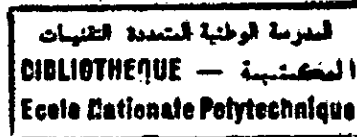


ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'ALGER

Département de Génie Civil

Laboratoire de Construction et Environnement



THESE DE DOCTORAT D'ETAT

*Présentée par: Mohamed Sayah GOUAL**Ingénieur d'état et Magister Diplômé de l'E.N.P*

**CONTRIBUTION A L'ELABORATION D'UN PROCEDE DE VALORISATION
DE CO-PRODUITS ARGILEUX. CAS DU BETON ARGILEUX CELLULAIRE
OBTENU PAR REACTION AVEC L'ALUMINIUM PULVERULENT:
CARACTERISATION ET COMPORTEMENT THERMOHYDRIQUE**

Soutenue publiquement le 28 février 2001, devant le jury:

Mr M.K BERRAH	Professeur, ENP d'Alger	Président
Mr A.CHARIF	Professeur, Université de Batna	Examineur
Mr M.T ABADLIA	Professeur, Université de Boumédès	Examineur
Mr K.SILHADI	Maître de Conférence, ENP d'Alger	Examineur
Mr R.OUMAZIZ	Directeur du CNERIB Alger	Invité
Mr A.BALI	Professeur, ENP d'Alger	Directeur de thèse
Mme M.QUENEUDEC	Professeur, IUT d'Amiens (France)	Directeur de thèse

A la mémoire de mon père.

A ma mère que dieu la protège.

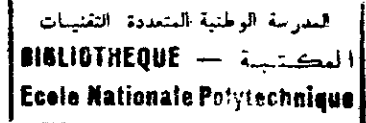
*A ma femme et mes enfants Wafaa et Abderrahmane
que ce travail qui est le justificatif de mes absences
fréquentes et longues, hélas, vous inspire et vous
incite à mieux faire. Qu'ils trouvent ici le fruit de
leurs sacrifices.*

A mes frères et sœurs.

A tous mes proches et à tous mes amis fidèles.

Je dédie ce travail

Avant propos



Ce travail a été accompli au sein du Laboratoire des Transferts et Réactivités dans les Milieux Condensés (LTRMC) de l'Université de Picardie Jules Vernes à Amiens (France) dirigé par le Professeur **M. QUENEUEDEC** et au Laboratoire de Construction et Environnement de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger dirigé par le professeur **A. BALI**. Que toutes les équipes travaillant dans ces laboratoires trouvent l'expression de ma profonde gratitude.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Madame **M. QUENEUEDEC t'KINT**, Professeur à l'Université de Picardie Jules Vernes responsable Français de cette recherche et la remercier vivement de m'avoir accueilli dans son laboratoire. Sa disponibilité et son assistance par des conseils toujours objectifs et éclairés m'ont été grandement profitable. Bien au-delà de ses obligations de directeur de recherche, elle a su, par ses qualités humaines, m'apporter le soutien moral en toute occasion.

Mes sincères remerciements et ma profonde gratitude vont également à Monsieur **A. BALI** Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger et responsable Algérien de cette recherche d'avoir accepté mon encadrement. Ses qualités intellectuelles et sa modestie ont grandement contribué au bon aboutissement de cette thèse.

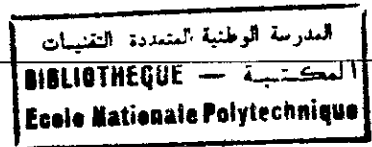
J'adresse ici mes plus vifs remerciements à Monsieur **M.K. BERRAH**, Professeur et Directeur de l'Ecole Nationale Polytechnique qui m'a fait l'honneur de présider ce jury.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Messieurs **A. CHARIF**, Professeur à l'Université de Batna, **M.T. ABADLIA**, Professeur à l'Université de Boumerdes et Monsieur **K. SILHADI**, Maître de Conférence à l'E.N.P d'Alger pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant d'en être examinateurs.

Que Monsieur **R. OUMAZIZ**, Directeur Général du CNERIB trouve ici l'expression de ma profonde reconnaissance pour avoir accepté notre invitation et d'être parmi les membres de jury.

J'espère à tous les membres de jury qu'ils trouvent dans ce document la rigueur scientifique qu'ils attendent.

Avant propos:



J'exprime ma profonde reconnaissance à Monsieur *KINT de ROODENBEKE*, Chef de département de Génie Civil de l'IUT de Rennes de m'avoir accueilli au sein de son département et de la confiance qu'il a mise à mon égard.

Je présente mes remerciements à Monsieur *FABRICE de BARQUIN* chercheur au service Matériaux du Centre Scientifique et Technique de la Construction à Limelette (Belgique) qui m'a considérablement aidé dans l'étude microstructurale.

Je remercie également mes collègues du groupe Physique-Environnement Bâti de l'université de Rennes.1 en particulier *A. BOUGUERRA* et *A.LEDHEM* Docteurs de l'INSA de Lyon qui ont su créer l'ambiance amicale et dont leurs discussions m'ont beaucoup aidé dans la réalisation de ce travail sans oublier leur soutien moral dans les moments les plus difficiles que j'ai passés en France.

Mes remerciements vont également à toute l'équipe du laboratoire des Transferts et Réactivités dans les Milieux Condensés de l'Université de Picardie Jules Vernes en particulier Mme *R.M DHEILLY* maître de conférence à l'IUT d'Amiens, de nous avoir assisté dans le contrôle des essais de sorption et désorption après la fin de notre séjour en France.

Enfin que toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail trouvent ici mes sincères remerciements.

ملخص:

يتولد عن صناعة الحصى في مناطق عدة كميات هائلة من النفايات الطينية غير مستغلة حاليا والتي تشكل مشكلا بيئيا إضافة إلى ضياع مواد أولية محلية.

أهمية هذه الترسبات الطينية قاده إلى تميمها بحيث تستجيب للمتطلبات الإقتصادية والإجتماعية الناجمة عن النمو الديمغرافي في عدة بلدان نامية وملبية لأهداف إقتصادية طاقوية. الإقتراح كان بتحويلها إلى مواد بناء عازلة للحرارة ذات نوعية بيئية عالية. بإستعمال تقنيات ذات إستهلاك طاقي قليل وغير ملوثة. إضافة إلى ذلك قابلية إسترجاع المواد المشكلة. هذه المتطلبات أدت إلى التفكير في تشكيل الخرسانة الطينية الخلوية المتحصل عليها عن طريق التفاعل الكيميائي للجير الإسمنتي مع مسحوق الألومنيوم. هذا العمل كان الهدف منه إظهار إمكانيات تطوير مواد عازلة للحرارة ذات نوعية بيئية عالية عن طريق إستعمال النفايات الطينية. لبلوغ هذا الهدف، قدمنا في البداية تقنيات تشكيل الخرسانة الطينية الخلوية ونتائج الخصائص الفيزيائية و الميكانيكية والتحليل الميكروهيكلية لمختلف التركيبات الخرسانية المشكلة. بعد ذلك تطرقنا إلى دراسة السلوك الحراري والهيدروليكي لهذه المواد في شروط متغيرة للحرارة والرطوبة بإستعمال طرق تجريبية ديناميكية في حساب معاملات الإنتقال الحراري والكتلي عبر هذه المواد. النتائج المحصل عليها أظهرت ميزات عزل وتخزين حراري مهمة جدا لهذه المواد. كذلك، في وجود الرطوبة أظهرت هذه المواد عدم قابليتها لإمتصاص الرطوبة وبالتالي عدم تأثر خواصها الحرارية في هذه الأوساط. في المقابل وتلامسها مع الماء السائل لاحظنا أن الخرسانة الطينية الخلوية لها قابلية لإمتصاص الماء بدرجة متناقصة مع نسبة المسامات الكبيرة دون أن نصل في جميع الحالات درجة التشبع بهذه المواد. الرطوبة في هذه الحالة لها تأثير كبير على الخواص الحرارية بسبب ظاهرة الإنتقال المزدوج رطوبة-حرارة. في المرحلة الأخيرة حاولنا إيجاد علاقات تربط بين المسامية ومعاملات الإنتقال المدروسة. النماذج المقترحة لذلك متوافقة جدا مع النتائج التجريبية وبإمكانها أن تستعمل لأغراض عملية لإستنباط مسبق للمعاملات الحرارية بدلالة درجة الحرارة ودرجة التشبع بالماء بمعرفة مسامية الخرسانة الطينية.

Résumé:

L'industrie des granulats génère dans certaines régions des quantités importantes de déchets argileux actuellement inexploités et qui constituent une gêne environnementale, ainsi qu'une perte de matière première. L'importance du gisement que constituent ces produits argileux a conduit vers une valorisation susceptible de répondre aux besoins économiques et sociologiques engendrés par la croissance démographique urbaine dans de nombreux pays en développement et de satisfaire les objectifs d'économie d'énergie. La proposition a été faite de les transformer en matériaux de construction et d'isolation thermique à haute qualité environnementale. Les techniques utilisées doivent être peu consommatrices d'énergie et non polluantes. De plus, les matériaux élaborés doivent être recyclables. Ces impératifs ont conduit vers l'élaboration de béton argileux cellulaire obtenu par réaction chimique avec la poudre d'aluminium. Ce travail avait pour objectif de montrer la potentialité de développer des matériaux isolants à haute qualité environnementale à partir de déchets argileux. Pour atteindre cet objectif, nous avons présenté en premier la technique d'élaboration du béton argileux cellulaire et les résultats des caractérisations physicomécaniques et microstructurelles des différentes compositions du BAC élaborées. Nous avons entamé par la suite l'étude du comportement thermique et hydrique des matériaux élaborés dans des conditions hygrothermiques variables par l'utilisation de méthodes d'essais dynamiques pour la détermination des paramètres de transferts de chaleur et d'humidité. Les résultats obtenus montrent que le matériau présente des qualités d'isolation et de stockage thermique très intéressantes. De plus, en présence d'humidité le matériau présente un comportement non hygroscopique ce qui n'affecte pas ses performances thermiques. Par contre, en contact avec de l'eau liquide, nous avons constaté que le béton argileux cellulaire présente un taux d'absorption qui décroît en fonction du taux de macroporosité sans atteindre dans tous les cas le taux de saturation du matériau. Les performances thermiques sont dans ce cas très influencées par la présence d'humidité en raison du transfert couplé masse-chaleur. Dans une dernière étape, nous avons essayé d'établir des relations entre la porosité du béton argileux cellulaire et les paramètres de transferts mis en jeu. Les modèles ainsi proposés sont en bonne concordance avec les résultats expérimentaux et peuvent être d'une utilité pratique dans la prédiction des paramètres thermiques en fonction de la température et du taux de saturation en eau connaissant la porosité du béton argileux.

Abstract:

The industry of granulates generates in certain regions an important quantities of clayey wastes actually not exploited and constitute a serious environmental problem as well as a loss of raw material. The importance of the layer that constitutes these clayey products conduct to consider a valorisation susceptible to answer to the economic and sociological needs caused by the demographic urban growth in many country in development and to satisfy the objectives of energy economy. The proposition has been made to transform these clayey products in building and insulating materials having a high environmental quality. The techniques used must be a little energy consumers and no polluting. In addition, the elaborated materials must be recyclable. These imperatives was conduct to the development of a cellular clayey concrete obtained by chemical reaction with aluminium powder. This work had for objective to show the potentiality in the development of insulating materials with a high environmental quality from clayey wastes. To reach this objective, in first, the technique of elaboration of the cellular clayey concrete and results of physicomecanics and microstructurelles characterisations of the different compositions of elaborated material are presented. This part was followed by the study of the thermal and hydraulic behaviour of elaborated materials in variable hygrothermal conditions by the use of dynamic test methods for the determination of heat and humidity transfers parameters. The results obtained show that the material present a very interesting qualities of insulation and thermal storage. In addition, in presence of humidity the material present a no hygroscopic behaviour, in this case its thermal performances doesn't affected. On the other hand, in contact with a liquid water, we noted that the cellular clayey concrete present a rate of absorption that decreases according to the rate of macroporosities without reaching in all cases the material saturation rate. The thermal performances are in this case very influenced by the presence of humidity by reason of the presence of coupled mass-heat transfer. In a last stage, we tried to establish relations between the porosity of the cellular clayey concrete and studied parameters transfer. The models proposed are in a good agreement with the experimental results and can be an practical utility in the prediction of thermal parameters as a function of the temperature and the water saturation rate knowing the porosity of the clayey concrete.

Mots clés: déchets argileux, béton léger, béton argileux cellulaire, milieux poreux, transfert de chaleur, transfert de masse, transfert couplé masse-chaleur, sonde monotige, sonde TPS, conductivité thermique effective, conductivité thermique apparente, conductivité thermique équivalente, diffusivité thermique, capacité calorifique, hygroscopicité, capillarité, isothermes de sorption, diffusivité hydrique, sorptivité, porosimétrie au mercure, microporosité, macroporosité, modèles biphasiques de conductivité thermique.

