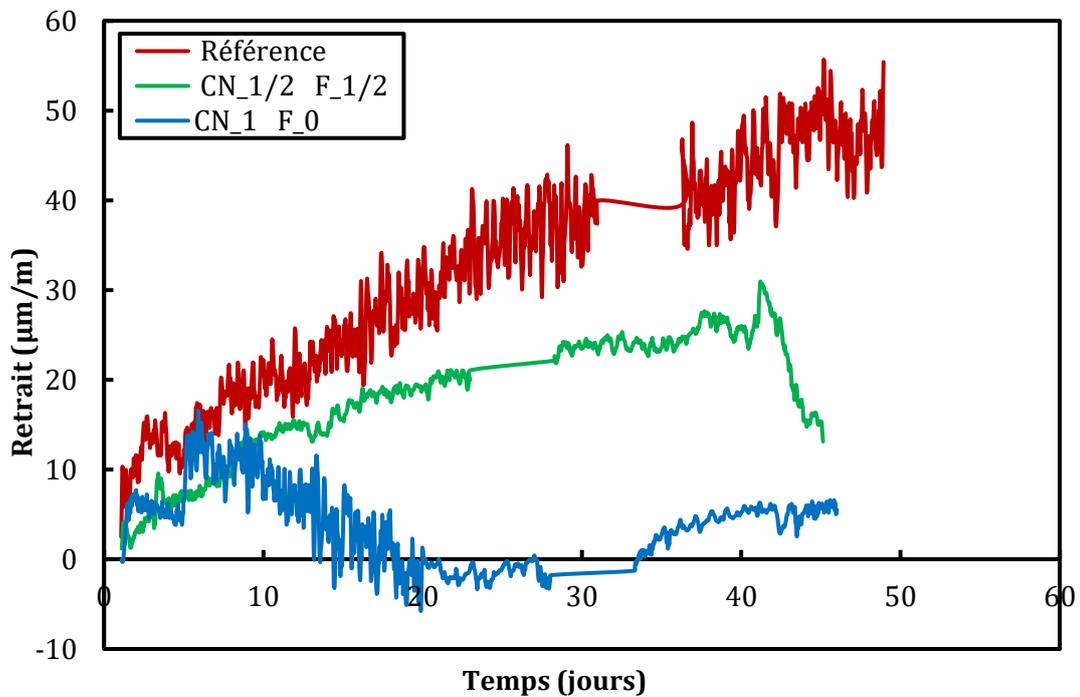


Figure 9.2. Retrait endogène des bétons BISAP- L_{CF}

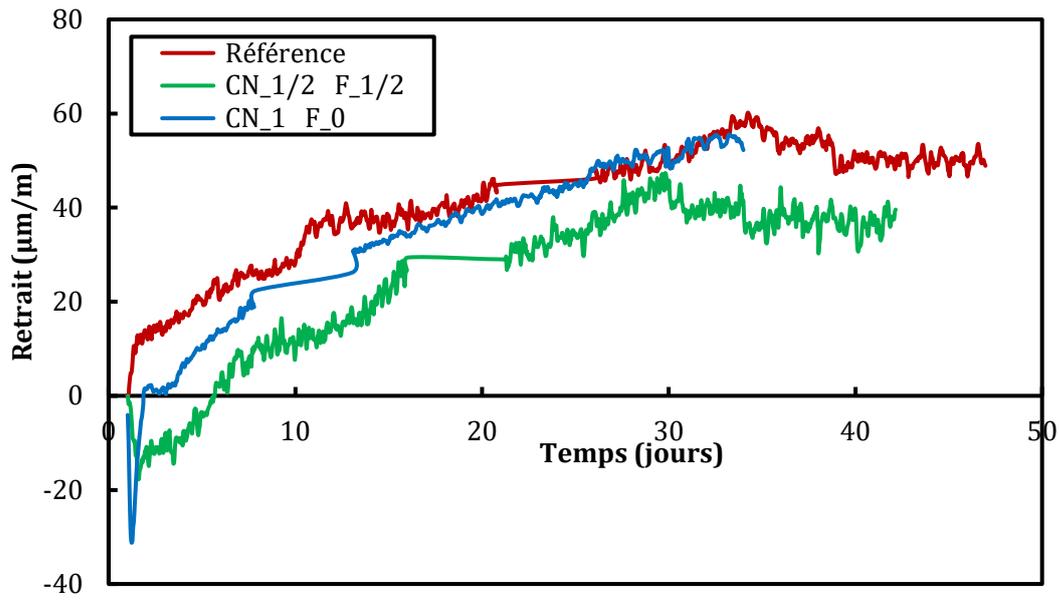


Figure 9.3. Retrait endogène des bétons BISAP-Lc

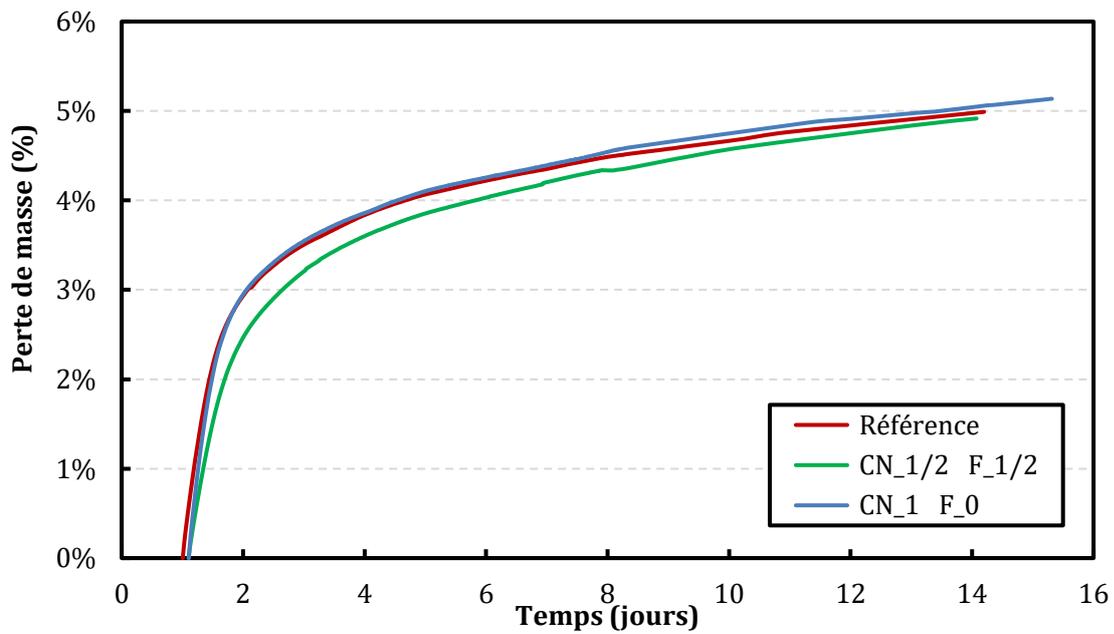


Figure 9.4. Perte de masse en fonction du temps des bétons BISAP-LcF

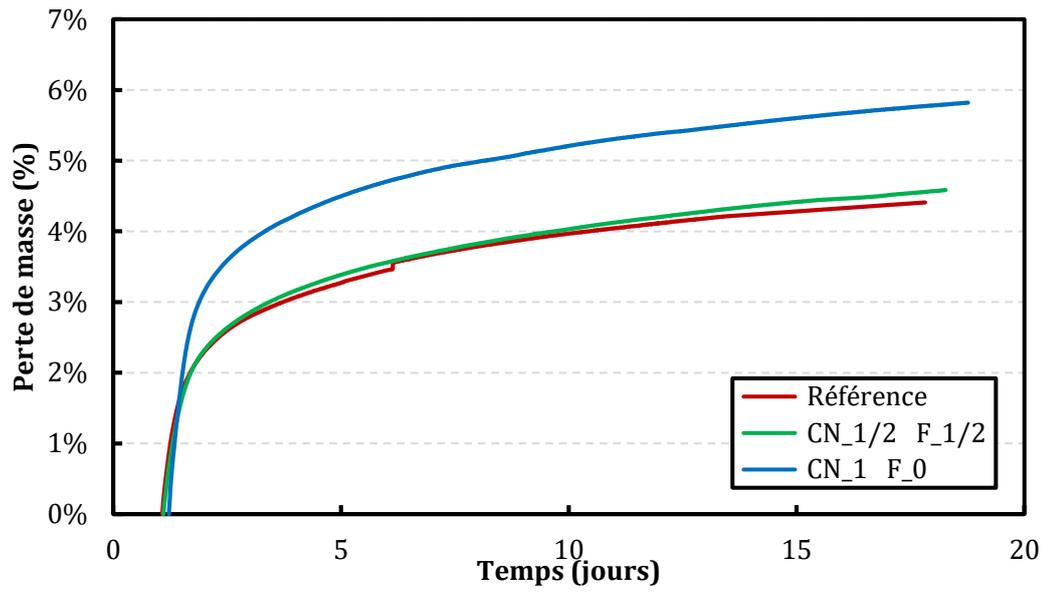


Figure 9.5. Perte de masse en fonction du temps des bétons BISAP-Lc

10. Annexe C

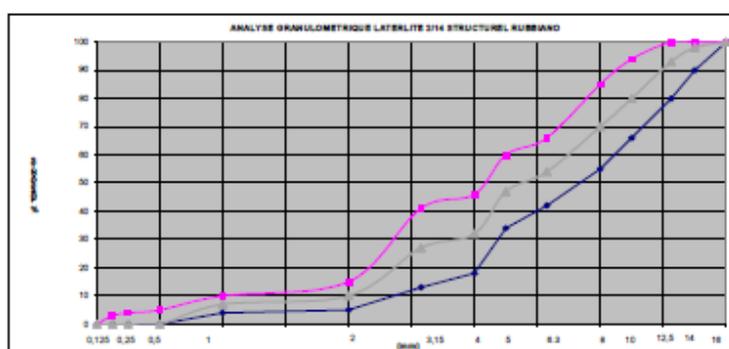
Laterlite

info@laterlite.fr
www.laterlite.fr

TABC PR 15 SCH. TECN. L. 2/14 STR.

rev.01/17

FICHE TECHNIQUE ARGILE EXPANSEE LATERLITE 2/14 STRUCTUREL USINE RUBBIANO (NF EN 13055 - 1)



Tamie	% Passants moyen	Ecart type
16	100	0
14	98	8
12,5	93	13
10	80	14
8	70	15
6,3	54	12
5	47	13
4	32	14
3,15	27	14
2	10	5
1	7	3
0,5	0	5
0,25	0	4
0,125	0	3
