
Propriétés poro-élastiques d'un matériau à matrice cimentaire après chauffage – expérimentation et modélisation

Xiao-Ting CHEN

*Ecole Centrale de Lille et LML
UMR 8107, Cité scientifique, 59651 Villeneuve d'Ascq
{xiaoting.chen}@ec-lille.fr*

RÉSUMÉ. Ce travail évalue les changements de comportement poro-élastique d'un mortier modèle ($E/C = 0,5$) suite à un traitement thermique $T (\leq 400^\circ\text{C})$. Après un tel traitement, la matrice des hydrates (C-S-H) change de morphologie, ce qui peut être observé à l'échelle macroscopique. Les mesures de propriétés poro-mécaniques sont présentées. Nous montrons que K_b diminue fortement avec le traitement thermique à pression de confinement donnée; dans les mêmes conditions, K_s et le coefficient de Biot $b = 1 - (K_b/K_s)$ augmentent. En revanche, à température de traitement thermique donnée $T > 200^\circ\text{C}$, K_s et b diminuent quand la pression de confinement P_c augmente. L'interprétation de cet effet a priori paradoxal est que le confinement bloque l'accès à certains pores en fermant des fissures créées par le chauffage. Ces pores refermés deviennent des pores 'occlus' dans la matrice solide, ce qui diminue sa rigidité. Un modèle micromécanique est couplé à ces travaux pour analyser l'évolution des propriétés poro-élastiques après chauffage.

ABSTRACT. This work aims at investigating the effects of heat cycling up to 400°C on the poroelastic behaviour of a normalized mortar ($W/C = 0.5$). Experimental results of poro-elastic properties on heated mortars are recalled. Drained bulk modulus K_b decreases significantly with heat-treatment temperature T , which is mainly due to micro-crack nucleation, increase of connected porosity and coarsening of pore size. On the opposite, at given T , K_b increases with confining pressure. This is related to micro-crack closure and partial pore network collapse. Most remarkably, for $T > 200^\circ\text{C}$, solid matrix bulk modulus K_s and Biot's coefficient b decrease with confinement, which are interpreted as a consequence of micro-crack closure and occluded porosity increase. A micromechanical model is coupled to analyze the evolution of poro-elastic properties after heating.

MOTS-CLÉS: mortier, traitement thermique, microfissuration, poro-élasticité.

KEYWORDS: mortar, heat treatment, micro-cracking, poro-elasticity.

1. Introduction

Exposé à de hautes températures, et jusqu'à 400°C en particulier, un matériau cimentaire subit un endommagement remarquable. Le chauffage induit différentes modifications de ses propriétés, et en particulier, des changements de microstructure accompagnés de perte d'eau structurelle et d'une microfissuration (Fu *et al.*, 2004), d'où des pertes de performances hydrauliques (perméabilité), mécaniques (rigidité, résistance à la compression), et poro-mécaniques (Chen *et al.*, 2009₁). Dans une étude précédente (Chen *et al.*, 2009₂), nous avons caractérisé expérimentalement le comportement mécanique et couplé un modèle thermo-élasto-plastique avec endommagement isotrope. Les résultats mettent en évidence la dégradation mécanique du mortier après chauffage. Dans ce travail, les résultats sur les propriétés poro-mécaniques (K_b et K_s) sont rappelés (Chen *et al.*, 2009₁). Nous présentons également un essai original, permettant de quantifier le volume de l'espace poreux sous chargement hydrostatique. Un modèle micromécanique (Zimmerman, 1991), basé sur le schéma d'homogénéisation dilué, est utilisé pour analyser les résultats poro-élastiques obtenus expérimentalement.