Table des matières

Introduction	1
I Généralités sur les bétons argileux et les milieux poreux	4
I.1 L'utilisation de la terre dans la construction	4
I.2 Les bétons légers	5
I.3 Les bétons argileux légers	7
I.4 Le milieu poreux	10
I.4.1 Les paramètres descriptifs du milieu poreux.....	11
I.4.1.1 Fraction volumique et porosité.....	11
I.4.1.2 Surface spécifique	11
I.4.1.3 Taille caractéristique ou « rayon hydraulique »	12
I.4.1.4 Tortuosité	12
I.4.2 Les liquides dans les matériaux poreux.....	13
I.4.2.1 Adsorption physique (hygroscopicité).....	14
I.4.2.2 Capillarité	16
I.4.3 Identification de la structure d'un milieu poreux	18
I.5 Transferts de masse et de chaleur en milieux poreux	19
I.5.1 Etude Bibliographique	19
I.5.2 Identification des paramètres de transfert.....	20
I.5.3 Techniques de mesure des paramètres de transferts	25
I.5.3.1 Paramètres de transfert thermique	25
I.5.3.2 Paramètres de transfert hydrique	27
I.6 Synthèse du chapitre I	28
II Techniques expérimentales	29
II.1 Caractéristiques physico-mécaniques	29
II.1.1 Masse volumique apparente	29
II.1.2 Masse volumique absolue	29
II.1.3 Résistance mécanique	30
II.2 Identification de la structure poreuse du matériau.....	31

II.2.1	Caractérisation globale du milieu poreux	31
II.2.2	Caractérisation du réseau poreux	31
II.2.2.1	La porosimétrie au mercure	31
II.2.2.2	Immersion sous vide	33
II.2.2.3	Imagerie au microscope électronique à balayage (M.E.B).....	33
II.2.2.4	Imagerie au microscope optique	34
II.2.3	Caractérisation des matières premières	34
II.2.3.1	La distribution des diamètres de grains (analyse granulométrique).....	34
II.2.3.2	La composition minéralogique de l'argile	35
II.3	Mesures des paramètres de transfert thermique.....	35
II.3.1	Technique de la sonde monotige	36
II.3.1.1	Conception de la sonde	36
II.3.1.2	Modèle théorique	37
II.3.1.3	L'essai et son traitement	39
II.3.1.4	Dispositif expérimental	39
II.3.1.5	Précision des mesures	42
II.3.2	Technique de la sonde plane TPS (Transient Plane Source)	43
II.3.2.1	Conception de l'élément TPS	43
II.3.2.2	Modèle théorique :	44
II.3.2.3	L'essai et son traitement :	50
II.4	Propriétés hydriques	54
II.4.1	Domaine hygroscopique (isothermes de sorption/désorption)	54
II.4.1.1	Procédure expérimentale	54
II.4.2	Domaine capillaire	58
II.4.2.1	Procédure expérimentale	58
II.4.2.2	Modèle théorique	59
II.4.2.3	Détermination des profils hydriques	62
II.5	Synthèse du chapitre II	65
III	Matériaux et résultats expérimentaux.....	67
III.1	Idée générale sur le matériau	67
III.2	Matières premières	68
III.2.1	Matériau argileux	68
i)	Origine géographique et géologique	68
ii)	Minéralogie	69
iii)	Granulométrie	69

III.2.2	Ciment	71
III.2.3	Aluminium	71
III.2.4	Eau	71
III.2.5	Pourcentage massique des constituants	71
III.2.6	Voie d'allégement du béton argileux	73
III.2.7	Composition des bétons argileux élaborés	75
III.3	Caractéristiques générales des bétons argileux élaborés	77
III.3.1	Caractéristiques microstructurelle	77
III.3.1.1	Porosimétrie au mercure	77
	• Porosité totale.....	79
	• Classification systématique de porosité	81
	• Surface spécifique	82
III.3.1.2	Etude microscopique: morphologie du matériau.....	85
	i) Microscope optique	85
	ii) Microscope électronique à balayage (MEB)	87
III.3.2	Caractéristiques physico-mécaniques :	89
III.3.2.1	Masse volumique :	89
III.3.2.2	Variations dimensionnelles extrêmes :	89
III.3.2.3	Résistances mécaniques en compression :	90
III.4	Etude du transfert de masse.....	93
III.4.1	Domaine hygroscopique.....	93
III.4.2	Domaine capillaire.....	96
III.4.2.1	Coefficient de transport capillaire D_w	97
	• Influence de la macroporosité sur le coefficient de transport capillaire	102
III.4.2.2	Sorptivité S_w	103
	• Influence du taux de macroporosité sur la sorptivité	104
III.5	Etude du transfert thermique	109
III.5.1	Evolution de la conductivité thermique apparente en fonction de S_r et T	110
III.5.2	Capacité calorifique et diffusivité thermique apparentes.....	114
III.5.3	Evolution de la chaleur volumique et de la diffusivité thermique en fonction du taux de saturation en eau et de la température	115
III.6	Modèles d'estimation des paramètres de transfert thermique.....	119
III.6.1	Conductivité thermique à basse température λ_0	120
III.6.1.1	Estimation de λ_{sec} et λ_{sat} à partir des mesures expérimentales	120
III.6.1.2	Estimation de λ_{sec} et λ_{sat} à partir de modèles théoriques	121

i) Modèle proposé par Asaad (1955).....	122
ii) Modèle proposé par Veerendra et Chaudhary (1980)	123
iii) Modèle proposé par Pande et Chaudhary (1984b)	125
• Conductivités thermiques des différentes phases	127
• Extension des modèles proposés.....	129
III.6.2 Influence de la température sur la conductivité thermique apparente	131
III.6.2.1 Détermination de λ_{dir} et du facteur F	132
III.6.2.2 Interprétation des résultats de conductivité et diffusivité thermiques apparentes.....	136
III.7 Synthèse du chapitre	137
Conclusion	138
Bibliographie	141
Annexes	

Liste des symboles utilisés

Lettres latines:

a : diffusivité thermique [m^2/s]

A : section transversale [m^2]

b : variable de Boltzmann [$m/s^{1/2}$]

B_0 : fonction de Bessel modifiée de première espèce

$B_i = (r_s/\lambda R_0)$: nombre de Biot

c : capacité calorifique massique [$J/(kg.K)$]

C : capacité calorifique volumique " chaleur volumique" [$J/(m^3.K)$]

D^* : coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans le milieu poreux [m^2/s]

D : diamètre du pore [m]

d_0 : densité apparente du matériau sec

D_v : coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air [m^2/s]

D_w ou D_θ : coefficient de transport d'eau ou diffusivité hydrique [m^2/s]

F : facteur de De Vries

f : facteur de résistance à la diffusion de vapeur d'eau.

$F_0 = at/r_s^2$: nombre de Fourier

F_c : charge de rupture [N]

g : accélération de pesanteur [m/s^2]

I : intensité du courant électrique [A]

i : taux d'absorption d'eau par unité de surface [m^3/m^2]

I_0 : intensité du courant électrique traversant l'élément TPS [A]

I_p : indice de plasticité

k_{ij} : ($i=1,2$ ($j=1,2$)) coefficients de transfert de masse et de chaleur

L : longueur du chemin effectif des lignes de flux [m]

L_e : longueur du chemin des lignes de flux le plus court [m]

L_v : chaleur latente de vaporisation de l'eau [J/kg]

M : masse [kg]

N_A : nombre d'Avogadro ($6,023 \cdot 10^{23}$)

P : pression [Pa]

P_0 : puissance électrique totale dissipée dans l'élément TPS [W]

P_v : pression de vapeur de l'ambiance [Pa]

P_{vs} : pression de vapeur saturante [Pa]

Q : quantité de chaleur par unité de surface [W/m^2]

Q_e : flux électrique injecté dans la sonde monotige = flux de chaleur [W/m]

q : rapport de résistance entre les deux branches du pont de Wheastone ($q=100$)

R : constante des gaz parfaits [$J/(mol.K)$]

r : rayon du pore [m]

r_θ : rayon du capteur TPS [m]

R_0 : résistance initiale de l'élément TPS

R_c : résistance de contact sonde-matériau [Ω]

r_h : rayon hydraulique des pores [m]

R_p : résistance des différents fils utilisés dans le reste du circuit de mesure dans la méthode TPS [Ω]

R_s : résistance de la sonde monotige/ résistance de précision utilisée dans la méthode TPS [Ω]

S : surface enveloppe des pores [m^2]

S_m : surface spécifique [m^2/g]

S_r : taux de saturation en eau " degré de saturation" [m^3/m^3]

S_w : sorptivité [$m.s^{-1/2}$]

t : temps [s]

T : température [$^{\circ}C$ ou K]

v : vitesse de sédimentation [m/s]

V : volume [m^3]

W_l : limite de liquidité

W_p : limite de plasticité

x, y, z : coordonnées spatiales

Lettres grecques:

$\Delta \bar{T}$: variation de température moyenne de l'élément TPS [K]

$\nabla = \frac{\partial}{\partial x} \bar{i} + \frac{\partial}{\partial y} \bar{j} + \frac{\partial}{\partial z} \bar{k}$: vecteur gradient

$\nabla^2 = \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$: opérateur Laplacien

ΔE : variation de la différence de potentiel aux bornes de l'élément TPS [V]

Δ_p : profondeur chauffée "probing depth" [m]

ΔR : variation de la résistance de l'élément TPS [Ω]

ΔT : élévation de température dans l'élément chauffant [K]

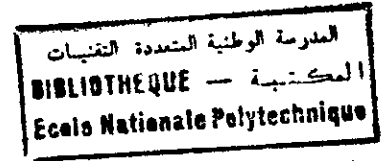
ΔU : variation de la différence de potentiel aux bornes du pont de Wheatstone [V]

$\Omega = \pi r_s^2 C / (M_s c_s)$: contraste d'inertie sonde-matériau

- α : coefficient de température de l'élément TPS [K^{-1}]
- β : angle de mouillage
- ε : porosité utile "accessible" [m^3/m^3]
- ε_0 : porosité totale [m^3/m^3]
- ε_{mp} : taux de macroporosité [m^3/m^3]
- $\varepsilon_{\mu p}$: taux de microporosité [m^3/m^3]
- $\phi = P_v/P_{vs}$: humidité relative
- λ^* : conductivité thermique apparente [$W/(m.K)$]
- λ : conductivité thermique pure ou vraie [$W/(m.K)$]
- λ_0 : conductivité thermique à basse température [$W/(m.K)$]
- λ_{diff} : conductivité thermique de l'air humide saturé [$W/(m.K)$]
- λ_{ec} : conductivité thermique du milieu continu effectif [$W/(m.K)$]
- λ_{eff} : conductivité thermique effective [$W/(m.K)$]
- μ : viscosité dynamique du liquide [Pa.s]
- θ : temps caractéristique utilisé dans la méthode TPS/ teneur en eau volumique [m^3/m^3]
- θ_g : fraction volumique de la phase gazeuse [m^3/m^3]
- θ_l : fraction volumique de la phase liquide (teneur en eau volumique) [m^3/m^3]
- ρ_0 : masse volumique apparente du matériau sec [kg/m^3]
- ρ_l : masse volumique de l'eau liquide [=1000 kg/m^3]
- σ : tension interfaciale du couple eau-air [N/m]
- σ_c : résistance en compression [Pa]
- σ_m : constante d'encombrement (10^{-19})
- τ : tortuosité du réseau poreux/ variable adimensionnelle dans la méthode TPS
- ω : teneur en eau pondérale ou massique [kg/kg]
- ω_c : teneur en eau critique [kg/kg]
- ω_m : teneur en eau adsorbée nécessaire à la saturation de la première couche du pore [kg/kg].
- ψ : succion capillaire [m]

Indices:

- a*: air
- c*: capillaire
- exp*: expérimental
- g*: gaz
- l*: liquide "eau"



s: solide

sat: saturé

sec: sèche ou sec

t : total

th: théorique

v: vide; vapeur d'eau

vs: vapeur d'eau saturante

w: water

Exposants

*: apparent ou apparente

Abréviations:

A: argile

Al: aluminium

C: ciment

DVM: digital voltmètre

E: eau

MEB: microscope électronique à balayage

TPS: transient plane source

VER: volume élémentaire représentatif

Désignation des compositions du béton argileux cellulaire étudiées:

Composition (A): béton argileux à 0 % d'aluminium "Matrice"

Composition (B): béton argileux cellulaire à 0.20 % d'aluminium

Composition (C): béton argileux cellulaire à 0.40 % d'aluminium

Composition (D): béton argileux cellulaire à 0.60 % d'aluminium

Composition (E): béton argileux cellulaire à 0.80 % d'aluminium

Composition (F): béton argileux cellulaire à 1.00 % d'aluminium

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Introduction

Introduction

Dans les pays en développement, la croissance urbaine constitue une des transformations les plus sensibles et engendre un grave problème de logement notamment en raison du manque en matériaux de construction. Certains affirmaient même qu'à la fin du XX^e siècle ces pays importeraient autant de ciment que de céréales [Revue Urbanisme]. En prenant l'Algérie comme exemple, l'écart entre l'offre et la demande pour différents matériaux de construction est assez important : 65% pour le ciment, 37% pour l'acier et 50% pour les céramiques [Guettala A, 1998]. Ceci rend l'utilisation des matériaux locaux dans la construction de plus en plus nécessaire.

De plus, de nombreuses régions en Algérie, principalement les zones sahariennes, celles des montagnes de l'Atlas et celles des hauts plateaux entre les deux chaînes de l'Atlas, connaissent d'importantes variations de température du climat extérieur, tant journalières que saisonnières. Ce qui implique qu'il faut chauffer les logements durant la saison froide et les climatiser durant la saison chaude. La consommation d'énergie sera importante, tant en hiver qu'en été, les coûts également. Actuellement, le prix de l'énergie a d'ailleurs tendance à augmenter rapidement en Algérie et dans tous les pays en développement.

La consommation d'énergie des maisons pourrait être largement diminuée si les toitures et les murs avaient une meilleure isolation thermique. Aujourd'hui, le coefficient de transmissibilité thermique des toitures et des murs des maisons algérienne est très élevé. Ces valeurs peuvent être sensiblement abaissées si on a recours à des matériaux thermiquement isolants. D'après une étude effectuée sur une maison de dimensions moyennes située à Ghardaïa [Astrand J et al, 1994], on arrive à une diminution de la consommation énergétique annuelle d'environ 40% si on utilise un double vitrage et en isolant les murs et la toiture de façon à ramener le coefficient de transmissibilité thermique de la toiture de la valeur 2.3 à 0.50 W/(m².K) et celui des murs de la valeur 1.9 à 0.80 W/(m².K) par l'utilisation de matériaux thermiquement isolants. C'est donc dans cette optique que se sont orientés nos travaux.

La première partie est consacrée à des généralités sur les bétons argileux et les milieux poreux. L'attention a été attirée en particulier sur les principales caractéristiques des matériaux argileux et celles des bétons légers. On s'est attaché également à une étude bibliographique des transferts de masse et de chaleur en milieux poreux en identifiant les paramètres de transferts mis en jeu. Enfin, les principales techniques de mesure des paramètres thermohydriques sont brièvement décrites.

Une description détaillée des techniques expérimentales utilisées est présentée en deuxième chapitre. Cette partie est consacrée principalement aux méthodes expérimentales récentes de détermination des paramètres thermophysiques et hydriques. A cet effet, une technique expérimentale originale a été développée pour la détermination du coefficient de transport capillaire en utilisant des moyens simples et accessibles par la plupart des laboratoires.

Le troisième chapitre a été consacré à l'exposé et à l'exploitation des résultats expérimentaux. On commence par présenter les principales caractéristiques des matières premières et le procédé d'élaboration du béton argileux cellulaire. Suivie des résultats des caractéristiques microstructurelles et physicomécaniques des bétons argileux élaborés. Les résultats de l'étude du transfert hydrique en phase gazeuse et en phase liquide et du transfert thermique sont présentés dans cette partie. Dans chaque cas, les paramètres de transferts déterminés sont reliés à la morphologie poreuse. Les résultats expérimentaux ont permis de proposer des modèles théoriques, qui soient d'un usage pratique pour l'estimation des paramètres de transferts thermohydriques. A cet effet, de nouveaux modèles ont été proposés pour déterminer les paramètres de transfert thermique, en particulier la conductivité thermique effective et apparente en fonction de la porosité du matériau et les conductivités thermiques des phases solide, liquide et gazeuse.

Enfin, une conclusion montrant l'intérêt de cette étude et ouvre des perspectives pour les recherches à venir.

Chapitre I

Généralités sur les bétons argileux et les milieux poreux

Généralités sur les bétons argileux et les milieux poreux

Le matériau mis au point dans ce travail appartient à la fois au matériau " terre" et aux bétons légers. C'est pourquoi dans ce chapitre, nous nous proposons, après avoir rappelé les principaux travaux bibliographiques concernant l'utilisation des matériaux argileux en construction, de faire un résumé des connaissances actuelles sur les bétons légers et principalement le béton argileux léger objet de cette étude. Or ce dernier appartient à la catégorie des matériaux poreux. La caractérisation d'un milieu poreux et les bases théoriques des phénomènes de transferts de chaleur et d'humidité auxquels s'intéresse ce travail seront donc également présentés dans ce chapitre.

