



HAL
open science

Modélisation des transferts hygrothermiques dans les matériaux de construction : incidence de l'hystérésis

Maroua Maaroufi

► **To cite this version:**

Maroua Maaroufi. Modélisation des transferts hygrothermiques dans les matériaux de construction : incidence de l'hystérésis. Génie civil. Université de La Rochelle, 2019. Français. ⟨NNT : 2019LAROS028⟩. ⟨tel-03008265⟩

HAL Id: tel-03008265

<https://theses.hal.science/tel-03008265v1>

Submitted on 16 Nov 2020

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

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



HAL Authorization



UNIVERSITE DE LA ROCHELLE

École Doctorale EUCLIDE

Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement (LaSIE)
UMR CNRS 7356



THÈSE

Présentée par

Maroua MAAROUFI

Pour l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LA ROCHELLE

Spécialité Génie Civil

Modélisation des transferts hygrothermiques dans les matériaux de construction – Incidence de l'hystérésis

Thèse soutenue le 12/12/2019

Devant le jury composé de :

<i>Rapporteurs :</i>	Ammar YAHIA	Professeur à l'Université de Sherbrooke
	Rabah HAMZAOUI	Enseignant chercheur HDR à l'école spéciale des travaux publics Paris
<i>Examineur :</i>	Didier DEFER	Professeur à l'Université d'Artois
<i>Directeur de thèse :</i>	Rafik BELARBI	Professeur à l'Université de La Rochelle
<i>Encadrante :</i>	Kamilia ABAHRI	Maître de Conférences à l'Ecole Normale Supérieure Paris-Saclay

Sommaire

Sommaire	i
Liste des figures	v
Liste des tableaux	x
Remerciements	xi
Résumé	xii
Abstract	xiii
Introduction générale.....	1
Chapitre 1 : Etat de l'art	4
1. Introduction	5
2. Grandeurs intrinsèques	8
2.1. Porosité	8
2.2. Microstructure	9
2.3. Volume élémentaire représentatif	11
2.4. Teneur en eau	12
2.5. Humidité relative	12
2.6. Hygroscopicité	13
2.7. Surface spécifique	14
3. Mécanismes de fixation et de transferts d'humidité et de chaleur	14
3.1. Etats d'équilibre de l'eau au sein du matériau	15
3.2. Loi de Laplace et loi de Kelvin	16
3.3. Modes de fixation de l'humidité	17
3.4. Transfert de vapeur d'eau	19
3.5. Transfert d'eau liquide	23
3.6. Transfert d'air sec	24
3.7. Transfert de chaleur	24
4. Isothermes d'adsorption et de désorption.....	25
4.1. Types d'isothermes	25
4.2. Détermination des isothermes	26
4.3. Capacité de stockage d'humidité	28
5. Théories d'adsorption.....	29
5.1. Modèle de Langmuir	29
5.2. Modèle de Brunauer, Emmett et Teller (BET)	29

5.3.	Modèle de Guggenheim, Anderson et de Boer (GAB)	30
5.4.	Modèle Generalised D'Arcy and Watt (GDW)	30
5.5.	Modèle de Van Genuchten.....	30
5.6.	Modèle de Künzel	31
6.	Equation de conservation de la masse et de la chaleur.....	31
6.1.	Conservation de la masse	31
6.2.	Conservation de la chaleur	32
7.	Phénomène d'hystérésis	32
7.1.	Causes du phénomène d'hystérésis.....	34
7.2.	Classification des boucles d'hystérésis	36
7.3.	Modélisation du phénomène d'hystérésis	36
7.4.	Effet de pompage	42
8.	Hystérésis dans les matériaux de construction	43
9.	Les bétons légers	44
10.	Le béton de polystyrène	46
11.	Conclusion.....	49
Chapitre 2 : Investigation de la microstructure par micro-tomographie aux rayons X.....		51
1.	Introduction	52
2.	Matériaux et méthodes utilisés	54
2.1.	Matériaux d'intérêt.....	55
2.2.	Techniques expérimentales	56
3.	Démarche expérimentale et numérique	63
3.1.	Reconstruction des volumes	63
3.2.	Avizo.....	65
3.3.	iMorph.....	68
3.4.	ImageJ	69
3.5.	Préparation de l'échantillon au MEB.....	70
3.6.	Protocole de l'essai sous sollicitations thermiques	72
4.	Résultats	73
4.1.	Structure des billes d'EPS et interfaces	73
4.2.	Identification des phases	75
4.3.	Calculs de porosité et VER	77
4.4.	Réponses aux sollicitations thermiques	81
5.	Conclusion.....	84

Chapitre 3 : Caractérisation expérimentale de l’hystérésis et des propriétés hygrothermiques du béton de polystyrène.....	86
1. Introduction	87
2. Matériaux étudiés	87
3. Mesure des isothermes d’adsorption et de désorption et hystérésis.....	88
3.1. Méthode des solutions salines saturées.....	89
3.2. Méthode gravimétrique	90
3.3. Méthode volumétrique	92
3.4. Résultats expérimentaux	93
3.5. Isothermes d’adsorption et de désorption intermédiaires	96
4. Capacité de stockage d’humidité.....	97
5. Modélisation des isothermes d’adsorption et de désorption	99
5.1. Modélisation des courbes principales	99
5.2. Modélisation des courbes intermédiaires.....	100
5.3. Modélisation de la capacité de stockage d’humidité	102
6. Pouvoir tampon hydrique (Moisture Buffer Value).....	103
7. Conductivité thermique	106
7.1. Dispositifs de mesure en régime transitoire.....	108
7.2. Dispositifs de mesure en régime permanent	109
7.3. Résultats expérimentaux	110
8. Chaleur spécifique.....	114
8.1. Méthodes de mesure	115
8.2. Résultats expérimentaux	117
9. Perméabilité à la vapeur	119
9.1. Méthode de mesure	121
9.2. Résultats expérimentaux	123
10. Influence de l’état hydrique sur les transferts de chaleur et de masse	126
11. Conclusion.....	129
Chapitre 4 : Hystérésis d’adsorption et de désorption de vapeur d’eau : Mise en évidence expérimentale et numérique	131
1. Introduction	132
2. Modèle de transferts hygrothermiques avec Hystérésis	133
2.1. Equations phénoménologiques de conservation de masse et de chaleur	133
2.2. Modélisation de l’hystérésis	136
2.3. Conditions aux limites	138

2.4. Paramètres d'entrée du modèle	140
3. Investigation expérimentale	142
3.1. Equipement	142
3.2. Instrumentation	143
3.3. Facteur dimensionnel	148
4. Essai de cyclage long	149
4.1. Résultats expérimentaux	150
4.2. Résultats numériques	152
5. Essais de cyclage court à température constante.....	156
5.1. Echantillons cylindriques	156
5.2. Echantillons parallélépipédiques.....	161
6. Essais de cyclage court à température variable	167
6.1. Résultats expérimentaux	168
6.2. Résultats numériques	171
7. Conclusion.....	174
Conclusion générale et perspectives.....	175
Bibliographie	178

Liste des figures

Figure 1-1 : Emissions de CO ₂ dans l'air en France en 2011	5
Figure 1-2 : Consommation énergétique de chaque secteur.....	5
Figure 1-3 : Niveau de développement des bactéries en fonction du taux d'humidité	7
Figure 1-4 : Evolution expérimentale et simulée de l'humidité relative.....	7
Figure 1-5 : Schéma d'un milieu poreux.....	8
Figure 1-6 : Distribution de la taille des pores de deux pâtes de ciment obtenues par intrusion de mercure	9
Figure 1-7 : Image MEB de la microstructure d'une pâte de ciment ordinaire.....	10
Figure 1-8 : Type d'hystérésis selon la microstructure du matériau d'étude	10
Figure 1-9 : Volume élémentaire représentatif (ΔU_0). ΔU_i représente un volume dans le milieu poreux	11
Figure 1-10 : Isothermes d'adsorption et de désorption. a) béton de chanvre ; b) béton cellulaire.....	14
Figure 1-11 : Différentes phases d'un milieu poreux.....	15
Figure 1-12 : Tensions interfaciales entre les phases solide, liquide et gazeuse.....	16
Figure 1-13 : Angle de contact	16
Figure 1-14 : Capillarité. a) Interface sphérique ; b) Interface cylindrique	17
Figure 1-15 : Échanges moléculaires entre les trois phases : solide, liquide et vapeur.....	17
Figure 1-16 : Adsorption de surface. a) Adsorption monomoléculaire ; b) Adsorption multimoléculaire.....	18
Figure 1-17 : Amorce de la condensation capillaire	19
Figure 1-18 : Configurations de l'eau dans un pore.....	19
Figure 1-19 : Moteurs des transferts de vapeur d'eau	20
Figure 1-20 : Représentation des modes de diffusion de la vapeur d'eau dans un pore	20
Figure 1-21 : Diffusion moléculaire.....	21
Figure 1-22 : Diffusion de surface	22
Figure 1-23 : Transport de Knudsen	23
Figure 1-24 : Classification des isothermes d'adsorption/désorption selon l'IUPAC	26
Figure 1-25 : Isothermes d'adsorption et de désorption de béton de polystyrène.....	27
Figure 1-26 : Allure d'une isotherme d'adsorption/désorption et différents mécanismes de transfert et rétention d'humidité	27
Figure 1-27: Capacité de stockage d'humidité de la brique en adsorption	28
Figure 1-28 : Isothermes d'adsorption et désorption d'une pâte de ciment CEM I.....	33
Figure 1-29 : Courbes d'hystérésis de teneur en eau	34
Figure 1-30 : Adsorption et désorption dans un pore cylindrique.....	34
Figure 1-31 : Effet bouteille d'encre	35
Figure 1-32 : Classification des différentes boucles d'hystérésis selon l'IUPAC	36
Figure 1-33 : Schématisation des phases d'adsorption et désorption sur le graphe l – h.....	40
Figure 1-34 : Simulation des courbes d'hystérésis pour des cycles réguliers.....	42
Figure 1-35 : Effet de pompage.....	43
Figure 1-36 : Isothermes d'adsorption et de désorption. a) Béton cellulaire ; b) Béton avec fibres de palmier.....	43
Figure 1-37 : Isothermes d'adsorption et de désorption d'un béton avec billes de verre	44

Figure 1-38 : Evolution des résistances à la compression de bétons normal et léger en fonction du temps	45
Figure 1-39 : Résistance à la compression en fonction de la densité pour PSE.....	47
Figure 2-1 : Lien entre la microstructure du matériau et l'hystérésis observée	52
Figure 2-2 : Isothermes d'adsorption et de désorption d'eau pour une pâte de ciment avec trois rapports E/C différents	53
Figure 2-3 : Influence du rapport E/C sur la porosité accessible à l'eau	53
Figure 2-4 : Isothermes d'adsorption et de désorption. a) Béton avec polypropylène ; b) Pâte de ciment	54
Figure 2-5 : Matériaux utilisés: a) mortier d'EPS; b) Billes de polystyrène expansé.....	56
Figure 2-6 : Principe de la micro-tomographie à rayons X.....	57
Figure 2-7 : Géométrie en faisceau conique.....	58
Figure 2-8 : Tomographe à rayons X utilisé au LMT Cachan	58
Figure 2-9 : Principe de fonctionnement d'un microscope électronique à balayage	60
Figure 2-10 : Principe d'un microscope électronique à balayage	60
Figure 2-11 : Microscope électronique à balayage utilisé au LMT Cachan	61
Figure 2-12 : Microscope numérique « KEYENCE » utilisé au LMT Cachan	62
Figure 2-13 : Protocole de traitement des données sur Avizo.....	66
Figure 2-14 : Interface du logiciel Avizo et identification d'une bille dans les trois plans	67
Figure 2-15 : Ensemble des billes comprises dans un échantillon après leur sélection sur Avizo	67
Figure 2-16 : Isolation des vides (Porosité + billes d'EPS) sur iMorph	68
Figure 2-17 : Isolation de la matrice cimentaire sur iMorph.....	68
Figure 2-18 : Interface du logiciel ImageJ après importation des images 3D.....	69
Figure 2-19 : Histogramme des niveaux de gris des images tomographiques de l'échantillon S4.....	70
Figure 2-20 : Appareil pour le dépôt de carbone. a) Schéma ; b) Appareil utilisé au LMT	71
Figure 2-21 : Image MEB d'une bille de polystyrène avec un grandissement de (a) x100 et (b) x500.....	73
Figure 2-22 : Image MEB de l'interface ciment/polystyrène à un grandissement de x500.....	74
Figure 2-23 : Image microscopique de la surface externe d'une bille d'EPS	74
Figure 2-24 : Volume tomographique reconstitué de l'échantillon S1 correspondant à 740x935x839 voxels	75
Figure 2-25 : Les différentes phases du matériau. La taille de l'image est 7.7x9.7 mm ² et la taille du voxel est 10,4 µm	76
Figure 2-26 : Vue 3D de l'échantillon S1 après l'identification de chaque phase sur Avizo. La taille du voxel est 20.4 µm	76
Figure 2-27 : Variations de la porosité totale en fonction du seuil de niveaux de gris choisi pour l'échantillon S1	77
Figure 2-28 : Calculs de porosité pour les différentes zones choisies	78
Figure 2-29 : Evolution de la porosité totale dans les trois directions pour un volume choisi dans l'échantillon S1	78
Figure 2-30 : Distribution de la taille des pores pour un volume sélectionné dans l'échantillon S1.....	79
Figure 2-31 : Identification des billes d'EPS dans a) un volume de 10.2x10.2x10.2 mm ³ de S1 avec iMorph et b) dans S1 avec Avizo.....	80

Figure 2-32 : Position des billes étudiées	81
Figure 2-33 : Variations des diamètres des deux billes sous sollicitations thermiques	82
Figure 2-34 : Reconstruction 3D d'une bille après 10h d'exposition à 110°C	82
Figure 2-35 : Images MEB du matériau après les sollicitations thermiques. (a) x50; (b) x500	83
Figure 2-36 : Fissures dans la matrice cimentaire après 8 heures à (a) 90°C et b) 100°C	83
Figure 3-1 : Exemples d'éprouvettes utilisées pendant la campagne expérimentale. a) Eprouvette 4x4x16; b) Eprouvette 11x22	88
Figure 3-2 : Schéma du dispositif de la méthode des solutions salines saturées	89
Figure 3-3 : Equipement VSA.....	91
Figure 3-4 : Equipement SPS	92
Figure 3-5 : Belsorp aqua 3	93
Figure 3-6 : Isothermes d'adsorption et de désorption de 3 échantillons de béton de polystyrène. a) Belsorp ; b) SPS.....	93
Figure 3-7 : Courbes isothermes d'adsorption et de désorption d'eau du béton de polystyrène avec les différents dispositifs	94
Figure 3-8 : Courbes isothermes d'adsorption et de désorption d'eau de la pâte de ciment avec les différents dispositifs.....	94
Figure 3-9 : Isothermes d'adsorption et de désorption de : a) pâte de ciment ; b) pâte de ciment avec laitier	95
Figure 3-10 : Paliers d'humidité relative utilisés pour la mesure des courbes intermédiaires. 96	
Figure 3-11 : Courbes isothermes d'adsorption et de désorption principales et intermédiaires du béton de polystyrène.....	97
Figure 3-12 : Capacité de stockage d'humidité du béton de polystyrène en adsorption et en désorption	97
Figure 3-13 : Capacité de stockage d'humidité de la pâte de ciment en adsorption et en désorption	98
Figure 3-14 : Capacité de stockage d'humidité du béton de polystyrène simulée avec le modèle de Carmeliet.....	98
Figure 3-15 : Modélisation des isothermes principales.....	100
Figure 3-16 : Courbes intermédiaires d'adsorption et de désorption expérimentales et simulées. A gauche : modèle de Pedersen; à droite : modèle de Carmeliet.....	101
Figure 3-17 : Protocole de chargement hydrique	102
Figure 3-18 : Courbes intermédiaires simulées. A gauche : modèle de Pedersen; à droite : modèle de Carmeliet.....	102
Figure 3-19 : Capacité de stockage d'humidité simulée	103
Figure 3-20 : Classification des matériaux selon leur MBV	104
Figure 3-21 : Evolution de la masse durant l'essai	104
Figure 3-22 : Suivi de masse du béton de chanvre pendant l'essai de détermination de MBV	105
Figure 3-23 : Suivi de l'humidité relative dans les échantillons	106
Figure 3-24 : Influence de la densité sur la conductivité thermique pour des nanofibres.....	107
Figure 3-25 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau d'un mortier	107
Figure 3-26 : Schéma de la méthode de la plaque chaude gardée.....	110
Figure 3-27 : λ -Meter EP500e.....	110

Figure 3-28 : Evolution de la conductivité thermique du béton de polystyrène en fonction de la température.....	111
Figure 3-29 : Conductivité thermique du béton de polystyrène et de la pâte du même ciment	112
Figure 3-30 : Évolution de la conductivité thermique du béton de polystyrène en fonction de la teneur en eau.....	113
Figure 3-31 : Évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau du a) béton de chanvre [28] et b) mortier de fibres de palmiers	113
Figure 3-32 : Evolution de la capacité thermique massique en fonction de l'humidité relative à 23°C d'un béton de chanvre	114
Figure 3-33 : Capacité thermique d'un béton avec ajout d'agréats légers	115
Figure 3-34 : Microcalorimètre Calvet.....	116
Figure 3-35 : Calorimètre Calvet BT 2.15	117
Figure 3-36 : Evolution de la chaleur spécifique du béton de polystyrène en fonction de la température.....	118
Figure 3-37 : Chaleur spécifique du béton de polystyrène et la pâte de ciment	118
Figure 3-38 : Schéma des conditions d'environnement	119
Figure 3-39 : Perméabilité à la vapeur en fonction de la porosité.....	120
Figure 3-40 : Perméabilité à la vapeur d'un contreplaqué et d'un isolant de cellulose	120
Figure 3-41 : Schéma représentant la méthode de la coupelle	121
Figure 3-42 : Dispositif Gintronic GraviTest et son principe de fonctionnement	123
Figure 3-43 : Perméabilité à la vapeur du béton de polystyrène en coupelle sèche et humide	124
Figure 3-44 : Facteur de résistance à la diffusion de vapeur du béton de polystyrène	124
Figure 3-45 : Perméabilité à la vapeur du béton de polystyrène et la pâte de ciment.....	125
Figure 3-46 : Configuration étudiée	126
Figure 3-47 : Profils de teneur en eau dans l'échantillon à différents instants	127
Figure 3-48 : Profils de température dans l'échantillon à différents instants.....	128
Figure 4-1 : Courbes isothermes principales d'adsorption, désorption et la moyenne. A gauche : béton de polystyrène ; A droite : béton de chanvre.....	133
Figure 4-2 : Schématisation des phases d'adsorption et désorption sur le graphe l – h.....	136
Figure 4-3 : Diagramme de calcul de la teneur en eau avec le modèle de Carmeliet	137
Figure 4-4 : Schéma de la modélisation	138
Figure 4-5 : Schéma du cas d'étude	138
Figure 4-6 : Protocole expérimental.....	139
Figure 4-7 : Conditions de température et humidité relative.....	140
Figure 4-8 : Protocole expérimental.....	140
Figure 4-9 : Isothermes d'adsorption/désorption principales.....	141
Figure 4-10 : Schéma du dispositif expérimental mis en place.....	143
Figure 4-11 : Enceintes climatiques : Climats à gauche, Binder à droite	144
Figure 4-12 : Psychromètre utilisé	145
Figure 4-13 : Capteur de température et d'humidité relative utilisé	146
Figure 4-14 : Centrale d'acquisition utilisée	147
Figure 4-15 : Balance OHAUS adventurer pro	148
Figure 4-16 : Schéma d'un échantillon cylindrique	148
Figure 4-17 : Position des capteurs	149

Figure 4-18 : Schéma de l'échantillon	149
Figure 4-19 : Schéma des échantillons parallélépipédiques et position des capteurs	149
Figure 4-20 : Humidité relative de l'ambiance mesurée par différents capteurs	150
Figure 4-21 : Profils d'humidité relative dans les échantillons à 2,5 cm de profondeur.....	151
Figure 4-22 : Profils d'humidité relative dans les échantillons à 1,5 cm de profondeur.....	151
Figure 4-23 : Superposition du premier et dernier cycle à 2,5 cm de profondeur	152
Figure 4-24 : Superposition du premier et dernier cycle à 1,5 cm de profondeur	152
Figure 4-25: Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5cm de profondeur ..	153
Figure 4-26: Profils de teneur en eau expérimentale et numérique au point à 2,5cm de profondeur	154
Figure 4-27 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5cm de profondeur .	155
Figure 4-28 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5cm de profondeur .	156
Figure 4-29 : Conditions expérimentales d'humidité et de température	157
Figure 4-30 : Humidité relative dans les échantillons à 1,5 cm de profondeur.....	157
Figure 4-31 : Humidité relative dans les échantillons à 2,5 cm de profondeur.....	158
Figure 4-32 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5 cm de profondeur	159
Figure 4-33 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur	159
Figure 4-34 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique au point à 1,5 cm de profondeur	160
Figure 4-35 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur	161
Figure 4-36 : Evolution de l'humidité relative à 1,5 cm de profondeur.....	162
Figure 4-37 : Evolution de l'humidité relative à 2,5 cm de profondeur.....	163
Figure 4-38 : Profils d'humidité relative à 1,5 cm de profondeur.....	163
Figure 4-39 : Profils d'humidité relative à 2,5 cm de profondeur.....	164
Figure 4-40 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5 cm de profondeur	165
Figure 4-41 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur	165
Figure 4-42 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5 cm de profondeur	166
Figure 4-43 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur	167
Figure 4-44 : Conditions expérimentales d'humidité et de température	168
Figure 4-45 : Profils d'humidité relative à 1,5 cm de profondeur.....	168
Figure 4-46 : Profils d'humidité relative à 2,5 cm de profondeur.....	169
Figure 4-47 : Relevés d'humidité relative dans les échantillons et température ambiante	169
Figure 4-48 : Profils de température à : A gauche 1,5 cm; A droite 2,5 cm	170
Figure 4-49 : Relevés de température dans les échantillons et la température ambiante	170
Figure 4-50 : Superposition du premier et dernier cycle. A gauche : à 1,5 cm, et à droite : à 2,5 cm	171
Figure 4-51 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5 cm de profondeur	171
Figure 4-52 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur	172
Figure 4-53 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5 cm de profondeur	173
Figure 4-54 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur	173

Liste des tableaux

Tableau 1 : Différentes expressions de la teneur en eau	12
Tableau 2 : Classification des matériaux	13
Tableau 3 : Masse volumique apparente des types de béton	45
Tableau 4 : Résistances mécaniques pour différentes masses volumiques apparentes	47
Tableau 5 : Résistance aux agents chimiques.	48
Tableau 6 : Composition du mortier de polystyrène	55
Tableau 7 : Dimensions des échantillons scannés et paramètres du tomographe	64
Tableau 8 : Paliers de température	72
Tableau 9 : Fraction volumique de chaque phase du matériau (Avizo).....	80
Tableau 10 : Fraction volumique de chaque phase dans un volume de 10.2x10.2x10.2 mm ³ dans S1 (iMorph).....	80
Tableau 11 : Calculs de porosité en utilisant Avizo et ImageJ	81
Tableau 12 : Humidité relative obtenue par les solutions salines saturées	90
Tableau 13 : Coefficients pour les isothermes principales.....	99
Tableau 14 : Paramètres du modèle	99
Tableau 15 : Conductivité thermique de matériaux cimentaires.....	108
Tableau 16 : Capacités thermiques massiques de l'eau, du ciment et de granulats calcaires pour différentes températures.....	115
Tableau 17 : Perméabilité à la vapeur d'une plaque de contreplaqué selon la norme	121
Tableau 18 : Perméabilités à la vapeur et facteurs de résistance à la vapeur de certains matériaux	125
Tableau 19 : Coefficients pour les isothermes principales	141
Tableau 20 : Valeurs retenues pour le modèle	142
Tableau 21 : Caractéristiques techniques du psychromètre utilisé	145
Tableau 22 : Caractéristiques techniques des capteurs capacitifs.....	146
Tableau 23 : Caractéristiques techniques de la balance utilisée	148

Remerciements

Au terme de cette thèse, je souhaite d'abord remercier mon directeur de thèse, Rafik BELARBI, de m'avoir fait confiance et m'avoir accueillie au Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur à l'Université de La Rochelle. Je le remercie également pour sa disponibilité, son aide et ses précieux conseils tout au long de ces trois années. Nos discussions scientifiques m'ont permis d'avancer dans mes travaux de thèse.

Je remercie également ma co-encadrante, Kamilia ABAHRI, pour ses conseils, son encadrement et toutes les discussions qu'on a eues. Je la remercie aussi pour son accueil au sein du laboratoire de Mécanique et de Technologie à l'Ecole Normale Supérieure Paris-Saclay.

Je présente mes vifs remerciements à M. Ammar YAHIA, professeur à l'université de Sherbrooke, et M. Rabah HAMZAOUI, enseignant chercheur à l'Ecole Spéciale des Travaux Publics, pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de rapporter et évaluer mon travail. Je remercie vivement M. Didier DEFER, professeur à l'université d'Artois, qui m'a fait le grand plaisir d'examiner mon travail.

Je remercie très sincèrement Mme Armelle NOUVIAIRE, assistante ingénieur au LaSIE, sans qui la campagne de caractérisation expérimentale des matériaux n'aurait pas été aussi simple à réaliser. J'en profite également pour remercier M. Benjamin SMANIOTTO, ingénieur d'études au LMT, pour son aide et sa collaboration, notamment concernant les essais de microtomographie.

Je tiens à remercier particulièrement M. Fares BENNAI, maître de conférences à l'université de Lorraine, pour sa collaboration et ses conseils durant mes travaux de thèse. Je remercie aussi M. Ferhat BENMAHIDDINE, qui a largement contribué à la campagne de caractérisation expérimentale et n'a pas hésité à présenter son aide à plusieurs occasions.

Je tiens à remercier chaleureusement toutes les personnes qui m'ont soutenu et aidé de près ou de loin durant ces trois ans, et qui ont toutes contribué à l'aboutissement de ce travail : mes amis et collègues : Rémi, Manon, Guillaume, Dalal, Mehdi, Jana, Mathilde, Imane, Zaid, Fouad, Rachid et tous mes collègues à l'université de La Rochelle ainsi qu'à l'ENS Paris-Saclay.

Enfin, mes remerciements vont à ma famille, pour qui les mots seraient superflus. Leur soutien et leur amour m'ont permis d'avancer et de tenir bon tout au long de ma thèse. Sans eux, je ne serais pas la personne que je suis aujourd'hui et je n'aurais jamais pu réussir.

Résumé

Le présent travail vise à étudier l'influence du phénomène d'hystérésis sur les transferts de chaleur et d'humidité dans les matériaux de construction. Afin d'y parvenir, on décrit d'abord la microstructure des matériaux à l'échelle microscopique, dans le but de mieux appréhender leur comportement à l'échelle macroscopique. Par la suite, des simulations numériques des transferts couplés de chaleur et d'humidité seront menées, prenant en compte la microstructure et la morphologie réelles des matériaux à travers des volumes 3D reconstruits.

Plusieurs techniques d'imagerie ont été utilisées afin d'obtenir une description fine de la microstructure du béton de polystyrène et des différentes phases qui le composent. Le matériau a été scanné au micro-tomographe à rayons X pour obtenir les reconstructions 3D du volume réel, qui ont montré son hétérogénéité microstructurale complexe. Ensuite, une campagne de caractérisation expérimentale macroscopique du matériau a été réalisée. Elle inclut la détermination des propriétés physiques et hygrothermiques du matériau, ainsi que l'impact de son état hydrique et thermique sur ces mêmes propriétés. Le béton de polystyrène montre d'excellentes performances en ce qui concerne l'isolation thermique et le stockage de chaleur. Des expérimentations ont été mises en place dans le but de mieux appréhender les transferts d'humidité dans le matériau soumis à des sollicitations cycliques, et un suivi d'humidité relative à l'intérieur des échantillons sera assuré grâce aux instruments adaptés.

Un modèle de transferts couplés de chaleur et d'humidité a été élaboré, prenant en compte l'effet de l'hystérésis et incluant ainsi son historique hydrique. Les résultats des simulations ont été confrontés aux relevés expérimentaux et ont montré une bonne adéquation en comparaison avec des modèles qui ne prennent pas en compte l'hystérésis.

Abstract

The present work aims to study the influence of the sorption hysteresis phenomenon on heat and moisture transfer in building materials. In order to achieve this, we first describe the microstructure of materials, which will allow a better understanding of their behavior at the macroscopic scale. Subsequently, numerical simulations of the coupled heat and mass transfers will be conducted, taking into account the real microstructure of the materials using X-rays reconstructed 3D volumes.

Several imaging techniques have been used to obtain a fine description of the microstructure of polystyrene concrete and its different phases. The 3D reconstructions of the actual volume were obtained using X-rays micro-tomography, which showed its complex microstructural heterogeneity. Afterwards, we carried out a campaign of macroscopic experimental characterization of the material. It included the determination of the physical and hygrothermal properties of the polystyrene concrete, as well as the impact of temperature and relative humidity on these same properties. Polystyrene concrete shows excellent performance in thermal insulation and heat storage. Later, experiments have been set up in order to better understand the moisture transfer in samples subjected to cyclic stresses, in order to highlight the sorption hysteresis effect.

A model of coupled heat and moisture transfers has been developed, taking into account the effect of hysteresis and thus including the hydric history of the material. The results of the simulations were compared with the experimental ones and showed a good match.

Introduction générale

Actuellement, les ressources naturelles connaissent une surexploitation dans le secteur du bâtiment. De plus, ce secteur est responsable en grande partie des émissions à effet de serre et de la consommation énergétique mondiale. Il est donc devenu courant de chercher à réduire les dépenses énergétiques et l'épuisement des ressources, dans le but de protéger l'environnement dans le cadre d'un développement durable. D'autre part, les nouvelles réglementations imposent une meilleure résistance à l'humidité des matériaux constituant les parois des bâtiments, ce qui a résulté en un intérêt accru à l'étude des mécanismes de transferts couplés de chaleur et d'humidité au sein des matériaux poreux. En effet, l'humidité a une influence non négligeable sur la durabilité des constructions, et représente une des causes majeures de leurs dégradations. Elle influence également les performances énergétiques réelles des bâtiments et augmente les écarts entre les mesures et les résultats de simulations numériques. La réponse à cette problématique est nécessaire pour une prédiction plus précise des comportements hygrothermiques des bâtiments, et une meilleure évaluation de leur durabilité.

En outre, le choix des matériaux utilisés est crucial, car ceux-ci jouent un rôle important dans la réussite d'un projet à haute qualité environnementale. Ces derniers doivent pallier à la surexploitation des ressources naturelles en plus d'aider au respect de l'environnement. L'intérêt s'est vite porté vers les matériaux alternatifs, à base de granulats et de déchets recyclés, qui représentent une solution aux problématiques précédentes. En effet, la substitution de matériaux cimentaires par d'autres matériaux alternatifs contribue à la réduction d'émission de gaz à effet de serre ainsi qu'à la diminution de l'énergie nécessaire à leur production. De plus, l'utilisation des déchets recyclés empêche leur rejet dans la nature et diminue ainsi la pollution de l'environnement. Le béton de polystyrène est un matériau léger où les agrégats ont été remplacés par du polystyrène expansé recyclé. Il présente, en plus des avantages cités précédemment, d'excellentes propriétés d'isolation thermique et acoustique qui améliore le confort des usagers. Toutefois, c'est un matériau peu connu et ses propriétés ne sont pas largement disponibles dans les bases de données. Il a quand même démontré de bonnes propriétés thermiques, une bonne résistance à l'humidité, et une meilleure durabilité.

De nombreux modèles de transferts couplés de chaleur et d'humidité ont été développés dans la littérature, afin de prédire le comportement thermo-hydrique des matériaux de construction sous sollicitations climatiques. Les simulations numériques nécessitent néanmoins la connaissance des propriétés hydriques et thermiques des matériaux utilisés, puisqu'ils constituent leurs paramètres d'entrée.

Ce travail de thèse a pour but d'étudier et de modéliser le comportement hygrothermique du béton de polystyrène utilisé dans les revêtements ou les chapes de sol afin d'améliorer l'isolation thermique et phonique des bâtiments. La modélisation devra prendre en compte l'influence du phénomène d'hystérésis de sorption d'eau, responsable de l'accumulation d'humidité dans les matériaux poreux. Ceci permettra d'améliorer la prédiction des performances énergétiques en plus des mécanismes de dégradation.

Le manuscrit est organisé en quatre chapitres. Le premier résume un état de l'art concernant les enjeux environnementaux liés au domaine du bâtiment et au développement durable, et plus

particulièrement la consommation énergétique des bâtiments et les désordres liés à la présence de l'humidité. Ce chapitre introduira ensuite les principales grandeurs caractéristiques inhérentes à toute étude de transferts hygrothermiques, ainsi que les différents mécanismes mis en jeu lors des transferts d'humidité dans les milieux poreux. Par la suite, les modèles couplant les transferts de chaleur et d'humidité seront abordés, avant de passer au cœur de l'étude, le phénomène d'hystérésis, en présentant les phénomènes qui le causent et les modèles de la littérature qui le décrivent. Finalement, une présentation du matériau d'intérêt et ses différentes utilisations sera faite.

Le deuxième volet est dédié à la caractérisation de la microstructure du béton de polystyrène, en utilisant des techniques d'imagerie non destructives récentes disponibles au Laboratoire de Mécanique et de Technologie (LMT) à l'École Normale Supérieure Paris-Saclay. L'intérêt principal de cette partie réside dans la détermination de la porosité avec précision, mais aussi une meilleure compréhension de l'interface entre le liant et les billes de polystyrène expansé. La micro-tomographie à rayons X est d'abord utilisée pour reconstruire des volumes 3D de la microstructure réelle du béton de polystyrène, et un post-traitement approprié est ensuite adopté pour sélectionner un Volume élémentaire Représentatif (VER) et obtenir la distribution de la taille des pores. La microscopie électronique à balayage est également utilisée en vue d'étudier l'interface ciment/polystyrène pour évaluer la présence d'adhérence ou de zone de transition entre les phases. Finalement, l'utilisation d'un microscope numérique permet l'observation des variations microstructurales du matériau sous sollicitations thermiques afin d'évaluer sa sensibilité aux grandes températures.

Le troisième chapitre est consacré à la caractérisation fine des propriétés physiques, thermiques et hydriques du béton de polystyrène. Cette campagne expérimentale a été menée au Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur à l'université de La Rochelle, et elle a inclus la détermination de la conductivité thermique, la chaleur spécifique, la perméabilité à la vapeur d'eau, la surface spécifique, les isothermes d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau et le pouvoir de tampon hydrique. Ces propriétés représentent les différents paramètres d'entrée des modèles de transferts hygrothermiques, et une attention particulière a été portée à leur évolution en fonction de la température et de l'état hydrique du matériau. Le phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption de la vapeur d'eau va également être mis en évidence de manière expérimentale, en soumettant le béton de polystyrène à plusieurs cycles d'humidification et de séchage. Ceci permettra d'introduire les courbes isothermes d'adsorption et de désorption intermédiaires, qui peuvent être modélisées avec deux modèles différents basés sur deux théories différentes. Finalement, des simulations vont être menées pour mettre en exergue l'importance de la prise en compte de l'état hydrique du matériau dans la détermination de ses propriétés hygrothermiques.

Le dernier chapitre est consacré à l'étude expérimentale et numérique du phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau dans le béton de polystyrène. Ce chapitre décrit également l'expérimentation qui permet de suivre le phénomène d'hystérésis, à l'aide d'une métrologie qui donne accès aux distributions d'humidité relative et de température dans les échantillons. Les expérimentations mises en place ont permis de mieux appréhender les transferts d'humidité dans le matériau soumis à différentes conditions hygrométriques cycliques. Des simulations numériques ont ensuite été menées à l'aide d'un modèle de transferts couplés de chaleur et d'humidité qui prend en compte le phénomène d'hystérésis, avant de confronter les résultats numériques à ceux obtenus expérimentalement. Un modèle de transferts

couplés de chaleur et d'humidité qui ne considère pas le phénomène d'hystérésis sera également utilisé dans le but d'évaluer l'influence de la prise en compte de l'hystérésis et de montrer que sa prise en compte permet de se rapprocher du comportement hygrothermique réel du matériau.

Chapitre 1 : Etat de l'art

Ce premier chapitre présente un état de l'art concernant la consommation énergétique et plus particulièrement les désordres liés à la présence de l'humidité dans les bâtiments. Les principales grandeurs caractéristiques inhérentes à toute étude de transferts hygrothermiques seront présentées et définies, ainsi que les différents mécanismes mis en jeu. Par la suite, le phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau sera défini, ainsi que les phénomènes physiques qui le causent. Les modèles de la littérature qui permettent de le prendre en compte seront présentés, en plus des théories qui les justifient. Finalement, une brève présentation du matériau d'intérêt et ses différentes utilisations sera faite.

1. Introduction

Actuellement, la consommation d'énergie mondiale continue à croître et la demande ne cesse d'augmenter. En effet, selon l'Agence Internationale de l'Énergie (AIE), la consommation totale d'énergie est passée de 4244 MTOE (Million tons of oil equivalent) en 1971 à 9426 MTOE en 2014, soit plus du double [1].

D'une part, l'accroissement des besoins en énergie conduit indubitablement à la surexploitation des ressources naturelles d'énergie et, d'autre part, il a pour conséquence d'amplifier les phénomènes qui contribuent à la pollution, par l'émission de gaz à effet de serre par exemple. Cette dernière contribue considérablement à la hausse des températures à la surface de la terre et à l'élévation du niveau moyen des mers.

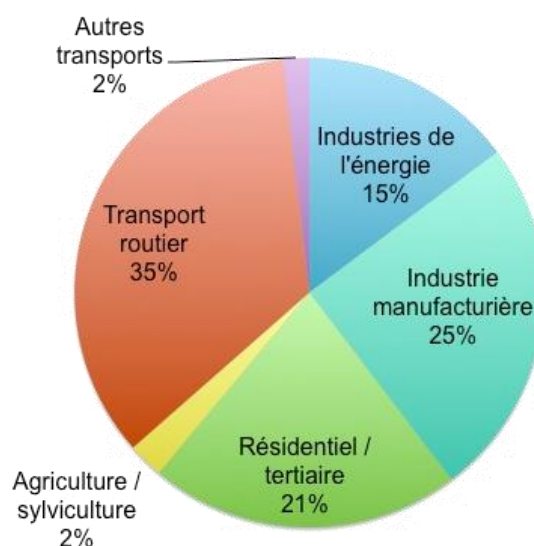


Figure 1-1 : Emissions de CO2 dans l'air en France en 2011 [2]

Plusieurs dispositifs réglementaires sont donc mis en place pour lutter contre le réchauffement climatique, en France et à l'international. On peut citer les conférences sur le climat de Paris (COP21 en 2015) et de Marrakech (COP22 en 2016), où ont assisté presque 200 pays qui ont signé une convention traduisant leur engagement pour la lutte mondiale contre le réchauffement climatique afin de maintenir la hausse de température inférieure à 2°C d'ici l'année 2100 [3].

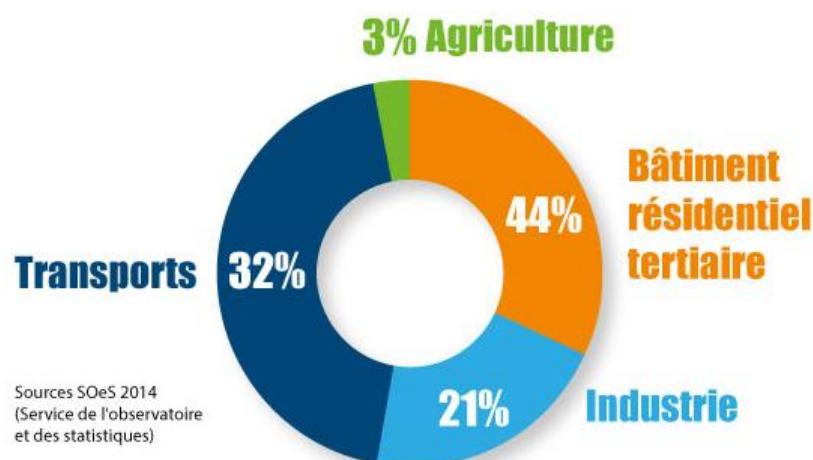


Figure 1-2 : Consommation énergétique de chaque secteur [4]

Le secteur du bâtiment (résidentiel – tertiaire) pèse pour 43% dans la consommation énergétique finale française, la part de chaque énergie consommée est 37% d'électricité, 32% de gaz, 16% de pétrole et 15% d'énergies renouvelables [5]. La plus grande source de consommation d'énergie dans les bâtiments vient du chauffage et de la climatisation. Ces derniers représentent également un enjeu environnemental, c'est une source importante de rejets qui peuvent altérer aussi bien la qualité de l'air que les conditions climatiques (81% des émissions de CO₂ issues des résidences principales sont liées au chauffage). Des lois ont donc été mises en place pour la rénovation complète des logements anciens afin de réduire la consommation énergétique des bâtiments et les émissions des gaz à effet de serre, en plus de l'amélioration du confort des habitants.

Les parois et toitures des bâtiments sont le siège de transferts de chaleur, d'air et d'humidité. Ces transferts influencent considérablement les ambiances climatiques intérieures, puisqu'ils affectent la valeur de la température et de l'humidité relative à l'intérieur [6]. L'humidité est le facteur principal ayant une action directe sur l'enveloppe des bâtiments, puisqu'un excès d'humidité affecte sensiblement leurs performances énergétiques. C'est la cause majeure de l'apparition de pathologies au niveau des parois et de dégradation des bâtiments. Une humidité trop faible pourrait quant à elle causer des allergies et maladies respiratoires, et se traduit parfois par un retrait dans le matériau, causant ainsi l'apparition de fissures [7].

Les désordres dans les bâtiments apparaissent à des teneurs en eau importantes dans les matériaux poreux de construction. L'eau présente dans les pores peut provenir de l'extérieur des constructions à cause des pluies et neiges, des remontées capillaires ou des apports d'eau de sources extérieures.

L'humidité peut endommager les bâtiments de plusieurs manières. Le transfert d'humidité à travers la paroi entraîne la variation des propriétés thermo-hydriques et physiques des matériaux. Ceci peut altérer ses performances puisque l'eau dans les pores exerce des pressions capillaires sur la matrice solide, fragilisant ainsi le matériau. De plus, l'air initialement présent dans les pores (et considéré comme un bon isolant) est remplacé par de l'eau (qui au contraire est un bon conducteur), ce qui conduit à l'augmentation de la conductivité thermique et diminue les capacités d'isolation de la paroi à cause des déperditions qui deviennent importantes.

L'humidité est également vectrice de certaines altérations, en étant transportée dans les pores. Elle peut subir des transformations dynamiques et causer ainsi des dégradations par l'action du gel et du dégel [8]. De plus, l'humidité aide au transport d'agents agressifs tels que les chlorures et les sulfates, qui pourraient causer la cristallisation des sels internes et exercer des contraintes sur la matrice solide.

Certaines pathologies sont plus propices à se développer en milieu humide et dépendent directement de l'humidité relative présente. C'est le cas par exemple pour la corrosion des aciers, l'apparition de moisissures ou bactéries, ou le développement fongique [9]. Ces derniers engendrent plusieurs détériorations des constructions, et qui constituent un risque important sur la santé des occupants en raison de la sédimentation et la propagation des agents pathogènes.

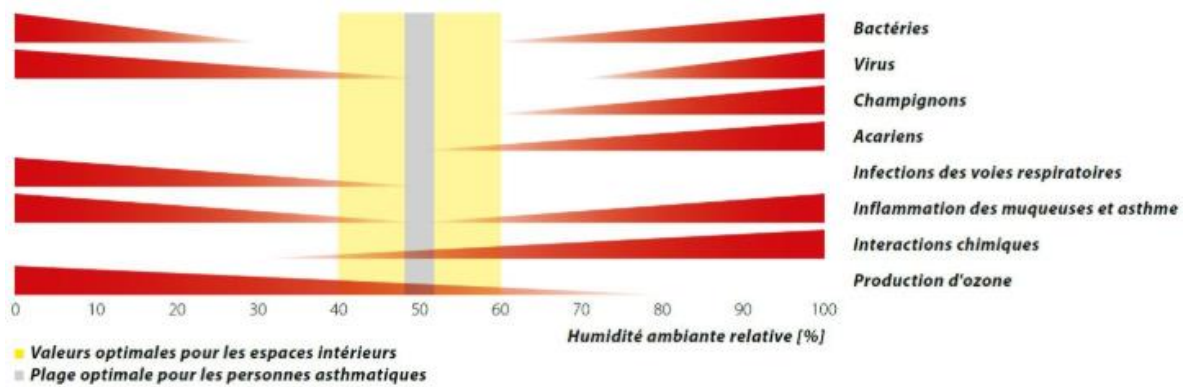


Figure 1-3 : Niveau de développement des bactéries en fonction du taux d'humidité [10]

Les performances d'un bâtiment peuvent être évaluées selon plusieurs critères : le confort des usagers, la consommation énergétique et la durabilité du bâtiment. L'étude des transferts hygrothermiques dans les matériaux de construction est donc importante avant toute conception d'un bâtiment, pour évaluer sa performance.

Le confort intérieur dépend de la qualité de l'air intérieur, qui elle-même dépend fortement de la température et l'humidité à l'intérieur du bâtiment [11,12]. Le confort intérieur est également influencé par le taux d'occupation, la ventilation et les flux de chaleur et d'humidité à travers les parois.

L'utilisation de matériaux régulateurs d'humidité (comme le béton de chanvre) peut donc fortement améliorer les performances énergétiques des bâtiments [13,14]. En effet, la conductivité thermique d'un matériau dépend significativement de sa teneur en eau, c'est donc naturel que les matériaux qui régulent l'humidité impactent positivement la consommation en énergie.

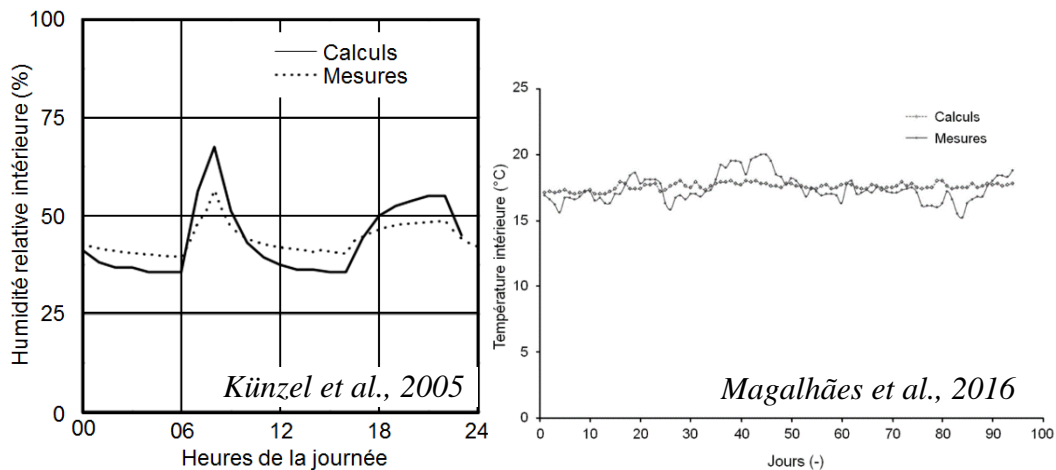


Figure 1-4 : Evolution expérimentale et simulée de l'humidité relative

L'étude du comportement hygrothermique des matériaux de construction nécessite donc un modèle couplant les transferts de chaleur et d'humidité en régime dynamique, communément appelé « modèle HAM » (Heat, Air, and Moisture). Dès lors que les matériaux sont soumis à de nombreux cycles d'humidité relative, il apparaît nécessaire de décrire les phénomènes d'hystérésis de sorption d'eau et de les prendre en compte dans l'élaboration du modèle de transferts couplés de chaleur et de masse. En effet, négliger le phénomène d'hystérésis dans les

simulations numériques qui modélisent le comportement hydrique mène à des différences dans la distribution de l'humidité relative à l'intérieur d'un matériau, comme on peut le voir dans les deux graphes représentés sur la figure 1-4.

2. Grandeurs intrinsèques

Un milieu poreux est composé d'une matrice solide et d'un ensemble de pores qui peuvent être occupés par un ou plusieurs fluides sous forme liquide ou gazeuse. La présence des vides rend le milieu hétérogène et anisotrope, et donc complexe.

On peut distinguer trois phases distinctes :

- La phase solide : La matrice solide du matériau supposée indéformable et composée d'un réseau de pores ;
- La phase liquide : L'eau contenue dans le réseau poral ;
- La phase gazeuse : Constituée d'air et de vapeur d'eau.

Ainsi, la description d'un matériau poreux nécessite d'abord la description des phases le constituant et leurs proportions dans le milieu.

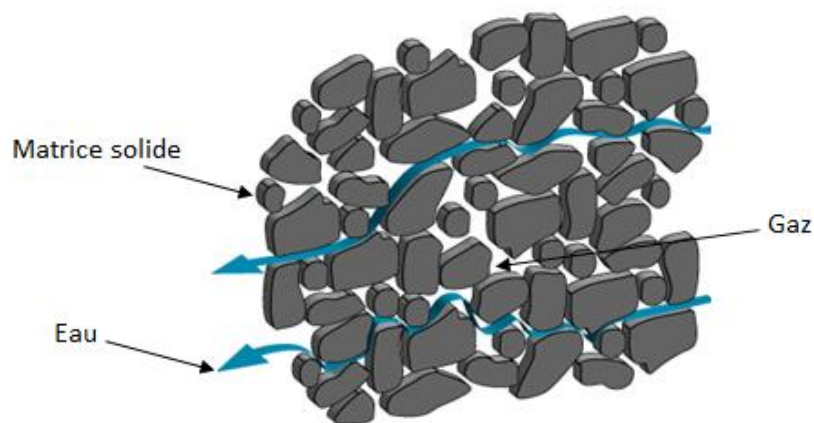


Figure 1-5 : Schéma d'un milieu poreux

Au niveau macroscopique, la description complète d'un milieu poreux suppose donc la description de chacune de ces phases et de leurs proportions relatives.

2.1. Porosité

La porosité est le paramètre le plus connu et le plus utilisé pour caractériser un matériau poreux. Toutefois, elle n'est pas toujours facile à obtenir avec précision. Elle est définie comme le rapport entre les volumes des cavités V_v (phases liquide V_l et gazeuse V_g) et le volume total V_{tot} :

$$\varepsilon = \frac{V_v}{V_{tot}} = \frac{V_l + V_g}{V_{tot}} \quad (1)$$

Etant donné que les pores fermés n'interviennent pas dans les transferts de fluides dans les matériaux poreux, on peut introduire la notion de porosité ouverte. C'est le rapport entre le volume des pores accessibles uniquement V_{acc} et le volume total V_{tot} .

$$\varepsilon_{ouverte} = \frac{V_{acc}}{V_{tot}} \quad (2)$$

La porosité fournit une indication quantitative sur les volumes des différentes phases présentes dans le milieu, mais ne donne pas d'informations sur la taille des pores ou leur répartition spatiale.

Les matériaux poreux possèdent généralement des pores de tailles différentes. La distribution de la taille des pores peut être obtenue grâce à des mesures expérimentales comme la porosimétrie au mercure [15] (figure 1-6), ou estimée en exploitant les isothermes d'adsorption/désorption par la méthode de Barrett, Joyner et Halenda [17].

La taille des pores permet de les classer en trois catégories différentes, selon « International Union of Pure and Applied Chemistry » (IUPAC) [18] :

- ❖ Micropores : leur diamètre est inférieur à 2 nm
- ❖ Mésopores : leur diamètre est compris entre 2 nm et 50 nm
- ❖ Macropores : leur diamètre est supérieur à 50 nm

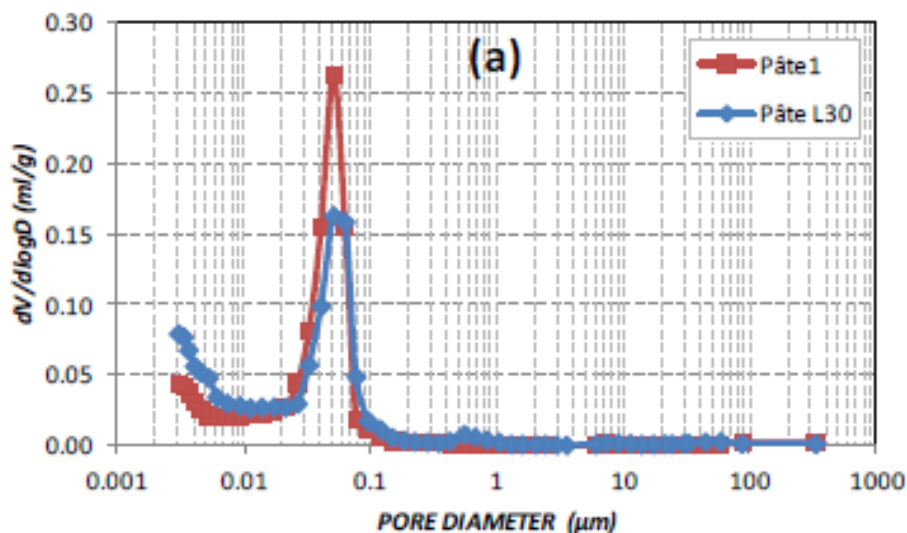


Figure 1-6 : Distribution de la taille des pores de deux pâtes de ciment obtenues par intrusion de mercure [17]

2.2. Microstructure

La microstructure d'un matériau poreux est la propriété la plus complexe gouvernant les transferts d'humidité et de chaleur. Les matériaux de construction présentent des microstructures très différentes selon leur type, car cette dernière est formée pendant l'hydratation du ciment, et dépend donc du type de ciment utilisé, du rapport E/C, etc.

La formation de la microstructure dépend de plusieurs facteurs, tels que :

- La composition et granulométrie du ciment.
- L'environnement en température et humidité du matériau.
- Le rapport E/C.
- La présence d'adjuvants.
- La méthode et l'efficacité de consolidation.

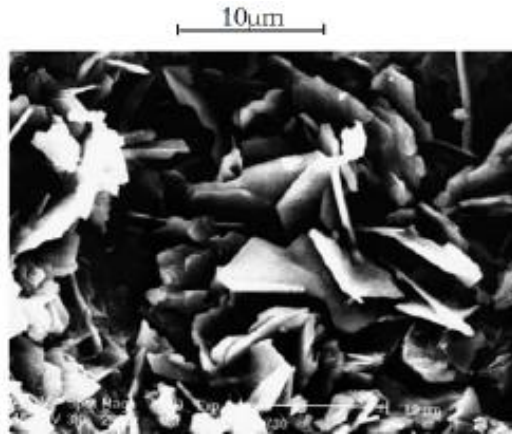


Figure 1-7 : Image MEB de la microstructure d'une pâte de ciment ordinaire [19]

La microstructure des matériaux poreux influence le phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau, puisqu'elle conditionne la forme des courbes isothermes d'adsorption et de désorption. Le type et la taille des pores, la présence de granulats et le type de liant utilisé déterminent tous la micromorphologie, et par la suite le type de boucle hystérésis caractéristique du matériau.

La figure 1-8 montre que les courbes isothermes d'adsorption et de désorption arborent une boucle hystérésis de forme différente selon la microstructure du matériau. Les matériaux caractérisés par une distribution étroite de Mésopores ne montrent l'hystérésis qu'aux humidités relatives élevées, et l'amplitude de la boucle d'hystérésis est très élevée. Les matériaux composés de Mésopores interconnectés montrent une hystérésis à des humidités relatives plus faibles, caractérisée par une grande amplitude aussi. Les microstructures composées d'agrégats ou de feuillets sont toutes deux caractérisées par une faible amplitude de l'hystérésis, mais une teneur en eau à saturation différente, plus élevée dans le cas du matériau qui forme des agrégats.

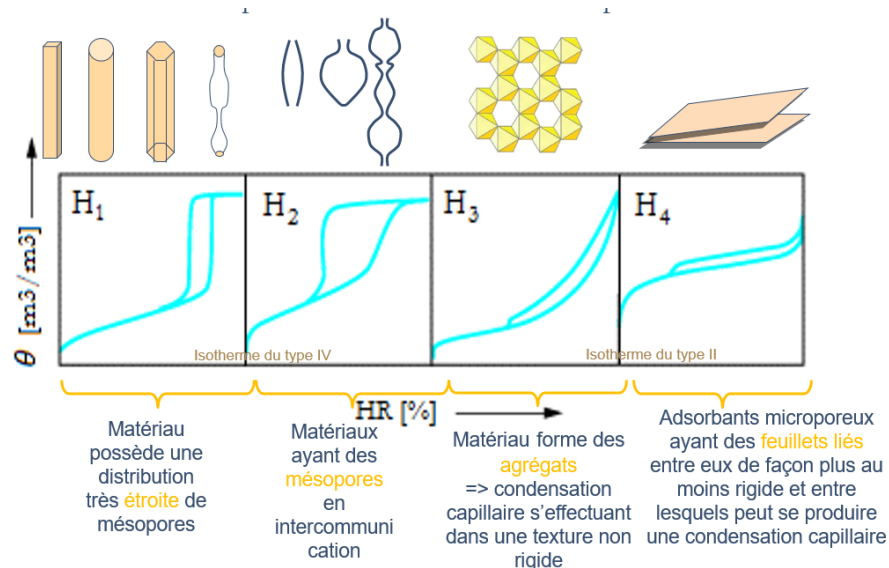


Figure 1-8 : Type d'hystérésis selon la microstructure du matériau d'étude

2.3. Volume élémentaire représentatif

L'échelle d'observation est un aspect important dans la modélisation du comportement des matériaux et la prédiction de leurs propriétés macroscopiques. Afin de pouvoir étudier le comportement du matériau au niveau microscopique, il faut définir les dimensions adéquates et optimales de l'échantillon. Pour passer de l'échelle microscopique – où sont appliquées les lois de la physique – à l'échelle macroscopique, il faut définir les grandeurs à l'aide de leurs valeurs moyennes sur un volume à définir, dit volume élémentaire représentatif.

Le volume élémentaire représentatif (communément appelé VER) est le plus petit volume sur lequel le comportement mécanique macroscopique d'un matériau peut être défini en termes de moyenne et ne dépend plus de la taille de l'échantillon.

Ce concept, introduit pour la 1^{ère} fois par Jacob Bear [20], est largement utilisé dans la mécanique du solide. Il permet le développement de mesures macroscopiques nécessaires à la description et la caractérisation des matériaux, et est essentiel dans la compréhension et la prédiction du comportement de matériaux hétérogènes à plusieurs échelles. La détermination de la taille du VER est cruciale dans la modélisation multi-échelles, qui est de plus en plus utilisée pour l'estimation des propriétés de matériaux complexes et hétérogènes.

Il existe plusieurs méthodes pour sa détermination, dont deux très fréquemment utilisées. La première consiste à prendre comme taille du VER le plus petit volume pour lequel la porosité de l'échantillon reste constante, sans prendre en compte les paramètres macroscopiques. L'analyse se fait généralement en sélectionnant des volumes de tailles consécutives dans une image (centrés autour du même point ou de différents points), et la taille de volume représentatif est définie par le point de transition entre le domaine d'effets microscopiques et le domaine de milieux poreux (figure 1-9), c'est-à-dire le point à partir duquel la porosité ne dépend plus du volume choisi.

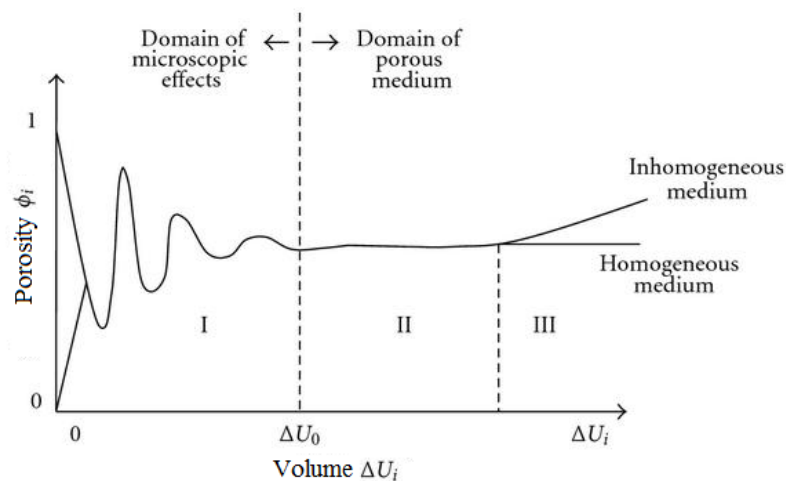


Figure 1-9 : Volume élémentaire représentatif (ΔU_0). ΔU_i représente un volume dans le milieu poreux [21]

Pour un très petit volume, la porosité fluctue de manière importante, ce qui indique une grande hétérogénéité à l'échelle des pores. À mesure que le volume élémentaire augmente, les fluctuations diminuent, jusqu'à la valeur ΔU_0 représentant le VER, où les fluctuations sont très petites et centrées autour d'une valeur constante de la porosité. Dans le cas d'un milieu

homogène, à compter de ce volume, les propriétés mesurées sont indépendantes de l'échelle et sont valables pour une taille d'échantillon plus importante.

La deuxième méthode quant à elle considère plutôt les paramètres macroscopiques et néglige les paramètres microscopiques comme la porosité. Ainsi, un volume élémentaire est considéré représentatif lorsqu'une propriété macroscopique reste constante sur plusieurs tailles de volumes.

Le VER joue un rôle central dans l'étude des matériaux hétérogènes. Plusieurs méthodes de changement d'échelle (prise de moyenne, homogénéisation périodique...) se basent sur son existence afin de dériver les équations régissant le milieu homogénéisé.

2.4. Teneur en eau

La teneur en eau d'un matériau traduit la quantité d'eau sous forme liquide ou vapeur contenue dans ses pores. Elle est définie comme le rapport entre le poids de l'eau contenue dans le matériau, et le poids du matériau sec. On peut distinguer plusieurs expressions de la teneur en eau (massique ou volumique) comme expliqué dans le tableau 1.

La teneur en eau massique est le rapport entre la masse d'eau m_l dans le matériau et la masse de la phase solide m_s (masse du matériau sec). On définit la teneur en eau massique par unité de volume qui est donnée par le rapport entre la masse d'eau m_l et le volume apparent du matériau sec V_s .

La teneur en eau volumique est quant à elle le rapport entre le volume d'eau liquide V_l contenu dans le matériau et son volume total sec V_s .

Tableau 1 : Différentes expressions de la teneur en eau

Teneur en eau massique	Teneur en eau massique par unité volumique	Teneur en eau volumique
$\omega = m_l/m_s$ (Kg/Kg)	$u = m_l/V_s$ (Kg/m ³)	$\theta = V_l/V_s$ (m ³ /m ³)

Les différentes teneurs en eau sont reliées entre elles par les relations suivantes :

$$u = \rho_s \omega \quad (3)$$

$$\theta = \frac{\rho_s}{\rho_l} \omega \quad (4)$$

ρ_s étant la masse volumique de la matrice solide et ρ_l la masse volumique du liquide.

2.5. Humidité relative

L'humidité relative de l'air ambiant est définie par le rapport entre la pression partielle de vapeur et la pression de vapeur saturante à la même température. Physiquement, c'est le rapport entre le contenu de l'air en vapeur d'eau et sa capacité maximale à en contenir dans les mêmes conditions de température.

$$HR = \frac{p_v}{p_{vsat}} \quad (5)$$

HR (%) est l'humidité relative, p_v (Pa) la pression partielle de vapeur d'eau et p_{vsat} (Pa) la pression de vapeur saturante.

La pression de vapeur saturante dépend de la température et peut être obtenue grâce à l'équation empirique suivante [18] :

$$p_{vsat} = \exp\left(23,5771 - \frac{4042,9}{T-37,58}\right) \quad (6)$$

T est la température en K. Cette formule est valable pour des températures allant de 0 à 80°C, avec une précision de $\pm 0,15\%$.

L'humidité relative est également appelée degré d'hygrométrie ou degré hygrométrique.

2.6. Hygroscopicité

Un matériau est dit hygroscopique s'il est capable de fixer et stocker une quantité mesurable d'humidité de l'air environnant sur une plage étendue d'humidité relative. L'hygroscopicité traduit la capacité du matériau à adsorber et retenir l'eau, et cette propriété est due à ses caractéristiques microstructurales. En effet, les matériaux dont les pores sont inférieurs à 100 nm sont plus hygroscopiques que ceux dont les pores sont plus grands, car la quantité d'eau fixée par adsorption et condensation capillaire est importante, et ces phénomènes sont prédominants dans les pores les plus fins.

Les matériaux non-hygroscopiques ne se remplissent généralement qu'à une forte humidité relative, et la quantité fixée est faible par rapport au volume poreux disponible (tableau 2). C'est généralement le cas pour des solides dont les interstices sont suffisamment grands pour permettre la diffusion rapide de l'eau dans les pores.

Selon la taille de ses pores, un matériau peut être hygroscopique ou non-hygroscopique. Quenard [22] a proposé la classification résumée dans le tableau 2, en se basant sur les lois de Kelvin et de Laplace.

Tableau 2 : Classification des matériaux

Matériau hygroscopique	Matériau non-hygroscopique
Rayon des pores < 1000 Å	Rayon des pores > 1000 Å
Diffusion de Knudsen	Diffusion moléculaire libre
Adsorption et condensation capillaire importantes	Faibles adsorption et condensation capillaire
$0 < HR < 98,9\%$	$HR > 98,9\%$

L'hygroscopicité d'un matériau détermine l'amplitude du phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption qui est plus fréquent dans les matériaux de nature très hygroscopique. Dans la figure 1-10, il est montré que plus un matériau est hygroscopique, plus la différence entre la courbe d'adsorption et la courbe de désorption est importante. Dans le cas du béton de chanvre (figure 1-10.a), qui est un matériau très hygroscopique, les teneurs en eau en désorption sont

beaucoup plus importantes que celles en adsorption, et la différence entre les deux est estimée à environ 5% de teneur en eau. Pour le béton cellulaire (figure 1-10.b), qui n'est pas très hygroscopique, les courbes de désorption et d'adsorption sont superposées entre 0 et 30% d'humidité relative, et affichent une différence maximale de 1% à partir de 40% d'humidité relative.

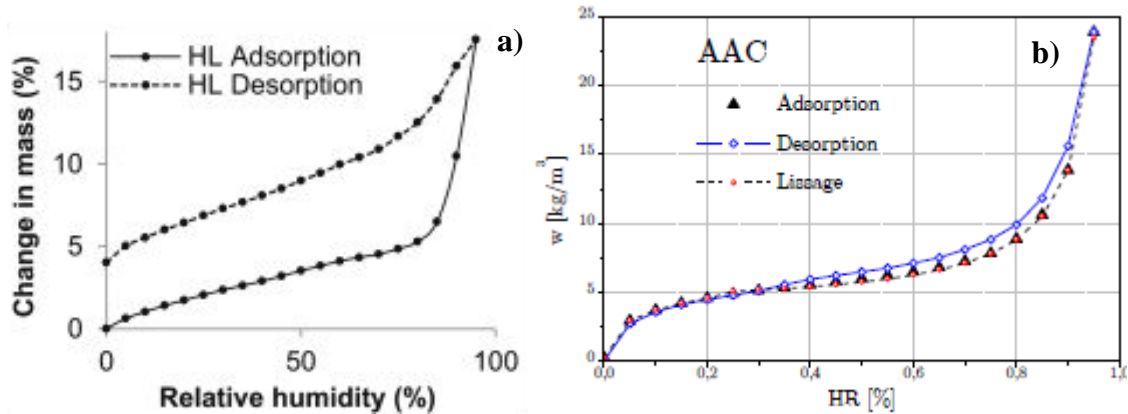


Figure 1-10 : Isothermes d'adsorption et de désorption. a) béton de chanvre [23] ; b) béton cellulaire [24]

2.7. Surface spécifique

La surface spécifique est la surface totale des pores ouverts dans une unité de volume. C'est la surface offerte aux molécules du fluide au sein d'un matériau par unité de volume, et est donc directement liée à la structure poreuse du matériau. Elle présente une forme complexe et une courbure, et donne une indication sur la taille caractéristique moyenne des pores. Plus la valeur de la surface spécifique est élevée, plus le matériau est caractérisé par une capacité d'adsorption importante.

La surface spécifique est reliée à la teneur en eau par la formule :

$$S = \frac{\omega}{e} \quad (7)$$

Où e est l'épaisseur moyenne de la couche moléculaire adsorbée exprimée en cm et ω la teneur en eau volumique exprimée en (cm^3/cm^3).

La mesure de la surface spécifique permet d'évaluer toute la surface disponible aux interactions entre molécules, et détermine donc la surface réelle de diffusion de vapeur d'eau. Ainsi, plus la surface spécifique est importante, plus le matériau peut adsorber de la vapeur d'eau, et plus l'effet du phénomène d'hystérésis est important.

La surface spécifique est une donnée essentielle à la caractérisation des matériaux poreux de construction. C'est une mesure de la quantité de sites accessibles aux molécules d'eau qui traversent les pores, en se basant sur la théorie de Brunauer, Emmet et Teller [25], qui considère que le recouvrement de la surface solide du matériau se fait par des couches de molécules adsorbées.

3. Mécanismes de fixation et de transferts d'humidité et de chaleur

L'étude des transferts hygrothermiques incite à s'intéresser aux milieux poreux partiellement saturés. Lorsque les pores d'un milieu sont complètement remplis d'eau, le milieu est dit saturé.

Lorsque, au contraire, l'eau n'est pas présente dans le réseau de pores, ni sous forme liquide ni vapeur, le milieu est dans un état sec. L'état intermédiaire est dit partiellement saturé.

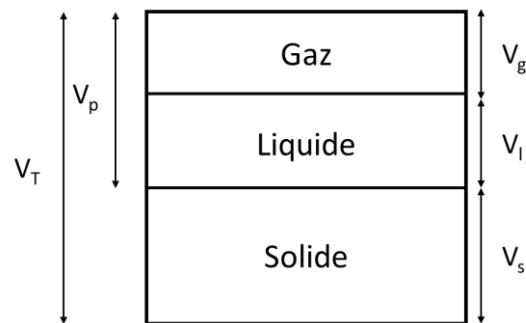


Figure 1-11 : Différentes phases d'un milieu poreux

3.1. Etats d'équilibre de l'eau au sein du matériau

L'eau peut se trouver sous différents états d'équilibre dans un matériau poreux. On distingue l'eau chimiquement liée, l'eau physiquement liée, et l'eau libre.

➤ Eau chimiquement liée

C'est l'eau qui a été consommée au cours des réactions d'hydratation du ciment et qui est combinée avec d'autres composants, quand l'eau établit des liaisons chimiques avec les autres composants. Cette eau n'est pas évaporable, sauf à de très hautes températures, car ces forces chimiques sont plus importantes que celles exercées sur l'eau physiquement liée et l'eau libre, et il faut apporter une quantité d'énergie plus importante pour l'évaporation de l'eau chimiquement liée.

➤ Eau physiquement liée

C'est l'eau qui se trouve à la surface de la phase solide, due aux forces d'attraction physiques de Van Der Waals. Sous l'influence de ces forces, les molécules sont physiquement adsorbées à la surface et peuvent former plusieurs couches régulières et superposées jusqu'à la condensation.

➤ Eau libre soumise à la capillarité

C'est la phase liquide qui remplit le réseau poreux au-delà des couches d'eau physiquement liée. L'augmentation de l'humidité relative induit l'augmentation de l'épaisseur de la couche à la surface du solide également, et des points de contact apparaissent entre deux films d'eau. Les trois phases coexistent en simultané, et il existe entre elles des tensions interfaciales σ_{ij} .

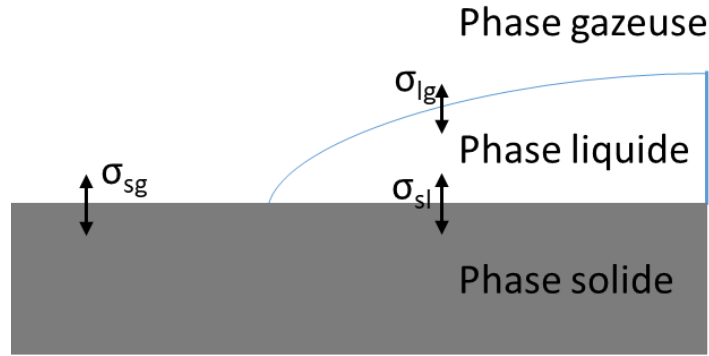


Figure 1-12 : Tensions interfaciales entre les phases solide, liquide et gazeuse

3.2. Loi de Laplace et loi de Kelvin

L'interface entre la phase liquide (fluide mouillant) et la phase gazeuse environnante (fluide non mouillant) est formée de ménisques au niveau desquels interviennent des forces dites de « tension superficielle ». Ces forces résultent de l'énergie dépensée pour former une interface.

L'interface liquide-gaz forme avec la surface solide un angle θ dit « angle de mouillage » représenté en figure 1-13. On distingue trois cas de figures :

- $\theta = 0$: Le mouillage est total ;
- $0 < \theta < 90^\circ$: Le mouillage est partiel ;
- $\theta > 90^\circ$: Le fluide est non mouillant.

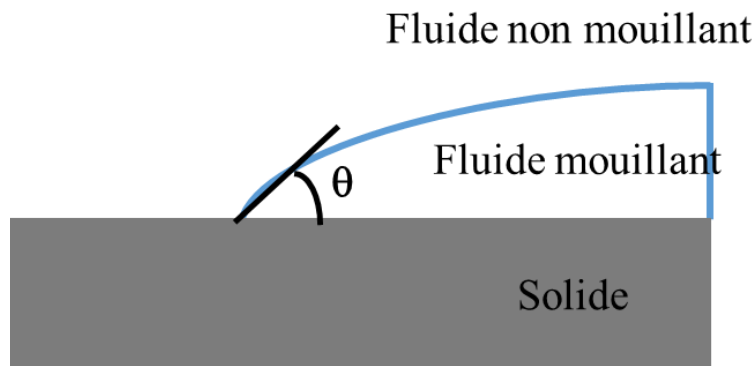


Figure 1-13 : Angle de contact

La courbure de l'interface entre les deux fluides non miscibles implique des différences de pression des deux côtés de l'interface. À la traversée de l'interface, il existe donc une discontinuité de pression proportionnelle à la courbure de l'interface. L'équilibre au niveau de l'interface est exprimé par la loi de Laplace :

$$P_c = P_a - P_l = \frac{2 \sigma \cos\theta}{R_c} \quad (8)$$

Où P_c est la pression capillaire, P_a la pression de l'air, P_l la pression du liquide, σ la tension superficielle de l'interface, θ l'angle de mouillage et R_c le rayon de courbure du ménisque.

Cette relation traduit le fait que la pression d'eau est inférieure à celle de l'air au niveau du ménisque, et ce d'autant plus que le rayon de courbure est petit. Le rayon de courbure dépend

de la géométrie de l'interface : dans le cas d'une sphère de rayon r , le rayon de courbure est égal à $r/2$, et dans le cas d'un cylindre de rayon r , le rayon de courbure est r .

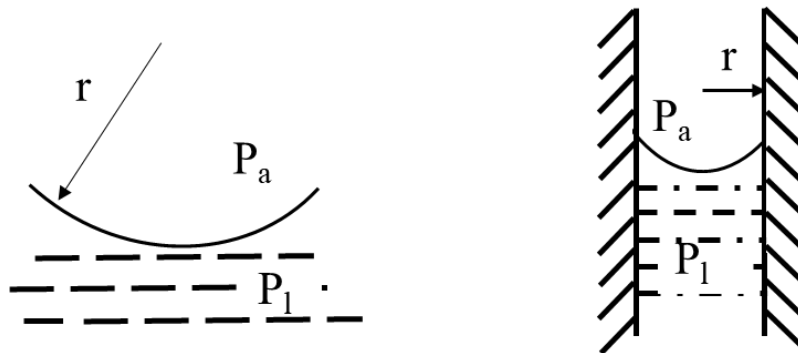


Figure 1-14 : Capillarité. a) Interface sphérique ; b) Interface cylindrique

La loi de l'équilibre des phases (ou loi de Kelvin) restreinte à la phase capillaire relie l'humidité relative à la pression capillaire et s'écrit :

$$P_c = \frac{\rho_l RT}{M} \ln(HR) \quad (9)$$

HR est l'humidité relative exprimée en %

ρ_l est la masse volumique de l'eau en kg/m^3

R est la constante des gaz parfaits en J/mol.K

T est la température en K

M est la masse molaire de l'eau en kg/mol

3.3. Modes de fixation de l'humidité

Le nombre de molécules fixées à la surface dépend fortement de la concentration de la phase gazeuse ou de sa pression partielle. Selon la valeur de l'humidité relative, il existe plusieurs modes de fixation de l'eau sur les surfaces solides, expliquées par la suite.

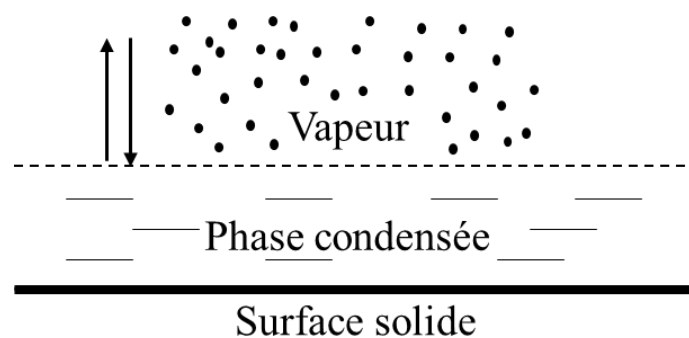


Figure 1-15 : Échanges moléculaires entre les trois phases : solide, liquide et vapeur

3.3.1. Adsorption

C'est le dépôt d'une couche de molécules du fluide déposée sur la surface de la matrice solide. Elle se produit quand la concentration d'un gaz en contact avec un solide est plus grande en surface qu'en phase gazeuse. Sa présence est liée aux forces d'attraction exercées par la paroi sur les molécules. Cette forme de fluide ne peut toutefois pas être assimilée à une phase liquide

au sens habituel. Les molécules, au voisinage de la paroi, y sont plutôt déposées de façon bidimensionnelle [26].

➤ Adsorption monomoléculaire

Elle est représentée en figure 1-16.a, et est due à des liaisons ioniques ou covalentes entre le gaz et la surface solide. Cette adsorption ne peut être que monocouche. Elle est décrite par la théorie de Langmuir, qui est généralement appliquée dans les domaines à faible hygrométrie ($HR < 10\%$). Une partie de la surface est recouverte d'une seule épaisseur de molécules qui sont liées à la surface solide par des forces caractérisées par leur énergie de liaison E_l . L'isotherme d'adsorption prend ainsi la forme suivante :

$$HR = C e^{-\frac{E_l}{RT}} \frac{\theta}{\theta - \theta_m} \quad (10)$$

θ_m est la teneur en liquide monomoléculaire. C'est la teneur volumique en phase condensée lorsque la couverture de la surface par des molécules est totale.