0	0	0

	Valeur	Minimum	Maximum	Norme
Forme de granulat	Arrondie – entière			EN 13055-1
Classe granulaire	2/14 mm			EN 13055-1
Masse volumique en vrac	700 kg/m ³	620 kg/m ³	760 kg/m ³	EN 1097-3
Masse volumique réelle après séchage	1210 kg/m ³	1075 kg/m ³	1315 kg/m ³	EN 1097-6
Propreté	Conforme			
Résistance à l'écrasement en vrac	12.9 N/mm ²	9 N/mm ²	15 N/mm ²	EN 13055-1
Chlorure	0.0009%		≤ 0.02%	EN 1744-1
Sulfate soluble dans l'acide	0.056%		≤ 0.2%	EN 1744-1
Souffre total	0.031%		≤ 0.1%	EN 1744-1
Stabilité en volume	0.3 %		≤ 0.5%	EN 13055-1
Absorption d'eau (30')	3.7 %		≤ 4%	EN 1097-6 Annex C
Absorption d'eau (1 h)	5.1 %		≤ 5%	EN 1097-6 Annex C
Absorption d'eau (24 h)	9.8%		≤ 10%	EN 1097-6 Annex C
Emission de radioactivité	PPD			EN 13055-1
Libération de métaux lourds/ Libération de carbones polyaromatiques	PPD			EN 13055-1
Libération d'autres substances	PPD			EN 13055-1
Résistance au gel/dégel	0.3 %		≤ 3%	EN 13055-1
Alcali-réaction	Non réactif			EN 13055-1
Réaction au feu	Class A1			EN 13055-1

Humidité à la livraison > 2% (kg/kg) – Varie en fonction des conditions climatiques

PPD: Pas de Performance Déterminée

- NOTE - La présente fiche ne constitue pas une référence. Les indications données selon notre meilleure expérience et connaissance, sont purement indicatives. Reste à la charge de l'utilisateur d'établir si le produit est adapté ou non à l'emploi prévu. Vérifier qu'il s'agit de la dernière révision de la fiche, soit celle en vigueur.



SABLE 0/4 ROULE

Producteur : SAREMER - TERMINAL SABLIER DE CHEVIRE **client :** CONTROLE INTERNE
Péetrographie : Sable marin
Elaboration : Roulé