I.1 L'utilisation de la terre dans la construction :

Parmi les matériaux locaux faciles à manipuler et ayant servi pour les premiers abris, se classe le matériau "terre". Entendons par terre la portion argileuse d'un sol exempte de matières organiques. Son utilisation a été naturelle au cours des âges, particulièrement dans les zones arides. On estime d'ailleurs, qu'aujourd'hui encore, 50% environ de la population du globe utilise la terre pour l'habitat. Ces traditions millénaires nous ont été transmises par de nombreuses civilisations urbaines et rurales, les techniques de mise en œuvre tenant compte des exigences économiques et climatiques ont subi des améliorations très sensibles au cours du temps.

Aux Etats Unis, depuis la crise d'énergie de 1973, on assiste à un renouveau de la construction en terre comme le prouvent les maisons luxueuses du Nouveau Mexique [Bunting B, 1976].

En France, la pratique de la construction en terre a été rejetée depuis la première guerre mondiale, malgré les expériences de Luyks en Algérie, Dreyfus au Sénégal, Masson et Hensens au Maroc [Dreyfus J, 1954]. Toutefois, elle connaît à l'heure actuelle un regain d'intérêt, qui semble tout à fait mérité en raison des propriétés très intéressantes que possèdent les constructions en terre du point de vue économique et environnemental. De plus, l'habitat en " terre" représente 15% du patrimoine rural et la prise de conscience d'un marché potentiel important dans la réhabilitation et l'entretien de ce patrimoine a donné lieu à des actions de sensibilisation.

En Algérie, le matériau "terre" est employé non seulement dans les campagnes, mais également dans les villes. Au Sahara par exemple, plus de 50% des habitations sont encore en "Toub" [LNTPB, 1983].

En ce qui concerne les pays du tiers monde, la "terre" a été de tout temps le matériau le plus employé. Dans certains pays, c'est le seul utilisé en construction. De nombreux efforts ont depuis quelques années été consacrés pour adapter la terre crue à une société de plus en plus exigeante dans son confort. Citons à ce titre, les démarches des architectes du tiers monde tels que **Hassen Fathy (1970)** en Egypte, **Raül Raminéz (1966)** en Colombie et les actions de **CRATerre (1986)** et architectes sans frontières.

Plusieurs modes traditionnels d'utilisation de la terre en construction sont couramment employés, parmi ceux-ci : l'Adobe [Stedman W.M, 1971 ; Thomas T et Eyre M.E], le Pisé [Middleton G.F, 1964 ; Jeannet J et al, 1986], la Terre-paille [Wagner P, 1982 ; Bartali H, 1991], le Torchis [Calame F, 1985 ; Buyle-Bodin F et al, 1990], la Bauge [Quéneudec M et al, 1983, 1987 et 1989 ; Rigourd M et al, 1990].etc. Mais la combinaison du savoir faire d'hier et les techniques modernes d'aujourd'hui ont contribué à la mise au point de nouveaux matériaux à base de terre crue comme la Terre extrudée [Laquerbe M, 1982 ; Davidovits J, 1982], les blocs de Terre comprimée [Accetta A, 1982 et 1984], et enfin les blocs de Bauge mécanisée [Quéneudec M et al, 1989 ; Rigourd M et al, 1990].

Cependant, les techniques usuelles de stabilisation des matériaux argileux crus comportent souvent, outre un traitement chimique, une phase de stabilisation mécanique par accroissement de la compacité (compactage, extrusion). Malheureusement, l'augmentation de la densité s'accompagne de celle de la conductivité thermique. Dans la mesure où les caractéristiques mécaniques restent suffisantes, l'idée d'une réduction de la masse volumique, entraînant une augmentation des performances thermiques peut donc se révéler intéressante. Ces impératifs ont orienté l'équipe du Laboratoire des Transferts et Réactivités dans les Milieux Condensés (LTRMC) de l'université d'Amiens (France) et le laboratoire de Construction et Environnement de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger (Algérie) vers la conception de bétons argileux légers.

I.2 Les bétons légers :

Bien que connus depuis plus d'un demi siècle, les bétons légers ont été relativement peu employés en Algérie pendant cette période. Toutefois, la crise du logement liée au manque considérable en matières premières ainsi que la facture de plus en plus élevée de la consommation d'énergie de chauffage et de rafraîchissement des locaux ont provoqué un regain d'intérêt pour l'utilisation des matériaux locaux. Leur transformation en bétons légers demeure l'une des solutions les plus économiques pour faire face aux problèmes.

L'utilisation de bétons légers en construction signifie en effet par delà une amélioration des performances thermiques, une manutention plus aisée, un gain de temps et de matériel et donc un positionnement plus intéressant par rapport à la compétitivité économique.

Il est très important de définir ce qu'est un béton léger. La commission **RILEM (1970)** des bétons légers propose de définir les bétons légers comme étant des bétons dont la masse volumique apparente sèche est inférieure à 1800 kg/m^3 . Cependant, d'autres auteurs adoptent des définitions un peu différentes, l'**American Concrete Institute (1970)** limite la masse volumique apparente des bétons légers à 1800 kg/m^3 après séchage à l'air pendant 28 jours. En Allemagne, la norme **DIN 1042** parue en 1972, limite la masse volumique apparente d'un béton léger à 2000 kg/m^3 . Enfin, dans l'objectif d'aider à déterminer la nature des essais à effectuer ainsi qu'à évaluer et interpréter les résultats et programmer la recherche, **J.L Kass et D Compbell (1972)** de l'institut de génie civil de l'université de Sydney en Australie ont adopté une classification fonctionnelle des bétons légers selon leurs utilisation dans la construction (Tableau.1.1). Cette classification a été recommandée par la suite par la commission **RILEM**.

Tableau 1.1 : Classification des bétons légers selon J.L Kass et D.Compbell (1972)

Classe	I	II	III
Type de béton léger	Béton léger de construction	Béton léger de construction et d'isolation	Béton léger d'isolation
Masse volumique (kg/m^3)	< 1800	Non précisée	Non précisée
Résistance à la compression (MPa)	> 15	> 3.5	> 0.5
Conductivité thermique (W/m.K)	—	< 0.75	< 0.30

Dans la grande famille des bétons légers ainsi définis, on peut distinguer deux catégories principales : Les bétons légers cellulaires et les bétons de granulats légers, auxquels s'ajoutent le béton colloïdal léger de conception plus récente.

Les bétons légers cellulaires : Ce sont des pâtes de sable siliceux et de liant hydraulique (chaux, ciment, ou mélange des deux) dans lesquelles un grand nombre de petites bulles sont créées, soit par réaction chimique, soit par action physique lors du malaxage. De plus, pour certains procédés de fabrication, le durcissement se fait en autoclave. Il s'agit alors, du Béton Cellulaire Autoclavé (BCA) qui connaît à l'heure actuelle un développement accru et sur lequel de nombreuses études portant sur ses caractéristiques hygrothermiques ont été réalisées [**Prim P et Wittmann F.H, 1982 ; Laurent J.P, 1991; Laurent J.P & al, 1995**].

Les bétons de granulats légers : Sont composés de pâte de ciment et de granulats légers comme leur nom l'indique. Il existe en effet de nombreuses variétés de bétons de granulats légers que l'on peut classer de différentes façons. **Cormon P (1973)** propose dans son livre une classification basée sur l'origine des granulats.

On a assisté ces dernières années, à une évolution du marché des granulats liée à l'évolution du marché de construction : développement de la maison individuelle, réhabilitation de l'habitat existant, économie d'énergie etc... où de nouveaux types de granulats légers sont utilisés : Le verre expansé (meilleure résistance, faible absorption d'eau) [**Tasserie M, 1991**], le polystyrène (possibilité de mise en œuvre par pompage) [**Carrel P et al, 1982 ; Ferrer M, 1985**], les granulats de bois [**Morog D, 1989 ; Ouadi R, 1991**].

1.3 Les bétons argileux légers :

Pour qu'une "terre" naturelle quelle qu'elle soit puisse être utilisée pour la construction, il faut que ses caractéristiques rhéologiques, chimiques, mécaniques et sa durabilité répondent correctement aux exigences qu'impose son utilisation dans un ouvrage. Ces exigences sont parfois non satisfaites par la terre locale choisie. Le constructeur dans ce cas est amené à trouver une solution pour améliorer les caractéristiques de cette terre locale pour l'élaboration d'un matériau convenant parfaitement. La solution est donc la stabilisation du matériau terre.

La stabilisation consiste essentiellement à utiliser au mieux les qualités que possède déjà l'argile et à lui conférer des qualités qu'elle ne possède pas seule. Mais, on ne peut pas stabiliser n'importe quelle argile avec n'importe quel stabilisant. D'une part, il existe des argiles gonflantes qui dans les conditions techniques actuelles ne fourniront jamais un bon matériau quel que soit le stabilisant (**Tableau 1.2**). D'autre part, si une technique de stabilisation (par exemple ajout de la chaux) est efficace pour une terre, elle ne sera pas forcément efficace pour une autre. Les techniques de fabrication et le dosage en stabilisant et en eau varieront d'une terre à une autre.

Les principales techniques de stabilisation utilisées actuellement font appel à une densification et/ou à un développement de liaisons intergranulaires, soit par apport de chaux, soit par apport de ciment à une terre traitée ou non traitée préalablement à la chaux, soit enfin par ajout de certains constituants actifs ou non chimiquement (bitume, hydrophobes). Bien évidemment, deux techniques de stabilisation peuvent se conjuguer comme par exemple la densification d'une terre traitée au ciment ou à la chaux. Cela se traduira par une meilleure cohésion et donc de plus fortes caractéristiques mécaniques.

Tableau 1.2 : Caractéristiques physiques et mécaniques des principales familles d'argiles
d'après **Baron A et al (1971)**

Caractéristiques	Kaolinite (halloysite)	Montmorillonite	Illite	Vermiculite	Palygoskite Attapulgite (Sépiolite)
Faciès et diamètre équivalent	Plaquette < 2µm	Plaquette < 0.5µm	Plaquette < 2µm	Plaquettes de dimensions très variables	Fibres de diamètre < 0.1µm
Épaisseur du feuillet	7 Å (10Å)	11 à 15 Å	10 à 12 Å	10 à 14Å	10Å (12Å)
Surface spécifique "BET" en m ² /g	Environ 20	Environ 80	Environ 115	Très variable	Environ 140 (400)
Capacité d'échange de base « C.E.B)	5 à 20 moy. 10	80 à 200 moy.100	Moy. 30	100 à 150	20 à 30
Indice de plasticité	Faible ou moyen 1 à 40, moy.15 (1 à 15)	Très élevé 300 à 600 pour M ^{tes} Li ⁺ et Na ⁺ 75 à 125 pour Ca ⁺⁺	Moy 20-50	Très variable	Elevé 55 à 125
Gonflement	Non gonflante	Très gonflante	Pas ou moy ^t gonflante	Pas ou moy ^t gonflante	Non gonflante
Thixotropie	faible	Très forte	faible	Faible ou moyenne	forte

Nous nous intéressons dans ce travail aux bétons argileux obtenus par stabilisation physico-chimique d'une masse d'argile par ajout, en présence d'une quantité convenable d'eau, de ciment susceptible de provoquer le durcissement au cours du temps [Vénuat M, 1980].

Les bétons argileux légers sont obtenus par allègement de la matrice argileuse soit par création de structure cellulaire par réaction chimique ou physique, soit par ajout de granulats légers. Différents procédés d'allègement d'une pâte d'argile stabilisée au ciment ont été étudiés par **K.AI-Rim (1995)**: réaction chimique avec la poudre d'aluminium, utilisation de copeaux de bois et finalement utilisation d'entraîneurs d'air et tout particulièrement la poudre d'hémoglobine de sang animal. Cette étude a montré la possibilité d'atteindre des performances thermiques très intéressantes avec des caractéristiques mécaniques suffisantes permettant la réalisation d'éléments de construction isolants et isolants porteurs conformes à la réglementation à des coûts très compétitifs. Les études sur les bétons argileux légers ont été poursuivie par **A.Bouguerra (1997)** qui a étudié le comportement hygrothermique d'une pâte d'argile-ciment allégée par ajout de

granulats de bois. Les résultats obtenus montrent l'intérêt d'un allègement d'une matrice argile-ciment par des granulats de bois: les performances thermiques et la résistance aux infiltrations d'eau en font un matériau intéressant pour le stockage thermique avec une bonne tenue à l'humidité. Le problème des variations dimensionnelles des bétons de bois à matrice argileuse a été abordé par **A.Ledhem (1997)**. Les résultats de cette étude montre que le traitement des copeaux de bois ou des granulats de bois par des traitements simplifiés peuvent minimiser considérablement les variations dimensionnelles des bétons de bois. **L.Marmoret (1998)** a montré que lorsqu'ils sont utilisés dans une paroi, les bétons argileux cellulaires présentent un comportement intéressant sous l'effet de gradient de température et d'humidité. En particulier, les risques de condensation en surface de paroi en période de rafraîchissement sont considérablement atténués. **M.Ruzicka (1998)** a abordé une étude d'optimisation du moussage protéinique des pâtes argile-ciment pour l'élaboration d'un béton argileux cellulaire par entraînement d'air en utilisant la poudre d'hémoglobine de sang animal comme agent moussant. Il a proposé une formulation permettant de satisfaire aux exigences de densité (≈ 0.9) en conservant des caractéristiques mécaniques suffisantes.

L'humidité dans les matériaux de construction et en particulier, les bétons argileux, modifie considérablement les performances thermiques de ces matériaux et affecte leur durabilité. L'étude de l'influence de la température et de l'humidité en phase vapeur ou liquide sur le comportement thermohydrique des matériaux élaborés est donc un élément essentiel pour l'étude du comportement de ces matériaux. Les facettes du problème sont donc multiples: valorisation de sous produits d'exploitation et développement de matériaux locaux thermiquement isolants. Il en ressort une idée maîtresse, à savoir d'adapter l'utilisation des matériaux argileux crus à une société de plus en plus exigeante dans son confort et sa sécurité.

C'est dans cet objectif que se sont orientés nos travaux. Il s'agit de l'élaboration d'un procédé de valorisation de co-produits argileux par leur transformation en matériaux de construction. On s'intéresse dans ce travail à l'amélioration des performances thermiques des matériaux élaborés. La voie envisagée est l'allègement d'une pâte d'argile stabilisée au ciment par réaction chimique avec l'aluminium pulvérulent. Les bulles gazeuses dégagées lors de cette réaction confèrent au matériau durci une structure cellulaire. Il sera appelé Béton Argileux Cellulaire (**BAC**). Le procédé d'élaboration du BAC sera traité au chapitre troisième.