E_l est l'énergie de liaison des molécules d'eau

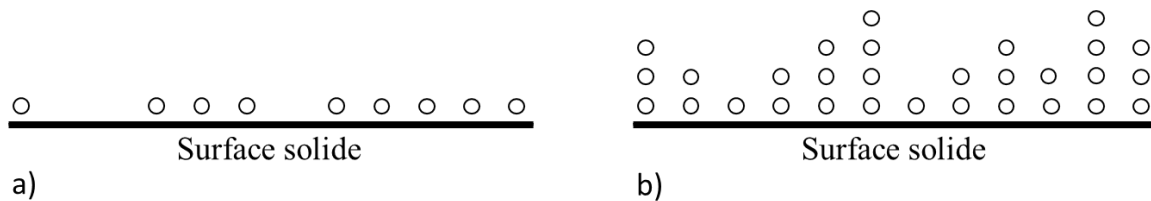


Figure 1-16 : Adsorption de surface. a) Adsorption monomoléculaire ; b) Adsorption multimoléculaire

➤ Adsorption physique multimoléculaire

C'est la condensation de molécules sur la surface de la matrice solide avec laquelle elles sont liées par les forces d'attraction de Van Der Waals. Elle peut être multimoléculaire (figure 1-16.b).

L'adsorption multimoléculaire est décrite par la théorie de BET, et est généralement appliquée dans le domaine d'humidité relative $10\% < HR < 30\%$. Dans cette théorie, plusieurs couches successives de surfaces décroissantes de molécules se superposent sur la surface des pores. Si les molécules de la 1^{ère} couche sont liées à la surface solide grâce à une énergie molaire E_l , celles des autres couches le sont par une énergie supposée égale à la chaleur latente de vaporisation L_v .

En supposant que le nombre de couches est infini, et que lorsque HR tend vers 1 θ tend vers l'infini, l'expression de la teneur en fluide est :

$$\frac{\theta}{\theta_m} = \frac{C HR}{(1-HR)(1-HR+C HR)} \quad (11)$$

$$C = e^{\frac{E_l - L_v}{RT}} \quad (12)$$

3.3.2. Capillarité

Ce phénomène, représenté en figure 1-17, vient des propriétés particulières de la mouillabilité de l'eau par rapport aux solides de la matrice poreuse, ce qui implique la formation de

ménisques, interfaces courbes entre l'eau et l'air humide. Lorsque la valeur de l'humidité relative devient très importante et si le diamètre des pores est suffisamment petit, les couches multimoléculaires forment un pont capillaire. La phase capillaire est un liquide au sens ordinaire, présent dans le milieu sous une forme très divisée, et plus le diamètre du pore est petit, plus la condensation a lieu à une faible valeur d'humidité relative.

Dans le cas de pores fermés d'un côté, le fond du pore contient des petits ménisques sphériques dès les faibles valeurs de HR. Le rayon des ménisques est inférieur à celui du pore, mais ils sont quand même capables d'envahir tout le pore lorsque HR est à une valeur suffisante. On dit que le fond du pore catalyse la condensation capillaire [26].

Dans le cas de pores ouverts aux deux extrémités, cette catalyse ne se produit pas. Pour le remplissage du pore, il faut donc une valeur d'humidité relative supérieure HR'.



Figure 1-17 : Amorce de la condensation capillaire [26]

Dès que la teneur en eau a franchi le seuil de condensation capillaire, les pores les plus fins se remplissent d'eau visqueuse. Ils passent brutalement du rôle de point de résistance à celui de court-circuit, par rapport aux pores non remplis où est encore présente la diffusion de vapeur. À mesure que la longueur occupée par ces court-circuit dans un chemin augmente, le coefficient de diffusion augmente rapidement, jusqu'à stabilisation quand l'eau capillaire occupe la quasi-totalité du chemin [26].

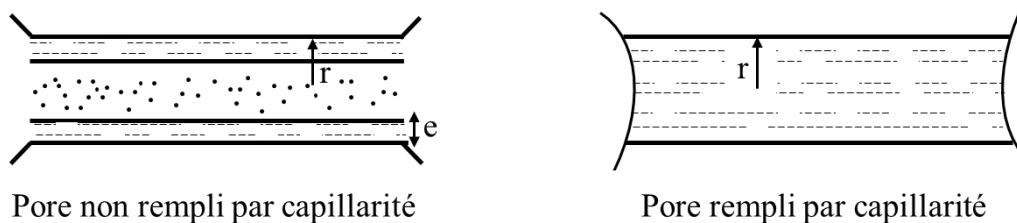


Figure 1-18 : Configurations de l'eau dans un pore

3.4. Transfert de vapeur d'eau

Le transport de l'humidité dans les matériaux poreux de construction résulte de plusieurs phénomènes à l'origine du mouvement de chacune des phases liquide et vapeur, résumés en figure 1-19. L'étude des processus de transfert consiste à établir les relations entre les flux et le gradient de potentiel qui les engendre. Dans les milieux poreux, cette étude est complexe à cause de deux facteurs : l'existence des constituants sous au moins deux phases différentes et

les géométries complexes imposées par la structure du milieu poreux dans lequel se produisent les transferts.

La structure géométrique complexe conduit à distinguer deux points de vue :

- Macroscopique : Etablir des relations entre des gradients de valeurs moyennes des grandeurs et les flux moyens. Ceci implique la définition d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER)
- Microscopique : Examiner les phénomènes à l'intérieur d'un pore individuel

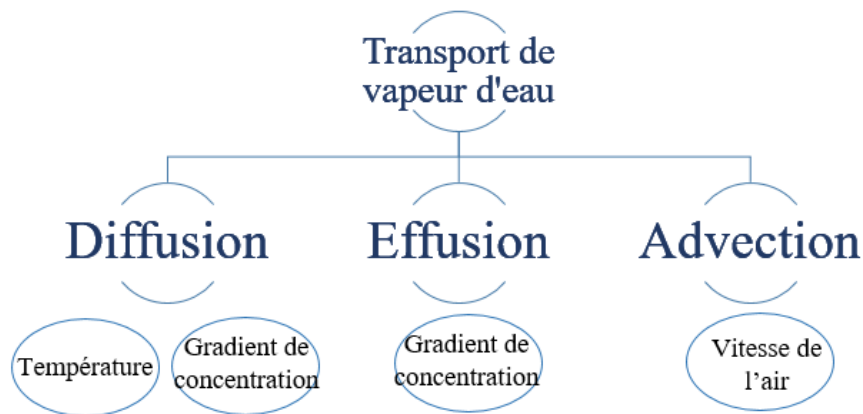


Figure 1-19 : Moteurs des transferts de vapeur d'eau

La quantité d'eau fixée par le matériau dépend principalement des propriétés microstructurales du matériau (porosité, morphologie, surface spécifique, etc), des ambiances environnantes et des conditions climatiques dans lequel il est placé (pression et température), et enfin de la nature de la phase dans laquelle le transfert se manifeste (liquide ou vapeur). Les phénomènes physiques de transfert d'humidité résultent du transport simultané des phases liquide et gazeuse présentes dans le milieu poreux [27].

La vapeur d'eau peut être transportée à cause de trois phénomènes physiques : la diffusion (figure 1-20), l'effusion et l'advection. Le phénomène de diffusion peut être de plusieurs types, explicités par la suite.

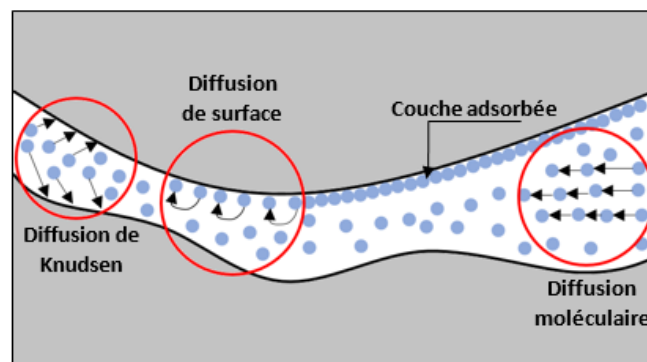


Figure 1-20 : Représentation des modes de diffusion de la vapeur d'eau dans un pore [28]

3.4.1. Diffusion moléculaire

C'est la diffusion de la vapeur d'eau dans l'air, schématisée en figure 1-21. Le transport résulte des collisions des molécules entre elles, et il n'y a pas d'interactions avec la matrice solide. Elle est prépondérante dans les pores dont le rayon est supérieur à 10^{-6} m [29].

La loi de Fick exprime le flux de la vapeur d'eau en fonction de sa masse volumique :

$$j_v = -D_v \nabla \rho_v \quad (13)$$

ρ_v étant la densité de la vapeur d'eau, et D_v le coefficient de diffusion.

La vapeur d'eau est considérée comme un gaz parfait alors :

$$P_v = \frac{\rho_v}{M_v} RT \quad (14)$$

La loi de Fick devient ainsi :

$$j_v = -D_v \frac{M_v}{RT} \nabla P_v \quad (15)$$

L'équation peut aussi s'écrire sous la forme suivante après un changement de variables :

$$j_v = -D_v \frac{M_v}{RT} \nabla (HR \cdot P_{sat}) \quad (16)$$

Chapman [30] a abouti à une formule de D_v à partir de l'équation de Boltzmann, en considérant qu'il y a une grande dilution de la vapeur dans l'air :

$$D_v = \frac{3}{8P_0 d_{12}^2} \sqrt{\frac{m_1 + m_2}{2\pi m_1 m_2}} (k_b T)^{3/2} \quad (17)$$

m_1 et m_2 sont respectivement les masses molaires de la vapeur d'eau et de l'air, d_{12}^2 la section efficace pour les chocs mutuels entre les molécules des deux gaz, et P_0 la pression atmosphérique.

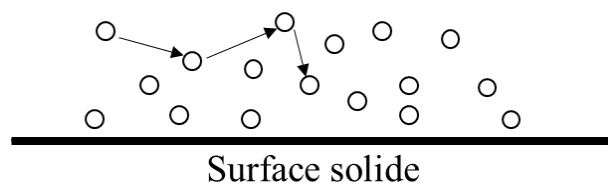


Figure 1-21 : Diffusion moléculaire

3.4.2. Diffusion de surface

La diffusion de surface (figure 1-22) se produit principalement lorsque les molécules d'eau sont fixées par les parois des pores pour des faibles humidités relatives, et quand le gradient de concentration des molécules dans les pores augmente. C'est donc le mouvement de la phase adsorbée sur la surface solide sous un gradient de vapeur d'eau, et la cinétique dépend du chargement de la surface et nécessite une énergie d'activation pour permettre le saut des molécules. Le taux d'adsorption est plus important que pour la diffusion de Knudsen.

L'eau liquide migre donc des zones à forte humidité relative vers les zones à faible humidité relative, généralement dans le sens opposé à celui de la diffusion moléculaire.

Dans ce cas, la densité de flux de vapeur d'eau est exprimée en fonction de la concentration de la phase adsorbée C_μ :

$$j_v = -D_s \nabla C_\mu \quad (18)$$

D_s (m^2/s) est le coefficient de diffusion à la surface.

En prenant l'hypothèse de l'existence d'un équilibre local entre la phase adsorbée et la phase libre, la concentration de la phase adsorbée C_μ peut s'écrire en fonction de la concentration de la phase gazeuse C .

$$C_\mu = f(C) \quad (19)$$

f est la fonction isotherme d'adsorption.

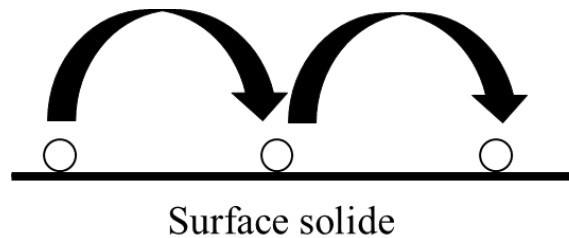


Figure 1-22 : Diffusion de surface

Cette diffusion est parfois considérée comme un transport d'eau liquide et non pas une partie de diffusion de vapeur [31].

3.4.3. Diffusion thermique

La thermo-diffusion est également appelée effet de Soret. Dans ce cas, la vapeur d'eau est transportée du froid vers le chaud dans le sens contraire à celui du gradient thermique à cause de la différence entre les densités de l'air sec et des molécules de vapeur. Dans des conditions isothermes, le transport de la vapeur dans les matériaux poreux est décrit par l'équation ci-dessous.

$$j_{\text{Soret}} = -\alpha_{\text{Soret}} \nabla T \quad (20)$$

α_{Soret} est le coefficient de Soret ou coefficient de diffusion de la vapeur d'eau sous un gradient de température.

Selon les configurations et les conditions de transfert, la thermo-diffusion peut jouer un rôle plus ou moins important dans la caractérisation des flux massiques. Dans les travaux de Trabelsi [32] par exemple, il a été montré que le gradient de température accélérât le transfert de masse, surtout sous un faible gradient d'humidité relative.

3.4.4. Transport de Knudsen ou effusion

Ce phénomène schématisé en figure 1-23 a lieu quand le transfert de vapeur d'eau se passe dans des pores de dimensions très petites par rapport au libre parcours moyen des molécules. Le

transport est ainsi régi par des interactions avec la matrice solide. Il n'y a pas de collisions entre particules, mais des collisions particule-paroi. Dans ce cas, les transports des deux phases gazeuses sont indépendants. Le coefficient de transfert ici doit être défini en passant à l'échelle microscopique et en définissant la géométrie du pore. Gertis [29] donne l'expression du flux de vapeur d'eau dans un pore cylindrique de rayon r et de grande longueur.

$$j_v = -E_f \nabla \rho_v ; E_f = 9,7 \cdot 10^3 r \sqrt{\frac{T}{M}} \quad (21)$$

T est la température absolue et M la masse molaire de la vapeur d'eau.

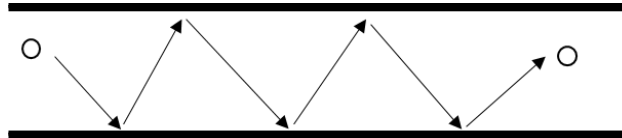


Figure 1-23 : Transport de Knudsen

3.4.5. Advection

La circulation d'air dans le matériau entraîne des phénomènes de convection interne, induisant ainsi le transport de la vapeur d'eau. Le déplacement de la matière dépend de la vitesse de l'air, mais également du gradient de pression totale [14].

Le flux de vapeur d'eau par advection est calculé par l'expression suivante :

$$j_v = \frac{M_v}{M_a} \frac{p_v}{p_{atm} - p_v} \cdot v_a \quad (22)$$

M_v est la masse molaire de la vapeur d'eau

M_a est la masse molaire de l'air

p_v est la pression de vapeur

p_a est la pression atmosphérique

v_a est la vitesse moyenne de l'air dans le matériau

3.5. Transfert d'eau liquide

Aux faibles teneurs en eau, l'eau condensée est essentiellement sous forme adsorbée en absence de condensation capillaire. Les transferts sont donc régis par la diffusion, et ont lieu principalement dans la phase gazeuse.

Dans le domaine des teneurs en eau moyennes, l'eau capillaire occupe les pores dans l'ordre croissant des rayons. Toutefois, ils sont sous forme d'ilots indépendants et ne sont pas connectés entre eux. Ces ilots contribuent au transfert de manière croissante avec la teneur en eau, en remplissant une fonction de court-circuit.

Pour les teneurs en eau importantes, la phase liquide est supposée devenir continue, à travers des chemins composés de pores de toutes dimensions. C'est la phase gazeuse qui se présente cette fois sous forme d'ilots séparés.

L'eau se déplace alors dans le réseau de pores sous l'effet d'un gradient de pression capillaire. Ce transfert se produit généralement quand la phase liquide est continue, c'est-à-dire pour des hautes humidités relatives, lorsque les pores sont remplis d'eau liquide.

La densité de flux d'eau liquide j_l est alors exprimée par application directe de la loi de Darcy :

$$j_l = -K_l \nabla P_c \quad (23)$$

j_l est le flux d'eau liquide exprimé en $\text{kg}/\text{m}^2 \cdot \text{s}$

K_l est la conductivité hydraulique en m/s

P_c est la pression capillaire en Pa, $P_c = P_a - P_l$

P_a est la pression de l'air ambiant (supposée constante)

P_l est la pression de l'eau liquide

3.6. Transfert d'air sec

Le transfert d'air sec peut également s'effectuer par diffusion, effusion ou advection, et le flux d'air s'exprime comme suit :

$$j_a = -\frac{D_a \cdot M_a}{R \cdot T} \nabla p_a + \rho_a v_a \quad (24)$$

D_a est le coefficient de diffusion de l'air dans le matériau

M_a est la masse molaire de l'air

v_a est la vitesse de l'air

3.7. Transfert de chaleur

Les transferts de chaleur peuvent se faire selon quatre mécanismes : la conduction, la convection, le rayonnement interne et le changement de phase [33]. Le rayonnement interne est souvent négligé, car les températures appliquées à un matériau dans un bâtiment en conditions usuelles sont généralement faibles.

- Conduction thermique :

À l'échelle macroscopique, la densité de flux de chaleur par conduction thermique est exprimée à l'aide de la loi de Fourier comme suit :

$$j_{\text{cond}} = -\bar{\lambda} \cdot \nabla T \quad (25)$$

Où $\bar{\lambda}$ est la conductivité thermique effective du matériau.

- Convection thermique :

La convection se traduit par des phénomènes à l'interface entre un fluide et la surface des pores. L'apport d'énergie par convection interne s'écrit comme ci-dessous :

$$j_{\text{conv}} = (j_l \cdot C_{p,l} + j_v \cdot C_{p,v} + j_a \cdot C_{p,a}) \nabla T \quad (26)$$

Où $C_{p,l}$, $C_{p,v}$ et $C_{p,a}$ sont respectivement les capacités thermiques de l'eau liquide, de la vapeur d'eau et de l'air, et elles sont considérées constantes.

j_l , j_v et j_a sont respectivement les densités de flux de l'eau liquide, de la vapeur d'eau et de l'air.

- Changement de phase :

Les phénomènes d'évaporation et de condensation décrits précédemment induisent également un apport de chaleur interne qui s'exprime comme suit :

$$j_{cdp} = K \cdot (L_v(T_{réf}) + (C_{p,v} - C_{p,l}) \cdot (T - T_{réf})) \quad (27)$$

Où K est le taux de changement de phase, L_v (J/kg) la chaleur latente de vaporisation et $T_{réf}$ (K) une température de référence.

4. Isothermes d'adsorption et de désorption

La quantité d'eau contenue dans un matériau poreux est fortement dépendante de la température et de l'humidité relative de l'air environnant, en plus du matériau et de ses composants. Ainsi, si le matériau est dans un environnement caractérisé par des humidités relatives croissantes, sa teneur en eau va croître également : c'est le phénomène d'adsorption. Dans le cas inverse où le matériau est placé à des humidités relatives décroissantes, sa teneur en eau va diminuer, créant le phénomène appelé désorption.

Pour caractériser les transferts hygrothermiques dans un matériau poreux, on s'intéresse généralement aux isothermes d'adsorption et de désorption d'eau. Ce sont les courbes qui relient la teneur en eau d'un matériau à l'humidité relative à température constante, elles sont d'adsorption (respectivement de désorption) si la charge hydrique est croissante (respectivement décroissante).

4.1. Types d'isothermes

Les isothermes sont caractéristiques de chaque matériau poreux, et elles peuvent prendre plusieurs formes, classifiées dans ce qui suit par l'IUPAC (figure 1-24). Elles constituent une carte d'identité hydrique du matériau, et permettent de remonter à la microstructure poreuse comme vu ci-dessous.

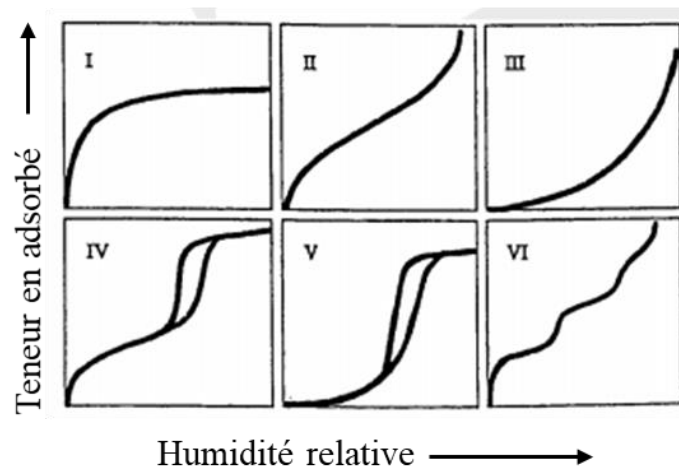


Figure 1-24 : Classification des isothermes d'adsorption/désorption selon l'IUPAC

- Isotherme de type I : caractérisée par l'existence d'un palier horizontal qui traduit la saturation du matériau poreux, qui n'adsorbe plus d'eau malgré la pression relative croissante. Cette isotherme caractérise les matériaux dont le réseau poreux est composé uniquement de micropores, qui sont remplis d'eau à des faibles valeurs d'humidité relative.
- Isotherme de type II : dans ce cas, on remarque une augmentation progressive de la teneur en eau en fonction de sa pression partielle. Ceci indique un matériau non-poreux ou macroporeux, car il y a un épaissement progressif de la couche adsorbée à la surface porale.
- Isotherme de type III : ce genre d'isothermes est très rarement rencontré. C'est à peu près la même tendance que l'isotherme de type II, la seule différence est que la quantité d'eau adsorbée est faible. C'est donc le même type de milieux poreux que pour le type II.
- Isotherme de type IV : aux basses pressions partielles, cette isotherme a la même allure que celle du type II. Mais aux pressions plus élevées, il apparaît un palier de saturation dont la longueur varie selon chaque matériau. Elle correspond aux réseaux mésoporeux dans lesquels se produit la condensation capillaire, et où ce phénomène n'est pas réversible, ce qui conduit à l'obtention d'une courbe de désorption différente de celle d'adsorption (phénomène d'hystérésis).
- Isotherme de type V : elle ressemble à l'isotherme de type IV et est donc caractéristique des matériaux mésoporeux, mais les interactions entre le milieu adsorbant et l'eau adsorbée sont faibles, ce qui pourrait indiquer une surface hydrophobe. Ce type de courbes est également rare.
- Isotherme de type VI : elle est caractérisée par une courbe à « marches », qui traduisent la formation des couches adsorbées les unes après les autres.

L'isotherme d'adsorption/désorption est une propriété obtenue expérimentalement, et elles ne ressemblent pas rigoureusement aux types cités précédemment, et il faut donc interpréter chaque portion de l'isotherme en fonction du type auquel elle ressemble.

4.2. Détermination des isothermes

La détermination expérimentale des isothermes d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau peut se faire à travers deux méthodes : gravimétrique et volumétrique. Dans la méthode gravimétrique, l'échantillon est séché entièrement pour en extraire toute l'eau physiquement liée, et sa masse m_0 à l'état sec est notée. Il est ensuite placé dans une humidité relative et une température constantes, jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint. Sa masse m à l'équilibre est encore notée, et la teneur en eau à cette température et humidité relative peut être obtenue par l'équation suivante :

$$\omega(\text{HR}) = \frac{m-m_0}{m_0} \quad (28)$$

L'opération est répétée pour plusieurs paliers croissants d'humidité relative, la température étant toujours constante. On obtient ainsi la courbe d'adsorption principale caractéristique du matériau. En faisant la même opération mais partant d'un matériau saturé en eau et en le

soumettant à des humidités relatives décroissantes, on obtient la courbe de désorption principale du matériau (figure 1-25).

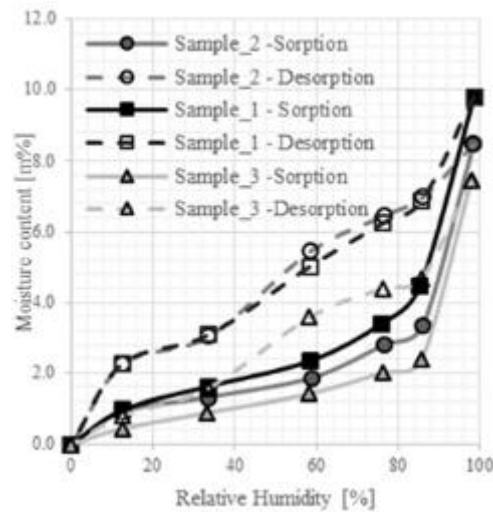


Figure 1-25 : Isothermes d'adsorption et de désorption de béton de polystyrène [34]

La méthode volumétrique est basée sur la mesure de la variation du volume de la vapeur d'eau adsorbée ou désorbée par un échantillon à une température fixée. Le volume de gaz adsorbé par le système est défini moyennant l'utilisation du nombre de moles du gaz après injection d'hélium à pression atmosphérique. La quantité de gaz adsorbée ou désorbée est ensuite calculée à partir de la variation de la pression du gaz.

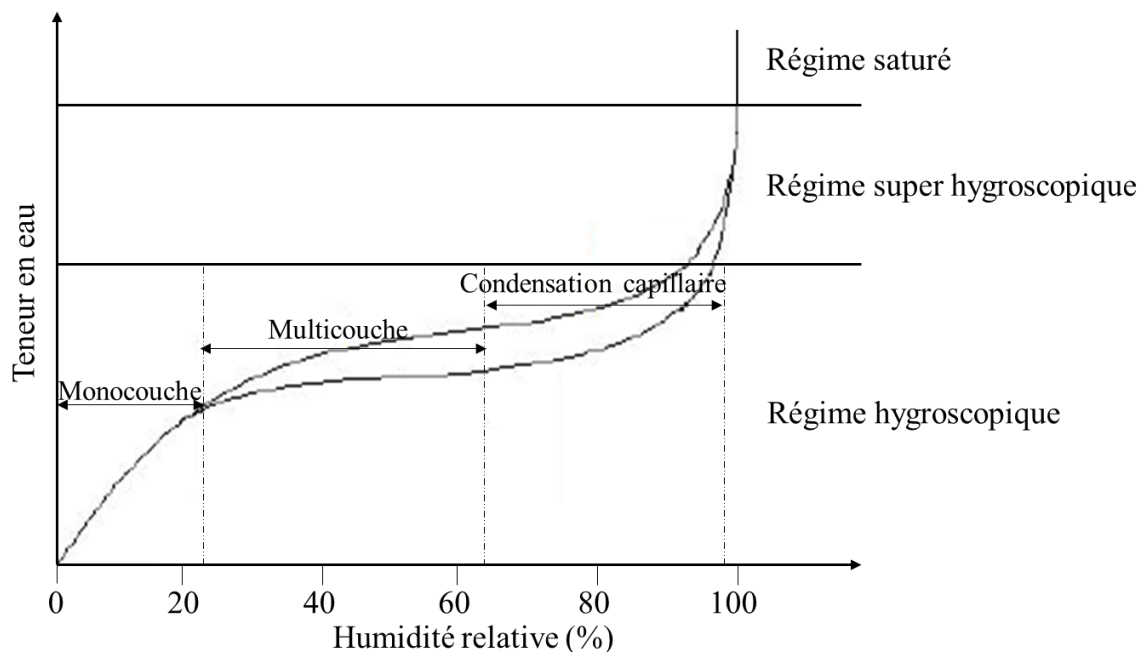


Figure 1-26 : Allure d'une isotherme d'adsorption/désorption et différents mécanismes de transfert et rétention d'humidité

Les isothermes d'adsorption/désorption peuvent être délimitées en plusieurs domaines, présentés dans la figure 1-26.

- Le régime hygroscopique : cette région s'étend de l'état sec du matériau, jusqu'à une humidité relative d'environ 95%. Elle prend en compte les phénomènes d'adsorption et de condensation capillaire jusqu'à l'équilibre.
- Le régime capillaire : les couches adsorbées s'épaississent et des ponts capillaires se forment entre les parois des pores. Plus l'humidité augmente, plus le transfert se fait en phase liquide, et la pression capillaire gouverne le mouvement des molécules.
- Le régime super saturé : l'humidité relative est considérée égale à 100%, et la teneur en eau augmente jusqu'à atteindre une valeur de saturation. Cet état est atteint après une longue durée d'immersion dans l'eau.

4.3. Capacité de stockage d'humidité

La propriété de stockage d'humidité est une propriété obtenue à partir des isothermes d'adsorption et de désorption, définie mathématiquement comme étant la pente de la courbe :

$$C_m = \frac{\partial \omega}{\partial HR} \quad (29)$$

C_m est la capacité de stockage d'humidité (-)

ω est la teneur en eau massique (kg/kg)

HR est l'humidité relative (%)

La capacité de stockage d'humidité est un paramètre d'entrée essentiel du modèle de transferts de chaleur et d'humidité, car il traduit l'accumulation d'eau dans les pores du matériau due au phénomène d'hystérésis. Etant dépendante des courbes isothermes, elle présente deux courbes distinctes en adsorption et en désorption. Certains travaux ne considèrent que la courbe d'adsorption principale [35] et tracent ainsi l'évolution de la capacité de stockage d'humidité en fonction de l'humidité relative en phase d'adsorption seulement (figure 1-27).

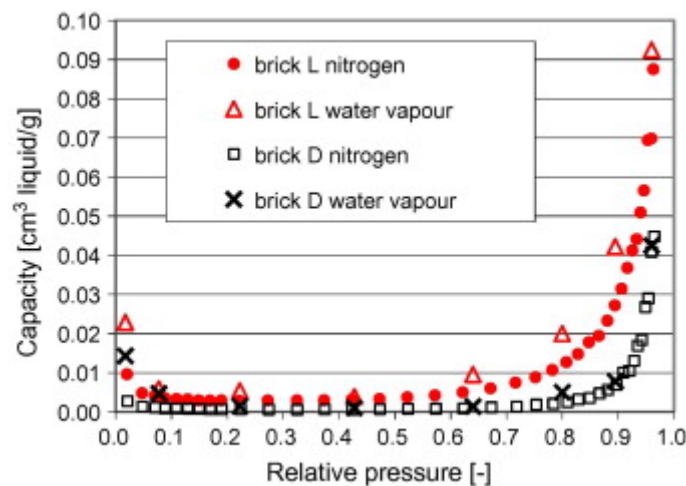


Figure 1-27: Capacité de stockage d'humidité de la brique en adsorption [35]

5. Théories d'adsorption

Les isothermes d'adsorption représentent l'adsorption d'un fluide par un matériau poreux. Il existe de nombreuses théories pour expliquer l'allure de ces courbes isothermes et quantifier la quantité de fluide adsorbé à l'équilibre. Certaines de ces théories sont exposées dans ce qui suit.

5.1. Modèle de Langmuir

Comme cité précédemment, la théorie de Langmuir décrit le phénomène d'adsorption monomoléculaire [36]. Elle néglige les interactions entre les molécules, et elle est basée sur l'hypothèse que la surface solide est uniforme et que l'adsorption est localisée avec une seule molécule par site.

La quantité de fluide adsorbé est ainsi reliée à la pression relative par l'équation suivante :

$$\omega = \frac{m.C.HR}{1+C.HR} \quad (30)$$

Où ω est la teneur en eau

HR est l'humidité relative

m est la teneur en eau monomoléculaire, c'est la teneur en eau adsorbée maximale (c'est-à-dire lorsque toute la surface des pores est recouverte d'une molécule d'eau), alors que C le coefficient exprimé en fonction de la chaleur latente d'adsorption L_{ad} [37] par la relation suivante :

$$C \propto \exp\left(\frac{M_l \cdot L_{ad}}{R.T}\right) \quad (31)$$

M_l étant la masse molaire de l'eau liquide.

Quelle que soit la valeur de l'humidité relative, la teneur en eau reste inférieure à la teneur en eau monomoléculaire, même quand HR tend vers 1, $\omega = \frac{m.C}{1+C} < m$. Ceci prouve que la théorie ne prévoit qu'une seule couche adsorbée au maximum, et est donc insuffisante pour décrire l'adsorption dans les matériaux poreux. La théorie de Langmuir n'est donc applicable que dans le domaine des faibles valeurs d'humidité relative (HR < 20%).

5.2. Modèle de Brunauer, Emmett et Teller (BET)

Ce modèle date de 1940 et décrit l'adsorption multimoléculaire [25]. Il généralise la théorie de Langmuir en cherchant à étendre son domaine d'application à l'adsorption multicouche. La théorie prend comme hypothèse la superposition des couches moléculaires qui recouvrent la surface des pores, en considérant que les molécules de la première couche font intervenir la chaleur latente d'adsorption, tandis que les couches suivantes font intervenir la chaleur latente de vaporisation. La teneur en eau dans ce cas est donnée par l'équation suivante :

$$\omega = \frac{m.C.HR}{(1-HR)(1-HR+C.HR)} \quad (32)$$

Dans ce cas, le coefficient C est exprimé en fonction des deux chaleurs latentes d'adsorption et de vaporisation [37] comme suit :

$$C \propto \exp\left(\frac{L_{ad}-L_v}{R.T}\right) \quad (33)$$

Bien que cette théorie soit la plus largement utilisée, elle reste critiquable, car elle néglige les interactions entre les molécules adsorbées et l'effet de surface sur les couches autres que la première. Le modèle de BET ne peut donc être appliqué que dans le domaine hygroscopique, où la condensation capillaire est négligeable ($HR < 50\%$).

5.3. Modèle de Guggenheim, Anderson et de Boer (GAB)

C'est une extension de la théorie de BET, et elle prend en plus compte de la chaleur d'adsorption pour toutes les couches moléculaires, et pas seulement la première couche. Un facteur de correction est donc introduit pour étendre le modèle sur toute la plage d'humidité relative, et l'équation qui relie la teneur en eau à l'humidité relative est :

$$\omega = \frac{m.C.K.HR}{(1-K.HR)(1-K.HR+C.K.HR)} \quad (34)$$

K : facteur correcteur.

Ce modèle permet la modélisation des isothermes de sorption jusqu'à une valeur d'humidité relative de 90%, il est donc souvent utilisé dans la modélisation des isothermes des matériaux de construction comme le béton cellulaire ou le béton de chanvre.

5.4. Modèle Generalised D'Arcy and Watt (GDW)

Le modèle GDW [38] se base sur la théorie de Langmuir et suppose qu'il existe un site primaire sur la surface solide, et que les molécules d'eau peuvent être elles-mêmes des sites d'adsorption secondaires pour de nouvelles molécules. Le modèle prend aussi en compte la possibilité qu'une molécule d'eau peut créer plus d'un site d'adsorption secondaire. La teneur en eau est exprimée de la manière suivante :

$$\omega = \left(\frac{m.K.HR}{1+K.HR}\right) \left(\frac{1-k.(1-q).HR}{1-k.HR}\right) \quad (35)$$

Où q est la proportion des molécules adsorbées sur les sites primaires qui deviennent des sites secondaires d'adsorption.

5.5. Modèle de Van Genuchten

Les théories précédentes ne permettent pas la modélisation du comportement hygroscopique d'un matériau à des teneurs en eau élevées, proches de la teneur en eau de saturation, car les phénomènes de condensation capillaire deviennent prépondérants. Il est donc préférable d'exprimer la teneur en eau en fonction de la pression capillaire au lieu de l'humidité relative. Le modèle de Van Genuchten [39] exprime la teneur en eau comme suit :

$$\omega = \omega_{rés} + (\omega_{sat} - \omega_{rés}) \cdot \left(1 + \left(\frac{\alpha.R.T}{M_{1,g}} \cdot \ln(HR)\right)^n\right)^m \quad (36)$$

Où $\omega_{rés}$ est la teneur en eau résiduelle et ω_{sat} la teneur en eau à saturation et α , n et m sont des coefficients empiriques qui dépendent du matériau (on pose souvent $m = 1 - \frac{1}{n}$).

Généralement, la teneur en eau à saturation est beaucoup plus élevée que les teneurs en eau sur tout le domaine d'humidité relative entre 0% et 99%. La prise en compte de la teneur en eau de saturation implique donc moins de précision dans la plage des humidités relatives plus faibles.

Ce modèle est donc applicable dans le cas de matériaux où l'humidité relative est élevée ($HR > 80\%$).

5.6. Modèle de Kunzel

Le modèle de Kunzel [31] est fréquemment utilisé pour définir l'état hydrique de matériaux poreux de construction. Il relie la teneur en eau à l'humidité relative par la formule suivante :

$$\omega(HR) = \omega_f \frac{(b-1).HR}{b-HR} \quad (37)$$

Où ω_f est la teneur en eau de saturation libre (teneur en eau pour laquelle $HR = 100\%$) et b est un coefficient empirique constant supérieur à 1, ajusté à partir des mesures expérimentales

6. Equation de conservation de la masse et de la chaleur

Les équations de conservation de la masse et de la chaleur sont écrites pour chaque phase du matériau poreux, en prenant certaines hypothèses :

- La phase solide est considérée homogène, indéformable et non réactive
- La phase liquide ne contient qu'une composante (eau) considérée incompressible
- La phase gazeuse ne réagit pas chimiquement, et est composée de vapeur d'eau et d'air, tous deux considérés comme des gaz parfaits
- La température du matériau reste toujours supérieure à la température de gel de l'eau
- Il n'y a pas de réaction chimique dans le matériau
- L'équilibre thermodynamique local est considéré atteint pour chaque phase
- Les effets de la gravité sont négligeables

6.1. Conservation de la masse

Les équations de conservation de la masse pour les trois composantes des phases liquide et gazeuse seront explicitées ci-dessous.

6.1.1. Vapeur d'eau

$$\frac{\partial \rho_v}{\partial t} + \nabla(j_v) = \dot{m} \quad (38)$$

Où \dot{m} est le taux de changement de phase (évaporation-condensation)

j_v ($\text{kg}/\text{m}^2.\text{s}$) est la densité de flux massique de la vapeur d'eau

ρ_v (kg/m^3) est la masse volumique de la vapeur d'eau

6.1.2. Eau liquide

$$\frac{\partial \rho_l}{\partial t} + \nabla(j_l) = -\dot{m} \quad (39)$$

j_l ($\text{kg}/\text{m}^2.\text{s}$) est la densité de flux massique de l'eau liquide

ρ_l (kg/m^3) est la masse volumique de l'eau liquide

Le bilan de la teneur en eau permet de se débarrasser du terme de taux de changement de phase.

$$\frac{\partial W}{\partial t} + \nabla(j_v + j_l) = 0 \quad (40)$$

6.1.3. Air sec

$$\frac{\partial \rho_a}{\partial t} + \nabla(j_a) = 0 \quad (41)$$

j_a (kg/m².s) est la densité de flux massique de l'eau liquide

ρ_a (kg/m³) est la masse volumique de l'eau liquide

6.2. Conservation de la chaleur

$$\rho_s \cdot c_p \cdot \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla(-\lambda \nabla T) - \delta \nabla T - \dot{m} \cdot (L_v(T_{\text{réf}}) + (c_{p,v} - c_{p,l}) \cdot (T - T_{\text{réf}})) = 0 \quad (42)$$

Où ρ_s (kg/m³) est la densité de la phase solide

c_p (J/g.K) est la capacité thermique du matériau

λ (W/m.K) est la conductivité thermique du matériau

δ le terme de transport convectif

\dot{m} le taux de changement de phase

L_v (J/kg) la chaleur latente de vaporisation

$c_{p,v}$ (J/g.K) la capacité thermique de la vapeur d'eau

$c_{p,l}$ (J/g.K) la capacité thermique de l'eau liquide

$T_{\text{réf}}$ (K) la température de référence.

7. Phénomène d'hystérésis

Pour une humidité relative donnée, un matériau poreux va tendre vers une teneur en eau à l'équilibre différente s'il est dans une phase d'adsorption ou de désorption. On parle alors du phénomène d'hystérésis.

Les matériaux cimentaires présentent souvent un comportement hystérique prononcé, qui se traduit par l'obtention d'isothermes différentes en adsorption et en désorption. Le phénomène d'hystérésis influence directement les cinétiques de distribution d'humidité et les capacités de stockage et de transport hygrothermique dans le matériau. Tout travail sur le comportement hygrothermique d'un matériau poreux doit donc prêter une attention particulière à l'hystérésis, bien que dans le passé il n'ait pas souvent été pris en compte à cause du manque de données expérimentales.

L'hystérésis traduit le fait qu'il est plus aisé pour l'eau d'entrer dans le réseau poreux que d'en sortir, à cause des forces capillaires. Il a été montré par le passé qu'il est nécessaire de le prendre en compte dans la modélisation des transferts dans les matériaux cimentaires [24], qui présentent tous une différence dans les valeurs de teneur en eau en adsorption et en désorption, comme c'est le cas pour une pâte de ciment en figure 1-28.

Gelb et al. [40] ont affirmé que les boucles d'hystérésis se produisent uniquement à une humidité relative supérieure à 40%. Cependant, les matériaux cimentaires se comportent de manière exceptionnelle, et présentent une hystérésis même à des faibles humidités. Baroghel-

Bouny [41] a montré que l'hystérésis avait lieu sur toute la plage d'humidité relative entre 3% et 100%, l'écart entre l'adsorption et la désorption étant beaucoup plus significatif entre 33% et 100% d'humidité relative. Elle attribue ce phénomène à la différence entre les mécanismes de condensation et d'évaporation, et Schiller et al. [42] le relie aux importantes forces capillaires.

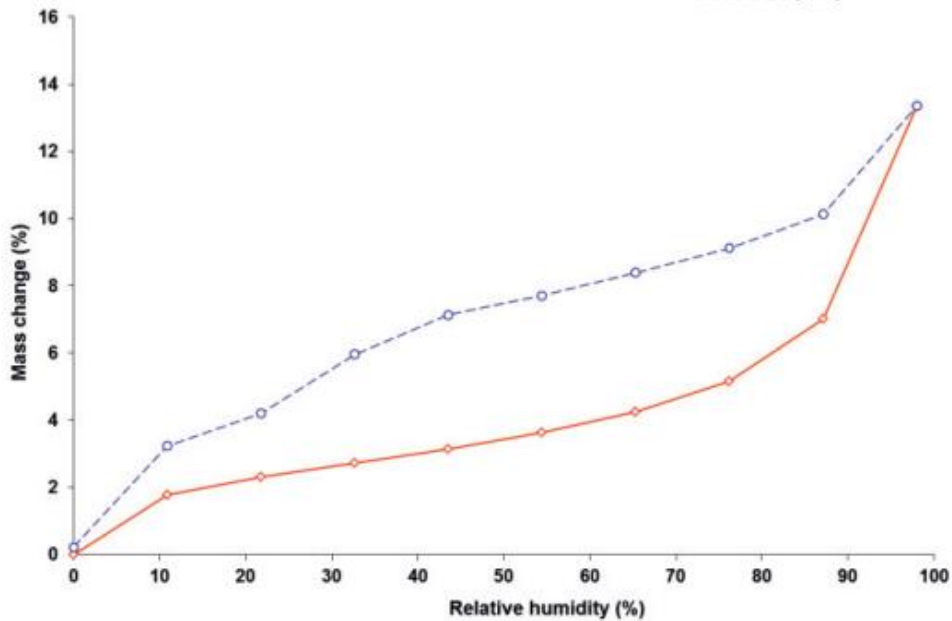


Figure 1-28 : Isothermes d'adsorption et désorption d'une pâte de ciment CEM I [42]

Les isothermes d'adsorption et de désorption principales décrivent uniquement une phase d'adsorption à partir d'un matériau sec ou une phase de désorption à partir d'un matériau complètement saturé. Ces conditions ne sont que très rarement remplies, et les courbes principales ne décrivent donc pas l'évolution réelle de la teneur en eau, mais elles constituent une enveloppe limite à l'évolution de la teneur en eau. La valeur réelle de la teneur en eau dépendra en grande partie de l'histoire thermo-hydrrique du matériau, car les variations continues de température et d'humidité relative engendrent une variation de la teneur en eau.

Sans un suivi régulier du matériau et des sollicitations qu'il subit, il est impossible de remonter à la valeur de la teneur en eau locale. Ce suivi constitue l'histoire hydrique du matériau, qui est difficile à évaluer. Expérimentalement, la teneur en eau peut être décrite par des courbes intermédiaires en soumettant le même échantillon à plusieurs cycles d'adsorption et de désorption.

La teneur en eau d'un matériau en fonction de l'humidité relative décrit des courbes différentes selon l'état initial du matériau (figure 1-29):

- Si le matériau est initialement sec et adsorbe de l'eau, la teneur en eau suit la courbe d'adsorption principale (courbe A)
- Si le matériau est initialement saturé et perd de l'eau, la teneur en eau suit la courbe de désorption principale (courbe C)
- Si le matériau n'est pas complètement saturé mais qu'il se met à désorber, la teneur en eau suit la courbe de désorption primaire D

- Si le matériau n'est pas complètement sec et qu'il adsorbe de l'eau, la teneur en eau suit la courbe d'adsorption primaire B

Les courbes primaires sont appelées courbes intermédiaires.

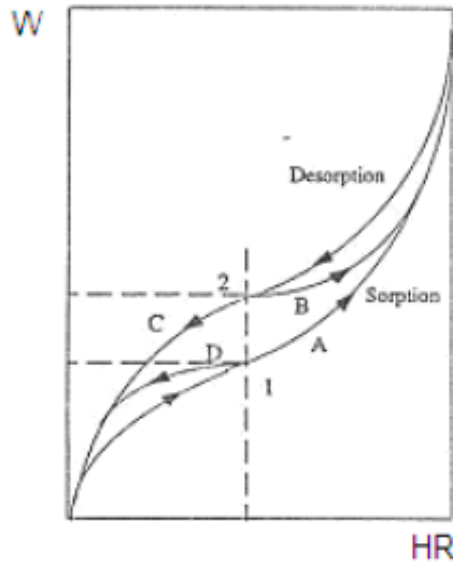


Figure 1-29 : Courbes d'hystérésis de teneur en eau [56]

7.1. Causes du phénomène d'hystérésis

L'hystérésis revient principalement à la morphologie du matériau poreux et l'arrangement spatial des pores. Physiquement, elle démontre la diminution de la capacité hydrique au fur et à mesure que le matériau subit des humidifications et séchages. Dans la littérature, c'est expliqué par plusieurs causes, résumées ci-dessous.

- Durant la phase d'adsorption, l'interface entre le fluide et la vapeur d'eau évolue sur une surface cylindrique (paroi du pore), alors que pendant la désorption elle évolue sur le ménisque qui est sphérique. Les rayons de courbure sont donc différents en adsorption et en désorption, donnant ainsi plusieurs quantités condensées différentes [43]. Ce phénomène est schématisé en figure 1-30, où les surfaces d'évolution de l'interface sont clairement différentes en adsorption et en désorption.

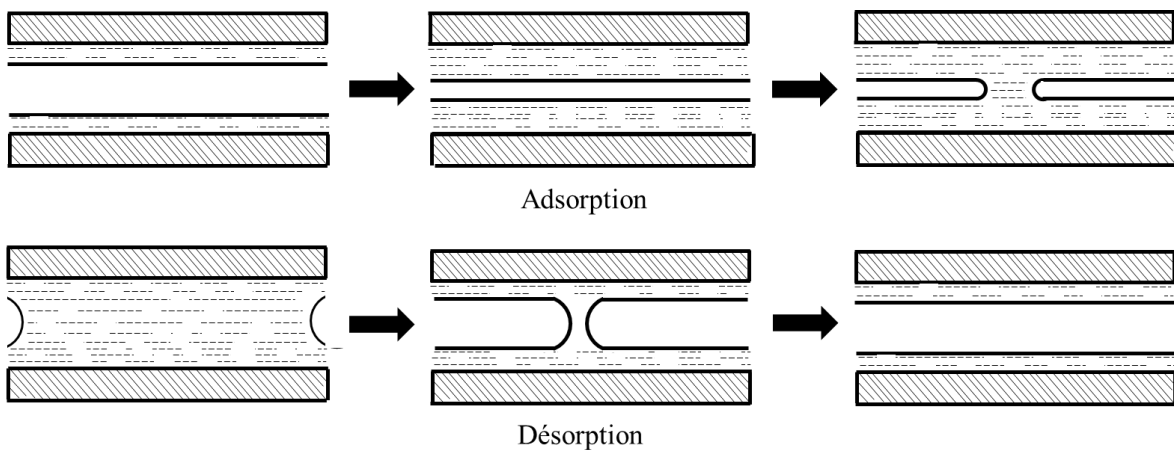


Figure 1-30 : Adsorption et désorption dans un pore cylindrique

- La loi de Kelvin relative à la condensation capillaire s'applique à l'adsorption et désorption dans des pores fermés à une extrémité, alors que les pores ouverts ont un retard à l'adsorption pour une humidité relative supérieure à celle prévue par Kelvin. En adsorption, le remplissage capillaire se fait à une valeur d'humidité relative nécessaire à la formation d'un ménisque cylindrique, alors qu'en désorption, la rupture du ménisque (sphérique cette fois ci) se fait à une valeur d'humidité relative inférieure.
- Phénomène de la bouteille d'encre : Pendant l'adsorption, le remplissage des pores d'accès empêche celui des plus grands pores. En désorption, la vidange du pore de plus grand diamètre ne se fait qu'à partir d'une humidité relative assez faible pour vider le petit pore. Ainsi, l'eau contenue dans les grands pores peut se retrouver piégée par l'eau qui sature les petits pores. L'effet bouteille d'encre est d'autant plus important que la variation de section dans le pore est grande [43].

Ce phénomène est expliqué dans la figure 1-31 : lorsque la pression de vapeur augmente, les molécules d'eau sont adsorbées sur la surface solide, et le pore en forme de bouteille se remplit progressivement. Le pore ne se remplit totalement que lorsque la pression atteint une valeur $P(r_e)$ suffisante pour remplir le col du rayon d'entrée. Durant la désorption, le pore ne peut pas se vider jusqu'à ce que la pression soit de nouveau égale à $P(r_e)$. A cette pression, le ménisque situé dans le col d'accès, et qui bloque l'humidité à l'intérieur du pore, subit brusquement des pertes. La continuité du liquide est rompue, et une quantité d'eau reste donc piégée dans le pore. La non uniformité des pores peut également impliquer l'effet bouteille d'encre. La désorption dépend des rayons des petits pores, alors que la sorption dépend des grands pores.

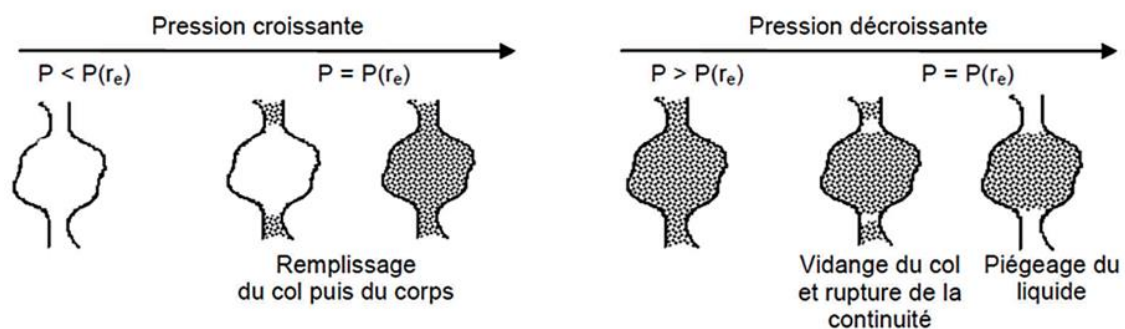


Figure 1-31 : Effet bouteille d'encre [28]

- L'air piégé dans les pores et sa dissolution graduelle provoque la diminution de la teneur en eau pour un matériau fraîchement humidifié.
- L'angle de contact varie selon la direction du ménisque : il grandit lorsque le ménisque recule, car pour une même teneur en eau, la succion est plus forte en désorption qu'en adsorption.
- Pour un même pore, la condensation capillaire et l'évaporation ont lieu pour des valeurs d'humidité relative différentes [25].
- Différence des mécanismes d'évaporation et de condensation à cause de la forme des pores ou de la présence de phases différentes à l'interface [41].
- Pour les faibles humidités relatives (<33%), le détachement de l'eau fortement liée aux C-S-H implique une variation de microstructure, et donc explique l'hystérésis aux faibles HR [41].

Ces causes montrent que la capillarité est la cause principale de l'hystérésis, ce qui conforte l'idée de l'origine de l'importante différence entre les isothermes d'adsorption et de désorption dans les plages d'humidité relative élevées. Pour les faibles valeurs d'humidité relative, les deux courbes se confondent presque.

7.2. Classification des boucles d'hystérésis

Les courbes d'adsorption/désorption présentant une hystérésis ont une forme différente selon la structure porale du matériau. Les différents types de courbes d'hystérésis ont également été classifiés par l'IUPAC (figure 1-32).

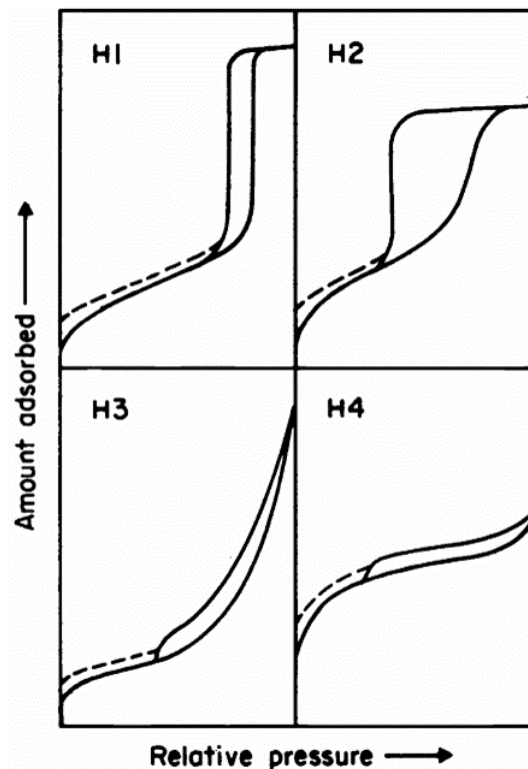


Figure 1-32 : Classification des différentes boucles d'hystérésis selon l'IUPAC

- Type H1 : cette boucle correspond aux matériaux caractérisés par une distribution très étroite de Mésopores.
- Type H2 : ce type est observé dans le cas d'un adsorbant ayant un réseau poral composé de Mésopores en intercommunication.
- Type H3 : cette boucle est caractéristique d'un matériau où l'adsorption se fait par condensation capillaire. Ce type ne traduit aucune méso-porosité définie.
- Type H4 : il est observé dans des matériaux microporeux dont la structure est formée par des feuillets entre lesquels peut se produire une condensation capillaire.

7.3. Modélisation du phénomène d'hystérésis

La connaissance des courbes d'adsorption et de désorption principales permet de décrire uniquement le comportement en adsorption à partir d'un matériau sec ou en désorption à partir d'un matériau saturé. C'est pourquoi la connaissance de tous les états intermédiaires est

nécessaire. Leur détermination expérimentale prendrait un temps considérable, d'où l'intérêt de l'utilisation de modèles estimant la capacité d'humidité.

Haines [44] a été le premier à établir une description de la relation entre la pression capillaire et la teneur en eau en 1930. Dans ses travaux, il a rappelé les principales caractéristiques de la répartition de l'humidité dans des sols afin de souligner que les changements ne sont pas réversibles, mais plutôt répartis en deux séries différentes correspondant aux deux sens de l'humidité (l'adsorption et la désorption). Selon lui, la nature cellulaire des pores et la forme de l'eau (ménisque ou sphère) font que ces derniers ne se remplissent pas et ne se vident pas par des changements lisses et réversibles, mais montre deux étapes instables et distinctes. En désorption, le niveau de succion est sous forme d'un ménisque et peut passer par une entrée étroite, mais en adsorption, c'est sous forme d'une sphère que l'eau envahit les cellules.

A partir de ses travaux, plusieurs chercheurs ont reconnu l'hystérésis reliant la pression capillaire à la teneur en eau et plusieurs modèles ont été développés. Ils peuvent être classifiés en modèles empiriques et modèles de domaines [45]. Si les modèles empiriques découlent des résultats expérimentaux, les modèles de domaines sont basés sur la physique. Ils utilisent généralement des diagrammes de distribution et considèrent qu'un domaine est composé de groupes de pores dans un milieu poreux.

Par la suite, Poulouvasilis [46] a élaboré un modèle de domaines indépendants dans ses travaux autour du transport d'eau dans les milieux poreux. Ainsi, à l'aide de la théorie des domaines indépendants, il a indiqué que l'eau en phase d'humidification est contenue dans des pores dont le rayon est supérieur à celui des pores contenant l'eau en phase de séchage [47].

Cette théorie a été améliorée et développée par plusieurs chercheurs par la suite [48 – 50], mais il a été prouvé que ces derniers montrent des contradictions et des erreurs significatives en comparaison avec les résultats expérimentaux [51 – 53], ce qui a encouragé des nouvelles recherches pour élaborer de nouveaux modèles pour les matériaux poreux.

Kool et Parker [54] ont quant à eux élaboré un modèle mathématique qui suppose que les courbes intermédiaires ont une forme similaire à celle des courbes principales. Le modèle fournit une brève présentation du comportement hystérétique des sols en combinant et en modifiant le modèle paramétrique de Van Genuchten [39] et le modèle empirique de Scott et al. [55] qui permet de prendre en compte l'air piégé à l'intérieur des pores. Leur modèle donne les expressions hystérétiques de la courbe de rétention ainsi que la conductivité hydraulique. Ce modèle a été jugé peu satisfaisant dans certains cas de figure en comparant les résultats expérimentaux et numériques sur des sols [54].

Dans ce qui suit, on va présenter les modèles de courbes intermédiaires d'hystérésis de sorption d'eau les plus utilisés pour les matériaux poreux de construction. Ils sont classifiés en modèles empiriques, mathématiques, et physiques.

7.3.1. Modèle de Pedersen

Pedersen [56] a élaboré un modèle empirique en 1990 en utilisant des valeurs pondérées de la capacité hydrique dans la prédiction des courbes intermédiaires. Comme c'est un modèle empirique, il a besoin des courbes d'adsorption et de désorption principales, mais aussi de la première courbe primaire. Toutefois, étant empirique, le modèle n'a aucune base physique et

ne permet pas beaucoup de flexibilité [54]. Ce modèle fait intervenir des constantes qu'il vaut mieux ajuster selon le type de matériaux, au risque d'avoir beaucoup d'erreurs [54,57].

Ainsi, la capacité hydrique d'une courbe intermédiaire d'adsorption ou désorption prend la forme :

$$\theta_{ads,hys} = \frac{A(\omega_{ad,hys}-\omega_{ad})^B \theta_{des} + (\omega_{ad,hys}-\omega_{des})^B \theta_{ad}}{(\omega_{des}-\omega_{ad})^B} \quad (43)$$

$$\theta_{des,hys} = \frac{(\omega_{des,hys}-\omega_{ad})^B \theta_{des} + C(\omega_{des,hys}-\omega_{des})^B \theta_{ad}}{(\omega_{des}-\omega_{ad})^B} \quad (44)$$

$\theta_{ads,hys}$: Capacité hydrique en phase d'adsorption intermédiaire

$\theta_{des,hys}$: Capacité hydrique en phase de désorption intermédiaire

$\omega_{ad,hys}$: Teneur en eau en phase d'adsorption intermédiaire

$\omega_{des,hys}$: Teneur en eau en phase de désorption intermédiaire

θ_{ads} : Capacité hydrique de la courbe d'adsorption principale

θ_{des} : Capacité hydrique de la courbe de désorption principale

ω_{ad} : Teneur en eau en phase d'adsorption principale

ω_{des} : Teneur en eau en phase de désorption principale

A, B et C : Coefficients empiriques constants

Les valeurs des coefficients empiriques peuvent être les mêmes que celles choisies par Pedersen, à savoir $B = 2$ et $A = C = 0,1$. Cependant, certaines études ont montré que les résultats étaient meilleurs en ajustant les coefficients selon la nature du matériau et son comportement hydrique [57,58].

Le modèle de Pedersen est simple à mettre en œuvre et nécessite la connaissance des isothermes d'adsorption et désorption principales seulement. Toutefois, c'est un modèle peu précis car il ne prend pas en compte l'histoire hydrique du matériau.

7.3.2. Modèle de Huang

Huang [59] s'est inspiré du modèle de Kool et Parker [54] qui considère que les courbes primaires sont similaires aux courbes principales et que la teneur en eau résiduelle et la teneur en eau à saturation conservent les mêmes valeurs pour les courbes d'adsorption et de désorption principales. Il a adapté ce dernier au cas des matériaux de construction au lieu des sols qui étaient étudiés par Kool et Parker, en considérant l'humidité relative au lieu de la succion capillaire. Ce modèle respecte le principe de fermeture au niveau des points d'inversion, et nécessite la connaissance des courbes d'adsorption et désorption principales seulement.

Ainsi, la $i^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire prend la forme suivante :

$$\omega(HR, i) = \omega_r(i) + (\omega_s(i) - \omega_r(i)) \left[\left(1 + \left| \alpha \frac{R.T}{M_1.g} \ln(HR) \right|^\eta \right)^{-\left(1 - \frac{1}{\eta}\right)} \right] \quad (45)$$

$u_r(i)$: teneur en eau résiduelle de la $i^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire

$u_s(i)$: teneur en eau de saturation de la $i^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire

Les coefficients α et η sont obtenus à partir des expressions des courbes d'adsorption et de désorption principales. Les courbes principales permettent également d'obtenir les valeurs des teneurs en eau résiduelle et de saturation à l'ordre 0 : $\omega_r(0) = 0$ et $\omega_s(0) = \omega_{\text{sat}}$.

Pour obtenir les teneurs en eau à chaque phase de sorption du matériau, il faut d'abord connaître les teneurs en eau résiduelle et de saturation, c'est pourquoi ce modèle nécessite la connaissance des isothermes d'adsorption et désorption principales, ainsi que l'historique hydrique du matériau en humidité et teneur en eau.

7.3.3. Modèle II de Mualem

Mualem [60 – 63] a introduit un modèle physique simplifié des domaines indépendants, en utilisant le phénomène de bouteille d'encre. Il est basé sur deux hypothèses : La première hypothèse est de considérer qu'il n'y a pas d'interactions entre les pores d'un matériau poreux, et les interconnexions entre pores sont totalement négligées. Ceci veut dire que l'adsorption et la désorption dépendent uniquement de la géométrie de pores, donc de leur rayon et leur rayon à leur ouverture. Il a donc introduit deux paramètres normalisés pour caractériser le système \bar{r} et $\bar{\rho}$ qui varient entre 0 et 1, et représentent respectivement le rayon de l'ouverture du pore et le rayon du pore. Quand $\bar{r} = 1$ ou $\bar{\rho} = 1$, ceci correspond au minimum de la pression capillaire, et quand $\bar{r} = 0$ ou $\bar{\rho} = 0$, c'est la pression capillaire maximale. Les phénomènes d'adsorption et de désorption peuvent ainsi être modélisés par une fonction $f(\bar{r}, \bar{\rho})$ dite fonction de distribution de l'eau dans les pores.

La deuxième hypothèse est que la fonction $f(\bar{r}, \bar{\rho})$ peut être exprimée à l'aide de deux fonctions $l(\bar{\rho})$ et $h(\bar{r})$. l représente le volume des pores remplis d'eau, et h représente l'accessibilité des pores aux phénomènes de sorption.

$$f(\bar{r}, \bar{\rho}) = h(\bar{r})l(\bar{\rho}) \quad (46)$$

Cette relation découle de l'hypothèse de similarité proposée par Philip [64] et utilisée par Mualem dans son modèle.

On peut alors dégager le comportement hystérétique du matériau sur le graphe $l - h$ représenté en figure 1-33. L'axe des abscisses représente la fonction $h(\bar{r})$, et l'axe des ordonnées la fonction $l(\bar{\rho})$.

En adsorption, le volume des pores remplis d'eau l augmente alors que l'accessibilité h reste constante. En désorption, le volume l et l'accessibilité h diminuent.

Le modèle de Mualem a inspiré plusieurs autres travaux et a subi quelques modifications et améliorations [61,63 – 68]. Il est jugé très précis en ce qui concerne les sols à distribution de taille de pores très étroite [54].

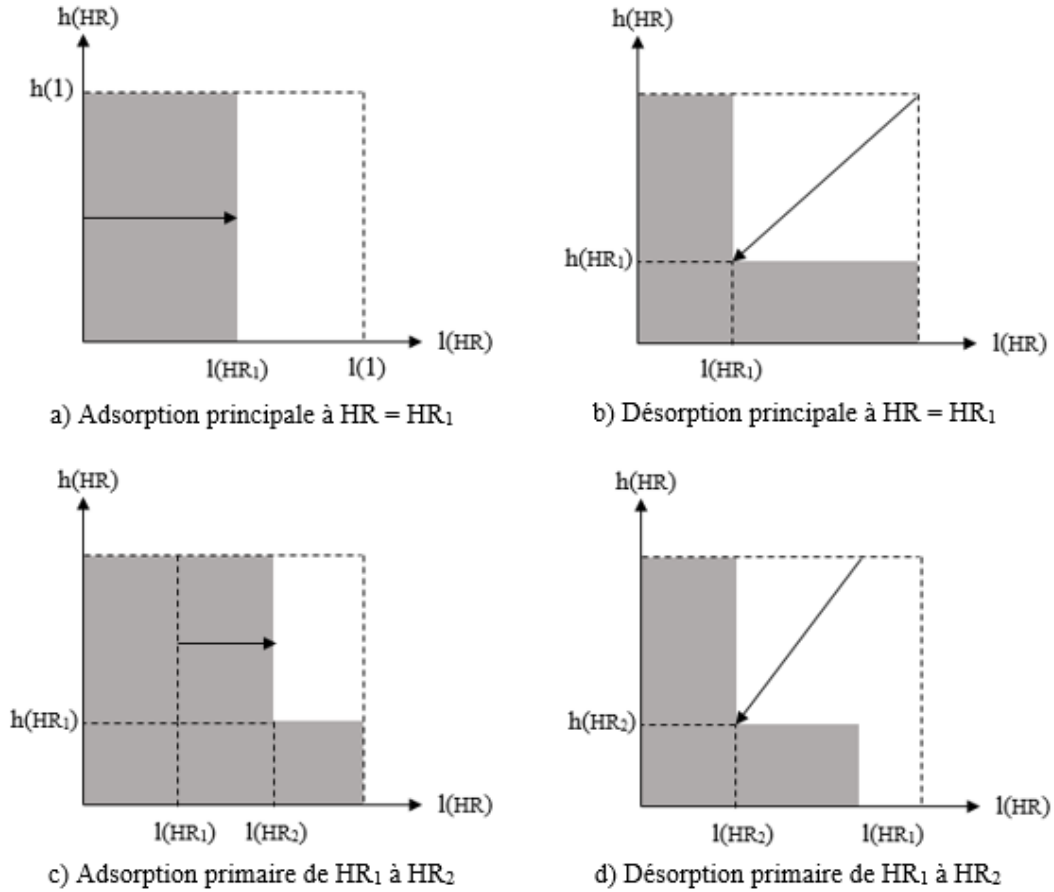


Figure 1-33 : Schématisation des phases d'adsorption et désorption sur le graphe $l-h$

Les capacités d'humidité en phase d'adsorption et de désorption pour les courbes intermédiaires peuvent être obtenues par les relations suivantes [60] :

$$\theta_{ad,hyst} = \frac{\omega_f - \omega_{dés}(HR_i)}{\omega_f - \omega_{ad}(HR_i)} \theta_{ad}(HR) \quad (47)$$

$$\theta_{dés,hyst} = \frac{\omega_f - \omega_{dés}(HR)}{\omega_f - \omega_{ad}(HR)} \theta_{ad}(HR) - \left(\omega_{ad}(HR_j) - \omega_{ad}(HR) \right) \left(\frac{(\omega_f - \omega_{dés}(HR)) \cdot \theta_{ad}(HR) - (\omega_f - \omega_{ad}(HR)) \cdot \theta_{dés}(HR)}{(\omega_f - \omega_{ad}(HR))^2} \right) \quad (48)$$

$\theta_{ad,hys}$ est la capacité hydrique en phase d'adsorption intermédiaire, et $\theta_{des,hys}$ la capacité hydrique en phase de désorption intermédiaire.

ω_f est la teneur en eau à saturation, correspondant à HR = 100%.

L'utilisation du modèle II de Mualem [60] nécessite la connaissance des isothermes d'adsorption et de désorption principales, ainsi que l'historique d'humidité relative et de teneur en eau du matériau. Les courbes isothermes intermédiaires prédites par le modèle sont situées entre la courbe d'hystérésis principale [60].

7.3.4. Modèle de Carmeliet

C'est un modèle physique basé sur le modèle de Mualem [60]. C'est une adaptation du modèle de Mualem au cas des matériaux de constructions plutôt que les sols. Ce modèle exprime la teneur en eau en fonction de l'humidité relative au lieu de la succion capillaire qui est généralement utilisée dans la physique des sols. Il permet la modélisation des courbes d'hystérésis à partir des isothermes d'adsorption et de désorption principales.

L'expression de la teneur en eau pour une $i^{\text{ème}}$ courbe d'adsorption est donc :

$$\omega_{\text{ads}}(\text{HR}, i) = \omega_{i-1} + (1 - A(\text{HR}_{i-1}))(\omega_{\text{ads}}(\text{HR}) - \omega_{\text{ads}}(\text{HR}_{i-1})) \quad (49)$$

$(\text{HR}_{i-1}, \omega_{i-1})$: $i^{\text{ème}}$ point d'inversion entre la $i-1^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire de désorption et la $i^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire d'adsorption.

La teneur en eau pour une $i^{\text{ème}}$ courbe de désorption s'écrit :

$$\omega_{\text{des}}(\text{HR}, i) = \omega_{i-1} - (1 - A(\text{HR}))(\omega_{\text{ads}}(\text{HR}_{i-1}) - \omega_{\text{ads}}(\text{HR})) \quad (50)$$

$(\text{HR}_{i-1}, \omega_{i-1})$: $i^{\text{ème}}$ point d'inversion entre la $i-1^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire d'adsorption et la $i^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire de désorption.

Avec :

$$A(\text{HR}) = \frac{\omega_{\text{des}}(\text{HR}) - \omega_{\text{ads}}(\text{HR})}{\omega_{\text{sat}} - \omega_{\text{ads}}(\text{HR})} \quad (51)$$

$\omega(\text{HR}, i)$: $i^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire.

Ce modèle nécessite la connaissance des courbes d'adsorption et de désorption principales, ainsi que l'historique d'humidité relative et de teneur en eau du matériau. Il a donné de bons résultats dans les simulations sur des matériaux de construction [14,69].

Les modèles de Huang et Carmeliet sont similaires sur plusieurs points. Tous deux respectent le principe de fermeture, et ont uniquement besoin des courbes d'adsorption et de désorption principales. De plus, les expressions mathématiques des courbes intermédiaires en adsorption sont les mêmes.

Toutefois, les deux modèles diffèrent en deux points. L'implémentation du modèle de Carmeliet nécessite la connaissance d'un seul point d'inversion seulement, alors que celui de Huang a besoin de deux points. Certaines différences sont également présentes dans les expressions mathématiques des courbes intermédiaires de désorption [14].

7.3.5. Modèle de Merakeb

Le modèle de Merakeb [70] introduit un terme de raccord aux modèles précédents :

$$\omega_{\text{ad,hys}} = \omega_f \cdot \exp(\text{HR}_{\text{ad}} \cdot \ln(\text{HR})) \cdot \exp(a \cdot \text{HR}) + \Delta \text{HR}_{\text{ad}} \cdot \ln(\text{HR}) + \exp(\alpha_{\text{ad}} \cdot \text{HR}) \quad (52)$$

$$\omega_{\text{des,hys}} = \omega_f \cdot \exp(\text{HR}_{\text{des}} \cdot \ln(\text{HR})) \cdot \exp(a \cdot \text{HR}) + \Delta \text{HR}_{\text{des}} \cdot \ln(\text{HR}) + \exp(\alpha_{\text{des}} \cdot \text{HR}) \quad (53)$$

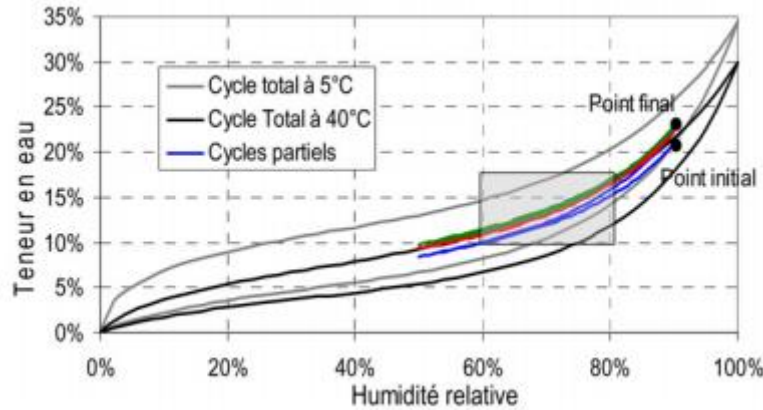


Figure 1-34 : Simulation des courbes d'hystérésis pour des cycles hygrothermiques réguliers [70]

Les expressions des termes HR_{ad} , α_{ad} , $HR_{dés}$ et $\alpha_{dés}$ sont données dans les travaux de Lelièvre [69].

Ce modèle prend en compte l'effet de la température sur les isothermes d'adsorption et de désorption, car les termes ω_f , a , HR_{ad} et $HR_{dés}$ sont exprimés sous forme d'un polynôme $A.T+B$, où A et B sont des coefficients d'ajustement déterminés expérimentalement.

7.4. Effet de pompage

L'utilisation des modèles empiriques entraîne souvent l'apparition d'un comportement hystérétique dit « effet de pompage ». Il traduit le fait que les courbes d'adsorption et de désorption intermédiaires obtenues par les modèles ne respectent pas le principe de fermeture. En d'autres termes, ceci veut dire que lors d'une succession de cycles d'adsorption/désorption, il n'existe qu'une seule valeur de la teneur en eau pour chaque extremum d'humidité relative. Ainsi, un matériau subissant plusieurs cycles d'adsorption et de désorption devrait normalement revenir à son humidité relative et teneur en eau initiales.

Certains chercheurs [59,71,72] considèrent que l'effet de pompage n'est pas une caractéristique physique propre au matériau, mais qu'il est entièrement artificiel. Il est donc considéré comme des erreurs générées par les algorithmes de calcul. Les erreurs de pompage peuvent être quantifiées en adsorption et en désorption, en calculant la différence de teneur en eau entre deux cycles. Leur amplitude dépend non seulement de l'état initial du matériau, mais également des sollicitations cycliques de l'humidité relative extérieure [71].

La figure 1-35 illustre les erreurs résultant de l'effet de pompage. Le point A est le point de départ de la première courbe intermédiaire d'adsorption, et le point B correspond à la même humidité relative sur la deuxième courbe intermédiaire de désorption. La différence de teneur en eau entre les deux points est définie comme une erreur due à l'effet de pompage en séchage. De la même manière, l'erreur due à l'effet de pompage en imbibition est la différence entre les points C et D.

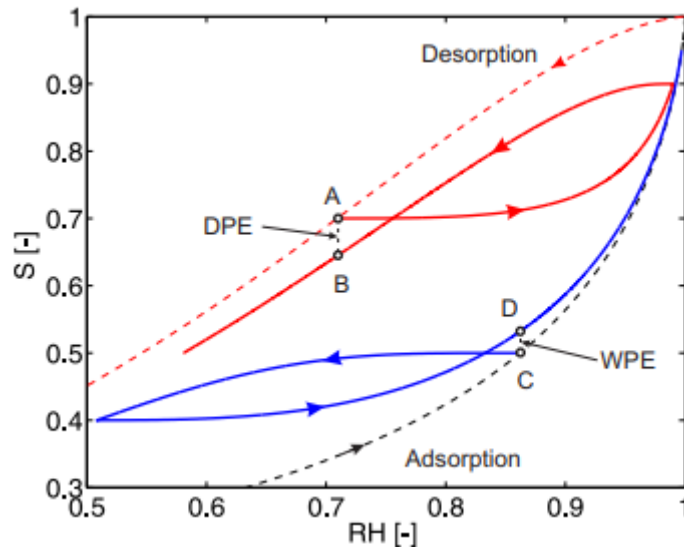


Figure 1-35 : Effet de pompage [212]

Parmi les modèles présentés auparavant, les modèles de Pedersen et Merakeb ne respectent pas le principe de fermeture, et peuvent donc induire un effet de pompage. Le modèle de Mualem par contre respecte le principe de fermeture et permet d'éviter les erreurs de pompage, il est donc le modèle le plus recommandé dans la littérature [71,69].

8. Hystérésis dans les matériaux de construction

L'hystérésis d'adsorption et de désorption d'eau dans les matériaux poreux dépend de plusieurs paramètres explicités dans les parties précédentes, notamment les tailles de pore et la microstructure du milieu. Dans la littérature, certaines études ont montré que ce phénomène n'apparaît pas dans les matériaux dont la structure porale est composée de pores fermés d'un côté [73 – 75], alors que d'autres études plus récentes démontrent le contraire [76 – 78].

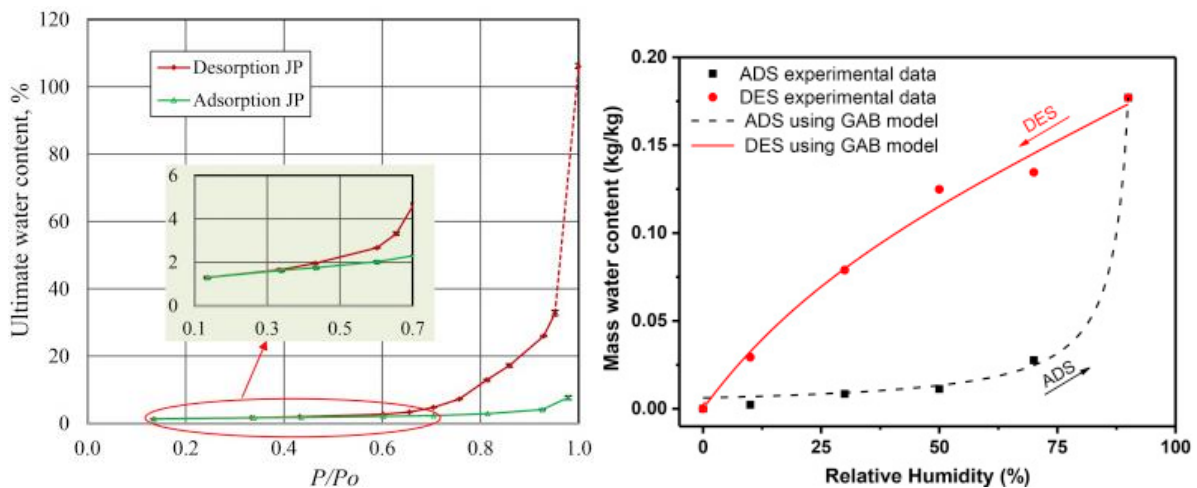


Figure 1-36 : Isothermes d'adsorption et de désorption. a) Béton cellulaire [79] ; b) Béton avec fibres de palmier [80]

En revanche, la littérature démontre que les matériaux cimentaires exhibent toujours le phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption d'eau, malgré l'incorporation d'agrégats de différentes natures. La majorité des matériaux dits légers montrent également l'effet de

l'hystérésis, bien qu'ils soient peu hygroscopiques. Le béton cellulaire par exemple est caractérisé par une hystérésis de type H1 à partir de 30% d'humidité relative (figure 1-36), car sa structure est composée d'un réseau interconnecté de grandes bulles d'air et de petits pores capillaires. Les bétons avec ajouts d'agréments végétaux présentent également une hystérésis importante de type H2 entre les courbes d'adsorption et de désorption principales, comme il est montré dans la figure 1-36 pour un béton avec des fibres de palmier.

Actuellement, de plus en plus de travaux de recherche s'intéressent à l'incorporation d'agréments légers hydrophobes aux matériaux cimentaires. Zeng et al. [81] ont étudié le comportement hygrothermique d'un béton à base de billes de verre, dont les isothermes d'adsorption et de désorption sont présentées dans la figure 1-37. Bien que les agrégats soient isolants et n'adsorbent pas d'eau, les courbes isothermes montrent le phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau. L'amplitude de l'hystérésis dépend de l'hygroscopicité du matériau, et donc du ratio de billes de verres incorporé, comme c'est montré sur la figure 1-37 qui montre les courbes isothermes du béton pour des ratios de billes différents.