2. Méthodes expérimentales

Le matériau choisi est un mortier normalisé E/C = 0,5 (norme EN 191-1). Le ciment utilisé est de type CEM II/B-M (LL-S) 32,5R. Des échantillons cylindriques de diamètre 37 mm et de hauteur 70 mm sont testés (1) dans l'état de référence, sans traitement thermique, mais après chauffage en étuve à 60°C jusqu'à stabilisation de leur masse, ou (2) après un cycle de chauffage/refroidissement jusqu'à $T = 105, 200, 300$ ou 400°C. La vitesse choisie au chauffage et au refroidissement a été de 20°C/h. Une fois à température voulue, la température du four est maintenue constante pendant une heure. Les déformations sont mesurées par jauges. Les propriétés poro-élastiques K_b , K_s et b sont identifiées sous contrainte hydrostatique P_c en cellule triaxiale. La pression de pore est assurée par l'injection d'un gaz inerte (Argon). Deux types d'essais ont été effectués: en conditions drainées ($P_i = 0$) ou par changement de pression interstitielle, voir (Chen *et al.*, 2009₁). Les premiers résultats obtenus ont montré la nécessité de mettre au point un nouvel essai pour mesurer l'espace poreux sous confinement.

3. Résultats expérimentaux

3.1. Poro-élasticité

Les essais hydrostatique drainés sur les mortiers intacts et traités à 105°C témoignent d'un comportement (ε_v , P_c) élastique linéaire et réversible, typique d'une matrice solide non fissurée. En revanche, pour les échantillons traités à 200, 300 et 400°C, le comportement (ε_v , P_c) est ductile avec une phase plastique, voir Figure 1, qui est attribuée à un endommagement thermique. Celui-ci peut être dû à la fois à la décomposition chimique des silicates de calcium hydratés (C-S-H), à la création de microfissures, et à l'augmentation de la porosité connectée (13 % à l'état sain et 15,5 % après un traitement à 400°C). Cet endommagement thermique explique également qu'à pression de confinement donnée, le module de compressibilité drainée K_b diminue significativement après un traitement thermique au-dessus de 105°C.

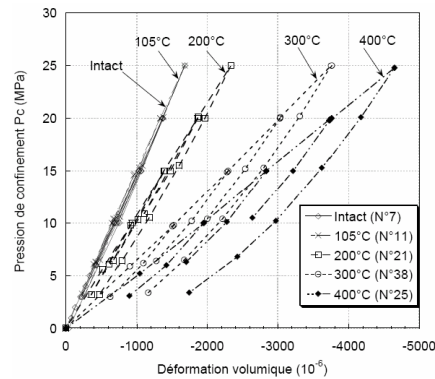


Figure 1. Résultats des essais poro-mécaniques drainés en fonction de T

Pour les mortiers traités à 300 et 400°C, le module de compressibilité $C_{bc} = (1/K_b)$ diminue avec la pression de confinement, voir Figure 2. Sous l'effet du confinement, des microfissures se referment, des ponts solides du squelette rompent (phase plastique irréversible), générant une compaction du squelette, et donc son apparente rigidification. A P_c donnée et inférieure à 15 MPa, le module K_s et le coefficient de Biot $b = 1 - (K_b/K_s)$ augmentent avec la température de traitement thermique T , voir Figure 3 pour K_s . En effet, le module K_s mesuré ici est un module *apparent* : il caractérise la compressibilité de la pâte de ciment et des grains (solide) et y inclut la porosité occluse. L'augmentation de K_s et b avec T , à faible confinement, est attribuée à la réduction de la porosité occluse dans la matrice solide (en raison de l'interconnexion par les microfissures dues au traitement thermique) et aussi à l'augmentation de la rigidité des C-S-H (via la perte de leur eau structurale).

En revanche, pour $T > 200^\circ\text{C}$, K_s et b diminuent quand la pression de confinement P_c augmente au-delà de 15 à 20 MPa, voir Figure 3 dans le cas de K_s . Notre interprétation de cet effet *a priori* paradoxal est qu'un confinement

suffisamment élevé bloque l'accès à certains pores en fermant des fissures créées par le chauffage. Ces pores refermés deviennent des pores 'occlus' dans la matrice solide, ce qui la rend plus déformable, voir Figure 4 pour l'interprétation.