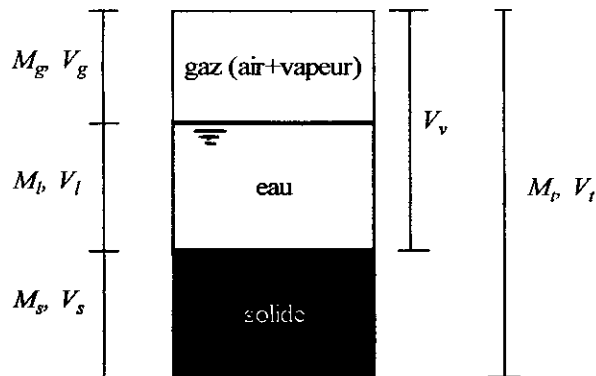
Le matériau ainsi obtenu appartient à la classe des matériaux poreux. Deux classes de porosité sont à distinguer: la première est une microporosité de la matrice argile-ciment due en partie à l'évaporation de l'eau de gâchage. La deuxième est une macroporosité créée par le dégagement

gazeux lors de la réaction de la chaux libérée par l'hydratation du ciment et la poudre d'aluminium. Cette porosité a une influence considérable sur les phénomènes de transfert de masse et de chaleur dans le BAC que nous allons étudier. Elle est caractérisée par un certain nombre de paramètres qui seront développés dans le paragraphe suivant.

I.4 Le milieu poreux :

Un matériau poreux est un ensemble hétérogène, constitué d'au moins une phase solide, déformable ou non, et une phase fluide contenue dans des vides appelés pores, pouvant ou non communiquer entre eux. Un matériau poreux est donc un cas particulier dans la catégorie très générale des matériaux polyphasiques. Il se particularise par le fait qu'une de ses phases est formée d'espaces vides plutôt que d'un autre matériau [Haynes J.M, 1973] et que les deux phases en présence sont réparties en 3 dimensions.

Le matériau objet de cette étude appartient à la catégorie des milieux poreux. Il est formé d'une phase solide (matrice) supposée indéformable et de deux phases fluides en équilibre thermodynamique (figure 1.1): une phase liquide (eau) et une phase gazeuse (air + vapeur) assimilée à un gaz parfait. La température de ces deux phases est supposée dans tous les cas supérieure à 0°C et inférieure à 100°C afin d'écartier les états extrêmes de gel et d'ébullition de l'eau.



(Figure 1.1) : répartition macroscopique des phases dans un milieu poreux non saturé

M_g , M_l , M_s sont respectivement le masse de la phase gazeuse, liquide et solide (kg).

V_g , V_l , V_s sont respectivement le volume de la phase gazeuse, liquide et solide (m^3).

$V_v = V_g + V_l$, volume des vides (m^3).

M_t et V_t sont la masse totale et le volume total du milieu poreux.

I.4.1 Les paramètres descriptifs du milieu poreux:

I.4.1.1 Fraction volumique et porosité:

La fraction volumique ε_i d'une phase i d'un milieu formé de n phases est égale au rapport du volume occupé par la phase i au volume total du milieu $V_t = V_v + V_s$. La somme des ε_i est donc égale à l'unité. La fraction volumique de la phase « vide » dans le milieu poreux s'appelle porosité. Elle est notée ε_0 , et est donnée par :

$$\varepsilon_0 = \frac{V_v}{V_t} \quad (1.1)$$

Il s'agit d'un rapport de volumes, qui donne une information quantitative sur les volumes des phases. Aucune indication n'est donnée quant à la répartition dimensionnelle et spatiales de ces volumes.

La porosité peut être divisée en deux catégories : la porosité fermée correspondant à l'ensemble des cavités ou cellules fermées, et la porosité utile ou accessible. La première joue un rôle important vis-à-vis des propriétés mécaniques et thermiques mais n'est pas concernée par les phénomènes de diffusion ou d'écoulement.

On définit la porosité utile ou accessible par:

$$\varepsilon = \frac{V_u}{V_t} \quad (1.2)$$

où V_u est le volume des pores ouverts (volume utile ou accessible)

I.4.1.2 Surface spécifique :

La surface spécifique exprimée en (m^2/g) est définie comme la surface qui limite l'espace des pores par unité de masse. Soit :

$$S_m = 10^{-3} \frac{S}{\rho_0 V_t} \quad (m^2 / g) \quad (1.3)$$

S est la surface enveloppe des pores (m^2), V_t le volume du matériau (m^3) et ρ_0 sa masse volumique apparente (kg/m^3).

C'est un paramètre dont dépend fortement l'adsorption physique. Il renseigne sur la répartition spatiale de la porosité : Deux milieux peuvent avoir la même porosité mais des surfaces spécifiques différentes. Plus la surface spécifique est élevée, plus les pores sont de faibles dimensions.

D'autres auteurs définissent la tortuosité tout simplement comme le rapport de L à L_e . Une discussion de l'existence des deux formules a été présentée par Epstein N (1989).

La définition de ce paramètre manque souvent de rigueur. Sa mesure directe est généralement impossible et il est introduit sous forme de coefficient empirique d'ajustement dans les équations d'origine phénoménologique. Les formulations empiriques sont généralement de la forme [CSTB, 1995]:

$$\tau = a\varepsilon_0^{-n} \quad \text{avec } 0.8 < a < 1 \text{ et } 0 < n < 1 \quad (1.6)$$

Récemment, des techniques expérimentales permettant la mesure de la tortuosité ont été développées. On peut citer à titre d'exemple : la porosimétrie au mercure [Carniglia S.C, 1986], la diffusion de gaz [Abassi M.H et al, 1983 ; Wang C.T et Smith J.M, 1983 ; Lee P.H et Kozak J.L, 1987] et les ondes acoustiques [Johnson D.L et al, 1982].

I.4.2 Les liquides dans les matériaux poreux :

Le milieu poreux mis en présence d'humidité peut être totalement ou partiellement saturé. Trois principaux paramètres sont couramment utilisés pour caractériser la proportion de phase liquide. En se basant sur la représentation à l'échelle macroscopique d'un milieu poreux donnée en figure 1.1, on peut définir :

- **Le taux de saturation en eau (S_r) :**

$$S_r = \frac{V_l}{V_v} = \frac{V_l}{\varepsilon_0 V_t} \quad 0 \leq S_r \leq 1 \quad (1.7)$$

- **La teneur volumique en eau (θ_l):**

$$\theta_l = \frac{V_l}{V_t} = \varepsilon_0 \cdot S_r \quad 0 \leq \theta_l \leq \varepsilon \quad (1.8)$$

$\theta_g = (\varepsilon_0 - \theta_l)$: est par déduction la fraction volumique de la phase gazeuse.

- **La teneur en eau pondérale (ω) (taux d'humidité dans le cas de l'eau) :**

$$\omega = \frac{M_l}{M_s} = \frac{\rho_l}{\rho_0} \theta_l = \frac{\theta_l}{d_0} \quad (1.9)$$

avec : ρ_l masse volumique de l'eau liquide (=1g/cm³).

ρ_0 masse volumique apparente du matériau poreux à l'état sec.

d_0 densité apparente du matériau poreux à l'état sec.

Le choix des paramètres peut apparaître indifférent lorsque le milieu est indéformable puisque les grandeurs sont proportionnelles entre elles. Toutefois, dans le mécanisme d'adsorption, le volume accessible au fluide étant très difficile à préciser, il est préférable d'utiliser la teneur pondérale. La connaissance de ces paramètres est nécessaire car la présence d'eau dans les matériaux entraîne une modification de certains caractéristiques, à savoir :

- la chaleur massique.
- la conductivité thermique .
- la perméabilité à la vapeur d'eau.
- la masse volumique.

En l'absence de toute réaction chimique entre la phase solide et l'eau (liquide ou vapeur), deux mécanismes de fixation de l'humidité peuvent être pris en compte dans le cas d'un milieu poreux. Il s'agit essentiellement de l'adsorption physique et de la capillarité:

I.4.2.1 Adsorption physique (hygroscopicité):

L'hygroscopicité se manifeste expérimentalement par l'adsorption d'humidité par les matériaux poreux placés dans une atmosphère donnée. Ce phénomène est dû aux forces agissant au voisinage de l'interface solide-fluide dont le potentiel ne dépasse pas le millier d'atmosphère (Forces de **Van Der Waals**). La masse d'humidité adsorbée croît avec l'humidité relative de l'air ambiant et se stabilise pour une température et une humidité relative données.

Dans l'adsorption d'humidité on peut distinguer [**Bories S, 1982 ; Fauconnier R, 1982 ; Perrin B, 1985**] plusieurs étapes du processus de fixation de l'eau, soit :

- Adsorption mono-moléculaire caractérisée par la fixation d'une couche de molécules d'eau sur la surface des pores (figure 1.2.a). Cette phase correspond à la zone (I) de la figure 1.3. D'après la théorie de **Langmuir (1918)**, elle se manifeste pour des faibles humidités relatives ($\phi < 0.10$). Les liaisons avec le solide sont assurées par les forces de l'énergie molaire.
- Fixation de plusieurs couches de molécules d'eau sur la première couche adsorbée (figure 1.2.b). Cette phase correspond à la zone (II) de la figure 1.3. Selon la théorie B.E.T (**Brunauer, Emmett, Teller, 1938**) l'énergie de liaison des couches multimoléculaires est égale à la chaleur latente de vaporisation de l'eau, elle s'applique pour des faibles et moyennes humidités relatives ($0 < \phi < 0.40$).

- Condensation capillaire lorsque le diamètre du pore est suffisamment petit (2 à 20 nm), (figure 1.2.c), zone (III) de la figure 1.3. Cette phase se présente pour des humidités relatives supérieures à 0.40. Elle s'interprète convenablement par la loi de **Kelvin-Laplace** (éq. 1.10) pour des $\phi > 0.50$ [Crausse P, 1983].

$$\phi = \frac{P_v}{P_{vs}} = e^{\left(\frac{-2\sigma(T)M_v}{\rho_l R T r} \right)} \quad (1.10)$$

- où :
- P_v : pression de la vapeur d'eau de l'ambiance
 - P_{vs} : pression de vapeur d'eau saturante. C'est la pression pour laquelle le système liquide-vapeur est en équilibre thermodynamique à une température donnée.
 - $\sigma(T)$: tension interfaciale du couple eau-air, fonction décroissante de la température (= 0.0728 N/m à $T = 20^\circ\text{C}$),
 - M_v : masse molaire de la vapeur d'eau (= $18 \cdot 10^{-3}$ kg/mole),
 - ρ_l : masse volumique de l'eau liquide (= 1000 kg/m³),
 - R : constante des gaz parfaits (= 8.314 J/(mol.K)),
 - T : température absolue,
 - r : rayon de courbure de l'interface eau-air.

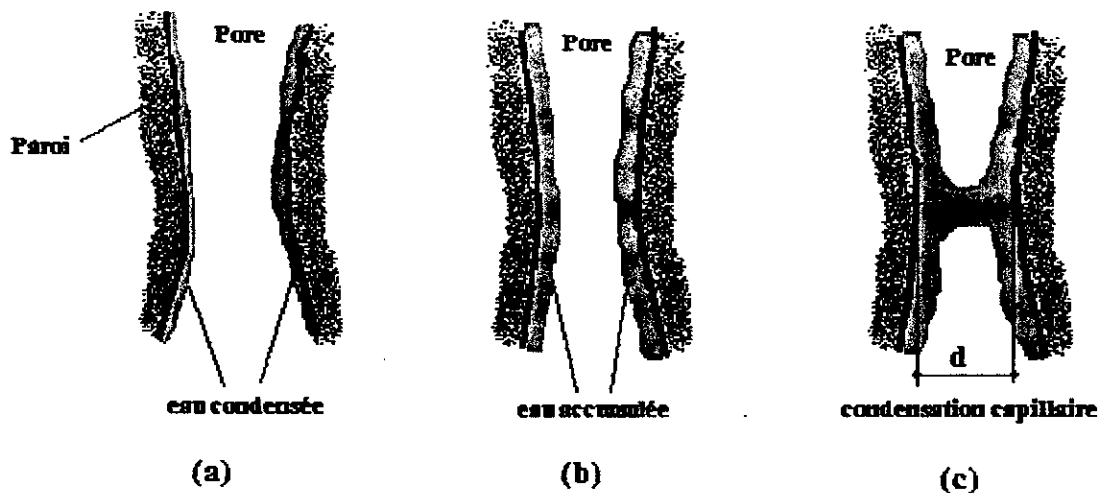


Figure 1.2 : Processus de fixation de l'eau en adsorption d'humidité

Les courbes donnant, pour une température donnée, la quantité d'eau adsorbée en fonction de l'humidité relative de l'air ϕ sont appelées isotherme de sorption (figure 1.3).

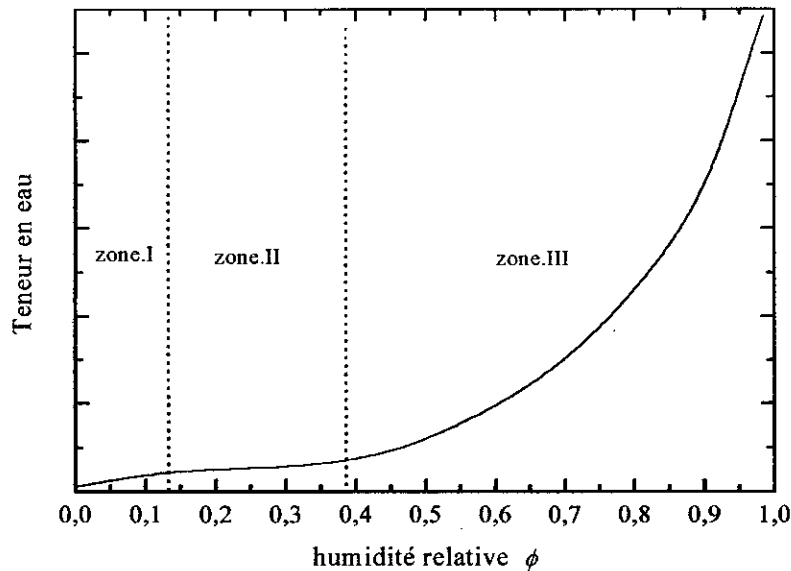


Figure 1.3 : Représentation schématique d'un isotherme de sorption

Pour qu'un pore soit condensable, il faut que son rayon soit inférieur au rayon r déduit de l'équation de Kelvin (1.10) pour une humidité relative ($\phi = 0.989 \approx 1$), soit :

$$r = -\frac{2\sigma(T)M_v}{\rho_l RT \cdot \ln(\phi)} \quad \text{ce qui donne } r = 0.1\mu\text{m à } T = 20^\circ\text{C} = 293\text{ K.}$$

I.4.2.2 Capillarité :

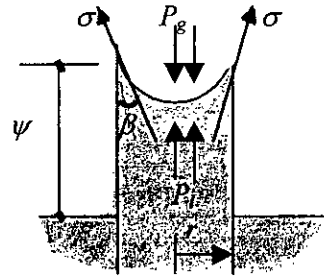
Ce mode de fixation de l'eau intervient lorsque la structure poreuse est mise en contact avec une nappe d'eau en phase liquide et lorsque le rayon des pores est supérieur à la limite précédente. L'étalement du liquide sur la surface des pores conduit à la formation d'une interface courbe liquide-gaz dont l'équilibre est assuré par les forces de pression capillaire et de tension interfaciale. D'un point de vue pratique la phase gazeuse peut être considérée comme saturée ($\phi = 1$) et il suffit d'écrire l'équilibre mécanique pour un ménisque dans un capillaire de rayon r . La pression capillaire P_c qui exprime la différence de pression ($P_g - P_l$) entre la phase gazeuse (air + vapeur d'eau) et liquide (eau) de part et d'autre du ménisque est donnée par la relation de Laplace. Sous l'influence de cette différence de pression, l'eau liquide remplit l'espace des pores. Quand elle est exprimée en hauteur d'eau, la pression capillaire est appelée succion capillaire notée ψ .