Partie contractuelle

Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage

Classe granulaire

0	4
---	---

Norme

NF P18-545 Article 10

Catégorie

A

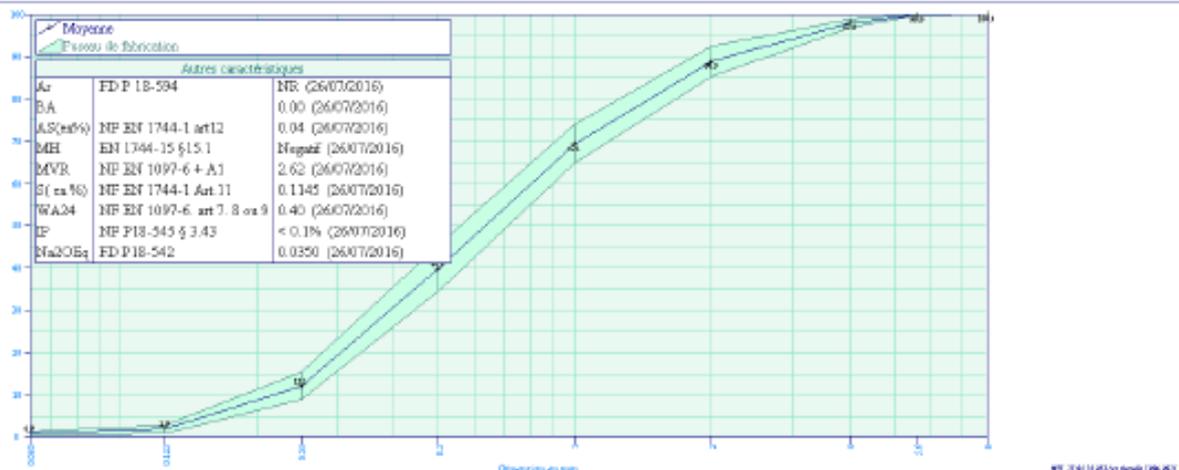
	0.063	0.125	0.25	0.5	1	2	D 4	1.4D 5.6	2D 8	C	f	FM	MB	SE(10)	W
Teneur e			40		40		10				6	0.8			
f(S.S.+U)			42		92		100				7.0	3.31	2.0		
f(S.S.)			40		89		99				6.0	3.16	1.5		
f(S.L.)			0		49		89	95	100		0.0	2.56		65	
f(S.L.-U)			0		46		87	94			0.0	2.41		60	
Ecart-type max			12.12		12.12							0.18			

Partie informative

Résultats de production

du 07/09/16 au 21/12/16

	0.063	0.125	0.25	0.5	1	2	4	5.6	8	C	f	FM	MB	SE(10)	W
Maximum	1.6	4	19	49	76	92	99	100	100	0.0135	1.5	3.13		66	6.4
+1.25Ecart-types	1.4	3	15	45	74	92	99	100	100		1.2	3.04		65	5.6
Moyenne Xf	0.9	2	12	40	69	89	98	100	100	0.0101	0.8	2.90	1.0	77	4.5
-1.25Ecart-types	0.5	1	9	35	85	85	97	100	100		0.4	2.75		68	3.4
Minimum	0.4	1	8	33	82	82	96	100	100	0.0073	0.4	2.70		67	3.3
Ecart-type	0.37	0.8	2.6	4.3	3.7	2.8	0.8	0.1	0.0	0.00200	0.30	0.110		6.0	0.90
Nombre de résultats	15	15	15	15	15	15	15	15	15	8	15	15	1	15	15



Le responsable Qualité, A. MICHEL



Version du : 26/01/2015

N° certificat CE : 0333-CPR-5202

Fiche produit de

Villiers au Bouin
CEM I 52,5 N CE CP2 NF

Caractéristiques physiques et mécaniques

Compression en MPa				Eau pâte pure en %	Début de prise en mn à 20 °C	Chaleur en J/g à 41h	Masse volumique en g/cm ³	Surface Blaine en cm ² /g	Stabilité en mm
1j	2j	7j	28j						
nd	33	50	61	27.0	150	358	3.13	3850	1