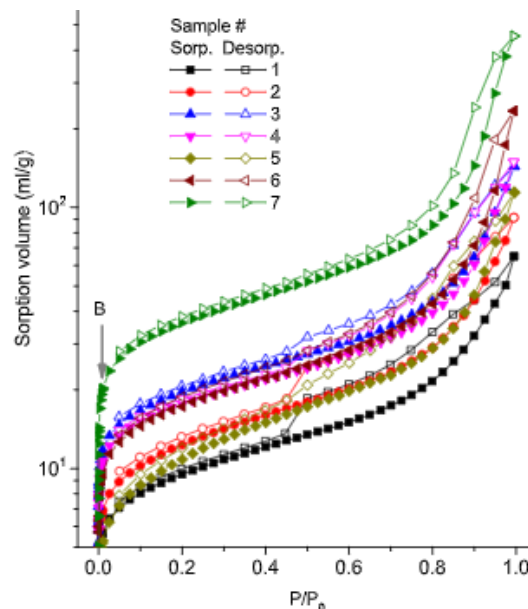


Figure 1-37 : Isothermes d'adsorption et de désorption d'un béton avec billes de verre [81]

9. Les bétons légers

Le béton est le matériau de construction le plus utilisé dans l'industrie de la construction, mais c'est aussi un très grand consommateur de ressources naturelles (sable, granulats...). L'utilisation de déchets ou de matériaux recyclés dans le béton permet ainsi de réduire son impact environnemental [82 – 84]. Les déchets tels que le polystyrène, le liège, ou le caoutchouc sont souvent incorporés dans les matériaux de construction car ils permettent d'améliorer l'isolation thermique et acoustique [85 – 88]. L'utilisation de matériaux légers dans la fabrication du béton afin d'obtenir des éléments non structuraux réduit donc la pollution de l'environnement et le coût de la construction [89].

Les bétons légers sont des bétons dont la densité est inférieure à celle d'un béton ordinaire (tableau 3). Une telle densité peut être obtenue grâce à la substitution des granulats classiques (sable et graviers) par des granulats plus légers, souvent artificiels tels que : l'argile expansée,

le schiste, la perlite, la vermiculite, le laitier expansé, etc. Ces bétons, qui sont aujourd'hui approchés avec appréhension au niveau de leur formulation et leur mise en œuvre [90, 91], présentent des densités qui se situent en général entre 1400 et 1900kg/m³.

Tableau 3 : Masse volumique apparente des types de béton [92]

Type de béton	Masse volumique (kg/m ³)
Lourd	> 3000
Semi lourd	2500 – 3000
Normal	2200 – 2500
Léger	< 2000
Très léger	< 500

Cependant, en utilisant des granulats extrêmement légers, tels que les billes de polystyrène expansé, on peut atteindre des densités beaucoup plus faibles [93 – 100]. En outre, grâce à l'utilisation de matrices cimentaires à ultra-haute résistance, les bétons de polystyrène peuvent avoir des résistances de bétons de structure. Par conséquent, ils représentent, grâce à leur légèreté, une solution technique intéressante dans les domaines du bâtiment et des ouvrages d'art.

D'autre part, les bétons légers ont une faible conductivité thermique notamment pour un taux d'agrégats très important (environ 70%). Ils constituent donc une solution technique très intéressante pour pallier aux problèmes d'isolation dans les bâtiments. Toutefois, les bétons légers posent de nombreux problèmes au niveau de la compréhension de leurs propriétés mécaniques en rapport avec leur microstructure.

Les bétons légers sont caractérisés par une bonne résistance au feu du fait de leurs qualités thermiques et de la chute relativement lente des propriétés mécaniques en fonction de la température (figure 1-38).

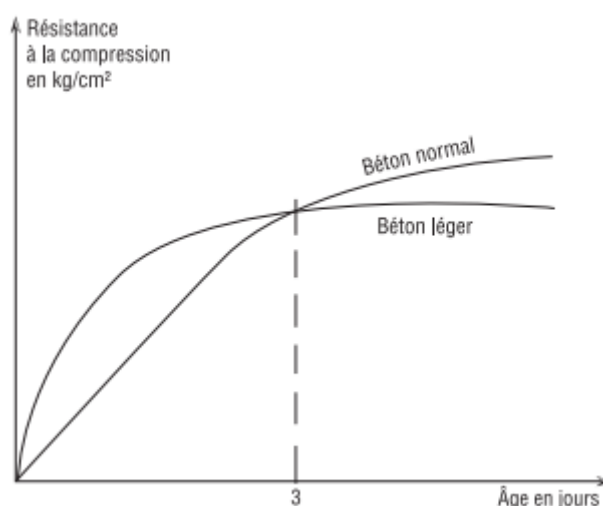


Figure 1-38 : Evolution des résistances à la compression de bétons normal et léger en fonction du temps [92]

Les bétons légers peuvent être classés en deux catégories, selon leur composition ou leur utilisation. Si l'on considère la classification structurelle, c'est-à-dire selon leur composition et leur constitution, on distingue trois familles :

- Bétons caverneux : L'air est contenu entre les granulats et éventuellement à l'intérieur des granulats. Ils sont constitués d'un squelette de granulats (légers ou non) enrobé d'un liant. Ils ressemblent à un béton dont on aurait enlevé tout (ou une partie) de l'élément fin (sable), en vue de réaliser des bétons économiques, thermiquement résistants, et légers
- Bétons cellulaires : L'air dans ce cas est contenu dans la pâte. Ce type de béton est constitué d'une pâte de sable et d'un liant, et les bulles d'air sont créées par réaction chimique ou par action physique. Les bétons cellulaires sont caractérisés par une très grande légèreté, une bonne isolation thermique et une grande résistance au feu
- Bétons plein de granulats : L'air est contenu au sein des granulats. Ils ressemblent aux bétons classiques en remplaçant simplement les granulats normaux par d'autres présentant une structure alvéolée ou cellulaire afin de les rendre plus légers

10. Le béton de polystyrène

Le béton de polystyrène est un matériau de plus en plus utilisé dans la construction d'éléments non porteurs. Il est généralement utilisé comme matériau de remplissage ou dans les revêtements de sols. Il est généralement composé de granulats de polystyrène, de ciment, et d'eau, avec éventuellement des ajouts d'agrégats ou d'additifs.

Les travaux de recherche sur le béton mettent en avant plusieurs types de matériaux de construction à base de granulats de polystyrène, tels que le mortier, les pavements, etc. Le polystyrène incorporé dans le béton peut avoir plusieurs effets différents, selon le type du béton, le dosage des agrégats de polystyrène, le type du polystyrène, etc. Il permet de fabriquer des bétons de masse volumique comprise entre 300 et 600 kg/m³. On voit donc leur intérêt pour les bétons d'isolation, mais également pour la réalisation d'éléments légers, blocs coffrants, blocs de remplissage, dalles, ou rechargements sur planchers peu résistants.

De manière générale, l'ajout de polystyrène altère les propriétés mécaniques du béton, mais améliore les caractéristiques relatives à la maniabilité, la densité, la conductivité thermique et le retrait [101].

La découverte du polystyrène remonte à 1839, mais son exploitation industrielle date de 1933, en Allemagne et aux USA. Le premier procédé utilisé (suspension aqueuse) fonctionnait en discontinu. Dès les années 1940, apparaissent des procédés de polymérisation dite « en masse » continu et en discontinu. Le procédé « masse en continu » triomphe dans les années 1960, grâce aux progrès technologiques permettant d'évacuer la chaleur produite par la polymérisation (~ 710 kJ/kg).

Le polystyrène expansé (PSE) a été inventé en 1944 par Ray Mc Intire alors qu'il travaillait pour la Dow Chemical. Découvert par hasard, ce polystyrène fut commercialisé sous le nom de « Styrofoam ». Matériau rigide, de faible densité, il a d'abord été utilisé comme isolant thermique dans le bâtiment [102].

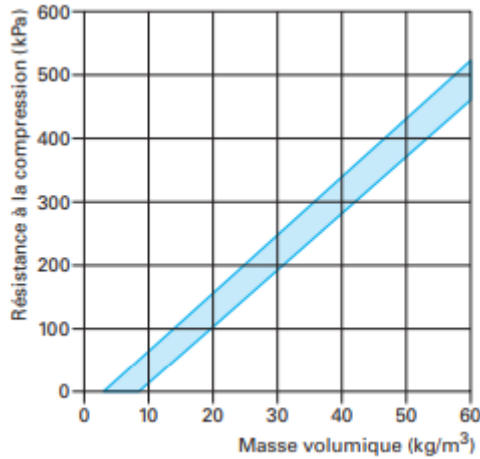


Figure 1-39 : Résistance à la compression en fonction de la densité pour PSE [102]

Le polystyrène expansé se caractérise par une structure rigide à microcellules fermées, dont la taille se situe habituellement entre 60 et 500 μm . L'épaisseur des parois des microcellules dépend de la taille de celles-ci, ainsi que de la densité du PSE. Par exemple, pour une masse volumique de 15 kg/m^3 et pour une taille de microcellules de 100 μm , l'épaisseur des parois est de 0,4 μm .

Tableau 4 : Résistances mécaniques pour différentes masses volumiques apparentes de PSE [102]

Résistance	Masse volumique (kg/m^3)			Norme
	15	20	30	
Rupture en flexion (kPa)	150 à 230	250 à 310	430 à 490	NF-EN 12089
Rupture en traction (kPa)	160 à 260	230 à 330	380 à 400	NF-EN 1608

Concernant les propriétés mécaniques, elles sont influencées par la structure cellulaire, la température et le vieillissement. L'évolution de la résistance à la compression en fonction de la densité est donnée en figure 1-39. Les résistances en traction et en flexion augmentent proportionnellement avec la densité, et elles sont données dans le tableau 4 en fonction de la masse volumique.

Le PSE est connu pour ses bonnes propriétés thermiques, c'est d'ailleurs l'une des raisons qui expliquent son utilisation dans les matériaux de construction. Il est de très faible densité donc très bon isolant thermique et phonique.

Le PSE est inerte chimiquement et ne sont réactifs qu'à très peu d'agents (tableau 5). A titre d'exemple, il n'est pas réactif à l'eau ni à plusieurs acides, et résistent à plusieurs inhibiteurs de corrosion. Il ne présente aucune réaction chimique au contact des matériaux de construction usuels tels que le ciment, la chaux ou le plâtre.

Les principaux domaines d'utilisation du PSE sous forme de granulats sont les suivants [92] :

- Eléments préfabriqués de grandes dimensions
- Hourdis de grande longueur

- Sous couches de route pour assurer la protection contre le gel
- Sous couches de fondation pour voies ferrées
- Plaques d'isolation

Tableau 5 : Résistance aux agents chimiques.

Agents chimiques	PSE
Eau de mer	+
Savons et détergents	+
Agents de blanchiments (eau de javel...)	+
Acides dilués, acide chlorhydrique 35%, acide nitrique 50%	+
Acides anhydres	-
Soude caustique, ammoniacque	+
Solvants organiques (acétone, acétate d'éthyle, benzène, xylène ...)	-
Hydrocarbures aliphatiques saturés, éther de pétrole, solvant naphta	-
Huile de paraffine, huile de vaseline	+/-
Huiles moteur	-
Essence normale et à indice d'octane élevé	-
Alcools (méthanol, éthanol ...)	+/-
Huile de silicone	+
Engrais, salpêtre, terreau, purin	+
+ : PSE n'est pas décomposé +/- : Résistance partielle - : PSE se rétracte ou est dissout	

Actuellement, le besoin de logements de qualité devient de plus en plus pressant. Compte tenu de la surexploitation des ressources naturelles dans la construction, il est devenu courant d'adopter des matériaux de construction alternatifs, composés de déchets ou de matériaux recyclés. De plus, la consommation énergétique dans les bâtiments continue d'augmenter [103], et une autre difficulté à surmonter est le développement de matériaux à propriétés d'isolation améliorées, afin de réduire cette consommation.

Les bétons dits « légers » constituent une excellente piste pour des matériaux de construction modernes. C'est un éco-matériau qui pourrait grandement améliorer plusieurs aspects techniques, économiques et environnementaux du secteur de la construction. Leur utilisation réduit considérablement la charge et le poids des structures. Comparés au béton ordinaire, les bétons légers présentent de nombreux avantages, notamment une faible densité, une faible conductivité thermique, des propriétés de durabilité améliorées et des caractéristiques d'isolation acoustique plus élevées [104,105]. Néanmoins, ce type de bétons est associé à des propriétés mécaniques très faibles, à cause de leur structure très légère (et très poreuse). Ceci limite leurs applications à des structures non porteuses telles que les panneaux de revêtement,

le remplissage de murs ou les revêtements de sol. Ils sont donc généralement utilisés pour la fabrication d'éléments isolants non structurels.

Le polystyrène expansé (EPS) apparaît comme un choix judicieux pour la production de bétons légers, compte tenu de ses excellentes propriétés d'isolation thermique et phonique, sa très faible densité et sa résistance à l'humidité. Il est couramment utilisé pour l'isolation et l'emballage de produits pour les protéger des chocs, en raison de sa structure flexible, de son absorption des chocs et de sa robustesse mécanique. Cependant, l'EPS est souvent libéré dans la nature après son utilisation, et bien qu'il soit respectueux de l'environnement, c'est un matériau non biodégradable. Il ne disparaît donc pas par des moyens naturels, et il reste présent dans la nature pendant de nombreuses années. Pour ces raisons, la réutilisation d'EPS, dans sa forme naturelle ou après certains traitements, est bénéfique non seulement à l'économie, mais aussi à l'environnement. L'EPS n'est pas toxique car il ne se transforme pas chimiquement, et ce n'est pas un nutriment pour les bactéries et les champignons. De plus, l'EPS est un matériau respectueux de l'environnement car il est recyclable et ses composants ne nuisent pas à la nature et à la couche d'ozone [106].

Au cours des dernières années, les propriétés mécaniques de matériaux à base de polystyrène expansé ont été étudiées dans de nombreuses études, qu'on va énumérer ci-après. Certains travaux se sont intéressés aux performances mécaniques en étudiant les résistances en compression et en flexion du matériau [94,107 - 109], l'effet de la taille des billes de polystyrène [110,111] et la résistance mécanique avec la durabilité [93,112 - 114].

Certaines études se sont concentrées sur l'effet de l'incorporation de polystyrène sur les propriétés de durabilité de ce type de matériaux. Ferrandiz-Mas et al. [115] et Li et al. [116] ont effectué des essais d'absorption capillaire, des cycles de chaleur et des cycles de gel-dégel sur respectivement des mortiers et des bétons avec polystyrène. Leurs résultats ont montré que l'ajout d'agrégats de polystyrène expansé améliore la durabilité des matériaux. Fathi et al. [117] ont montré que la présence de polystyrène expansé dans une pâte de ciment diminuait l'absorption d'eau due à la nature hydrophobe du polystyrène, améliorant ainsi sa durabilité. Des études plus généralisées ont porté sur la caractérisation des propriétés mécaniques et hygrothermiques de ce type de matériaux [118,119], parfois accompagnées de tests de durabilité [120 - 122].

11. Conclusion

Au terme de cet état de l'art, le phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau dans les matériaux poreux de construction a été introduit. Les différentes grandeurs intrinsèques aux matériaux ont été présentées, ainsi que leur impact sur l'hystérésis. La microstructure des milieux poreux en particulier dicte la forme des courbes isothermes d'adsorption et de désorption ainsi que celle de l'hystérésis qu'elles exhibent.

Par la suite, les différents mécanismes de fixation de l'humidité dans les pores ont été décrits. Les équations de conservations de la masse et de la chaleur ont également été résumées, puisqu'elles constituent la base des modèles de transferts hygrothermiques. Le phénomène d'hystérésis a ensuite été explicité en détails, en plus des phénomènes physiques qui le causent et des modèles qui le prennent en compte. Finalement, on a défini le matériau d'intérêt, qui est un béton léger à base de polystyrène expansé.

Le béton de polystyrène présente un manque d'informations quant à ses propriétés microstructurales à cause de son caractère léger assimilable à l'air. Ceci représente une difficulté supplémentaire dans l'utilisation de ce matériau dans la construction, et il est donc nécessaire d'entreprendre une investigation expérimentale exhaustive afin de contribuer à sa connaissance. La campagne de caractérisation expérimentale entreprise sera faite à plusieurs échelles. A l'échelle microscopique, la caractérisation comportera une observation de la microstructure du matériau à l'aide de techniques avancées telles que la microscopie ou la micro-tomographie aux rayons X, couplées à des reconstructions de volumes 3D et un traitement d'images adapté. A l'échelle macroscopique, les propriétés hygrothermiques et physiques du matériau seront déterminées à l'aide de techniques récentes pour une meilleure compréhension de son comportement sous différentes sollicitations.

Chapitre 2 : Investigation de la microstructure par micro-tomographie aux rayons X

Dans ce chapitre, nous utiliserons des techniques récentes, telles que la micro-tomographie aux rayons X à une haute résolution, afin de mesurer la porosité avec précision et de caractériser la morphologie du béton de polystyrène. Un post-traitement approprié sera ensuite adopté pour sélectionner un Volume Élémentaire Représentatif (VER) et pour obtenir la distribution de la taille des pores. En outre, une étude de l'interface ciment/polystyrène est réalisée à l'aide de la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) pour déterminer s'il y a adhérence entre le polystyrène expansé et le ciment, ou plutôt une zone de transition caractérisée par une porosité plus élevée que celle de la matrice. La caractérisation de la microstructure du béton de polystyrène servira dans la suite des travaux, puisque les volumes reconstruits seront utilisés dans les simulations numériques des transferts hygrothermiques en incluant le phénomène d'hystérésis.

1. Introduction

Le phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption d'eau dépend fortement de la microstructure des matériaux, notamment la porosité et la distribution de la taille des pores [186, 200]. Ainsi, dans une optique d'amélioration des résultats de simulations numériques, il serait intéressant d'inclure la microstructure réelle des matériaux étudiés dans les travaux de modélisation des transferts de masse et de chaleur. En effet, la majorité des études de transferts hygrothermiques sont menées sur des géométries homogènes, alors que les matériaux de construction présentent généralement des microstructures complexes [201, 202], et leur comportement hygrothermique dépend significativement du degré d'hétérogénéité de leur géométrie [203].

Il apparaît donc nécessaire de considérer la microstructure complexe du béton de polystyrène ainsi que les interactions locales entre ses différentes phases en travaillant sur une géométrie plus représentative des hétérogénéités du matériau réel. Ceci permettra une meilleure appréhension et prise en compte du phénomène d'hystérésis et une prédiction plus adéquate du comportement hygrothermique du béton de polystyrène.

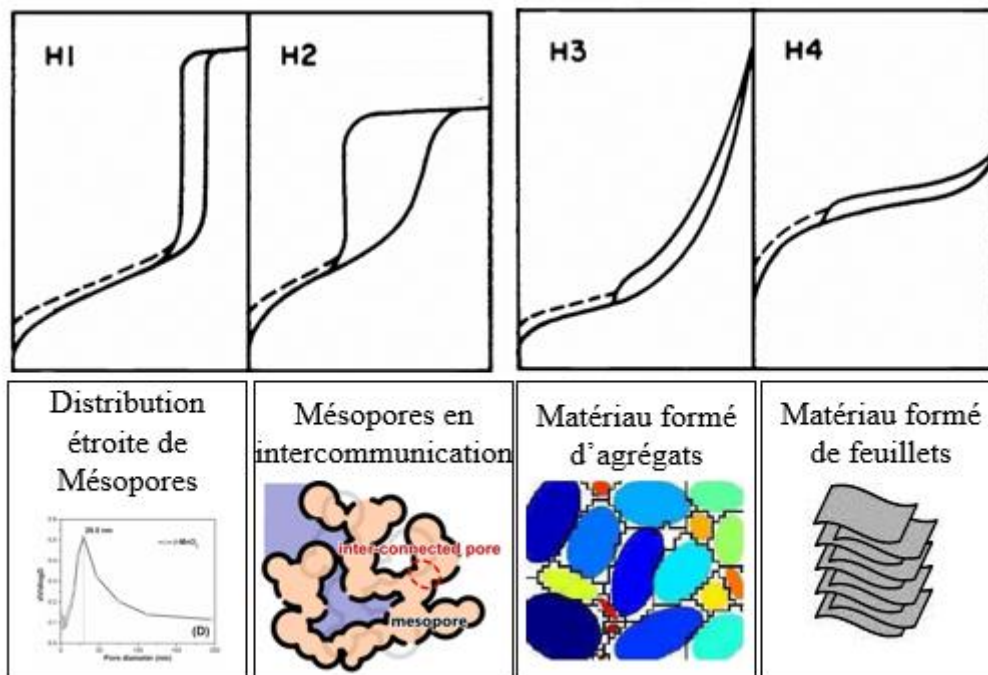


Figure 2-1 : Lien entre la microstructure du matériau et l'hystérésis observée

La microstructure du matériau étudié influence le type de boucle d'hystérésis que présentent ses courbes isothermes d'adsorption et de désorption. La figure 2-1 présente la classification proposée par l'IUPAC. Ainsi, les matériaux caractérisés par des agglomérations compactes de sphères ou cylindres organisés de manière régulière, et donc des distributions étroites de mésopores permettent d'obtenir des boucles hystérésis de type H1 [204]. Le type H2 apparaît dans les matériaux tels que les gels oxydes inorganiques et les verres poreux, composés de réseaux interconnectés de mésopores. La boucle H3 est caractéristique des matériaux dont la microstructure est majoritairement composée par des pores capillaires, comme les argiles montmorillonite [205]. Les boucles de type H4 sont observées dans les matériaux microporeux

et nanoporeux composés de feuillets, tels que le charbon actif, où il se produit une physisorption multicouche et une condensation capillaire [205].

La porosité est l'une des propriétés majeures qui contrôlent l'adsorption d'un matériau poreux, et sa valeur détermine les courbes isothermes d'adsorption et de désorption. Le phénomène d'hystérésis observé dépend donc de la porosité, tant par son amplitude que ses valeurs limites (teneur en eau à saturation et teneur en eau résiduelle).

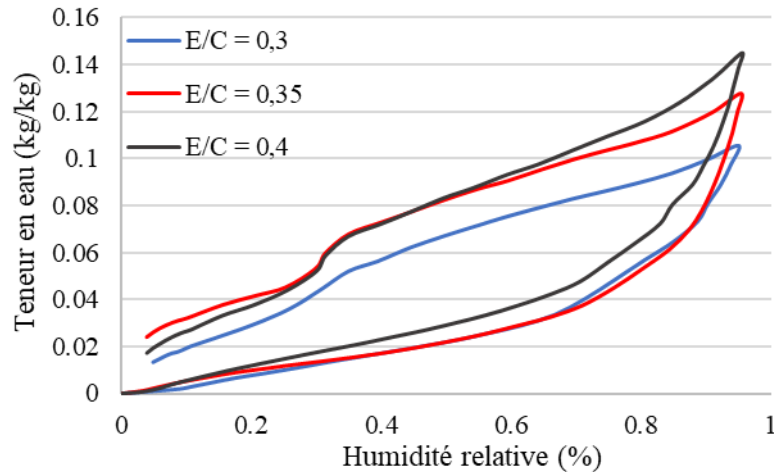


Figure 2-2 : Isothermes d'adsorption et de désorption d'eau pour une pâte de ciment avec trois rapports E/C différents [17]

Les isothermes d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau des matériaux cimentaires sont grandement influencées par leur porosité, comme le montre la figure 2-2. Elle montre les courbes isothermes pour trois pâtes de ciment caractérisées par trois rapports eau sur ciment (E/C) différents, donc trois porosités différentes. En effet, la porosité dépend fortement du rapport eau sur ciment (E/C) car il gouverne l'espacement initial des grains de ciment [206].

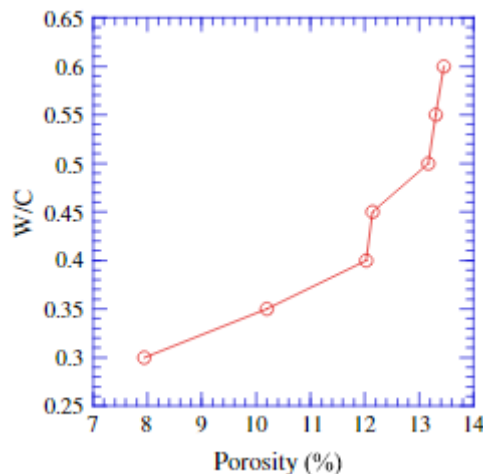


Figure 2-3 : Influence du rapport E/C sur la porosité accessible à l'eau [211]

Pour un rapport E/C élevé, les grains de ciment sont plus éloignés, l'eau est en excès par rapport au ciment et une grande partie de cette eau n'hydratera pas le ciment et formera des pores capillaires plus gros. En revanche, pour des faibles rapports E/C, les grains de ciment sont plus rapprochés et l'eau réagit mieux, les capillaires seront donc plus petits [207]. La diminution du

rapport E/C diminue la taille des pores capillaires, mais aussi leur nombre [206]. La porosité accessible à l'eau est donc proportionnelle au rapport E/C, comme le montre la figure 2-3.

Plus la porosité est élevée, plus la teneur en eau à saturation est élevée. Aux basses humidités relatives, les différentes courbes isothermes ne présentent pas une différence significative, mais aux humidités relatives élevées, l'écart entre les trois courbes se creuse car les pores capillaires interviennent. La porosité est donc une propriété déterminante à prendre en considération dans toute étude du phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption d'eau.

Les bétons légers sont généralement composés de ciment et d'agréats légers, et leur cinétique d'adsorption et de désorption d'eau dépend de la nature et du ratio des agrégats incorporés. Quand les agrégats ne sont pas hygroscopiques, les bétons légers ont le même comportement hydrique que des bétons normaux ou des pâtes de ciment, à la différence près que la teneur en eau à saturation est beaucoup plus faible dans le cas des bétons légers (figure 2-4).

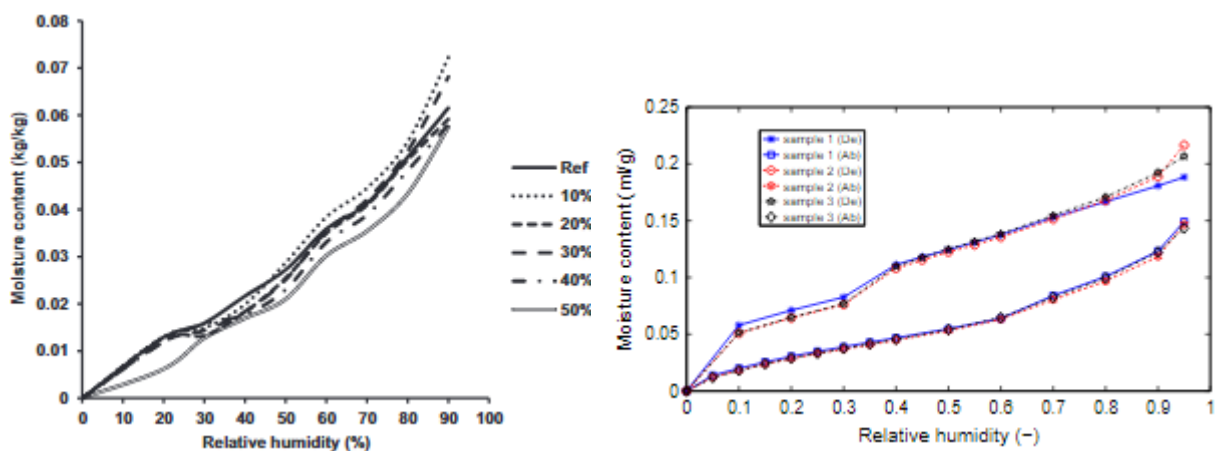


Figure 2-4 : Isothermes d'adsorption et de désorption. a) Béton avec polypropylène [208] ; b) Pâte de ciment [209]

L'étude de l'hystérésis d'adsorption et de désorption d'eau dans le béton de polystyrène nécessite donc le passage par une description fine de sa microstructure, et plus spécifiquement la porosité accessible à l'eau et la distribution de la taille des pores.

2. Matériaux et méthodes utilisés

Les précédents travaux sur les bétons légers se concentrent principalement sur la caractérisation des matériaux avec ajout de polystyrène et l'évaluation de leur durabilité à l'échelle macroscopique seulement. En fait, il est nécessaire d'étudier les mécanismes à l'échelle microscopique pour comprendre le comportement macroscopique. De plus, le matériau étudié est multiphasique et hétérogène, et une étude microstructurale est nécessaire pour comprendre les interactions entre les différentes phases.

Dans ce contexte, Bouvard et al. [104] ont évalué les performances mécaniques et thermiques d'un béton de polystyrène, en plus de sa microstructure. Ils ont utilisé la micro-tomographie aux rayons X pour observer les différentes phases du matériau avec une résolution de 40 μm par voxel. Lanzon et al. [105] ont également utilisé la micro-tomographie aux rayons X pour mesurer la porosité d'un mortier avec des déchets de polystyrène expansé et de pneus, avec une taille de voxel de 7,93 μm . Ils ont observé les différentes formes de porosité (ouverte et fermée) mais ils ne pouvaient pas distinguer entre le polystyrène et la porosité en raison de la nature non

absorbante du polystyrène pendant le passage des rayons X. Ils ont également considéré le polystyrène comme une porosité ouverte, même si le polystyrène expansé a une structure porale intérieure fermée.

La porosité accessible à l'eau des bétons avec polystyrène est extrêmement complexe à déterminer. En effet, la mesure à l'aide de la norme NF P18-459 mentionne qu'elle n'est pas adaptée aux bétons de granulats légers, et les mesures à l'aide de scans aux rayons X ne différencie pas entre la porosité et les billes de polystyrène qui sont hydrophobes. Chikhi et al. [210] a étudié un béton avec ajout de copeaux de polystyrène, et a mesuré la porosité totale, sans distinguer le polystyrène, estimée à 60%. Lanzon et al. [105] ont mesuré la porosité totale d'un mortier avec polystyrène expansé, égale à 23%.

Peu de chercheurs se sont intéressés à l'adhérence entre les billes de polystyrène et la matrice de ciment, et ils ont obtenus des résultats différents quant au type de l'interface ciment/polystyrène. D'une part, Laukaitis et al. [106] dont le matériau étudié était un mélange de ciment et de granulats de polystyrène hydrophilisés, ont assuré que les billes de polystyrène adhéraient parfaitement à la matrice de ciment. De même, Lanzon et al. [105] ont étudié un béton léger composé de ciment, de marbre broyé et de déchets d'EPS, et ont montré la bonne adhérence entre le polystyrène et le ciment. Contrairement à ces derniers, Fathi et al. [107] ont incorporé des billes de polystyrène expansé, des pierres de scorie et des nanoparticules de silice à du ciment, et ont soutenu qu'il existe une zone de transition entre les deux phases qui n'adhèrent pas du tout.

Il est alors important de décrire les matériaux cimentaires à base de polystyrène et les interactions entre leurs différentes phases à une échelle mésoscopique, afin de comprendre leur comportement au niveau macroscopique. Il est également crucial de maîtriser les réactions et les variations du matériau sous des charges hygrothermiques à une échelle locale. Toutefois, le polystyrène expansé étant hydrophobe, les sollicitations hydriques n'auront qu'un faible impact sur les variations dimensionnelles du béton de polystyrène. Ainsi, l'impact de chargements hydriques sur le béton de polystyrène ne seront pas abordés.

2.1. Matériaux d'intérêt

Le matériau étudié est un mortier avec polystyrène (figure 2-5.a) composé de ciment et d'agrégats de polystyrène expansé (figure 2-5.b), mélangés avec de l'eau en respectant un rapport massique eau/(ciment + polystyrène) de 0,32 (Tableau 6). Le ciment utilisé est de type CEM II et les granulats sont des billes de polystyrène expansé dont les diamètres varient entre 2 et 3 mm. La masse volumique mesurée du mortier de polystyrène obtenu est 540 kg/m^3 .

Tableau 6 : Composition du mortier de polystyrène

Matériau	Ratio volumique
Ciment	30%
Billes de polystyrène	53%
Eau	17%

Les billes de polystyrène expansé ont une forme sphérique et sont très poreuses, car elles contiennent 98% d'air et seulement 2% de polystyrène. Le polystyrène expansé est un matériau thermoplastique et hydrophobe caractérisé par une structure à pores fermés et une très faible

densité (entre 20 et 30 kg/m³ [126]). Il a une résistance mécanique très faible en raison de sa microstructure spécifique et de sa grande porosité, qui résultent du processus d'expansion qu'il a subi durant sa fabrication. L'objectif principal des billes de polystyrène expansé est d'améliorer les propriétés d'isolation thermique et acoustique, et elles sont principalement utilisées comme matériaux de remplissage. Les matériaux à base de polystyrène expansé ne peuvent pas être utilisés comme matériaux porteurs, par exemple la résistance à la compression du mortier de polystyrène dans notre cas n'est que d'environ 5 MPa.



Figure 2-5 : Matériaux utilisés: a) mortier d'EPS; b) Billes de polystyrène expansé

2.2. Techniques expérimentales

Dans ce chapitre, nous avons utilisé des techniques récentes afin de mener une investigation microstructurale poussée du mortier d'EPS. Dans ce qui suit, une description de ces techniques et de leur principe d'utilisation sera faite.

2.2.1. Micro-tomographie aux rayons X

La Micro-tomographie aux rayons X est un outil récent très puissant de plus en plus utilisé ces dernières années [127], puisqu'elle permet la caractérisation de la microstructure réelle de matériaux poreux sans les endommager [128].

C'est une technique d'imagerie non destructive qui consiste à reconstruire le volume 3D d'un échantillon à partir d'une série de radiographies 2D. Elle a été développée et utilisée en premier lieu dans le domaine médical, puis dans l'industriel afin de réaliser des contrôles non destructifs et de faire des mesures dimensionnelles. Aujourd'hui, elle permet d'obtenir des images à des résolutions de l'ordre du micromètre, ce qui explique son utilisation fréquente dans le domaine de la science des matériaux.

La tomographie aux rayons X est basée sur la loi de Beer-Lambert qui donne, pour un faisceau d'énergie de photons E , le nombre de photons transmis N_1 en fonction du nombre de photons

incidents N_0 . Le rapport entre N_1 et N_0 dépend du coefficient d'absorption μ des matériaux le long du trajet S :

$$\frac{N_1(E)}{N_0(E)} = \exp\left(-\int \mu(S)dS\right) \quad (54)$$

Le coefficient d'absorption dépend de la position le long du trajet, et c'est cette variabilité qui crée le contraste observé en radioscopie d'absorption des rayons X. Ainsi, chaque point d'un détecteur placé derrière un objet traversé par des rayons X recevra un nombre de photons qui dépend du chemin traversé, et le rayonnement transmis est enregistré par le détecteur. Cet enregistrement représente une radiographie d'une tranche du matériau analysé. Par la suite, la source et le détecteur tournent autour de l'échantillon (figure 2-6), permettant la récupération d'un ensemble d'images 2D, suivant des orientations multiples dont le nombre et le pas varient selon le type de l'appareil et la finesse de la résolution. Grâce à un algorithme de reconstruction, les images 2D permettent la reconstruction d'une image 3D de l'échantillon. Une image numérique est ensuite calculée puis reconstruite mathématiquement en niveaux de gris ou de couleurs dont chacun traduit le coefficient d'atténuation local du faisceau incident. [129]

La tomographie à rayons X permet donc d'accéder au cœur de la matière pour en apprécier les variations d'absorptions radiologiques et les différences de composition. Elle permet également de localiser très finement toute hétérogénéité, singularité, vide ou inclusion présents dans l'échantillon.

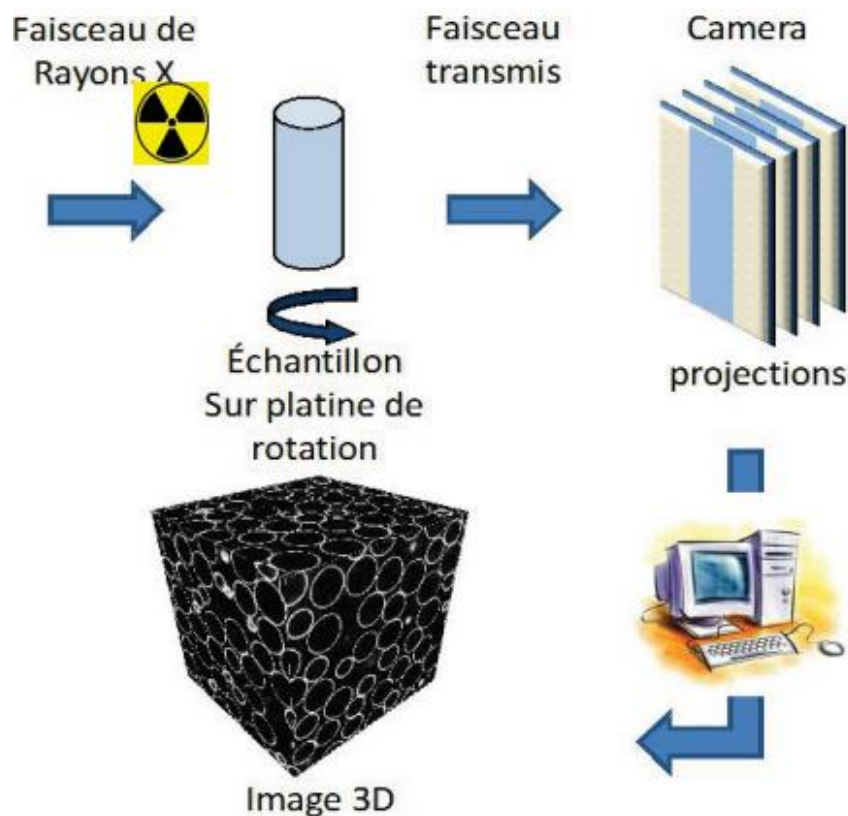


Figure 2-6 : Principe de la micro-tomographie à rayons X

La tomographie aux rayons X peut utiliser de nombreuses géométries, telles que la géométrie en faisceaux parallèles ou en faisceau conique, et cette dernière est la plus répandue (figure 2-

7). Cette dernière s'est considérablement développée en laboratoire depuis les années 2000, la taille de la machine étant raisonnable.

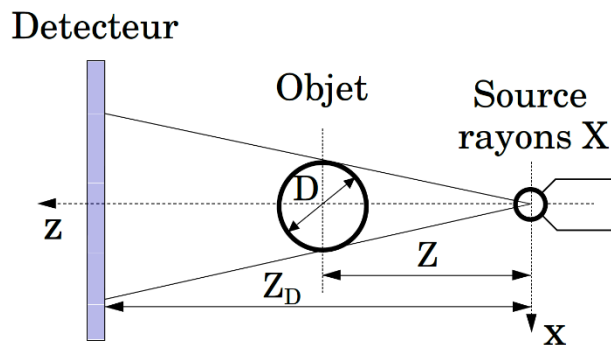


Figure 2-7 : Géométrie en faisceau conique [130]

Lorsque les temps d'acquisition sont compatibles avec les vitesses de certains phénomènes physiques, la tomographie peut conduire à des mesures dynamiques pour suivre, par exemple, l'évolution d'un matériau soumis à des contraintes mécaniques ou thermiques.

L'appareil disponible au LMT-Cachan est un tomographe X50 (figure 2-8) qui offre un excellent équilibre entre la puissance et l'espace sensible et peut gérer des échantillons dont les dimensions vont jusqu'à 30 cm [131]. Il dispose d'une source de rayons X, une platine de rotation sur laquelle l'échantillon à scanner est fixé et enfin un détecteur de rayons X. Ce dernier est relié à une centrale d'acquisition et à un ordinateur avec un logiciel qui permet la reconstruction et la visualisation en 3D de l'échantillon scanné.



Figure 2-8 : Tomographe à rayons X utilisé au LMT Cachan

Généralement, l'échantillon à scanner reste dans le champ de vision du détecteur, quel que soit l'angle de rotation. Dans le cas où des résolutions plus élevées sont utilisées, ou pour réaliser des essais qui ne peuvent pas toujours solliciter des petits volumes, la tomographie dite « locale » apparaît comme une alternative idéale. La différence réside dans le fait que l'échantillon à scanner est de plus grande taille que le champ de vision du détecteur, et les radiographies enregistrées dans ce cas seront celles d'un sous-volume situé au niveau de l'axe

de rotation du plateau. Cette technique présente l'inconvénient de perturber la reconstruction de la zone d'intérêt par des hautes fréquences à moyenne nulle, mais malgré cela, elle reste très utile lors d'essais mécaniques in-situ par exemple. La qualité des reconstructions 3D dans ce cas va dépendre de l'environnement de l'échantillon (homogénéité, centrage), et du rapport entre la zone vue et la taille de l'échantillon.

Dans cette étude, la micro tomographie aux rayons X sera utilisée pour évaluer la porosité du matériau. Dans la littérature, les précédentes études n'ont pas réussi à mesurer exactement la porosité des matériaux à base de polystyrène. En effet, la porosimétrie à l'eau ou au mercure [115] ne peut pas fournir la valeur précise de la porosité en raison de la structure poreuse fermée du polystyrène expansé, de sa nature hydrophobe et de sa compressibilité. Avec la micro-tomographie aux rayons X, il est certes difficile de le faire en raison de la faible absorption des rayons X du polystyrène qui apparaît sous forme de vides, et peut être mépris pour de la porosité. Cependant, associé au traitement d'images adapté, il permet de différencier aisément la porosité du polystyrène.

Finalement, la micro-tomographie permettra de reconstituer tout le volume du matériau étudié, et de l'inclure directement dans des outils de simulation, pour mener des calculs sur la véritable microstructure du matériau.

2.2.2. Microscopie électronique à balayage

La Microscopie Electronique à Balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. En effet, l'observation du microrelief d'une surface est impossible à fort grandissement avec un microscope optique conventionnel.

C'est une technique puissante d'observation de la topographie des surfaces. Elle se base sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un faisceau d'électrons primaires qui balaie la surface à observer (figure 2-9). Pour caractériser la topographie et/ou la composition de la surface, la MEB utilise également les autres interactions des électrons primaires avec l'échantillon, comme l'émergence des électrons rétrodiffusés, l'absorption des électrons primaires ainsi que l'émission de photons X.

L'instrument permet de former un faisceau d'électrons quasi parallèle, très fin (jusqu'à quelques nanomètres). Les électrons sont fortement accélérés sous une différence de potentiel donnée, et l'appareil peut le focaliser sur la zone à examiner, et le faisceau électronique balaye la surface de l'objet progressivement. Lorsqu'un électron incident rencontre un atome de l'échantillon observé, il lui transfère une partie de son énergie, ce qui mène à l'émission d'électrons de faible énergie dits secondaires (figure 2-9). Des détecteurs d'électrons (secondaires, rétrodiffusés, absorbés...) permettent de recueillir les signaux pour produire une image agrandie de la matière. Etant donné que ces électrons sont émis à très faible profondeur, la moindre variation de la surface est détectée et permet d'obtenir une image très informative sur la topographie de l'échantillon.

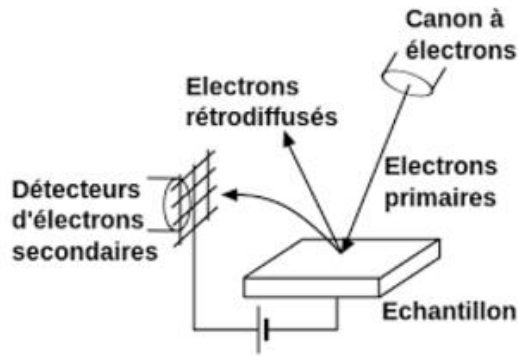


Figure 2-9 : Principe de fonctionnement d'un microscope électronique à balayage

Typiquement, comme le schématise la figure 2-10, un microscope électronique à balayage est constitué des éléments suivants :

- Une colonne maintenue sous vide
- Un canon à électrons composé d'une source et d'un dispositif de haute tension accélérateur des électrons
- Un ensemble de lentilles électroniques (les condenseurs) servant à former un faisceau fin et intense d'électrons
- Un condenseur final, généralement appelé « objectif », et un diaphragme de petit diamètre qui permet de focaliser le faisceau sur la surface à examiner
- Un dispositif de déflexion piloté par un générateur de balayage
- Une platine porte-objet mobile
- Un détecteur d'électrons (principalement secondaires) et un dispositif d'amplification du signal
- Un détecteur d'électrons rétrodiffusés et un détecteur de rayons X
- Un système de visualisation d'images couplé de manière synchrone au même générateur de balayage.

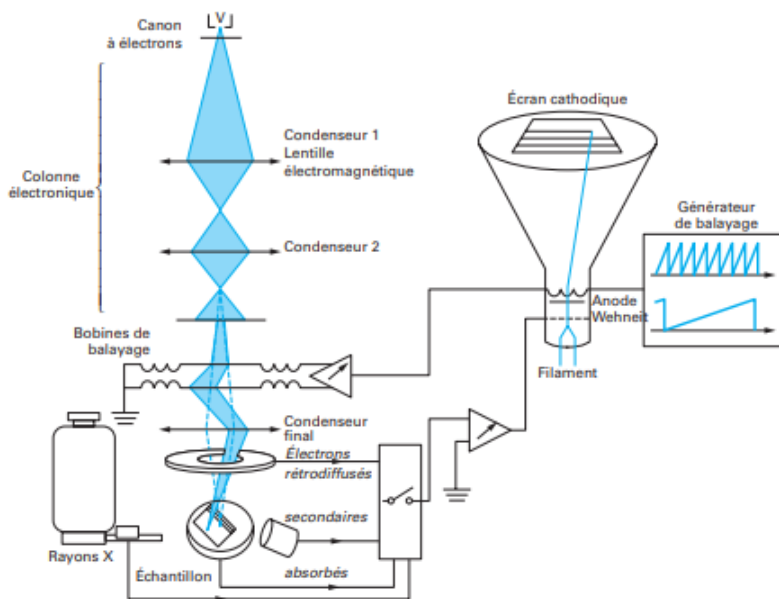


Figure 2-10 : Principe d'un microscope électronique à balayage [132]

Le microscope électronique à balayage utilisé au LMT Cachan [133] est un microscope Hitachi S-3400 N (figure 2-11). Il est facile d'utilisation et dispose de nouvelles améliorations. Il peut fonctionner en deux modes : Un mode vide poussé (high vacuum) qui garantit une résolution de 3 nm, et un mode pression variable (VP) unique qui permet d'observer des échantillons non conducteurs dans leur état naturel sans préparation d'échantillon (à une résolution moins bonne de 4 nm).



Figure 2-11 : Microscope électronique à balayage utilisé au LMT Cachan

Le microscope électronique à balayage sera utilisé pour l'observation de la structure des billes de polystyrène à haute résolution (jusqu'à 10 nm/pixel), qui ne peuvent pas être observées aux rayons X à cause de leur très faible densité. Des études antérieures ont étudié la structure des billes de polystyrène [115,124], mais à différentes résolutions. En plus de cela, la microscopie électronique à balayage permettra d'observer l'interface ciment/billes de polystyrène, et de voir s'il y a adhérence entre les deux composants ou non. Ces résultats sont complémentaires à la caractérisation par rayons X du mortier de polystyrène afin de mieux connaître la microstructure du matériau.

2.2.3. Microscope numérique

Les microscopes numériques sont des microscopes qui ne disposent pas d'oculaires, ni de détecteur. Ce dernier est remplacé par une caméra numérique qui remplit son rôle de détection. Les images sont affichées sur un écran ou un moniteur, transformant le poste de travail de microscopie en un poste de travail informatisé ergonomique.

Ces systèmes connaissent une popularité grandissante pour les tâches d'investigation, de documentation et d'analyse telle que les mesures 2D et 3D, dans les domaines de la production,

de l'assurance-qualité, de l'analyse des défaillances, de la recherche et du développement, ainsi que de la criminalistique. Les microscopes numériques trouvent aussi leur application dans les sciences de la vie.

Les microscopes sont accompagnés de logiciels qui appuient les utilisateurs et leur facilitent le travail. Ils permettent de réduire des opérations complexes à de simples clics. Ils offrent généralement plusieurs fonctionnalités, comme l'acquisition d'images et de piles d'images, l'affichage et l'analyse de données 2D et 3D, l'enregistrement de tous les détails des images et la création de rapports complets.

Le microscope numérique disponible au LMT Cachan (figure 2-12) est un instrument de type KEYENCE VHX-2000. C'est un appareil qui permet une observation de très grande profondeur offrant une haute résolution et une profondeur de champ inégalée, permettant ainsi d'inspecter des éléments impossibles à observer avec un microscope optique normal.

Il dispose de plusieurs fonctions qui permettent la mesure 2D et 3D de distances, rayons et surfaces, mais également d'un outil de visualisation en 3D qui permet d'obtenir la topographie de la surface.

L'appareil est composé d'un microscope relié à un ordinateur spécifique pour l'acquisition des données, avec un clavier doté de touches spéciales et d'une manette qui permet le pilotage de l'objectif (figure 2-12). Le microscope est constitué des éléments ci-dessous :

- Platine XYZ motorisée à haute résolution et haute vitesse
- Caméra CMOS à haute sensibilité et haute vitesse à 50 images par seconde, avec un mécanisme de décalage des pixels qui offre une observation à haute résolution intuitive. Cette capacité permet aussi un déplacement rapide de la platine XYZ
- Moteur compact à couple élevé équipé des dernières technologies pour améliorer la vitesse de déplacement et la capacité de charge de la platine
- Capteurs triple R intégrés qui permettent la reconnaissance automatique de l'objectif et du grossissement



Figure 2-12 : Microscope numérique « KEYENCE » utilisé au LMT Cachan

Le microscope KEYENCE sera utilisé pour étudier l'effet des charges thermiques sur le comportement morphologique du mortier polystyrène. Il servira également à l'observation de la structure des billes de polystyrène non visibles au tomographe ni au microscope électronique à balayage.

3. Démarche expérimentale et numérique

Dans ce volet, nous allons expliquer la démarche expérimentale suivie afin de caractériser le mortier d'EPS à l'échelle microscopique ainsi que les outils numériques utilisés pour le traitement des données obtenues expérimentalement. On commencera par les reconstructions 3D des volumes réalisées grâce au tomographe, puis la démarche numérique entreprise pour exploiter les images tomographiques et en extraire les différentes phases composant le matériau, grâce à des logiciels de traitement d'images. Ensuite, nous décrirons la préparation des échantillons avant leur observation au microscope électronique à balayage, et finalement, nous présenterons le protocole de l'essai d'exposition du matériau aux sollicitations thermiques.

3.1. Reconstruction des volumes

Afin d'obtenir les images 3D qui constitueront les données expérimentales à exploiter par la suite, quatre échantillons de différentes tailles et formes ont été scannés au tomographe à rayons X avec différentes résolutions. Les conditions environnementales dans le tomographe étaient toujours de 25°C et 50% d'humidité relative.

Dans le tomographe, les échantillons sont fixés sur une tige qui leur garantit une position optimale face à la source de rayons X avant de les placer sur la platine de rotation. On passe ensuite au réglage des paramètres de l'appareil, qui consiste à ajuster la tension et le courant de l'anticathode, régler la position de la tige et déterminer le nombre de projections de faisceau que l'on souhaite réaliser.

Les paramètres de réglage du tomographe varient en fonction de la taille des échantillons et de la résolution qu'on cherche (tableau 7). La taille du voxel traduit la résolution choisie, plus la taille du voxel est petite, plus la résolution est bonne.

La tige où l'échantillon est fixé doit être placée de manière à assurer que l'axe passant par le centre de l'échantillon soit immobile et reste à une position identique lors de la rotation de la tige au cours de l'acquisition. Pendant l'analyse, l'échantillon fixé sur la tige va effectuer une rotation de 360° afin de capturer toute la surface avec précision.

Dans le cas où l'échantillon se déplace durant sa rotation, la largeur du faisceau de rayons X incident devra être beaucoup plus importante pour scanner tout l'échantillon quelle que soit sa position, et la qualité de l'image 3D reconstruite sera moins bonne.

La durée du scan tomographique dépend de la résolution choisie, et par conséquent de la taille de l'échantillon scanné. Une fois que l'analyse est effectuée, l'appareil doit être calibré par rapport aux dimensions de l'échantillon scanné, à l'aide d'une règle graduée.

Tableau 7 : Dimensions des échantillons scannés aux rayons X et paramètres du tomographe

Echantillon	Dimensions	Taille du voxel (μm)	Voltage (kV)	Courant (μA)	Projections
S1	18x18x18mm ³	20.4	70	200	1200
S2	9x9x9mm ³	10.3	70	200	1200
S3	7.7x9.7x8.7mm ³	10.4	70	200	1200
S4	18x19x17mm ³	17.6	70	200	1000

Il est ensuite possible d'obtenir les volumes reconstitués des échantillons en utilisant le logiciel efX compatible avec le tomographe X50 utilisé. C'est un logiciel intuitif, rapide et complet disposant de fonctionnalités uniques, qui permet un processus de reconstruction en 5 étapes. Son interface le rend facile d'utilisation, et il dispose d'un large éventail de formats d'entrée pour les données.

On peut ainsi obtenir les images 3D des volumes des quatre échantillons, avec plusieurs résolutions différentes. Chaque volume reconstitué contient plusieurs pixels dans chaque direction. Un voxel est défini comme 1x1x1 pixel³. On a choisi de tester plusieurs tailles d'échantillons car on n'a pas encore déterminé le Volume Élémentaire Représentatif. Il a fallu trouver un compromis entre une taille assez grande pour assurer le VER, et une taille assez réduite pour assurer une haute résolution. En effet, plus l'échantillon scanné au tomographe est grand, plus la résolution utilisée sera faible et on ne pourra pas atteindre tous les détails du matériau.

3.1.1. Identification des phases

Après avoir obtenu les reconstructions des volumes 3D des échantillons, il faut effectuer un post-traitement adéquat pour d'abord séparer les phases du béton de polystyrène, et pouvoir par la suite faire les calculs désirés.

En général, la séparation des phases sur les images tomographiques se fait par une simple opération de segmentation d'images [135]. La segmentation d'images est une opération fondamentale en traitement d'images, qui consiste à partitionner l'ensemble des pixels de l'image en différents groupes suivant des critères bien définis. Il existe plusieurs méthodes pour segmenter les images, notamment la segmentation des niveaux de gris, qui consiste à faire une segmentation de l'histogramme des niveaux de gris en faisant un seuillage des pixels en fonction de leur intensité. Ainsi, si par exemple on fixe le seuil de segmentation à 60, tous les pixels dont le niveau de gris est inférieur à 60 seront considérés comme une seule phase 1, et tous les pixels dont le niveau de gris est supérieur à 60 constitueront la phase 2.

Dans le cas du matériau étudié, les billes de polystyrène et la porosité sont représentées par des pixels au même niveau de gris, car les billes sont constituées à 98% d'air et apparaissent comme des vides. Après la segmentation, elles apparaîtront donc comme une seule et même phase. Et la séparation des phases sera faussée. Il a donc fallu identifier les billes et les différencier de la porosité autrement qu'en effectuant une segmentation des niveaux de gris. Quelques alternatives se sont présentées, explicitées ci-dessous.

- Densification des billes de polystyrène

La difficulté à différencier les billes de polystyrène de la porosité vient de leurs densités qui ont des valeurs quasiment égales. Ainsi, augmenter la densité des billes permettrait leur apparition distincte et réglerait le problème. L'utilisation par exemple d'une peinture magnétique sur les billes avant le gâchage du mortier pourrait nous aider à différencier les billes des pores. La peinture étant chargée en particules métalliques, elle sera de densité largement supérieure à celle des billes, et apparaîtra beaucoup plus claire après le passage des rayons X. Dans ce cas-là, on ne résout pas vraiment le problème puisque la peinture permettra de densifier uniquement le contour des billes et pas l'intérieur. En effet, les billes d'EPS sont caractérisées par une porosité fermée et rien ne peut pénétrer à l'intérieur. Par conséquent, uniquement les contours apparaîtront avec un niveau de gris différent et la segmentation ne détecterait pas les volumes des billes. De plus, l'utilisation d'une peinture risquerait de changer les contacts aux interfaces entre les billes de polystyrène et le ciment, et le matériau ne se comporterait pas de la même manière.

- Utilisation d'un logiciel de traitement d'images adéquat

Il existe une multitude de logiciels de traitement d'images, qui disposent de différentes fonctionnalités et permettent plusieurs opérations morphologiques et de calcul. L'utilisation d'un logiciel qui serait capable de réaliser une isolation des billes une à une réglerait le problème de manière précise. En effet, si on arrivait à définir les billes sur les images 3D comme étant une phase différente de la porosité, il suffirait d'une segmentation sur les phases restantes (porosité et matrice cimentaire) qui ont des densités très différentes, et donc qui apparaîtront de couleur différente, et on arriverait à identifier aisément chaque phase à part. Cette méthode est précise et donne une bonne estimation de la porosité. Toutefois, elle est longue et laborieuse puisque l'identification des billes d'EPS se fait manuellement.

Au vu des différentes alternatives qui se sont présentées à nous, nous avons choisi la dernière, car elle se révèle être la plus précise et nous donnera une réelle estimation de la porosité, malgré la longue durée nécessaire aux calculs. Nous avons opté pour le logiciel « Avizo », qui est parfaitement adapté pour l'objectif fixé, et qu'on va présenter ci-après.

3.2. Avizo

Avizo est un logiciel de traitement d'images qui permet la visualisation et l'analyse 3D de données scientifiques, et permet de faire des calculs interactifs sur des données 3D et d'obtenir une représentation visuelle significative [136]. Il est parfaitement adapté à la caractérisation des matériaux cimentaires, grâce à des traitements d'images tomographiques 3D (figure 2-13).

Avizo permet de sélectionner les billes de polystyrène et de les identifier comme une phase séparée, puis de définir la porosité comme une phase à part en utilisant un outil de seuillage, qui est une méthode simple de segmentation en niveaux de gris [138].

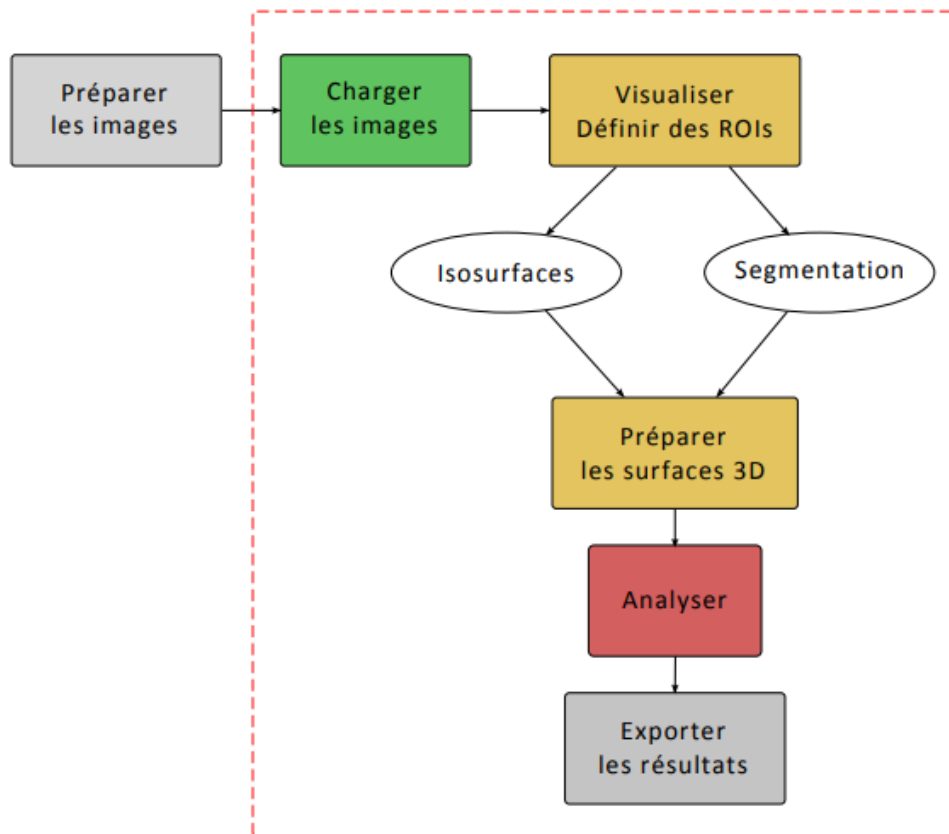


Figure 2-13 : Protocole de traitement des données sur Avizo [137]

Pour pouvoir identifier les billes une à une, le logiciel présente une interface qui affiche 4 écrans où on peut voir la vue en 3D de l'échantillon, et trois plans suivant les trois directions qui correspondent à l'endroit que l'on choisit, et qu'on prend généralement comme correspondant au centre de la sphère représentant la bille (figure 2-14). Ceci permet de retrouver la bille dans les trois plans (x, y, z) et de parcourir également tout le volume de l'échantillon pour identifier toutes les billes une à une.

Après avoir sélectionné la bille dans les trois plans, on peut étendre la zone de sélection à partir d'un point de contrôle défini à la souris (figure 2-14). Les paramètres de tolérance de l'outil utilisent le contraste de l'image pour contraindre le contour à ne pas dépasser les limites de la bille.

Il faut ainsi faire de même pour toutes les billes présentes dans l'échantillon. Il est aisé de les différencier des pores par leur forme parfaitement sphérique et leur diamètre compris entre 1 et 3 mm, et la difficulté de la méthode réside surtout dans le temps et l'effort laborieux qu'elle prend. A la fin de cette opération, on arrive à obtenir les volumes de toutes les billes comprises dans l'échantillon, comme on peut le voir dans la figure 2-15.

Parmi les nombreuses opérations dont il dispose, Avizo permet le calcul de la fraction volumique de chaque phase. On peut ainsi obtenir le calcul de la porosité (fraction volumique des pores présents dans la matrice cimentaire) et la macroporosité fermée (fraction volumique des billes de polystyrène).

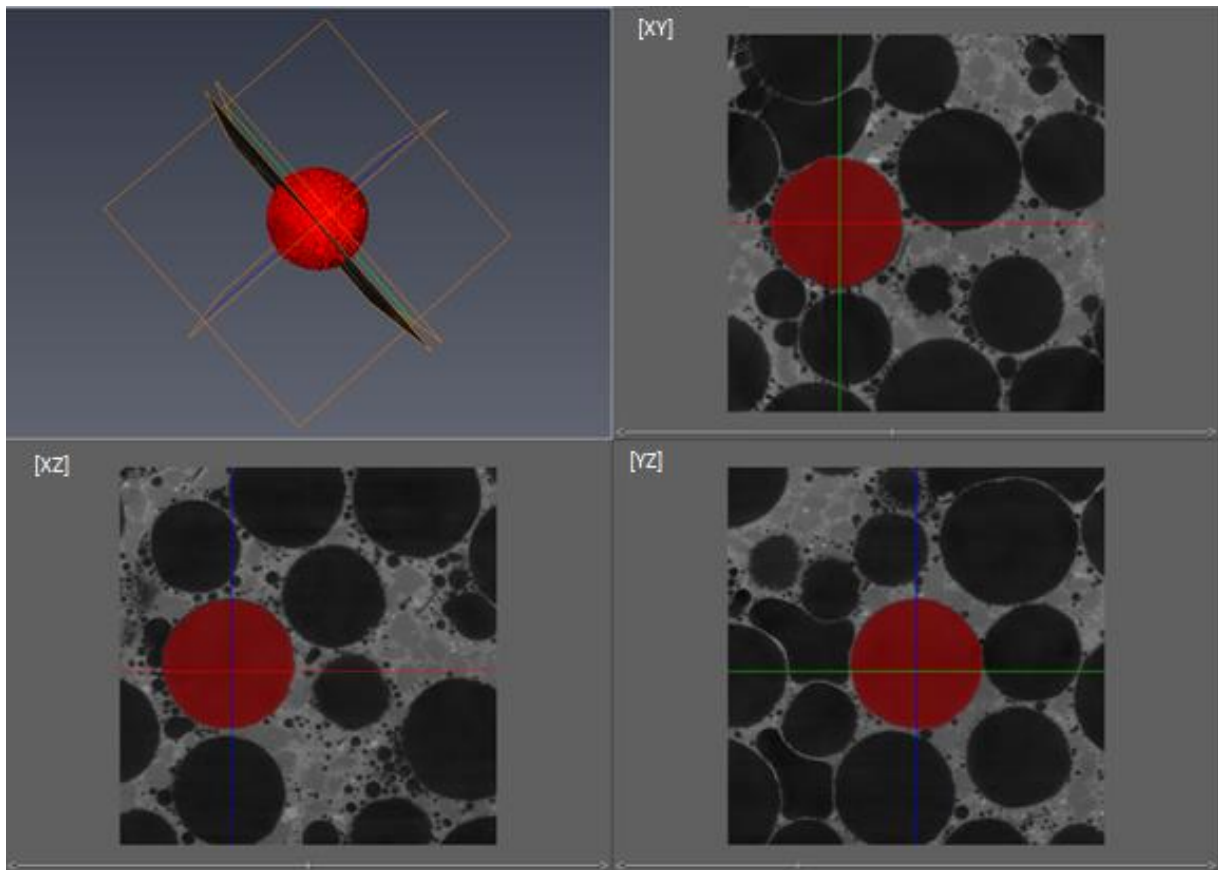


Figure 2-14 : Interface du logiciel Avizo et identification d'une bille dans les trois plans

Avizo contient aussi une fonctionnalité qui lui permet de sélectionner des sous volumes dans le volume initial de l'échantillon scanné au tomographe et d'effectuer des calculs sur ces sous-volumes. Ceci aide à la détermination du Volume Élémentaire Représentatif, qui est obtenu à travers des calculs de la porosité sur des volumes cubiques progressivement croissants.

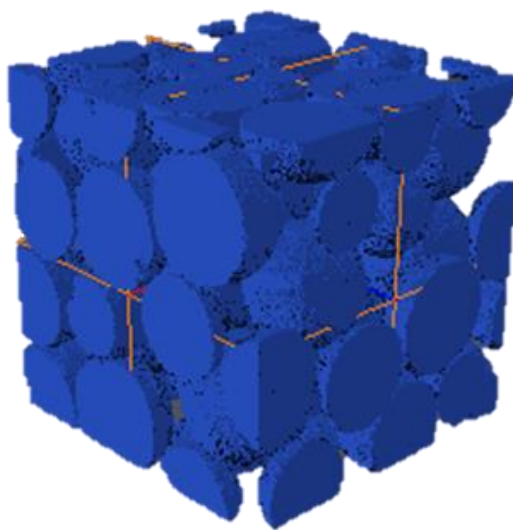


Figure 2-15 : Ensemble des billes comprises dans un échantillon après leur sélection sur Avizo

3.3. iMorph

iMorph, un autre logiciel de traitement d'images [139], a également été utilisé, car il possède d'autres options avancées non disponibles dans Avizo. C'est un logiciel d'analyse d'images 3D multiplateforme qui permet la caractérisation morphologique des milieux poreux et plus précisément des matériaux cellulaires. Il dispose d'outils de caractérisations macroscopiques et fournit les calculs de porosité, de tortuosité et de surface spécifique. À l'échelle des pores, des méthodes automatiques d'extraction de cellules donnent accès à une analyse de forme et d'orientation. iMorph donne également une description topologique en générant des graphiques pour des phases solides ou fluides. Son interface d'utilisation est intuitive et peut être utilisée par des débutants en traitement d'images.

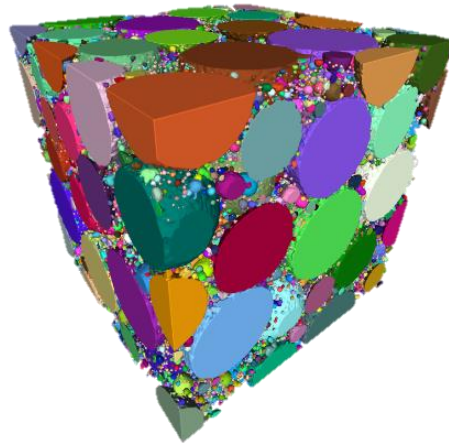


Figure 2-16 : Isolation des vides (Porosité + billes d'EPS) sur iMorph

Bien qu'il ne puisse pas différencier entre les billes de polystyrène et la porosité, il peut toutefois fournir la valeur totale des vides, incluant les deux phases citées précédemment (figure 2-16). Ainsi, il permet aussi la visualisation de la phase cimentaire seule, puisqu'elle est facilement détectable par segmentation de niveaux de gris (figure 2-17). De plus, il permet d'obtenir la distribution de la taille des pores et l'évolution de la porosité dans chaque direction (x , y , z). Cette dernière est calculée de telle sorte que, dans chaque direction (x , y , z), la porosité sera calculée dans tous les plans perpendiculaires à la direction choisie. Les détails de calcul seront explicités ci-après.

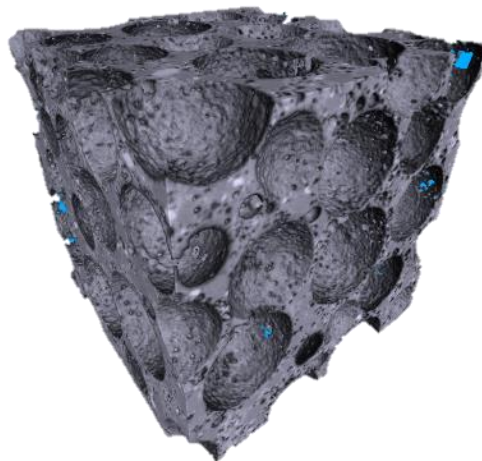


Figure 2-17 : Isolation de la matrice cimentaire sur iMorph

La porosité calculée sur iMorph est ensuite exprimée dans l'équation suivante :

$$P = \int_x \int_y \int_z \varphi(\text{air}) \, dx \, dy \, dz \quad (55)$$

La porosité locale dans une direction spécifique est également définie. Par exemple, la porosité locale suivant la direction x est la porosité surfacique calculée pour chaque section perpendiculaire à x, c'est-à-dire pour chaque section appartenant au plan (yz). Les porosités locales dans les directions x, y et z sont présentées dans les équations ci-dessous.

$$P(x) = \int_y \int_z \varphi(\text{air}) \, dy \, dz \quad (56)$$

$$P(y) = \int_x \int_z \varphi(\text{air}) \, dx \, dz \quad (57)$$

$$P(z) = \int_x \int_y \varphi(\text{air}) \, dx \, dy \quad (58)$$

IMorph sera utilisé pour obtenir la distribution de la taille des pores, et l'évolution de la porosité dans les trois directions de l'espace (x, y, z). On va également s'en servir pour le calcul du volume total des vides (porosité + billes de polystyrène) et comparer les résultats à ceux obtenus par Avizo.

3.4. ImageJ

ImageJ est un logiciel multiplateforme gratuit de traitement et d'analyse d'images développé par les National Institutes of Health [140,142].

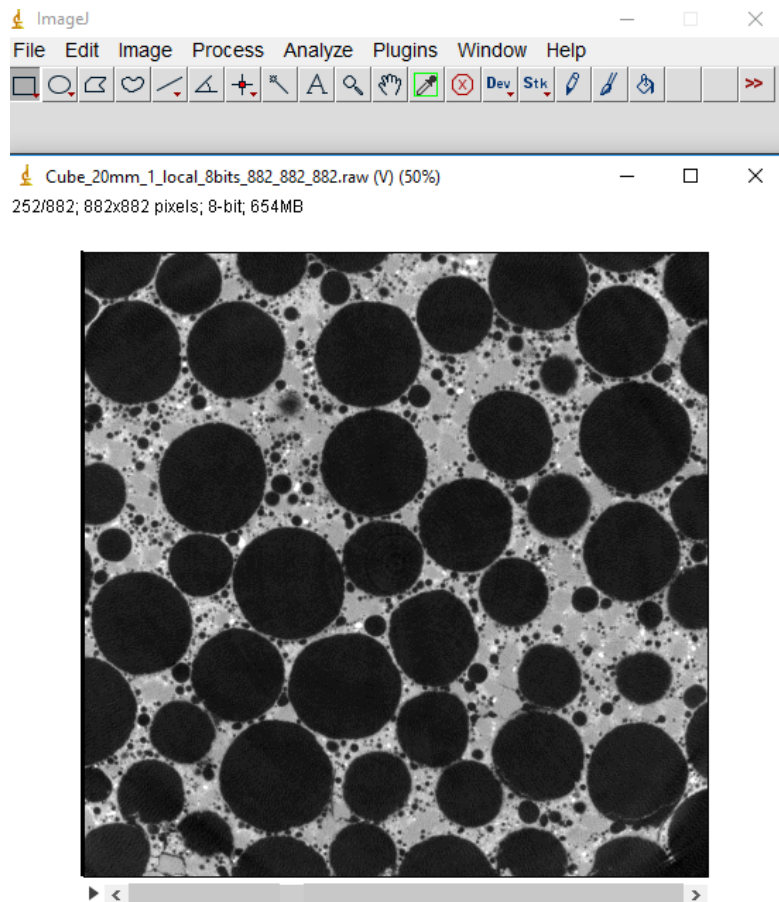


Figure 2-18 : Interface du logiciel ImageJ après importation des images 3D

Il dispose de plusieurs fonctionnalités, telles que la visualisation et l'ajustement de l'histogramme des niveaux de gris, le débruitage, la correction d'éclairage, la détection de contours, la segmentation par seuillage, et permet en plus l'ajout de nouveaux outils via des plug-ins et macros (figure 2-18).

ImageJ ne permet pas la différenciation entre les billes et la porosité, on va donc l'utiliser uniquement pour le calcul de la fraction volumique totale des vides présents dans l'échantillon, les billes étant considérées comme des vides. Le calcul sera fait par seuillage pour séparer la matrice cimentaire des vides, et le seuil choisi est fixé automatiquement par le logiciel, ce qui nous permet de comparer avec les résultats obtenus par les deux autres techniques (Avizo et iMorph) où le seuillage a été fait manuellement. L'histogramme des niveaux de gris de l'image en figure 2-18 est présenté en figure 2-19. Il montre deux pics correspondant aux deux phases qui constituent le béton de polystyrène. Le premier pic correspond aux voxels sombres qui représentent les vides et ont un niveau de gris inférieur à 60, et le second correspond aux voxels clairs (caractérisés par un niveau de gris supérieur à 120), qui représentent le ciment.

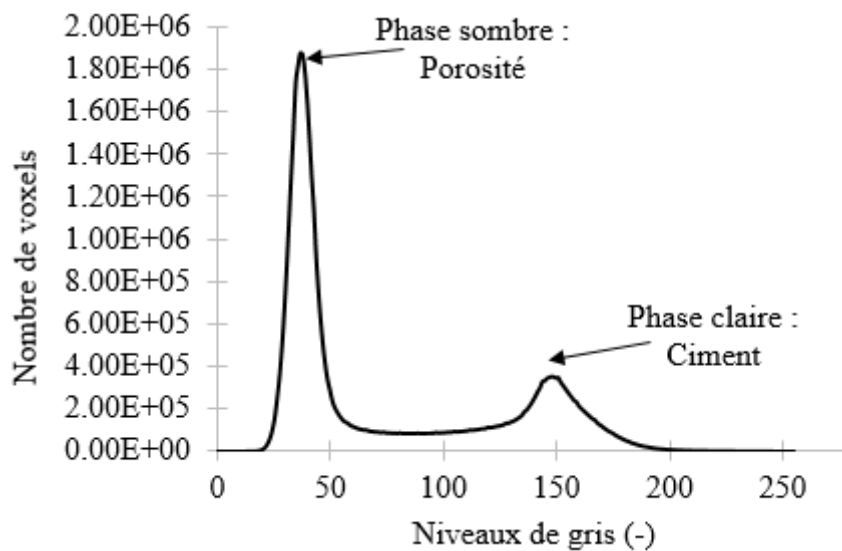


Figure 2-19 : Histogramme des niveaux de gris des images tomographiques de l'échantillon S4

3.5. Préparation de l'échantillon au MEB

Comme expliqué précédemment, la résolution du tomographe n'est pas assez élevée pour nous permettre de voir l'interface ciment/polystyrène. Le MEB nous permettrait ainsi d'investiguer l'interface ciment/polystyrène et d'observer la structure interne des billes à une haute résolution.

Avant de pouvoir passer un échantillon au microscope, on doit d'abord procéder à une métallisation de la surface. En effet, l'échantillon du matériau étudié est isolant et on doit le rendre conducteur aux électrons pour pouvoir observer à haute résolution. La métallisation consiste à effectuer un dépôt d'une fine couche de carbone ou d'or afin de rendre la surface de l'échantillon conductrice et d'éviter les phénomènes d'accumulation de charges électriques et ainsi l'apparition de zones lumineuses gênantes dans les images.

Le dépôt conducteur le plus souvent utilisé est le dépôt de carbone, qui permet de faire de l'imagerie mais également des analyses chimiques par EDS et WDS (respectivement

spectroscopie à rayons X par dispersion d'énergie et par dispersion de longueur d'onde). Le dépôt d'or quant à lui est plutôt préconisé pour l'imagerie aux plus forts grossissements.

Nous avons donc choisi de faire un dépôt de carbone car on voulait faire de simples observations qui ne nécessitaient pas un très fort grossissement. La préparation de l'échantillon a été faite grâce à un appareil de dépôt de carbone (figure 2-20) selon les étapes suivantes :

- Polissage de la surface de l'échantillon, pour que le dépôt de carbone soit uniforme sur toute la surface
- Mise sous vide de l'échantillon dans un dessiccateur spécial, jusqu'à une pression avoisinant les 10^{-2} bars
- Vaporisation d'un filament de carbone par passage d'un courant électrique élevé

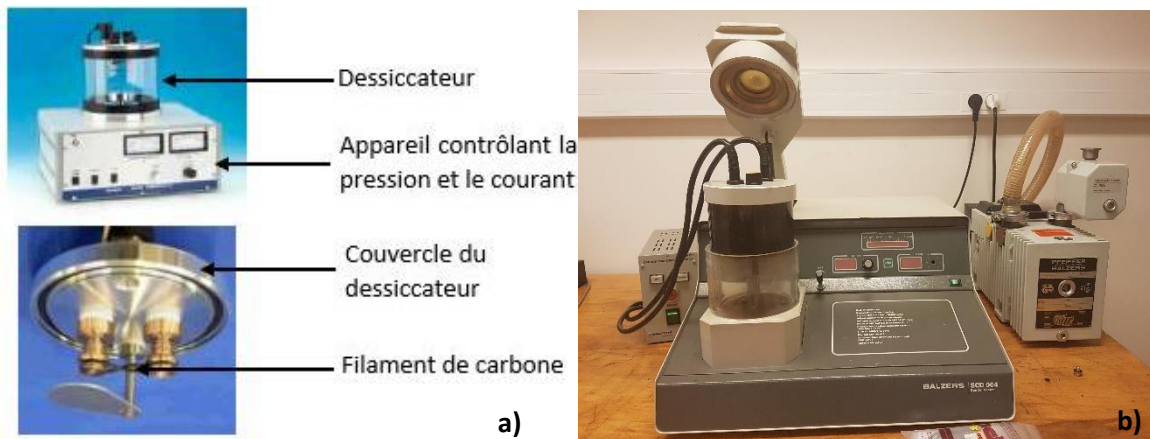


Figure 2-20 : Appareil pour le dépôt de carbone. a) Schéma ; b) Appareil utilisé au LMT

Pendant la vaporisation du filament de carbone, le courant nécessaire à la fixation du carbone produit un rayonnement de très grande intensité, ce qui fait que les billes de polystyrène (très peu résistantes puisque constituées de 98% d'air) se rétractent et se décollent de la matrice cimentaire qui les tient.