Lorsque l'on assimile le pore à un cylindre et le ménisque à une demi sphère dont le rayon r est celui du cylindre, la pression capillaire et la succion capillaire s'expriment par :

$$P_C = P_g - P_l = -\frac{2\sigma(T)\cos\beta}{r} \quad (1.11)$$

$$\psi = -\frac{P_C}{\rho_l \cdot g} \quad (1.12)$$

où : P_g : pression de l'air dans les pores
 P_l : pression de l'eau dans les pores
 r : rayon du capillaire



$\sigma(T)$: tension interfaciale du couple eau-air,
fonction décroissante de la température

β : angle de mouillage entre la surface du solide et la tangente au point de contact,
dans le cas de l'eau, $\cos(\beta) \approx 1$.

g : accélération de pesanteur.

Quand l'humidité augmente dans le milieu poreux, les capillaires se remplissent par ordre de diamètre croissant et la pression capillaire diminue. En schématisant, l'eau peut se présenter selon le taux d'humidité soit :

- sous forme de petits îlots liquides discontinus et concentrés aux endroits des points de contact entre les particules solides (humidité faible).
- sous forme de chemins continus permettant un écoulement par capillarité (humidité importante).

Les plages d'humidité correspondant à ces deux distributions sont appelées respectivement : domaine pendulaire et domaine funiculaire.

D'après ce qui précède, deux classes de matériaux peuvent être distinguées [CSTB, 1995] (Tableau 1.4):

- les matériaux **hygroscopiques** : Pour ces matériaux, le rayon des pores est inférieur à $0.1\mu\text{m}$. La quantité d'eau fixée par adsorption et condensation capillaire est importante à 20°C pour des humidités relatives allant de 0 à 0.989. Dans certains cas comme les matériaux cimentaires, l'humidité fixée peut être proche de la saturation du matériau.
- les matériaux **non hygroscopiques ou capillaires** : le rayon des pores de cette classe est supérieur à $0.1\mu\text{m}$ environ. L'eau liquide pénètre essentiellement par capillarité, et la quantité d'eau fixée par adsorption et condensation est pratiquement faible par rapport au volume poreux disponible.

D'après [CSTB, 1995] la valeur $0.1\mu\text{m}$ est celui du libre parcours moyen des molécules d'eau à la température ambiante et se trouve donc à la limite du domaine de l'écoulement de Knudsen, où la diffusion moléculaire devient sensiblement ralentie par les effets de paroi.

Tableau 1.4 : Classification des matériaux poreux d'après [CSTB, 1995]

	Matériaux hygroscopiques	Matériaux non hygroscopiques
Rayon des pores	$< 0.1\mu\text{m}$	$> 0.1\mu\text{m}$
Diffusion de la vapeur	Diffusion de Knudsen	Diffusion moléculaire libre
Adsorption – Condensation	importantes	faibles
Domaine condensable à 20°C	$0 < \phi < 0.989$	$\phi > 0.989$

I.4.3 Identification de la structure d'un milieu poreux :

Les caractéristiques hygrothermiques d'un matériau poreux sont fortement liées à sa structure poreuse, à la géométrie et la minéralogie des grains composant sa matrice solide. Une identification de la structure poreuse et de la composition minéralogique de la matrice solide sont des éléments nécessaires pour décrire et modéliser les phénomènes de transfert de chaleur et de masse. Différentes techniques de caractérisation de la matrice solide et du réseau poreux sont exposées par J.P Laurent (1986). Une synthèse de ces méthodes d'identification est résumée dans le tableau I.5. Les techniques de caractérisation employées dans ce travail seront détaillées dans le chapitre "techniques expérimentales".

Tableau I.5 : Synthèse des méthodes d'identification du matériau solide et réseau poreux d'après J.P Laurent (1986)

	Caractéristique	Définition	Méthodes d'obtention	Remarques
Matrice solide	Distribution de Diamètres des grains	$X_s(d < d_0) = f[\log(d_0)]$ Où X_s est la fraction massique de diamètre de grain $d < d_0$.	Tamisage + sédimentométrie	Grains supposés sphériques
	Composition minéralogique	% relatifs et nature des minéraux	Analyse X	Diagramme de poudre, microscopie électronique
	Composition chimique	% relatifs et nature chimique des minéraux	Analyse X	Généralement exprimée en oxydes élémentaires
Réseau poreux	Distribution de Diamètres de pores	$X_p(d < d_0) = f[\log(d_0)]$ Où X_p est la fraction volumique de pores de diamètre $d < d_0$.	Porosimétrie au mercure	Pores supposés cylindriques
	Surface spécifique	Surface développée des pores ramenée à l'unité de masse	Porosimétrie au mercure, adsorption moléculaire	Par calcul direct (BET)
	Géométrie du réseau poreux	Morphologie du réseau, contiguïté entre phases, connectivités	Analyse d'image : MEB, microscope optique	Performant mais difficilement accessible

I.5 Transferts de masse et de chaleur en milieux poreux :

I.5.1 Etude Bibliographique :

L'étude des phénomènes de transferts de masse et de chaleur en milieux poreux est assez récente. Les premiers travaux sur ces phénomènes sont apparus seulement dans la deuxième moitié de ce siècle et concernaient l'étude du séchage des matériaux [Krisher O, 1962]. Les premières études systématiques des phénomènes furent conjointement menées par Philip et De Vries (1957) et De Vries (1958) ainsi que Luikov A.V (1966 et 1975). Les équations nécessaires à la description des phénomènes ont été élaborées à partir de relations du type bilan de masse et de chaleur effectuées sur les différentes phases. D'autres approches ont ensuite été proposées. Marle C.M (1965) par exemple, a utilisé la thermodynamique des processus irréversibles. Malheureusement la complexité des relations obtenues ne permet pas d'envisager, pour le moment, d'applications réellement pratiques. Enfin, les méthodes de prise de moyenne attribuées à Marle C.M (1965), Slattery S.C (1967), Whitaker S (1967) et Gray W.G (1975) consistent à écrire les équations locales à l'intérieur de chaque phase, puis à passer à une forme moyenne sur un volume élémentaire représentatif (VER). Plusieurs applications de ces modèles sur différents matériaux ont par la suite été effectuées par de nombreux chercheurs, parmi lesquels William A.J (1973), Crausse P (1983), Perrin B (1985), Daïan J.F (1986), Courivaud J.M (1993), Abada F (1994), Marmoret L (1998).

La complexité des phénomènes de transferts en milieux non saturés provient d'une part de la structure poreuse et d'autre part du couplage entre le transfert de chaleur et de masse en phase liquide et gazeuse. En effet, en présence d'un gradient de température dans le milieu poreux, l'eau évaporée du côté chaud est transportée par diffusion gazeuse et se condense sur le côté froid en libérant sa chaleur de vaporisation. C'est le phénomène d'évaporation - condensation. Il conduit à un accroissement notable du transfert de chaleur et donc de la conductivité thermique.

Des modèles théoriques ont été proposés pour décrire les processus de transferts couplés de chaleur et de masse. Citons : Krisher O (1962), De Vries (1958 et 1987), Luikov A.V(1966). Une analyse critique de ces modèles a été faite par Borjes S (1982).

Dans des travaux plus récents dont ceux de Moyne C (1987), Degiovani et Moyne (1987), la description mathématique du transfert de chaleur et de masse a été complétée en prenant en compte outre les deux gradients moteurs (température et humidité) le gradient de pression totale de la phase gazeuse.

où :

- D^* est le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans le milieu poreux exprimé en fonction de la diffusion de la vapeur d'eau dans l'air D_v par la formule :

$$D^* = D_v \frac{\rho_v}{\rho_0} f \quad (1.15)$$

ρ_v est la masse volumique de la vapeur d'eau, f est le facteur de résistance à la diffusion. Ce facteur possède un caractère tensoriel et n'est réductible à un scalaire que pour un milieu isotrope.

- L_v est la chaleur latente de vaporisation de l'eau, a_{ml} est le coefficient de diffusion massique isotherme de la phase liquide, $a_{ml}\delta_l$ est le coefficient de diffusion massique non isotherme, δ_l est le coefficient de thermomigration en phase liquide.

- λ est la conductivité thermique « vraie ou pure » du milieu continu équivalent au milieu poreux pour lequel la densité de flux de chaleur s'exprime directement par la loi de Fourier ($\vec{q}_T = -\lambda \text{grad}T$) lorsque le transfert est supposé purement conductif.

La détermination spatio-temporelle de la teneur en eau $\omega(x,t)$ et de la température $T(x,t)$ dans un matériau poreux, lors du transfert de masse et de chaleur, nécessite la prédétermination des coefficients de transferts k_{ij} .

Dans cette étude, les mesures des coefficients de transferts de masse et de chaleur ont été effectuées dans les conditions suivantes :

- Gradient d'humidité nul lors du transfert de chaleur : dans ce cas le terme $\text{grad}\omega = \vec{0}$ dans l'équation de transfert de chaleur. Ceci est réalisé expérimentalement en couvrant hermétiquement les échantillons à l'aide d'un film plastique pour éviter toute évaporation d'eau et maintenir l'humidité dans le matériau constante durant le cycle des mesures. Celles-ci ne seront effectuées que lorsque l'équilibre hydrique sera établi (environ 24 heures pour chaque teneur en humidité).
- Les mesures des coefficients de transfert hydrique sont réalisées dans les conditions ambiantes de température et de pression, dans ce cas et lorsqu'on suppose uniforme la distribution de température dans le matériau, on aura: $\text{grad}T = \vec{0}$.

Dans ces conditions les équations de transferts (1.13) seront réduites au système suivant:

$$\left\{ \begin{array}{l} (\rho_0 c)^* \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(k_{11} \text{grad} T) \\ \frac{\partial \omega}{\partial t} = \text{div}(k_{22} \text{grad} \omega) \end{array} \right\} \quad (1.16)$$

- Pour un milieu isotrope la conductivité thermique k_{11} est la même dans toutes les directions, c'est la conductivité thermique **apparente** λ^* que l'on espère atteindre par l'expérience. Cette conductivité n'apparaît que lorsque l'on assimile l'ensemble du phénomène de transfert à une conduction. Elle comprend un terme correspondant à la conductivité thermique pure ou vraie (λ) auquel on ajoute la conductivité thermique due au phénomène d'évaporation-condensation ($f \cdot k_{dif}$) qui se manifeste lorsque la température dépasse les 20°C . Elle s'écrit :

$$\begin{aligned} k_{11} = \lambda^* &= \lambda + f \cdot \rho_v L_v D_v \frac{\partial \omega_v}{\partial T} \\ &= \lambda + f \cdot k_{dif} \end{aligned} \quad (1.17)$$

où $k_{dif} = \rho_v L_v D_v \frac{\partial \omega_v}{\partial T}$ est la conductivité thermique de l'air humide saturé.

A noter qu'aucune indication sur la façon de mesurer ou de calculer les deux paramètres microscopiques λ et f n'a été donnée. Cette question n'a pas pour l'instant reçu de réponse définitive.

Dans ce cas l'équation de transfert de chaleur se réduit à:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\lambda^*}{(\rho_0 c)^*} \nabla^2 (T) = a^* \nabla^2 (T) \quad (1.18)$$

où: $a^* = \frac{\lambda^*}{(\rho_0 c)^*}$ est la diffusivité thermique du matériau poreux (m^2/s); ∇^2 est l'opérateur

$$\text{Laplacien: } \nabla^2 = \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$$

La diffusivité thermique a^* est une valeur qui caractérise le comportement thermique d'un matériau en régime transitoire. Elle caractérise la cinétique de réponse du milieu à une perturbation thermique. La température d'un matériau augmente d'autant plus rapidement que sa conductivité thermique est élevée et que son pouvoir d'accumulation de chaleur traduit par sa capacité calorifique $(\rho_0 c)^*$ est faible.

Par ailleurs, il ne faut pas confondre la conductivité thermique apparente " $\lambda^* = k_{11}$ " à la conductivité thermique équivalente " λ_{eq} " introduite par de nombreux chercheurs [Philip et De Vries, 1957], [Luikov A.V, 1975], [Bories S et al, 1980], [Langlais C, 1985] sous la forme :

$$\lambda_{eq} = \lambda + f \cdot \lambda_{dif}$$

$$\text{avec : } \lambda_{dif} = \rho_v L_v D_v \cdot \frac{dP_v}{dT} \frac{M_v}{M_g} \frac{1}{P - P_{vs}} = L_v D_v \cdot \phi \frac{dP_{vs}}{dT} \frac{M_v}{RT} \frac{P}{P - P_{vs}} \quad (1.19)$$

où : R est la constante des gaz parfaits; $\phi = P_v/P_{vs}$ est l'humidité relative du milieu; P , est la pression totale de la phase gazeuse; λ_{dif} , la conductivité thermique de l'air humide saturé.

Cette conductivité n'apparaît que si l'on suppose l'air macroscopiquement immobile (densité de flux d'air $\vec{q}_a = \vec{0}$). Cette condition sera réalisée dans nos expériences en couvrant les échantillons hermétiquement par un film plastique en rendant ainsi les facettes imperméables à l'air. Dans ce cas on peut confondre la conductivité thermique équivalente λ_{eq} à la conductivité thermique apparente λ^* .

Selon l'approche de Philip et De Vries, la conductivité thermique "équivalente" d'un matériau poreux s'exprime sous la forme :

$$\lambda_{eq} = \lambda_0 + F \cdot \lambda_{dif} \quad (1.20)$$

λ_0 est la conductivité thermique déterminée en supposant les phases inertes, c'est à dire en l'absence du phénomène d'évaporation-condensation. Généralement la valeur de λ_0 est confondue à la conductivité thermique apparente du milieu à basse température. Cette formule est à rapprocher à la formule (1.19).

D'après Azizi S (1988), la différence entre λ et λ_0 est suffisamment importante pour qu'il soit nécessaire de distinguer f de F . Le facteur F ne peut donc s'interpréter directement comme facteur de résistance à la diffusion et en particulier n'est pas celui introduit dans l'expression du flux diffusif de vapeur (q_v) dans le milieu poreux. On l'appelle tout simplement facteur de De Vries pour enlever toute ambiguïté. La détermination du facteur de De Vries F sera discutée dans la partie modélisation au chapitre troisième .