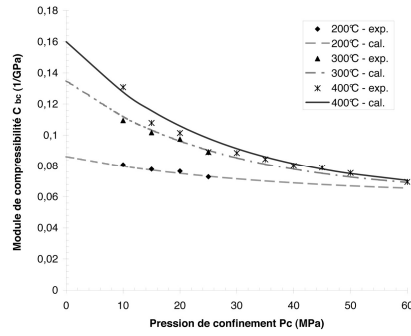


Figure 2. Module de compressibilité $C_{bc} = (1/K_b)$ du mortier traité à différentes T - données expérimentales (points) et calculs numériques (traits continus)

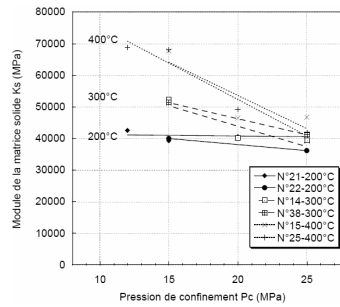


Figure 3. Evolution de K_s en fonction de la pression de confinement P_c

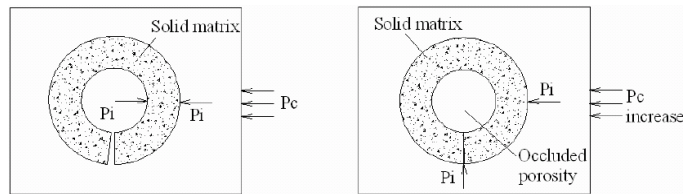


Figure 4. Interprétation de la diminution de K_s avec l'augmentation de P_c

3.2. Variation du volume de pores

Pour vérifier cette hypothèse, nous avons quantifié le volume de l'espace poreux interconnecté sous chargement hydrostatique P_c . Un échantillon de mortier sain et deux échantillons chauffés puis refroidis à 400°C ont été testés. Pour l'échantillon sain, la variation de porosité sous contrainte est limitée : elle vaut 1 % lorsque P_c augmente de 1,7 à 40 MPa. En revanche, pour les échantillons chauffés à 400°C, la variation de porosité après le même chargement a une valeur importante : le volume de pores à 40 MPa diminue de 10 % par rapport au volume de pores à 1,7 MPa, soit $\Delta V_p = -5200 \text{ mm}^3$. En comparant la variation du volume de l'échantillon par déformation sous l'effet du confinement ($\Delta V_{\text{déform}} = -2100 \text{ mm}^3$), la perte de volume poreux interconnecté est expliquée par la création de pores occlus dans la matrice solide, à partir de la fermeture de fissures sous confinement. Ceci est corroboré par la diminution du module K_s sous charge : à confinement élevé, certains pores ne sont plus accessibles, de sorte que la matrice solide comporte davantage de pores occlus et devient plus compressible (i.e. K_s diminue).

4. Analyse micromécanique

4.1. Un modèle micromécanique du matériau

Les microfissures sont modélisées sous forme d'ellipsoïdes aplatis (*penny shaped cracks*), avec a et $2c$ désignant respectivement le rayon de fissure et son ouverture (ou épaisseur), avec $a \gg c$. Le rayon de fissures a est supposé uniforme, de sorte que les microfissures sont uniquement caractérisées par leur rapport d'aspect $\alpha = (c/a)$ et leur orientation spatiale. Le milieu poreux est supposé isotrope à l'échelle macroscopique. La distribution spatiale des microfissures est supposée aléatoire, et l'interaction entre les microfissures est négligeable. La fermeture des fissures est contrôlée uniquement par le paramètre d'ouverture c : lorsque $c = 0$, les fissures sont fermées, et la pression de confinement P_c n'a pas d'effet sur le rayon de fissure a . Le mortier traité thermiquement contient N microfissures dans un volume total V_b . Le volume total de micro-fissures, aussi appelé porosité de fissures ϕ , s'écrit alors : $\phi = (4\pi\alpha/3)\Gamma$ où $\Gamma = Na^3/V_b$ est un paramètre sans unité qui représente la densité de microfissures. Le modèle micromécanique basé sur le schéma d'homogénéisation dilué relie le module de compressibilité ($1/K_b$) à la densité de fissure et à leur rapport d'aspect:

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

en supposant connu le module de compressibilité de la matrice solide $C_m = (1/K_s)$ et ν_m est son coefficient de Poisson. Par ailleurs, d'après nos essais, le module de

compressibilité drainé peut être exprimé par une fonction exponentielle décroissante du confinement P_c (= P):

$$C_{bc} = C_{bc}^{\infty} + (C_{bc}^i - C_{bc}^{\infty})e^{-P/\hat{P}} \quad [2]$$

où C_{bc}^i est la compressibilité à pression de confinement nulle, et C_{bc}^{∞} est la compressibilité à pression de confinement élevée, lorsque toutes les microfissures sont fermées. P est la pression de confinement, et \hat{P} est une pression caractéristique de la fermeture des microfissures. Par définition de la compressibilité de l'ensemble de l'espace poreux $C_{pc}(\alpha)$, il existe une pression de fermeture des microfissures P^* qui évolue avec le rapport d'aspect α selon:

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

P^* est la pression de fermeture des fissures de rapport d'aspect inférieur ou égal à α . En particulier, il existe un rapport d'aspect $\hat{\alpha}$ caractéristique de la distribution de fissures, qui correspond à $P^* = \hat{P}$. (Zimmerman, 1991) montre que la distribution de rapport d'aspect $\gamma(\alpha)$ est alors donnée par:

$$\gamma(\alpha) = \left[\frac{9(1-2\nu_m)}{16(1-\nu_m^2)C_m} \right] \frac{(C_{bc}^i - C_{bc}^{\infty})}{\hat{\alpha}} e^{-\alpha/\hat{\alpha}} \quad [4]$$

Ainsi, la distribution $f(\alpha)$ de la porosité de fissures ϕ en fonction du rapport d'aspect α est donnée par:

$$f(\alpha) = \frac{\partial\Phi}{\partial\alpha} = \frac{4\pi\alpha}{3} \gamma(\alpha) = \frac{3\pi\alpha(1-2\nu_m)}{4(1-\nu_m^2)} \frac{(C_{bc}^i - C_{bc}^{\infty})}{C_m} \frac{\alpha}{\hat{\alpha}} e^{-\alpha/\hat{\alpha}} \quad [5]$$

La porosité totale de fissures ϕ est calculée en intégrant $f(\alpha)$ sur toutes les valeurs de α , de 0 à ∞ :

$$\phi = \int_0^{\infty} f(\alpha) d\alpha = \frac{3\pi(1-2\nu_m)}{4(1-\nu_m^2)} \frac{(C_{bc}^i - C_{bc}^{\infty})}{C_m} \hat{\alpha} = (C_{bc}^i - C_{bc}^{\infty})\hat{P} \quad [6]$$

4.2. Identification du modèle et simulations du comportement

En se basant sur les données expérimentales, nous pouvons déterminer les équations de compressibilité [1] et [2], la pression caractéristique \hat{P} , la distribution

de porosité $f(\alpha)$ et la porosité totale de fissures ϕ . Suite à l'identification des paramètres du modèle, on vérifie la bonne concordance de l'évolution du module de compressibilité $C_{bc}(P_c)$ avec les données expérimentales, voir Figure 2. La distribution de porosité des fissures $f(\alpha)$ est donnée Figure 5 en fonction de la température de traitement thermique T. On constate une augmentation de l'aire sous la courbe, i.e. de la porosité totale des microfissures ϕ avec T, bien qu'elle reste très faible, allant de 0,08 % pour T = 200°C, à 0,25 % pour T = 400°C ; mais celle-ci a une forte influence sur les propriétés mécaniques et de transport. En parallèle, la distribution de volume normalisé des microfissures devient plus étroite avec l'augmentation de T. Par la suite, on peut calculer la déformation élastique par :

$\varepsilon_v^{el.} = \int_0^{P_c} C_{bc} dP_c$. En utilisant $\varepsilon_v^{pl.} = \varepsilon_v - \varepsilon_v^{el.}$, la déformation plastique $\varepsilon_{pl.}$ peut être déterminée. En outre, on peut estimer que $\varepsilon_{pl.}$ est une fonction du confinement suivant la relation: $P_c = P_0 [1 + m(\varepsilon_v^{pl.})]$ où m est une constante à température de traitement thermique T donnée, et P_0 est la pression critique qui correspond au seuil de plasticité. m et P_0 sont identifiés sur les essais tels que Figure 1. Alors le modèle permet de calculer la déformation volumique en fonction du confinement pour différentes températures, 200, 300 et 400°C, de la façon suivante:

$$\varepsilon_v = \varepsilon_v^{el.} + \varepsilon_v^{pl.} = \int_0^{P_c} d\varepsilon_v^{el.} + \int_{P_0}^{P_c} d\varepsilon_v^{pl.} = \int_0^{P_c} C_{bc} dP_c + \int_{P_0}^{P_c} \frac{1}{mP_0} dP_c \quad [7]$$