On décide donc de mettre un dépôt d'or, qui ne nécessite pas un rayonnement d'aussi grande intensité que le filament de carbone et qui pourrait ne pas altérer le matériau. Les étapes de la métallisation dans ce cas sont :

- Mise sous vide de l'échantillon dans l'appareil de dépôt
- Augmenter légèrement la pression avec introduction d'Argon
- Pulvérisation cathodique d'or par un champ électrique
- Répéter l'opération selon l'épaisseur de la couche d'or voulue

Les avantages du dépôt d'or sont qu'on peut contrôler l'épaisseur de la couche d'or déposée sur l'échantillon, et qu'on peut donc avoir des images de très haute résolution si on met plusieurs couches. L'inconvénient rencontré pour notre matériau est que la mise sous vide prend énormément de temps et que le dépôt d'or n'est pas uniforme sur toute la surface de l'échantillon. Néanmoins, cette technique n'altère pas la structure du matériau, et on la privilégiera au dépôt de carbone pour effectuer les observations au MEB.

3.6. Protocole de l'essai sous sollicitations thermiques

L'analyse de l'évolution de la microstructure du béton de polystyrène vis-à-vis des sollicitations thermo-hydriques est une étape primordiale dans l'étude des transferts couplés des chaleur et d'humidité. La question de sensibilité des billes de polystyrène à ces sollicitations se pose avec acuité vu que le polystyrène expansé est faiblement dense et sensible aux chargements extérieurs.

D'un point de vue hydrique, le polystyrène est connu par son caractère hydrophobe, ce qui élimine tout phénomène de gonflement ou de retrait au contact avec de l'eau ou de la vapeur d'eau. De même, la matrice cimentaire ne présente pas de variation dimensionnelle sous chargement hydrique à partir de 28 jours. Du point de vue thermique, il a été montré que le polystyrène expansé est très vulnérable aux hautes températures, et le béton de polystyrène doit être séché à basse température. Ferrandiz-Mas et al. [134], Li et al. [116] et Fathi et al. [125] ont recommandé de sécher les matériaux à base d'EPS à une température inférieure à $60 \pm 5^\circ\text{C}$ pour éviter le rétrécissement et la disparition des billes de polystyrène expansé. C'est pourquoi nous proposons de balayer une large gamme de températures (entre 50 et 100°C) afin de mieux prédire son comportement sous des charges thermiques, et d'observer les éventuelles dégradations que pourrait subir le matériau.

Avant les observations sous microscope, le béton de polystyrène a été exposé à différents niveaux de température présentés dans le tableau 2-3, et nous avons suivi ses variations structurelles par des observations ponctuelles toutes les 2 heures en utilisant le microscope numérique. Cet essai a été réalisé sur un échantillon cylindrique de 40 mm de diamètre et de 10 mm d'épaisseur qui a été placé dans une étuve pendant des durées différentes pour chaque plage de température, toutes mentionnées dans le tableau 8.

Nous avons orienté les observations au microscope vers les variations des diamètres de certaines billes de polystyrène, les variations de la taille de certains pores, et les variations de la matrice cimentaire au voisinage des billes. Les essais sont continus, sauf pour les quelques minutes où l'échantillon est sous le microscope. La même position des échantillons a été conservée sous le microscope afin de pouvoir quantifier les déformations engendrées par les cycles de séchage.

Tableau 8 : Paliers de température

Palier de température ($^\circ\text{C}$)	Durée (h)
50	12
60	14
70	16
80	18
90	14
100	10
110	10

4. Résultats

Dans cette section, nous allons montrer la structure interne des billes d'EPS en utilisant des images MEB qui nous permettent des observations à haute résolution, et nous concentrer sur l'interface entre la matrice cimentaire et les billes de polystyrène. Par la suite, les reconstructions 3D seront présentées. Les volumes reconstitués des quatre échantillons (tableau 2-2) permettront d'évaluer la porosité pour différentes régions d'intérêt sélectionnées, aidant ainsi à obtenir le VER et les fractions volumiques de chaque phase (matrice cimentaire, billes d'EPS et porosité). Les images 3D permettront également d'observer les différentes phases du matériau, mais aussi les phases du ciment (hydrates et anhydres). Après cela, nous montrerons la distribution de la taille des pores, en plus de l'évolution de la porosité dans chaque direction spécifique dans l'espace (x, y, z). La valeur de la porosité totale (porosité + billes d'EPS) sera évaluée selon deux approches différentes, en utilisant deux logiciels différents: Avizo et iMorph. La première approche permet d'identifier les différentes phases ainsi que leurs fractions volumiques, puis de considérer que la porosité totale est la somme des fractions volumiques de la porosité et des billes d'EPS. La deuxième approche consiste à mesurer la fraction volumique de tous les vides d'air à l'aide d'une segmentation de niveaux de gris, et elle est réalisée avec le logiciel iMorph. Enfin, nous allons exprimer les variations des différentes phases du matériau en réponse à des sollicitations thermiques, en observant l'altération du matériau à l'aide d'un microscope numérique.

4.1. Structure des billes d'EPS et interfaces

Les billes de polystyrène sont très peu denses à cause du processus d'expansion qu'ils subissent durant leur fabrication, et la micro-tomographie à rayons X ne permet pas d'observer leur structure. On a donc recours à la microscopie électronique à balayage qui pourra accéder à la microstructure de la bille, mais également à l'interface entre la matrice cimentaire et le polystyrène.

Les billes sont caractérisées par une structure cellulaire illustrée dans la figure 2-21. Leur structure est semblable à celle d'une ruche d'abeilles, composée d'une multitude de petites alvéoles dont uniquement le contour contient du polystyrène et qui sont vides à l'intérieur. Les parois de ces alvéoles semblent être extrêmement fines, avec quelques particules de polystyrène accrochées de part et d'autre.

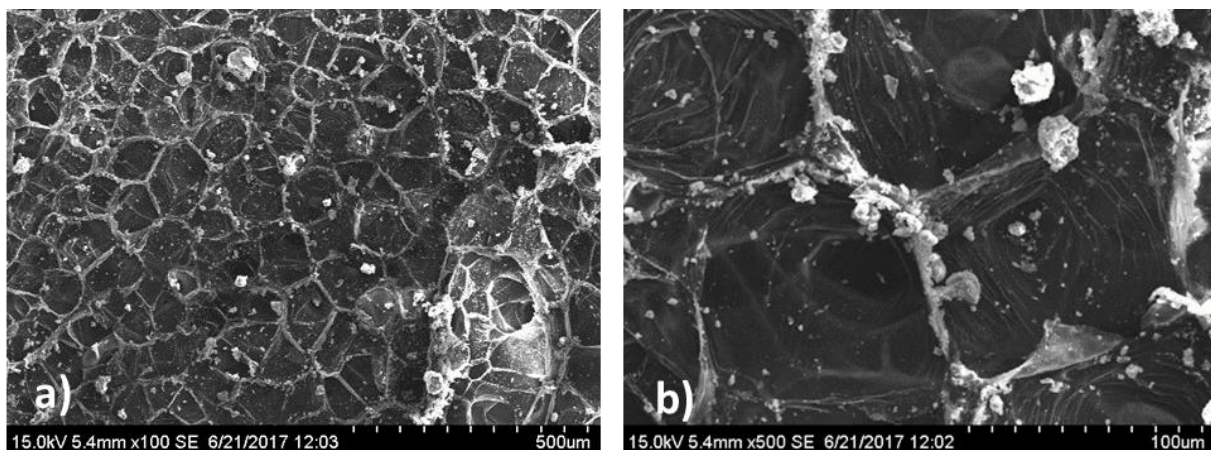


Figure 2-21 : Image MEB d'une bille de polystyrène avec un grandissement de (a) x100 et (b) x500

Cette structure aérienne résulte du processus de fabrication et explique la faible densité du polystyrène expansé, étant donné qu'on peut voir que l'air occupe presque tout le volume de la bille, à part les parois cellulaires qui sont de très faible épaisseur.

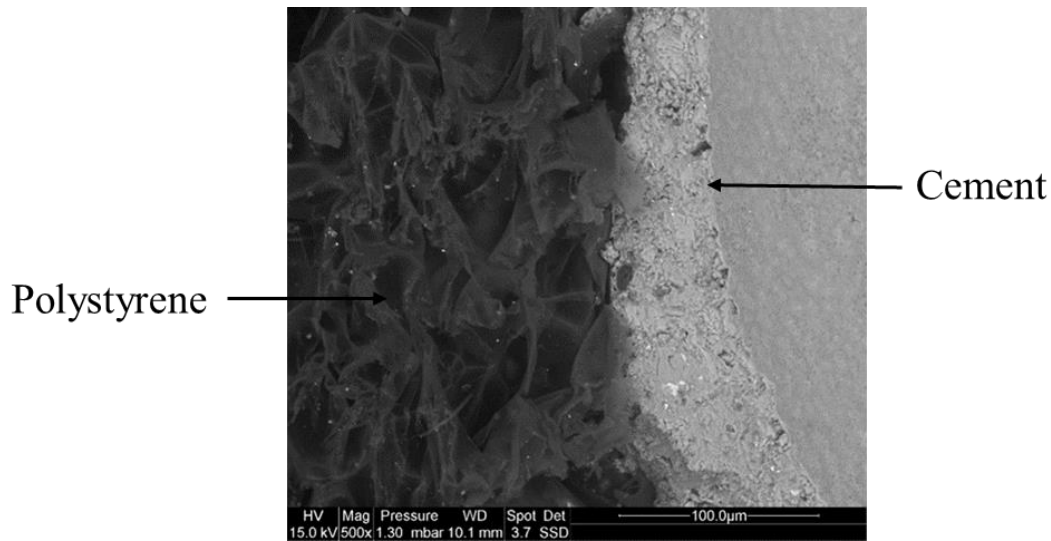


Figure 2-22 : Image MEB de l'interface ciment/polystyrène à un grandissement de x500

On va ensuite observer l'interface entre la matrice cimentaire et les billes d'EPS, toujours grâce aux images MEB. L'image illustrée sur la figure 2-22 montre une bonne adhérence entre la matrice et les billes de polystyrène expansé, puisqu'on peut voir qu'il n'y a pas de zone de transition interfaciale (dite ITZ) entre les deux phases, et que l'interface ciment/polystyrène est de bonne qualité. La différence de couleur observée sur la partie grise ne signifie pas qu'il y a une zone de transition, mais traduit seulement une différence dans les densités de deux phases de ciment différentes. En effet, l'ITZ est caractérisée par une forte porosité, et devrait apparaître en pixels sombres dans l'image MEB.

Cette information se révèle être intéressante lors de l'étude de la durabilité du matériau. En effet, si l'adhérence à l'interface n'est pas assez bonne, le matériau est plus susceptible de présenter des fissures. En d'autres termes, plus le contact à l'interface est meilleur, moins il y a de risque de fissuration, et donc de risque de dégradation du matériau dans le temps.

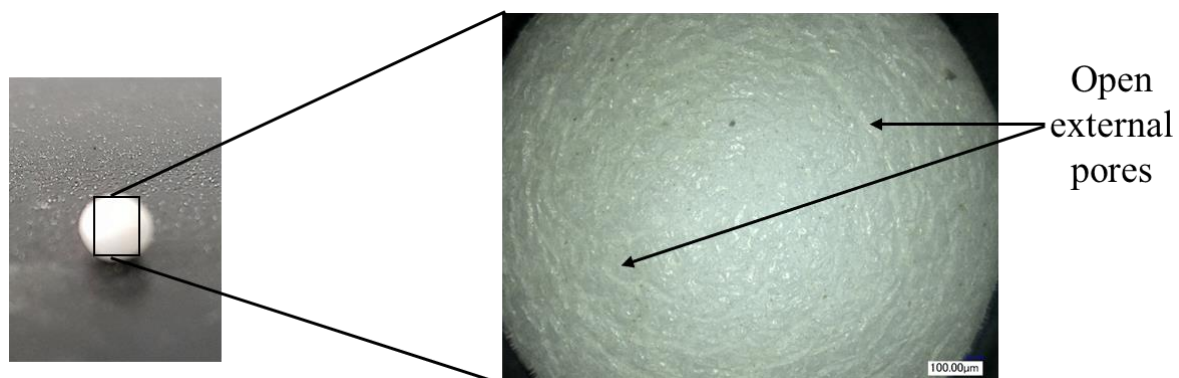


Figure 2-23 : Image microscopique de la surface externe d'une bille d'EPS

Les billes de polystyrène expansé sont de nature hydrophobe et sont caractérisées par structure porale fermée. L'interface de bonne qualité observée entre l'EPS et le ciment n'était donc pas attendue [125]. La bonne adhérence constatée résulte de la structure externe des billes qui est

au contact de la matrice solide. Cette partie des billes n'est en fait pas lisse comme il apparaît à l'œil nu, mais elle présente des cellules ouvertes externes où le ciment peut entrer, comme on peut le voir en utilisant un microscope numérique sur la figure 2-23.

4.2. Identification des phases

La reconstruction 3D des quatre échantillons (tableau 7) scannés dans le tomographe a été réalisée. La vue 3D de l'échantillon S1 est illustrée sur la figure 2-24 avec une taille de voxel de 20,4 μm , résolution suffisante pour distinguer et identifier toutes les phases du matériau.

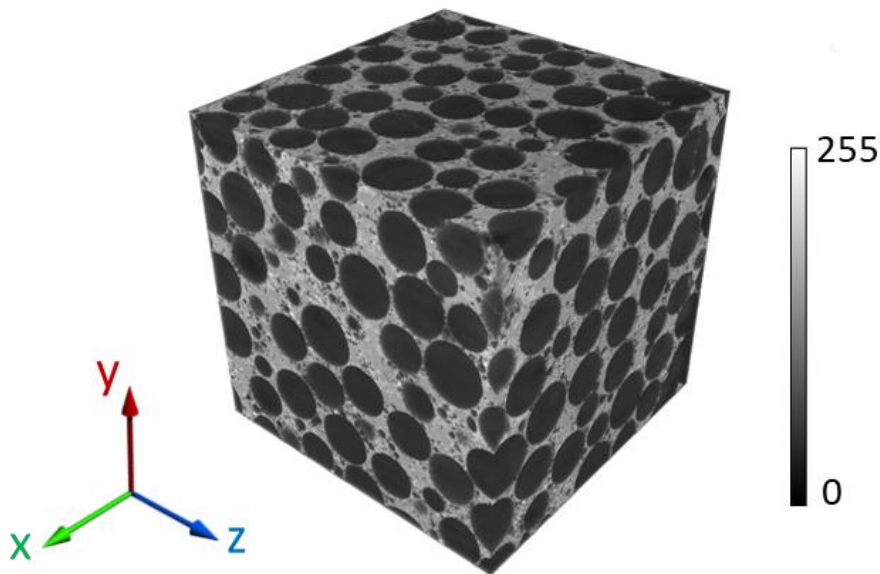


Figure 2-24 : Volume tomographique reconstitué de l'échantillon S1 correspondant à 740x935x839 voxels

Nous pouvons clairement noter la présence de deux phases différentes dans le matériau, en termes de densité. En effet, l'intensité du niveau de gris de chaque voxel dans les images tomographiques est proportionnelle au coefficient d'atténuation mesuré des rayons X, fortement corrélé à la densité du matériau traversé par les rayons X [141].

Le mortier de polystyrène est donc composé de deux phases: une phase solide (dense) représentée par une couleur claire, et une phase gazeuse (peu dense), en noir. Chacune de ces phases peut être séparée elle-même en différentes phases (figure 2-25), comme expliqué ci-dessous:

- Phase blanche : Ciment non hydraté (Anhydre). Sa densité est supérieure à celle des produits hydratés, il absorbe donc la majorité des rayons X et apparaît en pixels plus lumineux ;
- Phase grise : Ciment hydraté (Hydrate), sa densité est plus faible que celle du ciment anhydre mais il absorbe quand même des rayons X [143] ;
- Phase noire : Phase très peu dense et n'absorbe presque pas de rayons X, elle correspond donc à la porosité (air présent dans la matrice) et aux billes de polystyrène (qui sont composées à 98% d'air et n'absorbent presque pas de rayons X).

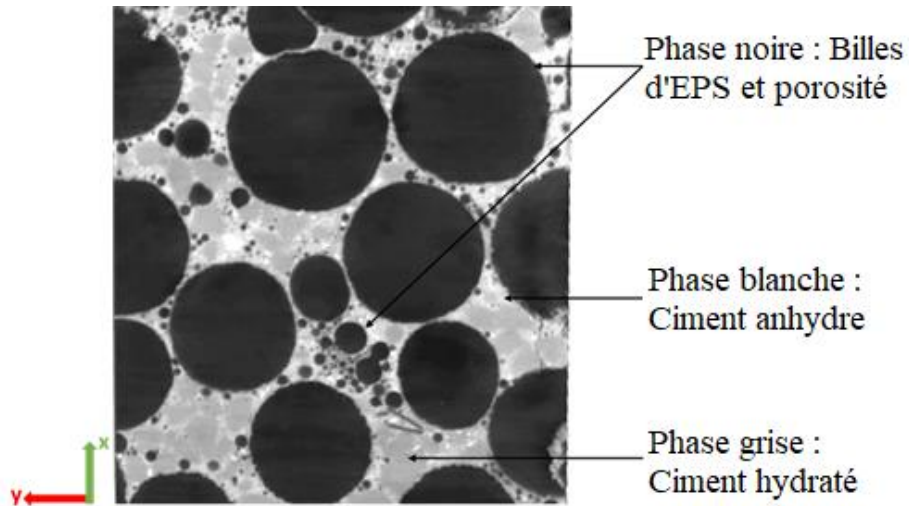


Figure 2-25 : Les différentes phases du matériau. La taille de l'image est $7.7 \times 9.7 \text{ mm}^2$ et la taille du voxel est $10,4 \mu\text{m}$

On peut donc voir qu'il est difficile de différencier la porosité et les billes de polystyrène composant le matériau, les deux étant très peu denses et apparaissant de la même couleur sur les images tomographiques après le passage des rayons X. Cependant, on peut déjà noter que le matériau est caractérisé par une double porosité : celle de la matrice cimentaire (porosité) et celle des billes de polystyrène (macroporosité fermée).

À l'aide du logiciel Avizo, nous avons pu identifier les billes séparément puis identifier les autres phases (porosité et matrice de ciment) en utilisant un outil de seuillage (figure 2-26).

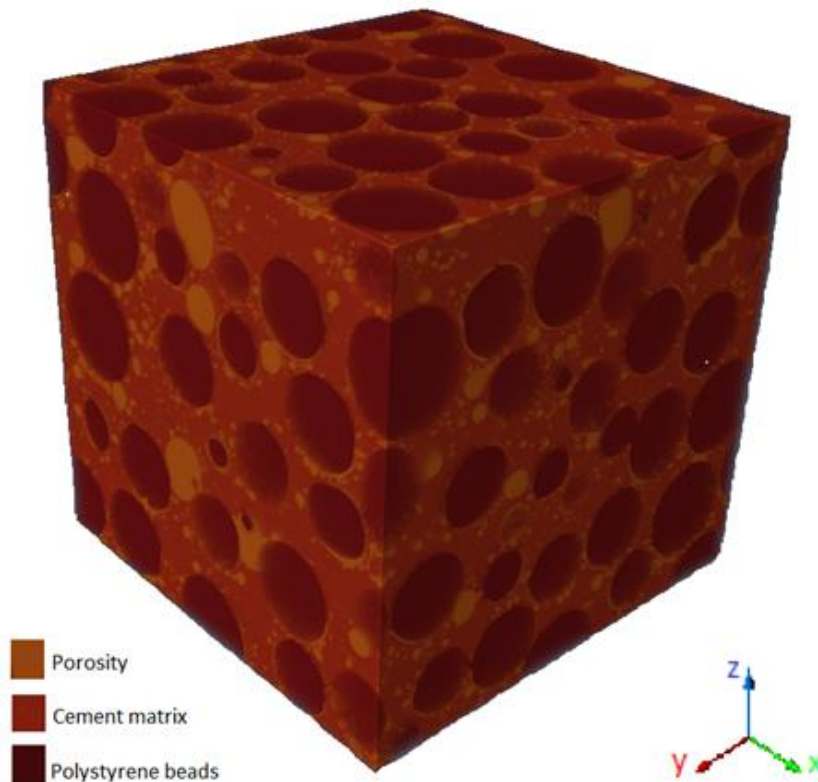


Figure 2-26 : Vue 3D de l'échantillon S1 après l'identification de chaque phase sur Avizo. La taille du voxel est $20.4 \mu\text{m}$

4.3. Calculs de porosité et VER

Avant de commencer la présentation des résultats, il convient de préciser que dans les calculs de porosité, les billes de polystyrène seront considérées comme des agrégats ou des solides, et donc la porosité sera le rapport entre le volume des vides et le volume total qui inclut le volume des billes. On définira aussi la porosité totale qui inclura la porosité et les billes de polystyrène qui sont composées majoritairement d'air mais seront considérées une porosité fermée.

Parmi les opérations dont il dispose, Avizo permet le calcul de la fraction volumique de chaque phase. On peut ainsi obtenir le calcul de la porosité. Toutefois, le seuil choisi pour les mesures de porosité est crucial, étant donné que la valeur de la porosité du matériau varie largement en fonction du seuil.

Comme nous pouvons le voir sur la figure 2-27 qui montre la variation de la porosité totale (la porosité totale désigne la porosité en plus des billes d'EPS) en fonction du seuil de niveau de gris sélectionné, une toute petite variation dans le seuil de niveau de gris peut grandement affecter la valeur de la porosité totale. Par conséquent, le choix du seuil doit être fait sur la base de l'histogramme des niveaux de gris des images 3D du matériau. La valeur adéquate doit être située juste entre les deux pics qui représentent les deux phases distinctes du matériau.

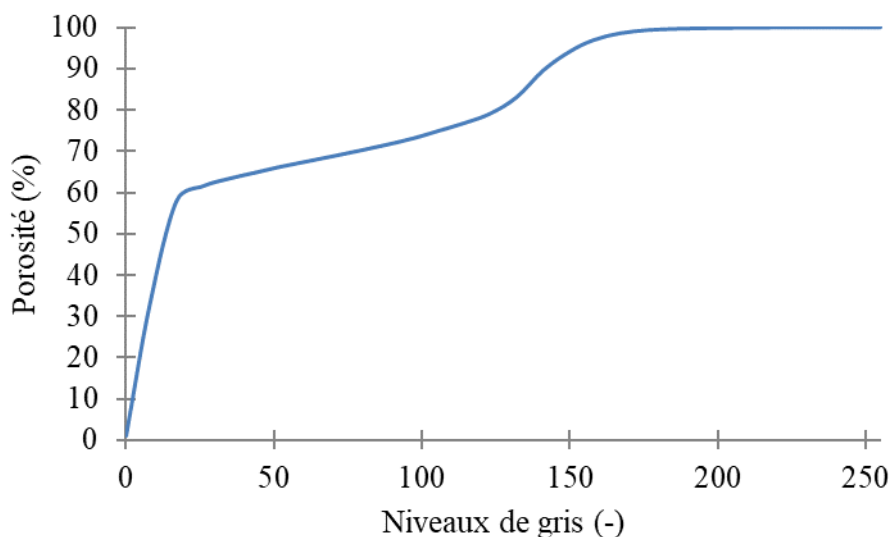


Figure 2-27 : Variations de la porosité totale en fonction du seuil de niveaux de gris choisi pour l'échantillon S1

Afin de déterminer le VER, nous avons mesuré la porosité (uniquement la porosité de la matrice cimentaire en excluant les billes d'EPS) pour des régions d'intérêt cubiques à volumes croissants et situés aux centres des échantillons S1 et S4. Les valeurs de la porosité en fonction de l'arête de la zone cubique choisie sont illustrées dans la figure 2-28.

Les résultats montrent que pour des petits volumes, il y a des fluctuations importantes de la porosité. Ces fluctuations diminuent à mesure que le volume sélectionné augmente, jusqu'à ce que la valeur de la porosité ne montre plus de variation significative à partir d'une taille de volumes supérieurs à 1000 mm^3 . Par conséquent, la zone cubique d'intérêt de $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ sera considérée comme le volume élémentaire représentatif dans cette étude, et la valeur moyenne de la porosité pour les échantillons S1 et S4 est égale à 8,7%. Les échantillons S2 et S3 ne sont pas pris en compte car leur taille est inférieure à celle du VER.

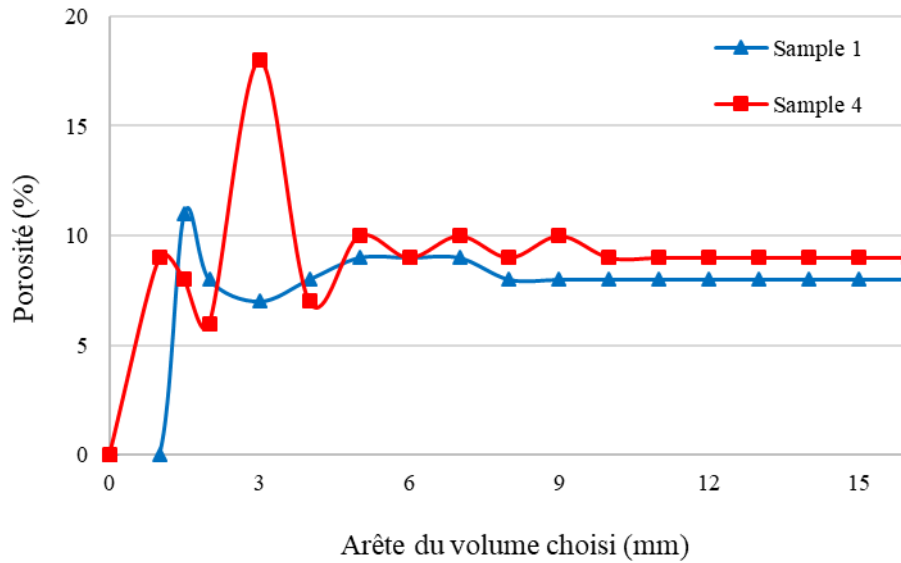


Figure 2-28 : Calculs de porosité pour les différentes zones choisies

La valeur de la porosité peut sembler faible comparée à celles de mortiers classiques (20% minimum [144]), mais il ne faut pas oublier qu'elle a été calculée à partir du volume des vides rapporté au volume total, donc le volume de la matrice cimentaire en plus des billes qui sont considérées comme des agrégats. Si on considère que la porosité est le rapport entre le volume des vides et le volume du ciment seulement et qu'on écarte les billes, la valeur obtenue est 23%, qui est en accord avec les valeurs obtenues pour des mortiers classiques.

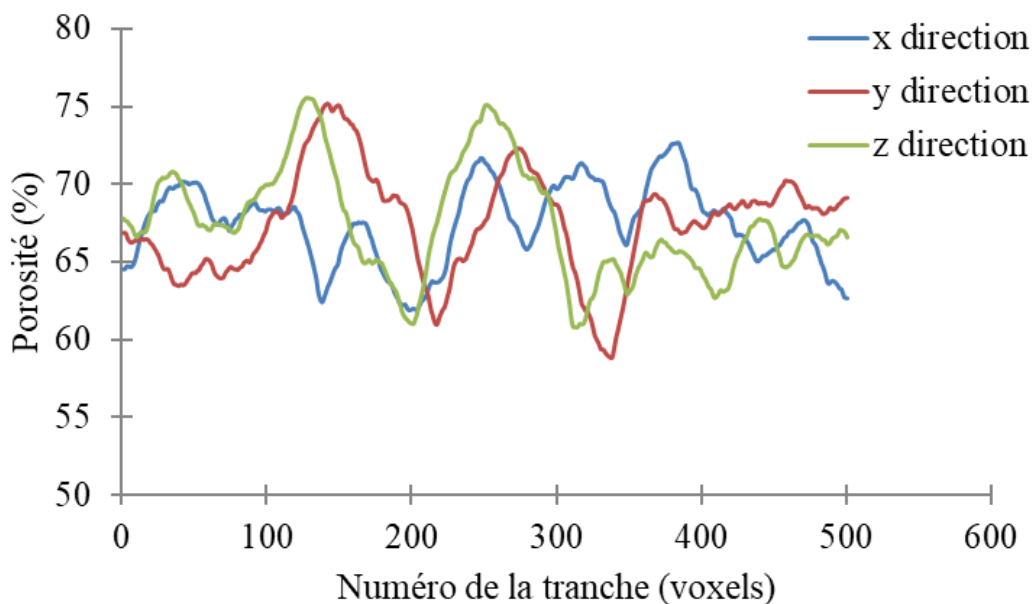


Figure 2-29 : Evolution de la porosité totale dans les trois directions pour un volume choisi dans l'échantillon S1

L'évolution de la porosité totale (qui comprend les pores et les billes d'EPS) dans chacune des trois directions (x, y, z) est présentée sur la figure 2-29, où chaque point des courbes traduit la valeur de la porosité dans un plan perpendiculaire à la direction considérée (ceci correspond à une tranche de l'image 3D). Les trois courbes montrent une distribution arbitraire de la porosité dans chaque direction. Ce résultat indique que les transferts dans le matériau ne favorisent pas une direction privilégiée par rapport aux autres, et que la cinétique des transferts suivant toutes

les directions ne varie pas significativement. De plus, on peut noter de grandes fluctuations entre deux images successives, ce qui prouve que le matériau présente de nombreuses discontinuités sur toute son épaisseur.

La distribution de la taille des pores (ou granulométrie des pores) du matériau, obtenue à l'aide du logiciel iMorph, est représentée sur la figure 2-30. La porosité représentée dans la courbe comprend la porosité de la matrice de ciment et des billes de polystyrène car ce logiciel ne les différencie pas. Selon la figure, on peut distinguer les petits et grands diamètres. Les diamètres de pores d'environ 2 mm sont ceux des billes de polystyrène. En dessous de cette valeur, la distribution de la taille des pores est largement étendue, ce qui traduit la nature hétérogène du matériau. Les pores de taille inférieure à $20\mu\text{m}$ ne sont pas pris en compte étant donné que la taille du voxel des images 3D utilisées pour le calcul est de $20,4\mu\text{m}$.

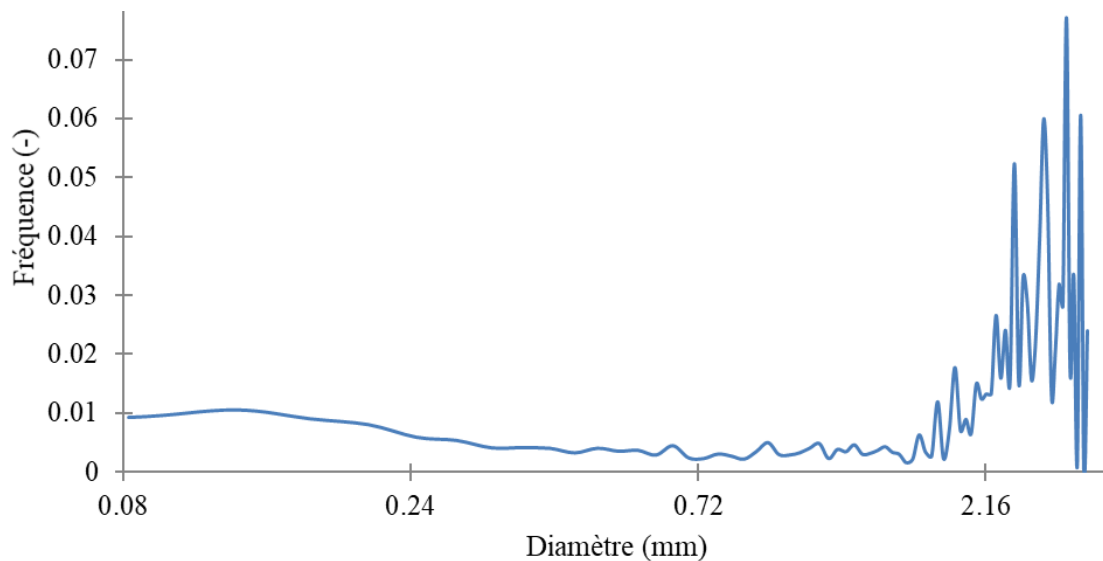


Figure 2-30 : Distribution de la taille des pores pour un volume sélectionné dans l'échantillon S1

Les reconstructions 3D et le post traitement effectué révèle une répartition quasi-similaire des billes de polystyrène dans les trois directions. Les dimensions de pores obtenues sont supérieures à $0,1\mu\text{m}$, ce qui classe le béton de polystyrène comme un matériau non-hygroscopique [Quenard 13]. Sa structure interne donne quand même lieu au phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption d'eau, mais son amplitude reste faible [24].

Comme il est montré sur la figure 2-30, la connaissance du diamètre moyen des billes de polystyrène autour de 2 mm est considéré comme un critère robuste pour la séparation entre les pixels sombres représentant la porosité et ceux représentant les billes sur iMorph, qui ne possède pas d'outils pour la sélection de chaque phase à part comme c'est le cas pour Avizo.

Étant donné que les méthodes utilisées pour les deux logiciels diffèrent (Avizo et iMorph), nous allons confronter les résultats de l'identification des billes réalisées par chaque logiciel (figure 2-31).

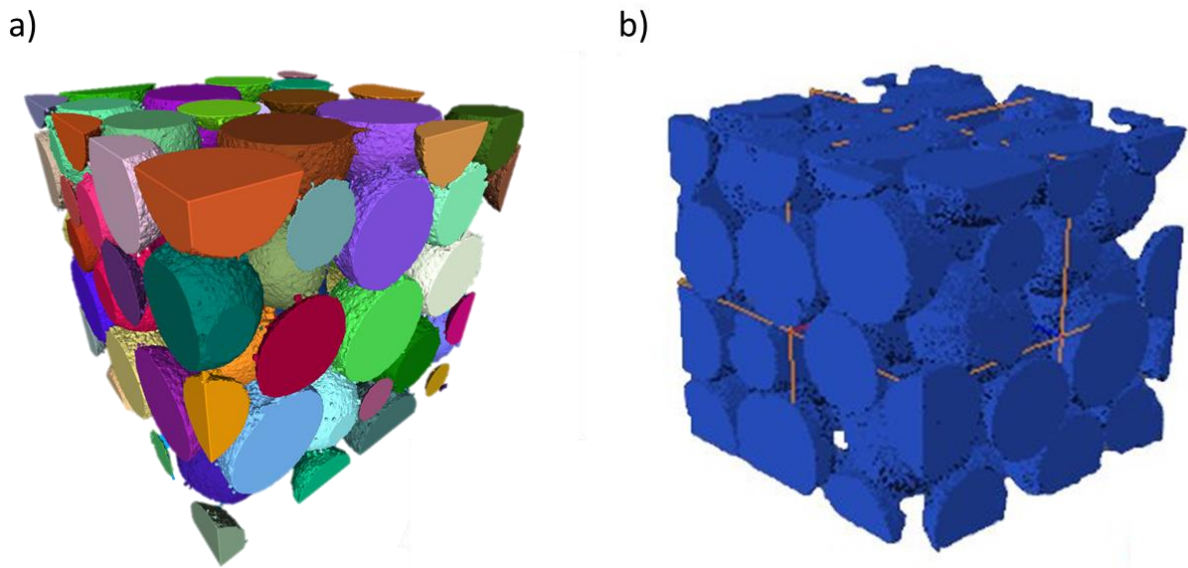


Figure 2-31 : Identification des billes d'EPS dans a) un volume de $10.2 \times 10.2 \times 10.2 \text{ mm}^3$ de S1 avec iMorph et b) dans S1 avec Avizo

Nous avons ensuite mesuré la fraction volumique de toutes les phases composant le matériau, et les résultats sont résumés dans le tableau 9 pour Avizo et le tableau 10 pour iMorph. Les valeurs sont en accord avec les rapports de volume utilisés lors de la fabrication du matériau (tableau 6), à l'exception de quelques légères différences dues à la consommation d'eau du fait de son évaporation et de l'hydratation du ciment.

iMorph a été utilisé en premier en raison de la rapidité des calculs et du processus d'automatisation. Par la suite, nous avons choisi de faire les calculs sur Avizo également, car nous avons privilégié des résultats plus précis. Les opérations sur Avizo sont faites manuellement, et l'identification des billes est réalisée une par une, donc les résultats sont certains.

Tableau 9 : Fraction volumique de chaque phase du matériau (Avizo)

Phase \ Fraction volumique	S1	S2	S3	S4
Matrice cimentaire	35.5%	30%	29%	35%
Billes de polystyrène	56%	58.5%	59%	56%
Porosité	8.5%	11.5%	12%	9%

Tableau 10 : Fraction volumique de chaque phase dans un volume de $10.2 \times 10.2 \times 10.2 \text{ mm}^3$ dans S1 (iMorph)

Phase \ Fraction volumique	Volume choisi dans S1
Matrice cimentaire	32.5%
Billes de polystyrène	57%
Porosité	10.5%

Afin de valider les résultats obtenus avec Avizo et considérés comme les plus précis, nous avons calculé la porosité totale (porosité + billes de polystyrène) en utilisant le logiciel ImageJ et nous les avons confrontés aux résultats précédents. Les calculs sur ImageJ ont été réalisés en utilisant un seuil par défaut proposé automatiquement par le logiciel pour séparer les différentes phases. Les résultats sont présentés dans le tableau 11, et les résultats montrent que la porosité totale calculée automatiquement avec ImageJ est en bon accord avec celle calculée manuellement en utilisant Avizo.

Tableau 11 : Calculs de porosité en utilisant Avizo et ImageJ

Fraction volumique	S1	S2	S3	S4
Porosité totale avec Avizo (%)	64.5	70	71	65
Porosité totale avec ImageJ (%)	63	70	69	64
Valeur moyenne de la porosité totale (%)	63.75	70	70	64.5
Incertitude (%)	0.75	0	1	0.5

4.4. Réponses aux sollicitations thermiques

Il est important d'étudier les variations dimensionnelles des billes de polystyrène incluses dans la matrice cimentaire sous des charges thermiques, afin d'étudier et de quantifier la réponse du matériau. Les variations du matériau sous des sollicitations thermiques sont donc illustrées sur la figure 2-33, où les diamètres de deux billes (diamètre initial de 2,5 mm) sont tracés en fonction du temps d'exposition aux différents paliers de température. Les deux billes étudiées sont éloignées les unes des autres et leur positionnement est représenté sur la figure 2-32.

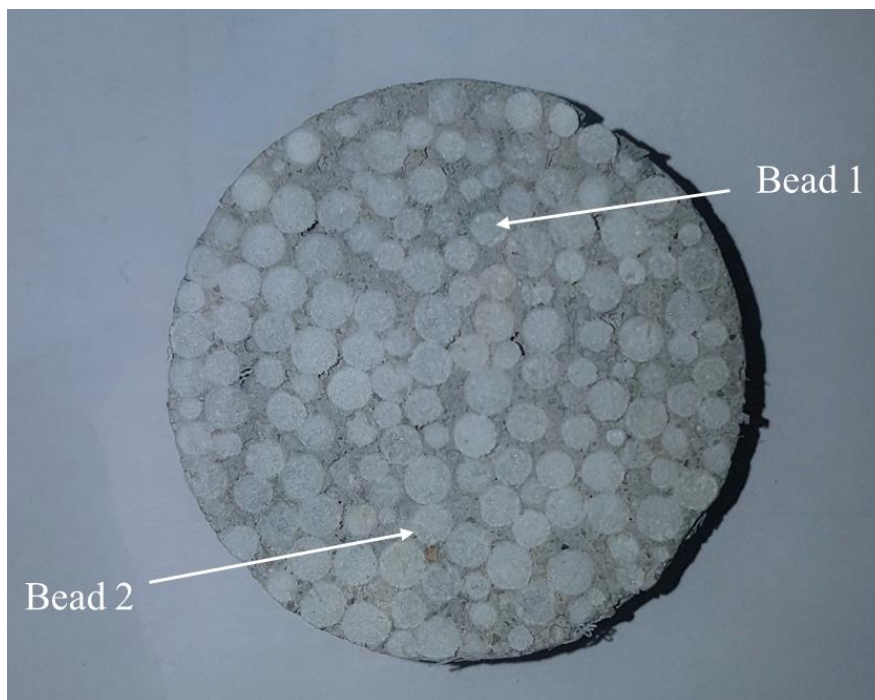


Figure 2-32 : Position des billes étudiées

Les deux billes de polystyrène montrent de grandes variations dans leurs diamètres tout au long de l'exposition à la chaleur, comme on peut le voir sur la figure 2-31. Les résultats obtenus ne sont pas similaires à ceux présentés dans la littérature [94, 117, 134], puisqu'une température supérieure à 60°C ne les a pas fait disparaître. Ce n'est qu'à 100°C que les diamètres des billes commencent à diminuer significativement. Leurs valeurs se stabilisent finalement après 10 heures à 110°C, et les diamètres des billes ne diminuent plus, ce qui signifie qu'elles ont complètement rétréci et que leurs enveloppes sont collées à la matrice de ciment.

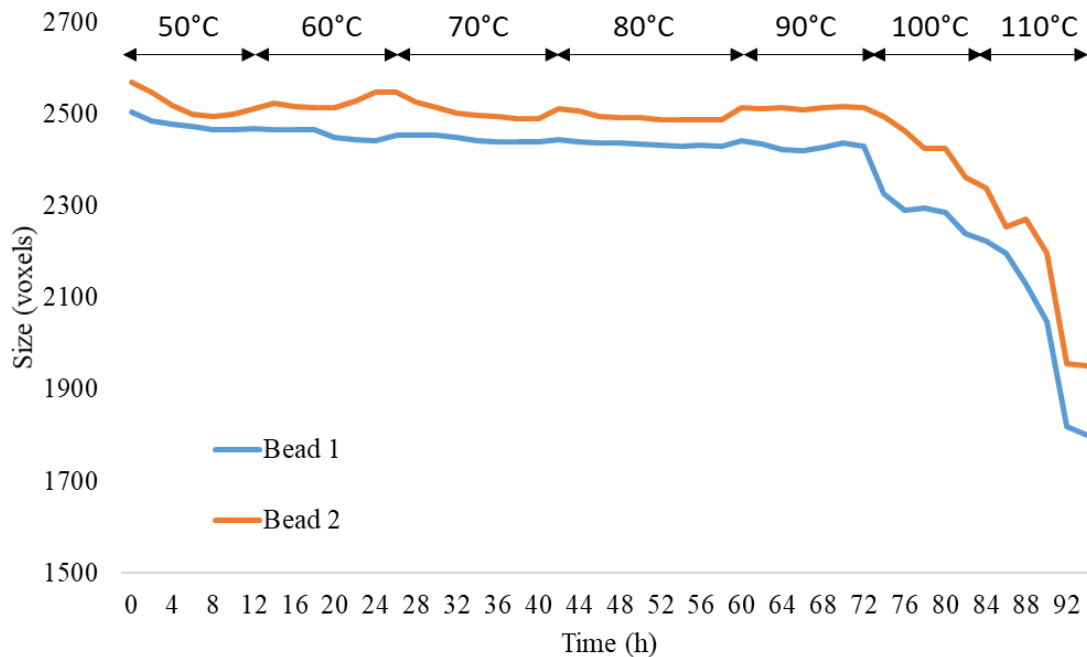


Figure 2-33 : Variations des diamètres des deux billes sous sollicitations thermiques

Les résultats obtenus peuvent être expliqués par l'adhésion de la matrice cimentaire aux billes. Jusqu'à une certaine température, la charge thermique n'est pas suffisante pour déconnecter le contour des billes du ciment du fait de leur bonne adhérence. De plus, le fait que les billes soient complètement entourées de ciment aide à les protéger de la température.

Nous avons calculé les valeurs des déformations des billes après 10 heures à 100°C et après 10 heures à 110°C. La déformation de la bille 1 après 10 heures à 100°C est égale à 0,11, et après 10 heures à 110°C, elle atteint 0,28. La bille 2 présente une déformation de 0,08 après 10 heures à 100°C et de 0,24 à la fin de l'essai.

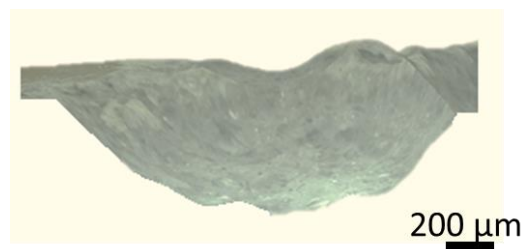


Figure 2-34 : Reconstruction 3D d'une bille après 10h d'exposition à 110°C

En plus des mesures de variations des diamètres, on a réalisé des reconstructions 3D de la surface de l'échantillon en utilisant le logiciel spécifique du microscope KEYENCE. Cet outil

peut générer une vue 3D de la zone d'intérêt afin de décrire la topologie de la surface. Puisque la surface du matériau était initialement plane, il est logique d'utiliser cette caractéristique seulement à partir du moment où la déformation des billes a commencé, sinon nous ne pouvons rien observer. Nous avons donc reconstruit la surface d'une bille de polystyrène après 10 heures à 110°C, comme on peut le voir sur la figure 2-34. À la fin de l'essai, la bille a presque disparu et seule l'enveloppe adhérent au ciment subsiste.

En plus de cela, la surface inférieure de la bille présente une certaine distorsion, qu'on peut voir dans la figure 2-34. En effet, les billes d'EPS sont initialement de forme ronde et leur surface externe est lisse, mais dans la reconstruction 3D, on peut voir qu'elle est déformée à cause des températures élevées.

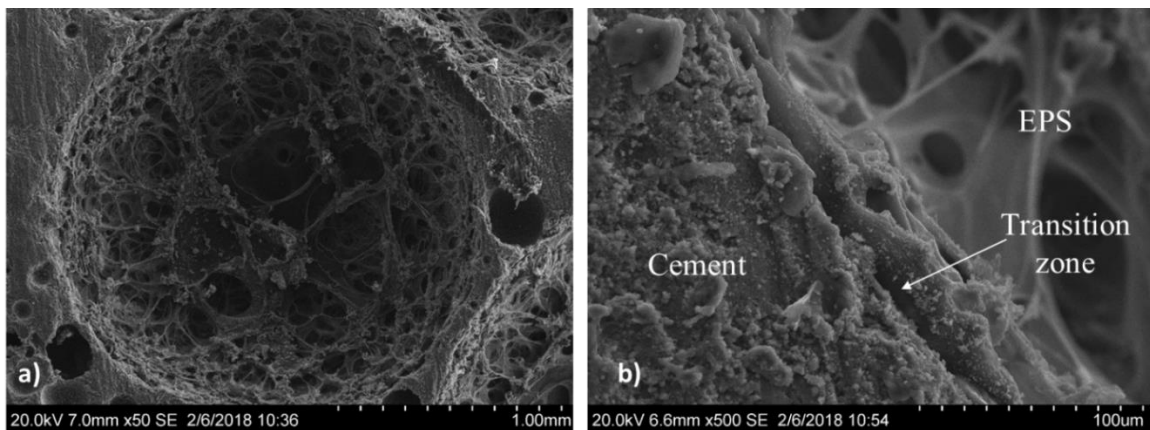


Figure 2-35 : Images MEB du matériau après les sollicitations thermiques. (a) x50; (b) x500

Les images MEB de certaines zones dans l'échantillon qui a subi les sollicitations thermiques sont présentées sur la figure 2-35. Comme on peut le voir, la structure cellulaire de la bille est broyée, et la forme alvéolaire des cellules est détruite (figure 2-35.a). La figure montre l'interface entre les deux composants du matériau, qui était de bonne qualité avant le test (figure 2-35.b). Après les charges thermiques, on constate la présence d'une zone de transition, due au stress induit par l'extraction des billes de polystyrène résultant de leur déformation.

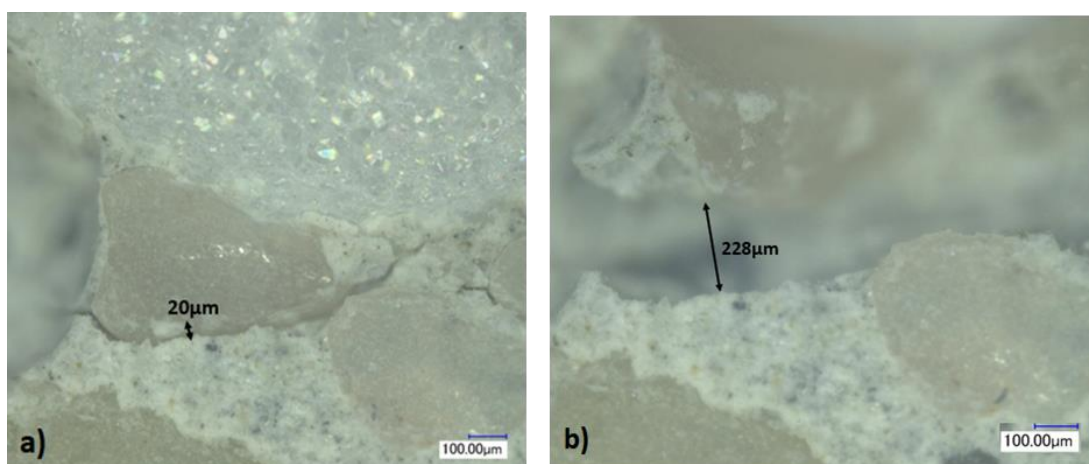


Figure 2-36 : Fissures dans la matrice cimentaire après 8 heures à (a) 90°C et b) 100°C

Concernant la matrice cimentaire, aucune variation n'a été observée pendant les premiers paliers de température, ce qui est en accord avec ce qui est mentionné dans la littérature concernant la

température de séchage conseillée des matériaux à base de polystyrène expansé [116, 117, 134]. À partir de 90°C, des fissures commencent à apparaître (figure 2-36.a), généralement situées au voisinage des billes. À 100°C (figure 2-36.b), la fissure s'élargit considérablement en raison de la température croissante. Ceci n'est pas seulement dû à la nature des matériaux cimentaires qui se fissurent lorsqu'ils sont soumis à des charges thermiques élevées, mais aussi à la rétraction des billes, ce qui accentue les déplacements de la matrice en libérant de l'espace.

Les parties floues sur la figure résultent de la différence d'altitude de chaque partie. En effet, sur figure 2-36.a, toutes les phases sont initialement au même niveau. Après l'exposition de l'échantillon aux paliers de température, la bille au-dessus se rétracte et rétrécit, ce qui augmente la distance entre le microscope et la surface correspondante. La fissure croissante découvre une couche inférieure du matériau. Cela conduit à l'apparition de différents niveaux sur la surface supérieure de l'échantillon, et affecte par conséquent la qualité de l'image prise par le microscope. D'où l'impossibilité de montrer tous les niveaux le long de l'épaisseur de la surface supérieure avec la même qualité d'image.

5. Conclusion

Dans ce volet, nous avons utilisé la tomographie aux rayons X pour la caractérisation morphologique d'un mortier de ciment contenant des billes de polystyrène expansé. En outre, nous avons étudié les variations morphologiques du matériau sous sollicitations thermiques.

Tout d'abord, le volume 3D du matériau a été reconstruit et les différentes phases du matériau ont été distinguées. Nous avons ensuite pu observer la matrice cimentaire, les billes de polystyrène (considérées comme une macroporosité fermée) et la porosité de la matrice.

Les images 3D nous ont permis de calculer la porosité du matériau en utilisant le logiciel Avizo, et les résultats montrent une valeur de porosité de 23%. La valeur de la porosité totale (incluant la porosité et les billes d'EPS) a été validée par un calcul automatique sur un autre logiciel (ImageJ) qui donne des résultats en accord avec ceux obtenus manuellement avec Avizo. Le volume élémentaire représentatif a été évalué à 10x10x10 mm³. À l'aide d'un autre logiciel (iMorph), nous avons pu obtenir la distribution de la taille des pores du matériau, qui a montré son hétérogénéité microstructurale complexe.

La structure cellulaire des billes de polystyrène a été observée en utilisant la microscopie électronique à balayage. Les résultats montrent une multitude de petites cellules vides avec des parois très minces à base de polystyrène. Cela explique la très faible densité et la structure poreuse fermée des billes de polystyrène expansé. Les images MEB montrent également une interface de bonne qualité entre la matrice cimentaire et le polystyrène, sans zone de transition, mais plutôt le ciment chevauchant le polystyrène.

Finalement, et contrairement à ce qui est mentionné dans la littérature, l'exposition du matériau à des températures élevées montre que le mortier polystyrène peut être séché à une température allant jusqu'à 90°C sans altérer la structure des billes. Au-delà de 100°C, les billes de polystyrène rétrécissent et seule leur enveloppe reste collée à la matrice cimentaire. Cette dernière subit des fissures dont la taille augmente avec la croissance des sollicitations thermiques. Les images MEB à la fin de l'essai d'exposition aux hautes températures montrent un écrasement de la structure cellulaire et l'apparition d'une zone de transition entre le polystyrène et le ciment.

A l'issue de cette caractérisation micro structurale du béton de polystyrène, une investigation expérimentale au niveau macroscopique permettant d'évaluer les principales propriétés du matériau est nécessaire. Ces dernières permettront d'alimenter le modèle numérique de transferts de chaleur et d'humidité, puisqu'elles constituent des paramètres d'entrée fiables et permettent de mettre en exergue l'importance du phénomène d'hystérésis.

Chapitre 3 : Caractérisation expérimentale de l'hystérésis et des propriétés hygrothermiques du béton de polystyrène

Ce chapitre présentera une caractérisation expérimentale de l'hystérésis d'adsorption et de désorption dans le béton de polystyrène. Il regroupera également les propriétés hygrothermiques du matériau d'intérêt, qui constituent les paramètres d'entrée nécessaires à la modélisation des transferts couplés de chaleur et d'humidité avec prise en compte de l'hystérésis.

1. Introduction

Dans ce chapitre, la campagne expérimentale de caractérisation fine de l'hystérésis sera présentée. Cette dernière a été élaborée d'abord via des approches statiques : une méthode volumétrique (Belsorp) et une méthode gravimétrique (VSA). Une confrontation entre les différentes méthodes sera présentée, afin de conclure sur l'impact de la technique utilisée sur les isothermes d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau.

Par ailleurs, plusieurs boucles d'hystérésis seront réalisées en soumettant le matériau à plusieurs sollicitations hydriques représentatives des phénomènes d'humidification/séchage rencontrés lors du cycle de vie d'un matériau de construction. Ces courbes seront ensuite modélisées en vue de leur importation dans les simulations des transferts couplés de chaleur et d'humidité dans le chapitre suivant.

Les travaux de modélisation nécessitent également une caractérisation macroscopique des propriétés hygrothermiques du béton de polystyrène. Dans ce sens, on a procédé à une campagne expérimentale de caractérisation des propriétés intrinsèques du matériau d'intérêt. Ces propriétés dépendent de plusieurs paramètres inhérents au matériau tels que sa composition et sa microstructure. Elles sont également influencées par la température et l'humidité relative ambiantes.

Cette campagne englobe la détermination de :

- Propriétés thermiques qui sont la conductivité thermique et la chaleur spécifique ;
- Propriétés hydriques qui sont la perméabilité à la vapeur d'eau, la surface spécifique et les isothermes d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau.

2. Matériaux étudiés

Le matériau étudié a déjà été présenté dans le chapitre précédent où il a fait l'objet d'une campagne fine de caractérisation morphologique. Nous nous plaçons cette fois à l'échelle du VER déjà déterminé. On étudiera également une pâte de ciment composée du même ciment pour évaluer l'impact du polystyrène expansé sur l'hystérésis et les propriétés hygrothermiques.

La formulation du béton de polystyrène utilisé et le dosage de ses composants ont été exposés dans le chapitre précédent. Le mélange des différents matériaux constituant le béton de polystyrène se fait à l'aide d'un malaxeur à axe vertical. Le mélange se fait comme tout béton normal, en mettant les composants secs, puis les deux tiers de l'eau d'abord, et mélanger pendant quelques minutes, puis ajouter le dernier tiers d'eau et laisser malaxer jusqu'à obtention d'un matériau homogène. Ceci permet d'éviter la formation de grumeaux et assure un bon contact entre les différentes phases du matériau.

Le matériau est ensuite coulé dans différents moules selon le type d'essais à réaliser. Par exemple, on distingue :

- Eprouvettes parallélépipédiques de dimensions $15 \times 15 \times 5 \text{ cm}^3$ qui ont servi aux essais de mesure de conductivité thermique sur l'appareil λ -meter
- Eprouvettes parallélépipédiques de dimensions $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ qui ont servi aux essais de mesure de résistance en compression (figure 3-1.a)

- Eprouvettes cylindriques de 11 cm de diamètre et de 22 cm de hauteur qui servent à obtenir d'autres dimensions d'échantillons par découpage ou carottage (figure 3-1.b). Celles-ci ont servi aux essais de mesure d'isothermes d'adsorption et de désorption, de perméabilité à la vapeur, de chaleur spécifique, de surface spécifique, ainsi que pour la caractérisation microstructurale décrite en chapitre précédent.

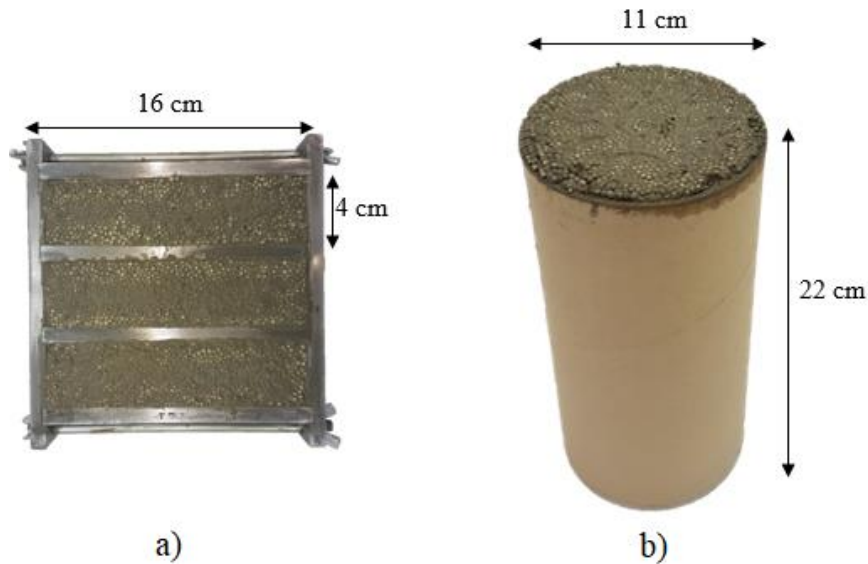


Figure 3-1 : Exemples d'éprouvettes utilisées pendant la campagne expérimentale. a) Eprouvette 4x4x16; b) Eprouvette 11x22

Dans l'optique d'évaluer l'influence des billes de polystyrène expansé, on réalisera une caractérisation des propriétés hygrothermiques d'une pâte de ciment réalisée à partir du même ciment. Il sera coulé dans les mêmes moules cités précédemment (figure 3-1) et sera soumis aux mêmes essais.

Après leur démoulage à 24 h, les échantillons ont été conservés dans une chambre régulée en température et hygrométrie, à 20°C et 50% d'humidité relative. Ces conditions sont les plus proches des conditions en isolation par l'intérieur.

La fabrication des matériaux ainsi que les techniques normalisées de caractérisation ont été réalisées au Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement (LaSIE) à l'université de La Rochelle.

3. Mesure des isothermes d'adsorption et de désorption et hystérésis

Les isothermes d'adsorption et de désorption peuvent être déterminées expérimentalement grâce à plusieurs méthodes. La plus ancienne est la méthode des solutions salines, mais au vu de sa lenteur, plusieurs dispositifs de mesures dynamiques – gravimétriques et volumétriques – ont été mis en place.

La méthode gravimétrique, également appelée méthode dynamique, est basée sur un suivi de masse des échantillons permanent, jusqu'à atteindre l'équilibre. Cette technique nous permet de remonter à la teneur en eau de l'échantillon pour chaque palier d'humidité relative, afin de pouvoir par la suite obtenir les courbes isothermes d'adsorption et de désorption.

La méthode volumétrique est quant à elle basée sur la mesure du volume de la vapeur d'eau adsorbée ou désorbée par l'échantillon. Le temps de mesure est ainsi considérablement réduit, car les dispositifs peuvent effectuer les mesures sur des échantillons de petites dimensions, avec un débit dynamique de vapeur d'eau.

Des comparaisons entre les différentes méthodes ont été réalisées par le passé, à travers plusieurs travaux de littérature [145,175]. Ces travaux mettent en évidence la limitation de la méthode gravimétrique utilisée dans l'équipement Dynamic Vapor Sorption (DVS), car elle ne permet pas de mesurer les teneurs en eau des échantillons à des humidités relatives supérieures à 90%.

3.1. Méthode des solutions salines saturées

La méthode classique de mesure des isothermes d'adsorption et de désorption est la méthode des solutions salines saturées, ou méthode des dessiccateurs [185]. L'essai consiste à mettre l'échantillon dans une enceinte fermée contenant des solutions salines et maintenir l'ambiance à température constante (figure 3-29).

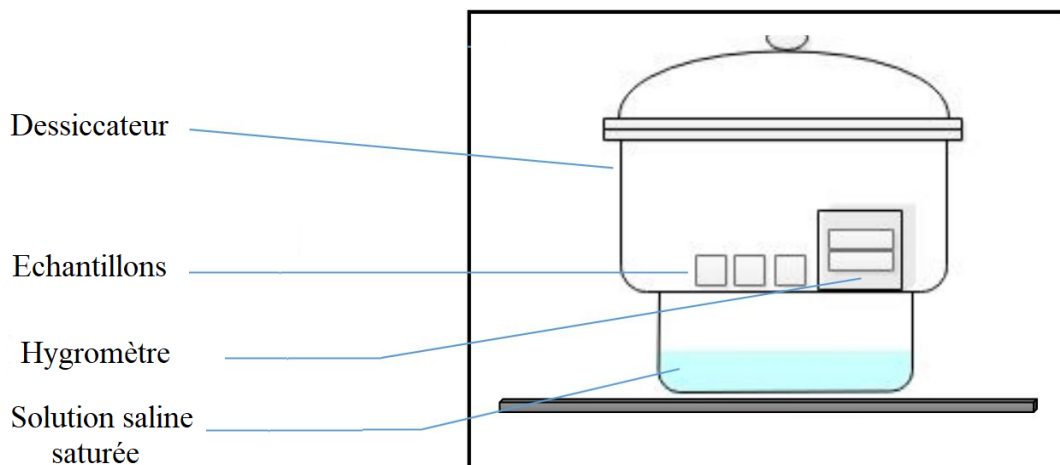


Figure 3-2 : Schéma du dispositif de la méthode des solutions salines saturées

La pression de vapeur régnant au contact d'une solution est inférieure à la pression de vapeur saturante du solvant pur, et elle est donnée par :

$$\frac{P_v}{P_{v\text{sat}}} = \text{HR} = a_{\text{sol}} \quad (59)$$

a_{sol} est l'activité du solvant qui est parfois égale, dans certaines conditions, à sa fraction molaire dans la solution.

Les solutions salines sont préparées en mélangeant un sel avec de l'eau jusqu'à la saturation pour obtenir une certaine humidité relative (tableau 16). En effet, une solution sursaturée en sel au sein d'un système fermé influence l'humidité relative du volume d'air à l'intérieur du système. La sursaturation permet de contrôler la concentration, même si le solvant est amené à s'évaporer ou se condenser au cours de la mesure. L'objectif est de balayer plusieurs paliers d'humidité relative.

Pour chaque palier d'humidité relative, l'échantillon est pesé régulièrement jusqu'à atteindre l'équilibre. Ce dernier est jugé atteint quand la variation de masse est inférieure à 0,05%. Ce

point correspond à un point de l'isotherme pour ledit palier d'humidité relative, et on réitère cette opération pour tous les paliers restants.

Tableau 12 : Humidité relative obtenue par les solutions salines saturées

Sel	Humidité relative à 23°C (%)
Gel de silice	3
Chlorure de lithium	11,3
Acétate de Potassium	22,5
Chlorure de Magnésium	33
Carbonate de potassium	42
Nitrate de Magnésium	53,5
Bromure de sodium	57
Nitrate d'Ammonium	65
Chlorure de sodium	75,7
Chlorure de potassium	86
Chlorure de Baryum	90,4
Ammonium phosphate	93
Sulfate de potassium	97

Pour le contrôle de l'humidité relative à des niveaux très proches de l'unité (au-dessus de 97%), il n'existe pas de gamme de sels adaptés. On peut procéder par saturation sous vide dans l'eau pour obtenir la teneur en eau à saturation.

Le transport de l'eau entre la solution et l'échantillon se fait par diffusion de vapeur à travers la lame d'air qui le sépare. C'est souvent le principal facteur de la durée d'équilibre. D'après Daïan [37], le flux de vapeur échangé par diffusion pour une chute d'humidité relative donnée est inversement proportionnel à l'épaisseur de la lame d'air. Il est donc important que l'échantillon soit disposé le plus près possible de la surface de la solution, malgré les risques d'éclaboussures que cela peut comporter.

La durée d'équilibre dépend aussi de la taille de l'échantillon. Plus le volume de l'échantillon est grand, plus la masse d'eau à transférer pour atteindre l'état d'équilibre est grande. Il convient donc de réduire autant que possible la taille de l'échantillon à analyser tout en respectant le Volume Élémentaire Représentatif.

Le temps d'équilibre dépend également de la nature des matériaux testés, et peut aller d'un mois à plus de deux années. Par conséquent, cette méthode est largement critiquée, et plusieurs dispositifs de mesure d'isothermes ont été mis en place afin de réduire le temps de mesure.

3.2. Méthode gravimétrique

Deux appareils de mesure gravimétrique des isothermes d'adsorption et de désorption ont été utilisés dans cette partie. Il s'agit du Vapor Sorption Analyzer et du Vapor Sorption Analyzer SPS.

3.2.1. Vapor Sorption Analyzer (VSA)

Le Vapor Sorption Analyzer (figure 3-3) est un autre appareil de mesure d'isothermes de sorption basé sur la méthode gravimétrique. Il a l'avantage d'effectuer les mesures sur des échantillons de taille plus importante que le DVS, puisqu'il prend des échantillons cylindriques jusqu'à 40 mm de diamètre et 6 mm d'épaisseur. Toutefois, la taille est au détriment de la précision de la balance qui est moins bonne que celle du DVS (0,1 mg).

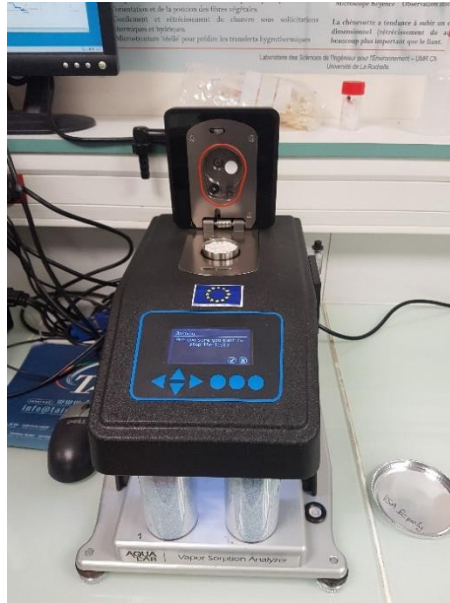


Figure 3-3 : Equipement VSA

3.2.2. Sorptions Prüfsystem (SPS)

C'est un instrument à analyse gravimétrique entièrement automatisé. Les courbes isothermes et la cinétique d'adsorption/désorption peuvent être déterminées sur une large plage de température et d'humidité relative.

Son porte échantillon a une capacité allant jusqu'à 23 échantillons en une seule mesure. Un échantillonneur automatique place les échantillons l'un après l'autre sur une balance pour la pesée. Cette dernière est une microbalance dotée de technologie de chargement par le haut, sans avoir besoin de pince pour le suspendre au crochet, et dotée d'une résolution gravimétrique allant de 0,1 μg à 10 μg . Une référence interne compense toute dérive de la microbalance et offre ainsi une excellente stabilité de balance même pour des mesures à long terme ($\gg 24$ h). La large plage de charge dynamique des microbalances permet des résultats de pesage précis et reproductibles à pleine échelle, de 3 mg à 220 g. Les masses des échantillons utilisés dans une mesure avec plusieurs échantillons ne doivent pas nécessairement correspondre.

La large plage de températures du SPS permet de réaliser une analyse d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau dans des conditions extrêmes, de 5°C à 60°C. L'humidité relative peut être réglée avec précision sur une plage allant d'un état complètement sec à 0% à un état proche de la condensation à 98%. L'ambiance en humidité est accomplie à l'aide de solutions salines saturées.

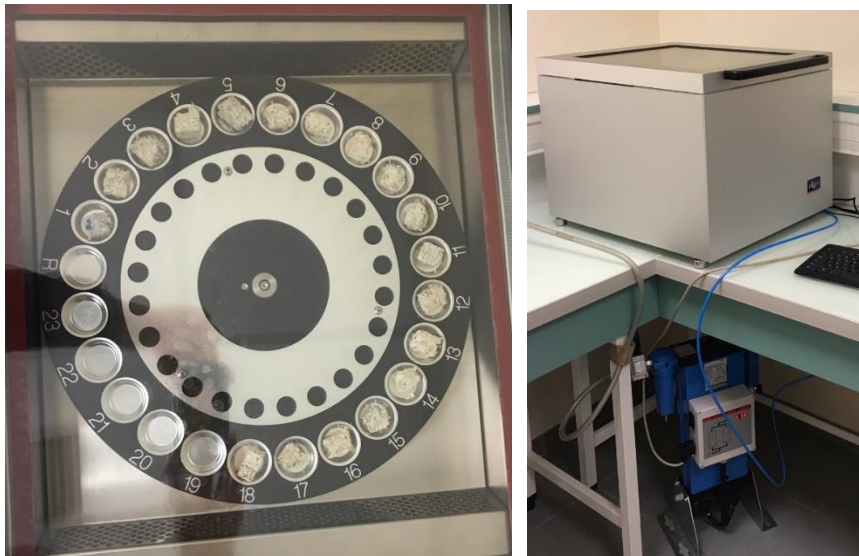


Figure 3-4 : Equipement SPS

Les échantillons sont disposés sur les assiettes en cercle (figure 3-4) et placés dans la chambre de mesure à ambiance régulée en température et humidité. L'air à l'intérieur circule en continu, fournissant un flux d'air optimal au-dessus des échantillons ainsi qu'une température et une humidité uniformes à chaque point. Tous les échantillons sont pesés en continu. En tournant et en abaissant le carrousel, un plat après l'autre est placé sur le plateau de pesage. Une référence interne élimine tous les effets de dérive de la balance.

La préparation des mesures par la suite est très simple. Tout d'abord, certains paramètres de mesure de base, tels que la condition d'équilibre et le profil température / humidité pour le cycle de sorption / désorption sont définis. Une fois le bouton de démarrage appuyé, la mesure est entièrement automatisée. Les résultats sont constamment mis à jour et affichés sous forme de tableau et de graphique. Si nécessaire, les paramètres de mesure peuvent être ajustés à tout moment pendant un essai en cours.

La différence principale entre les deux dispositifs repose principalement sur les dimensions des échantillons testés. Le SPS propose d'analyser des échantillons de dimensions plus importantes que le VSA, tout en possédant une meilleure précision de balance.

3.3. Méthode volumétrique

Un appareil basé sur la méthode volumétrique a également été utilisé pour la mesure des isothermes d'adsorption et de désorption. L'équipement est le Belsorp aqua 3 (figure 3-5) qui mesure automatiquement la variation du volume de la vapeur d'eau adsorbée ou désorbée par un échantillon à une température fixée. Il permet de réduire considérablement le temps de mesure en utilisant des échantillons de faibles dimensions en plus d'un débit de vapeur d'eau dynamique.

Son processus de mesure est basé sur la définition du volume de gaz adsorbé par le système moyennant l'utilisation du nombre de moles du gaz après injection d'hélium à pression atmosphérique. La quantité de gaz adsorbée ou désorbée est ensuite calculée à partir de la variation de la pression du gaz.



Figure 3-5 : Belsorp aqua 3

3.4. Résultats expérimentaux

Les méthodes de détermination des isothermes ont été présentées dans la partie précédente, et les résultats obtenus grâce aux différentes méthodes seront présentés ci-dessous. Le dispositif DVS ne sera pas utilisé, car il ne permet pas d'obtenir les teneurs en eau à une humidité relative supérieure à 90% [145].

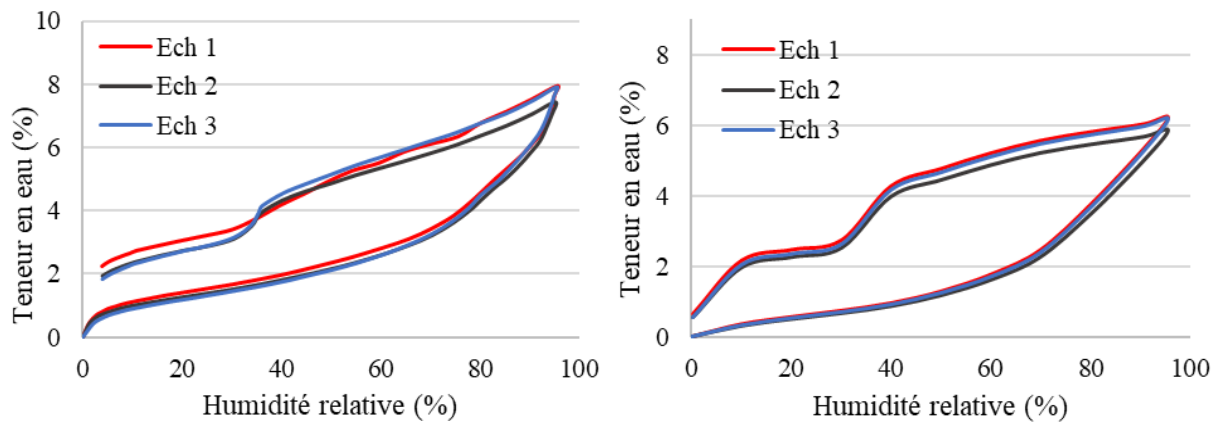


Figure 3-6 : Isothermes d'adsorption et de désorption de 3 échantillons de béton de polystyrène. a) Belsorp ; b) SPS

Tous les essais ont été réalisés sur trois échantillons à chaque fois, pour évaluer la répétabilité des mesures, et la température a été fixée à 23°C. La figure 3-6 montre que les résultats obtenus pour les trois échantillons sont les mêmes, avec très peu d'écart entre les courbes isothermes.

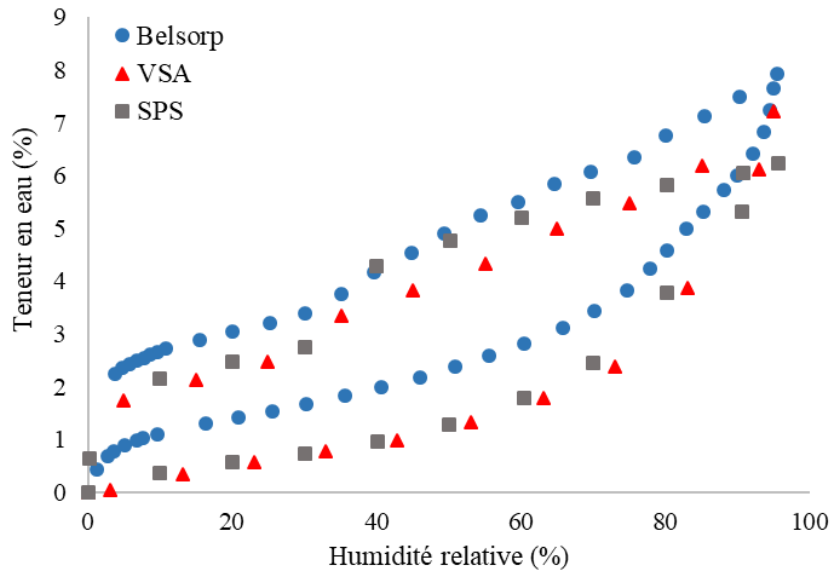


Figure 3-7 : Courbes isothermes d'adsorption et de désorption d'eau du béton de polystyrène avec les différents dispositifs

Les courbes représentent l'évolution de la teneur en eau massique du matériau en fonction de l'humidité relative de l'air à l'équilibre. Les courbes du béton de polystyrène sont présentées en figure 3-7, et celles de la pâte de ciment dans la figure 3-8. La teneur en eau augmente progressivement en fonction de l'humidité relative et devient importante pour des valeurs élevées du degré d'hygrométrie, à cause des mécanismes de condensation capillaire qui se déclenchent à des humidités relatives élevées.

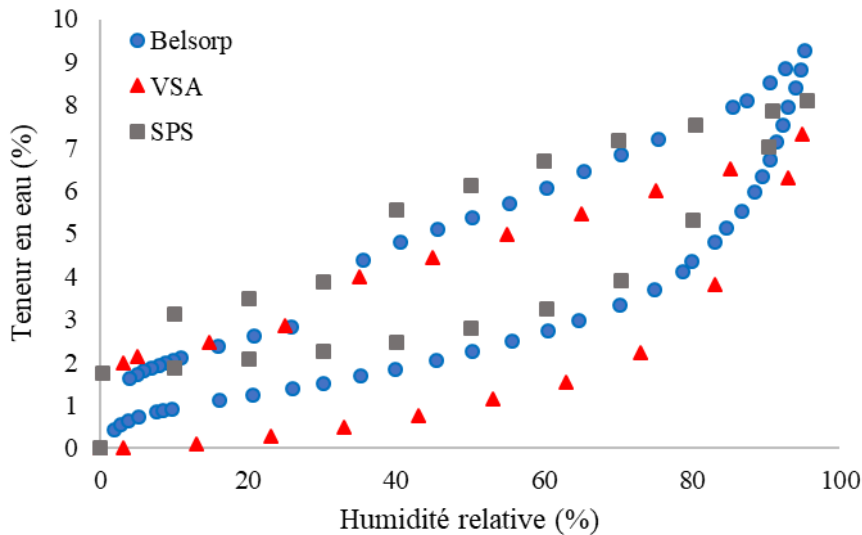


Figure 3-8 : Courbes isothermes d'adsorption et de désorption d'eau de la pâte de ciment avec les différents dispositifs

Le graphe montre le phénomène d'hystérésis puisque les courbes d'adsorption et de désorption ne suivent pas le même chemin. Il montre également que le béton de polystyrène n'a pas une capacité d'adsorption élevée, principalement à cause de sa faible porosité évoquée dans le chapitre précédent. Les courbes obtenues sont de type III selon la classification de l'IUPAC [18], ce qui est cohérent avec la structure du béton de polystyrène et sa faible adsorption d'eau

[110,116,124]. La pâte de ciment produit des isothermes d'allure similaire mais avec une teneur en eau à saturation plus élevée.

La comparaison entre les courbes met en évidence l'effet de la méthode utilisée pour la mesure des isothermes, qui est la méthode gravimétrique pour le VSA et le SPS, et la méthode volumétrique pour le Belsorp. On peut voir que les courbes obtenues par la méthode gravimétrique sont très proches, alors que celles obtenues par la méthode volumétrique sont un peu au-dessus, ce qui traduit une teneur en eau supérieure d'environ 1%. Toutefois, les trois courbes ont la même allure, ce qui prouve une bonne concordance des résultats comme montré dans la littérature [17]. Le Belsorp présente des valeurs de teneur en eau plus élevées que ce soit en sorption ou en désorption. Ceci résulte du fait que la méthode volumétrique permet d'avoir accès à toutes les molécules de vapeur d'eau présentes dans les pores. Les autres méthodes gravimétriques sont entachées d'erreur de mesures (balances par exemple), et la quantification de la masse d'eau sur des petites éprouvettes n'est pas très précise.