Composition élémentaire (%)		Constituants (%)		Caractéristiques des constituants		
Perte au feu	1.9	Principaux		Nature	Caractéristiques	
SiO ₂	19.8	Clinker (K) de	98.0	<u>Clinker (K)</u>	CaO/SiO ₂	3.1
Al ₂ O ₃	4.4	Villiers au Bouin		<u>Villiers</u>	C3S+C2S	78
Fe ₂ O ₃	2.2	Laitier (S)			MgO (%)	4.2
TiO ₂	0.2	Cendres (V)			C3S (%)	68
MnO	0.0	Calcaire (L ou LL)			C2S (%)	11
CaO	63.7	Fumées de silice (D)			C3A (%)	8
MgO	3.9				C4AF (%)	7
SO ₃	3.2	Secondaires		<u>Laitier (S)</u>	Laitier vitreux (%)	
K ₂ O	0.64	Calcaire (L ou LL)	1.0		(CaO+MgO)/SiO ₂	
Na ₂ O	0.15	Fines de cru (F)	1.0	<u>Cendres (V)</u>	CaO+MgO+SiO ₂ (%)	
P ₂ O ₅	0.2	Total	100.0		PF (%)	
S ⁻	-0.02	Sulfate de calcium		<u>Calcaire</u>	CaO réactive (%)	
Cl ⁻	0.01	Gypse	4.4	<u>(L ou LL)</u>	SiO ₂ réactive (%)	
		Anhydrite			CaCO ₃ (%)	
Insoluble CEN	0.4	Additifs		<u>Fumées</u>	Adsorption bleu méthylène (g/100g)	
Na ₂ O éq. actif	0.55	Agent de mouture	0.022	<u>de silice (D)</u>	TOC (%)	
Colorimétrie (L*)	64	Agent réducteur			SiO ₂ amorphe (%)	
		Sulfate de fer	0.06		PF (%)	
					Aire massique BET (m ² /kg)	

Mouture	
Broyeur(s)	1

Stockage	
Silo(s)	cf plan de silotage

Etablissement	Vrac	Ensachage
Usine de Villiers au Bouin	Oui	Non

Ces valeurs ne sont données qu'à titre indicatif. Les résultats d'auto-contrôle sont disponibles sur demande à la Direction Commerciale Assistance et Prescription Clients



Siège social :
Rue des Technodes
78931 Guerville
Tél. : 01 34 77 78 00
Fax : 01 34 77 78 08

SAS au capital de 500 000 000 €
Siren 054 000 009 RCS Versailles



Version du : 11/06/2007
N° certificat CE : 0333-CPD-5003

Fiche produit de

Airvault
CEM II/A-LL 42,5 R CE PM-CP2 NF

Caractéristiques physiques et mécaniques

Compression en MPa				Retrait en mm/m à 28j	eau pâte pure en %	Débit de prise en min	Chaleur en J/g à 41h	Surface Blaine en cm ² /g	Macro Volumique en g/cm ³	stabilité en min	Maniabilité sur mortier CEN en t
1j	2j	7j	28j								
	32.5		54.6	780	30.2	230	316	3810	3.11	1.0	6.5

Composition élémentaire (%)		Constituants (%)		Caractéristiques des constituants		
Perte au feu	3.52	Principaux		Nature	Caractéristiques	
SiO ₂	19.26	<i>Clinker d'airvault</i>	92.0	<i>Clinker (K)</i>	CaO/SiO ₂	KI
Al ₂ O ₃	4.63			KI : Airvault	MgO (%)	1.28
Fe ₂ O ₃	3.23	Laitier (S)			Al ₂ O ₃ (%)	5.09
TiO ₂	0.28	Cendres (V)			Insoluble (%)	0.13
MnO	0.07	Calcaire (L)	6.0		C3S (%)	67.2
CaO	62.79	Fumées de silice (D)			C2S (%)	8.8
MgO	1.28	Secondaires			C3A (%)	7.3
SO ₃	2.73	Calcaire (L)			C4AF (%)	11.1
K ₂ O	1.50	Fines de cuisson (F)	2.0		NF C3S (%)	58.2
Na ₂ O	0.07	Sulfate de calcium		Laitier (S)		
P ₂ O ₅	0.47	Cypso	1.5		Laitier vitreux (%)	
S-	-0.02	Anhydrite			(CaO+MgO)/SiO ₂	
Cl-	0.03				CaO+MgO+SiO ₂ (%)	
Insoluble CEN	nd	Additifs		Cendres (V)	PF (%)	
Na ₂ O eq. acif	1.05	Agent de mouture	0.048		CaO réactive (%)	
		<i>Claser F5903 (A37M)</i>			SiO ₂ réactive (%)	
		Agent réducteur		Calcaire (L)	CaCO ₃ (%)	91.06
Colorimétrie (L)	57.25	<i>Sulfate de fer</i>	0.20		Absorption bleu méthylène (g/100g)	0.50
					TOC (%)	0.09
				Fumées de silice (D)	SiO ₂ amorphe (%)	
					PF (%)	
					Aire massique BET (m ² /kg)	

Mouture	
Broyeur(s)	9,8,6 et 7

Stockage	
Silo(s)	cf plan de siteage

Points de vente	Vrac	Sac
Usine d'Airvault	Oui	Non

Valeurs moyennes annuelles 2000 obtenues à titre indicatif.