- -Le coefficient de transfert de masse k_{22} représente le coefficient de diffusion isotherme de l'humidité dans le milieu poreux, il comprend la diffusion en phase vapeur et en phase liquide. Si on se limite à un écoulement unidirectionnel, l'équation de transfert de masse se réduit à :

$$\frac{\partial \omega}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D_w \frac{\partial \omega}{\partial x} \right) \quad (1.21)$$

où D_w représente le coefficient de diffusion hydrique ou diffusivité hydrique du milieu dans la direction de l'écoulement. Il est égal à la somme d'un coefficient de transport liquide D_{wl} et d'un coefficient de transport vapeur D_{wv} , soit :

$$D_w = D_{wl} + D_{wv} \quad (1.22)$$

La difficulté dans la détermination du coefficient D_w est d'évaluer les coefficients de diffusion au voisinage des teneurs en eau les plus faibles ou les plus élevées. Dans le domaine des teneurs en eau les plus faibles ce sont les transferts en phase vapeur qui sont prépondérants [Perrin B et Javelas R, 1987].

Il est possible de déterminer le coefficient D_{wl} par imbibition du matériau sous phase liquide en le mettant tout simplement en contact avec une nappe d'eau. Le suivi des profils hydriques dans l'espace et dans le temps permet d'évaluer la diffusivité hydrique en phase liquide, on l'appelle également coefficient de transport capillaire. La méthode de détermination du coefficient de transport capillaire sera discutée dans le chapitre suivant.

Quant au coefficient de diffusion hydrique en phase vapeur D_{wv} on peut le déterminer en se servant des isothermes de sorption. Selon Philip et De Vries (1957), la relation donnant D_{wv} est de la forme :

$$D_{wv} = D_v \frac{f \rho_{vs}}{\zeta \rho_l} \frac{d\phi}{d\theta} = D_v \frac{f \rho_{vs}}{\zeta \rho_0} \frac{d\phi}{d\omega} \quad (1.23)$$

ζ est un facteur déterminé par le rapport du gradient de température de l'air dans le pore et le gradient de température du milieu. Dans nos expériences, étant donné que les conditions sont isothermes on suppose que l'équilibre thermique est bien assuré dans le matériau poreux. On prendra dans ce cas : $\zeta = 1$.

Quant au facteur de résistance à la diffusion de vapeur f on lui affecte les valeurs du facteur de De Vries " F " évoqué plus haut et qu'on détermine en fonction des mesures de la conductivité thermique apparente.

Le terme $\left(\frac{d\phi}{d\omega}\right)$ se calcule à partir de la courbe de l'isotherme de sorption après lissage des points expérimentaux. Ce dernier sera effectué en utilisant le modèle de **Hillerborg (1985)** qui n'est que le modèle B.E.T modifié, dû à **Brunauer, Emmett et Teller (1938)**.

ρ_{vs} est la masse volumique de la vapeur d'eau saturante. D'après les tables numériques données par **Dañan J.F (1986)**, $\rho_{vs} = 0.0173 \text{ kg/m}^3$ à 20°C .

De Vries (1987) propose une expression pour la détermination du coefficient de diffusion de vapeur d'eau dans l'air D_v , de la forme :

$$D_v = D_0 \left(\frac{P_0}{P}\right) \left(\frac{T}{T_0}\right)^{1.88} \quad (1.24)$$

où l'indice « 0 » est attribué à un état de référence, par exemple **Bellini (1992)** propose les valeurs: $D_0 = 2,17.10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$, $P_0 = 101325 \text{ Pa}$, $T_0 = 273.16 \text{ K}$. Soit $D_v = 2,48.10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ dans les conditions ambiantes ($T = 293.16 \text{ K}$ et $P = P_{atm} = 101325 \text{ Pa}$).

I.5.3 Techniques de mesure des paramètres de transferts :

I.5.3.1 Paramètres de transfert thermique :

Les paramètres thermiques indépendants que l'on cherche à identifier sont au nombre de deux. Il s'agit de la conductivité thermique apparente k_{11} ou λ^* ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et la capacité calorifique massique apparente c^* ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$) ou volumique $C^* = \rho_0 c^*$ ($\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$). Ce sont les paramètres intervenant dans l'équation de conduction de la chaleur (loi de **Fourier**) donnée par (1.18).

Un troisième paramètre dépendant des deux premiers peut être déduit. Il s'agit de la diffusivité thermique apparente du milieu a^* ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$) donnée par le rapport de la conductivité thermique λ^* à la chaleur volumique du milieu C^* .

La signification de ces paramètres, dans un milieu polyphasique est moins « claire » que pour un milieu homogène. En effet, la complexité de la structure poreuse et le changement d'état de **l'humidité** présente dans le matériau sous l'effet de **gradients thermiques** sont susceptibles d'influer notablement sur les bilans énergétiques et donc de modifier les valeurs **apparentes** des paramètres thermophysiques. Si l'on suppose un transfert purement conductif, le double problème auquel on se trouve confronté sera donc, d'une part d'estimer les caractéristiques thermiques globales **équivalentes** à celle d'un milieu homogène du matériau poreux à partir de ses différents constituants en tenant compte de sa structure et d'autre part, d'évaluer les corrections à apporter

aux coefficients thermiques **vrais** pour intégrer l'effet d'éventuels transferts purement conductif lié à l'état hydrique du matériau.

De nombreuses méthodes de mesure des paramètres de conduction sont utilisées. Elles peuvent être divisées en deux classes principales selon le régime de chauffage employé :

- **Régime stationnaire :**

L'établissement d'un gradient stationnaire de température à l'intérieur d'un matériau solide plan permet une détermination simple de la conductivité thermique, puisqu'il suffit de mesurer les températures des faces du matériaux ainsi que le flux thermique qui le traverse. Parmi les méthodes stationnaires utilisées on cite : la méthode de la plaque chaude gardée [Lang D.L,1956 ; Fournier D et al, 1966], la méthode du fil chaud [Wray K.L et Connolly T.J, 1959] et la méthodes des cylindres coaxiaux [Le Neindre B, 1969 ; Tufeu R, 1971].

- **Régime instationnaire :**

L'établissement d'un gradient stationnaire de température à l'intérieur d'un matériau solide est généralement long, surtout pour des matériaux solides peu conducteurs. Des méthodes plus rapides ont été développées en mesurant des variations de température en régime instationnaire ou transitoire. L'avantage de ces méthodes par rapport aux méthodes stationnaires réside dans la rapidité du temps de mesure. Un temps d'acquisition de la température d'environ 500 secondes est largement suffisant pour déterminer les paramètres thermiques. De plus, le régime transitoire fait intervenir outre la conductivité thermique du matériau, la diffusivité thermique et par conséquent la capacité calorifique du matériau. Parmi les méthodes transitoires utilisées on peut citer : la méthode du fil chaud [Stalhane B et Pyk S,1931 ; Cull J.P, 1974], la méthode de la sonde axiale basée sur le principe du fil chaud [Blackwell J.H, 1954 ; Perin B, 1985 ; Laurent J.P, 1986], la méthode par chauffage périodique [Angström A.J, 1863 ; Carslaw H.S et Jaeger J.C,1965], la méthode du film chauffant [Vernotte P, 1937 ; Bastian G, 1987] et la méthode photothermique flash [Parker W.J et al, 1961 ; Azizi S, 1988].

Récemment, d'autres techniques de mesure en régime transitoire ont été développées. Il s'agit de la méthode de la sonde monotige à faible inertie thermique développée par J.P Laurent (1986) et destinée à la détermination de la conductivité thermique et la méthode de la sonde plane TPS (Transient Plane Source) développée par Gustafsson (1991) et destinée à la détermination simultanée de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique du matériau poreux.

La sonde TPS est issue du développement de la sonde THS (Transient Hot Strip) développée par Gustafsson et al (1979). Ce sont ces deux techniques qui seront employées dans cette étude. Une description détaillée de ces deux méthodes sera donnée dans le chapitre consacré aux techniques expérimentales.

I.5.3.2 Paramètres de transfert hydrique :

En se limitant au cas d'un écoulement unidirectionnel, nous avons montré au paragraphe (I.5.2) que le seul paramètre intervenant dans le phénomène de transfert d'humidité est la diffusivité hydrique D_w qui est la somme de la diffusivité hydrique de la phase vapeur D_{wv} et de la diffusivité hydrique de la phase liquide D_w . La première est dominante dans le cas des faibles teneurs en eau tandis que pour des teneurs en eau élevées c'est le transfert en phase liquide qui est dominant. La figure I.4 est une représentation schématique de l'évolution de la diffusivité hydrique $D_\theta = D_{\theta v} + D_\alpha$ en fonction de la teneur volumique en eau θ selon Daian J.F (1986), Philip et De Vries (1957) et De Vries (1958).

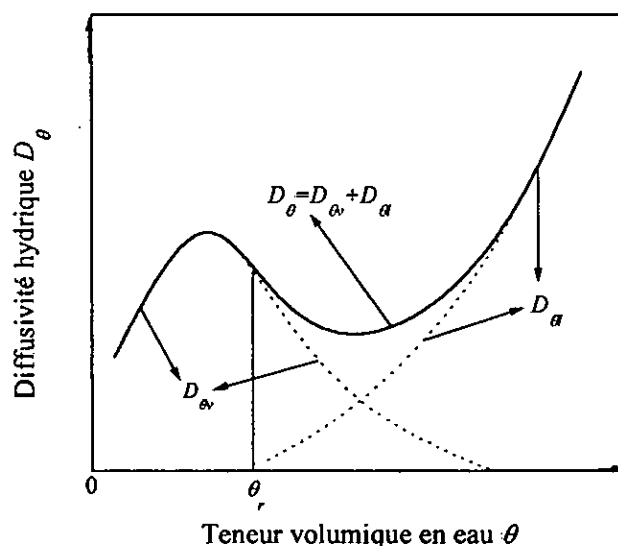


Figure I.4 : Schéma qualitatif d'évolution des coefficients de transfert $D_{\theta v}$ et D_α et D_θ

La teneur volumique en eau θ_r représente la rupture de continuité de la phase liquide, c'est la valeur pour laquelle la perméabilité du liquide s'annule.

La détermination du coefficient de transfert en phase vapeur D_{wv} ou $D_{\theta v}$ est déterminé à partir de l'isotherme de sorption. On trouvera dans les travaux de Daian J.F (1986), Merouani L (1987), Couasnet Y (1989) et Quenard D (1989) une étude plus complète des phénomènes de sorption et du processus de condensation dans les matériaux poreux.

Chapitre II

Techniques expérimentales

Techniques expérimentales

Le choix des méthodes de mesure fiables des propriétés physicomécaniques et thermohydriques d'un matériau poreux dans des conditions de température et d'humidité variables dépend du type de matériau lui-même. Les dimensions du matériau et sa microstructure (distribution et géométrie de la phase solide "grains" et de la phase vide "pores") sont deux paramètres essentiels dans le choix d'une telle ou telle technique de mesure. Des techniques de mesure ont été décrites brièvement au chapitre premier comme références. Une description détaillée des méthodes de mesure employées dans cette étude est présentée dans ce qui suit : la première partie est consacrée aux méthodes de caractérisation du milieu poreux puis on abordera les méthodes de caractérisation physico-mécaniques du matériau et enfin les méthodes de détermination des paramètres de transfert thermique et hydrique à l'échelle macroscopique du milieu.

II.1 Caractéristiques physico-mécaniques :

II.1.1 Masse volumique apparente :

Par définition, la masse volumique apparente sèche ρ_0 est le rapport de la masse de l'échantillon M à son volume apparent à l'état sec V_s . L'état sec est obtenu par séchage de l'échantillon en étuve ventilée à 70°C jusqu'à masse constante. Cette masse est considérée comme atteinte lorsqu'en l'espace de 4 heures elle n'accusera qu'une diminution égale ou inférieure à 0.2% [RILEM, 1974]. Les pesées sont effectuées à 0.01g près et les dimensions des échantillons sont déterminées à l'aide d'un pied à coulisse avec une précision de 0.01cm. La masse volumique apparente est la moyenne des mesures effectuées sur trois échantillons de chaque composition.

II.1.2 Masse volumique absolue :

La masse volumique absolue ρ_s est déterminée par la méthode de déplacement du liquide au pycnomètre. La méthode consiste à broyer une portion d'environ 100 à 150 g du matériau sec dans un broyeur à jarre jusqu'à une finesse limite. Une quantité de la poudre obtenue sera pesée à 0.01g près puis introduite dans un pycnomètre initialement rempli d'eau jusqu'à un niveau repère. La différence du niveau d'eau du pycnomètre avant et après introduction de la poudre permet d'en

déduire le volume apparent des grains solides du matériau et par la suite la masse volumique absolue du matériau. L'essai est effectué en prenant trois proportions différentes prises aléatoirement des différentes compositions du béton argileux étudié. La valeur moyenne des masses volumiques absolues est prise comme valeur de ρ_s .

II.1.3 Résistance mécanique :

Les résistances mécaniques en compression sont déterminées sur des éprouvettes cubiques de dimensions (100x100x100 mm). Avant l'essai, les éprouvettes sont conservées en salle humide à $T=20\pm 1^\circ\text{C}$ et $\phi=90\%$ pendant 28 jours. Les éprouvettes sont ensuite séchées en étuve ventilée à $70\pm 1^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante. A cause du retrait causé par le séchage et pour plus de précision les dimensions des éprouvettes sont mesurées une deuxième fois à l'aide d'un pied à coulisse avant de les soumettre à l'essai de compression. La presse hydraulique utilisée est du type **PERRIER 1297 classe.B** d'une capacité de 300 kN (Photo 2.1). La vitesse de chargement est préalablement réglée de telle sorte que la rupture surviendra dans au moins 30 secondes après le contact du plateau de la presse avec la surface horizontale de l'éprouvette d'après les recommandations de **RILEM**. Au moment de la rupture la charge de rupture F_c (kN) est affichée sur le cadran de la presse. La résistance en compression est calculée en utilisant la relation :

$$\sigma_c = \frac{F_c}{A} \quad (2.1)$$

où :

A (m^2) : est la surface de contact (éprouvette-plateau de la presse)= surface horizontale de l'éprouvette.

A noter que la résistance retenue est la moyenne de trois mesures de chaque composition du matériau étudié.

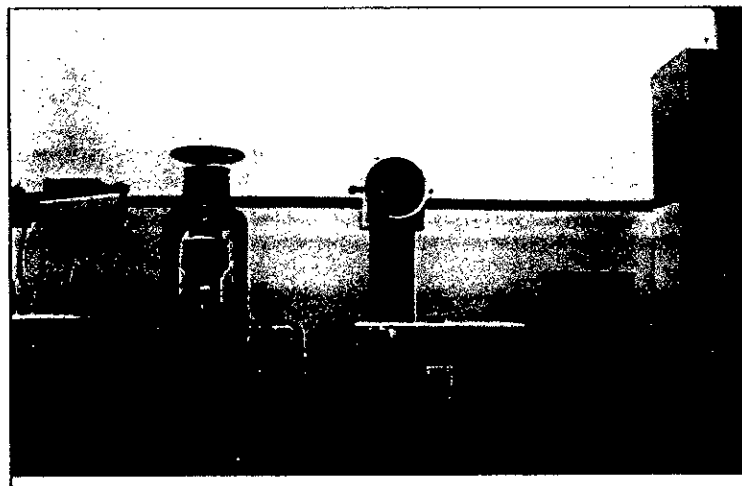


Photo 2.1: Presse hydraulique type PERRIER 1297 classe B

II.2 Identification de la structure poreuse du matériau:

Les caractéristiques thermiques et hydriques d'un matériau poreux sont fortement liées à sa structure poreuse, à la géométrie et la minéralogie des grains composant sa matrice solide. Une identification de la structure poreuse et de la composition minéralogique de la matrice solide sont des éléments nécessaires pour décrire et modéliser les phénomènes de transfert de chaleur et de masse.