En comparant les résultats pour le béton de polystyrène et la pâte de ciment, les courbes ne présentent pas le même comportement vis-à-vis des méthodes de mesure utilisées. Les courbes isothermes du béton de polystyrène obtenues à l'aide du Belsorp montrent que les échantillons ne sont pas complètement séchés en désorption. Au vu des différentes teneurs en eau maximales, les résultats des méthodes gravimétriques montrent que les échantillons adsorbent moins de vapeur d'eau en comparaison avec ceux obtenus par la méthode volumétrique.

Pour les matériaux légers et pas fortement hygroscopiques (comme c'est le cas pour le béton de polystyrène), les essais par méthode gravimétrique ne sont pas très précis. En effet, quand l'adsorption est faible la masse de l'échantillon ne varie pas beaucoup et n'est pas correctement enregistrée au vu de la résolution de la balance [145]. Ceci explique la différence entre les courbes isothermes obtenues par les différentes méthodes.

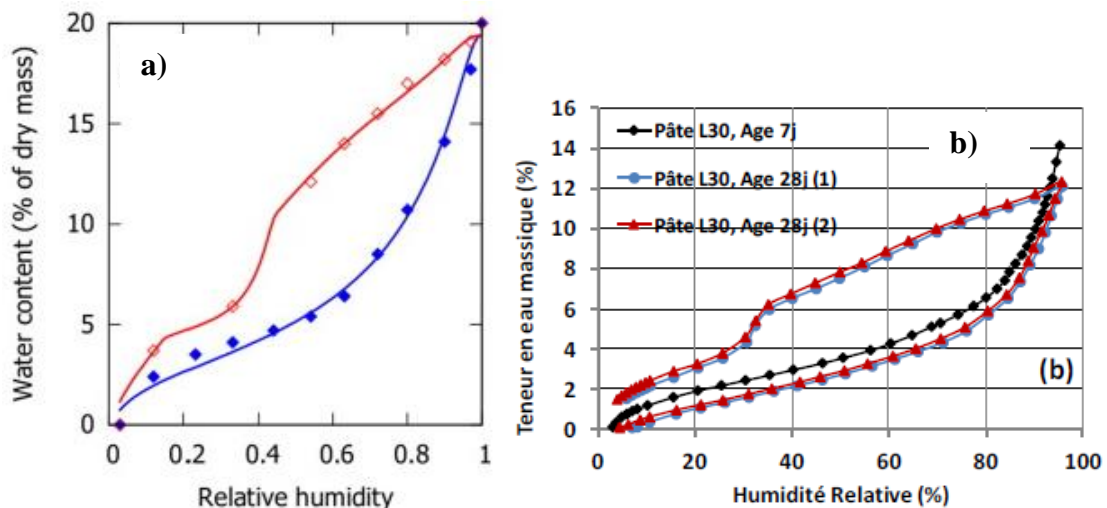


Figure 3-9 : Isothermes d'adsorption et de désorption de : a) pâte de ciment [186] ; b) pâte de ciment avec laitier [17]

La bosse qui représente une diminution soudaine et significative de la teneur en eau en désorption apparaît généralement dans les matériaux multi échelles au voisinage de HR = 40% dans le cas de l'eau à 25°C, et peut être expliqué par un effet de cavitation ou nucléation (formation de cavités gazeuses dans le liquide) [186]. Elle est caractéristique des matériaux

cimentaires et apparaît souvent dans les isothermes principales des pâtes de ciment avec et sans ajout, comme c'est le cas pour une pâte de ciment (figure 3-9.a) et une pâte de ciment avec laitier (figure 3-9.b).

3.5. Isothermes d'adsorption et de désorption intermédiaires

Dans son cycle de vie, un matériau subit plusieurs cycles d'humidification et de séchage. S'il ne sèche pas complètement en phase de désorption, la teneur en eau ne suivra pas la courbe d'adsorption principale après la prochaine humidification, mais plutôt une courbe d'adsorption située entre les deux courbes principales, dite courbe d'adsorption intermédiaire. Au fil des cycles, la teneur en eau décrira plusieurs boucles d'adsorption et de désorption intermédiaires.

Afin d'avoir une idée sur l'allure de ces courbes, le béton de polystyrène a été soumis à plusieurs cycles d'humidification et de séchage à l'aide du Vapor sorption analyzer SPS. Cet essai n'a pas pu être réalisé avec le Belsorp car ce dernier exige que les échantillons soient complètement secs et dégazés avant la réalisation des mesures. L'essai a été réalisé sur un échantillon cubique de dimensions $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ préalablement séché à 60°C .

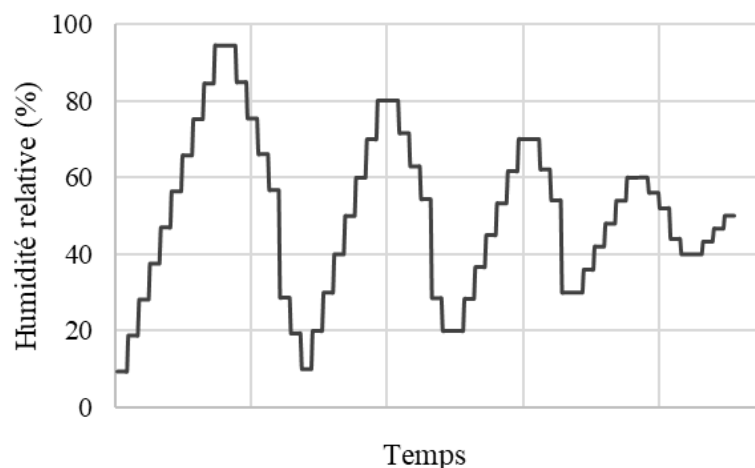


Figure 3-10 : Paliers d'humidité relative utilisés pour la mesure des courbes intermédiaires

Les paliers ont été choisis de telle sorte à ce que la dernière valeur de l'humidité relative en phase de désorption i soit supérieure à la dernière valeur en phase de désorption $i-1$. Si elles sont égales, les courbes i et $i-1$ seront superposées. Les conditions d'humidité relative sont présentées en figure 3-10.

Les courbes isothermes d'adsorption et de désorption principales et intermédiaires sont présentées dans la figure 3-11. Dans cet essai, la teneur en eau maximale à 95% d'humidité relative est égale à $0,04 \text{ kg/kg}$, valeur inférieure à celle obtenue précédemment avec le même équipement, et qui était égale à $0,06 \text{ kg/kg}$. Les échantillons utilisés dans les deux expérimentations ne proviennent pas de la même gâchée et n'ont pas été testés au même âge, ce qui explique la différence de teneur en eau maximale obtenue.

Les courbes intermédiaires sont comprises à l'intérieur des courbes principales, qui constituent la courbe enveloppe. Les courbes intermédiaires ont la même allure que les courbes principales, et les courbes de désorption intermédiaires présentent le même « coude » entre 30% et 40% d'humidité relative. Après quatre cycles d'humidification et de séchage, les courbes intermédiaires commencent à se superposer, et la courbe d'adsorption d'ordre 4 et la courbe de

désorption d'ordre 3 se chevauchent. Ceci est dû à l'accumulation d'eau dans le matériau et le choix des paliers d'humidité relative qui sont rétrécis à chaque cycle et qui, initialement variant entre 0 et 94%, sont compris entre 40 et 50% au dernier cycle.

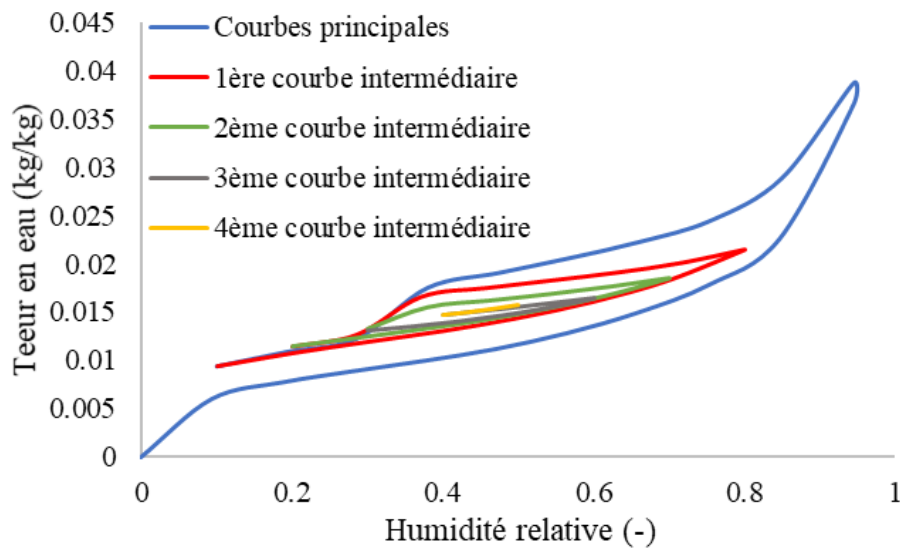


Figure 3-11 : Courbes isothermes d'adsorption et de désorption principales et intermédiaires du béton de polystyrène

4. Capacité de stockage d'humidité

La capacité de stockage d'humidité est un paramètre d'entrée essentiel du modèle de transferts de chaleur et d'humidité, car il traduit l'accumulation d'eau dans les pores du matériau due au phénomène d'hystérésis.

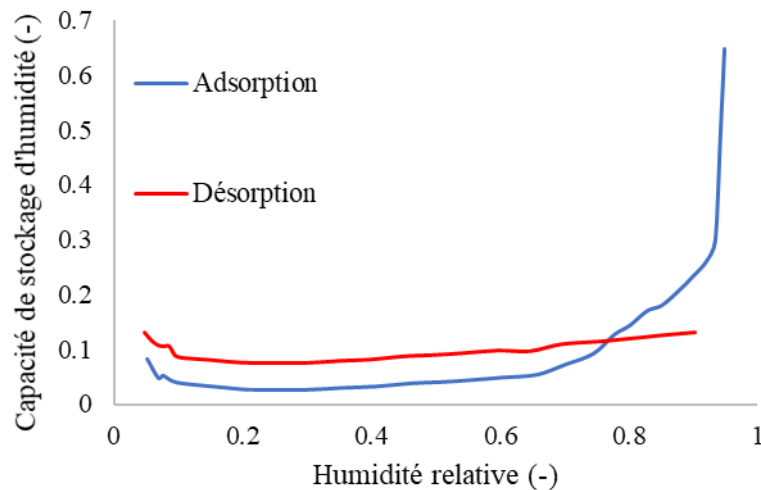


Figure 3-12 : Capacité de stockage d'humidité du béton de polystyrène en adsorption et en désorption

C'est une propriété obtenue à partir des isothermes d'adsorption et de désorption, définie mathématiquement comme étant la pente de la courbe :

$$C_m = \frac{\partial \omega}{\partial HR} \quad (60)$$

C_m est la capacité de stockage d'humidité (-)

u est la teneur en eau massique (kg/kg)

HR est l'humidité relative (%)

Étant donné que les courbes isothermes d'adsorption et de désorption présentent une hystérésis, la courbe de capacité de stockage d'humidité aura une allure différente selon que l'on soit en phase d'adsorption ou de désorption. Ceci est visible sur la figure 3-12 pour le béton de polystyrène, et en figure 3-13 pour la pâte de ciment.

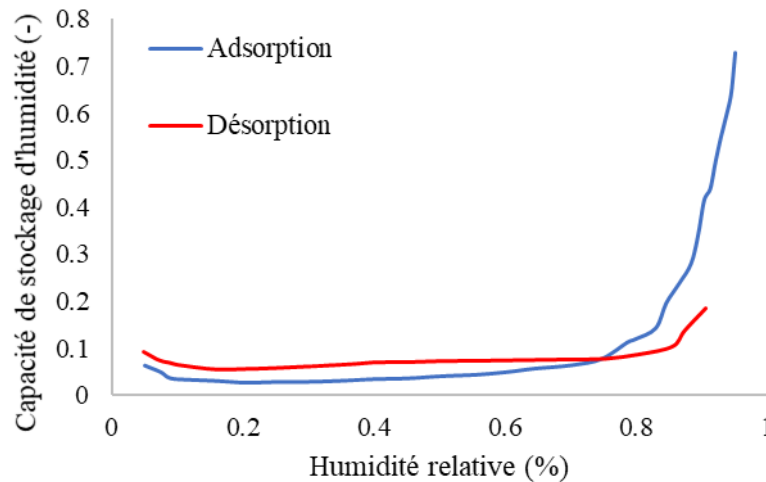


Figure 3-13 : Capacité de stockage d'humidité de la pâte de ciment en adsorption et en désorption

Pour les deux matériaux, l'évolution de la capacité de stockage d'humidité en fonction de l'humidité relative présente la même forme et des valeurs proches. En effet, les isothermes d'adsorption et de désorption des deux matériaux déterminées ne présentent pas beaucoup de différences, à l'exception de la teneur en eau maximale qui est légèrement supérieure pour la pâte de ciment. Sur le reste, les allures des courbes principales pour les deux matériaux sont quasiment pareilles, et on remarque ainsi une augmentation considérable en courbe d'adsorption aux humidités relatives supérieures à 80%.

Il est donc nécessaire de prendre en compte les variations de la capacité de stockage d'humidité en fonction de l'état hydrique dans la modélisation des transferts de chaleur et d'humidité, en particulier dans les zones à haute hygrométrie.

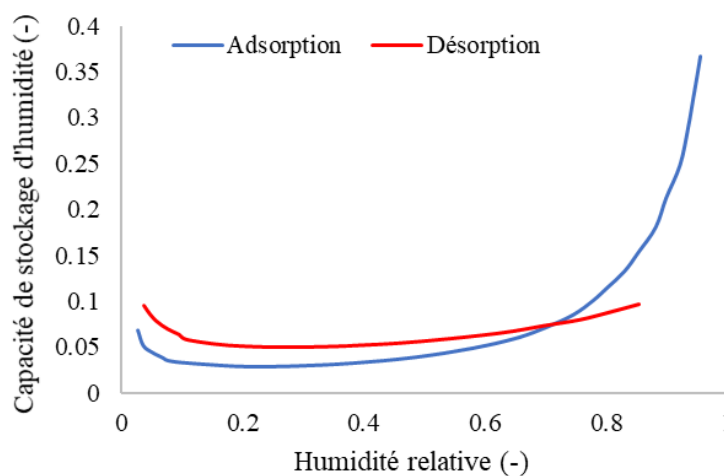


Figure 3-14 : Capacité de stockage d'humidité du béton de polystyrène simulée avec le modèle de Carmeliet

La capacité de stockage d'humidité peut aussi être modélisée avec les modèles décrits précédemment. On a choisi de la simuler uniquement avec le modèle de Carmeliet qu'on a jugé le plus pertinent. La capacité de stockage d'humidité simulée est présentée en figure 3-14. Les courbes simulées et expérimentales ont la même allure, bien que la première valeur en courbe d'adsorption expérimentale soit beaucoup plus élevée.

5. Modélisation des isothermes d'adsorption et de désorption

5.1. Modélisation des courbes principales

Les isothermes principales peuvent être modélisées par des équations sur la même plage d'humidité relative de mesure. Plusieurs modèles existent pour représenter les courbes principales, mais on ne présentera que ceux qui permettent d'obtenir les résultats les plus en adéquation avec les résultats expérimentaux. Les expressions des différents modèles sont reprises ci-dessous, avec les paramètres associés.

- Modèle de Carmeliet

Dans ses travaux [65], Carmeliet a modélisé les isothermes d'adsorption et de désorption principales avec la formule suivante :

$$\omega(\text{HR}) = \omega_{\max} \left(1 - \frac{\ln(\text{HR})}{A} \right)^{-1/n} \quad (61)$$

Les paramètres associés au modèle ont été obtenus par la méthode des moindres carrés et sont présentés dans le tableau 13.

Tableau 13 : Coefficients pour les isothermes principales

	ω_{\max}	A	n
Adsorption	0,0995	0,1098	1,376
Désorption	0,0879	0,454	1,505

- Van Genuchten

C'est un modèle élaboré en 1980 [39], initialement prévu pour les sols, mais par la suite généralisé pour les matériaux poreux. L'équation du modèle est :

$$\omega(\text{HR}) = \omega_r + (\omega_s - \omega_r) \left[\left(1 + \left| \alpha \frac{R \cdot T}{M_l \cdot g} \ln(\text{HR}) \right|^n \right)^{-m} \right] \quad (62)$$

R est la constante des gaz parfaits (J/mol.K), T est la température (K), M_l est la masse molaire de l'eau (Kg/mol) et g est l'accélération de la pesanteur (m/s^2). α , n et m sont des coefficients empiriques qui dépendent du matériau (on pose souvent $m = 1 - \frac{1}{n}$).

Les paramètres sont présentés dans le tableau 14.

Tableau 14: Paramètres du modèle

	ω_r	ω_s	α	n
Adsorption	0	0,08	0,0007	1,67
Désorption	0,015	0,074	-0,00015	2,06

Les deux modèles reproduisent parfaitement les courbes expérimentales d'adsorption et de désorption du béton de polystyrène (figure 3-15). On note toutefois une meilleure concordance en phase d'adsorption, car la courbe de désorption expérimentale comprend une diminution soudaine de la teneur en eau à une humidité relative entre 30% et 40% qui est difficile à modéliser.

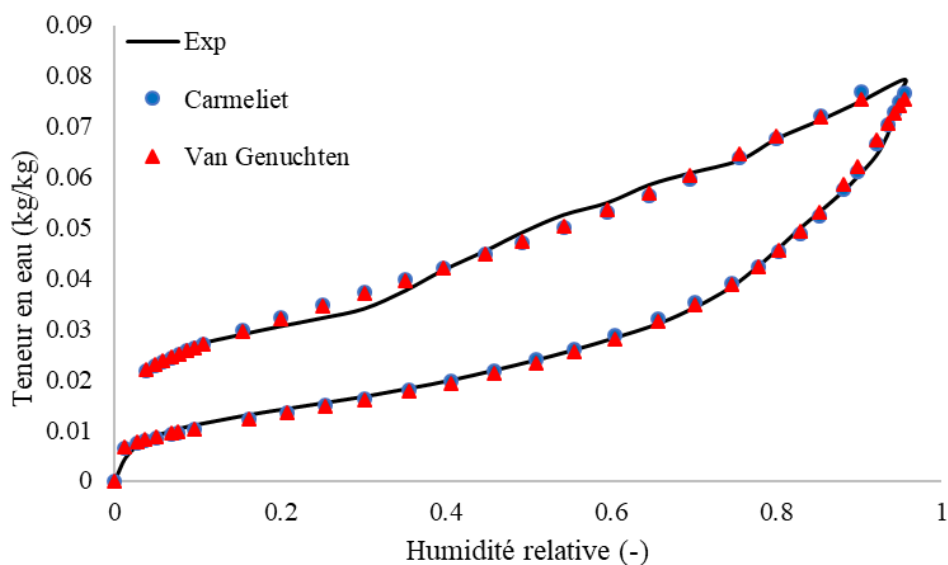


Figure 3-15 : Modélisation des isothermes principales

5.2. Modélisation des courbes intermédiaires

La modélisation des courbes intermédiaires est complexe, puisqu'elle doit prendre en compte l'accumulation d'eau dans les pores. Les modèles qui permettent de prendre en compte l'effet du phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption d'eau ont été présentés dans le premier chapitre. Les modèles les plus utilisés dans la littérature sont les modèles de Carmeliet [65], à cause de ses bases physiques et sa prise en compte du phénomène de bouteille d'encre, et le modèle de Pedersen [56], car il est empirique et utilise la première courbe intermédiaire en plus des courbes principales.

En vue de modéliser les courbes intermédiaires du béton de polystyrène, ces deux modèles seront comparés. Les expressions qui permettent le calcul de la teneur en eau à partir de l'humidité relative en chaque point des courbes intermédiaires ont été explicitées au premier chapitre. Les résultats de simulation des courbes intermédiaires avec les modèles de Pedersen et de Carmeliet sont présentés dans la figure 3-16.

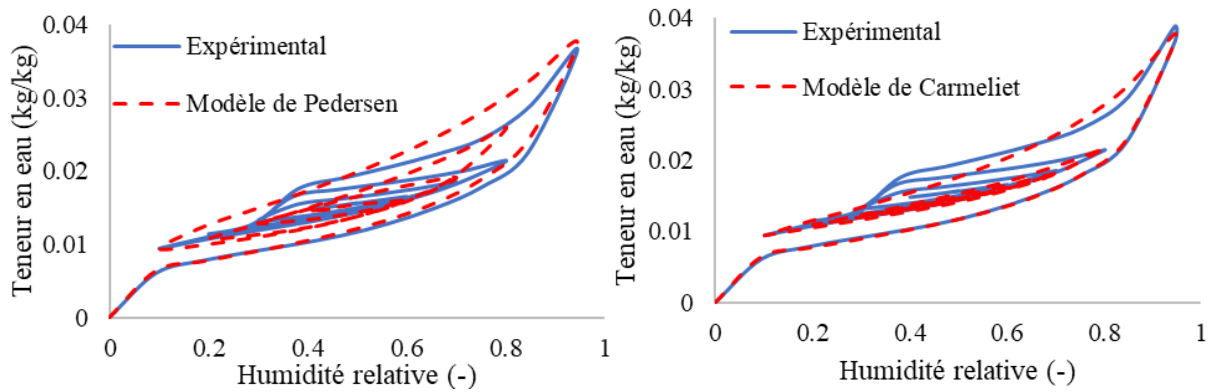


Figure 3-16 : Courbes intermédiaires d'adsorption et de désorption expérimentales et simulées. A gauche : modèle de Pedersen; à droite : modèle de Carmeliet

Le modèle d'hystérésis empirique de Pedersen permet d'obtenir des courbes intermédiaires qui suivent les tendances des courbes principales modélisées. Les courbes simulées correspondent bien aux valeurs expérimentales en phases d'adsorption, mais surestiment la valeur de la teneur en eau au premier point d'inversion à environ 80% d'humidité relative. Cette erreur revient à l'expression de la teneur en eau dépendant des pentes des isothermes principales, qui sont relativement élevées à partir de 80% d'humidité relative. Les simulations affichent des courbes d'allure différente en phase de désorption à cause de la chute de teneur en eau au voisinage de 40% d'humidité relative.

Le modèle d'hystérésis physique de Carmeliet présente une meilleure adéquation des courbes intermédiaires simulées en phases d'adsorption. En revanche, les courbes intermédiaires de désorption sous-estiment les courbes réelles et sont presque superposées aux courbes d'adsorption. Le modèle utilise les courbes d'adsorption et de désorption principales modélisées et ces dernières ne prennent pas en compte la bosse en phase de désorption qui est extrêmement complexe à modéliser.

Les deux modèles reproduisent les courbes principales de manière adéquate, et la différence entre les deux sur les paliers de 80% et 30% où le modèle de Pedersen surestime la teneur en eau réelle alors que le modèle de Carmeliet sous-estime la teneur en eau en courbe de désorption seulement. Comme présenté auparavant, les mesures des courbes isothermes d'adsorption et de désorption principales par l'équipement de mesure volumétrique Belsorp ne présentent pas la chute brusque de teneur en eau en phase de désorption. Leur utilisation pour la modélisation des courbes intermédiaires donnerait donc de meilleurs résultats, mais on ne peut pas obtenir les courbes intermédiaires expérimentalement avec cet équipement, car il nécessite le séchage complet des échantillons à chaque début de cycle.

On va toutefois utiliser les courbes principales d'adsorption et de désorption obtenues avec le Belsorp dans la modélisation des courbes intermédiaires par les modèles de Pedersen et de Carmeliet. Les paliers de chargement sont explicités dans la figure 3-17, et ont été choisis comme ceux utilisés par Carmeliet [65].



Figure 3-17 : Protocole de chargement hydrique

Les deux modèles sont implémentés sur Matlab, et les résultats des simulations sont présentés en figure 3-18. Le modèle de Pedersen fait tendre les courbes intermédiaires vers les courbes principales même après plusieurs cycles d’humidification et de séchage, et le modèle de Carmeliet donne des courbes intermédiaires bien distinctes des courbes principales.

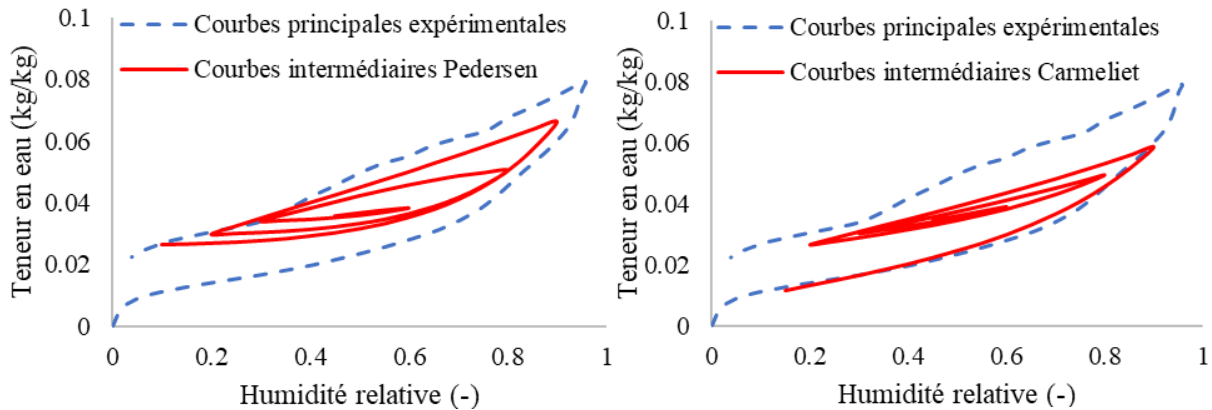


Figure 3-18 : Courbes intermédiaires simulées. A gauche : modèle de Pedersen; à droite : modèle de Carmeliet

5.3. Modélisation de la capacité de stockage d’humidité

La capacité de stockage d’humidité est définie comme la dérivée de la teneur en eau par rapport à l’humidité relative, et peut donc être déduite des courbes isothermes d’adsorption et de désorption. Elle peut également être modélisée à l’aide des modèles décrits dans la partie précédente, pour les courbes principales mais également pour les courbes intermédiaires. La capacité de stockage d’humidité simulée avec les deux modèles de Pedersen et de Carmeliet est présentée en figure ci-dessous.

Sur la figure 3-19, la capacité de stockage d’humidité simulée avec le modèle de Pedersen varie avec une amplitude de 0,174 entre 0,006 et 0,18 comme extremums. Le modèle de Carmeliet permet la simulation d’une capacité de stockage d’humidité variant entre 0,022 et 0,144 soit une amplitude de 0,122 seulement. On en déduit donc que la capacité de stockage d’humidité, simulée avec le modèle de Pedersen, correspondant à la pente des courbes isothermes d’adsorption et de désorption, varie de manière plus importante en comparaison avec celle calculée avec le modèle de Carmeliet. D’un point de vue physique, le modèle de Pedersen est donc moins logique [65].

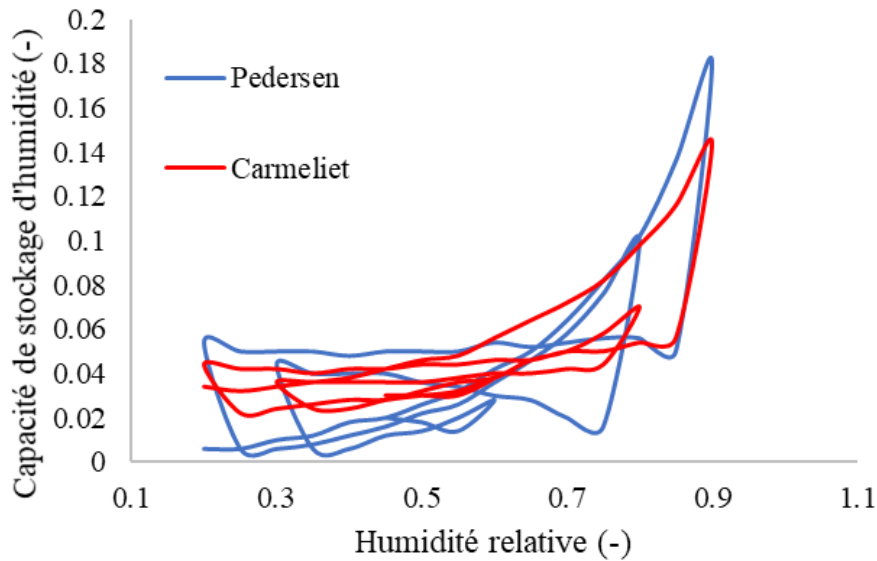


Figure 3-19 : Capacité de stockage d'humidité simulée

Ainsi, bien que le modèle de Pedersen donne des résultats plus proches des courbes expérimentales, il n'a pas de base physique mais plutôt empirique, et il manque de logique. En revanche, le modèle de Carmeliet donne de moins bons résultats en comparant avec les courbes expérimentales, mais dispose d'une solide base physique. Dans les travaux de recherche qui traitent de l'hystérésis d'adsorption et de désorption d'eau, le modèle de Carmeliet est généralement préféré à celui de Pedersen [14, 69, 187].

6. Pouvoir tampon hydrique (Moisture Buffer Value)

La capacité de tampon hydrique, communément appelée Moisture Buffer Value (MBV), est une propriété représentative de la capacité d'un matériau à absorber ou libérer l'humidité et un indicateur sur la capacité du matériau à modérer les variations de l'humidité intérieure dans le bâtiment.

Elle est exprimée en $\text{g/m}^2\cdot\text{HR}$ et peut être déterminée expérimentalement en soumettant le matériau au protocole NORDTEST [188]. Durant l'essai, le matériau est isolé par toutes les faces sauf une qui est exposée à l'ambiance. Il est initialement conditionné à 23°C et 50% d'humidité relative, puis soumis à des variations cycliques d'humidité relative comme suit : 8 heures à 75% d'humidité relative et 16 heures à 33% d'humidité relative, tandis que la température est maintenue à 23°C .

La capacité tampon hydrique est par la suite calculée comme suit :

$$\text{MBV} = \frac{\Delta m}{S (\text{HR}_h - \text{HR}_s)} \quad (63)$$

Δm (g) est la différence de masse d'eau absorbée/libérée pendant un cycle ;

S (m^2) est la surface de l'échantillon exposée à l'ambiance ;

HR_h et HR_s (%) sont respectivement les humidités relatives appliquées lors des phases d'humidification et de séchage respectivement.

L'essai est terminé dès que la différence de masse entre les trois derniers cycles est inférieure à 5%.

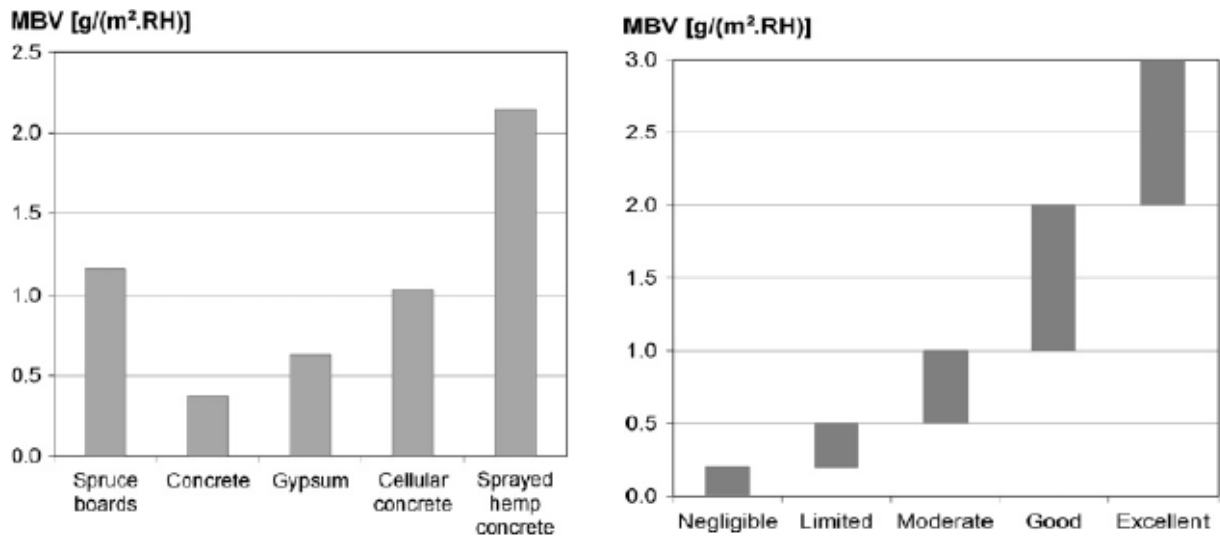


Figure 3-20 : Classification des matériaux selon leur MBV [188]

La figure 3-20 montre les valeurs de MBV de certains matériaux de construction usuels, ainsi que leur classification selon la valeur de leur MBV. Le béton par exemple est un matériau caractérisé par une capacité tampon d'humidité limitée, alors que les matériaux bio-sourcés composés d'agrégats ou de fibres végétaux sont qualifiés d'excellents régulateurs d'humidité à cause de leur pouvoir de tampon hydrique élevé.

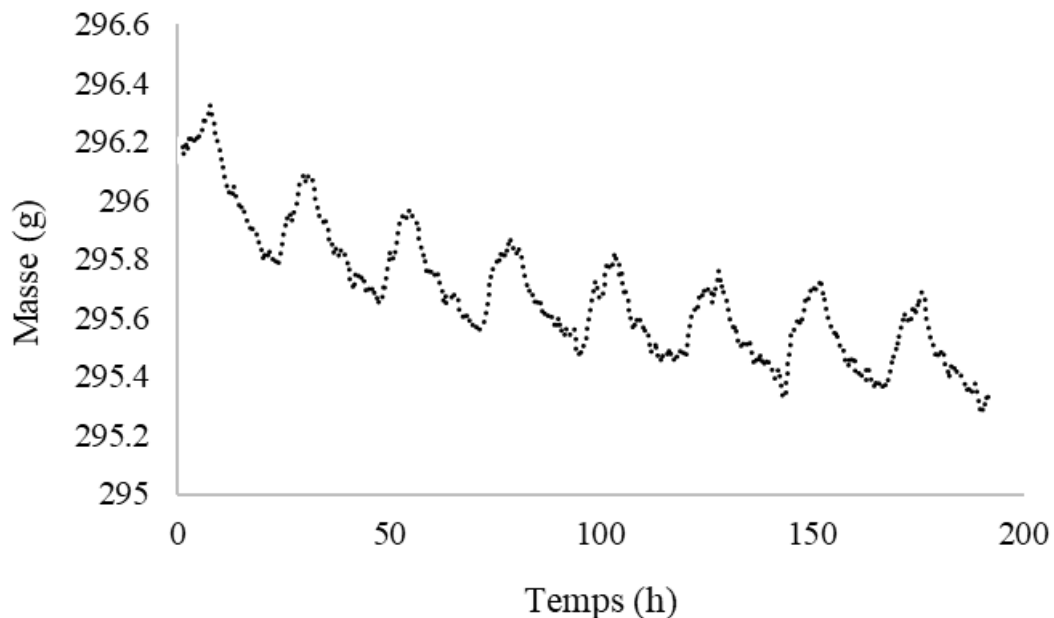


Figure 3-21 : Evolution de la masse durant l'essai

L'essai a été réalisé sur deux échantillons cylindriques de 11 cm de diamètre et 5 cm d'épaisseur. Les cycles d'humidité relative ont été programmés sur une chambre contrôlée en humidité relative et en température, dotée d'une balance reliée à un ordinateur pour le suivi de masse. L'essai a duré 8 jours et le suivi de masse est présenté en figure 3-21.

L'essai de mesure de la MBV présente une évolution décroissante de la masse du béton de polystyrène en fonction du temps, avec une stabilisation sur les trois derniers cycles. Le matériau n'étant pas très hygroscopique, et la cinétique de séchage étant plus importante que l'humidification, le béton de polystyrène perd plus d'humidité qu'il ne peut en accumuler. Ce comportement n'est pas inhabituel puisque selon la formulation, certains matériaux hygroscopiques le démontrent aussi, à l'instar du béton de chanvre traité dans la thèse d'Ait Oumeziane [14] dont le suivi de masse est présenté en figure 3-22.

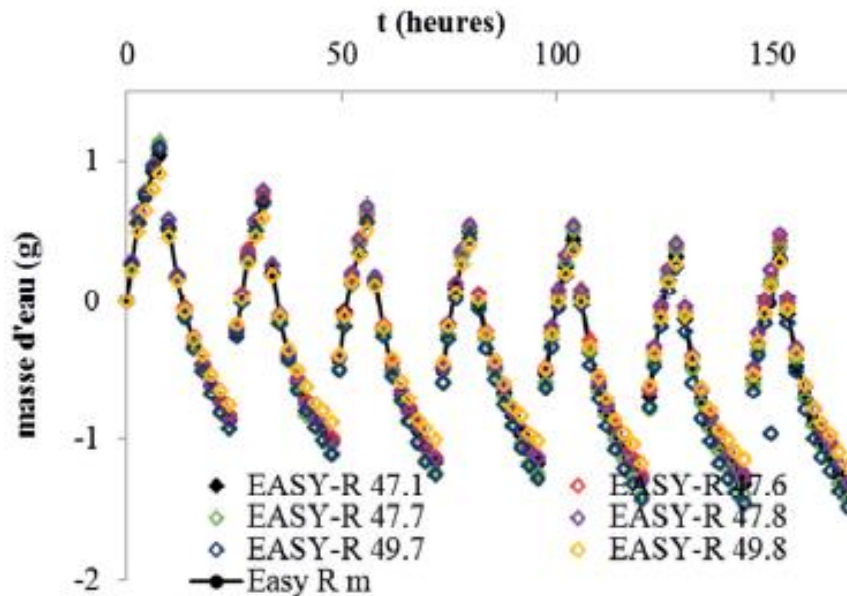


Figure 3-22 : Suivi de masse du béton de chanvre pendant l'essai de détermination de MBV [14]

Dans le cas du béton de polystyrène, les prises et pertes de masse ne sont pas très élevées car c'est un matériau très peu poreux, en plus du polystyrène expansé qui est hydrophobe. La valeur de la capacité tampon hydrique mesurée est $0,55\text{g/m}^2.\%\text{HR}$, il se situe ainsi dans la catégorie des matériaux à pouvoir de tampon hydrique modéré, comme le gypse. Étant composé de ciment et de polystyrène expansé, la valeur du pouvoir tampon d'humidité mesuré est cohérent, puisque le béton a une MBV à hauteur de 0,4 [188] et le polystyrène expansé n'est pas un actif capillaire, et n'a aucune capacité d'absorption de l'humidité, il est donc caractérisé par une absence de pouvoir tampon d'humidité [189].

Dans la littérature, les bétons légers sont caractérisés par un pouvoir de tampon d'humidité variant entre 0,7 et 0,8 $\text{g/m}^2.\%\text{HR}$ [188]. Le pouvoir dynamique du béton de polystyrène pour atténuer les variations journalières d'humidité relative dans les enveloppes des bâtiments reste donc modéré.

Les variations de l'humidité relative dans l'ambiance et dans les échantillons sont présentées dans la figure 3-23. L'humidité relative à l'intérieur des échantillons suit les mêmes variations que celle de l'air ambiant, avec un léger déphasage sur les trois derniers cycles. À 2,5 cm de profondeur, l'échantillon est faiblement impacté par les variations hydriques de l'ambiance. Lors d'un transfert unidirectionnel comme c'est le cas pour cet essai, la cinétique de transfert de masse est inversement proportionnelle à la profondeur du matériau, ce qui explique que les variations de l'humidité relative à 1,5 cm de profondeur soient beaucoup plus importantes que celles à 2,5 cm de profondeur.

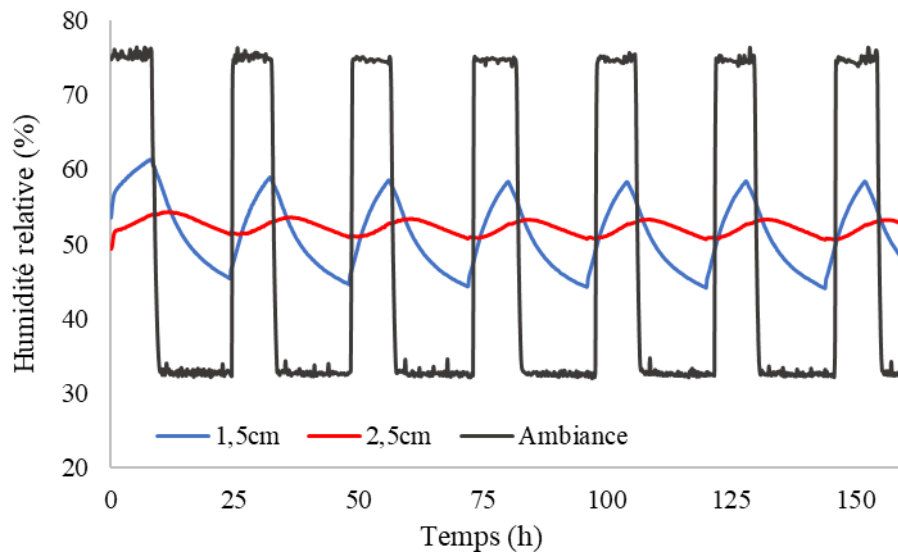


Figure 3-23 : Suivi de l'humidité relative dans les échantillons

Les travaux de modélisation des transferts de chaleur et d'humidité incluant l'hystérésis nécessitent également la détermination des propriétés hygrothermiques du matériau d'intérêt. Dans ce qui suit, une caractérisation expérimentale des propriétés intrinsèques du béton de polystyrène sera menée.

7. Conductivité thermique

La conductivité thermique est une grandeur physique qui décrit la réponse d'un matériau pendant un transfert thermique par conduction. Elle traduit la capacité du matériau à conduire la chaleur par unité de largeur et de température, et son unité est le W/m.K. Plus la conductivité thermique d'un matériau est élevée, plus il est conducteur, et moins il est isolant.

La loi de Fourier qui établit que le flux de chaleur est proportionnel au gradient de température fait apparaître la conductivité thermique en facteur de proportionnalité.

$$q = -\lambda \text{ grad}(T) \quad (64)$$

Dans le cas d'une plaque soumise à une température T_1 à l'une de ses faces, la face opposée aura une température T_2 inférieure à T_1 , et la densité surfacique de flux de chaleur entre les deux faces est exprimé à l'aide de la loi de Fourier.

La conductivité thermique est fortement dépendante de la densité des matériaux, comme on peut le voir sur la figure 3-24 qui présente l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la densité de nano-fibres isolantes. En effet, les matériaux légers sont des bons isolants et sont donc caractérisés par une faible conductivité thermique, au contraire des matériaux lourds [145].

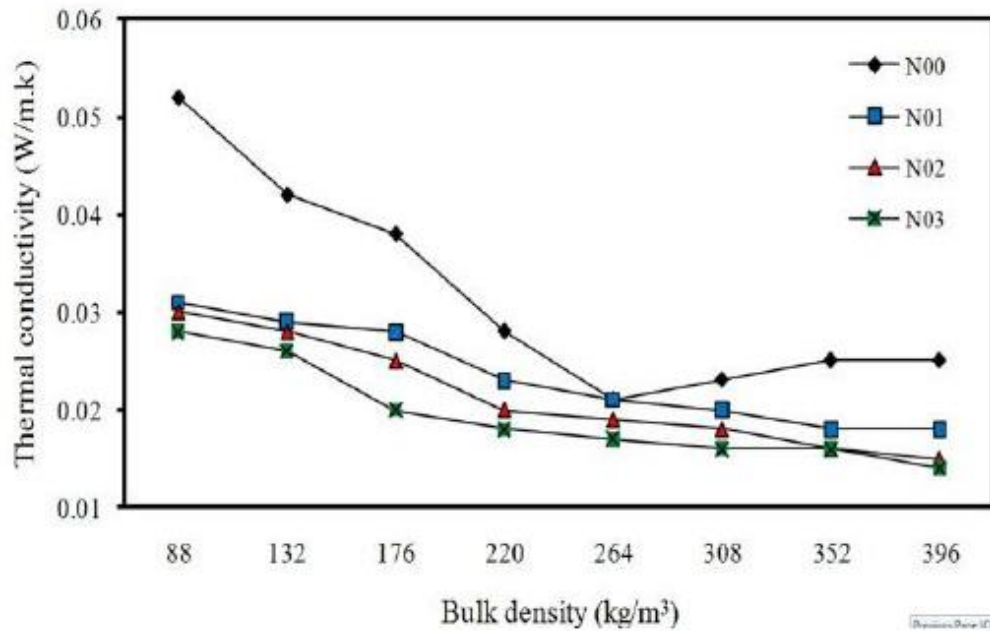


Figure 3-24 : Influence de la densité sur la conductivité thermique pour des nanofibres [95]

La conductivité thermique est également influencée par la teneur en humidité des matériaux, et augmente chez les matériaux à haute teneur en eau de manière quasi-linéaire [24]. La figure 3-25 illustre l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau d'un mortier fabriqué avec deux sables différents.

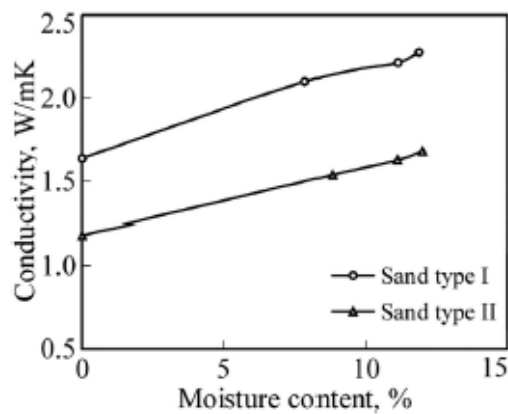


Figure 3-25 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau d'un mortier [146]

Dans la littérature, plusieurs travaux de recherche relatifs à la conductivité thermique des matériaux cimentaires ont été réalisés, au vu de l'importance de cette propriété dans le domaine de la construction. Missenard [147] et Mounounga [148] ont réalisé des essais sur des bétons et ciments, et décrété que la conductivité thermique d'un béton dépend de celles des matériaux qui le composent, et qu'elle diminue lorsque le rapport eau/ciment augmente.

Le tableau 15 résume quelques valeurs de conductivité thermique de matériaux cimentaires avec agrégats légers.

Tableau 15 : Conductivité thermique de matériaux cimentaires

Matériaux	Conductivité thermique (W/m.K) à 23°C
Pâte de ciment avec granulats de liège	0,270 [148]
Pâte de ciment avec polystyrène	0,230 [148]
Mortier avec liège	0,190 – 0,320 [150]
Béton mousse avec polystyrène	0,85 – 0,156 [151]
Béton avec polystyrène	0,930 [149]
Composite liège – gypse	0,110 – 0,124 [152]
Béton de chanvre	0,124 [44]

La conductivité thermique est donc fortement liée aux constituants des matériaux et à leur microstructure. D'après Harmathy [149], les agrégats définissent la conductivité thermique des bétons, et donc leur caractère isolant. Elle dépend également du dispositif expérimental et de la norme utilisés dans sa détermination.

Elle est également un paramètre d'entrée principal des modèles de transferts thermiques ou des transferts couplés de chaleur et d'humidité, ce qui justifie l'importance de la mesurer à l'aide de techniques précises.

Les méthodes expérimentales de mesure de la conductivité thermique peuvent être classées en deux catégories :

- Les techniques de mesure en régime permanent, comme la méthode de la plaque chaude gardée par exemple. Le principe de ces méthodes repose sur la mesure de la conductivité suite à l'application d'un gradient thermique, après établissement du régime permanent.
- Les techniques de mesure en régime transitoire, comme la méthode flash par exemple, qui permettent de remonter à plusieurs propriétés contrairement aux méthodes précédentes (conductivité, diffusivité et effusivité).

Dans ce qui suit, nous allons présenter les deux catégories de méthodes de mesure de la conductivité thermique et donner quelques exemples de techniques et dispositifs généralement utilisés. Nous présenterons ensuite l'équipement utilisé dans cette étude et les résultats expérimentaux obtenus.

7.1. Dispositifs de mesure en régime transitoire

En régime transitoire, le champ de température évolue avec le temps. On peut citer plusieurs méthodes qui effectuent les mesures en régime transitoire, comme la méthode flash, la méthode du fil chaud ou encore la méthode hot disk. Leurs principes sont brièvement décrits ci-dessous.

- La méthode flash : c'est une méthode qui permet d'obtenir en plus de la conductivité thermique, la diffusivité thermique des solides. Elle a été proposée par Parker et al. [150], et est basée sur le principe d'envoyer un flux lumineux de forte puissance en face avant de l'échantillon. Le flux est envoyé pendant un temps très court puis, à l'aide d'un

thermocouple, l'élévation de la température sur la face arrière de l'échantillon est enregistrée. Cette méthode n'est pas applicable pour les matériaux très légers pour lesquels il est difficile de mesurer la température de surface, ainsi que pour les matériaux poreux où le flash envoyé sur la face avant n'est pas absorbé intégralement au niveau de la surface, et où une partie du flash pénètre à travers la porosité et fausse les mesures.

- La méthode du fil chaud : cette méthode est très connue et largement utilisée grâce à sa mise en œuvre rapide et son coût peu élevé. Elle est particulièrement adaptée aux mesures pour les matériaux ayant une conductivité supérieure à 3 W/m.K [151,152]. Le principe consiste à mettre un fil métallique très fin parcouru par un courant électrique entre deux blocs du matériau et appliquer un échelon de flux de chaleur constant de source cylindrique au fil qui chauffe. L'évolution de la température du fil est relevée, et cela permet d'en déduire la conductivité thermique [153]. Cette méthode n'est pas adaptée aux matériaux très légers où l'influence de la masse du fil n'est plus négligeable et aux matériaux très diffusifs où l'hypothèse du milieu semi-infini n'est pas valable.
- Méthode Hot disk : cette méthode permet la mesure simultanée de la conductivité thermique et la diffusivité thermique. Le dispositif expérimental est composé d'une sonde de forme cylindrique constituée d'une résistance de platine en forme de ruban en spirale sur un support en plastique. Durant l'essai, la sonde est placée entre deux échantillons du matériau à caractériser. La conductivité thermique de l'échantillon est obtenue via la profondeur et le temps de pénétration [152]. Cette méthode nécessite la connaissance des caractéristiques thermo-physiques du milieu.

7.2. Dispositifs de mesure en régime permanent

En régime permanent, l'échantillon est soumis à un flux stationnaire donc indépendant du temps. Il est en équilibre thermique et les mesures obtenues sont alors absolues. Les mesures sont relatives lorsque le résultat est obtenu par comparaison avec un échantillon étalon pour lequel les valeurs de conductivité thermique sont déjà connues.

Les méthodes de mesure absolues sont basées sur la mesure d'un flux de chaleur traversant un échantillon en essayant d'éviter au maximum les flux parasites et les pertes latérales. Il existe plusieurs dispositifs basés sur cette méthode, mais les plus répandus sont basés sur la méthode de la plaque chaude gardée ou de la boîte chaude gardée.

- La méthode de la boîte chaude gardée : cette méthode est basée sur la norme NF EN 8990, et consiste à placer l'échantillon d'un côté entre une enceinte chaude dotée d'une résistance chauffante entourée d'un anneau de garde thermique, et de l'autre côté d'une enceinte froide disposant d'un groupe froid thermodynamique. L'ensemble est disposé dans un anneau de garde pour mesurer la résistance globale de l'échantillon.
- La méthode de la plaque chaude gardée : cette méthode est basée sur la norme NF EN 12667, 2001 [154]. Elle est généralement utilisée pour les matériaux isolants, et est basée sur la création d'un transfert de chaleur unidirectionnel en mettant l'échantillon entre deux plans parallèles et isothermes : une plaque froide et une plaque chaude, puis en le soumettant à un gradient de température fixé (15K). Un anneau de garde autour de la zone de mesure assure le transfert unidirectionnel à travers l'épaisseur de l'échantillon (figure 3-26). La conductivité thermique est directement calculée à partir de la puissance

électrique et les dimensions de l'échantillon. Les limites de cette méthode sont la difficulté à maintenir un flux unidirectionnel uniforme et constant et l'état de surface de l'échantillon qui doit être parfaitement plan et lisse.

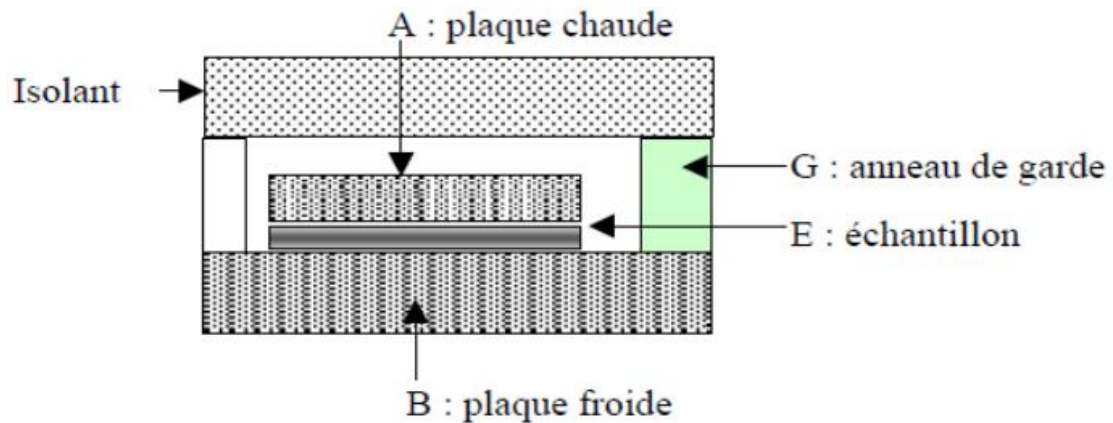


Figure 3-26 : Schéma de la méthode de la plaque chaude gardée

7.3. Résultats expérimentaux

Dans nos travaux, la conductivité thermique a été mesurée en utilisant la méthode de la plaque chaude gardée, grâce à l'appareil de mesure λ -Meter EP500e (figure 3-27). Ce dernier reproduit les conditions de transfert de chaleur à travers un échantillon de surface $15 \times 15 \text{ cm}^2$ et d'épaisseur égale à 5 cm.



Figure 3-27 : λ -Meter EP500e

La conductivité thermique sera d'abord évaluée en fonction de la température, pour trois températures différentes : 10, 23 et 40 °C. Ensuite, la conductivité thermique sera mesurée en fonction de la teneur en eau en commençant d'un état saturé. La conductivité thermique de la

pâte de ciment seul sera également mesurée afin d'évaluer l'impact de l'ajout des billes de polystyrène expansé.

3.3.1. Influence de la température

La conductivité thermique du béton de polystyrène et de la pâte de ciment est mesurée en fonction de la température à 10, 23 et 40°C. Avant l'essai, les échantillons sont soumis à un séchage jusqu'à la stabilisation de leur masse. L'essai a été réalisé sur deux échantillons de béton de polystyrène et un échantillon de pâte de ciment. Les évolutions de leurs conductivités thermiques respectives sont présentées dans ce qui suit.

On obtient la courbe décrivant l'évolution de la conductivité thermique du béton de polystyrène en fonction de la température. Celle-ci est décrite par l'équation ci-après :

$$\lambda = 0,2876.T + 135,19 \quad (65)$$

Comme attendu, la conductivité thermique augmente proportionnellement avec la température, et l'évolution se fait de manière linéaire (figure 3-28). Ceci est en accord avec la littérature, à l'instar des recherches de Troppova et al. [155] où il a été démontré que la conductivité thermique varie linéairement et proportionnellement avec la température. Toutefois, la variation totale de la conductivité thermique de 10°C à 40°C est incluse dans la barre d'erreur, donc les valeurs ne sont pas représentatives. Ceci est dû au caractère isolant du matériau à cause du polystyrène expansé qui lui confère une conductivité thermique peu élevée et dont la conductivité thermique augmente très peu en fonction de la température [156].

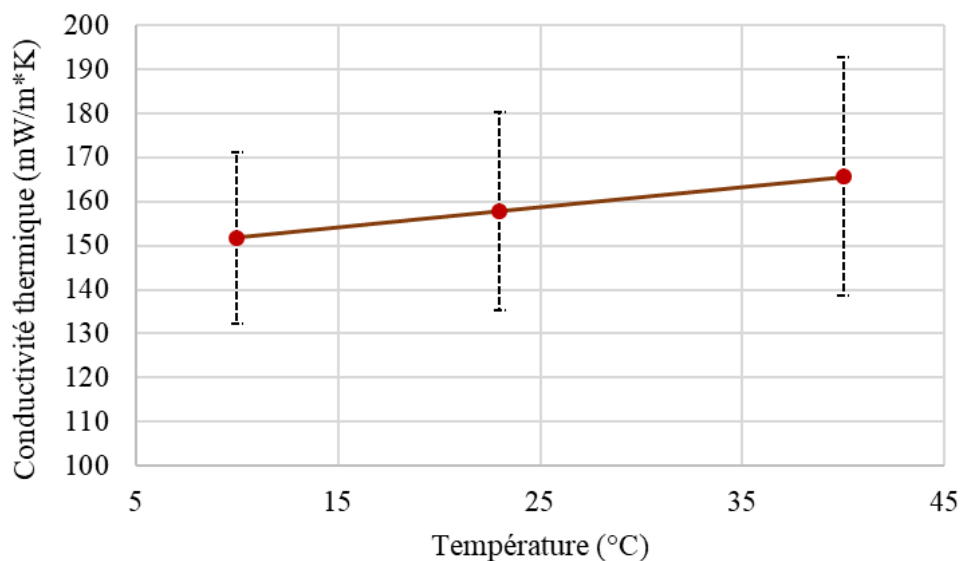


Figure 3-28 : Evolution de la conductivité thermique du béton de polystyrène en fonction de la température

La valeur de la conductivité thermique obtenue traduit une bonne isolation thermique du béton de polystyrène, qui résulte de l'ajout du polystyrène expansé. Cette valeur est plus faible que celles obtenues pour un béton de liège [157] ou un mortier à base de granulats de liège [158] par exemple. Elle reste plus élevée que celle de certains matériaux comme des composés à base de liège et de gypse qui sont tous les deux des agrégats légers [159], ou le béton de chanvre qui est caractérisé par une double porosité [69].

3.3.2. Influence du polystyrène

Les bonnes propriétés d'isolation du béton de polystyrène reviennent à l'incorporation du polystyrène expansé. Nous avons donc mesuré la conductivité thermique pour la pâte de ciment seule aussi. Les résultats sont présentés en figure 3-29, en comparaison avec la conductivité thermique du béton de polystyrène.

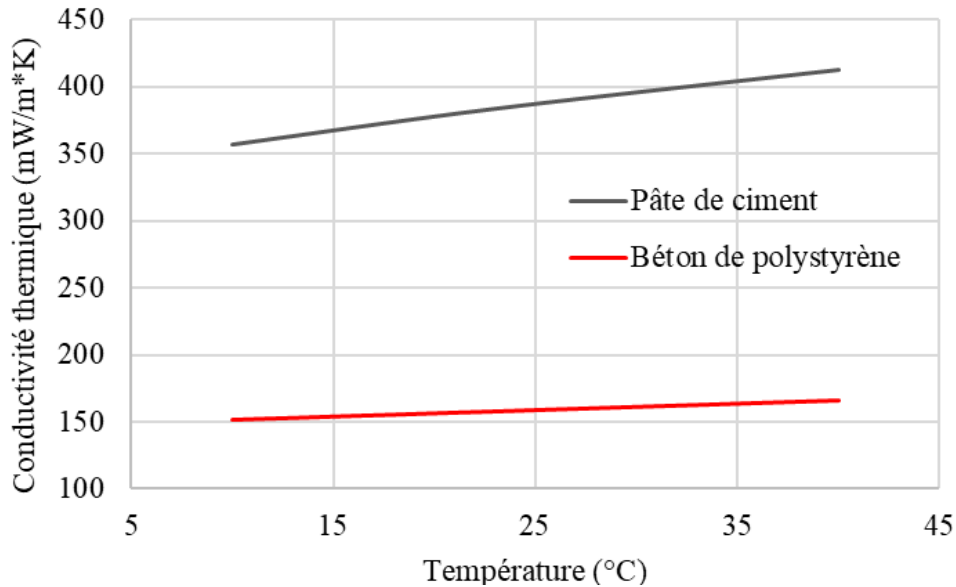


Figure 3-29 : Conductivité thermique du béton de polystyrène et de la pâte du même ciment

À 23°C, la conductivité thermique de la pâte de ciment est égale à 383 mW/m.K pour 157 mW/m.K seulement pour le béton de polystyrène. Pour un mortier, elle peut aller jusqu'à 950 mW/m.K [17]. La conductivité thermique de la pâte de ciment enregistre donc une augmentation par rapport à celle du béton de polystyrène allant de 135% à 150%, la plus basse étant à 10°C.

Cette importante différence revient à l'incorporation des billes de polystyrène expansé qui sont caractérisées par une faible conductivité thermique (environ 40 mW/m.K [148]) et qui confèrent au matériau sa légèreté et sa bonne isolation thermique.

3.3.3. Influence de la teneur en eau

La conductivité thermique a été mesurée en fonction de la teneur en eau en saturant un échantillon de béton de polystyrène dans l'eau puis en le séchant progressivement pendant l'essai. L'échantillon est enveloppé dans un film extensible afin d'éviter l'évaporation de l'eau hors de l'échantillon pendant la mesure. Bien que le gradient de température imposé par l'équipement (15 K) soit susceptible de créer une diffusion à l'intérieur de l'échantillon, l'eau reste piégée à l'intérieur à cause du film extensible où le matériau est enfermé et on ne considère que la teneur en eau globale sans qu'elle soit forcément homogène.

On a présenté l'évolution de la conductivité thermique du béton de polystyrène en fonction de sa teneur en eau pour trois températures différentes : 10, 23 et 40°C en figure 3-30. Les courbes montrent l'influence de l'état hydrique du matériau sur sa conductivité thermique. On peut remarquer que la conductivité thermique à l'état sec est légèrement inférieure à la valeur obtenue précédemment, car dans cet essai, on a utilisé un seul échantillon alors que pour la

mesure de la conductivité thermique en fonction de la température, 2 échantillons ont été testés et la moyenne des deux a été présentée.

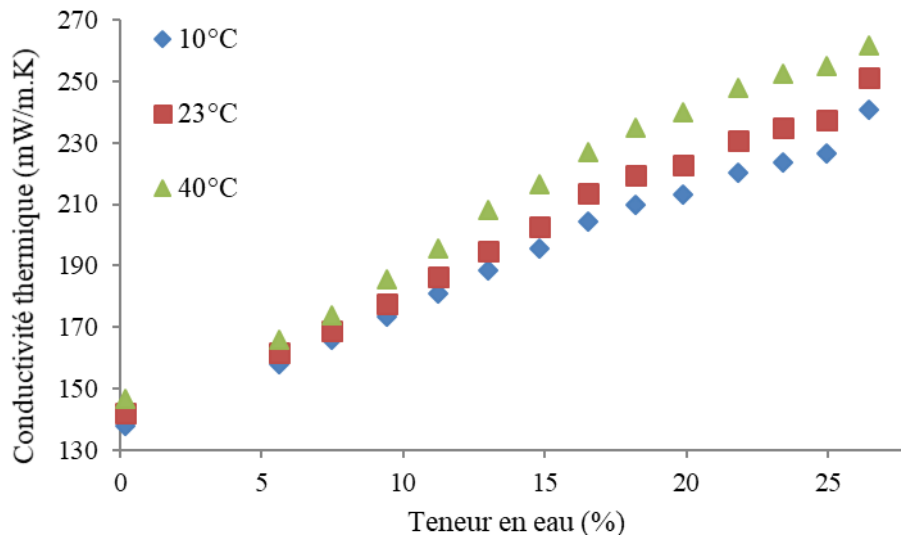


Figure 3-30 : Évolution de la conductivité thermique du béton de polystyrène en fonction de la teneur en eau

Pour les trois températures, la conductivité thermique augmente proportionnellement à la teneur en eau. A 10°C, la conductivité thermique augmente de 74% et passe de 138 à 240 mW/m.K. A 23°C, elle augmente de 142 mW/m.K à l'état sec à 251 mW/m.K à l'état saturé, et enregistre une croissance de 77%. A 40°C, la conductivité du matériau sec est égale à 146 mW/m.K et passe à 261 mW/m.K à 25% de teneur en eau, indiquant une augmentation de 78%. Cette croissance est inférieure à celle généralement observée dans les matériaux légers, à l'instar du béton de chanvre (figure 3-31.a) dont la conductivité thermique augmente de 120% [28] ou un mortier à base de fibres de palmiers (figure 3-31.b) où la conductivité thermique à l'état saturé est égale à trois fois celle à l'état sec [160]. Ceci résulte en partie de la valeur de la teneur en eau à saturation, qui est plus élevée pour le béton de chanvre et le mortier avec fibres de palmiers.

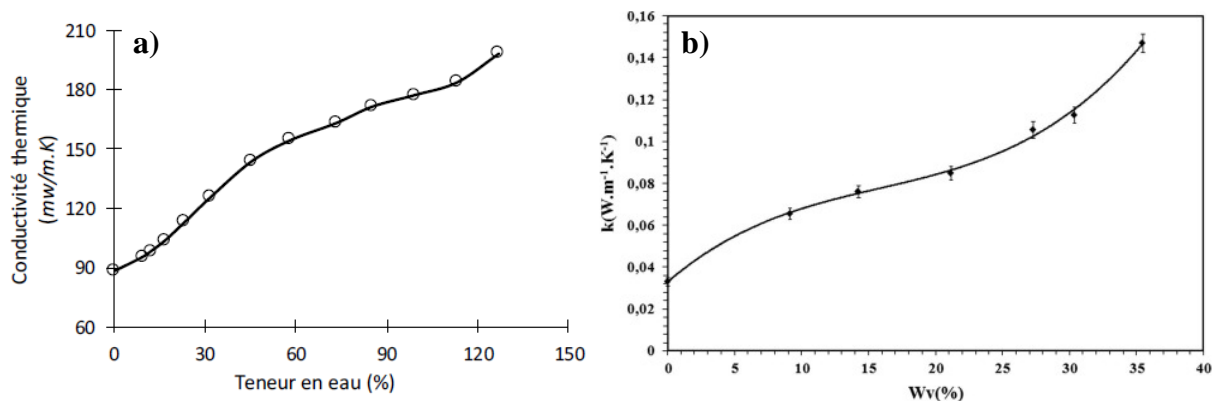


Figure 3-31 : Évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau du a) béton de chanvre [28] et b) mortier de fibres de palmiers [160]

De manière générale, la proportion d'air dans le matériau diminue lorsque la teneur en eau augmente, et la conductivité thermique de l'eau est beaucoup plus élevée que celle de l'air ($\lambda_{\text{eau}} = 600\text{mW/m.K}$ et $\lambda_{\text{air}} = 25\text{mW/m.K}$ à 25°C). Par conséquent, les valeurs de

conductivité thermique augmentent avec la présence de l'eau, et la capacité isolante du matériau diminue.

Une augmentation d'environ 75% de la conductivité thermique du béton de polystyrène est enregistrée entre l'état sec et l'état saturé. Ceci souligne la nécessité de prendre en compte les variations de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau lors de la modélisation des transferts de chaleur et d'humidité au lieu de prendre une valeur constante.

8. Chaleur spécifique

La chaleur spécifique C_p est la quantité de chaleur nécessaire à une unité de masse d'un matériau pour élever sa température d'1K, elle est donc exprimée en J/kg.K. Il existe également la capacité massique C (également appelée capacité calorifique) qui illustre la capacité du matériau à absorber et emmagasiner une quantité de chaleur.

$$C = \frac{Q}{\Delta T} \quad (66)$$

Q est la quantité de chaleur absorbée et emmagasinée

ΔT est l'élévation de la température du matériau

La chaleur spécifique est donc définie par la relation ci-dessous :

$$C_p = \frac{C}{m} \quad (67)$$

La chaleur spécifique dépend de plusieurs paramètres, notamment de la nature des granulats, de la formulation des matériaux, de la température et de la teneur en eau. La formulation et la composition du matériau peuvent conduire à doubler la chaleur spécifique.

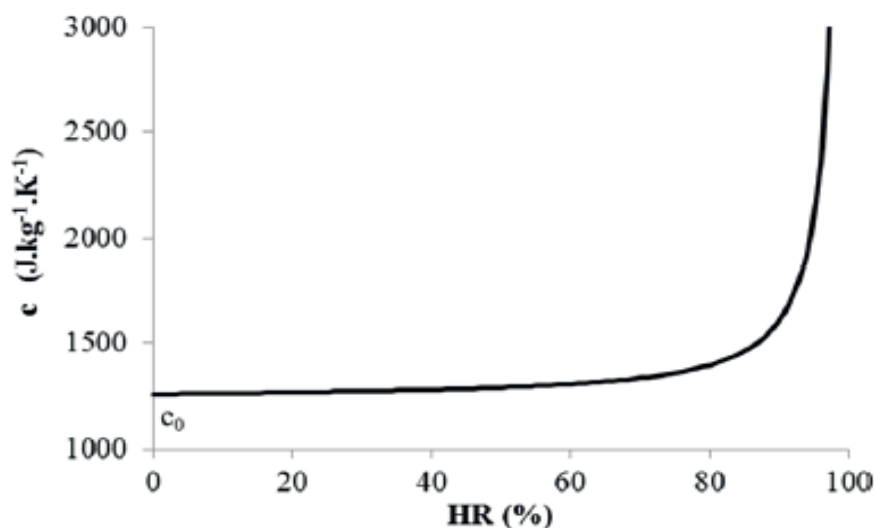


Figure 3-32 : Evolution de la capacité thermique massique en fonction de l'humidité relative à 23°C d'un béton de chanvre [14]

L'état d'humidité influence fortement la capacité thermique. En effet, la capacité thermique massique de l'eau est 4 à 5 fois supérieure à celle des granulats classiques et presque 10 fois supérieure à celle du ciment [161]. Par conséquent, la teneur en eau des matériaux cimentaires influence fortement leur aptitude à absorber de la chaleur. L'évolution de la capacité thermique

massique d'un béton de chanvre en fonction de l'humidité relative (obtenue à partir de sa teneur en eau après exploitation des isothermes d'adsorption/désorption) est présentée en figure 3-32.

La capacité thermique d'un matériau varie également en fonction de la température, et augmente proportionnellement avec celle-ci, comme le montre le tableau 13. Ceci revient au fait que les capacités thermiques des constituants des matériaux cimentaires (ciment, eau, granulats) augmentent avec l'augmentation de la température.

Tableau 16 : Capacités thermiques massiques de l'eau, du ciment et de granulats calcaires pour différentes températures [163]

Température (°C)	21,1	32,2	43,3	54,4
C_{eau} (J/kg.K)	4187	4187	4187	4187
C_{ciment} (J/kg.K)	456	536	662	825
$C_{\text{granulats}}$ (J/kg.K)	749	758	783	821

La figure 3-33 montre la capacité thermique d'un béton avec incorporation de granulats légers [162].

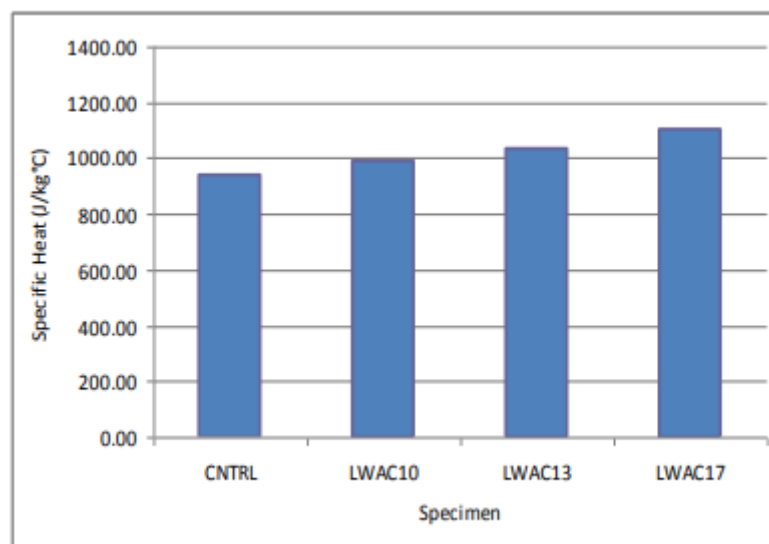


Figure 3-33 : Capacité thermique d'un béton avec ajout d'agrégats légers [162]

La chaleur spécifique est une grandeur importante dans toute étude de transferts hygrothermiques. Sa détermination expérimentale peut être faite grâce à plusieurs méthodes, et le choix de la bonne méthode dépend de la nature du matériau, de la gamme de températures de mesure, et de la précision recherchée.

8.1. Méthodes de mesure

Les méthodes de mesure de la chaleur spécifique peuvent être classées en méthodes dynamiques et méthodes statiques. Plusieurs dispositifs basés sur les deux méthodes seront explicités dans ce qui suit.

- DSC à flux de chaleur : c'est une méthode de mesure dynamique bien adaptée pour les mesures dans des plages de température peu étendues. Le dispositif est composé de deux

cellules contenues dans le même four, l'une contenant l'échantillon à caractériser et l'autre un échantillon de référence. Les deux cellules sont identiques en matériaux, volumes et masses. Toutefois, cette méthode néglige plusieurs facteurs qui ne sont pas pris en compte [164], tels que les capacités thermiques, les masses et résistances thermiques des capsules et leurs supports, les résistances thermiques des capteurs et la résistance thermique échantillon/référence.

- DSC à compensation de puissance : c'est également une méthode de mesure dynamique. Bien que la méthode soit délicate à mettre en œuvre, les résultats sont rapides et précis. Le dispositif est composé de deux micro-fours identiques, l'un contenant l'échantillon à caractériser et l'autre un échantillon de référence. Le principe de cette méthode consiste à imposer la même température entre les deux micro-fours, puis de mesurer la différence électrique fournie pour maintenir la même température.
- Microcalorimètre à flux : le micro calorimètre à flux est un dispositif de mesure dynamique. Il est composé de deux cellules identiques placées dans un bloc calorimétrique. Les cellules sont entourées de capteurs composés d'un ensemble de thermocouples soudés entre eux. Le principe de fonctionnement est basé sur la mesure de la différence de flux thermique échangé entre chaque cellule et le milieu extérieur. Les mesures sont réalisées en fonction du temps, puisque c'est un dispositif de mesure dynamique.

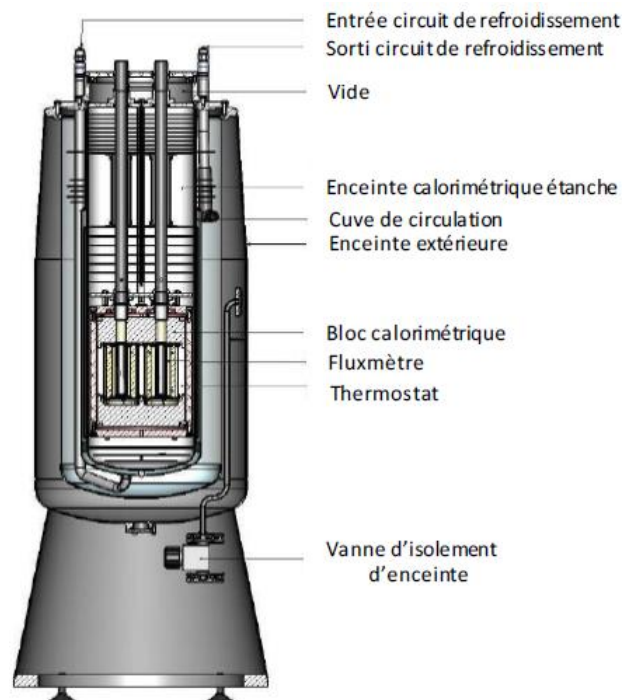


Figure 3-34 : Microcalorimètre Calvet [28]

- Microcalorimètre Calvet HT : cet appareil, représenté en figure 3-34, repose sur une méthode de mesure statique. Il est constitué de deux cellules de mesure disposées dans un bloc calorimétrique de manière symétrique, d'un four et d'un dispositif d'introduction des éprouvettes qui comporteront les échantillons par la suite. Les cellules de mesure sont entourées par deux capteurs de flux composés de thermocouples montés en série. Ces derniers permettent d'assurer la liaison entre les cellules de mesure et le bloc calorimétrique. Enfin, un dispositif de manipulation permet d'introduire les

éprouvettes sous une atmosphère neutre. Le fonctionnement de l'appareil commence par la transformation d'une éprouvette située dans l'une des cellules de mesure (échauffement ou refroidissement), et un échange de chaleur avec le bloc calorimétrique via les capteurs de flux. Le signal électrique délivré par ces capteurs est proportionnel aux flux thermiques échangés par conduction entre les cellules et le bloc calorimétrique. L'énergie dégagée ou absorbée par la cellule de mesure peut être calculée par la suite avec une simple intégration.

8.2. Résultats expérimentaux

Dans nos travaux, la chaleur spécifique est mesurée grâce au calorimètre Calvet BT 2.15 illustré en figure 3-35. Cet appareil présente l'avantage de disposer de capteurs 3D qui entourent entièrement l'échantillon, ainsi, la totalité de la chaleur émise est mesurée. Les échantillons testés sont de forme cylindrique et de dimensions de 6 cm de hauteur et 1 cm de diamètre. L'essai est réalisé sur trois échantillons différents pour assurer la répétabilité des résultats. La courbe de température est une rampe allant de 15°C à 40°C, avec une vitesse de chauffe de 0,1°C/min.



Figure 3-35 : Calorimètre Calvet BT 2.15

4.2.1. Influence de la température

La figure 3-36 montre l'évolution de la chaleur spécifique du béton de polystyrène en fonction de la température. On constate une augmentation de la chaleur spécifique de 6,5% entre l'instant initial à une température de 15°C et la fin de l'essai à 40°C. Les valeurs de la chaleur spécifique varient entre 0,93 J/g.K à 15°C et 1 J/g.K à 40°C.

Les résultats traduisent une assez bonne capacité de stockage de la chaleur, néanmoins moins élevée que celle des matériaux à fibres végétales comme le béton de chanvre pour lequel la valeur de la chaleur spécifique va de 1 à 1,2 J/g.K et enregistre une croissance égale à 9% entre 5 et 35°C [28], ou encore un composite de gypse et liège caractérisé par une chaleur spécifique entre 1,2 et 1,3 J/g.K [159].

L'évolution de la chaleur spécifique en fonction de la température est légèrement comprise dans les barres d'erreur, à cause du caractère isolant du béton de polystyrène qui est faiblement impacté par les variations de température entre 15 et 40°C.

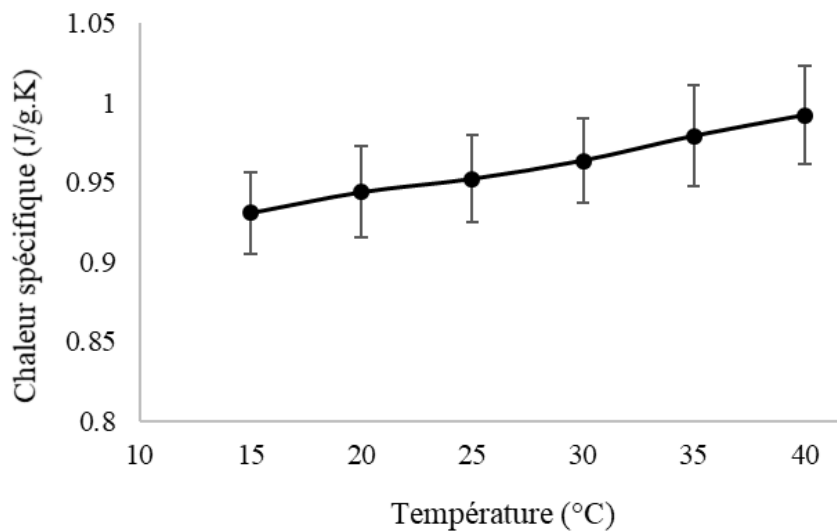


Figure 3-36 : Evolution de la chaleur spécifique du béton de polystyrène en fonction de la température

4.2.2. Influence du polystyrène

La chaleur spécifique de la pâte de ciment est présentée en figure 3-37, pour évaluer l'influence de l'incorporation des billes de polystyrène expansé sur la chaleur spécifique. La chaleur spécifique de la pâte de ciment croît en fonction de la température, et est égale à 0,89 J/g.K à 15°C, et 0,94J/g.K à 40°C. L'augmentation est estimée à 5%, donc elle est moins importante que celle affichée par le béton de polystyrène.