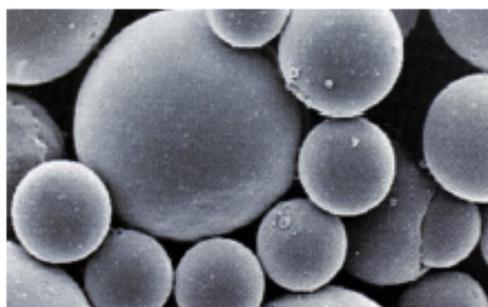


Fillite

Product Overview – Standard Range

Chemical Properties:

SiO ₂	55 – 65 %
Al ₂ O ₃	27 - 33 %
Fe ₂ O ₃	≤ 6 %
CO ₂ (content in the spheres)	70 %
N ₂ (content in the spheres)	30 %
Loss on ignition (1000oC)	≤ 2 %



	SG (500)	52/7S (355)	PG (355LF)	160	106
Typical Particle Size Range:	5-500	5-355	5-355	5-180	5-106
<u>Particle Size Distribution:</u>					
% passing 500 µm	99.5-100	99.5-100	99.5-100	-	-
% passing 300 µm	85-100	95-100	97-100	100	-
% passing 180 µm	-	-	-	99.5-100	-
% passing 150 µm	30-80	30-80	30-60	-	100
% passing 106 µm	25-55	15-30	15-30	-	99.5-100
% passing 100 µm	-	-	-	40-80	-
% passing 50 µm	2-10	2-10	2-10	10-20	15-30
<u>Physical data:</u>					
Average Loose bulk density g/cc	0.35-0.48	0.35-0.48	0.35-0.48	0.35-0.48	0.35-0.50
Colour	Grey	Grey	Grey	Grey	Grey
Packing Factor %	60-65	60-65	60-65	60-65	60-65
Melting Temperature oC	1200-1350	1200-1350	1200-1350	1200-1350	1200-1350
Typical Crush Strength psi	1500-3000	1500-3000	1500-3000	1500-3000	1500-3000

® Registered Trademark of the Omya Group

The information contained in this document relates only to the specific material designated herein and does not relate to use in combination with any other material or in any process. The information provided herein is based on technical data that Omya believes to be reliable, however Omya makes no representation or warranty as to the completeness of accuracy thereof and Omya assumes no liability resulting from its use or for claims, losses, or damages of any third party. Recipients receiving this information must exercise their own judgement as to the appropriateness of its use, and it is the user's responsibility to assess the materials suitability (including safety) for a particular purpose prior to such use.

edition : 01.01.2014
SALES LIT GBRN
version : 2

Fiche technique



Omya International AG
P.O. Box 335
CH-4665 Oftringen
+41 62 789 29 29
+41 62 789 20 77
www.omya.com