II.2.1 Caractérisation globale du milieu poreux :

Une des principales caractéristiques du matériau poreux est, évidemment, sa **porosité totale** : elle est déterminée en fonction des masses volumiques apparente ρ_0 et absolue ρ_s par la relation suivante :

$$\varepsilon_0 (\%) = 100 \cdot \frac{V_v}{V_t} = 100 \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho_s} \right) \quad (2.2)$$

D'autres techniques sont également utilisées pour accéder à la porosité utile des matériaux élaborés, il s'agit de la porosimétrie au mercure et l'immersion dans l'eau sous vide.

II.2.2 Caractérisation du réseau poreux :

II.2.2.1 La porosimétrie au mercure :

Les essais de porosimétrie au mercure ont été réalisés au laboratoire du Centre Scientifique et Technique de la Construction à Limelette (Belgique) qui dispose d'un porosimètre de type **Micrometrics**, modèle **Autopore III 9420**.

Cette méthode est la plus utilisée pour accéder à la distribution porométrique d'un milieu poreux. Elle est fondée sur le principe de capillarité observé lors de la pénétration des liquides dans les petits pores. L'analyse de l'essai est basée sur l'équation de **Laplace** appliquée au mercure (fluide non mouillant). On détermine les diamètres de pores D_i (m) (supposés cylindriques) pénétrés par le mercure à une pression donnée P_i par :

$$D_i = - \frac{4\sigma \cdot \cos \beta}{P_i} \quad (2.3)$$

où : σ (N/m) est la tension superficielle du liquide (= 0.485N/m pour le mercure), β est l'angle de contact de l'interface fluide-solide (= 142° pour le cas du matériau étudié d'après les données du porosimètre: voir annexes).

L'essai consiste à mesurer directement le volume de mercure V pénétrant le matériau en fonction de la pression P exercée. En faisant augmenter la pression par paliers successifs on suppose l'invasion de pores de diamètres de plus en plus fins. Nous obtenons ainsi une relation reliant le volume cumulé de mercure (= volume de pores) en fonction des diamètres de pores. Le volume total pénétré donne une estimation de la porosité du matériau. La figure 2.1 est un exemple donnant la répartition du volume des pores en fonction de leurs diamètres pour la matrice du béton argileux étudié. L'allure de la courbe d'intrusion du mercure renseigne aussi sur les diamètres des pores envahis, mais leurs volumes respectifs sont difficiles à estimer. Cette difficulté est due à la surestimation du volume des pores les plus fins au détriment des pores de plus grand diamètre. Ceci est le résultats du phénomène de bouteille d'encre "rétrécissement puis élargissement du pore" **Metz et Knofel (1992)**. Le volume des pores envahis est dans ce cas attribué au diamètre d'entrée généralement de faible taille. La surface spécifique (m^2/g) des pores peut également être estimée à partir des résultats de porosimétrie au mercure. Nous revenons sur ces points dans le chapitre « Matériau et résultats expérimentaux ».

A noter que la porosimétrie au mercure ne peut explorer qu'une gamme de porosité limitée. Par ailleurs, les porosimètres capable d'explorer des pores de rayon inférieurs à 100 \AA doivent atteindre des pressions très élevées et sont donc des appareils très coûteux d'un maniement assez lourd. Ceci n'est pas la limitation la plus « grave » de ce type de méthode : en effet, utiliser la loi de **Laplace** telle que nous l'avons écrite plus haut, revient à assimiler tous les pores à des cylindres ce qui est, évidemment très loin d'être réaliste. Par ailleurs, on doit considérer que l'on est uniquement sensible, en fait, aux diamètres d'entrée des pores. Or, des phénomènes d'hystérésis importants peuvent masquer la réalité de la structure poreuse comme le montre l'exemple de la figure 2.1.

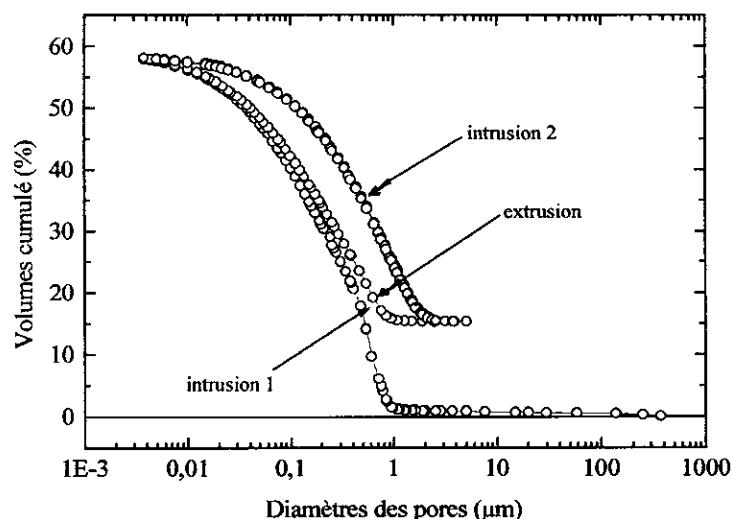


Figure 2.1 : Exemple de distribution du volume de pores en fonction de leurs diamètres obtenue par l'essai de porosimétrie au mercure (**Matériau** : Matrice du béton argileux élaboré)

II.2.2.2 Immersion sous vide :

Dans le souci de déterminer le taux de porosité exploré, nous l'avons également déterminé par la méthode de saturation sous vide. L'essai a été réalisé au laboratoire du Centre Scientifique et Technique de Construction (CSTC) de Limelette (Belgique). Le principe de l'essai consiste à mettre sous vide pendant 24 heures un échantillon du matériau sec de masse M_{sec} et volume V_t connus. La pression pendant les trois dernières heures étant inférieure à 1 mbar. L'eau est par la suite introduite à basse pression et l'échantillon y resté immergé pendant 14 heures. L'échantillon n'a été sorti de l'eau qu'après rétablissement de la pression atmosphérique dans l'enceinte (environ 3 heures après). La masse de l'échantillon saturé M_{sat} a été mesurée. La porosité se calcule par :

$$\varepsilon_0 = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{\rho_l \cdot V_t} \quad (2.4)$$

où $\rho_l = 1 \text{ g/cm}^3$ est la masse volumique de l'eau.

II.2.2.3 Imagerie au microscope électronique à balayage (M.E.B):

L'imagerie au M.E.B a été réalisée dans l'objectif de vérifier l'homogénéité du matériau et d'étudier l'influence de la réaction chimique de la poudre d'aluminium avec la chaux libérée par l'hydratation du ciment sur les liaisons intergranulaires et la compacité du matériau en général. La forme géométrique des pores et leurs interconnexions sont également accessibles par cette technique.

Pour être observables au M.E.B, les surfaces des échantillons de 5 à 10g sont rendus conducteurs par métallisation en les couvrant par vaporisation sous vide d'une couche d'environ 10 à 20nm d'or. Le principe du M.E.B consiste à bombarder un point de l'échantillon focalisé à l'aide de lentilles électromagnétiques par un faisceau d'électrons d'un diamètre inférieur à 10nm. L'intensité des électrons réémis par la surface dépend de l'orientation et de la composition de celle-ci. Les électrons réémis sont captés par un détecteur d'électrons, et le signal électrique ainsi obtenu est amplifié et sert à moduler l'intensité du faisceau d'électrons d'un écran cathodique. Des bobines de balayage permettent au faisceau incident de couvrir ligne par ligne la surface à étudier. Le faisceau d'électrons de l'écran cathodique se déplace de façon synchrone, ligne par ligne ; à chaque position du faisceau incident sur l'échantillon correspond une position du spot sur l'écran cathodique. On obtient ainsi sur l'écran cathodique une image reconstituée de la surface de l'échantillon à partir des signaux fournis par chaque point de la surface.

L'analyse d'image n'a pas pu être effectuée dans cette étude. On se contentera donc d'une analyse qualitative des images obtenues.

II.2.2.4 Imagerie au microscope optique :

Une analyse qualitative de la microstructure portant sur l'homogénéité de la matrice, sa composition minéralogique et l'influence de la réaction avec la poudre d'aluminium sur la forme et la dimension des macropores a été effectuée par imagerie au microscope optique. Les images ont été réalisées au CSTC de Limelette en Belgique sur des lames minces coupées des échantillons de dimensions allant de $(1.5 \times 1.1 \text{ mm}^2)$ à $(4 \times 3 \text{ mm}^2)$. Les images ont été obtenues par réflexion de la lumière sur une surface spécialement préparée à cet effet. Le pouvoir de résolution du microscope optique est limitée par la longueur d'onde de la lumière utilisée. Il est de l'ordre de $0.2 \mu\text{m}$, c'est à dire qu'on ne peut dépasser un grossissement de plus de 1500x contrairement au M.E.B qui peut atteindre des grossissements de 50.000x. On s'est limité à des grossissements de l'ordre de 32x à 100x pour les études au microscope optique contre des grossissements de 50x à 5000x pour les études au M.E.B selon les objectifs visés.

II.2.3 Caractérisation des matières premières :

Nous nous sommes intéressé à la caractérisation du matériau argileux. Les caractéristiques du ciment ainsi que la poudre d'aluminium sont données par le fabricant. Les principales caractéristiques étudiées sont :

II.2.3.1 La distribution des diamètres de grains (analyse granulométrique):

Elle est exprimée par le pourcentage en masse de grains de diamètre sphérique équivalent inférieur à D . Elle est tracée en fonction du logarithme décimal de ce diamètre. Le tamisage est effectué par voie humide et la fraction la plus fine ($< 80 \mu\text{m}$) est analysée par sédimentométrie [Peltier R, 1965]. Le principe de la sédimentométrie est basé sur la loi de Stokes où le diamètre D équivalent est déterminé par :

$$v = \frac{g \cdot D^2 (\rho_s - \rho_l)}{18\mu} = \frac{h}{t} \quad (2.5)$$

avec : v : vitesse de sédimentation, g : accélération de la pesanteur, ρ_s et ρ_l masses volumiques du grain solide et de l'eau liquide, μ viscosité dynamique du liquide.

La fraction massique des grains de diamètre inférieur ou égal à D est obtenue par des mesures de densité de la suspension à différent temps t et à différentes profondeurs h .

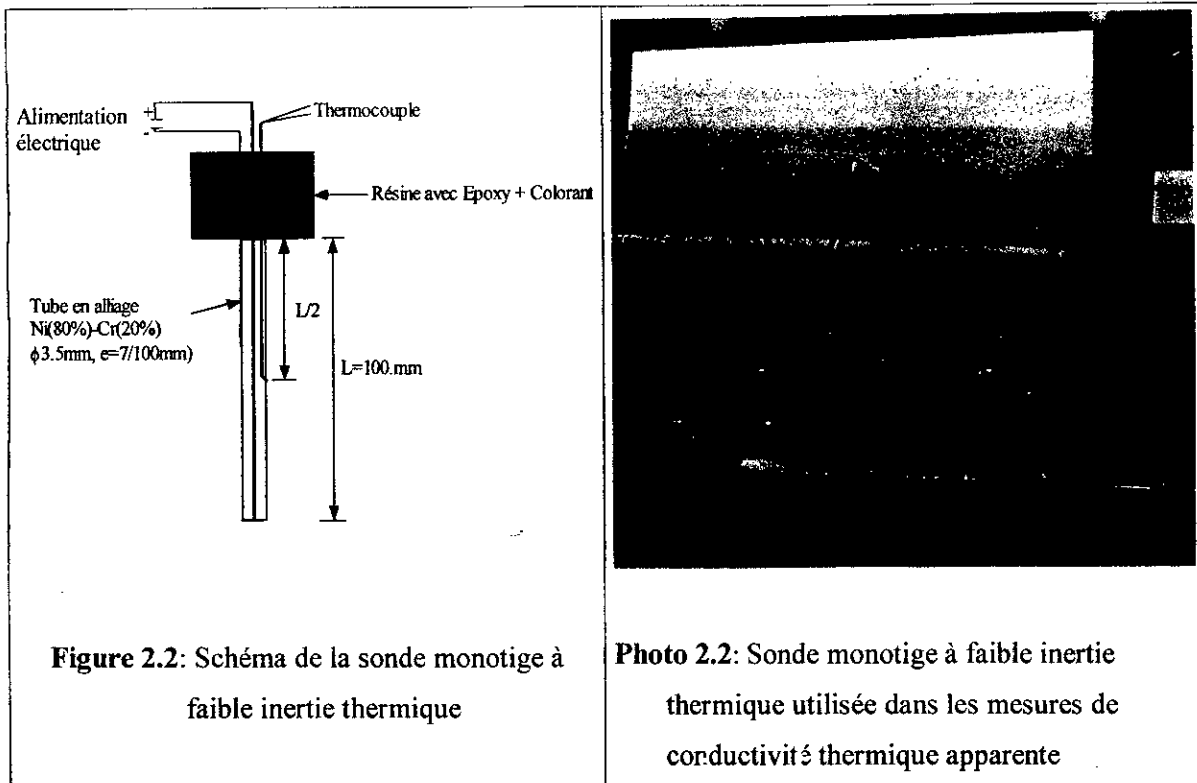
II.2.3.2 La composition minéralogique de l'argile :

Les minéraux présents dans l'argile ont été identifiés par Esteoule-Choux J (1996) en utilisant la méthode d'analyse de diffraction de rayon X. Le diffractomètre est équipé d'un tube à anode de cobalt de rayonnement $\lambda_{\text{Co}} = 1.789\text{\AA}$ et un compteur proportionnel. L'identification des minéraux s'effectue en comparant les diagrammes des échantillons étudiés avec les diagrammes standard des principaux minéraux. Le résultat de cette analyse a été comparé à titre de confirmation au résultat de l'analyse en microscopie optique.

A noter que l'amplitude et le nombre de pics d'une certaine substance obtenus sur le diagramme de diffraction X ne reflète en aucun cas la surabondance de cette substance dans le composé. Ceci dépend du degré de cristallisation et de l'orientation de la substance. Par ailleurs, Klug H.P et Alexander L.E (1954) ont montré qu'il existe une relation entre l'intensité des raies de diffraction d'une espèce minérale et sa concentration dans un mélange, cette relation permet une analyse quantitative des différents minéraux dans le mélange. Cette étude n'a pas été entamé, on s'est limité à une analyse qualitative du diagramme de diffraction X.

II.3 Mesures des paramètres de transfert thermique:

Deux méthodes transitoires sont employées dans ce travail pour l'identification des caractéristiques thermophysiques du matériau élaboré, il s'agit de la technique de la sonde monotige à faible inertie thermique [Laurent J.P, 1986] pour mesurer la conductivité thermique apparente des échantillons à différents taux de saturation en eau et à différentes températures, et la technique de la sonde plane TPS (Transient Plane Source) [Gustafsson S.E, 1991] issue du développement de la méthode THS (Transient Hot Strip) ou méthode de la bande chauffante [Gustafsson et al, 1979], pour la détermination simultanée de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique apparentes.