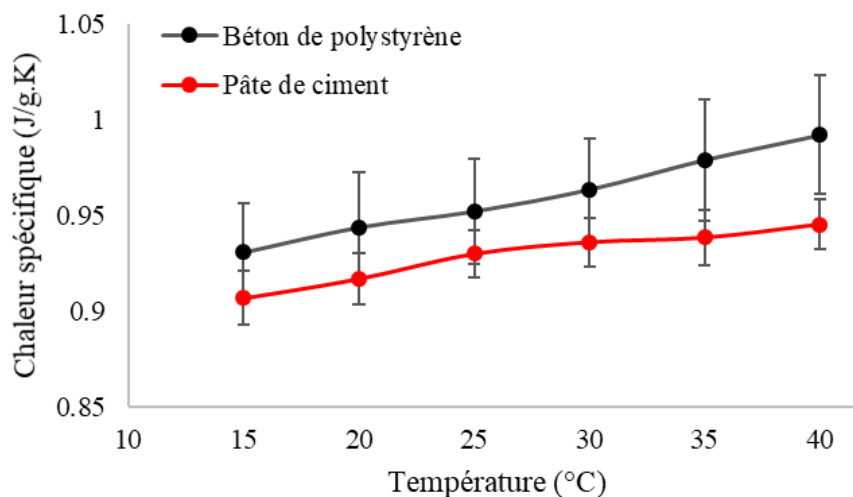


Figure 3-37 : Chaleur spécifique du béton de polystyrène et la pâte de ciment

L'ajout de polystyrène expansé confère donc au matériau cimentaire une meilleure capacité de stockage de chaleur, étant donné que cette dernière augmente de 4 à 5% sur la plage de températures. La chaleur spécifique du polystyrène expansé varie de 1,2 à 1,45 J/g.K [165], et la loi des mélanges est ainsi respectée.

9. Perméabilité à la vapeur

La perméabilité à la vapeur est une propriété qui traduit la capacité du matériau à transmettre la vapeur d'une face à une autre. Elle est fortement influencée par la masse volumique, et peut ainsi passer du simple au double quand la masse volumique diminue.

La perméabilité à la vapeur est une propriété généralement utilisée pour apprécier les risques de condensation dans les parois des bâtiments. Elle est mesurée grâce à la méthode de la coupelle (mesure normalisée), et cette dernière implique des phénomènes physiques très complexes. En effet, il y a présence de condensation capillaire et éventuellement des transferts à l'état liquide, en plus d'échanges superficiels [166]. Au vu de la complexité des phénomènes mis en jeu, la notion de perméabilité à la vapeur est souvent remise en question. Daïan [37] trouve son appellation inadéquate, car la vapeur est transportée par diffusion et non par filtration, ce qui ne justifie pas l'appellation de « perméabilité » et explique l'appellation « diffusivité » utilisée par certains auteurs.

Lorsqu'un matériau poreux est placé entre deux ambiances différentes en températures et pressions de vapeur, il est traversé par un flux de masse de l'ambiance à la pression de vapeur la plus élevée (figure 3-38). Si \dot{m} est sa valeur à l'équilibre, la perméabilité à la vapeur est définie par la formule suivante [167] :

$$\delta_v = \lim_{P_{v2} \rightarrow P_{v1}} \frac{\dot{m}.e}{P_{v2} - P_{v1}} \quad (68)$$

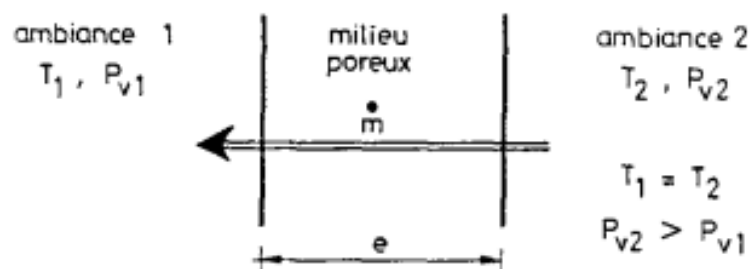


Figure 3-38 : Schéma des conditions d'environnement [167]

La perméabilité à la vapeur dépend en premier lieu de la porosité et la distribution porale du matériau, comme montré en figure 3-39. En effet, une forte porosité ne confère pas forcément au matériau une forte perméabilité, mais c'est la dimension des pores dans lesquels se fait l'écoulement, qui définit cette perméabilité [168].

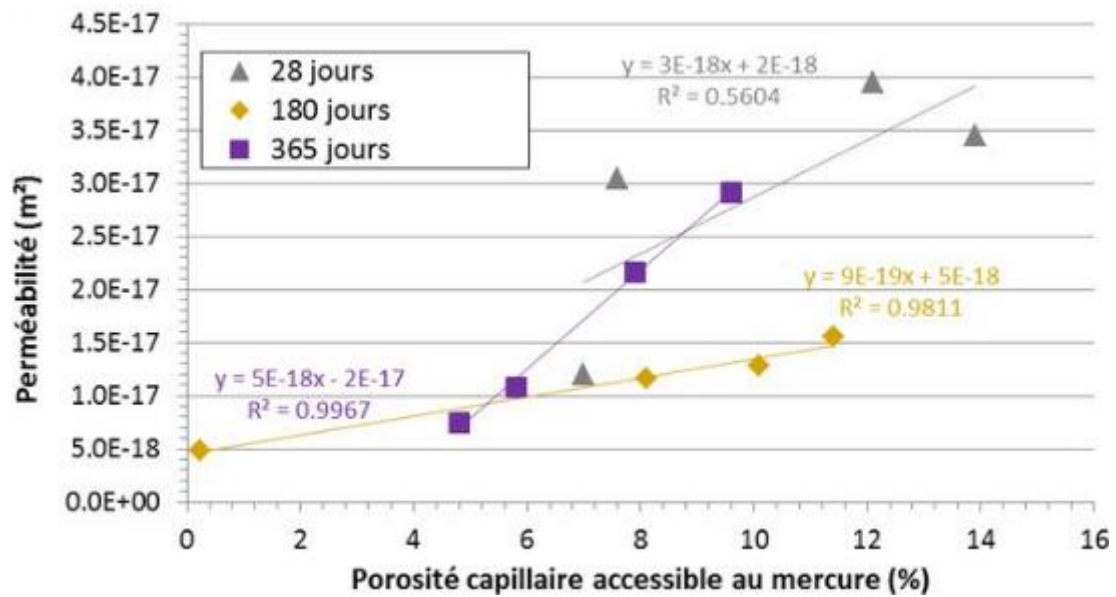


Figure 3-39 : Perméabilité à la vapeur en fonction de la porosité [169]

La perméabilité à la vapeur dépend également de la pression de vapeur appliquée sur l'échantillon [170]. Selon l'hygroscopicité du matériau, l'influence de l'humidité relative est plus ou moins importante : la perméabilité à la vapeur des matériaux non-hygroscopiques est peu affectée par l'humidité relative contrairement aux matériaux fortement hygroscopiques [171]. La figure 3-40 montre l'évolution de la perméabilité à la vapeur en fonction de l'humidité relative pour deux matériaux différents, et confirme sa dépendance de la pression de vapeur appliquée mais également du pouvoir hygroscopique du matériau.

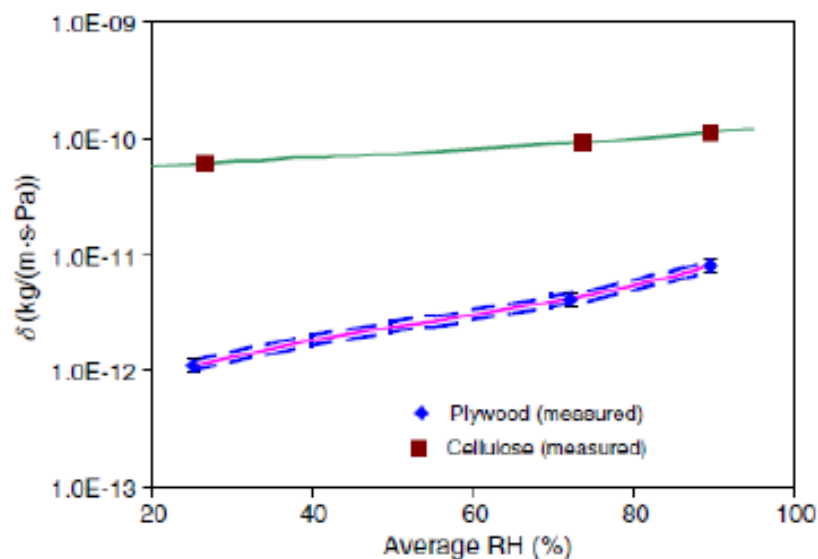


Figure 3-40 : Perméabilité à la vapeur d'un contreplaqué et d'un isolant de cellulose [172]

La perméabilité à la vapeur d'eau varie également avec la température. Ceci a été discutée dans de certains travaux de la littérature [173]. Comme toutes les propriétés obtenues expérimentalement, leurs valeurs dépendent de la norme utilisée lors des essais. Une comparaison des valeurs de perméabilité à la vapeur selon la norme expérimentale adoptée est présentée dans le tableau 17, où on peut voir des écarts importants.

Tableau 17: Perméabilité à la vapeur d'une plaque de contreplaqué selon la norme [173]

Norme	Régime	Perméabilité à la vapeur (kg.m/N.s)
Française	Coupelle sèche	$1,70.10^{-12}$
Allemande	Coupelle sèche	$0,94.10^{-12}$
	Coupelle humide	$3,50.10^{-12}$
Britannique	Coupelle sèche	$1,70.10^{-12}$
		$1,25.10^{-12}$

La perméabilité à la vapeur d'un matériau est une notion définie à une température donnée, et permet d'évaluer les risques de condensation dans les parois des bâtiments. C'est une propriété qui quantifie la vapeur d'eau qui peut traverser un matériau par diffusion. Elle dépend de la nature du matériau et de la pression de vapeur appliquée sur l'échantillon [174], mais l'influence de l'humidité relative est peu observée sur les matériaux non-hygroscopiques [172]. En revanche, la température a un impact significatif sur cette propriété [175 – 177].

9.1. Méthode de mesure

La méthode la plus couramment utilisée pour la mesure de la perméabilité à la vapeur est la méthode de la coupelle. Elle repose sur un protocole normalisé selon la norme EN ISO 12572 (2001) [178]. La mesure est effectuée en imposant un gradient constant et unidirectionnel de pression partielle de vapeur à travers l'échantillon. En pratique, le gradient est obtenu grâce à une solution saline saturée qui permet de maintenir l'humidité relative voulue en gardant une température constante. La solution saline est placée dans une coupelle sous l'échantillon (figure 3-41), et une chambre climatique permet de réguler la température et l'humidité relative de l'autre côté, assurant ainsi le gradient de pression de vapeur. L'écart entre les humidités relatives régnant dans chaque côté de l'échantillon doit être modéré, afin que l'état de saturation soit relativement uniforme dans l'échantillon, et pour que la mesure soit significative [37]. La mesure reste lente et l'équilibre peut prendre plusieurs semaines pour être établi.

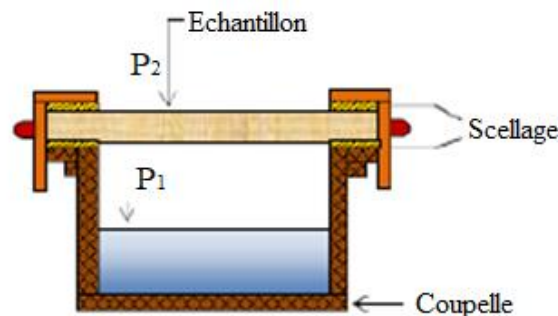


Figure 3-41 : Schéma représentant la méthode de la coupelle [145]

Pendant l'essai, le matériau est traversé par un flux massique de vapeur d'eau allant du milieu caractérisé par la pression partielle de vapeur la plus élevée, à celui où la pression de vapeur est la plus faible. Pour quantifier le flux massique de vapeur, la coupelle où est posé l'échantillon

est régulièrement pesée, et le taux de variation de masse Δm entre deux pesées successives est donné par la relation :

$$\Delta m = \frac{m_{i+1} - m_i}{t_{i+1} - t_i} \quad (69)$$

m_i et m_{i+1} (kg) correspondent à la masse à l'instant t_i et à l'instant t_{i+1}

t_i et t_{i+1} correspondent à deux pesées successives

Lorsque la masse de la coupelle avec l'échantillon varie linéairement, on est en régime permanent. À partir de là, on peut tracer la droite de l'évolution de la masse en fonction du temps, qui donne accès au débit de vapeur d'eau noté G , qui n'est autre que la pente de la courbe. La densité de flux de vapeur est calculée à travers la formule suivante :

$$j_v = \frac{G}{A} \quad (70)$$

j_v (kg/m².s) est la densité de flux de vapeur d'eau et A (m²) est la section de l'échantillon à travers laquelle se produit l'échange.

La perméabilité à la vapeur peut donc être calculée grâce à la loi de Fick :

$$\delta_p = \frac{j_v \cdot e}{\Delta p_v} \quad (71)$$

Δp_v (Pa) est la différence de la pression partielle de vapeur et e (m) est l'épaisseur de l'échantillon.

Pour les matériaux poreux, la perméabilité à la vapeur d'eau donnée par l'équation précédente n'est valable que dans le cas où un mélange parfait de l'air humide est considéré sur les deux faces de l'échantillon. Dans les conditions réelles de l'essai, ceci n'est pas vérifié. De ce fait une correction de cette valeur de perméabilité à la vapeur d'eau est nécessaire. La figure résume les résistances prises en compte dans la correction de la perméabilité à la vapeur d'eau. Par conséquent, en tenant compte de la résistance des couches aux limites et couche d'air dans la coupelle, l'expression de la perméabilité à la vapeur devient :

$$\delta_v = \frac{d}{\frac{\Delta p_v}{j_v} - (Z_{\text{air}} + Z_{s,\text{int}} + Z_{s,\text{ext}})} \quad (72)$$

δ_v (kg/m.s.Pa) est la perméabilité à la vapeur d'eau réelle, $Z_{s,\text{int/ext}} = 1/h_{m,\text{int/ext}}$ (s/m) est la résistance à la diffusion surfacique de la vapeur d'eau, h_m (kg/m².s.Pa) étant le coefficient de transfert massique par convection, $Z_{\text{air}} = d/\delta_a$ (s/m) est la résistance à la vapeur d'eau dans la couche d'air séparant la solution saline et le matériau et d (m) l'épaisseur de la couche d'air.

δ_a (kg/m.s.Pa) est la perméabilité à la vapeur d'eau de l'air donnée par :

$$\delta_a = \frac{2,306 \cdot 10^{-5} P_0}{R_v \cdot T \cdot P} \left(\frac{T}{273} \right)^{1.81} \quad (73)$$

T (K) est la température d'essai, $R_v = 462$ (kg/m.s.Pa) est la constante des gaz de la vapeur d'eau, P_0 (Pa) est la pression atmosphérique absolue et P (Pa) est la pression atmosphérique.

Dans notre cas, $\delta_a = 1,96 \cdot 10^{-10}$ kg/m.s.Pa, le facteur de résistance à la vapeur d'eau μ est ainsi calculé comme suit :

$$\mu = \frac{\delta_a}{\delta_v} \quad (74)$$

9.2. Résultats expérimentaux

L'essai de mesure de la perméabilité à la vapeur d'eau est réalisé en utilisant le dispositif GINTRONIC GraviTest (figure 3-42). Cet appareil est composé d'une enceinte climatique où la température, l'humidité relative et la vitesse de l'air sont contrôlées, et où la pesée des coupelles se fait automatiquement. L'enceinte est réglée à une température de 23°C et une humidité relative de 50%. L'humidité relative à l'intérieur de la coupelle est assurée par une solution saline saturée de nitrate de potassium (KNO_3) pour une coupelle humide (93% : wet cup), et par le gel de silice pour une coupelle sèche (3% : dry cup). Le Gravitest est d'une capacité de six coupelles dont une coupelle témoin.

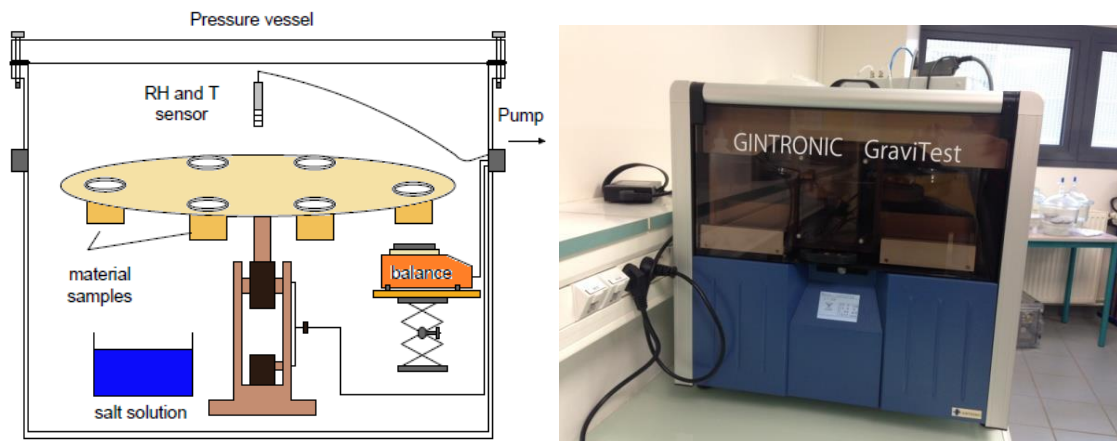


Figure 3-42 : Dispositif Gintronic GraviTest et son principe de fonctionnement [28]

Les échantillons utilisés sont de forme cylindrique et leurs dimensions sont de 8 cm de diamètre et 1 cm d'épaisseur. L'essai est réalisé sur trois échantillons de chaque matériau pour assurer la répétabilité, et le suivi du flux massique d'un échantillon de béton de polystyrène est présenté dans la figure ci-dessous.

5.2.1. Influence de l'hygrométrie

Les valeurs de perméabilité à la vapeur des échantillons ont été mesurées en coupelle sèche pour des échantillons entre des ambiances à 50% et 3% d'humidité, et en coupelle humide pour des échantillons entre des ambiances à 50% et 93%. Les facteurs de résistance correspondants ont également été calculés, à partir de la perméabilité à la vapeur de l'air. Les coefficients de perméabilité du béton de polystyrène sont présentés en figure 3-43.

Le coefficient de perméabilité à la vapeur du béton de polystyrène augmente avec l'augmentation de l'hygrométrie. Ce comportement est similaire à celui du béton de chanvre [28], du bois [172,179] et d'autres matériaux dans la littérature [176,177], car à faible humidité

relative, le transfert d'humidité se fait principalement par diffusion, mais quand l'humidité relative augmente, les phénomènes d'évaporation/condensation entrent en jeu également.

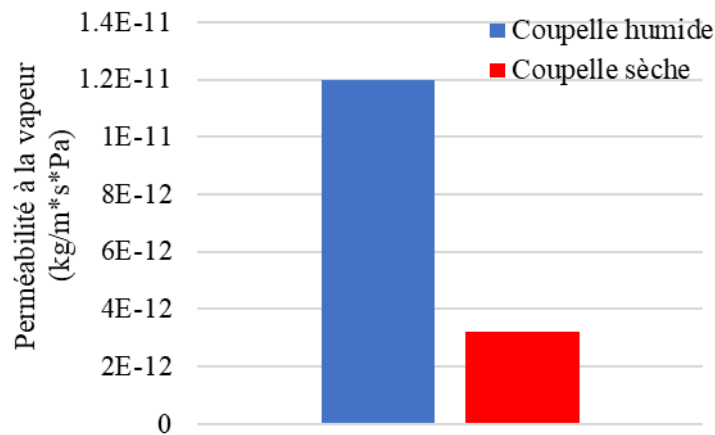


Figure 3-43 : Perméabilité à la vapeur du béton de polystyrène en coupelle sèche et humide

La valeur de la perméabilité à la vapeur du béton de polystyrène à faible hygrométrie (3% - 50%) est égale à $3,22 \cdot 10^{-12}$ kg/m.s.Pa, et à humidité relative élevée (50% - 93%) elle atteint $1,2 \cdot 10^{-11}$ kg/m.s.Pa, soit une augmentation de 270%. Le facteur de résistance à la diffusion de vapeur (figure 3-44) est inversement proportionnel à la perméabilité à la vapeur, et il est plus élevé en conditions hydriques faibles.

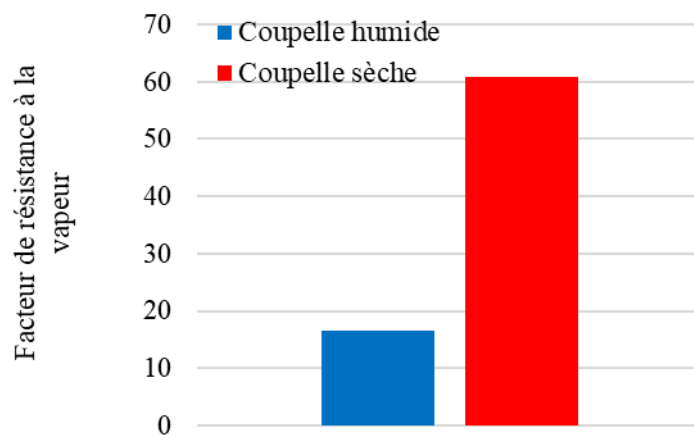


Figure 3-44 : Facteur de résistance à la diffusion de vapeur du béton de polystyrène

Les valeurs de perméabilité à la vapeur obtenues montrent que le béton de polystyrène ne laisse pas passer un flux important de vapeur d'eau. En effet, en comparant avec les valeurs dans la littérature résumées dans le tableau 18, la perméabilité à la vapeur du béton de polystyrène est généralement inférieure à celle d'autres matériaux légers, démontrant ainsi une meilleure résistance à la vapeur d'eau. Les matériaux dont la perméabilité à la vapeur est inférieure au béton de polystyrène sont les matériaux cimentaires sans ajout d'agrégats (pâte de ciment ou mortier) car l'incorporation d'agrégats de grandes dimensions implique la création de bulles d'air.

Tableau 18: Perméabilités à la vapeur et facteurs de résistance à la vapeur de certains matériaux

Matériau	Perméabilité à la vapeur (kg/m.s.Pa)	Facteur de résistance à la vapeur	Référence
Béton de chanvre	$2,38.10^{-11}$	8,25	[28]
Isolant fibreux	$4,6.10^{-11}$	4,26	[145]
Mortier	$3,16.10^{-12}$	62,2	[17]
Fibre de bois	$1,9.10^{-10}$	1,03	[180]
Béton cellulaire	2.10^{-11}	10	[79]
Brique	$1,56.10^{-11}$	11,25	[181]

La valeur modérée du coefficient de perméabilité à la vapeur du béton de polystyrène indique une meilleure durabilité dans le temps. En effet, après l'infiltration de la vapeur d'eau dans les matériaux de construction, et quand la quantité de vapeur d'eau au sein des pores augmente, il se produit une condensation capillaire et de l'eau liquide commence à circuler dans les pores. La présence d'eau liquide dans le matériau altère ses propriétés thermiques et sa durabilité, en plus d'autres dégradations comme l'apparition de moisissures et la détérioration du confort intérieur.

5.2.2. Influence du polystyrène

La perméabilité à la vapeur de la pâte de ciment a été mesurée en coupelle humide seulement. Le facteur de résistance à la diffusion de vapeur est ensuite déduit connaissant la perméabilité à la vapeur de l'air.

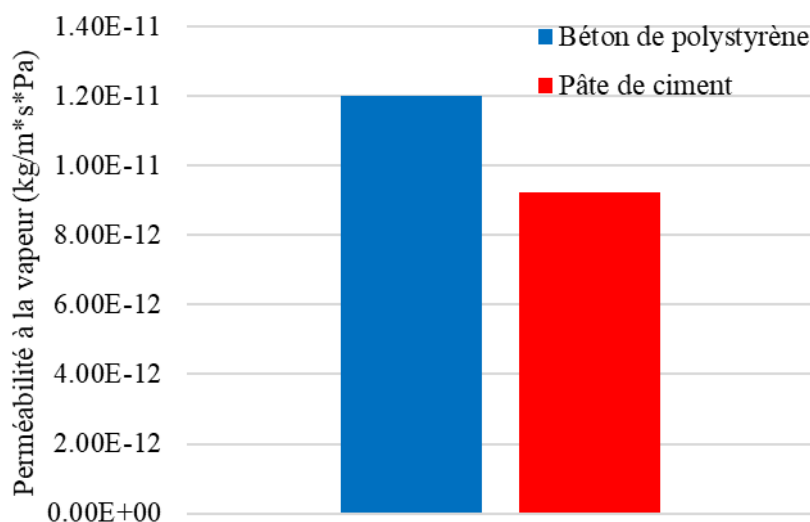


Figure 3-45 : Perméabilité à la vapeur du béton de polystyrène et la pâte de ciment

La pâte de ciment est caractérisée par une perméabilité à la vapeur moins élevée que celle du béton de polystyrène, et seulement égale à $9,24.10^{-12}$ kg/m.s.Pa, comme on peut le voir sur la figure 3-45. Ceci résulte de l'incorporation des billes de polystyrène expansé qui entraîne la formation de bulles d'air. La valeur obtenue est du même ordre que celle des pâtes de ciment dans d'autres travaux, où celles-ci sont caractérisées par une perméabilité à la vapeur généralement incluse entre $2,2$ et $2,6.10^{-12}$ [17].

10. Influence de l'état hydrique sur les transferts de chaleur et de masse

Les modèles de transferts de chaleur et d'humidité prennent généralement comme paramètres d'entrée les propriétés hygrothermiques du matériau étudié. L'état hydrique ainsi que la température de l'échantillon influencent ces propriétés, ainsi que le montrent les résultats précédents.

Dans cette partie, on se propose d'évaluer l'impact de l'état hydrique du matériau sur les transferts de chaleur et d'humidité. Pour ce faire, on va mener des simulations en utilisant d'une part les valeurs des propriétés du matériau à l'état sec, et de l'autre, ses propriétés à un état hydrique proche de la saturation. On utilisera un modèle de transferts couplés de masse et de chaleur élaboré dans la thèse de Issaadi [17], adapté aux propriétés mesurées du béton de polystyrène.

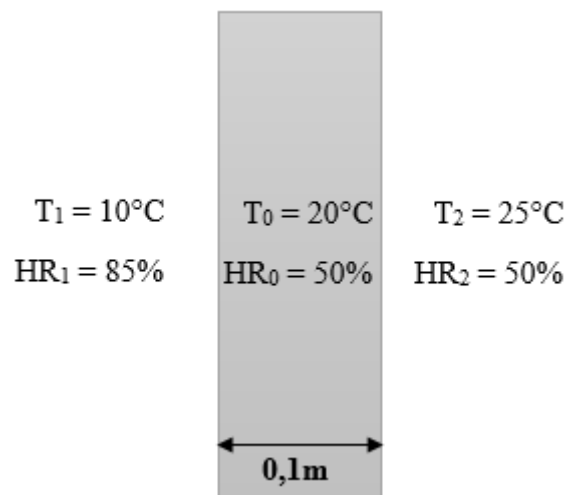


Figure 3-46 : Configuration étudiée

On étudiera un cas simple de transferts unidirectionnels sur une configuration monocouche sous conditions non-isothermes. Il s'agit d'un bloc de béton de polystyrène de 10 cm d'épaisseur soumis à des conditions aux limites de type Dirichlet. Les conditions initiales et aux limites sont présentées dans le schéma en figure 3-46. Les propriétés du béton de polystyrène à l'état sec et à l'état humide ont été présentées tout au long du chapitre et les simulations ont été réalisées via le logiciel Comsol multiphysics en régime transitoire.

Les profils de teneur en eau sur toute l'épaisseur de l'échantillon sont présentés en figure 3-47. À courte durée (1h), les écarts entre les simulations en considérant les propriétés à l'état saturé et celles à l'état sec ne sont pas très élevés, puisque la sollicitation n'atteint pas encore une grande profondeur et ne dépasse pas 1 cm.

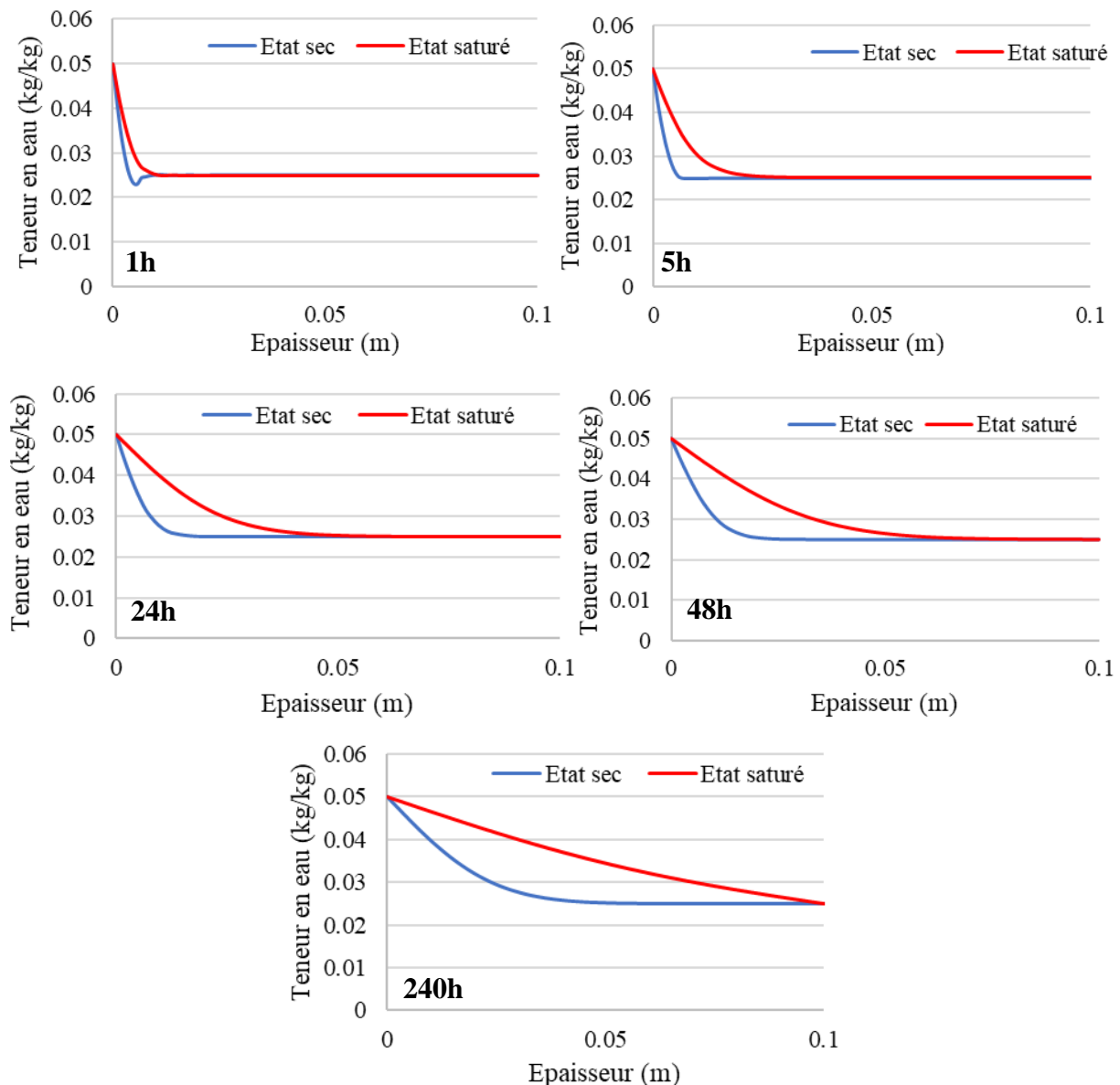


Figure 3-47 : Profils de teneur en eau dans l'échantillon à différents instants

Plus la durée des transferts augmente, plus l'écart entre les deux profils simulés se creuse. L'utilisation des propriétés à l'état saturé augmente la cinétique des transferts hydriques, car la perméabilité à la vapeur d'eau augmente proportionnellement avec l'état hydrique, et l'état stationnaire est atteint beaucoup plus rapidement que dans le cas de l'utilisation des propriétés à l'état sec. En effet, l'état stationnaire est établi après 240 heures seulement dans le cas des propriétés à l'état saturé, alors qu'il n'est établi pour les propriétés à l'état sec qu'après plus de 2000 heures. Après 240 heures, l'écart maximal entre les deux simulations atteint 44%. Ainsi, la considération unique du cas saturé ou du cas sec peut mener à un écart très important susceptible de fausser les simulations du comportement hydrique du béton de polystyrène.

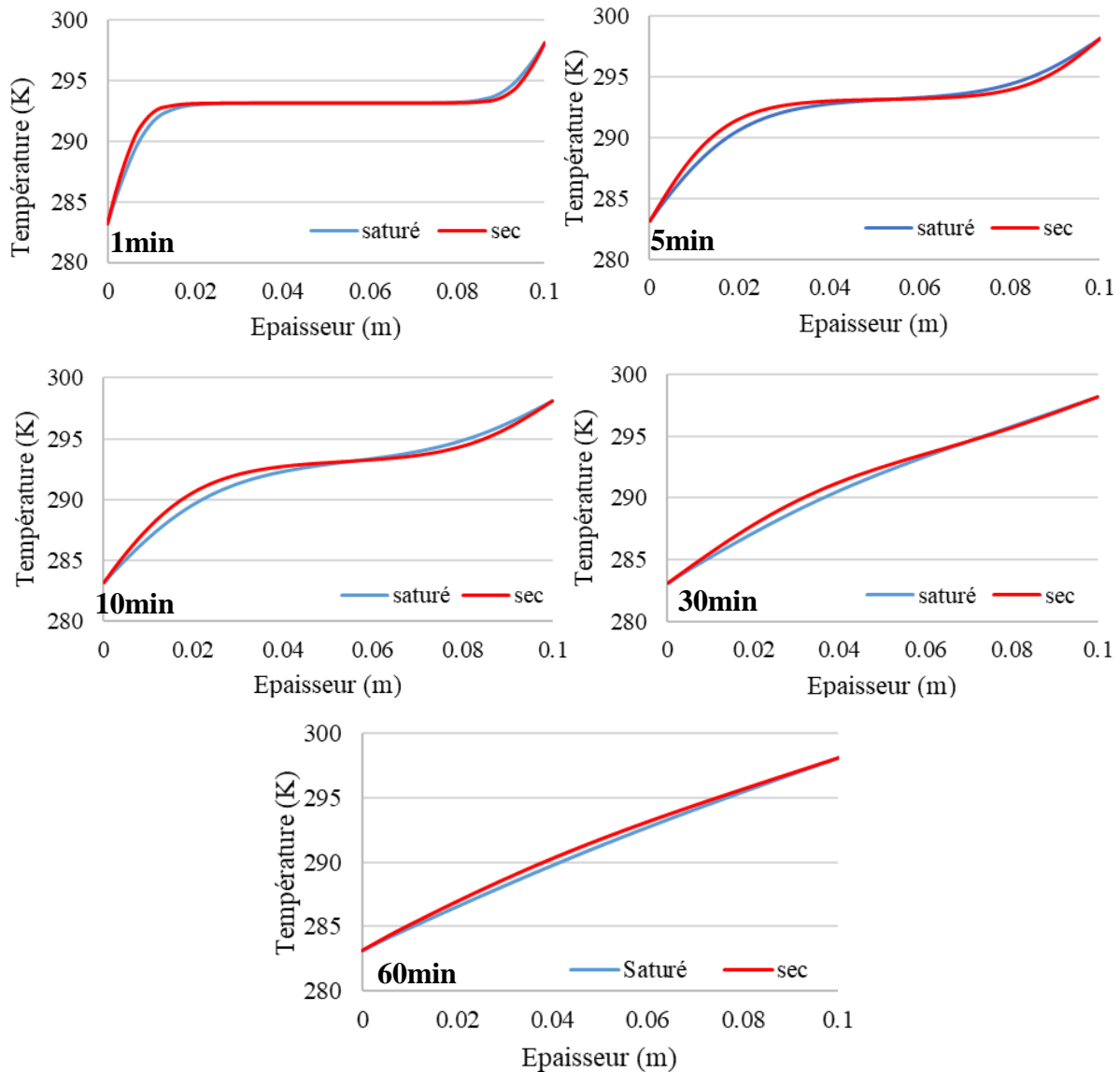


Figure 3-48 : Profils de température dans l'échantillon à différents instants

Les profils de température sur l'épaisseur de l'échantillon sont présentés en figure 3-48 à différents instants. Les pas de temps ont été diminués dans ce cas, car la cinétique de transfert de chaleur est beaucoup plus rapide que celle des transferts d'humidité. Plus le temps passe, plus l'écart entre les simulations menées avec les propriétés à l'état sec d'un côté et l'état saturé de l'autre, augmente. Les écarts enregistrés sont moins importants que ceux calculés pour les profils de teneur en eau, néanmoins, il est visible sur la durée nécessaire pour arriver à l'état stationnaire. À l'état saturé, il est atteint après 30 minutes seulement, alors qu'il n'est toujours pas établi après une heure à l'état sec.

Il apparaît ainsi nécessaire de prendre en considération l'état hydrique du matériau et son influence sur ses propriétés hygrothermiques, qui constituent généralement les paramètres d'entrée des modèles de transferts couplés de chaleur et d'humidité. Cette considération, longtemps négligée dans les travaux qui utilisent des paramètres d'entrée constants et indépendants de l'état hydrique, est de plus en plus mise en avant à cause des erreurs significatives susceptibles d'être obtenues [190].

11. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté le béton de polystyrène comme principal matériau étudié, ainsi qu'une pâte de ciment de référence pour évaluer l'influence de l'ajout de polystyrène expansé. Nous avons ensuite mené une campagne de caractérisation expérimentale des propriétés hygrothermiques des deux matériaux, car ces dernières constituent les paramètres d'entrée du modèle.

L'ajout de polystyrène expansé améliore les propriétés thermiques du matériau, qui sont la conductivité thermique et la chaleur spécifique. A contrario, l'ajout de polystyrène expansé entraîne la création de bulles d'air qui augmentent la perméabilité à la vapeur. Les courbes isothermes d'adsorption et de désorption ne montrent pas de variation significative, de même que les courbes de capacité de stockage d'humidité qui en dérivent directement.

Les résultats expérimentaux montrent que le béton de polystyrène est caractérisé par une bonne isolation thermique à cause de sa faible conductivité thermique, ainsi qu'une bonne capacité de stockage de la chaleur traduite par une valeur élevée de la chaleur spécifique. Ces deux propriétés dépendent fortement de la température ambiante ainsi que de l'état hydrique du matériau.

Le coefficient de perméabilité à la vapeur obtenu démontre une bonne résistance à la vapeur d'eau comparée à celles d'autres matériaux légers dans la littérature. Cette propriété est sensible aux variations hydriques : la perméabilité à la vapeur d'eau augmente proportionnellement aux conditions hydriques imposées.

Les isothermes d'adsorption et de désorption présentent une hystérésis caractéristique des matériaux cimentaires, qui s'étend des faibles humidités relatives jusqu'aux plus élevées. Ces courbes permettent d'obtenir l'évolution de la capacité de stockage d'humidité qui est définie comme la pente des isothermes, qui augmente de manière importante au-delà de 80% d'humidité relative. En soumettant le matériau à plusieurs cycles d'humidification et de séchage, les courbes isothermes d'adsorption et de désorption obtenues sont situées entre les courbes principales qui leur servent d'enveloppe, et sont dites courbes intermédiaires.

Les modèles permettant la simulation des courbes d'adsorption et de désorption principales sont nombreux, et donnent des résultats en très bonne adéquation avec les résultats expérimentaux. Néanmoins, la modélisation des courbes intermédiaires via la prise en compte du phénomène d'hystérésis est plus compliquée. Les modèles de Carmeliet et de Pedersen ont été utilisés, et bien que ce dernier ait présenté une meilleure concordance avec les courbes expérimentales, il manque de logique et de base physique, alors que le modèle de Carmeliet est basé sur la théorie physique des domaines indépendants et donne d'assez bons résultats.

La détermination des propriétés hygrothermiques du matériau en fonction de son état hydrique est une étape cruciale dans les travaux de simulation des transferts couplés de chaleur et d'humidité. En effet, considérer les propriétés constantes quelle que soit l'humidité relative de l'ambiance mène à des erreurs significatives et présente des écarts importants avec le comportement hygrothermique réel.

Le béton de polystyrène est un matériau relativement nouveau qui pourrait être obtenu par l'utilisation du polystyrène recyclé. Ses propriétés hygrothermiques, physiques, de stockage de

la chaleur et de la vapeur d'eau ne sont pas traitées (ou du moins partiellement) dans la littérature. Cette partie de caractérisation fournit donc des résultats qui permettront d'enrichir les bases de données relatives aux propriétés intrinsèques des matériaux légers. L'exploitation des propriétés obtenues à travers cette phase de caractérisation sera l'objet du chapitre 4 où il sera question d'examiner l'importance de la prise en compte du phénomène d'hystérésis sur le comportement thermo-hydrique des matériaux, et ce numériquement et expérimentalement, puisque les propriétés obtenues constituent les paramètres d'entrée du modèle de prédiction numérique.

Chapitre 4 : Hystérésis d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau : Mise en évidence expérimentale et numérique

Ce dernier volet concerne l'étude expérimentale et numérique du comportement hystérétique du béton de polystyrène. Des expérimentations ont été mises en place dans le but de mieux appréhender les transferts d'humidité dans le matériau soumis à différentes conditions hygrométriques. Des simulations numériques ont ensuite été menées à l'aide d'un modèle de transferts hygrothermiques, afin de confronter les résultats numériques et expérimentaux et évaluer la validité du modèle.

La problématique qui se pose également est de mieux appréhender l'hystérésis de sorption de vapeur d'eau à l'échelle du matériau. La connaissance du phénomène est primordiale, tant pour la compréhension que pour la validation des résultats numériques. Ce chapitre présente ainsi une description de l'expérimentation qui permet de suivre le phénomène d'hystérésis, à l'aide d'une métrologie qui donne accès aux distributions d'humidité relative et de température.

1. Introduction

L'hystérésis est un phénomène très complexe qui dépend de la complexité du réseau de pores, ses interconnexions tridimensionnelles et de la discontinuité de condensation capillaire dans les pores. Bien que les phénomènes se passent à l'échelle de la microstructure, l'hystérésis impacte également les transferts hygrothermiques à l'échelle du matériau.

Le phénomène d'hystérésis est de plus en plus étudié, mais il reste méconnu et moins traité dans la littérature que les phénomènes classiques (hydratation du ciment par exemple). Toutefois, il existe des études expérimentales qui visent à voir l'effet de l'hystérésis à l'effet du matériau ou de la paroi. Dans sa thèse, Zhang [71] a utilisé des pâtes de ciment qu'il a mis en cure pendant 4 mois, puis qu'il a isolées sur toutes les faces sauf la face supérieure, par où s'effectueraient donc les transferts. Les échantillons ont été saturés puis soumis aux humidités relatives suivantes : 33%, 80% et finalement 53.5%. Les profils de saturation ont aidé à la validation du modèle utilisé pour la simulation du transport d'humidité sous des conditions variables. Ait Oumeziane [14] a quant à lui tracé l'évolution de la masse d'eau dans un échantillon de béton de chanvre à 23°C, soumis à 75% d'humidité relative pendant 8h et à 33% pendant 16h. Les résultats ont été comparés à des simulations numériques de modèles de transferts qui prennent en compte le phénomène d'hystérésis. Lelièvre [69], dont les travaux de thèse portent essentiellement sur l'hystérésis, a réalisé plusieurs expérimentations différentes. La première met en œuvre trois matériaux (béton de chanvre, enduit sable-chaux et enduit chanvre-chaux) sous forme d'échantillons isolés par tous les côtés sauf le côté supérieur. Ils sont conditionnés à 23°C et 50% d'humidité relative, puis soumis à deux paliers d'humidité relative constants pendant 7 jours chacun : 33% et 75%, en vue d'atteindre un régime quasi stationnaire. Une autre variante de cette expérimentation est proposée, pour simuler les variations journalières, où l'ambiance à 33% est maintenue pendant 16h et l'ambiance à 75% pendant 8h.

Dans la majorité des études numériques des transferts hygrothermiques, le phénomène d'hystérésis n'est pas pris en compte. Certains chercheurs [191 – 193] considèrent que les variations de la teneur en eau en fonction de l'humidité relative ambiante suivent l'évolution de la courbe de désorption principale, tandis que d'autres prennent en compte la courbe d'adsorption principale [24]. Quelques études utilisent même une courbe située entre les deux courbes principales d'adsorption et de désorption en introduisant des coefficients de pondération [71].

L'utilisation des courbes principales d'adsorption, de désorption ou la moyenne est difficile à justifier. En effet, on peut noter des écarts allant de 50% à 100% entre les valeurs de teneur en eau à la même humidité relative (figure 4-1). Pour le béton de polystyrène, à 55% d'humidité relative, la différence entre la teneur en eau en courbe d'adsorption et en courbe moyenne s'élève à 0,013kg/kg et en courbe de désorption à 0,027 kg/kg. Quand il s'agit de matériau hygroscopique comme c'est le cas pour le béton de chanvre, les écarts sont encore plus importants. On note ainsi une différence de 0,025kg/kg entre la courbe d'adsorption et la courbe moyenne, et 0,058kg/kg entre la courbe d'adsorption et la courbe de désorption.

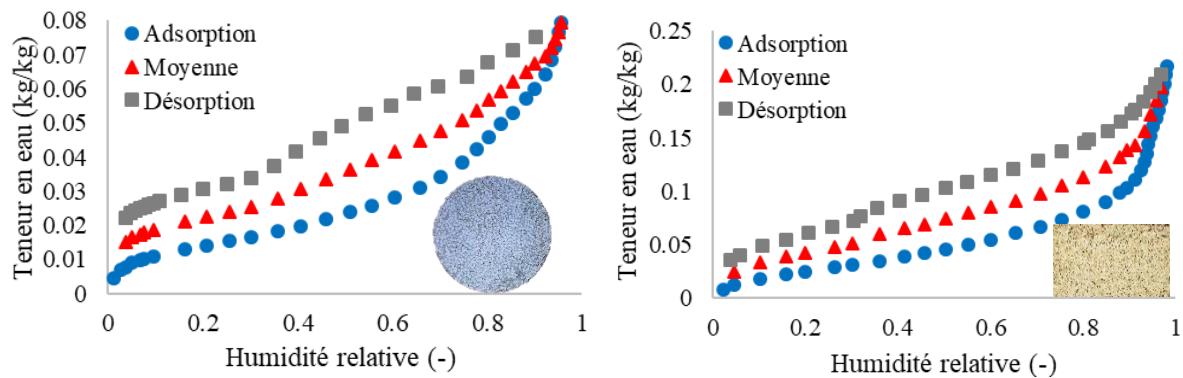


Figure 4-1 : Courbes isothermes principales d'adsorption, désorption et la moyenne. A gauche : béton de polystyrène ; A droite : béton de chanvre [28]

Dans cette partie, on se propose de mener des simulations numériques du comportement hydrique du béton de polystyrène, et de comparer les résultats à ceux obtenus expérimentalement. On utilisera un modèle qui prend en compte l'hystérésis de sorption d'eau, mais également un modèle qui considère que les variations de teneur en eau suivent soit la courbe d'adsorption principale, soit la courbe de désorption principale soit la moyenne des deux. Ceci permettra d'évaluer l'influence du phénomène d'hystérésis, et de montrer que sa prise en compte permet de se rapprocher du comportement hygrothermique réel du matériau.

2. Modèle de transferts hygrothermiques avec Hystérésis

2.1. Equations phénoménologiques de conservation de masse et de chaleur

L'objectif ici est d'exposer le modèle numérique des transferts de chaleur et de masse utilisé et d'évaluer les simplifications qui peuvent être apportées lors de l'étude du comportement hygrothermique du béton de polystyrène exposé à des variations cycliques d'humidité.

Le modèle utilisé est un modèle de transferts couplés de chaleur et d'humidité qui utilise comme moteurs de transferts de masse et de chaleur, la teneur en eau et la température respectivement. Il est couplé à un modèle physique reliant l'humidité relative ambiante à la teneur en eau du matériau en prenant en compte le phénomène d'hystérésis de sorption d'eau.

Les hypothèses du modèle sont les suivantes :

- La phase solide est considérée homogène et indéformable
- La vapeur d'eau est considérée comme un gaz parfait
- Les phases sont considérées en équilibre thermodynamique
- Les phénomènes de gel/dégel sont négligés
- Les réactions chimiques dans le matériau sont négligées
- Les effets de la gravité sur les transferts de masse sont négligés
- Les phénomènes d'advection et d'effusion seront négligés
- Le transfert d'humidité par thermo-diffusion est négligé
- Les transferts dus au gradient de pression totale sont négligés

Les équations de bilan de la phase vapeur et de la phase liquide sont décrites par les formulations suivantes [145] :

$$\frac{\partial U_v}{\partial t} + \text{div}(j_v) = -m \quad (75)$$

$$\frac{\partial U_l}{\partial t} + \text{div}(j_l) = m \quad (76)$$

U_v et U_l (kg/m^3) sont respectivement les teneurs volumiques en vapeur d'eau et en eau liquide
 m est le taux de changement de phase

j_v et j_l sont les densités de flux massique de vapeur d'eau et d'eau liquide

La somme des deux équations donne :

$$\frac{\partial U_v}{\partial t} + \frac{\partial U_l}{\partial t} + \text{div}(j_v) + \text{div}(j_l) = 0 \quad (77)$$

$$\frac{\partial U}{\partial t} + \text{div}(j_v + j_l) = 0 \quad (78)$$

La teneur en eau volumique U peut être exprimée en fonction de la teneur en eau massique via la formule suivante :

$$U = \rho_s \times \omega \quad (79)$$

L'équation devient :

$$\rho_s \frac{\partial \omega}{\partial t} + \text{div}(j_v + j_l) = 0 \quad (80)$$

Les densités de flux massique de vapeur d'eau et d'eau liquide peuvent être exprimés par les équations ci-dessous :

$$j_v = -\delta_v^{P_v} \cdot \nabla P_v \quad (81)$$

$$j_l = -\delta_l^{P_c} \cdot \nabla P_c \quad (82)$$

$\delta_v^{P_v}$ et $\delta_l^{P_c}$ sont les coefficients de perméabilité de la vapeur d'eau et d'eau liquide qui dépendent de l'état hydrique du matériau.

P_v et P_c sont respectivement la pression de vapeur d'eau et la pression capillaire.

Afin de simplifier le traitement des conditions aux limites et de conserver la continuité de la variable d'état, la teneur en vapeur est considérée comme seul moteur de transfert de masse. La pression de vapeur est reliée à l'humidité relative grâce à la relation :

$$P_v = \text{HR} \times P_{v\text{sat}} \quad (83)$$

La pression capillaire peut être exprimée en fonction de l'humidité relative via la loi de Kelvin :

$$P_c = \frac{RT\rho_l}{M} \ln(\text{HR}) \quad (84)$$

Le flux total de masse d'eau devient ainsi :

$$j_m = - \left[\delta_v^{\text{HR}} \cdot P_{v\text{sat}} + \delta_l^{\text{HR}} \frac{RT\rho_l}{M} \right] \nabla \text{HR} \quad (85)$$

La teneur en eau est quant à elle reliée à l'humidité relative à travers les isothermes d'adsorption/désorption, et plus précisément grâce à la capacité de stockage d'humidité qui est exprimée comme suit :

$$C_m = \frac{\partial \omega}{\partial HR} \quad (86)$$

L'équation de conservation de la masse d'eau s'écrit donc à partir de la variation temporelle de la teneur en eau massique ω comme suit :

$$\rho_s \frac{\partial \omega}{\partial t} - \text{div} \left[\frac{D_m^\omega}{C_m^\omega} (\nabla \omega) + \frac{\delta_a^\omega}{C_m^\omega} \frac{RT\rho_l}{M} (\nabla \omega) \right] = 0 \quad (87)$$

Le coefficient de diffusion est exprimé par la formule suivante [31, 69, 194]:

$$D_m(\omega) = \frac{\delta_a}{\mu(\omega)} P_{vsat} = \delta_p(\omega) P_{vsat} \quad (88)$$

δ_a est le coefficient de perméabilité de l'air à la vapeur (kg/m.s.Pa)

μ est la résistance à la diffusion de la vapeur du matériau (-)

P_{vsat} est la pression de vapeur saturante (Pa)

δ_p est le coefficient de perméabilité à la vapeur du matériau (kg/m.s.Pa)

L'équation de bilan de la chaleur s'exprime par la formulation :

$$\frac{\partial H}{\partial t} + \nabla \phi = \psi \quad (89)$$

H est l'enthalpie du milieu, ϕ est le flux de chaleur total et ψ est l'énergie interne.

L'enthalpie volumique peut être définie comme la somme des chaleurs spécifiques de chaque phase. On peut donc écrire :

$$\frac{\partial H}{\partial t} = (\rho_s C_{ps} + \rho_v C_{pv} + \rho_l C_{pl}) \frac{\partial T}{\partial t} \quad (90)$$

On ne garde que les termes de conduction, convection et le transfert par changement de phase porté par la vapeur, et on néglige le rayonnement.

L'équation de conservation de l'énergie s'écrit donc [194]:

$$C_p \rho_s \frac{\partial T}{\partial t} - \underbrace{\text{div}(\lambda \nabla T)}_{\text{Conduction}} - \underbrace{D_m^\omega C_{pv} \nabla T}_{\text{Convection}} - \underbrace{m L_v}_{\text{Changement de phase}} = 0 \quad (91)$$

ρ_s est la masse volumique du matériau (kg/m³)

C_p est la chaleur spécifique du matériau (J/g.K)

C_{pv} est la chaleur spécifique de la vapeur d'eau (J/g.K)

λ est la conductivité thermique du matériau (W/m.K)

m est le taux de changement de phase

L_v est la chaleur latente de vaporisation (J/kg)

2.2. Modélisation de l'hystérésis

Dans le premier chapitre, plusieurs modèles d'hystérésis ont été présentés. Le modèle qui a été choisi dans cette étude est celui de Carmeliet [65] basé sur le modèle de Mualem [60,62], car il s'appuie sur la théorie physique des domaines et respecte le principe de fermeture [69]. De plus, dans la littérature, c'est le modèle qui a été prouvé comme étant le plus représentatif pour la reproduction du comportement hystérétique des matériaux cimentaires [14,69].

Le modèle de Mualem est un modèle physique simplifié des domaines indépendants, en utilisant le phénomène de bouteille d'encre. Il a introduit deux paramètres normalisés pour caractériser le système \bar{r} et $\bar{\rho}$ qui varient entre 0 et 1, et représentent respectivement le rayon de l'ouverture du pore et le rayon du pore. Les phénomènes d'adsorption et de désorption peuvent ainsi être modélisés par une fonction $f(\bar{r}, \bar{\rho})$ dite fonction de distribution de l'eau dans les pores, qui peut être exprimée à l'aide de deux fonctions $l(\bar{\rho})$ et $h(\bar{r})$. l représente le volume des pores remplis d'eau, et h représente l'accessibilité des pores aux phénomènes de sorption.

Le comportement hystérétique du matériau peut donc être schématisé sur le graphe $l - h$ en figure 4-2. L'axe des abscisses représente la fonction $h(\bar{r})$, et l'axe des ordonnées la fonction $l(\bar{\rho})$.

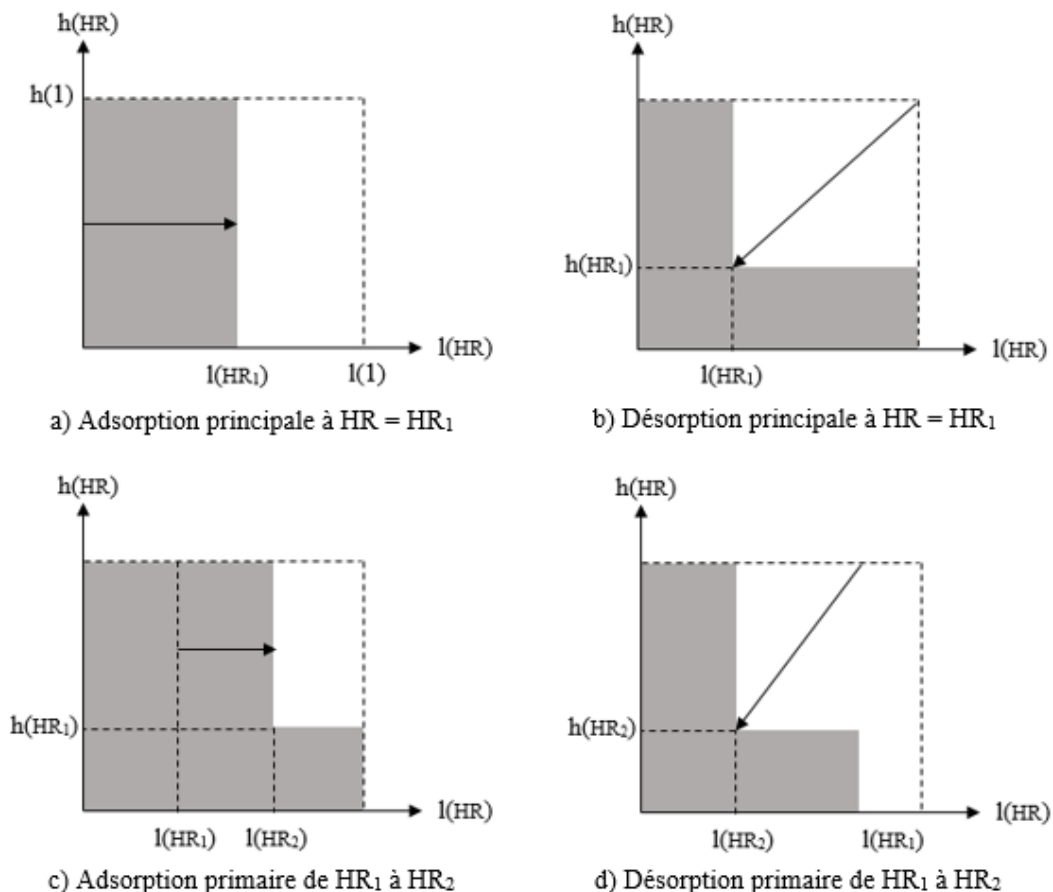


Figure 4-2 : Schématisation des phases d'adsorption et désorption sur le graphe $l - h$

Le modèle de Carmeliet est basé sur la théorie de Mualem mais généralisé aux matériaux de construction plutôt que les sols. Il permet la modélisation des courbes d'hystérésis à partir des isothermes d'adsorption et de désorption principales.

L'expression de la teneur en eau pour une $i^{\text{ème}}$ courbe d'adsorption est donc :

$$u(\varphi, i) = u_{i-1} + (1 - A(\varphi_{i-1}))(u_{\text{ads}}(\varphi) - u_{\text{ads}}(\varphi_{i-1})) \quad (92)$$

(φ_{i-1}, u_{i-1}) : $i^{\text{ème}}$ point d'inversion entre la $i-1^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire de désorption et la $i^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire d'adsorption.

La teneur en eau pour une $i^{\text{ème}}$ courbe de désorption s'écrit :

$$u(\varphi, i) = u_{i-1} - (1 - A(\varphi))(u_{\text{ads}}(\varphi_{i-1}) - u_{\text{ads}}(\varphi)) \quad (93)$$

(φ_{i-1}, u_{i-1}) : $i^{\text{ème}}$ point d'inversion entre la $i-1^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire d'adsorption et la $i^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire de désorption.

Avec :

$$A(\varphi) = \frac{u_{\text{des}}(\varphi) - u_{\text{ads}}(\varphi)}{u_{\text{sat}} - u_{\text{ads}}(\varphi)} \quad (94)$$

$u(\varphi, i)$: $i^{\text{ème}}$ courbe intermédiaire.

Pour le calcul de la teneur en eau associée à chaque humidité relative au cours d'une adsorption ou désorption, le modèle de Carmeliet nécessite la connaissance et la mémorisation des valeurs d'humidité relative et de teneur en eau à chaque point d'inversion, c'est-à-dire lorsqu'on passe d'une phase d'adsorption à une phase de désorption (et vice versa). Il faut donc mettre un indicateur de transition entre les phases qui permet d'identifier les points d'inversion, et une liste pour mémoriser tous les points d'inversion au fur et à mesure. Ces derniers sont directement liés à la monotonie de l'humidité relative, et le critère d'inversion peut être exprimé comme suit [14]:

$$L_{\text{inv}} = (HR(i) - HR(i - 1)) \times (HR(i - 1) - HR(p_{\text{inv}})) \quad (95)$$

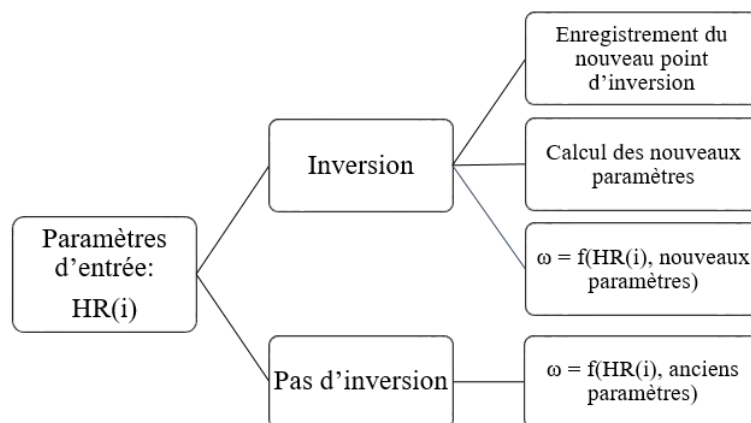


Figure 4-3 : Diagramme de calcul de la teneur en eau avec le modèle de Carmeliet

$HR(i)$ représente l'humidité relative du matériau à l'instant i , $HR(i-1)$ à l'instant $i-1$, et $HR(p_{\text{inv}})$ correspond à l'humidité relative du dernier point d'inversion identifié. Il y a une inversion si le critère d'inversion est inférieur à zéro. Dans ce cas, ce nouveau point d'inversion est enregistré et devient le dernier point d'inversion identifié (figure 4-3).

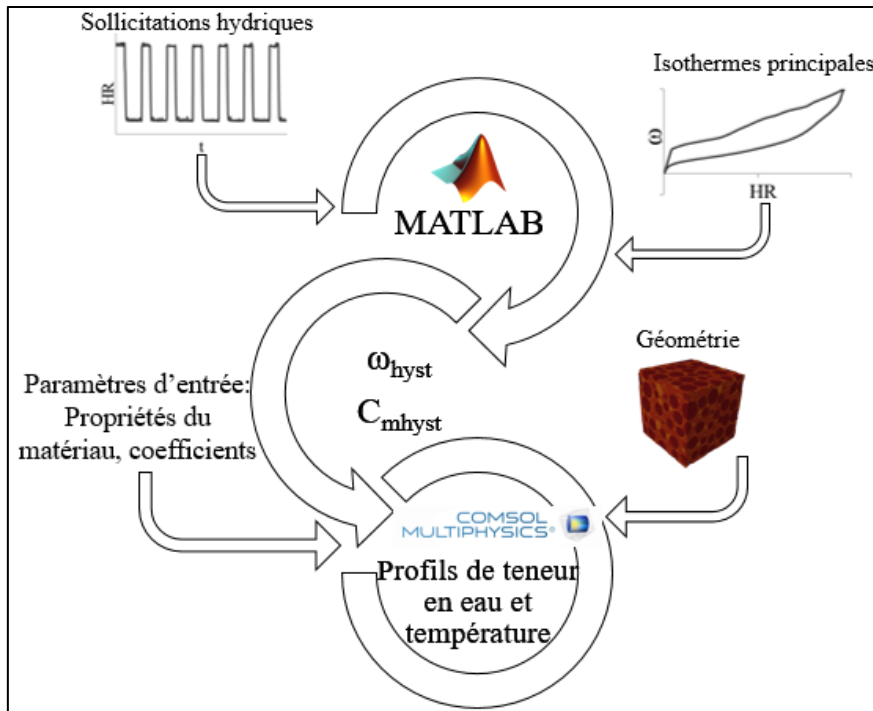


Figure 4-4 : Schéma de la modélisation

Les valeurs de l'humidité relative et de la teneur en eau sont donc enregistrées au fur et à mesure, et la capacité hydrique est ensuite calculée selon que l'on soit en adsorption ou en désorption. Ces valeurs seront ensuite injectées dans le logiciel Comsol multiphysics en plus de la géométrie utilisée et des propriétés du matériau. Le diagramme en figure 4-4 schématise la démarche de la modélisation et les différentes étapes entreprises afin d'obtenir les profils de teneur en eau simulés.

2.3. Conditions aux limites

Dans l'étude expérimentale et numérique, on a considéré un transfert unidirectionnel à travers des échantillons isolés sur toutes les faces sauf une. Les conditions initiales de l'échantillon seront généralement fixées à 50% d'humidité relative et 25°C.

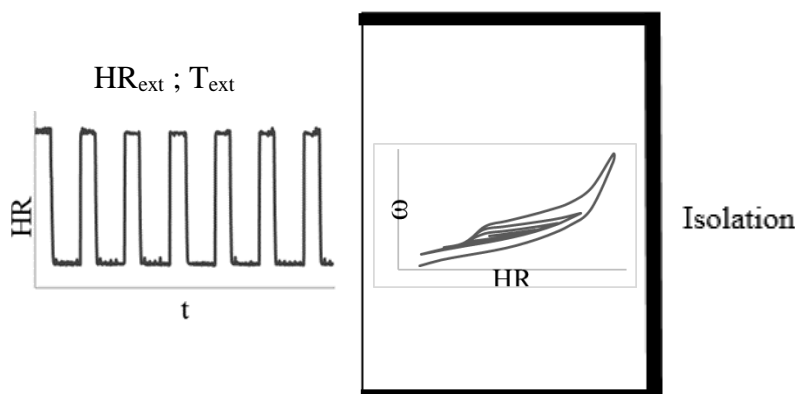


Figure 4-5 : Schéma du cas d'étude

En considérant les transferts unidirectionnels, l'échantillon sera isolé de manière thermique et hydrique par toutes les faces sauf une par laquelle il sera exposé à des variations de température

et d'humidité relative. Les conditions aux limites extérieures en hygrométrie sont présentées dans la figure 4-5 à travers des sollicitations hydriques cycliques, variant par paliers d'humidité relative élevée et basse.

La température sera gardée constante dans certains essais et variable dans d'autres afin d'évaluer son influence sur le comportement du matériau. Dans le cas où la température est variable, elle évoluera également en cycles par paliers de température élevée et basse.

Plusieurs protocoles différents ont été effectués pour obtenir plusieurs expérimentations différentes et évaluer la réponse du matériau à des sollicitations cycliques courtes ou longues. Dans ce cas, les différents échantillons cités précédemment sont soumis à des protocoles différents qu'on va expliciter par la suite.

2.3.1. Cycles courts à température constante

Les essais de cyclage court sont identiques au protocole Nordtest [188], durant lequel l'humidité relative est élevée à hauteur de 75% durant 8h, et faible à hauteur de 33% durant 16h (figure 4-6). Ce protocole permet notamment d'accéder à la valeur de MBV (Moisture Buffer Value (Rode 2005)). Les cycles seront répétés 7 fois, et l'essai durera au total 7 jours.

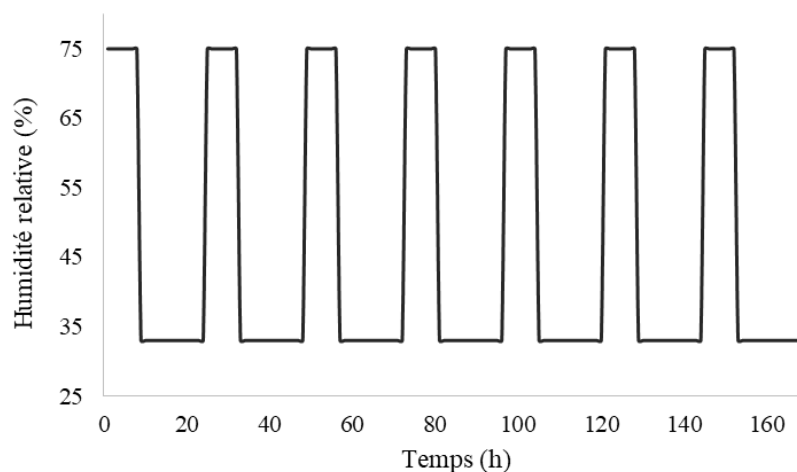


Figure 4-6 : Protocole expérimental

Durant ces cycles, la température est maintenue constante à 25°C. Ce protocole est appliqué en premier lieu aux échantillons cylindriques de petites dimensions et aux échantillons parallélépipédiques.

2.3.2. Cycles courts à température variable

Afin d'évaluer l'influence de la température sur les transferts d'humidité, nous effectuerons des cycles de sollicitations hydriques en variant la température. Nous avons choisi des cycles de 8h à 80% d'humidité relative et 10°C en température, suivi de 16h à 40% d'humidité et 20°C. Ce choix est justifié par les cycles naturels journaliers qui ressemblent à ces conditions.

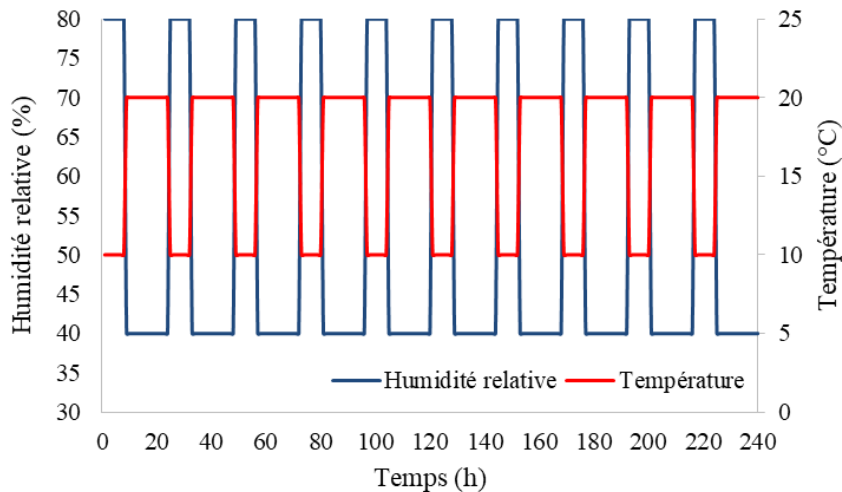


Figure 4-7 : Conditions de température et humidité relative

Le protocole compte 10 cycles correspondant à 10 jours d'essai. Il sera appliqué sur les échantillons cylindriques. Les sollicitations hydriques et thermiques sont présentées en figure 4-7.

2.3.3. Cycles longs à faible cinétique de séchage

Dans le cas des essais de cyclage longs, les échantillons sont soumis à des sollicitations d'humidité relative qui varient sur quelques jours, et non quelques heures comme les protocoles précédents. La température est maintenue constante à 23°C.

Le protocole expérimental est composé de 8 cycles répartis comme suit : Une humidité relative de 85% pendant cinq jours et 35% pendant deux jours, à une température constante de 23°C (figure 4-8).

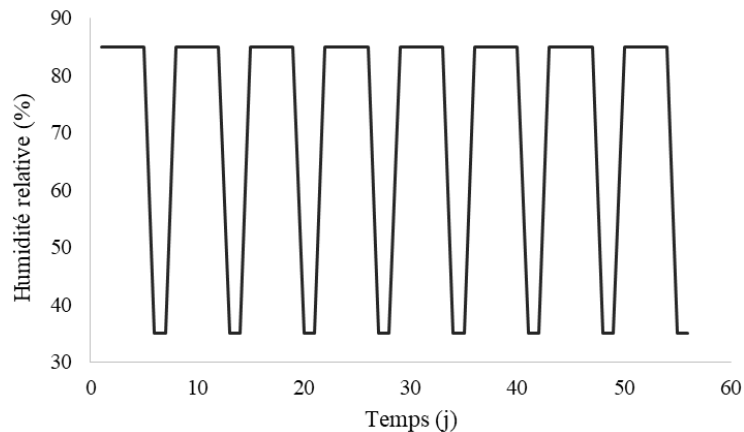


Figure 4-8 : Protocole expérimental

2.4. Paramètres d'entrée du modèle

Les propriétés du béton de polystyrène utilisées comme paramètres d'entrée ont été exposées dans le chapitre 3 et seront reprises dans cette partie. L'implémentation de l'hystérésis nécessite la connaissance et la modélisation des courbes isothermes d'adsorption et de désorption

principales, car le calcul des teneurs en eau des courbes intermédiaires repose sur la connaissance des teneurs en eau correspondant à toute humidité relative.

Les isothermes principales sont modélisées avec la formule suivante [65], qui permet une bonne adéquation avec les courbes expérimentales (figure 4-9).

$$\omega(\text{HR}) = \omega_{\max} \left(1 - \frac{\ln(\text{HR})}{A} \right)^{-1/n} \quad (96)$$

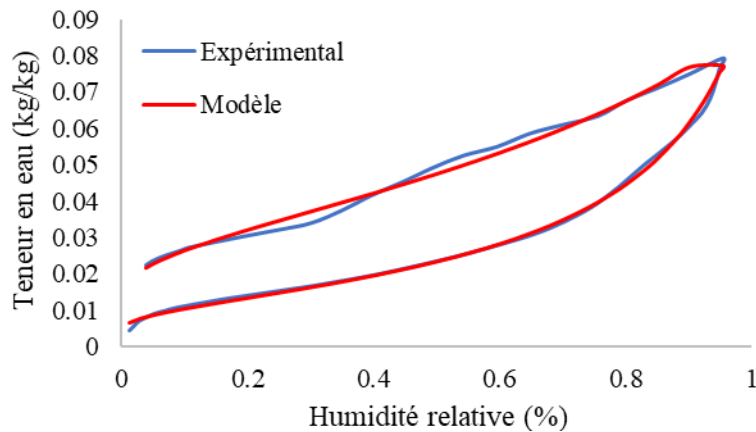


Figure 4-9 : Isothermes d'adsorption/désorption principales

Les coefficients du modèle sont différents pour la courbe d'adsorption et la courbe de désorption. Ils sont donnés dans le tableau 19 pour les deux cas.

Tableau 19: Coefficients pour les isothermes principales

	ω_{\max}	A	n
Adsorption	0,0995	0,1098	1,376
Désorption	0,0879	0,454	1,505

Le modèle utilisé pour représenter les courbes principales d'adsorption et de désorption permet d'obtenir un bon ajustement des courbes expérimentales. Les courbes modélisées montrent une meilleure adéquation en adsorption qu'en désorption, et ce à cause de la diminution irrégulière de la teneur en eau entre 30% et 40% d'humidité relative, caractéristiques des matériaux cimentaires.

Le coefficient de perméabilité à la vapeur est souvent exprimé de manière empirique en fonction de l'humidité relative et de coefficients à déterminer empiriquement [195]. Dans notre étude, nous avons mesuré ce coefficient en suivant l'essai normalisé de la coupelle (chapitre précédent). Les propriétés thermo-hydriques du béton de polystyrène sont résumées dans le tableau 20 à l'état sec et l'état humide. Toutefois, leur évolution en fonction de l'état hydrique du matériau seront pris en compte pendant les simulations. Les valeurs retenues pour les autres coefficients sont également présentées dans le tableau.

Tableau 20: Valeurs retenues pour le modèle

	Etat sec	Etat humide
ρ_s (kg/m ³)	537	
λ (W/m.K)	0,157	0,251
C_p (J/kg.K)	971	
δ_v (kg/Pa.s.m)	$1,2 \cdot 10^{-11}$	$1,17 \cdot 10^{-12}$
L_v (J/kg)	$2,5 \cdot 10^6$	
m	0,3 [32]	
C_{pv} (J/g.K)	1860	

3. Investigation expérimentale

On propose d'appréhender le comportement hygrothermique du béton de polystyrène à travers une expérimentation en chambre contrôlée en température et en humidité. Elle consiste à soumettre un échantillon à plusieurs cycles d'humidification et de séchage pour faire apparaître le phénomène d'hystérésis.

Dans cette optique, plusieurs points sont ciblés :

- La mesure de l'humidité relative et de la température au cours du temps. Ceci permet le tracé des profils de ces deux variables à travers le matériau en fonction du temps ;
- La pesée des échantillons au cours du temps, pour connaître leur teneur en eau à tout moment ;
- L'évaluation de l'impact de la géométrie et dimensions sur la cinétique des transferts et le comportement hygrothermique du matériau ;
- La mise en évidence du phénomène d'hystérésis par le biais de plusieurs cycles d'humidification et de séchage du matériau.

Pour satisfaire ces différents points, la stratégie de mesure consiste à appliquer des contraintes de température et d'humidité relative cycliques au matériau. Les dimensions des échantillons doivent vérifier un critère fondamental, et doivent être au moins égales au volume élémentaire représentatif.

3.1. Equipement

Le dispositif (figure 4-10) se compose principalement d'une enceinte climatique qui permet de réguler la température et l'humidité relative avec précision, et de programmer les cycles voulus. Elle assure également une bonne étanchéité et minimise les échanges avec le milieu extérieur.

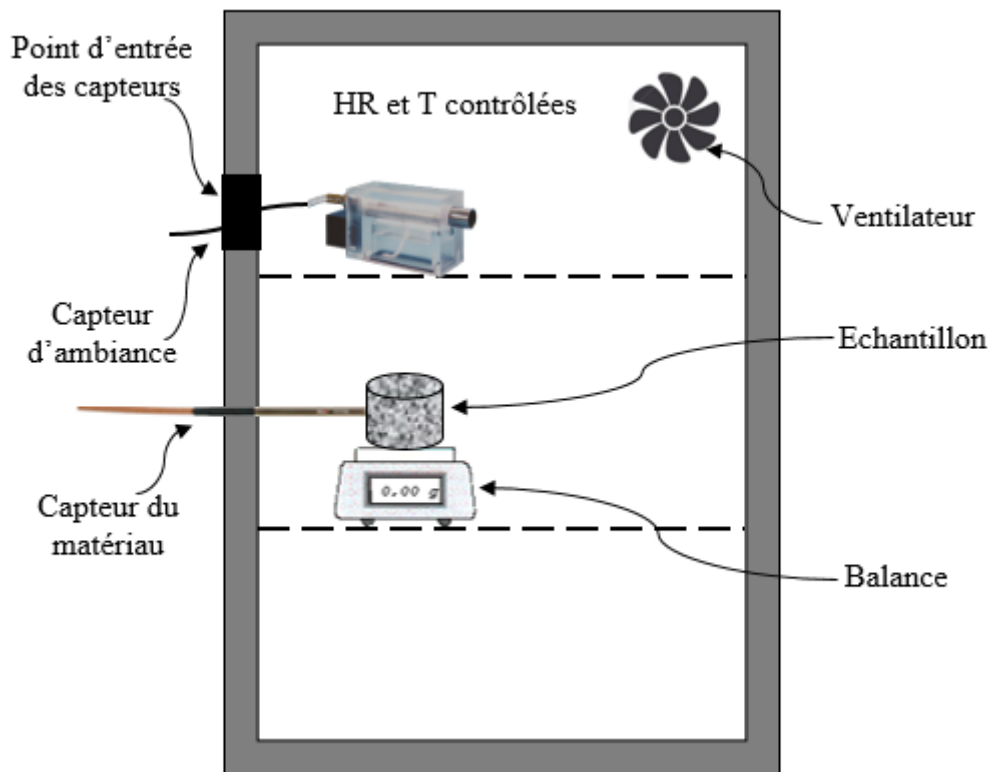


Figure 4-10 : Schéma du dispositif expérimental mis en place

Les échantillons sont placés à l'intérieur de l'enceinte, et on pourra suivre l'évolution de leurs températures et humidités relatives à l'aide de capteurs (paragraphe suivant) reliés à un système d'acquisition et d'enregistrement des données. Les variations de la teneur en eau totale seront également enregistrées grâce à des balances à haute précision reliées à des ordinateurs pour la sauvegarde des données.