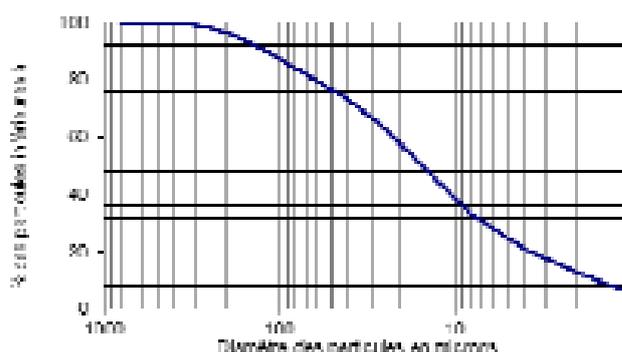
Betocarb® HP - EB

SITE:	ERBRAY, France																														
DESCRIPTION DU PRODUIT:	Addition calcaire de catégorie A-FM selon la norme NF P18-508 pour bétons hydrauliques. Utilisable en tant que filler pour bétons hydrauliques hautes performances (EN 12620+A1). Attention, produit non adapté aux bétons de parement et architectoniques (essai LG_007).																														
COMPOSITION TYPE DE LA ROCHE:	<table><tr><td>CaCO₃</td><td>96.9</td><td>%</td></tr><tr><td>Carbonates totaux</td><td>98.3</td><td>%</td></tr><tr><td>Chlorures</td><td>0.003</td><td>%</td></tr><tr><td>Sulfates</td><td>0.002</td><td>%</td></tr><tr><td>Soufre total</td><td>0.02</td><td>%</td></tr><tr><td>Matières organiques</td><td>0.02</td><td>%</td></tr><tr><td>Essai au bleu de méthylène</td><td>0.4</td><td>g/kg</td></tr><tr><td>Alcalins équivalents</td><td>0.006</td><td>%</td></tr><tr><td>Silice totale</td><td>0.6</td><td>%</td></tr><tr><td>Réactivité aux alcalins</td><td>NR</td><td></td></tr></table>	CaCO ₃	96.9	%	Carbonates totaux	98.3	%	Chlorures	0.003	%	Sulfates	0.002	%	Soufre total	0.02	%	Matières organiques	0.02	%	Essai au bleu de méthylène	0.4	g/kg	Alcalins équivalents	0.006	%	Silice totale	0.6	%	Réactivité aux alcalins	NR	
CaCO ₃	96.9	%																													
Carbonates totaux	98.3	%																													
Chlorures	0.003	%																													
Sulfates	0.002	%																													
Soufre total	0.02	%																													
Matières organiques	0.02	%																													
Essai au bleu de méthylène	0.4	g/kg																													
Alcalins équivalents	0.006	%																													
Silice totale	0.6	%																													
Réactivité aux alcalins	NR																														
CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT:	<table><tr><td>Granulométrie:</td><td></td><td></td></tr><tr><td>- Particules < 2 mm</td><td>100</td><td>%</td></tr><tr><td>- Particules < 0.125 mm</td><td>91</td><td>%</td></tr><tr><td>- Particules < 0.063 mm</td><td>81</td><td>%</td></tr><tr><td>Surface spécifique Blaine (DIN 66126)</td><td>385</td><td>m²/kg</td></tr><tr><td>Blancheur:</td><td></td><td></td></tr><tr><td>- CIE L* (ISO 11654-4)</td><td>84</td><td></td></tr><tr><td>Indice d'activité à 28 jours</td><td>0.79</td><td></td></tr><tr><td>Taux d'humidité départ usine (ISO 787-2)</td><td>0.2</td><td>%</td></tr></table>	Granulométrie:			- Particules < 2 mm	100	%	- Particules < 0.125 mm	91	%	- Particules < 0.063 mm	81	%	Surface spécifique Blaine (DIN 66126)	385	m ² /kg	Blancheur:			- CIE L* (ISO 11654-4)	84		Indice d'activité à 28 jours	0.79		Taux d'humidité départ usine (ISO 787-2)	0.2	%			
Granulométrie:																															
- Particules < 2 mm	100	%																													
- Particules < 0.125 mm	91	%																													
- Particules < 0.063 mm	81	%																													
Surface spécifique Blaine (DIN 66126)	385	m ² /kg																													
Blancheur:																															
- CIE L* (ISO 11654-4)	84																														
Indice d'activité à 28 jours	0.79																														
Taux d'humidité départ usine (ISO 787-2)	0.2	%																													
CARACTERISTIQUES GENERALES DU PRODUIT:	<table><tr><td>Densité (ISO 787-10)</td><td>2.7</td><td>g/ml</td></tr><tr><td>Densité apparente tassée (ISO 787-11)</td><td>1.7</td><td>g/ml</td></tr></table>	Densité (ISO 787-10)	2.7	g/ml	Densité apparente tassée (ISO 787-11)	1.7	g/ml																								
Densité (ISO 787-10)	2.7	g/ml																													
Densité apparente tassée (ISO 787-11)	1.7	g/ml																													

APPLICATIONS PRINCIPALES:

Béton auto-plaçant
Béton prêt à l'emploi
Eléments préfabriqués
Applications spéciales
- Béton projeté

REPARTITION GRANULOMETRIQUE (Malvern Mastersizer 2000):



CONDITIONNEMENT STANDARD :

- VRAC
- SAC (papier) de 25 kg sur palette
- CONTENEUR SOUPLE

Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations fournies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont fiables, toutefois Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-à-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subis par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

édition : 08.02.2017
Product Information :
60623.01_FR_CORR0408
08001_00_F
version : 17

CHRYSO® Optima 372

Superplastifiant Haut réducteur d'eau



CHRYSO® Optima 372 est un superplastifiant – haut réducteur d'eau de dernière génération, à base de polycarboxylate modifié.

CHRYSO® Optima 372 est destiné à créer une forte réduction d'eau et/ou une augmentation importante de l'ouvrabilité du béton.

CHRYSO® Optima 372 peut être utilisé dans une gamme étendue de bétons. Il est particulièrement recommandé pour le béton prêt à l'emploi et les chantiers de génie civil.

CHRYSO® Optima 372 est particulièrement adapté à la formulation de bétons auto-plaçants homogènes ayant une capacité de remplissage élevée.

CHRYSO® Optima 372 est compatible avec la majorité des ciments.