Les calculs numériques sont comparés avec les données expérimentales, voir Figure 6. Une bonne concordance globale est observée, ce qui signifie que le modèle proposé est capable de décrire les principales caractéristiques observées dans les essais expérimentaux, et en particulier la dégradation du module d'incompressibilité avec la température. Le comportement mécanique évolue avec l'augmentation de la température de traitement T, en passant d'élastique linéaire à de plus en plus plastique. Les effets du traitement thermique et de la pression de confinement sur les réponses mécaniques du mortier sont correctement reproduits.

5. Conclusion

Le traitement thermique modifie les propriétés poro-élastiques (Kb et Ks) du mortier. À confinement donné, Kb diminue fortement avec la température de traitement T, alors que Ks et b augmentent. Ceci est attribué à l'augmentation de la rigidité des C-S-H et à l'ouverture des pores occlus grâce aux microfissures induites par le chauffage. En revanche, avec l'augmentation du confinement, pour un mortier traité à T élevée, Ks et b diminuent car le confinement bloque l'accès à certains pores en refermant des microfissures. Ces pores refermés deviennent 'occlus' dans la matrice, ce qui diminue sa rigidité Ks. L'essai de mesure de la variation du volume de pores a bien mis en évidence cette création de porosité occluse sous confinement. Le modèle micromécanique utilisé relie le module de compressibilité (1/Kb) à la

densité de fissures et à leur rapport d'aspect. Les résultats de la modélisation sont en concordance avec les données expérimentales.

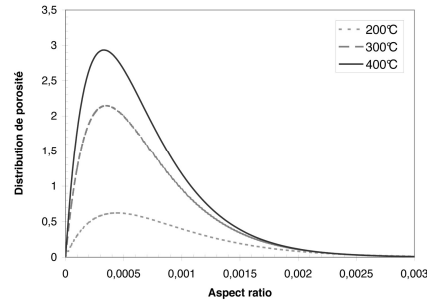


Figure 5. Evolution de la distribution de porosité à différentes températures T

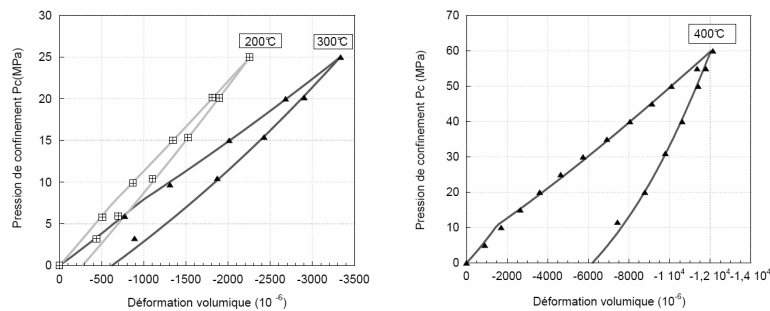


Figure 6. Comparaison entre calculs numériques (traits continus) et données expérimentales (points) pour les échantillons traités à 200, 300 et 400°C

6. Bibliographie

Chen X.T., Davy C.A., Skoczylas F., Shao J.F., « Effect of heat-treatment and hydrostatic loading upon the poro-elastic properties of a mortar », *Cement and Concrete Research*, 39, 195-205, 2009.

Chen X.T., Shao J.F., Davy C.A., Skoczylas F., « Experimental study and constitutive modelling of elastoplastic damage in heat-treated mortar », accepté par *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 2009.

Fu Y.F., Wong Y.L., Poon C.S., Tang C.A., Lin P., « Experimental study of micro/macro crack development and stress-strain relations of cement-based composite materials at elevated temperatures », *Cement and Concrete Research*, 33, 789-797, 2004.

Zimmerman R. W., *Compressibility of sandstones*, Elsevier, The Netherlands, 1991.