L'enceinte climatique dispose d'une entrée pour le passage des capteurs et des branchements de la balance. L'étanchéité de l'entrée est assurée grâce à un bouchon en polystyrène qui ferme l'ouverture après le passage des capteurs et des câbles.

3.2. Instrumentation

Dans cette partie, nous allons exposer l'appareillage utilisé incluant tous les instruments qui permettent d'assurer, mesurer et enregistrer l'évolution de l'humidité relative et de la température dans l'ambiance et dans l'échantillon.

3.2.1. Chambres climatiques

Pour nos essais expérimentaux, nous avons utilisé deux chambres climatiques disponibles au laboratoire de mécanique et de technologie de Cachan (figure 4-11).

La première enceinte est un appareil de type Climats qui peut contenir un volume d'essai de 206l, de largeur 550mm, de profondeur 500mm et de hauteur 750mm. Sa plage de température va de -30°C à 180°C , avec une vitesse variant entre 4 et $6^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Sa plage d'humidité relative va de 10% à 98% de 10°C à 90°C , en étant limitée par un point de rosée à 6°C .



Figure 4-11 : Enceintes climatiques : Climats à gauche, Memmert à droite

La cuve d'essais est montée sur un système flottant pour absorber les dilatations lors des variations de température. Pour assurer l'étanchéité, elle dispose d'un isolant composé de laine minérale haute performance mise en œuvre en deux épaisseurs à couches croisées, avec un film pare vapeur, en plus d'un double joint silicone de liaison cuve-porte.

L'enceinte est équipée de deux systèmes innovants qui permettent d'optimiser l'homogénéité du volume de test et la réactivité de l'échange thermique. La ventilation à double flux d'air qui consiste à conditionner et à homogénéiser l'air dans un compartiment technique, puis l'envoyer simultanément par deux veines horizontales situées en partie haute et basse de la cuve d'essais, et des volets mobiles qui permettent de régler simplement ces flux d'air indépendamment de la géométrie de la cuve d'essais, assurant une parfaite homogénéité.

L'appareil est également équipé d'un système de production d'humidité par bain à point de rosée, le système le plus stable et le plus proche des phénomènes naturels. Il est composé d'un bain d'eau déminéralisée régulé directement à la température de rosée correspondant aux valeurs de consignes de température et d'humidité relative.

L'enceinte climatique présente l'avantage de ne pas envoyer de micro gouttelettes ou de sur-condensation sur l'échantillon, de minimiser les déperditions thermiques grâce à un système intégré dans la cuve d'essais, et elle dispose d'une très bonne précision de régulation.

La deuxième enceinte est de type Memmert. Elle est caractérisée par une régulation hygrométrique active et une excellente homogénéité de température et d'humidité dans tout le caisson intérieur. Elle est idéale pour les essais environnementaux, les essais de durée de vie accélérés et les tests de stress.

La régulation hygrométrique active assure également un temps de récupération court après l'ouverture de la porte. En association avec le chauffage intérieur par les six côtés, elle minimise l'évaporation à l'intérieur du caisson et par conséquent le risque que l'eau de condensation ne s'égoutte sur les échantillons.

L'enceinte est dotée d'une option de programmation de rampes pour la simulation exacte des conditions environnementales. Le logiciel atmoCONTROL permet de programmer les rampes de temps en combinant les valeurs de consigne de température et d'humidité.

La plage de mesure est de 20% à 95% en humidité relative avec une justesse d'affichage de 0,5 et 18 à 90°C en température avec une justesse d'affichage de 0,1.

3.2.2. Psychromètre

Les psychromètres sont des appareils de précision avec un capteur de température sec et un autre humide. Le capteur d'humidité se refroidit suite à l'évaporation, une vitesse d'air d'au moins 2m/s devant être maintenue pour le refroidissement. Les valeurs d'humidité sont calculées à partir de la différence de température (différence psychrométrique).



Figure 4-12 : Psychromètre utilisé

Les avantages du psychromètre sont sa grande précision, sa grande qualité de mesure, son emploi sans problème jusqu'à 100% d'humidité relative dans tous les milieux, et il ne souffre pas de vieillissement à l'exception de la salissure de la mèche.

En revanche, il présente certains inconvénients tels que sa limitation à long terme par la réserve d'eau nécessitée et l'entretien de la mèche, sa difficulté d'utilisation aux températures négatives et aux faibles humidités, et sa dépendance de la pression atmosphérique. Certaines de ses caractéristiques techniques sont présentées dans le tableau 21.

Tableau 21 : Caractéristiques techniques du psychromètre utilisé

Température d'utilisation	0 à 90°C (Pas de glace)
Plage de mesure	10 à 100% d'humidité relative
Précision	±1% dans la plage de 10 à 100% HR ±0,2°K dans la plage de 0 à 70°C
Dimensions	175x50x75
Conditions nominales	25°C ±3°C, 1013mbar, 50% HR

3.2.3. Capteurs capacitifs

Afin de connaître en détails la distribution de la température et de l'humidité relative au sein du matériau, on utilise des capteurs capacitifs présentés en figure 4-13. Ces derniers sont installés à l'intérieur des échantillons après le perçage de trous, et ils sont colmatés par la suite avec de la résine pour assurer l'étanchéité.



Figure 4-13 : Capteur de température et d'humidité relative utilisé

Ce type de capteurs présente plusieurs avantages. En effet, ils offrent la possibilité de leur utilisation sans entretien sur de longues périodes même en températures négatives. Ceci est pratique car dans le cas de notre étude, les transferts d'humidité durent longtemps avant l'établissement de l'équilibre. Ces capteurs fonctionnent également indépendamment de la pression atmosphérique, même sous de hautes pressions. Toutefois, ils sont sensibles à certains milieux agressifs, et leur fonctionnement est très limité en cas de condensation, il faut donc s'assurer de ne pas employer le capteur à une forte hygrométrie (>90%) pendant une durée importante.

La terminaison du capteur capacitif est composée d'un substrat de verre sur lequel est appliqué une couche polymère sensible à l'humidité entre deux électrodes de métal. Le signal de mesure est directement proportionnel à l'humidité relative et indépendant de la pression ambiante. Il permet donc la mesure directe de l'humidité relative et de la température, et par la suite la pression de vapeur partielle et le point de rosée. Les caractéristiques techniques des capteurs utilisés sont explicitées dans le tableau 22.

Tableau 22: Caractéristiques techniques des capteurs capacitifs

Plage d'utilisation	-30 à +100°C et 5% à 98% HR
Précision pour la mesure d'humidité	±2% si HR < 90% à température nominale
Température nominale	25°C ± 3°C
Temps de réponse	10s à 1m/s
Précision pour la mesure de température	±0,4K de -20 à 0°C, ±0,2K de 0 à 70°C
Tube de capteur	Nickelé
Longueur	50mm
Diamètre	5mm
Câble	Haute température (jusqu'à 100°C)

Bien que la précision théorique des capteurs soit égale à 2% HR seulement, en réalité, leurs précisions sont plus élevées. On les a en effet testés à plusieurs humidités relatives soit dans la chambre climatique soit grâce à des solutions salines, et les précisions variaient selon les capteurs entre 2% et 4%.

La précision des capteurs relative à la mesure de la teneur en eau peut être obtenue grâce aux courbes isothermes d'adsorption et de désorption, et est estimée à $0,2 \cdot 10^{-2}$ kg/kg aux basses humidités relatives (aux environs de 35%) et $0,4 \cdot 10^{-2}$ kg/kg aux humidités relatives élevées (proches de 80%).

3.2.4. Centrale d'acquisition

Afin de collecter les données mesurées par les capteurs, ces derniers doivent être connectés à un système d'acquisition pour la sauvegarde des données.



Figure 4-14 : Centrale d'acquisition utilisée

L'appareil d'acquisition utilisé dans cette expérimentation est une centrale de la nouvelle génération avec un écran tactile de type ALMEMO 710 (figure 4-14). Elle dispose de fonctions exhaustives pour tous les domaines d'application, une précision et vitesse de mesure élevées, et la possibilité de 10 mesures en même temps.

Quelques caractéristiques techniques seront présentées ci-dessous :

- Entrées de mesure : 10 entrées femelles pour tous les capteurs analogiques
- Cadence de mesure : jusqu'à 100 mesures par seconde
- Capteur de pression atmosphérique intégré, plage de mesure de 700 à 1100 mbar et précision de $\pm 2,5$ mbar (entre $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ K}$)
- Classe de précision AA
- Ecran tactile capacitif

Les valeurs de mesure, crêtes, moyennes, limites sont représentées de manière bien structurée sous forme de liste ou de graphique à barres ou en courbe (jusqu'à 5 courbes max). Pour enregistrer les valeurs de mesure, une mémoire flash de 8Mo est intégrée. Pour des tâches de contrôle, elle peut également être configurée comme mémoire circulaire. Pour des volumes de données plus importants, il existe une mémoire externe par carte SD enfichable.

L'affichage des mesures comporte jusqu'à 8 chiffres (selon les pages), les unités jusqu'à 6 caractères. Pour la dénomination des capteurs (en commentaire), il est possible d'utiliser jusqu'à 20 caractères.

3.2.5. Balance

La balance utilisée pour le suivi de masse des échantillons, et donc l'enregistrement de leur teneur en eau est de type OHAUS adventurer pro (figure 4-15). Elle a une capacité maximale de 4.1kg, avec une stabilisation de quelques secondes seulement (1.5 à 3s). On donne certaines spécifications dans le tableau 23.

Tableau 23: Caractéristiques techniques de la balance utilisée

Profondeur	30cm
Hauteur	8.5cm
Largeur	22cm
Mise à niveau	Automatique
Reproductibilité	0.1g
Plage de température	10 à 30°C

Elle est caractérisée par un filtrage pour compenser les vibrations et les perturbations qu'elle peut subir pendant les mesures. Elle peut être programmée pour s'arrêter automatiquement et se met en mode d'économie d'énergie. Elle a une interface série qui permet un transfert de données à un ordinateur pour l'enregistrement des pesées.



Figure 4-15 : Balance OHAUS adventurer pro

3.3. Facteur dimensionnel

On a testé des géométries d'échantillons de béton de polystyrène différentes (cylindres et parallélépipèdes), et leur description sera détaillée dans ce qui suit.

Les premiers échantillons sont de géométrie cylindrique et de dimensions 11cm de diamètre et 5cm d'épaisseur schématisés en figure 4-16. On dispose de trois échantillons issus de la même gâchée pour assurer la répétabilité. La partie latérale et la partie inférieure des échantillons est recouverte de résine pour assurer l'étanchéité par ces faces et obliger les transferts à se faire de manière unidirectionnelle seulement.

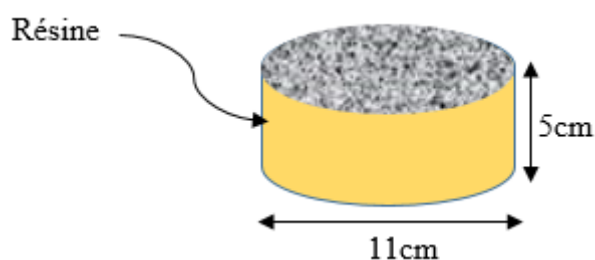


Figure 4-16 : Schéma d'un échantillon cylindrique

Pour obtenir les profils de température et de teneur en eau dans les matériaux, des capteurs sont installés à l'intérieur. Le positionnement des capteurs est explicité dans le schéma en figure 4-17.

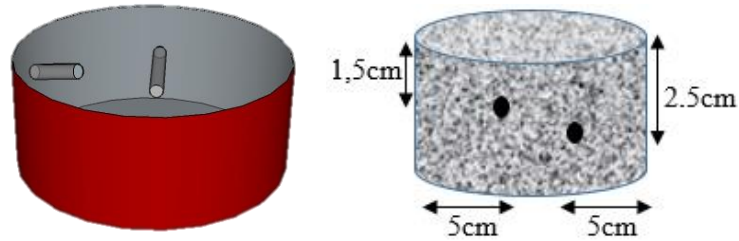


Figure 4-17 : Position des capteurs

Les échantillons ont d'abord été conditionnés à 50% d'humidité relative et à 23°C avant d'être placés en enceinte climatique pour le début de l'essai.

Le deuxième type d'échantillons utilisés a une géométrie parallélépipédique (figure 4-18). On dispose donc de trois échantillons parallélépipédiques, caractérisés par une largeur de 7,5cm, une longueur de 15cm et une hauteur de 5cm.

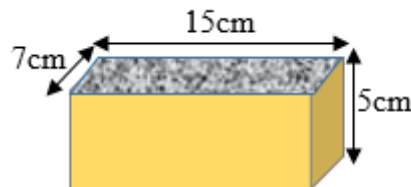


Figure 4-18 : Schéma de l'échantillon

Ces échantillons sont conditionnés à 50% d'humidité relative et 23°C jusqu'à atteindre l'équilibre, et ils sont ensuite soumis aux même programme expérimental que les échantillons cylindriques. Ils sont également entourés par de la résine sur les faces latérales et la face inférieure des échantillons pour assurer que les transferts se feront uniquement à travers la surface supérieure (figure 4-19).

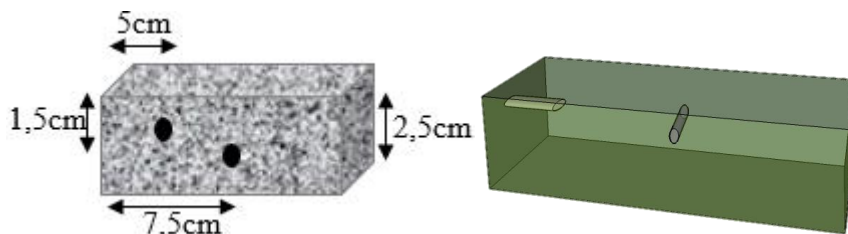


Figure 4-19 : Schéma des échantillons parallélépipédiques et position des capteurs

Etant donné que les transferts sont unidimensionnels à travers la face supérieure, nous avons respecté les mêmes positions des capteurs par rapport à cette surface pour les deux essais.

4. Essai de cyclage long

Dans ce qui suit, on va présenter les résultats expérimentaux et numériques des expérimentations décrites auparavant. On traitera spécifiquement l'essai à sollicitations hydriques longues étalées sur plusieurs jours. C'est un ensemble de 8 cycles à température constante et humidité variable par paliers entre 85% et 40%. L'essai est appliqué aux échantillons cylindriques qui ont été conditionnés à 60% d'humidité relative et 25°C.

4.1. Résultats expérimentaux

Les variations de température et d'humidité relative dans l'enceinte sont enregistrées par le psychromètre ainsi que le capteur d'ambiance, qui sont placés à proximité des échantillons. Leurs évolutions sont présentées en figure 4-20. Concernant l'humidité relative, les deux capteurs donnent des résultats quasiment pareils, puisque la plus grande différence entre leurs valeurs est de 4,5%. Etant donné que la précision du psychromètre est de 1% et celle du capteur est de 4%, cette valeur n'est pas aberrante et on rentre dans les barres d'erreur.

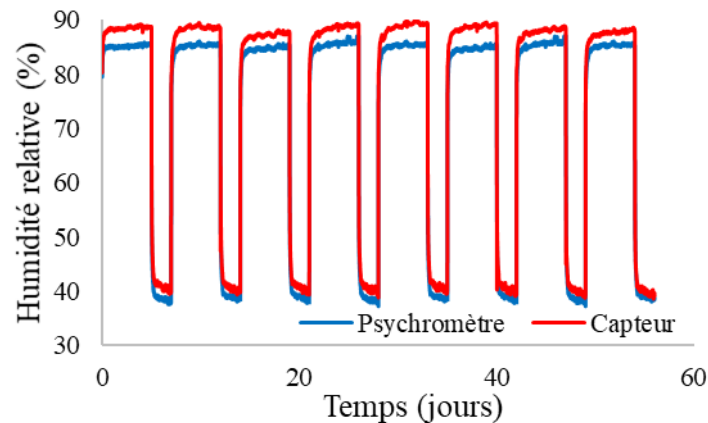


Figure 4-20 : Humidité relative de l'ambiance mesurée par différents capteurs

Pour la température, nous remarquons que les valeurs sont encore plus proches. En phase d'humidité relative élevée, les valeurs des deux capteurs présentent uniquement 0,1°C de différence, soit une erreur inférieure aux incertitudes des capteurs. En phase de basse humidité, les valeurs de température sont les mêmes mais on remarque une forte fluctuation de 0,2°C d'amplitude.

Les enregistrements de température et d'humidité à l'intérieur des échantillons ont également été relevés, et seront présentés dans ce qui suit. L'échantillon n°3 ne sera pas pris en compte car les capteurs ont enregistré des valeurs atteignant 100% et ont été retirés pour éviter leur endommagement. En effet, à 100% d'humidité il y a condensation capillaire et risque d'abimer la partie électronique des capteurs. Les capteurs sont positionnés à 1,5mm et 2,5mm de la surface exposée à l'ambiance.

La température de consigne ne varie pas pendant l'essai et reste constante, on peut donc voir que la température dans les échantillons est égale à 25°C. Toutefois, on observe des pics de température de 0,5°C d'amplitude à chaque variation d'humidité relative. Ceci revient aux phénomènes d'évaporation et de condensation décrits qui ont lieu à chaque passage d'une humidité élevée à une autre basse et vice versa. Ainsi, une phase d'adsorption entraîne une élévation de température due au phénomène de condensation, et une phase de désorption entraîne une chute de température par évaporation [69].

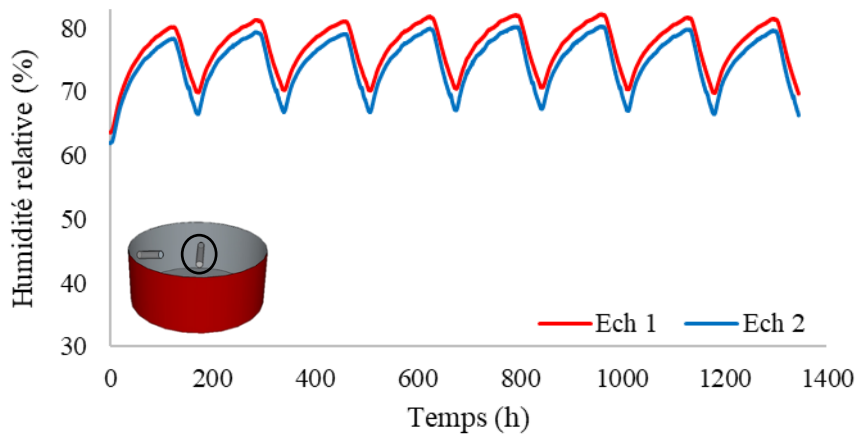


Figure 4-21 : Profils d'humidité relative dans les échantillons à 2,5 cm de profondeur

L'humidité relative dans les échantillons est présentée en figure 4-21 pour le point à 2,5 cm de profondeur et en figure 4-22 à 1,5 cm de profondeur. Elle suit les variations de l'humidité de l'air ambiant, avec une amplitude plus faible au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la surface en contact avec l'ambiance. Au point le plus éloigné de la surface (à 2,5 cm), le matériau met plus de temps à réagir aux variations d'humidité, ce qui explique l'amplitude des variations qui est inférieure à celle au point le plus proche de la surface.

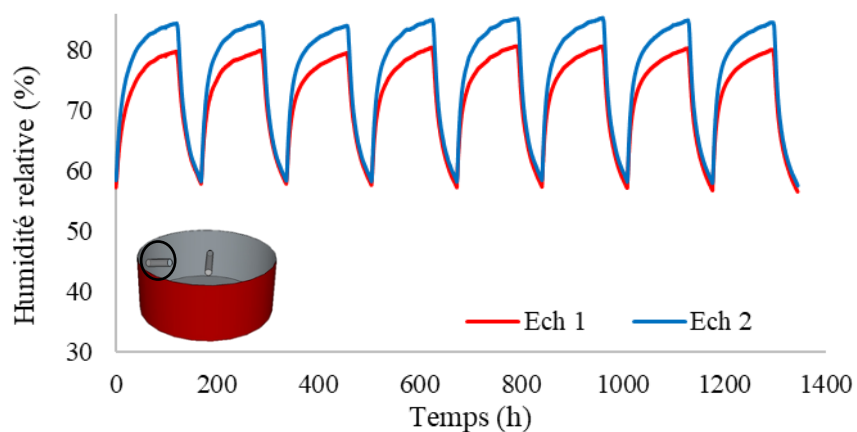


Figure 4-22 : Profils d'humidité relative dans les échantillons à 1,5 cm de profondeur

Si on compare les résultats entre les échantillons à chaque profondeur à part, les différences entre les deux échantillons sont comprises dans les barres d'incertitude. En effet, à 2,5 cm, la différence maximale enregistrée entre les deux échantillons est de 2%, et à 1,5 cm, elle est à hauteur de 4,5%. Sachant que les précisions des capteurs sont de 2%, et que la valeur affichée dépend également de la microstructure de l'échantillon (capteur à proximité d'un large pore, petit pore, bille de polystyrène), les valeurs obtenues pour les deux échantillons sont cohérentes. Pour la confrontation avec les simulations numériques, on utilisera donc la courbe moyenne qui est représentative.

Aux deux profondeurs, on remarque une légère diminution de l'humidité relative maximale au 3ème cycle. Ceci est dû aux conditions ambiantes qui ne sont pas exactement les mêmes sur les 8 cycles, à cause du fonctionnement de la chambre climatique. En effet, on peut voir en figure que le palier d'humidité relative de l'air au 3ème cycle est légèrement inférieur aux autres, ce qui explique la réponse du matériau.

Le béton de polystyrène n'est pas un matériau fortement hygroscopique et la quantité d'eau adsorbée n'est pas importante, il est donc plus difficile d'observer le phénomène d'hystérésis clairement. Pour souligner l'accumulation d'eau dans les pores, on a choisi de tracer une superposition du premier et dernier cycle à chaque fois, en insistant sur les pics d'humidité relative.

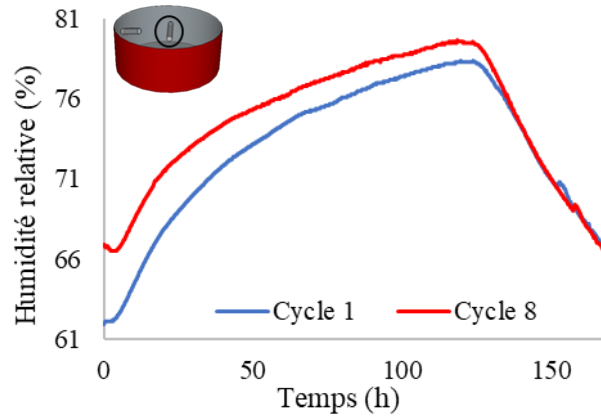


Figure 4-23 : Superposition du premier et dernier cycle à 2,5 cm de profondeur

La figure 4-23 montre la superposition du premier et dernier cycle au point au milieu de l'échantillon (à 2,5 cm de profondeur), la différence entre la teneur en eau maximale au premier cycle et celle au dernier cycle est clairement visible. La différence enregistrée au pic est égale à 1,4% d'humidité relative.

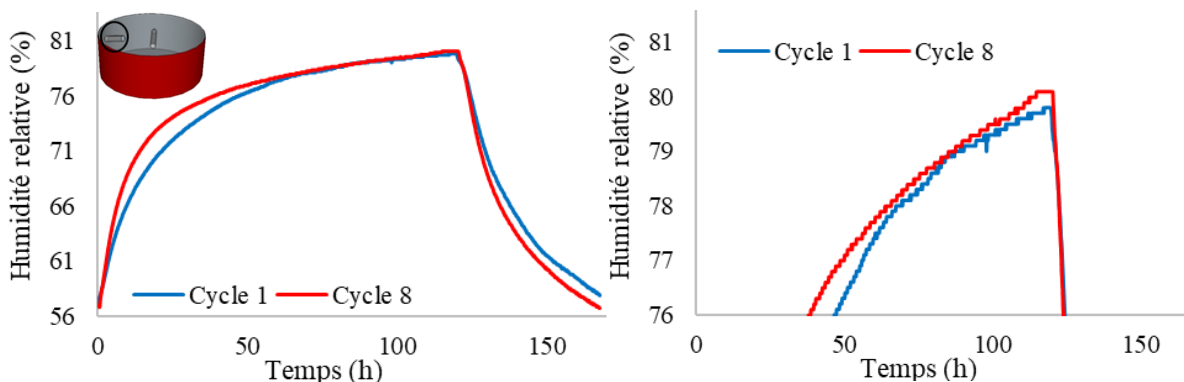


Figure 4-24 : Superposition du premier et dernier cycle à 1,5 cm de profondeur

Concernant le point à 1,5 cm de profondeur (figure 4-24), la différence est encore plus faible et il est difficile de la voir aux dimensions initiales. On effectue donc un zoom dans la zone autour du pic pour la surligner (figure 4-24 à droite), et on relève une différence de 0,8% d'humidité relative entre le premier et le dernier cycle.

Les deux valeurs relevées sont relativement basses mais restent représentatives. En effet, le capteur utilisé n'est ni bougé ni substitué, il n'y a donc pas d'erreurs liées à la position ou à un nouveau capteur. La comparaison des mesures est faite à la même hygrométrie, donc l'incertitude du capteur est la même.

4.2. Résultats numériques

Dans cette partie, on va présenter les résultats des simulations numériques menées en commençant d'abord par les résultats du modèle qui ne prend pas en compte le phénomène

d'hystérésis d'adsorption et de désorption d'eau, puis les comparer aux résultats obtenus avec le modèle d'hystérésis.

4.2.1. Modèle sans hystérésis

Dans cette partie, nous allons reporter les résultats des simulations où le modèle utilisé n'a pas pris en compte l'hystérésis de sorption d'eau, mais considère plutôt que l'évolution de la teneur en eau au fil des cycles suit les courbes principales d'adsorption et de désorption ainsi que la moyenne des deux.

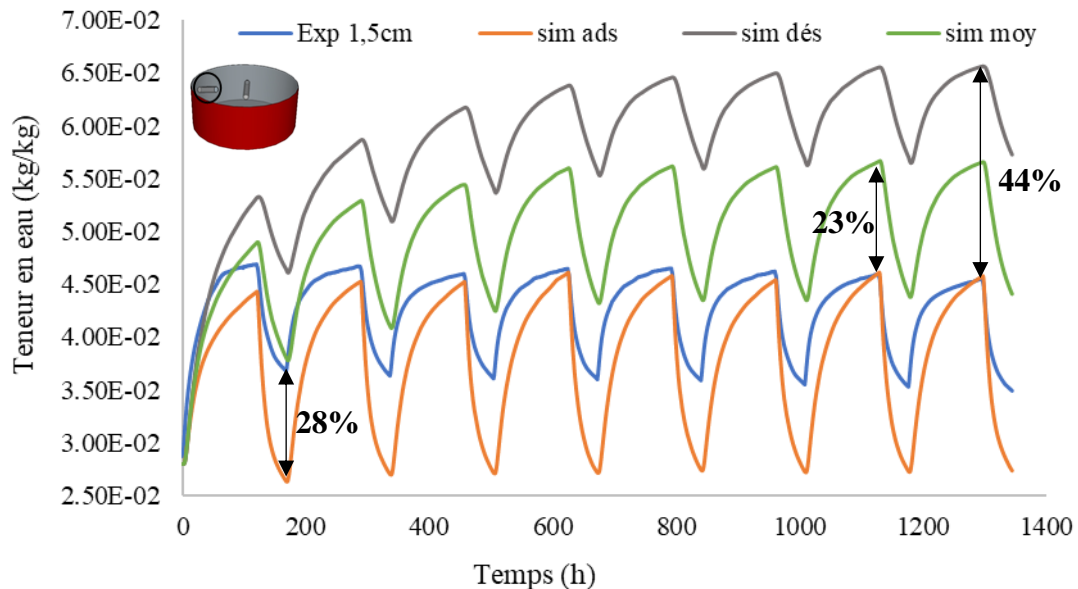


Figure 4-25: Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5cm de profondeur

On a donc tracé les profils de teneur en eau durant l'essai, afin de comparer les valeurs expérimentales réelles et simulées. A 1,5 cm (figure 4-25), l'évolution de la teneur en eau obtenue en utilisant la courbe d'adsorption principale seulement se situe en dessous de la courbe expérimentale et sous-estime les valeurs réelles. En phase d'humidification, la différence entre les courbes est relativement faible, puisque la plus grande valeur est observée au premier cycle et ne dépasse pas 5%. En revanche, en phase de séchage, les valeurs de teneur en eau sont extrêmement sous-estimées, et les valeurs simulées affichent des différences atteignant 28%.

L'utilisation de la courbe de désorption principale seulement surestime les valeurs de teneur en eau, comme attendu. La courbe simulée se trouve toujours au-dessus de la courbe expérimentale, mais elle s'en éloigne de plus en plus au fil du temps car la teneur en eau au début de chaque cycle augmente. Si au début de l'essai la différence entre les valeurs simulées et expérimentales est égale à 13%, elle avoisine 44% au dernier cycle.

La courbe moyenne utilisée est une moyenne des courbes d'adsorption et de désorption principales, et la courbe simulée se situe effectivement entre les deux autres. Elle suit la même tendance que la courbe obtenue à partir de la courbe de désorption principale, et la différence entre les valeurs de teneur en eau est minimale au premier cycle et maximale au dernier. Au premier cycle d'humidification/séchage, les valeurs simulées suivent les valeurs réelles, et la différence enregistrée ne dépasse pas 4%, tandis qu'au dernier cycle, les valeurs simulées s'éloignent des expérimentales et on observe une différence de 23%.

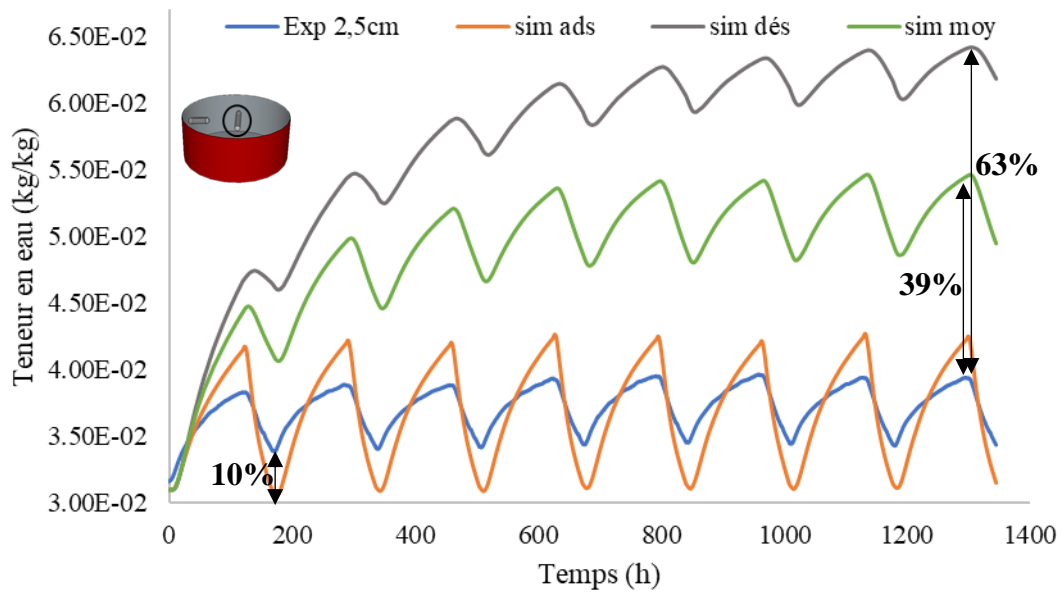


Figure 4-26: Profils de teneur en eau expérimentale et numérique au point à 2,5cm de profondeur

Les évolutions de la teneur en eau expérimentale et simulée à 2,5 cm de profondeur sont présentées en figure 4-26. Dans ce cas, la courbe obtenue à partir de l'adsorption principale suit les mêmes variations que la courbe expérimentale, mais contrairement aux courbes précédentes, elle n'est pas située en dessous. Bien qu'en phase de séchage, les valeurs de teneur en eau sont bien sous-estimées, en phase d'humidité élevée, c'est le contraire et les valeurs simulées sont supérieures aux valeurs réelles. Dans les deux cas, les valeurs numériques ne sont pas très éloignées des valeurs expérimentales et la différence calculée est 10%.

Les profils de teneur en eau calculés à partir de la courbe principale de désorption et la courbe moyenne sont tous deux situés au-dessus de la courbe expérimentale. Les valeurs de teneur en eau sont donc surestimées dans les deux cas, bien que l'amplitude corresponde bien à celle de la courbe réelle. Les deux courbes s'éloignent des résultats expérimentaux au fil des cycles, affichant ainsi une différence maximale au dernier cycle. Celle-ci est égale à 39% dans le cas de la simulation avec la courbe moyenne, et 63% pour la prise en compte de la désorption principale seulement. Les deux différences enregistrées sont importantes et montrent que leur utilisation dans les simulations de transfert hydrique impliquerait des erreurs significatives.

4.2.2. Modèle avec hystérésis

On a reporté les confrontations entre les profils de teneur en eau expérimentaux et numériques dans la figure. On a présenté les profils obtenus avec le modèle d'hystérésis mais également ceux obtenus dans la partie précédente.

La figure 4-27 présente les évolutions de la teneur en eau obtenue au point à 1,5cm avec le modèle d'hystérésis. Ils montrent une bonne adéquation avec les relevés expérimentaux de la surface, à l'exception du premier cycle d'adsorption où les valeurs simulées sont inférieures aux valeurs expérimentales réelles. Une différence de 7% est enregistrée au pic du premier cycle, alors que les écarts relatifs aux autres cycles ne dépassent pas 2%.

Initialement, le matériau est conditionné à 60% d'humidité relative, qui correspond à une teneur en eau égale à 0,028 kg/kg avant de subir la première phase d'adsorption. Par la suite, à la fin de chaque cycle de séchage, le matériau a une teneur en eau aux environs de 0,035 kg/kg. A

chaque phase d'adsorption où l'ambiance est à 85% d'humidité relative, il est plus aisé pour le matériau d'atteindre la teneur en eau maximale (0,047 kg/kg) quand il est à 0,035 kg/kg que de l'atteindre quand il est à sa valeur initiale. En réalité, le béton de polystyrène est tellement peu hygroscopique qu'il atteint la teneur en eau maximale au point proche de la surface après la première phase d'adsorption bien qu'il ait une teneur en eau initiale basse.

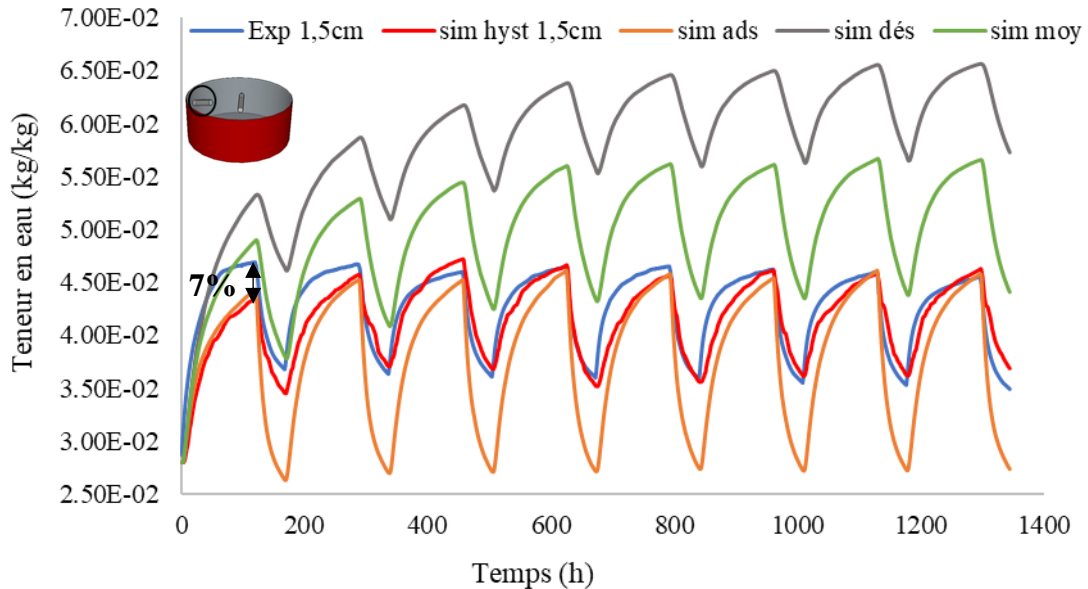


Figure 4-27 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5cm de profondeur

La figure 4-28 montre le cas du point au milieu des échantillons (à 2,5 cm de la surface). Il y a une bonne adéquation entre les résultats simulés et expérimentaux au niveau de la première adsorption où la différence entre les deux n'atteint que 3%. Sur le reste des cycles, les simulations surestiment la valeur de la teneur en eau durant les phases d'humidification et affichent une différence maximale de 6% tandis que sur les phases de séchage, les valeurs simulées sont très proches des valeurs réelles. La précision des capteurs aux humidités élevées (80%) est évaluée à $0,4 \cdot 10^{-2}$ kg/kg, et l'écart maximal correspondant à une teneur en eau de $0,28 \cdot 10^{-2}$ kg/kg est donc inclus dans la barre d'erreur.

Dans les deux positions à 1,5 cm et 2,5 cm de la surface, les résultats des simulations numériques obtenues à partir du modèle avec hystérésis montrent une meilleure adéquation avec les résultats expérimentaux. Les profils de teneur en eau simulés avec hystérésis sont très proches des profils de teneur en eau réelle et montrent les écarts les plus faibles.

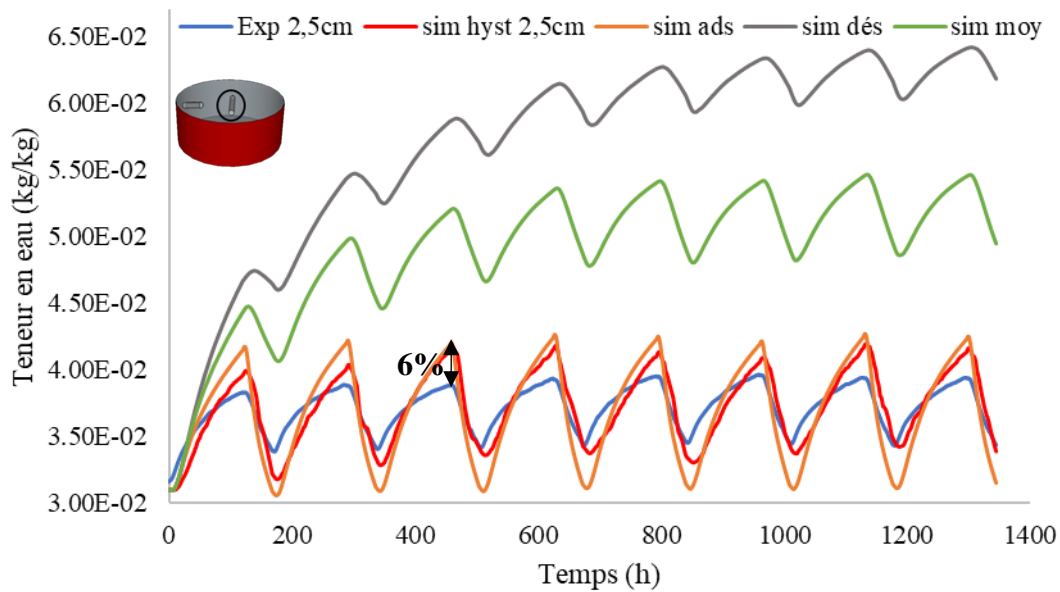


Figure 4-28 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5cm de profondeur

5. Essais de cyclage court à température constante

Ces essais ont pour but de simuler les évolutions journalières de l'humidité relative, en utilisant les mêmes conditions que celles de l'essai de détermination de la MBV. Les échantillons sont d'abord séchés puis conditionnés à 50% d'humidité relative avant de les soumettre aux variations hydriques de l'essai.

5.1. Echantillons cylindriques

Dans le premier essai, on utilise les échantillons cylindriques de 11 cm de diamètre et 5 cm d'épaisseur. On présentera d'abord les résultats expérimentaux avant de présenter les simulations numériques.

5.1.1. Relevés expérimentaux

Les mesures d'humidité et de température dans l'air de la chambre climatique ont été relevées et sont présentées en figure 4-29. Les conditions climatiques sont respectées, et les valeurs de consigne d'humidité et de température sont rapidement atteintes. Les valeurs d'humidité relative correspondent parfaitement à la consigne avec de très légères fluctuations de 1% d'humidité relative maximum. Les mesures de température quant à elles varient avec un peu plus d'amplitude et oscillent autour de 25°C mais sans dépasser 0,4°C de différence, ce qui correspond à 1,6% de la consigne de température.

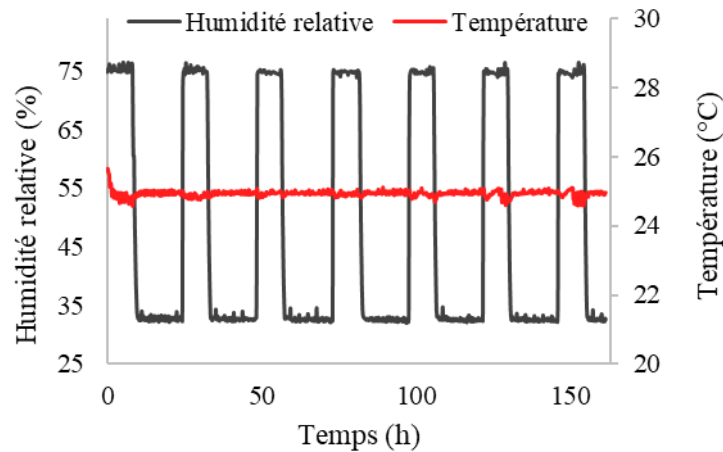


Figure 4-29 : Conditions expérimentales d'humidité et de température

Les mesures d'humidité relative à l'intérieur des échantillons sont présentées dans la figure 4-30 à 1,5 cm de profondeur et en figure 4-31 à 2,5 cm de profondeur. Les profils d'humidité ont les mêmes variations que les valeurs de consigne, avec des amplitudes plus grandes au point le plus proche de la surface à 1,5 cm de profondeur qu'au point au milieu (à 2,5 cm). Cela résulte de la cinétique des transferts d'humidité dans les matériaux poreux, qui est inversement proportionnelle à la profondeur où on effectue les mesures. L'amplitude en phase de désorption est également plus importante qu'en phase d'adsorption, car la durée de la phase de désorption est plus longue.

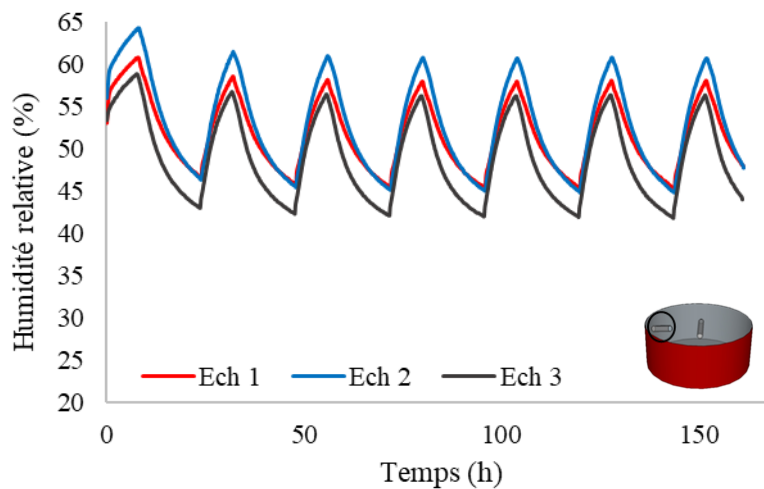


Figure 4-30 : Humidité relative dans les échantillons à 1,5 cm de profondeur

Dans la figure 4-30, on observe les profils d'humidité à 1,5 cm de la surface. Les valeurs mesurées sont homogènes, et les différences entre les trois échantillons sont cohérentes puisqu'elles ne dépassent pas 4%, et que chaque capteur est précis à $\pm 2\%$ d'humidité relative. L'échantillon 3 présente un retard par rapport aux deux autres en phase de basse humidité, mais les mesures qu'on présente sont locales, et le déphasage peut être dû à la microstructure du matériau et au voisinage du capteur.

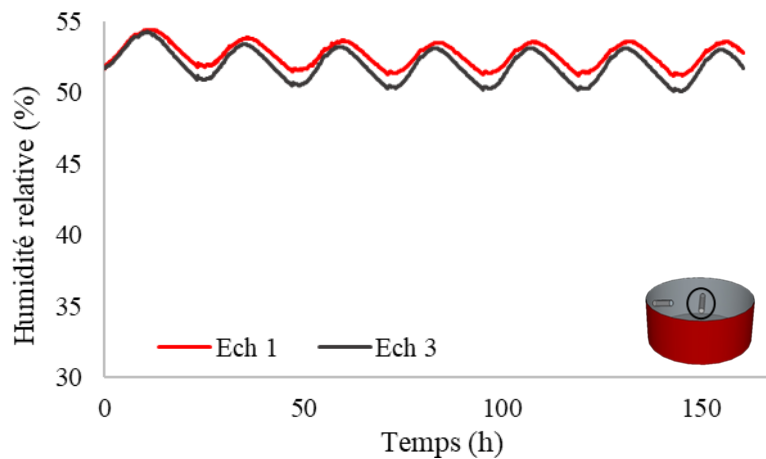


Figure 4-31 : Humidité relative dans les échantillons à 2,5 cm de profondeur

Dans la figure 4-31, on a présenté les profils d'humidité relative à 2,5 cm de profondeur de l'échantillon, où on peut remarquer la présence des échantillons 1 et 3 seulement. En effet, le capteur de l'échantillon 2 affichait des dysfonctionnements, et les données qu'il a enregistrées n'ont pas été prises en compte. Les données mesurées pour les deux échantillons sont proches, avec une différence d'au plus 1%. Toutefois, on remarque de légères perturbations à chaque changement de phase, qui peuvent être dus aux phénomènes d'évaporation/condensation.

Dans cet essai, on remarque une diminution de l'humidité relative au second cycle par rapport au premier, puis une diminution faible ou nulle entre les autres cycles par la suite. En effet, le béton de polystyrène n'est pas un matériau hygroscopique, et il ne peut pas adsorber une grande quantité d'eau de manière rapide. La durée de l'humidification étant beaucoup moins importante que celle du séchage (8 h vs 16 h), le matériau n'a pas le temps d'arriver à une teneur en eau très élevée. A contrario, il sèche beaucoup plus et évacue une quantité d'eau plus importante, et ne présente pas d'accumulation d'eau. Quant à la différence entre le premier cycle et les suivants, elle résulte de la teneur en eau initiale qui était élevée et qui correspond à 52% d'humidité relative.

5.1.2. Résultats numériques

Les résultats expérimentaux sont confrontés aux résultats des simulations numériques, effectuées en utilisant les paramètres d'entrée du modèle décrits précédemment et les conditions aux limites relatives à cet essai. On présentera les résultats des simulations obtenues avec le modèle prenant en compte l'hystérésis, et le modèle basé sur les isothermes principales.

5.1.2.1. Modèle sans hystérésis

Nous allons maintenant présenter les résultats des simulations numériques obtenues en utilisant le modèle basé sur les courbes principales d'adsorption, désorption et moyenne. Les profils de teneur en eau à 1,5 cm de la surface sont présentés dans la figure 4-32, où on peut observer le même comportement que pour les cycles longs. En effet, la prise en compte de l'adsorption principale seulement sous-estime la teneur en eau du matériau au contraire de la désorption principale seulement. La courbe de teneur en eau obtenue à partir de la courbe moyenne se situe en toute logique entre les deux.

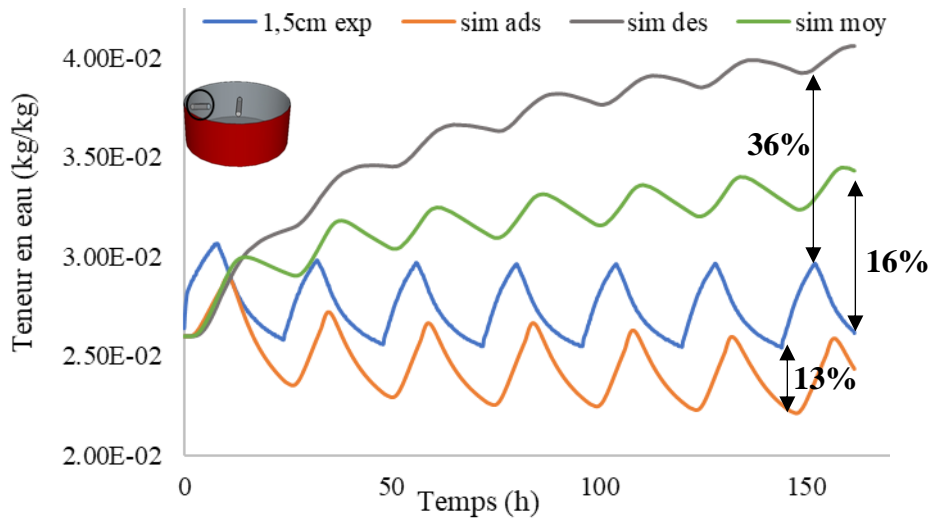


Figure 4-32 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5 cm de profondeur

Le profil de teneur en eau simulée à partir de la courbe d'adsorption principale a la même allure et la même amplitude que la courbe expérimentale, tandis que les deux autres montrent un léger retard de phase et une amplitude jusqu'à trois fois plus faible. La courbe numérique est ainsi située au-dessous de l'expérimentale, mais s'en éloigne un peu plus à chaque cycle, jusqu'à atteindre une différence maximale de 13% au dernier cycle.

La différence entre les valeurs de teneur en eau obtenues par la moyenne des courbes isothermes principales atteint sa valeur maximale au dernier cycle, où elle affiche 16%, correspondant à $0,8 \cdot 10^{-2}$ kg/kg. Bien que la différence ne soit pas très éloignée de celle présente aux résultats à partir de l'adsorption principale, cette dernière représente mieux le comportement expérimental et l'allure des courbes est similaires.

L'utilisation de la désorption principale surestime les valeurs de teneur en eau, comme attendu. De plus, les cycles sont très peu marqués et le retard de phase est plus important. Si au début de l'essai la teneur en eau suit les mêmes variations que les deux autres courbes simulées, elle présente en fin d'essai une différence énorme de 36%.

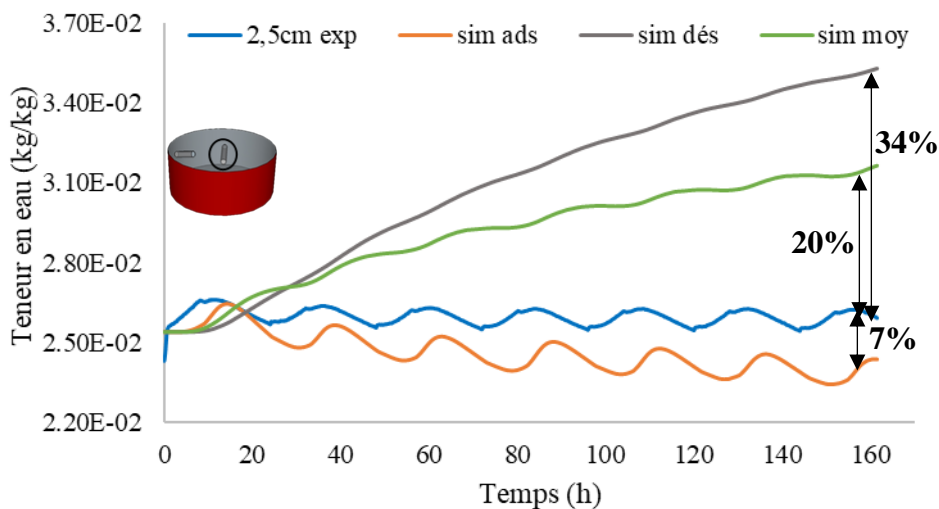


Figure 4-33 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur

La figure 4-33 présente la réponse du point à 2,5 cm de la surface, et les réponses numériques sont encore moins marquées que le point à 1,5 cm de profondeur. Si en utilisant l'adsorption principale on obtient une courbe qui a les mêmes variations que la courbe expérimentale, l'utilisation de la désorption principale ou la moyenne montrent très peu la variation cyclique de la teneur en eau, voire pas du tout pour la désorption.

Les évolutions de la teneur en eau suivent les mêmes tendances que pour le point proche de la surface. Les valeurs calculées en considérant l'adsorption principale sous-estiment les valeurs réelles d'environ 7%, valeur qui reste raisonnable puisqu'elle correspond à $0,2 \cdot 10^{-2}$ kg/kg. Toutefois, dans les simulations de transfert hydrique dans les bâtiments, il est déconseillé de sous-estimer la teneur en eau d'un matériau, car cela peut créer des accumulations d'eau et donc dégrader la construction.

Concernant les teneurs en eau obtenues par la courbe moyenne et la courbe de désorption principale, elles surestiment les teneurs en eau réelles respectivement de 20% et de 34%, et leurs variations ne concordent pas avec celles de la courbe expérimentale où les cycles d'imbibition et de séchage sont bien marqués.

5.1.2.2. Modèle avec hystérésis

Les résultats des simulations sont présentés dans la figure 4-34 pour le point le plus proche de la surface exposée aux variations d'humidité relative. La courbe numérique montre l'effet du phénomène d'hystérésis, moins apparent sur les courbes expérimentales à cause de la durée élevée du séchage et la faible durée d'imbibition. Le modèle qui prend en compte l'hystérésis utilise comme données d'entrée les isothermes principales d'adsorption et de désorption, qui sont basées sur des mesures à l'équilibre. En revanche, les mesures dans cet essai sont réalisées en régime dynamique, ce qui peut expliquer les différences entre les résultats expérimentaux et numériques.

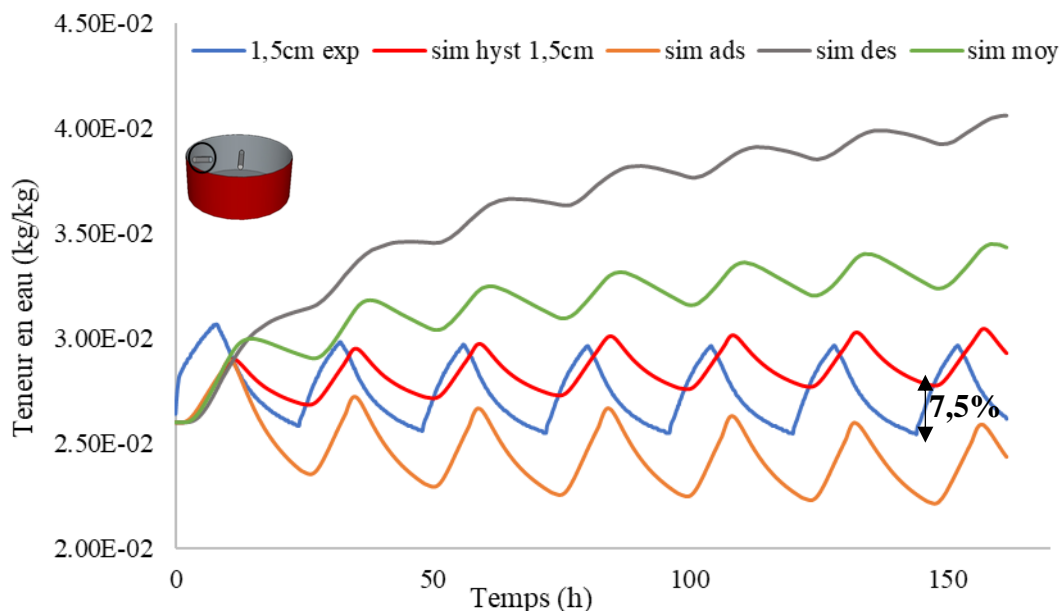


Figure 4-34 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique au point à 1,5 cm de profondeur

Les courbes simulées ont une amplitude inférieure aux courbes expérimentales, mais ceci dépend non seulement de la cinétique de l'essai, mais également de la microstructure de l'échantillon. Le béton de polystyrène est un matériau hétérogène alors que la géométrie utilisée

pour les simulations est homogène, et les mesures obtenues sont locales et dépendent de l'emplacement du capteur, qui peut être soit dans le voisinage d'une bille de polystyrène (hydrophobe) ou au contraire proche d'un large pore (sujet à la capillarité). Dans les hypothèses de départ, on a considéré que le matériau était considéré comme une géométrie homogène, et les simulations ne prennent pas en compte l'hétérogénéité du béton de polystyrène ni les différentes phases qui le composent.

Le plus grand écart enregistré entre les valeurs expérimentales et numériques est 7,5%, qui correspond à une teneur en eau de $0,22 \cdot 10^{-2}$ kg/kg. La différence n'est pas aberrante et rentre dans la barre d'erreur des capteurs, qui est estimée à $0,2 \cdot 10^{-2}$ kg/kg aux basses humidités.

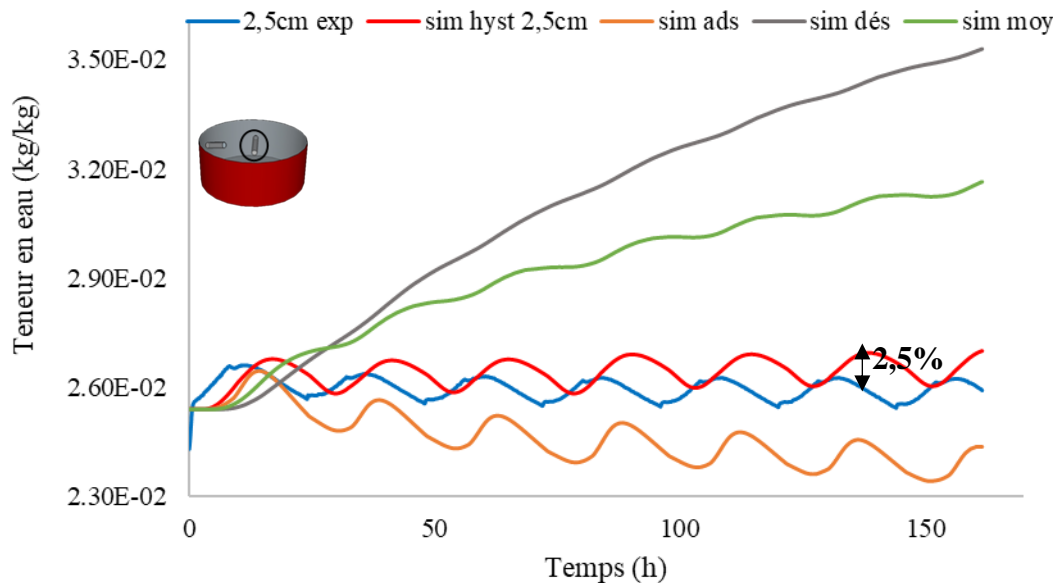


Figure 4-35 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur

Au point le plus éloigné de la surface exposée aux variations d'humidité relative (à 2,5 cm), les profils de teneur en eau simulés avec le modèle qui prend en compte l'hystérésis sont présentés en figure 4-35. Le point au milieu de l'échantillon est moins impacté par les variations dynamiques de l'humidité relative extérieure que le point à 1,5cm de profondeur car moins proche, et les résultats numériques sont en meilleure adéquation.

Bien qu'il présente une légère augmentation en fonction du temps, le profil de teneur en eau simulée est en bonne concordance avec l'expérimental et n'affiche que 2,5% de différence, c'est-à-dire à peine $0,07 \cdot 10^{-2}$ kg/kg.

Les profils de teneur en eau obtenus avec le modèle qui prend en compte l'hystérésis présentent une meilleure concordance avec les profils de teneur en eau réelle en comparaison aux profils obtenus avec le modèle qui utilise les courbes principales ou la courbe moyenne. Les courbes simulées ont la même allure que les courbes expérimentales, ainsi que les mêmes variations et amplitudes.

5.2. Echantillons parallélépipédiques

Dans cet essai, on utilise les échantillons parallélépipédiques de dimensions $7 \times 5 \times 15$ cm³ afin d'évaluer l'impact de la géométrie sur le comportement hydrique du béton de polystyrène. Les échantillons seront soumis aux mêmes conditions expérimentales que le premier essai.

5.2.1. Relevés expérimentaux

Les valeurs de consigne de température et d'humidité relative ainsi que la chambre climatique sont les mêmes utilisées que pour l'expérimentation précédente, et les évolutions des conditions ambiantes ne seront donc pas présentées. On présentera uniquement les profils d'humidité relative à l'intérieur des échantillons aux différentes positions, qu'on comparera aux profils obtenus pour les échantillons cylindriques dans l'essai précédent.

Les variations de l'humidité relative à l'intérieur des échantillons sont présentées en figure 4-36 à 1,5 cm de profondeur. Il y a des différences maximales de 5% d'humidité relative entre les trois échantillons, valeur incluse dans la barre d'erreur. A 2,5 cm de profondeur (figure 4-37), les courbes d'évolution de l'humidité relative pour les trois échantillons sont quasiment les mêmes et se superposent parfaitement.

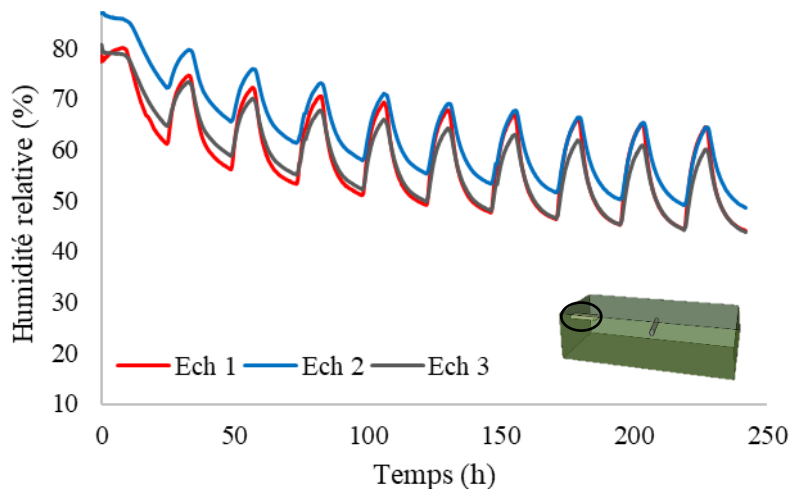


Figure 4-36 : Evolution de l'humidité relative à 1,5 cm de profondeur

On remarque que la valeur maximale d'humidité relative décroît au fil des cycles. En effet, la durée de l'humidification est de 8h seulement, et cette durée n'est pas assez importante pour la diffusion de l'humidité dans beaucoup de pores. A contrario, la durée du séchage est de 16 h, durée suffisante pour sécher le matériau et évacuer l'eau de beaucoup plus de pores que pendant la phase d'adsorption. La prise de masse est donc négligeable devant la perte de masse, et la valeur de la teneur en eau après chaque cycle diminue.

La monotonie décroissante est la même aux deux emplacements de capteurs (1,5 cm et 2,5 cm). La différence réside dans l'amplitude des cycles, élevée au point en haut et très faible au point au milieu de l'échantillon, surtout aux premiers cycles. Les sollicitations atteignent plus rapidement le point le plus proche de la surface et les variations sont plus marquées et plus importantes.

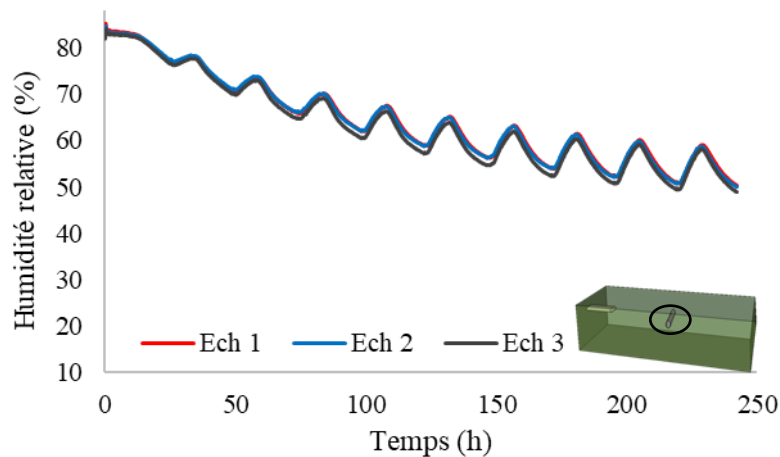


Figure 4-37 : Evolution de l'humidité relative à 2,5 cm de profondeur

5.2.2. Influence de la géométrie sur la réponse hydrique

Dans cette partie, nous allons comparer les résultats obtenus pour les échantillons cylindriques et parallélépipédiques soumis aux mêmes sollicitations. Les surfaces exposées sont presque égales puisque la surface exposée est égale à 105 cm^2 pour les échantillons parallélépipèdes et 95 cm^2 pour les cylindres et les capteurs sont positionnées à la même distance de la surface exposée pour les deux types d'échantillons.

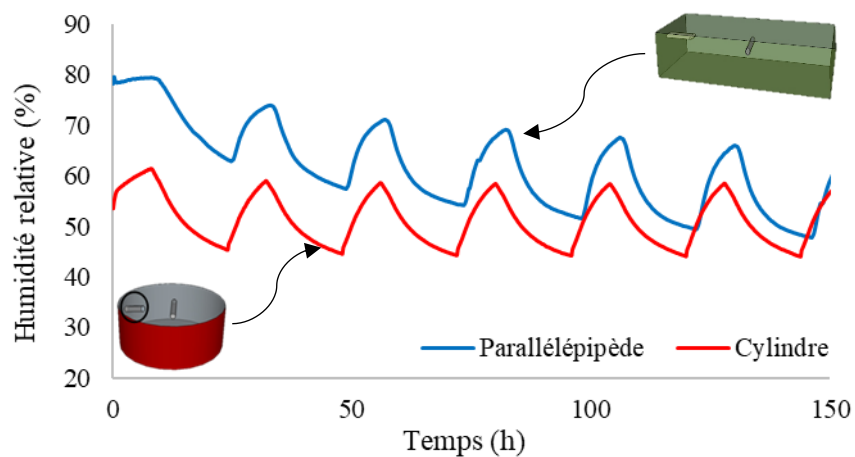


Figure 4-38 : Profils d'humidité relative à 1,5 cm de profondeur

A 1,5 cm de la surface (figure 4-38), les deux géométries montrent deux comportements différents : Les échantillons cylindriques montrent une diminution entre le premier et le deuxième cycle d'environ 6%, mais les valeurs restent sensiblement stables par la suite et enregistrent une faible diminution estimée à 0,7%. En revanche, les valeurs d'humidité relative dans les échantillons parallélépipédiques diminuent clairement au fur et à mesure des cycles. En effet, une diminution de 8% est mesurée entre le premier cycle et le deuxième, et par la suite les diminutions varient entre 2 et 4%.

Concernant l'allure des courbes, elles se ressemblent en phase de séchage et affichent la même cinétique. En phase d'humidification, les courbes obtenues dans les échantillons parallélépipédiques présentent un léger retard de réponse par rapport à celles des échantillons cylindriques qui montrent des courbes marquées. Les dimensions des parallélépipèdes sont en effet plus importantes et le matériau va mettre plus de temps à réagir aux sollicitations.

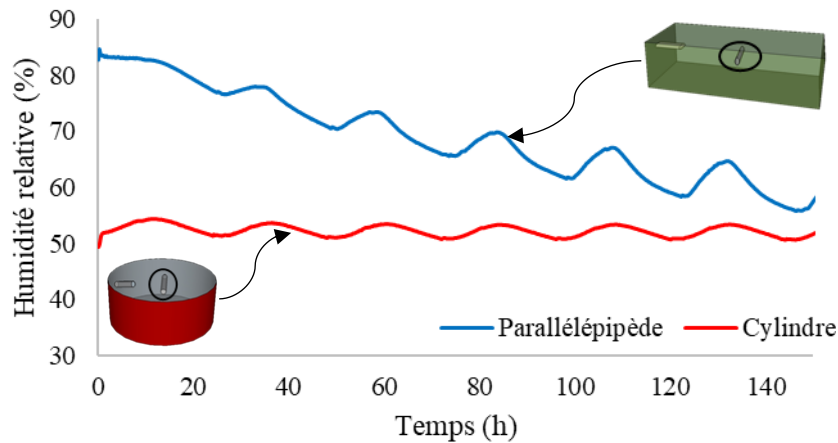


Figure 4-39 : Profils d'humidité relative à 2,5 cm de profondeur

A 2,5 cm de la surface (figure 4-39), la différence entre les deux géométries est encore plus apparente. La monotonie décroissante de l'évolution de l'humidité relative dans les échantillons parallélépipédiques est clairement notable, puisqu'on observe une diminution de 24% entre le premier et le dernier cycle. Les valeurs d'humidité relative dans l'échantillon cylindrique en revanche n'enregistrent qu'une différence de 1,8% entre le premier cycle et le suivant, et 0,2% entre le deuxième et le dernier, différence négligeable et on peut considérer que les valeurs sont quasiment égales.

Les profils d'humidité relative dans les échantillons parallélépipèdes sont caractérisés par une amplitude plus importante, et les phases d'humidification et de séchage sont plus marquées que pour les échantillons cylindriques. Ceci pourrait revenir à la surface d'exposition qui est légèrement plus grande dans le cas des parallélépipèdes.

Il est toutefois utile de souligner que les humidités relatives initiales ne sont pas les mêmes pour les deux échantillons. Il est donc difficile de comparer leur comportement pour aux instants avant 100 h. Par contre à partir de $t = 100$ h où on se rapproche de l'état d'équilibre, les profils d'humidité relative commencent à tendre vers les mêmes courbes et les deux échantillons présentent pratiquement le même comportement.

5.2.3. Résultats numériques

Nous allons présenter dans cette partie les résultats des simulations que nous confronterons aux résultats expérimentaux. Les conditions initiales seront déterminées à partir des relevés expérimentaux qui sont différents de l'essai précédent à cause de la géométrie différente des échantillons.

5.2.3.1. Modèle sans hystérésis

Dans cette partie, on va présenter les profils de teneur en eau expérimentale et simulées à l'aide des courbes principales d'adsorption, désorption et la moyenne. L'évolution de la teneur en eau au point le plus proche de la surface est présentée en figure 4-40.

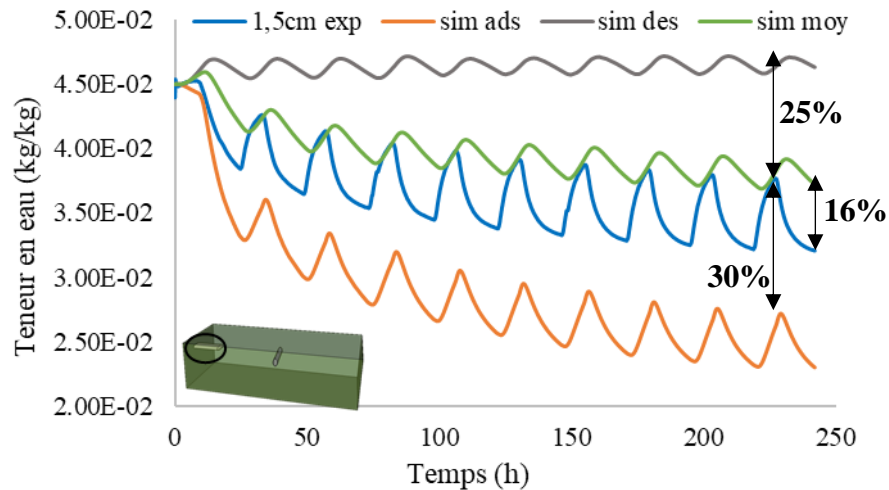


Figure 4-40 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5 cm de profondeur

La courbe obtenue avec adsorption principale affiche les mêmes variations que pour les essais précédents. Elle sous-estime la teneur en eau réelle et son amplitude est légèrement plus faible que celle de la courbe expérimentale (20% moins importante). Son allure est également différente puisqu'elle montre des variations brusques alors que la courbe expérimentale affiche des variations plus arrondies. Elle donne des valeurs en tous points inférieures aux valeurs expérimentales et affiche une différence importante égale à 30%.

Les résultats simulés à partir de la courbe moyenne montrent moins de variations que les précédentes, et leur amplitude représente 40% de celle des résultats expérimentaux. Ils présentent un retard de phase à chaque début de cycle, et les écarts affichés augmentent au fil des cycles, pour atteindre leur maximum à une valeur de 16%.

La courbe numérique basée sur la désorption principale donne les résultats les plus éloignés. Non seulement elle présente une différence de 25%, mais son amplitude ne représente que 20% de l'amplitude de la courbe expérimentale, et sa monotonie est croissante alors que les résultats expérimentaux diminuent avec le temps.

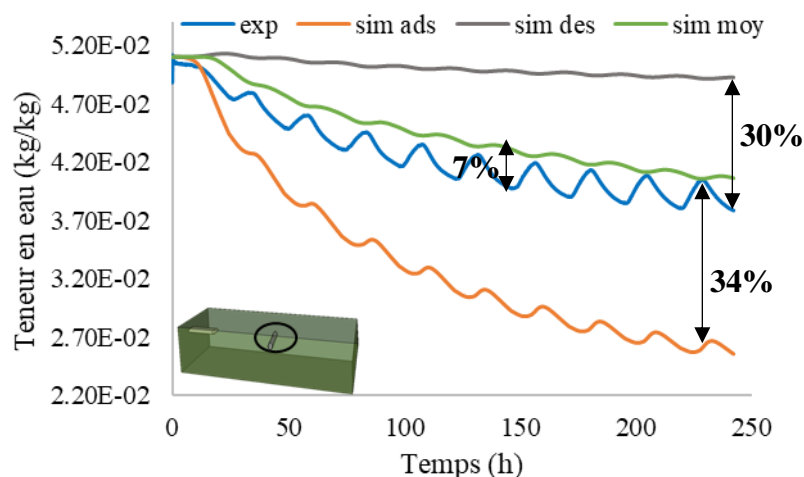


Figure 4-41 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur

Au point éloigné de la surface (à 2,5 cm de profondeur), les résultats des simulations avec les courbes principales sont présentés en figure 4-41. Ils sont encore plus éloignés, excepté celles

basées sur la courbe moyenne. En considérant l'adsorption principale seulement, les résultats numériques sont largement inférieurs aux résultats expérimentaux, et s'en éloignent de plus en plus tout le long de l'essai. Les réponses aux sollicitations présentent un retard important, surtout aux premiers cycles. L'écart maximal calculé atteint une valeur de 34%.

La prise en compte de la désorption principale seulement surestime considérablement la teneur en eau réelle d'environ 30%. Les résultats ne présentent pas les variations à chaque changement de phase (humidification/séchage) mais plutôt un profil droit.

Dans ce cas, la courbe obtenue grâce à la moyenne est celle qui présente le moins d'écart, de par sa différence maximale faible (7%) mais également l'adéquation de sa monotonie. Toutefois, les cycles ne sont pas marqués et la réponse présente un retard de phase important, puisqu'aux derniers cycles, les deux courbes simulée et expérimentale sont en opposition de phase.

Aux positions de 1,5 cm et à 2,5 cm, les résultats obtenus en utilisant le modèle d'hystérésis montrent une meilleure adéquation aux résultats expérimentaux, comparés à ceux obtenus en se basant sur les courbes principales. En plus d'afficher la différence la plus faible, le modèle avec prise en compte de l'hystérésis décrit le mieux la réponse des échantillons parallélépipédiques aux sollicitations hydriques, tant par la bonne monotonie des profils de teneur en eau que par l'absence de retard de phase.

5.2.3.2. Modèle avec hystérésis

Les résultats des simulations numériques obtenus grâce au modèle avec hystérésis seront présentés en premier. A 1,5cm de la surface exposée aux sollicitations, les évolutions de teneur en eau simulée suivent les mêmes variations que la teneur en eau expérimentale et sont présentées en figure 4-42. L'amplitude de la courbe expérimentale est 1,4 fois supérieure à celle de la courbe numérique. Ceci est dû au fait que les simulations considèrent une géométrie 1D, et la taille de la surface exposée n'est pas prise en compte.

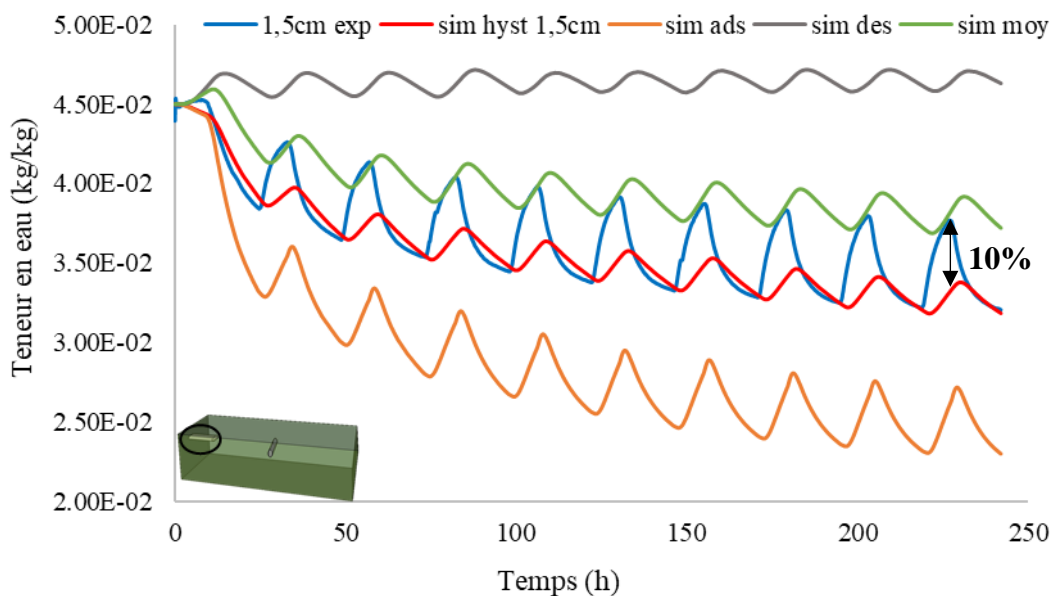


Figure 4-42 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5 cm de profondeur

Aux basses humidités relatives, les valeurs de teneur en eau simulées correspondent bien aux valeurs réelles. En revanche, en phase d'humidification, les écarts se creusent entre les résultats

numériques et expérimentaux. La différence maximale enregistrée représente 10%, c'est-à-dire une teneur en eau de $3,9 \cdot 10^{-2}$ kg/kg.