Informations indicatives

- Nature : liquide
- Couleur : Brun
- Durée de vie : 12 mois

Spécifications

- Densité : $1,056 \pm 0,020$
- pH : $5,00 \pm 1,00$
- Extrait sec (SYNAD IFSTTAR) : $29,50 \% \pm 1,40 \%$
- Teneur en Na_2O équivalent : $\leq 2,00 \%$
- Teneur en ions Cl^- : $\leq 0,10 \%$

Informations normatives et réglementaires

- Ce produit satisfait aux exigences réglementaires du marquage CE. La déclaration correspondante est disponible sur notre site Internet.
- Ce produit est conforme au référentiel de certification NF 085 dont les spécifications techniques sont celles de la partie non harmonisée de la norme NF EN 934-2.
- Adresse AFNOR - 11, Avenue de Pressensé - 93571 Saint Denis La Plaine Cedex

Domaines d'application

- Bétons auto-nivellants
- Bétons auto-plaçants
- Bétons avec maintien d'ouvrabilité
- Bétons de consistance supérieure à 160 mm au cône
- BPE
- Ouvrages d'art
- BHP - BTHP

Précautions

Stocker à l'abri du gel.
Eviter l'exposition prolongée à de fortes chaleurs.
En cas de gel, ce produit conserve ses propriétés.
Après dégel, une agitation efficace est nécessaire jusqu'à l'obtention d'un produit totalement homogène.

Mode d'emploi

Plage de dosage : 0,3 kg à 2,0 kg pour 100 kg de ciment

Ce produit doit être incorporé de préférence dans l'eau de gâchage ou en fin de malaxage.

Dans le cas d'un ajout différé sur béton frais,



Titre : Etude des propriétés thermiques et mécaniques des bétons isolants structurels incorporant des cénoosphères

Mots clés : bétons isolants, granulats légers, cénoosphères, conductivité thermique, microstructure

Résumé : Dans le domaine de l'isolation thermique du bâtiment, les évolutions réglementaires (RT2012) et normatives (NF BPE : Béton à Propriétés Thermiques, septembre 2016) incitent à évoluer vers des bétons isolants et structurels (BIS). La maîtrise de leur conductivité thermique est primordiale. Il est possible, en plus de faire appel à un squelette granulaire léger, de jouer sur la nature de la pâte en utilisant des inclusions qui apporteraient un pouvoir isolant supplémentaire : les cénoosphères. Dans un contexte de facilité de mise en œuvre, à ces propriétés est rajouté le critère autoplaçant des bétons. On parle alors de Bétons Isolants Structurels Autoplaçants (BISAP).

La maîtrise et la validation de ces nouvelles formules dans le respect d'une approche prescriptive a nécessité la caractérisation des matériaux à différentes échelles (de l'inclusion à l'échelle de l'ouvrage) en développant des approches expérimentales et numériques. Leur comportement à l'état frais et à l'état durci a été analysé. Les conductivités thermiques mesurées placent ces nouveaux bétons dans la catégorie Bétons Isolants Structurels au sens du nouveau référentiel. Le modèle numérique développé permet d'approcher correctement les valeurs expérimentales. D'autre part, la sensibilité des BISAP incorporant des cénoosphères à plusieurs indicateurs de durabilité (porosité accessible à l'eau, perméabilité, carbonatation et retrait) a également été étudiée. L'influence des microsphères est plus ou moins notable en fonction du mécanisme abordé.

Title : Characterization of thermal and mechanical properties of insulating structural concrete incorporating cenospheres

Keywords : insulating concrete, lightweight aggregates, cenospheres, thermal conductivity, microstructure

Abstract: In the field of building thermal insulation, regulatory (RT2012) and standards (NF BPE: Béton à Propriétés Thermiques, September 2016) evolutions are encouraging the use of insulating structural concrete (BIS). The control of their thermal conductivity is essential. It is possible, in addition to using lightweight aggregates, to modify the composition of the cement paste by using hollow inclusions (fly ash cenospheres) to bring an additional thermal insulating potential. In a context of improved workability, to these properties is added the criterion of self-compacting concrete.

The validation of these new formulas required the characterization of materials at different scales (from inclusion scale to building scale) by implementing experimental and numerical approaches. Their properties at fresh and hardened state were analyzed. The measured thermal conductivities place these new concretes in the Category of Structural Insulating Concrete in the sense of the new standard. The developed numerical model allowed approaching the experimental measurements correctly. The effect of cenospheres' incorporation into cement paste on several durability indicators was also characterized.