A 2,5 cm de la surface (figure 4-43), les deux courbes n'ont pas la même allure. En effet, la courbe obtenue expérimentalement montre bien les variations de teneur en eau dans les différentes phases d'imbibition et de séchage, alors que sur la courbe numérique, les variations sont beaucoup moins marquées. Toutefois, la différence observée sur toute la durée de l'essai ne dépasse pas 4%, ce qui correspond à une teneur en eau de $0,13 \cdot 10^{-2}$ kg/kg.

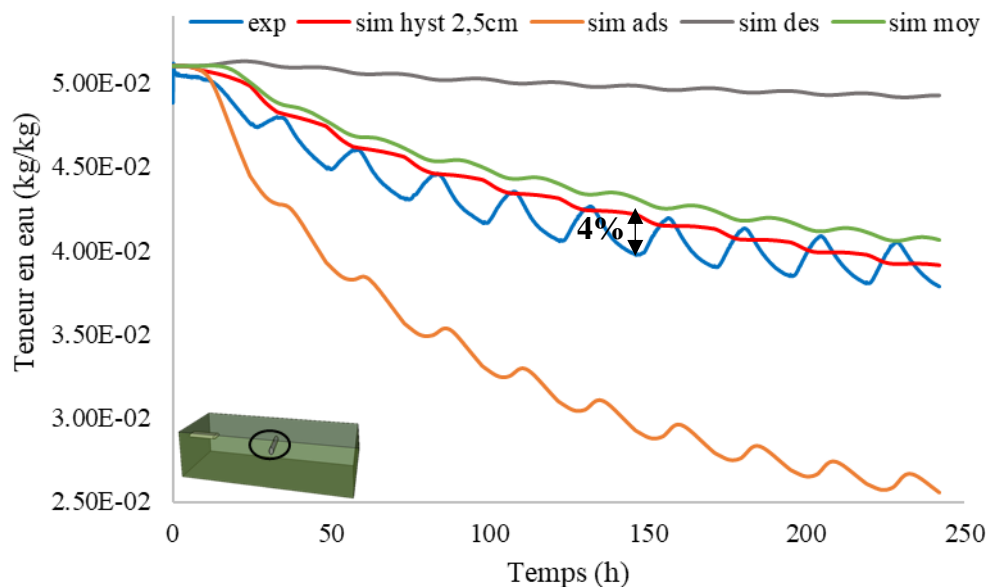


Figure 4-43 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur

Bien que les résultats des simulations ne suivent pas exactement la réponse expérimentale, le modèle permet néanmoins de décrire le comportement hydrique du matériau. En effet, on arrive à simuler la décroissance de l'évolution de la teneur en eau dans les deux cas, et les différences restent acceptables dans les limites de la précision des capteurs.

En comparant avec les résultats du modèle qui ne prend pas en compte l'hystérésis, on remarque que les profils obtenus à l'aide du modèle avec hystérésis sont les plus en adéquation avec les résultats expérimentaux, et présentent les écarts les moins importants.

6. Essais de cyclage court à température variable

Dans cet essai, on utilise les mêmes échantillons que pour le premier essai, qui sont les cylindres de 11 cm de diamètre et 5 cm d'épaisseur. Les échantillons seront soumis à quasiment les mêmes conditions expérimentales que le premier essai, mais à température variable. L'essai consiste à 10 cycles d'humidification/séchage de 24 h chacun, dont 8 heures à 80% d'humidité et 10°C et 16 heures à 40% et 25°C.

6.1. Résultats expérimentaux

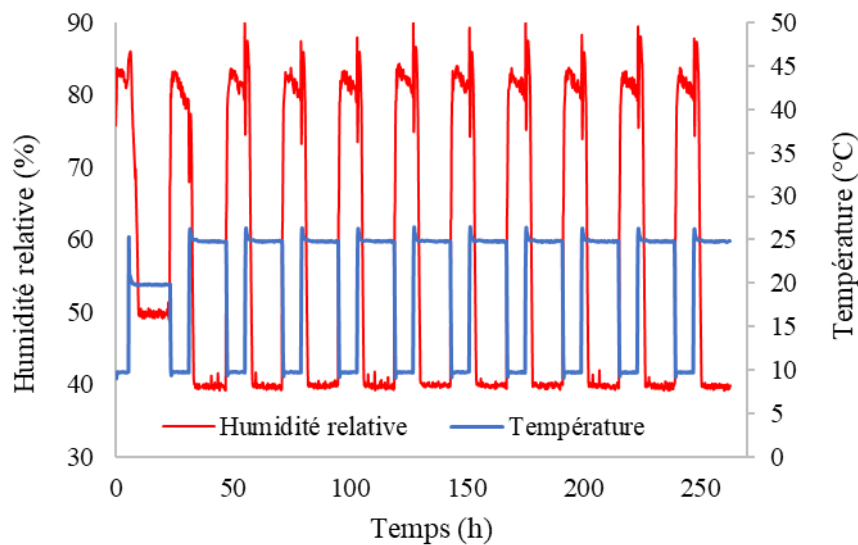


Figure 4-44 : Conditions expérimentales d'humidité et de température

Les conditions ambiantes de température et d'humidité sont présentées dans la figure 4-44. A partir du deuxième cycle, les valeurs de température et d'humidité relative concordent avec les valeurs de consigne, avec des fluctuations au passage de la phase d'adsorption à la phase de désorption. Néanmoins, le premier cycle ne respecte pas les consignes de température et affiche 20°C au lieu de 25°C et l'humidité relative en phase de désorption est à 50% au lieu de 40%. Ceci est probablement dû à un dysfonctionnement de la chambre climatique, car les capteurs d'humidité relative et de température ambiante sont précis à 1% d'humidité relative près.

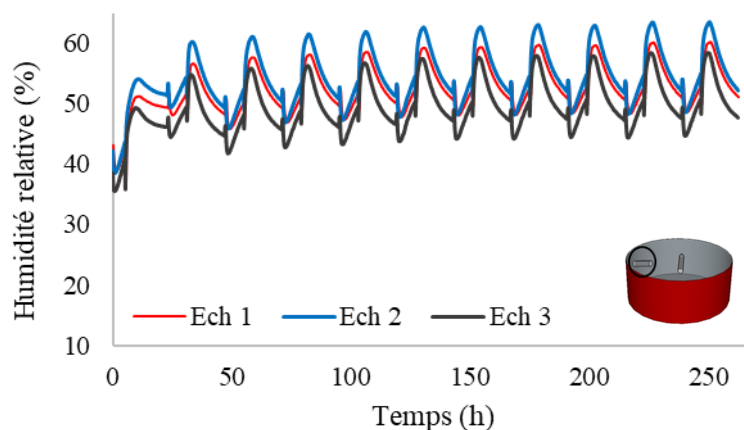


Figure 4-45 : Profils d'humidité relative à 1,5 cm de profondeur

Les valeurs d'humidités relatives à l'intérieur des échantillons sont présentées dans les figures 4-45 à 1,5 cm de profondeur et 4-46 à 2,5 cm. En haut de l'échantillon (à 1,5 cm de profondeur), les valeurs d'humidité relative des trois échantillons montrent des différences maximales de 5% et rentrent dans la barre d'erreur, et les trois courbes ont la même allure. On observe toutefois des pics qui apparaissent à chaque passage d'une phase de désorption à une phase d'adsorption, qui correspond au passage d'une température élevée à une température basse et qui résultent des phénomènes d'évaporation et de condensation dans les pores.

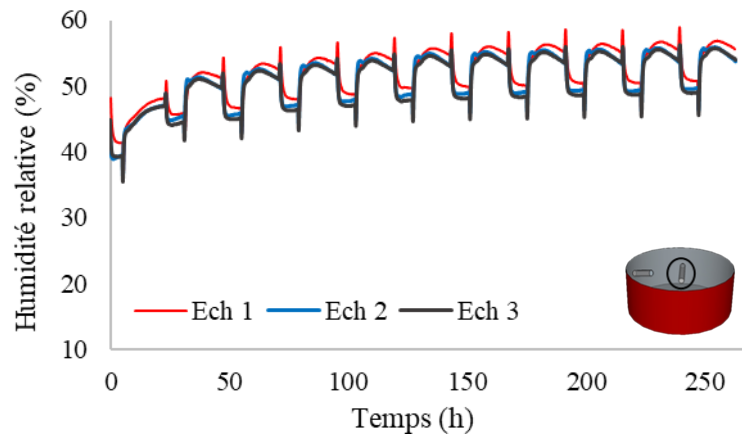


Figure 4-46 : Profils d'humidité relative à 2,5 cm de profondeur

Au milieu de l'échantillon (à 2,5 cm de profondeur), les courbes d'évolution de l'humidité relative à l'intérieur des échantillons ont la même allure et de très légères différences entre les trois (2% maximum). A chaque passage d'une phase d'adsorption à une phase de désorption (et vice versa), on observe des pics résultants de la variation brutale de la température (de 25°C à 10°C et vice versa).

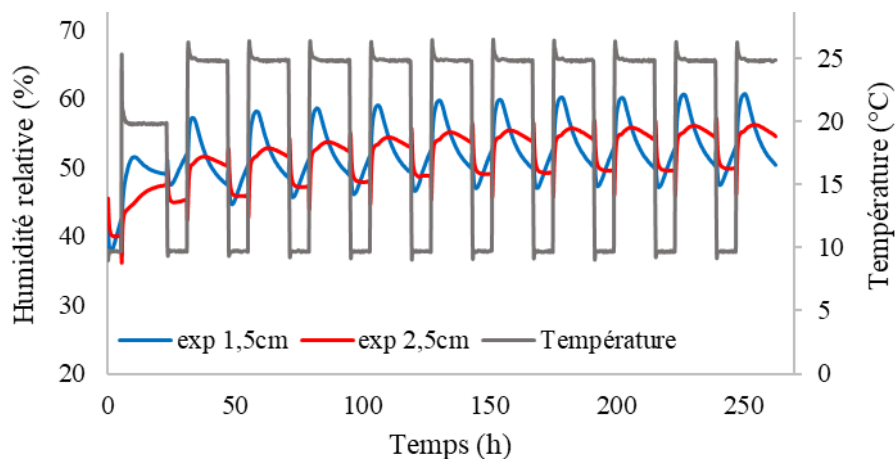


Figure 4-47 : Relevés d'humidité relative dans les échantillons et température ambiante

Sur la figure 4-47, on a présenté la moyenne des courbes expérimentales à chaque profondeur, qu'on a superposée avec l'évolution de la température ambiante. On peut effectivement remarquer que les différents pics apparents dans les profils d'humidité à l'intérieur des échantillons coïncident bien avec les changements de température. Ces pics pourraient être induits par des phénomènes de condensation et d'évaporation à l'intérieur du matériau [69].

On peut remarquer la monotonie croissante des courbes d'évolution de l'humidité relative en fonction du temps, et ce pour les deux positions de capteurs. Contrairement à l'essai de cyclage court à température constante qui affichait une diminution entre le premier cycle et le deuxième, suivis par une stabilisation de l'humidité relative. Cela revient à la variabilité de la température, qui était fixée à 25°C dans l'essai précédent, mais qui varie entre 10°C et 25°C dans celui-ci. En effet, l'augmentation de la température diminue l'effet de l'hystérésis [70, 196 – 198] à cause d'une éventuelle modification de la structure porale (élargissement des micropores), d'une évolution des propriétés thermo-physiques de l'eau, ou un déplacement de l'équilibre thermodynamique [199]. Dans cet essai, la température passe de 25°C à 10°C, donc l'effet de

l'hystérésis est plus important, d'autant plus que les courbes principales d'adsorption et de désorption sont également influencées par la variation de température.

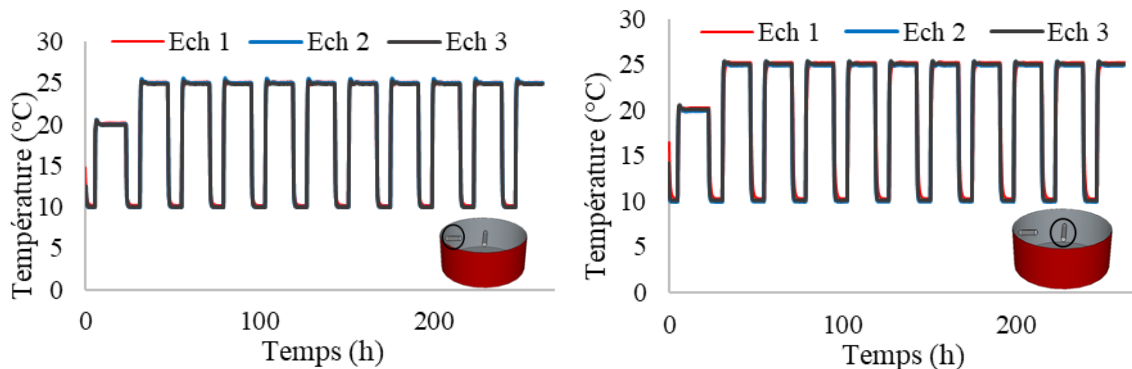


Figure 4-48 : Profils de température à : A gauche 1,5 cm; A droite 2,5 cm

Nous avons également présenté les évolutions de la température à l'intérieur des échantillons, à 1,5 cm de profondeur dans la figure 4-48.a, et 2,5 cm de profondeur dans la figure 4-48.b. Les courbes relatives aux trois échantillons sont quasiment superposées et présentent exactement les mêmes variations.

La cinétique des échanges de chaleur est très rapide, et ceci se traduit par les profils de température à l'intérieur des échantillons qui concordent parfaitement avec les consignes de température, sans retard de phase. Dans la figure 4-49, on présente les valeurs moyennes des trois échantillons pour chacune des profondeurs, en parallèle avec les variations de la température ambiante.

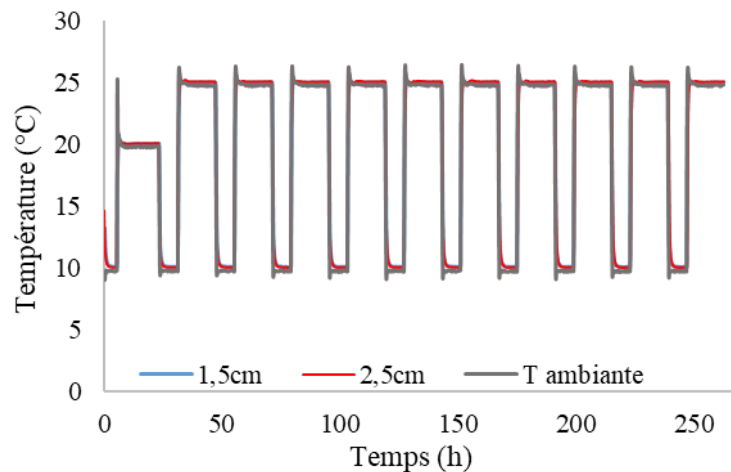


Figure 4-49 : Relevés de température dans les échantillons et la température ambiante

Sur les relevés d'humidité relative expérimentaux, on peut remarquer l'augmentation de la valeur maximale à chaque cycle, traduisant ainsi le phénomène d'hystérésis. Pour le mettre en exergue, on superpose le premier et le dernier cycle pour les deux positions de capteurs.

Au point le plus proche de la surface, l'accumulation d'eau est clairement visible en figure 4-50.a. En effet, le matériau enregistre une augmentation d'humidité relative de 6,2%. Au point au milieu (à 2,5 cm), la différence est plus importante et l'humidité relevée au dernier cycle est 8,9% plus grande que celle au premier cycle (figure 4-50.b).

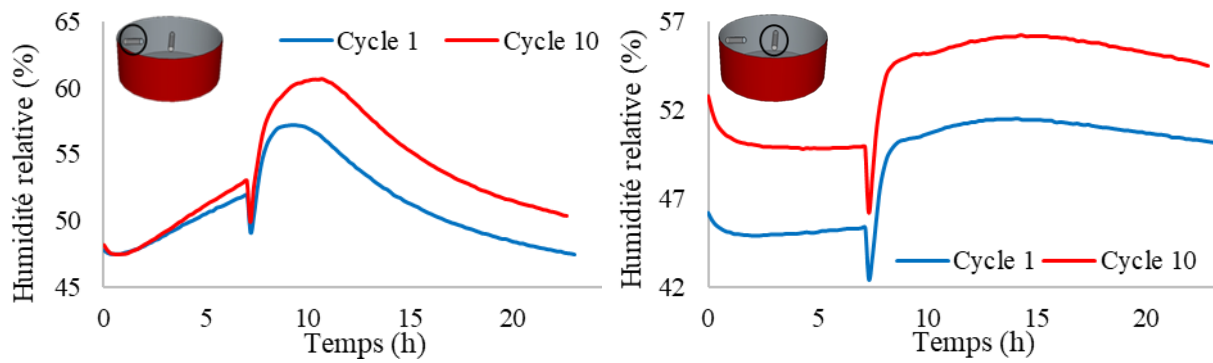


Figure 4-50 : Superposition du premier et dernier cycle. A gauche : à 1,5 cm, et à droite : à 2,5 cm

A 1,5 cm de la surface, la différence mesurée entre le premier et le dernier cycle est moins importante que celle enregistrée à 2,5 cm à cause de sa proximité aux sollicitations. En effet, la réponse est plus rapide, et il est beaucoup plus impacté que le point éloigné. On remarque ainsi une différence plus faible car la cinétique de séchage est plus importante.

6.2. Résultats numériques

Les résultats obtenus par les différentes simulations seront présentés dans cette partie. Nous exposerons d'abord les teneurs en eau numériques calculées à l'aide du modèle qui prend en compte le phénomène d'hystérésis, avant de présenter celles obtenues en considérant uniquement les courbes principales d'adsorption, désorption et la moyenne des deux.

6.2.1. Modèle sans hystérésis

Dans cette partie, nous allons présenter les simulations basées sur les modèles ne prenant pas en compte l'hystérésis. On commencera par les profils de teneur en eau au point à 1,5 cm qui sont présentés en figure 4-51.

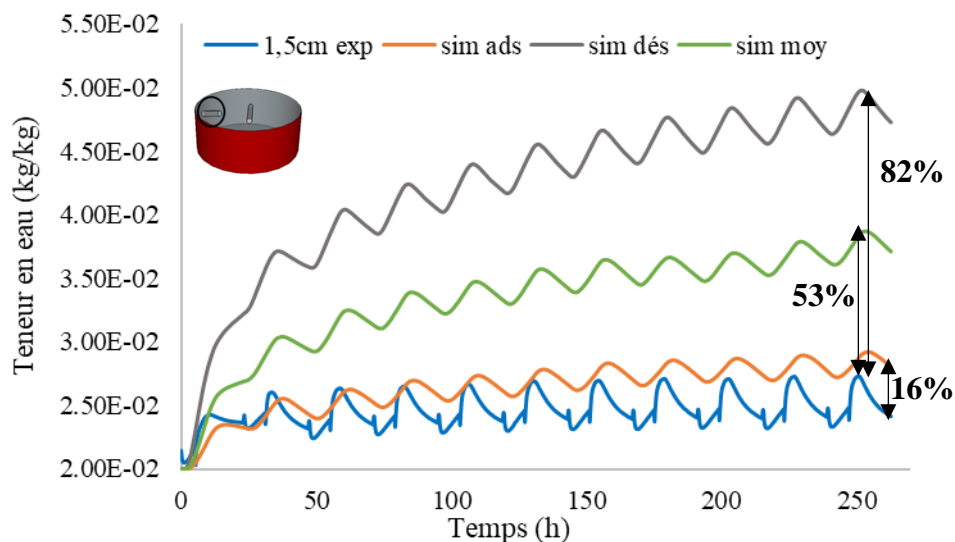


Figure 4-51 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5 cm de profondeur

Contrairement à ce qu'on a obtenu dans les essais précédents, la courbe obtenue avec considération de la courbe d'adsorption principale seulement n'est pas située sous la courbe expérimentale mais surestime plutôt les valeurs de teneur en eau. L'amplitude de la courbe numérique équivaut à 40% seulement de celle de la courbe expérimentale.

Les profils obtenus à l'aide de la courbe de désorption principale et de la courbe moyenne ont la même allure que la courbe expérimentale, avec une amplitude égale à 65% de l'amplitude expérimentale pour la courbe de désorption et 50% pour la courbe moyenne. Toutefois, les valeurs numériques s'éloignent trop des valeurs expérimentales, et les écarts sont très importants et atteignent 82% pour la courbe de désorption et 53% pour la courbe moyenne.

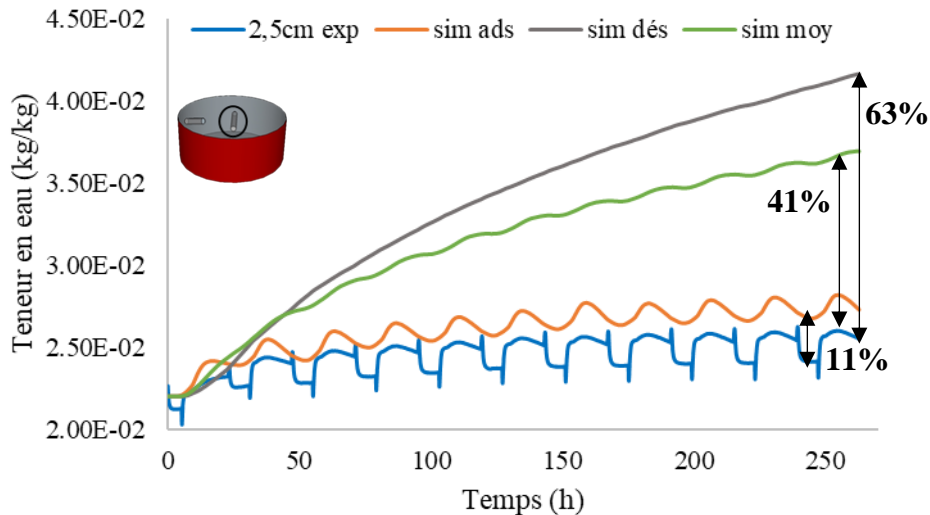


Figure 4-52 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur

Concernant le point situé à 2,5 cm de la surface, les évolutions de la teneur en eau en fonction du temps sont présentées en figure 4-52. Les courbes simulées en se basant sur les courbes de désorption principale ou moyenne montrent des écarts importants, non seulement dans les valeurs obtenues mais également l'allure et l'amplitude des courbes. En effet, les variations cycliques sont très peu apparentes sur la courbe moyenne et inexistantes sur la courbe de désorption principale qui ressemble plus à une droite, et leur croissance diverge de la courbe expérimentale. Les différences calculées sont 63% pour les résultats obtenus par la courbe de désorption principale et 41% pour ceux obtenus par la courbe moyenne.

Le profil calculé à base de la courbe d'adsorption principale montre quant à lui les variations marquées des différents cycles d'humidification/séchage. Toutefois, les valeurs de la teneur en eau sont encore une fois surestimées, contrairement aux résultats logiques attendus. La courbe obtenue affiche un écart beaucoup plus faible que les autres, estimé à 11% seulement.

6.2.2. Modèle avec hystérésis

La courbe obtenue par simulation avec le modèle d'hystérésis est présentée en figure 4-53 pour le point le plus proche de la surface. On observe une très bonne concordance des valeurs mesurées et les valeurs simulées, bien que l'influence de l'hystérésis soit légèrement plus importante en simulation. On observe un écart de 5% seulement entre les courbes numérique et simulée, ce qui se traduit par une différence de teneur en eau $0,13 \cdot 10^{-2}$ kg/kg, largement incluse dans le domaine de précision des capteurs.

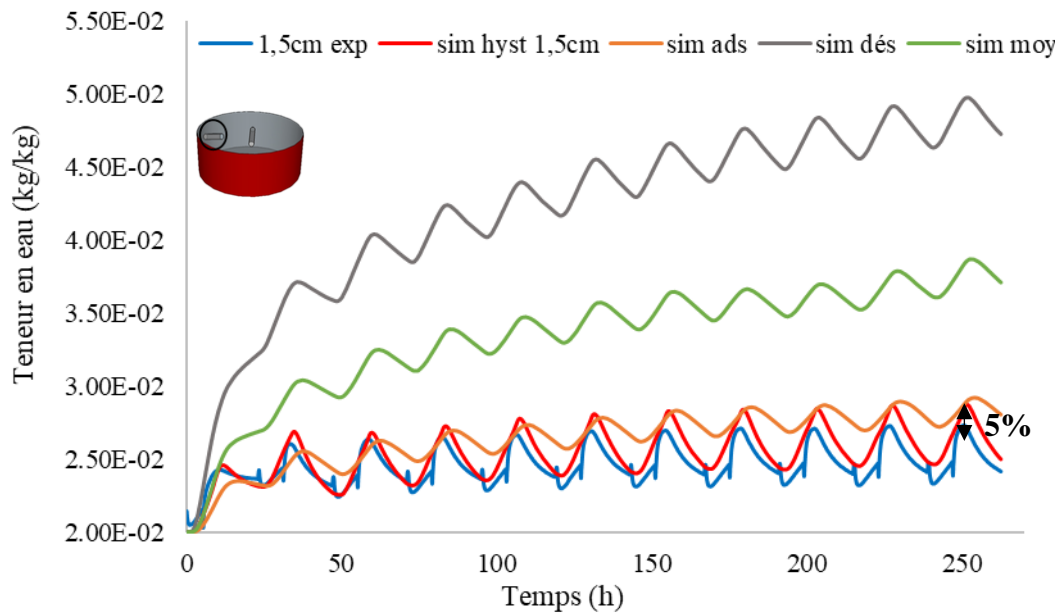


Figure 4-53 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 1,5 cm de profondeur

Au point le plus éloigné de la surface de sollicitations (figure 4-54), la courbe numérique reproduit moins convenablement les résultats expérimentaux. En effet, le relevé expérimental est caractérisé par une forme de cycle peu usuelle, qui ne présente pas de pics mais plutôt des paliers tant en phase d'humidification qu'en phase de séchage. Il est ainsi difficile de simuler un tel comportement qui ne correspond pas aux réponses du matériau sous sollicitations cycliques qu'on a pu voir dans tous les essais précédents.

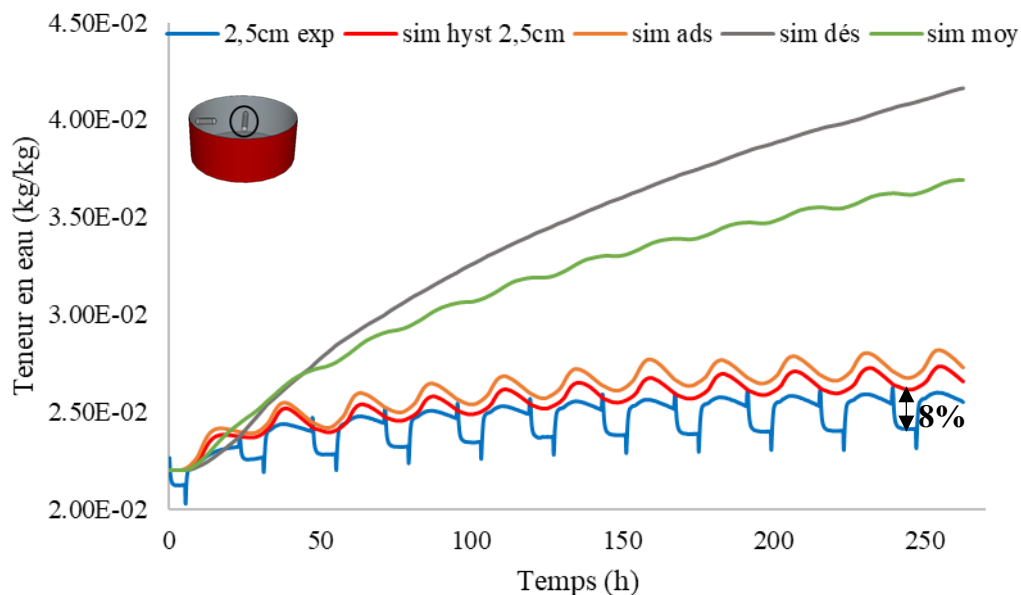


Figure 4-54 : Profils de teneur en eau expérimentale et numérique à 2,5 cm de profondeur

La différence maximale calculée entre les teneurs en eau expérimentales et numériques est de 8% correspondant à une différence de teneur en eau égale à $0,2 \cdot 10^{-2}$ kg/kg. L'écart en soi rentre dans les barres d'erreur relatives à la précision des capteurs, mais l'allure de la courbe et la forme des cycles correspondent peu à la courbe réelle.

Les profils de teneur en eau obtenus avec le modèle d'hystérésis sont le plus en adéquation avec les profils de teneur en eau réelle. A 1,5 cm de la surface, les résultats simulés avec hystérésis sont en très bonne concordance avec les résultats expérimentaux tant sur l'allure de la courbe que sur l'amplitude égale et les écarts négligeables. A 2,5 cm de la surface, les résultats simulés avec hystérésis n'ont pas la même allure que les courbes expérimentales et une amplitude plus faible, mais ils sont les plus proches des courbes réelles et présentent les écarts les plus bas.

7. Conclusion

Dans ce volet, nous avons présenté une étude expérimentale et numérique du phénomène d'hystérésis d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau dans le béton de polystyrène. Des dispositifs expérimentaux ont été mis en place dans le but de mettre en exergue le phénomène d'hystérésis à travers des sollicitations cycliques d'humidité relative. Un modèle de transferts couplés de chaleur et d'humidité a été élaboré en prenant en considération le phénomène d'hystérésis via le modèle physique de Carmeliet. Les résultats des simulations numériques obtenus ont ensuite été confrontés aux résultats expérimentaux, mais également aux résultats obtenus sans prendre en compte l'hystérésis mais en considérant plutôt que les variations de teneur en eau suivent soit la courbe d'adsorption principale, soit la courbe de désorption principale soit la moyenne des deux.

Le modèle de transferts de chaleur et d'humidité a d'abord été présenté, puis son implémentation dans les logiciels de calcul a été explicitée. Les conditions aux limites correspondant aux différentes sollicitations cycliques utilisées dans les expérimentations ont également été définies, avant de passer à une description de l'instrumentation et les équipements utilisés. Les essais se distinguent en trois catégories : Un essai de cyclage long où les sollicitations durent plusieurs jours, deux essais de cyclage court à température constante où les sollicitations durent quelques heures seulement, et un essai de cyclage court à température variable.

Pour chaque essai, les conditions aux limites injectées dans les simulations étaient exactement les mêmes que les conditions expérimentales. Les résultats expérimentaux ont été confrontés aux obtenus par simulation relevés à chaque cas. Les résultats obtenus à l'aide du modèle qui prend en compte l'hystérésis présentent une meilleure adéquation avec les résultats réels, alors que les modèles qui ne prennent pas en compte l'hystérésis montrent des erreurs importantes dépassant 50% dans certains cas.

Conclusion générale et perspectives

Les travaux de thèse présentés dans ce manuscrit ont aidé à la description du comportement hygrothermique du béton de polystyrène à l'échelle microscopique et macroscopique. C'est un matériau de plus en plus utilisé dans les bâtiments, en élément de remplissage ou en chapes de sol. Néanmoins, ses propriétés hygrothermiques sont méconnues, et c'est un matériau multiphasique hétérogène, ce qui rend son étude très complexe.

Dans un premier temps, nous avons présenté un état de l'art autour des enjeux environnementaux du secteur des constructions. Les grandeurs caractéristiques principale d'un milieu poreux ont été définies, et les différents mécanismes de transport d'humidité et de chaleur ont été présentés. Le lien entre les grandeurs intrinsèques des matériaux poreux et l'hystérésis décrite par ses isothermes d'adsorption et de désorption d'eau a été souligné, en particulier l'influence de la microstructure qui dicte la forme de l'hystérésis. Par la suite, les modèles associés aux transferts d'humidité, tels que les théories de Langmuir, BET ou GDW, ont été abordés, avant d'exposer les équations de conservation de chaleur et d'humidité. Le phénomène d'hystérésis de sorption d'eau a été défini, ainsi que les différents phénomènes qui entrent en jeu et les modèles de référence qui le décrivent. Finalement, le béton de polystyrène qui est le matériau d'intérêt de cette étude a été présenté, et l'état de l'art a montré un manque d'informations quant à ses propriétés microstructurales.

Dans la deuxième partie, nous avons utilisé des techniques d'imagerie non destructives pour la caractérisation morphologique de la microstructure du béton de polystyrène. Les reconstructions 3D du matériau a été obtenu à l'aide de la micro-tomographie aux rayons X, et les différentes phases le composant ont été identifiées. Les images 3D ont permis de calculer la porosité du matériau évaluée à 23%, et de déterminer le Volume Élémentaire Représentatif égal à $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$. Par la suite, un microscope électronique à balayage a permis d'observer la structure cellulaire des billes de polystyrène composant le matériau, ainsi que la qualité de l'interface entre elles et la matrice cimentaire. Cette dernière ne montre aucune zone de transition mais plutôt une bonne adhérence entre les deux composants. Le comportement du matériau sous sollicitations thermiques a été étudié, et a montré que le béton de polystyrène résiste à une température allant jusqu'à 90°C , contrairement à ce qui est indiqué dans la littérature. Au-delà de 100°C , le matériau présente des microfissures détectées au microscope numérique et des zones de transition entre les composants.

Par la suite, une campagne expérimentale de caractérisation est présentée dans le troisième chapitre. Le matériau caractérisé est un béton à base de déchets de polystyrène recyclés, à faible impact environnemental dont l'utilisation est freinée, notamment, par la non disponibilité de bases de données relatives à leurs propriétés intrinsèques et par méconnaissance de leurs comportements dans le temps. En même temps, ces matériaux sont connus pour leur pouvoir de régulation d'humidité et participent ainsi au confort des occupants. Les propriétés hydriques, thermiques et physiques du matériau ont été déterminées pour le béton de polystyrène ainsi qu'une pâte de ciment sans billes. L'ajout de polystyrène expansé améliore les propriétés d'isolation thermique et phonique et augmente la perméabilité à la vapeur, bien qu'elle reste inférieure à celles d'autres matériaux légers. Le béton de polystyrène démontre également une bonne capacité de stockage de la chaleur, qui augmente proportionnellement à la température.

Il a également été montré que la conductivité thermique dépend fortement de l'état hydrique et thermique, et augmente avec l'augmentation de la teneur en eau et de la température. Les isothermes d'adsorption et de désorption principales présentent une hystérésis caractéristique des matériaux cimentaires, qui s'étend des faibles humidités relatives jusqu'aux plus élevées. Les courbes intermédiaires présentent également le phénomène d'hystérésis, et leur modélisation par les modèles de Carmeliet et de Pedersen donne des résultats satisfaisants. La prise en compte de l'influence de l'état hydrique sur les propriétés permet une meilleure prédiction du comportement hygrothermique du matériau, et le négliger mène à des erreurs significatives et présente des écarts importants avec le comportement hygrothermique réel.

La caractérisation expérimentale a donc permis d'une part d'enrichir la base de données quant aux propriétés intrinsèques de ce matériau, peu abondantes dans la littérature, telles que les propriétés microstructurales, thermo-physiques, mécaniques, thermiques, hydriques et les propriétés de stockage de chaleur et d'humidité. D'autre part, la campagne de caractérisation permet de collecter les données d'entrée fiables du modèle numérique de prédiction du comportement du béton de polystyrène en fonction de la température et de l'état hydrique, permettant de mieux appréhender la réponse dynamique à l'échelle de la structure, du bâtiment et du microclimat urbain. Outre la production de données indispensables pour leur utilisation et pour la prédiction de leur comportement, des outils d'aide à la décision, à destination des différents acteurs de la construction (maître d'ouvrage, maître d'œuvre, bureaux d'études, formateurs), et permettant d'évaluer leurs performances mécaniques, de durabilité, énergétiques et environnementales pourront ainsi être développés.

Le dernier chapitre fut consacré à l'élaboration d'un modèle de transferts couplés de chaleur et d'humidité avec une prise en compte du phénomène d'hystérésis à travers un modèle de référence. Le modèle de transferts est basé sur les équations traditionnelles de conservation de la masse et de l'énergie, et le phénomène d'hystérésis est pris en compte en couplant le modèle de Carmeliet, ainsi que la capacité de stockage d'humidité qui traduit l'accumulation d'eau dans les pores. Les bancs expérimentaux mis en place ont été présentés, ainsi que les protocoles qui correspondent à chacun d'eux. Plusieurs essais expérimentaux ont été réalisés, mettant en place des sollicitations cycliques tantôt longues (plusieurs jours) et tantôt courtes (quelques heures). Les résultats numériques obtenus avec le modèle d'hystérésis montrent une bonne adéquation avec les résultats expérimentaux, pour les essais de cyclage court comme l'essai long. En revanche, les résultats de simulation obtenus avec le modèle qui ne prend pas en compte l'hystérésis présente des erreurs importantes en comparaison avec les résultats expérimentaux. En effet, le modèle qui prend en compte le phénomène d'hystérésis affiche des erreurs entre les simulations et les résultats expérimentaux qui ne dépassent pas 10%. En revanche, les résultats obtenus en négligeant le phénomène d'hystérésis donnent des erreurs importantes, atteignant même 80% dans certains cas. La prise en compte du phénomène d'hystérésis permet donc une meilleure prédiction du comportement hygrothermique du béton de polystyrène.

Ces travaux de thèse ouvrent de multiples pistes de réflexion pour de futures études. Le phénomène d'hystérésis étant en lien direct avec la microstructure des matériaux poreux, il serait judicieux d'améliorer le modèle de transferts hygrothermiques à travers la prise en compte de la distribution de la taille des pores. En effet, pour disposer d'un outil de simulation des transferts couplés de chaleur et d'humidité dans les matériaux de construction, il est nécessaire de prendre en compte la microstructure du matériau étudié de manière plus approfondie. Il serait donc intéressant d'étendre l'étude sur les géométries réelles du matériau,

à travers les reconstructions 3D obtenues par micro-tomographie aux rayons X sur lesquelles serait effectuée la modélisation des transferts hygrothermiques. Cette partie est actuellement en cours d'étude et des résultats préliminaires seront présentés en soutenance.

Les expérimentations menées dans ce travail afin de mettre en exergue le phénomène d'hystérésis ont toutes été réalisées sur des échantillons isolés sur tous les côtés, sauf un, dans une optique de simplification. Effectuer des expérimentations sur des échantillons placés entre deux ambiances différentes reproduirait mieux les conditions réelles de la vie d'un matériau de construction.

Le béton de polystyrène étudié dans ce travail est un matériau peu hygroscopique, et l'amplitude de l'hystérésis d'adsorption et de désorption d'eau n'est pas élevée. Une extension de ce travail en prenant le cas d'un matériau fortement hygroscopique doit donc être envisagée pour permettre la validation du modèle de transferts hygrothermiques avec hystérésis sur des matériaux hygroscopiques.

Bibliographie

- [1] International Energy Agency, « World Energy Balances: Overview », 2017 edition
- [2] J.M. Jancovici, « Comment évoluent actuellement les émissions de gaz à effet de serre ? », 2013
- [3] Nations unies, « Convention-cadre sur les changements climatiques », 2015
- [4] [215] Services de l'observatoire et des statistiques, 2014
- [5] Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie, « Bâtiment, chiffres clés », édition 2013
- [6] H.-J. Steeman, M. Van Belleghem, A. Janssens, M. De Paepe, "Coupled simulation of heat and moisture transport in air and porous materials for the assessment of moisture related damage", *Building and Environment* 44 (2009) 2176–2184
- [7] S.B. Tang, Q.L. Yu, H. Li, C.Y. Yu, C.Y. Bao, C.A. Tang, "Mesomechanical model of moisture diffusion and shrinkage cracking in building material – Model development", *Construction and Building Materials*, 47: 511-29, 2013
- [8] F. Kong, Q. Zhang, "Effect of heat and mass coupled transfer combined with freezing process on building exterior envelope", *Energy and Buildings*, 62: 486-95, 2013
- [9] P. Johansson, A. Ekstrand-Tobin, T. Svensson, G. Bok, "Laboratory study to determine the critical moisture level for mould growth on building materials", *International Biodeterioration and Biodegradation*, 73: 23-32, 2012
- [10] ENERSOL, energy solutions
- [11] M. He, N. Li, Y. He, D. He, K Wang, "Influences of Temperature and Humidity on Perceived Air Quality with Radiant Panel Workstation", 10th International Symposium on Heating, Ventilation and Air Conditioning, ISHVAC2017, 19-22 October 2017, Jinan, China, *Procedia Engineering* 205 (2017) 765–772
- [12] L. Fang, G. Clausen, P.O. Fanger, "Temperature and humidity: important factors for perception of air quality and for ventilation requirements", *ASHRAE Transactions*, 106 (2), 2000
- [13] A. D. Tran Le, « Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment », Thèse, Université de Reims, France, 2010
- [14] Y. Ait Oumeziane, « Evaluation des performances hygrothermiques d'une paroi par simulation numérique : application aux parois en béton de chanvre », Thèse de doctorat, Université de Rennes, France, 2013
- [15] F. Andreola, C. Leonelli, M. Romagnoli, P. Miselli, "Techniques Used to Determine Porosity", *American Ceramic Society Bulletin* 79(7): 49-52, July 2000.

- [16] J. Villarroel-Rocha, D. Barrera, K. Sapag, « Introducing a self-consistent test and the corresponding modification in the Barrett, Joyner and Halenda method for pore-size determination », *Microporous and Mesoporous Materials*, Volume 200: 68-78, December 2014.
- [17] N. Issaadi, « Effets de la variabilité des propriétés de matériaux cimentaires sur les transferts hygrothermiques : développement d'une approche probabiliste », Thèse de doctorat, Université de La Rochelle, France, 2015.
- [18] International Union of Pure and Applied Chemistry, "Reporting Physisorption data for Gas/solid Systems", Vol. 57, pp.603-619, 1985.
- [19] X. Lu, « Modeling of heat and moisture transfer in buildings: (I) Model program », *Energy and Buildings*, vol. 34, 1033-1043, 2002.
- [20] J. Bear, "Dynamics of fluids in porous media", Dover Publications (1972)
- [21] J.A. Ribaski Borges, L.F. Pires, A. Belmont Pereira, "Computed Tomography to Estimate the Representative Elementary Area for Soil Porosity Measurements", *The scientific world journal* 1 (2011)
- [22] D. Quenard, « Adsorption et transfert d'humidité dans les matériaux hygroscopiques. Approche du type percolation et expérimentations », Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 1989.
- [23] E. Latif, M. Lawrence, A. D. Shea, P. Walker, "Moisture Buffer Potential of Experimental Wall Assemblies Incorporating Formulated Hemp-lime", July 2015, *Building and Environment*
- [24] D. Samri, « Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction: approche expérimentale et modélisation numérique », thèse de doctorat, Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat, France, 2008.
- [25] S. Brunauer, P. H Emmett, E. Teller, "Adsorption of gases in multimolecular layers." *Journal of the American Chemical Society* 60:309-319, 1938.
- [26] J-F. Daïan, "Processus de condensation et de transfert d'eau dans un matériau meso et macroporeux : étude expérimentale du mortier de ciment.", Thèse de doctorat, L'institut national polytechnique de Grenoble, 1986.
- [27] Centre Scientifique et Technique du Bâtiment, « Transfert d'humidité à travers les parois - évaluer les risques de condensation », 2009.
- [28] F. Bennai, « Étude des mécanismes de transferts couplés de chaleur et d'humidité dans les matériaux poreux de construction en régime insaturé », thèse de doctorat, université de La Rochelle et université A. Mira de Bejaia, 2017
- [29] K. Gertis, "Increased insulation in building – a way to avoid the coming change in Climates?", *Bauphysiks* 13, H.5, pp. 132–137, 1991.
- [30] S. Chapman, T.G. Cowling, "The mathematical theory of non-uniform gases." Cambridge University Press, London, 1970.

- [31] H.M. Kunzel, “Simultaneous heat and moisture transport in building components: one- and two-dimensional calculation using simple parameters”, Fraunhofer IRB Verlag Stuttgart ISBN 3-8167-4103-7, Allemagne, 1995.
- [32] A. Trabelsi, « Etudes numérique et expérimentale des transferts hygrothermiques dans les matériaux poreux de construction », Thèse de doctorat, université de La Rochelle, France, 2010
- [33] F.P. Incropera, D. P. De Witt, T. L. Bergman, A. S. Lavine, “Fundamentals of heat and mass transfer”, sixth edition, John Wiley & sons, 2007
- [34] M. Orosz, B. Nagy, E. Tóth, “Hygrothermal behavior of ultra-lightweight polystyrene concrete”, August 2017 *Pollack Periodica* 12(2):53-66
- [35] O. Koronthalyova, “Moisture storage capacity and microstructure of ceramic brick and autoclaved aerated concrete”, *Construction and Building Materials*, Volume 25, Issue 2, February 2011, Pages 879-885
- [36] I. Langmuir, “The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum”, *Journal of American Chemical Society*, 40 (1918) 1361-1403.
- [37] J-F. Daïan, « Equilibre et transferts en milieux poreux », 2012
- [38] R.L. D’Arcy, I.C. Watt, “Analysis of sorption isotherms of nonhomogeneous sorbents”, *Transaction Faraday Society*, 66 (1970), pp. 1236-1240
- [39] M. T. Van Genuchten, “A Closed-form Equation for Predicting the Hydraulic Conductivity of Unsaturated Soils”, September 1980, *Soil Science Society of America Journal* 44(5)
- [40] L.D. Gelb, K.E. Gubbins, R. Radhakrishnan, and M. Sliwinska-Bartkowiak, “Phase separation in confined systems”, *Reports on Progress in Physics*, Volume 62, Number 12, 1999.
- [41] V. Baroghel-Bouny, “Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances », thèse de doctorat, Ecole nationale des ponts et chaussées, France, 1994.
- [42] P. Schiller, M. Wahab, T. Bier, S. Waida, H.J. Mögel, “Capillary Forces and Sorption Hysteresis of Cement Pastes with Small Slit Pores”, 5th International Biennial Conference on Ultrafine Grained and Nanostructured Materials UFGNSM15, *Procedia materials science*, 2015.
- [43] J-F. Daïan, J.A. Bellini, « Experimental determination of AAC moisture coefficients under temperature gradients », *Advances in Autoclaved Aerated concrete*, p. 105-111, 1992
- [44] W. Haines, “Studies in the physical properties of soil. V: The hysteresis effect in capillary properties, and the modes of moisture distribution associated therewith”, *The Journal of Agricultural Science*, vol. 20, pp. 97-116, 1930.
- [45] H. Q. Pham, D. G. Fredlund, and S. L. Barbour, “A study of hysteresis models for soil-water characteristic curves”, *Canadian Geotechnical Journal*, vol. 42, pp. 1548-1568, 2005.
- [46] A. Poulovassilis, “Hysteresis of pore water, an application of the concept of independent domains”, *Soil Sci.* 93, 405–412, 1962

- [47] A. Poulouvasilis, “The effect of hysteresis of pore-water on the hydraulic conductivity”, *Journal of soil science*, Vol. 20, pp. 52-56, 1969.
- [48] D. H. Everett, “A general approach to hysteresis - Part 3: a formal treatment of the independent domain model of hysteresis”, *Transactions of the Faraday Society*, vol. 50, pp. 1077-1096, 1954.
- [49] D. H. Everett, “A general approach to hysteresis - Part 4: an alternative formulation of the domain model”, *Transactions of the Faraday Society*, vol. 51, pp. 1551-1557, 1955.
- [50] L. Néel, « Théorie des lois d'aimantation de lord Rayleigh », *Cahiers de Physique*, vol. 13, pp. 18-30, 1943.
- [51] G. C. Topp, E. E. Miller, “Hysteretic moisture characteristics and hydraulic conductivities for glass-bead media”, *Soil Science Society of America Journal*, vol. 30, pp. 156-162, 1966.
- [52] G. C. Topp, “Soil-water hysteresis: The domain model theory extended to pore interaction conditions”, *Soil Science Society of America Journal*, vol. 35, pp. 219-225, 1971.
- [53] A. Poulouvasilis, E. E. Childs, “The hysteresis of pore water: the non-independence of domains”, *Soil Science*, vol. 112, pp. 301-312, 1971.
- [54] J.B. Kool, J.C. Parker, “Development and evaluation of closed- form expressions for hysteretic soil hydraulic properties”. *Water Resources Research*, 23 (1), 105–114, 1987
- [55] P.S. Scott, G.J. Farquhar, N. Kouwen, “Hysteretic effects on net infiltration”, *Advanced Infiltration*, 11–83, 163–170, 1983
- [56] C.R. Pedersen, “Transient calculation on moisture migration using a simplified description of hysteresis in sorption isotherms”, *Proceedings of 2nd Nordic Symposium on Building Physics*, Trondheim, Norway, 1990
- [57] J. Kwiatkowski, M. Woloszyn, J. Roux, « Modelling of hysteresis influence on mass transfer in building material”, *Building and Environment* 44(3):633-642, 2009.
- [58] H. Frandsen, “Modelling of Moisture Transport in Wood: State of the Art and Analytic Discussion.” *Wood Science and Timber Engineering*, No. R502, 2005.
- [59] H. Huang, Y. Tan, C. Liu, C. Chen, “A novel hysteresis model in unsaturated soil”, *Hydrological Processes*, vol. 19, pp. 1653-1665, 2005.
- [60] Y. Mualem, “A conceptual model of hysteresis”, *Water Resources Research*, Volume 10 (3), 514-520, 1974
- [61] Y. Mualem, A. Beriozkin, “General scaling rules of the hysteretic water retention function based on Mualem’s domain theory”, *European Journal of Soil Science*, Volume 60 (4) 652-661, 2009
- [62] Y. Mualem, “Modified approach to capillary hysteresis based on a similarity hypothesis”, *Water Resources Research*, vol. 9, pp. 1324-1331, 1973.
- [63] Y. Mualem and G.Dagan, “Dependent domain model of capillary hysteresis”, *Water Resources Research*, vol. 11, pp. 452-460, 1975.

- [64] J. R. Philip, “Similarity hypothesis for capillary hysteresis in porous materials”, *Journal of Geophysical Research*, vol. 69, pp. 1553-1562, 1964.
- [65] J. Carmeliet, M. DeWit, H. Janssen, “Hysteresis and moisture buffering of wood”, *Proceedings of the Nordic Symposium on Building Physics 2005*, 12–15 June 2005, Reykjavik, Iceland, pp 55–62.
- [66] Y. Mualem, “Extension of the similarity hypothesis used for modeling the soil water characteristics”, *Water Resources* 13, 773–780, 1977
- [67] Y. Mualem, “Theory of universal hysteretical properties of unsaturated porous media”, *Surface and Subsurface Hydrology*, Third International Hydrology Symposium, pp. 387–99, 1979
- [68] Y. Mualem, “A modified dependent-domain theory of hysteresis”, *Soil Science* 137, 283–291, 1984
- [69] D. Lelièvre, « Simulation numérique des transferts de chaleur et d’humidité dans une paroi multicouche de bâtiment en matériaux biosourcés », thèse de doctorat, université européenne de Bretagne, France, 2015
- [70] S. Merakeb, F. Dubois, C. Petit, “Modélisation des hystérésis de sorption dans les matériaux hygroscopiques », *Comptes Rendus Mécanique* Volume 337, Issue 1 (2008) 34-39
- [71] Z. Zhang, “Modelling of sorption hysteresis and its effect on moisture transport within cementitious materials”, Thèse de doctorat, Université Paris-Est, France, 2013.
- [72] A. D. Werner, D. A. Lockington, “Artificial pumping errors in the kool-parker scaling model of soil moisture hysteresis”, *Journal of Hydrology*, vol. 325, pp. 118-133, 2006.
- [73] L. Sarkisov, P.A. Monson, “Modeling of adsorption and desorption in pores of simple geometry using molecular dynamics”, *Langmuir*, 17 (2001), pp. 7600-7604
- [74] S. Naumov, R. Valiullin, J. Kärger, P.A. Monson, “Understanding adsorption and desorption processes in mesoporous materials with independent disordered channels”, *Phys. Rev. E*, 80 (2009), pp. 031607-1-031607-9
- [75] L. Bruschi, G. Mistura, L. Liu, W. Lee, U. Gösele, B. Coasne, “Capillary condensation and evaporation in alumina nanopores with controlled modulations”, *Langmuir*, 26 (2010), pp. 11894-11898
- [76] F. Ancilotto, Re, M. Da, S. Grubišić, A. Hernando, P.L. Silvestrelli, F. Toigo, “Grand canonical Monte Carlo study of argon adsorption in aluminium nanopores”, *Mol. Phys.*, 109 (2011), pp. 2787-2796
- [77] P.T.M. Nguyen, D.D. Do, D. Nicholson, “On the irreversibility of the adsorption isotherm in a closed-end pore”, *Langmuir*, 29 (2013), pp. 2927-2934
- [78] C. Fan, D.D. Do, D. Nicholson, “On the existence of a hysteresis loop in open and closed end pores”, *Mol. Simul.* (2014), pp. 1-11

- [79] L. N. Trong, S. Asamoto, K. Matsui, “Sorptions isotherm and length change behavior of autoclaved aerated concrete”, *Cement and Concrete Composites*, Volume 94, November 2018, Pages 136-144
- [80] T. Alioua, B. Agoudjil, N. Chennouf, A. Boudenne, K. Benzarti, “ Investigation on heat and moisture transfer in bio-based building wall with consideration of the hysteresis effect”, *Building and Environment*, Volume 163, October 2019, 106333
- [81] Q. Zeng, T. Mao, H. Li, Y. Peng, “Thermally insulating lightweight cement-based composites incorporating glass beads and nano-silica aerogels for sustainably energy-saving buildings”, *Energy and Buildings*, Volume 174, 1 September 2018, Pages 97-110
- [82] J. Bolden, T. Abu-Lebdeh, E. Fini, “Utilization of Recycled and Waste Materials in Various Construction Applications”, *American Journal of Environmental Science* 2013, 9(1):14-24
- [83] M. Barbuta, R. D. Bucur, S. M. Cimpeanu, G. Paraschiv, D. Bucur, “Agroecology, Chapter 3, Wastes in Building Materials Industry”, INTECH, Croatia, ISBN 978-953-51-2130-5, 2015, pp. 81-99.
- [84] M., Barbuta, R. D., Bucur, A. A., Serbanoiu, C., Helepciuc, S., Scutarasu, A., Burlacu, “Combined Effect of Fly Ash and Fibers on Properties of Cement Concrete”, *The 10th International Conference INTER-ENG 2016 Interdisciplinarity in Engineering*, 2016 "Petru Maior", University of Targu-Mures Romania, 2016
- [85] J. Sierra-Perez, I. Lopez-Fornies, J. Boschmonart-Rives, X. Gabarrell, “Introducing Eco-ideation and Creativity Techniques to Increase and Diversify the Applications of Eco-materials: The case of cork in the building sector”, *Journal of Cleaner Production*, 2016, vol. 137, pp. 606-616.
- [86] J. Kumar Prusty, S. Kumar Patro, S.S. Basarkar, “Concrete using Agro-waste as Fine Aggregate for Sustainable Built Environment – A review”, *International Journal of Sustainable Built Environment*, 2016, vol. 5, pp. 312–333.
- [87] B. Skariah Thomas, R. Chandra Gupta, “Properties of High Strength Concrete Containing Scrap Tire Rubber”, *Journal of Cleaner Production*, 2016, vol. 113, pp. 86-92.
- [88] O.A. Abaza, Z.S. Hussein, “Flexural Behavior of Steel Fiber-reinforced Rubberized Concrete”, *Journal of Materials in Civil Engineering*, 2015, vol. 28 (1), 04015076
- [89] C. A. Cadere, M. Barbuta, B. Rosca, A. A. Serbanoiu, A. Burlacu, I. Oancea, “Engineering properties of concrete with polystyrene granules”, *11th International Conference Interdisciplinarity in Engineering*, INTER-ENG 2017, *Procedia Manufacturing* 22 (2018) 288–293, Romania
- [90] M. Arnould, M. Virlogeux, « Granulats et bétons légers. Bilan de 10 ans de recherche », *Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*, Paris, 1986.
- [91] F. De Larrard, « Une approche de la formulation des bétons légers de structure », *Bulletin de liaison des laboratoires des Ponts et Chaussées*, (1995).

- [92] « Les bétons spéciaux », Construction et travaux publics - Techniques du bâtiment : l'enveloppe du bâtiment, Techniques de l'ingénieur, 2005
- [93] Ganesh Babu K., Saradhi Babu D., Behaviour of lightweight expanded polystyrene concrete containing silica fume, *Cement and Concrete Research* 33 (2003) 755–762
- [94] Chen B., Liu J., Properties of lightweight expanded polystyrene concrete reinforced with steel fiber, *Cement and Concrete Research* 34 (2004) 1259–1263
- [95] K. Nasouri, A. M. Shoushtari, A. Haji, “The role of nanofibers diameter in the enhanced thermal conductivity of electrospun nanofibers”, 6th TEXTEH International Conference, October 2013
- [96] C. Bagon, S. Frondistou-Yannas, “Marine floating concrete made with polystyrene beads”, *Magazine of Concrete Research*, 28 (2) : 5-9, 1976.
- [97] G. Patron, M. Shendy-El-Barbary, “Polystyrene-bead concrete properties and mix design”, *The International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, 4(3) :153-161, 1982.
- [98] R. Sri Ravindrarajah, A. Tuck, “Properties of hardened concrete containing treated expanded polystyrene beads”, *Cement and Concrete Composites*, 16 :273-277, 1994.
- [99] O. Kayyali, M. Haque, “A new generation of structural lightweight concrete”, University of New South Wales, Australia. *Concrete Technology*, SP 171-27, 569-588, 1996.
- [100] R. Le Roy, E. Parant, C. Boulay, “Taking into account the inclusions' size in lightweight concrete compressive strength prediction”, *Cement and Concrete Research*, 35(4), 770-775, 2005.
- [101] R. Demirboga, K. Abdulkadir, “Thermal Conductivity and Shrinkage Properties of Modified Waste Polystyrene Aggregate Concretes”, *Construction and Building Materials* 35, 2012, pp. 730–734.
- [102] D. Wyart, « Polystyrène expansé ou PSE », *Matériaux, plastiques et composites, Techniques de l'ingénieur*, 2008
- [103] *International Energy Outlook 2017*, US Energy Information Administration (2017)
- [104] Chen W., Hao H., Hughes D., Shi Y., Cui J., Li Z., Static and dynamic mechanical properties of expanded polystyrene, *Materials and design* 69 (2015) 170-180
- [105] Horvath J. S., Expanded Polystyrene (EPS) geofilm: An introduction to material behavior, *Geotextiles and Geomembranes* 13, (1994) 263-280
- [106] Article R541-8 du Code de l'environnement, Annexe III de la directive 2008/98/ CE du Parlement européen et du Conseil du 19 novembre 2008 relative aux déchets et abrogeant certaines directives.
- [107] Chen B., Liu J., Mechanical properties of polymer-modified concretes containing expanded polystyrene beads, *Construction and Building Materials* 21 (2007) 7–11
- [108] Xu Y., Jiang L., Xu J., Li Y., Mechanical properties of expanded polystyrene lightweight aggregate concrete and brick, *Construction and Building Materials* 27 (2012) 32–38

- [109] Saradhi Babu D., Ganesh Babu T, K., Wee T.H., Properties of lightweight expanded polystyrene aggregate concretes containing fly ash, *Cement and Concrete Research* 35 (2005) 1218–1223
- [110] Saradhi Babu D., Ganesh Babu K., Wee T.H., Effect of polystyrene aggregate size on strength and moisture migration characteristics of lightweight concrete, *Cement & Concrete Composites* 28 (2006) 520–527
- [111] Chen B., Fang C., Mechanical properties of EPS lightweight concrete, *Construction Materials* 164 (2011)
- [112] Chen B., Liu J., Chen L., Experimental Study of Lightweight Expanded Polystyrene Aggregate concrete Containing Silica Fume and Polypropylene Fibers, *Journal of Shanghai Jiaotong University* 15 (2010) 129–137
- [113] Tang W.C., Lo Y., Nadeem A., Mechanical and drying shrinkage properties of structural-graded polystyrene aggregate concrete, *Cement & Concrete Composites* 30 (2008) 403–409
- [114] Ranjbar M.M., Mousavi S.Y., Strength and durability assessment of self-compacted lightweight concrete containing expanded polystyrene, *Materials and Structures* 48 (2015) 1001–1011
- [115] Ferrandiz-Mas V., García-Alcocel E., Durability of expanded polystyrene mortars, *Construction and Building Materials* 46 (2013) 175–182
- [116] Li Y., Liu N., Chen B., Properties of lightweight concrete composed of magnesia phosphate cement and expanded polystyrene aggregates, *Materials and Structures* 48 (2015) 269–276
- [117] Fathi M., Yousefipour A., Hematpoury Farokhy E., Mechanical and physical properties of expanded polystyrene structural concretes containing Micro-silica and Nano-silica, *Construction and Building Materials* 136 (2017) 590–597
- [118] Tasdemir C., Sengul O., Tasdemir M.A., A comparative study on the thermal conductivities and mechanical properties of lightweight concretes, *Energy and Buildings* 151 (2017) 469–475
- [119] Demirboga R., Kan A., Thermal conductivity and shrinkage properties of modified waste polystyrene aggregate concretes, *Construction and Building Materials* 35 (2012) 730–734
- [120] Wang R., Meyer C., Performance of cement mortar made with recycled high impact polystyrene, *Cement & Concrete Composites* 34 (2012) 975–981
- [121] Kaya A., Kar F., Properties of concrete containing waste expanded polystyrene and natural resin, *Construction and Building Materials* 105 (2016) 572–578
- [122] Bicer A., Kar F., Thermal and mechanical properties of gypsum plaster mixed with expanded polystyrene and tragacanth, *Thermal Science and Engineering Progress* 1 (2017) 59–65
- [123] Bouvard D., Chaix J.M., Dendievel R., Fazekas A., Létang J.M., Peix G., Quenard D., Characterization and simulation of microstructure and properties of EPS lightweight concrete, *Cement and concrete research* 37 (2007) 1666–1673

- [124] Lanzón M., Cnudde V., De Kock T., Dewanckele J., Microstructural examination and potential application of rendering mortars made of tire rubber and expanded polystyrene wastes, *Construction and building materials* 94 (2015) 817-825
- [125] Fathi M., Yousefipour A., Hematpoury Farokhy E., Mechanical and physical properties of expanded polystyrene structural concretes containing Micro-silica and Nano-silica, *Construction and Building Materials* 136 (2017) 590–597
- [126] Fernando P.L.N., Jayasinghe M.T.R., Jayasinghe C., Structural feasibility of Expanded Polystyrene (EPS) based lightweight concrete sandwich wall panels, *Construction and Building Materials* 139 (2017) 45–51
- [127] J.-Y. Buffiere, E. Maire, J. Adrien, J.-P. Masse, E. Boller, “In Situ Experiments with X ray Tomography: an Attractive Tool for Experimental Mechanics”, *Experimental Mechanics*. 50 (2010) 289–305.
- [128] A. Bouterf, « Comportement mécanique de la plaque de plâtre étudié par tomographie et essais mécaniques in-situ », Thèse de doctorat, Ecole normale supérieure de Cachan, 2014.
- [129] C. Thiery, « Tomographie à rayons X », *Technique de L’ingénieur*. (2013)
- [130] Salvo L., Cloetens P., Maire E., Zabler S., Blandin J.J., Buffière J.Y., Ludwig W., Boller E., Bellet D., Josserond C., X-ray micro-tomography, an attractive characterization technique in materials science, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 200 (2003) 273–28
- [131] Roux S., Hild F., Viot P., Bernard D., Three-dimensional image correlation from X-ray computed tomography of solid foam, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 39 (2008) 1253–1265
- [132] J. Ruste, *Microscopie électronique à balayage – Principe et équipement*, *Techniques de l’ingénieur*, 2013
- [133] Q. Shi, S. Roux, F. Latourte, F. Hild, D Loinsard, N. Brynaert, On the use of SEM correlative tools for in situ mechanical tests, *Ultramicroscopy* 184 (2018) 71–87
- [134] Ferrándiz-Mas V., Sarabia L.A., Ortiz M.C., Cheeseman C.R., García-Alcocel E., Design of bespoke lightweight cement mortars containing waste expanded polystyrene by experimental statistical methods, *Materials and Design* 89 (2016) 901–912
- [135] Pal N. R., Pal S. K., A review on image segmentation techniques, *Pattern recognition* 26 (1993) 1277-1294
- [136] Avizo User’s Guide, English, FEI Visualization Sciences Group
- [137] P. Wils, Post-traitement des données du CTscan avec Avizo Lite 9.0.1.
- [138] Sezgin M., Sankur B., Survey over image thresholding techniques and quantitative performance evaluation, *Journal of Electronic Imaging* 13 (2004) 146-165
- [139] Brun E., Vicente J., Topin F., Ocelli R., Clifton M., Microstructure and Transport Properties of Cellular Materials: Representative Volume Element, *Advanced Engineering Materials* 10 (2009) 805-810

- [140] M. Peres, *Laboratory Imaging & Photography: Best Practices for Photomicrography & More*, Taylor & Francis, 2017
- [141] Bossa N., Chaurand P., Vicente J., Borschneck D., Levard C., Aguerre-Chariol O., Rose J., *Micro- and nano-X-ray computed-tomography: A step forward in the characterization of the pore network of a leached cement paste*, *Cement and Concrete Research* 67 (2015) 138–147
- [142] D. Abramoff, J. Magelhaes, S. Ram, *Image processing with ImageJ*. *Biophot Int.* 11 (2004) 36–42
- [143] Wang Y., Dai J., *X-ray computed tomography for pore-related characterization and simulation of cement mortar matrix*, *NDT&E International* 86 (2017) 28–35
- [144] S. M. Abraham, G.D.R.N. Ransinchung, *Strength and permeation characteristics of cement mortar with Reclaimed Asphalt Pavement Aggregates*, *Construction and Building Materials*, Volume 167, (2018), Pages 700-706
- [145] K. Abahri, « *Modélisation des transferts couplés de chaleur, d'air et d'humidité dans les matériaux poreux de construction* », thèse de doctorat, Université de La Rochelle, France, 2012
- [146] M. Khan, « *Factors affecting the thermal properties of concrete and applicability of its prediction models* », *Building Environnement*, vol. 37, pp. 607-614, 2002.
- [147] A. Missenard, « *Conductivité thermique des solides, liquides, gaz et de leurs mélanges* », 307-325: Editions Eyrolles, 1965.
- [148] P. Mounounga, « *Étude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermo-physiques* », Thèse de Doctorat, Université de Nantes, 2003.
- [149] T. Z. Harmathy, « *Thermal properties of concrete at elevated temperatures* », *Journal of Materials*, vol. 5, pp. 47-74, 1970.
- [150] W. J. Parker, R. J. Jenkins, C. P. Bulter, G. L. Abbott, « *Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity* », *Journal of Applied Physics*, vol. 32, pp. 1679-1684, 1961.
- [151] S. Degallaix, B. Ilschner, « *Caractérisation expérimentale des matériaux I. Propriétés physiques, thermiques et mécaniques* », *Traité des matériaux*, vol. 2, Lausanne: Presse Polytechniques et Universitaire Romandes, 2007, pp. 121-144.
- [152] M. Filali, « *Conductivité thermique apparente des milieux granulaires soumis à des contraintes mécaniques : modélisation et mesure* », Institut National Polytechnique de Toulouse, 2006.
- [153] G. A. Niklasson, « *Adsorption on fractal structures: applications to cement materials*, » *Cement and Concrete Research*, vol. 23, pp. 1153-1158, 1993.
- [154] NFEN12667, *Performance thermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination de la résistance thermique par la méthode de la plaque chaude gardée et la méthode fluxmétrique – Produits de haute et moyenne résistance thermique*, 2001.

- [155] E. Troppová, M. Švehlík, J. Tippner, R. Wimmer, “Influence of temperature and moisture content on the thermal conductivity of wood-based fibreboards”, *Materials and Structures*, 48, pp. 4077–4083, 2015.
- [156] Z. Pásztor, T Horváth, S. V. Glass, S. Zelinka, “Experimental investigation of the influence of temperature on thermal conductivity of multilayer reflective thermal insulation”, *Energy & Buildings* 174 (2018) 26–30
- [157] Humberto Fernandes Sequeira Borges de Melo, « Experimental characterization of the physical behavior of mortars with improved thermal performance », master degree report, technical university of Lisbon, Portugal (2014)
- [158] A. Moreira, J. António, A. Tadeu, “Lightweight screed containing cork granules: Mechanical and hygrothermal characterization”, *Cement and Concrete Composites* 49, 1–8 (2014)
- [159] A. Cherki, B. Remy, A. Khabbazi, Y. Jannot, D. Baillis, “Experimental thermal properties characterization of insulating cork–gypsum composite”, *Construction and building materials* 54, 202–209 (2014)
- [160] L. Boukhattem, M. Boumhaout, H Hamdi, B. Benhamou, F. Ait Nouh, “Moisture content influence on the thermal conductivity of insulating building materials made from date palm fibers mesh”, *Construction and Building Materials*, Volume 148, 1 September 2017, Pages 811-823
- [161] A. Hilaire, “Étude des déformations différées des bétons en compression et en traction, du jeune au long terme : application aux enceintes de confinement », thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, France, 2014
- [162] M. A. O. Mydin, “Assessment of thermal conductivity, thermal diffusivity and specific heat capacity of lightweight aggregate foamed concrete”, *Jurnal teknologi*, 2016
- [163] M. Azenha, « Numerical simulation of the structural behaviour of concrete since its early ages », these de doctorat, université de Porto, Portugal, 2009
- [164] J. Grenet, B. Legendre, « Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) », *Techniques de l'ingénieur. Base documentaire: Techniques d'analyse*, vol. P 1 205, 2010.
- [165] C. A. Calles-Arriaga, J. López-Hernández, M. Hernández-Ordoñez, R. A. Echavarría-Solís, V. M. Ovando-Medina, “Thermal Characterization of Microwave Assisted Foaming of Expandable Polystyrene”, *Ingeniería, Investigación y Tecnología*, Volume 17, Issue 1, 2016, Pages 15-21
- [166] B. Kari, B. Perrin et J. C. Foures, « Modélisation macroscopique des transferts de chaleur et d'humidité dans des matériaux du bâtiment : Les données nécessaires », *Materials and Structures*, vol. 25, 482-489, 1992.
- [167] B. Kari, B. Perrin, J. C. Foures, « Perméabilité à la vapeur d'eau de matériaux de construction : calcul numérique », *Materials and structures*, 24, 227 – 233, 1991
- [168] A. Abbas, M. Carcassès, J.P. Ollivier. « The importance of gas permeability in addition to the compressive strength of concrete », *Magazine of Concrete Research*, 52 (1), 2000, 1-6.

- [169] S. Stephant, “Étude de l’influence de l’hydratation des laitiers sur les propriétés de transfert gazeux dans les matériaux cimentaires », December 2015, thèse de doctorat, Université de Bourgogne
- [170] H. R. Trechsel, “Moisture analysis and condensation control in building envelopes”, Book, ASTM International, 2001.
- [171] G. H. Galbraith, R. C. McLean, J. S. Guo, «Moisture permeability data presented as a mathematical relationship,» *Building Research & Information*, vol. 26, pp. 157-168, 1998.
- [172] P. Talukdar, S.O. Olutmayin, O.F. Osanyintola, C.J. Simonson, “An experimental data set for benchmarking 1-D, transient heat and moisture transfer models of hygroscopic building materials. Part I: Experimental facility and material property data”, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 50 (2007) 4527–4539.
- [173] R. C. McLean, G. H. Galbraith, “Interstitial condensation: Applicability of conventional vapour permeability values”, *Building Services Engineering Research and Technology*, 1988
- [174] H.R. Trechsel, “Moisture Analysis and Condensation Control in Building Envelopes”, ASTM International, (2001).
- [175] M. Y. Ferroukhi, « Modélisation des transferts thermo-hydro-aérauliques dans les enveloppes de bâtiments : évaluation des désordres causés par l'humidité », thèse de doctorat, université de La Rochelle, France, 2015
- [176] G.H. Galbraith, R.C. Mclean, J.S. Guo, “Moisture permeability data presented as a mathematical relationship”, *Building Research & Information*, 26 (1998) 157–168.
- [177] G.H. Galbraith, J.S. Guo, R.C. McLean, “The effect of temperature on the moisture permeability of building materials”, *Building Research & Information*, 28 (2000) 245–259.
- [178] ASTM Annual book of standards, Standard test method for water vapor transmission of materials, Philadelphia, 2005.
- [179] M.K. Kumaran, “A thermal and moisture transport property database for common building and insulating materials”, 2002.
- [180] J. Berger, “Contribution à la modélisation hygrothermique des bâtiments : application des méthodes de réduction de modèle », Thèse de doctorat, université de Grenoble, 2014
- [181] T. Togkalidou, M. Karoglou, A. Bakolas, A. Giakoumaki, A. Moropoulou, “Correlation of Water Vapor Permeability with Microstructure Characteristics of Building Materials Using Robust Chemometrics”, *Transport in Porous Media*, September 2013, Volume 99, Issue 2, pp 273–295
- [182] J. Charpin, B. Rasneur, « Mesure des surfaces spécifiques », 1982.
- [183] ISO 9277, “Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption — BET method”, 2010.
- [184] S.H. Ryu, H.J. Moon, J.T. Kim, “Evaluation of the influence of hygric properties of wallpapers on mould growth rates using hygrothermal simulation”, *Energy and Buildings*, 98 (2015) 113–118.

- [185] ISO 12571, « Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment -- Détermination des propriétés de sorption hygroscopique », 2000.
- [186] M. B. Pinson, T. Zhou, H. M. Jennings, M. Z. Bazant, “Inferring pore connectivity from sorption hysteresis in multiscale porous media”, *Journal of Colloid and Interface Science*, Volume 532, 15 December 2018, Pages 118-127
- [187] D. Lelievre, T. Colinart, P. Glouannec, “Hygrothermal behavior of bio-based building materials including hysteresis effects: Experimental and numerical analyses”, *Energy and Buildings*, Volume 84, December 2014, Pages 617-627
- [188] Rode, C., « Moisture Buffering of Building Materials », Department of Civil Engineering, Technical University of Denmark, Report R-126, 2005.
- [189] T. De Mots, A. Tilmans, X. Loncour, « Hygrothermal assessment of internal insulation systems of brick walls through numerical simulation and full-scale laboratory testing », 11th Nordic Symposium on Building Physics, NSB2017, 11-14 June 2017, Trondheim, Norway
- [190] F. Bennai, N. Issaadi, K. Abahri, R. Belarbi, A. Tahakourt, « Experimental characterization of thermal and hygric properties of hemp concrete with consideration of the material age evolution », *Heat and Mass Transfer*, April 2018, Volume 54, Issue 4, pp 1189–1197
- [191] J. Arfvidsson and J. Claesson, “Isothermal moisture flow in building materials: modelling, measurements and calculations based on kirchhoff’s potential”, *Building and Environment* 35, 2000, pp. 519-536
- [192] J. Arfvidsson, “Moisture penetration depth for periodically varying relative humidity at the boundary”, *Nordic Journal of Building Physics* 2, 1999, pp. 75-80
- [193] H. Derluyn, D. Derome, J. Carmeliet, E. Stora and R. Barbarulo, “Hysteretic moisture behavior of concrete: Modelling and analysis”, *Cement and Concrete Research* 42, 2012, pp. 1379-1388
- [194] T. Colinart, D. Lelièvre, P. Glouannec, “Influence de l’hystérésis sur le comportement hygrothermique d’un enduit de finition intérieure biosourcé », Conférence IBPSA France-Arras-2014
- [195] G.H. Galbraith, J.S. Guo, R.C. Mc Lean, C.K. Lee, D.J. Kelly, “The temperature dependence of moisture permeability”, In . CIB (Conseil International du Bâtiment) W40 Conference, Prague, 1999
- [196] Ishida T., Maekawa K., Kishi T., “Enhanced modeling of moisture equilibrium and transport in cementitious materials under arbitrary temperature and relative humidity history”, *Cement and Concrete Research* 37, n°4, 2007, pp 565-578
- [197] Stamm A.J., “Wood and cellulose science”, Ronald Press, USA, 1964,
- [198] Navi P., Heger F., « Comportement thermo-hydrromécanique du bois : applications technologiques et dans les structures », PPUR Suisse 2005
- [199] Drouet E., « Impact de la température sur la carbonatation des matériaux cimentaires - prise en compte des transferts hydriques », Thèse de doctorat 2010, ENS Cachan, France

- [200] J. M.de Burgh, S. J. Foster, H. R. Valipour, “Prediction of water vapour sorption isotherms and microstructure of hardened Portland cement pastes”, *Cement and Concrete Research* Volume 81, March 2016, Pages 134-150
- [201] M. Maaroufi, K. Abahri, C. El Hachem, R. Belarbi, “Characterization of EPS lightweight concrete microstructure by X-ray tomography with consideration of thermal variations”, *Construction and Building Materials* 178 (2018) 339–348
- [202] F. Bennai, C. El Hachem, K. Abahri, R. Belarbi, “Microscopic hydric characterization of hemp concrete by X-ray microtomography and digital volume correlation”, *Construction and Building Materials* Volume 188, 10 November 2018, Pages 983-994
- [203] R. Belarbi, F. Bennai, M. Y. Ferroukhi, C. El Hachem, and K. Abahri, “Multiscale modelling for better hygrothermal prediction of porous building materials,” *MATEC Web of Conferences*, vol. 149, p. 02005, 2018.
- [204] Z. Nickmand, D. D. Do, D. Nicholson, H. Sabzyan, “GCMC simulation of argon adsorption in wedge shaped mesopores of finite length”, December 2013, *Adsorption* 19(6)
- [205] K. S.W. Sing, R. T. Williams, “Physisorption Hysteresis Loops and the Characterization of Nanoporous Materials”, *Adsorption Science & Technology*, Volume: 22 issue: 10, page(s): 773-782, December 1, 2004
- [206] R. Gagne, P.C. Aïtcin, « Superplasticizers for durable concrete ». *Comptes rendus de la conférence internationale sur la durabilité du béton*. Monterrey, Octobre, Mexique 1993, pp. 200-217.
- [207] L. Zingg, « Influence de la porosité et du degré d’humidité interne sur le comportement triaxial du béton », Université de Grenoble, 2013
- [208] M. Zaleska, M. Pavlikova, J. Pokorny, O. Jankovsky, Z. Pavlik, R. Cerny, “Structural, mechanical and hygrothermal properties of lightweightconcrete based on the application of waste plastics”, *Construction and building materials* 180 (2018), pp: 1-11
- [209] M. Wu, B. Johannesson, M. Geiker, “A study of the water vapor sorption isotherms of hardened cement pastes: Possible pore structure changes at low relative humidity and the impact of temperature on isotherms”, *Cement and concrete research* 56 (2014), pp: 97-105
- [210] A. Chikhi, A. Belhamri, P. Glouannec, A. Magueresse, “Experimental study and modelling of hygrothermal behavior of polystyrene concrete and cement mortar. Application to a multilayer wall”, *Journal of building engineering* 7, 183-193 (2016)
- [211] Z. Lafhaj, M. Goueygou, A. Djerbi, M. Kaczmarek, « Correlation between porosity, permeability and ultrasonic parameters of mortar with variable water/cement ratio and water content”, *Cement and Concrete Research*. 2006, Vol. 36, pp. 625-633
- [212] Z. Zhang, M. Thiery, V. Baroghel-Bouny, “A review and statistical study of existing hysteresis models for cementitious materials”, *Cement and Concrete Research*, Volume 57, March 2014, Pages 44-60