II.3.1.2 Modèle théorique :

le modèle de **Blackwell (1954)** est utilisé pour décrire le système d'équations représentatif des transferts dans le matériau, la sonde et l'interface. En effet, pour une sonde type monotige le signal d'entrée est le flux électrique $Q_e(t)$ injecté dans l'élément chauffant (échelon) et le signal de sortie l'élévation de température $T_e(t)$ correspondante mesurée dans le corps même de celui-ci. Ce qui correspond au schéma donné en figure 2.3 :

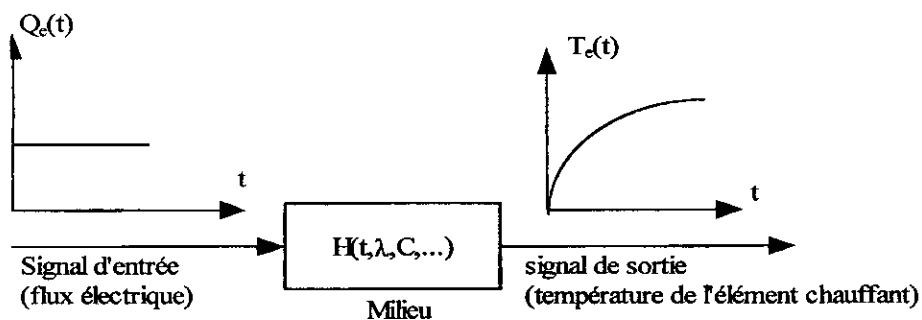


Figure 2.3 : Type de signal d'entrée et de sortie dans un essai de type sonde monotige d'après **Laurent J.P (1986)**.

Le modèle de réponse $H(t, \lambda, C, \dots)$ qui est la sortie correspondant à une entrée en échelon ($Q_e(t) = Q_e$) a été calculé par **Blackwell (1954)** en résolvant l'équation de la chaleur pour un système à deux milieux : la sonde supposée infiniment longue et le matériau. Leur contact est modélisé en introduisant une résistance fictive R_C à l'interface. Dans cette configuration, la température $T_1(t)$ de la sonde supposée uniforme dans l'épaisseur du cylindre et en surface et la température $T_2(r, t)$ dans le matériau étudié en un point situé à une distance $x = r$ de la sonde sont décrit par les équations de transferts :

$$M_s c_s \frac{\partial^2 T_1(t)}{\partial t^2} = Q_e - \frac{2\pi r_s}{R_C} [T_1(t) - T_2(r_s, t)] \dots \dots \dots (\text{sonde})$$

$$\frac{1}{a} \frac{\partial T_2(r, t)}{\partial t} = \frac{\partial^2 T_2(r, t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T_2(r, t)}{\partial r} \dots \dots \dots (\text{matériau})$$
(2.6)

où :

M_s (kg.m⁻¹) la masse de la sonde, c_s (J.kg⁻¹.K⁻¹) sa chaleur spécifique, r_s (m) rayon de la sonde, R_C (Ω) résistance de contact à l'interface sonde-matériau, t (s) le temps et a (m².s⁻¹) la diffusivité thermique du matériau ($a = \lambda C$; λ et C sont respectivement la conductivité thermique et la chaleur volumique du matériau). Les conditions initiales et aux limites sont :

- à $t = 0$ (condition initiale) $T_1(0) = T_2(r, 0)$
 - en $r = r_s$ (interface) $-\lambda \left(\frac{\partial T_2(r, t)}{\partial r} \right)_{r=r_s} = \frac{T_1(t) - T_2(r_s, t)}{R_C}$
 - $r = \infty$, pour tout t $T_2(\infty, t) = 0$
- (2.7)

La résolution s'effectue en prenant la transformée de LAPLACE du système [**Hladik J, 1969**], on aboutit à une réponse de la forme :

$$H(F_0, B_i, \Omega) = T_1(t) \frac{\lambda}{Q_e} = \frac{8\Omega^2}{\pi^3} \int_0^\infty \frac{1 - \exp(-F_0 x^2)}{x^3 (A^2 + B^2)} \cdot dx$$
(2.8)

avec : $A = xJ_0(x) + J_1(x)[(x^2/B_i) - 2\Omega]$; $B = xY_0(x) + Y_1(x)[(x^2/B_i) - 2\Omega]$.

où : $J_0(x)$, $J_1(x)$, $Y_0(x)$, $Y_1(x)$, sont les fonctions de BESSEL de première et de seconde espèce, d'ordre 0 et 1. et :

$F_0 = at/r_s^2$: nombre de Fourier

$B_i = r_s/(\lambda R_C)$: nombre de Biot caractérisant le contact sonde-matériau.

$\Omega = \pi r_s^2 C / (M_s c_s)$: contraste d'inertie entre le matériau et la sonde

II.3.1.3 L'essai et son traitement :

Pour des durées suffisamment importantes, donc pour des nombres de Fourier élevés lorsque r_s est fixé, l'expression (2.8) tend vers une solution asymptotique :

$$T_1(t) = \frac{Q_e}{4\pi \cdot \lambda} \ln(t) + M \quad (2.9)$$

avec : $M = \ln(4a/r_s^2) - \gamma + 2\lambda R_c/r_s$; où γ est la constante d'Euler (0.577215...)

D'où la simplicité de détermination de la conductivité thermique λ . La méthode consiste à effectuer une régression linéaire sur la courbe $T_1(t)=f(\ln t)$ exprimant l'élévation de la température de la sonde. La pente de la droite ainsi obtenue égale à $Q_e/(4\pi\lambda)$ permet de déterminer la conductivité thermique λ .

II.3.1.4 Dispositif expérimental :

Le dispositif expérimental utilisé dans cette technique est représenté en figure 2.4, (Photo 2.3). La sonde est placée dans un trou préalablement foré à l'aide d'une perceuse au milieu de l'échantillon de dimensions (10x10x10 cm³) comme montré sur la Photo 2.4. L'ensemble est ensuite introduit dans une enceinte climatique type **VTRK 150** permettant de régler la température de l'expérience. Les deux thermocouples, de la sonde et celui placé dans l'enceinte climatique pour contrôler la température de celle-ci sont reliés à une centrale d'acquisition de type **Schlumberger 35954-C** comportant 20 voies qui permet de suivre l'évolution de la température en fonction du temps dans la sonde et dans l'enceinte climatique. Les mesures sont ensuite communiquées à travers un câble d'acquisition au micro-ordinateur via une carte interface de type **35984-A**. La compensation de la jonction froide des thermocouples se fait automatiquement à l'aide d'un microprocesseur intégré dans la centrale d'acquisition. La puissance électrique Q_e dissipée dans l'élément chauffant est déterminée connaissant sa résistance $R_s \approx 0.444 \Omega$ et l'intensité de courant le traversant qui peut être lue à travers une alimentation stabilisée type **Schlumberger T30RU2** (max :2A, 30V), soit :

$$Q_e = \frac{R_s I^2}{L} = 4,44 \cdot I^2 \quad (W/m) \quad (2.10)$$

où L est la longueur de l'élément chauffant (=10 cm).

Le synoptique d'un essai type sonde monotige se schématise par l'organigramme donné en (figure.2.5). Un exemple de dépouillement d'un essai de type sonde monotige est représenté en figures (2.6).

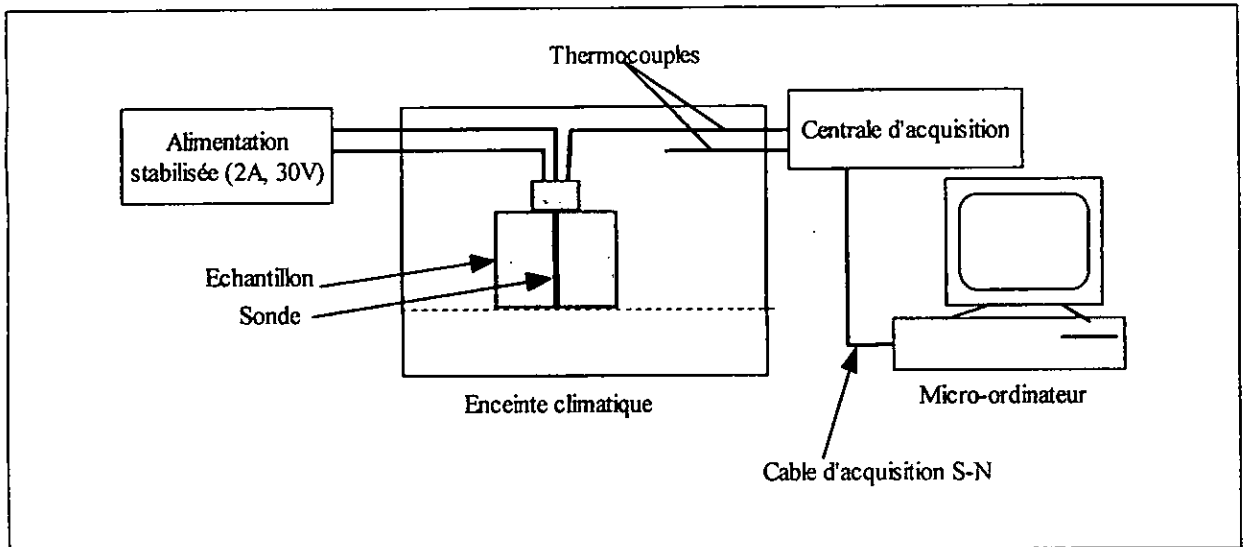


Figure 2.4 : Dispositif expérimental utilisé dans la technique de la sonde monotige

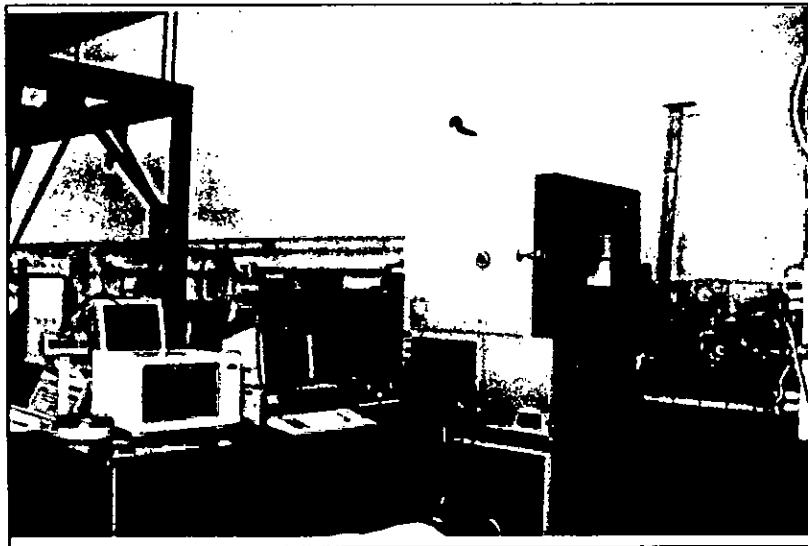


Photo 2.3: Montage expérimental utilisé dans la technique de la sonde monotige

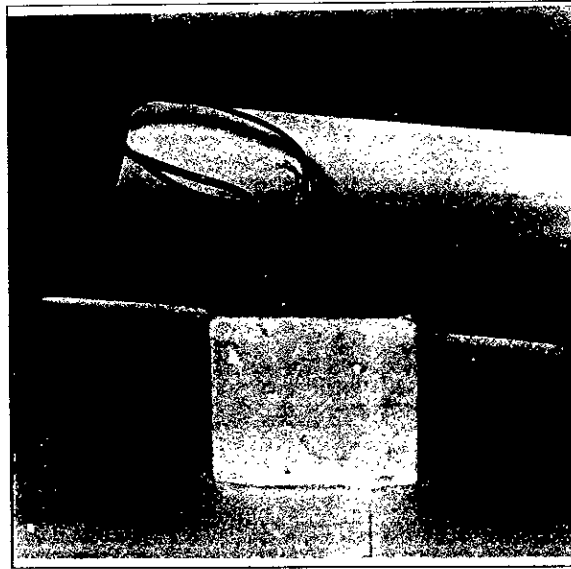


Photo 2.4: Implantation de la sonde monotige
dans le matériau

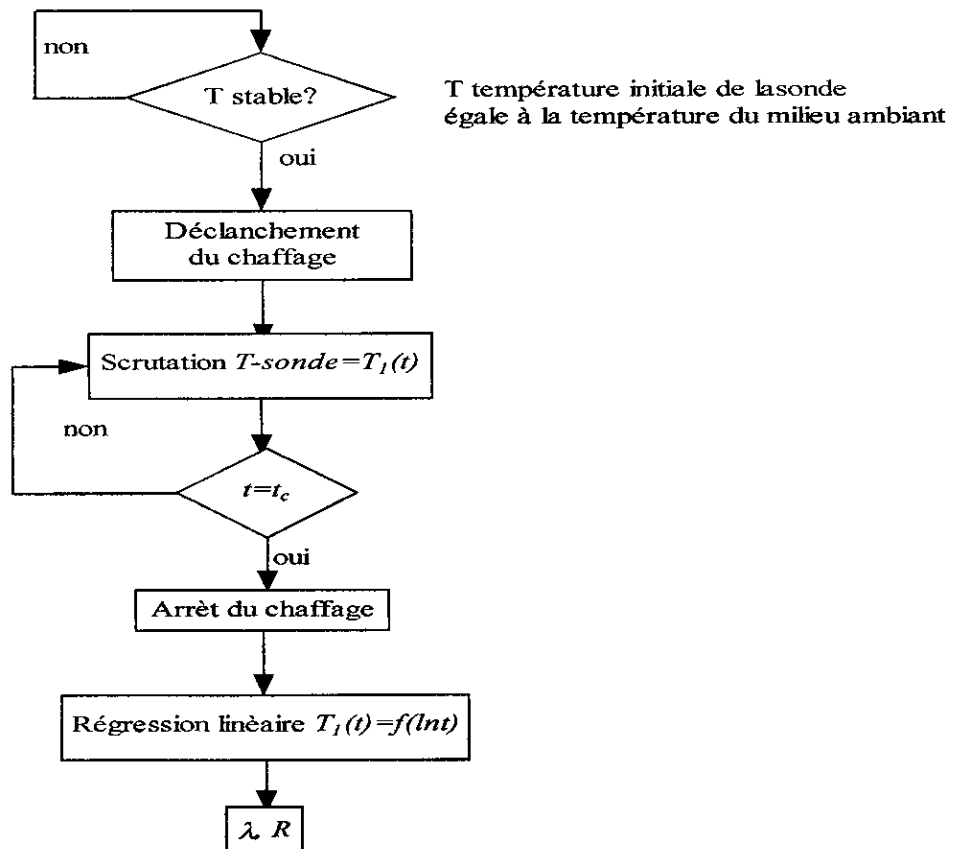


Figure 2.5 : Synoptique d'un essai type « sonde monotige »

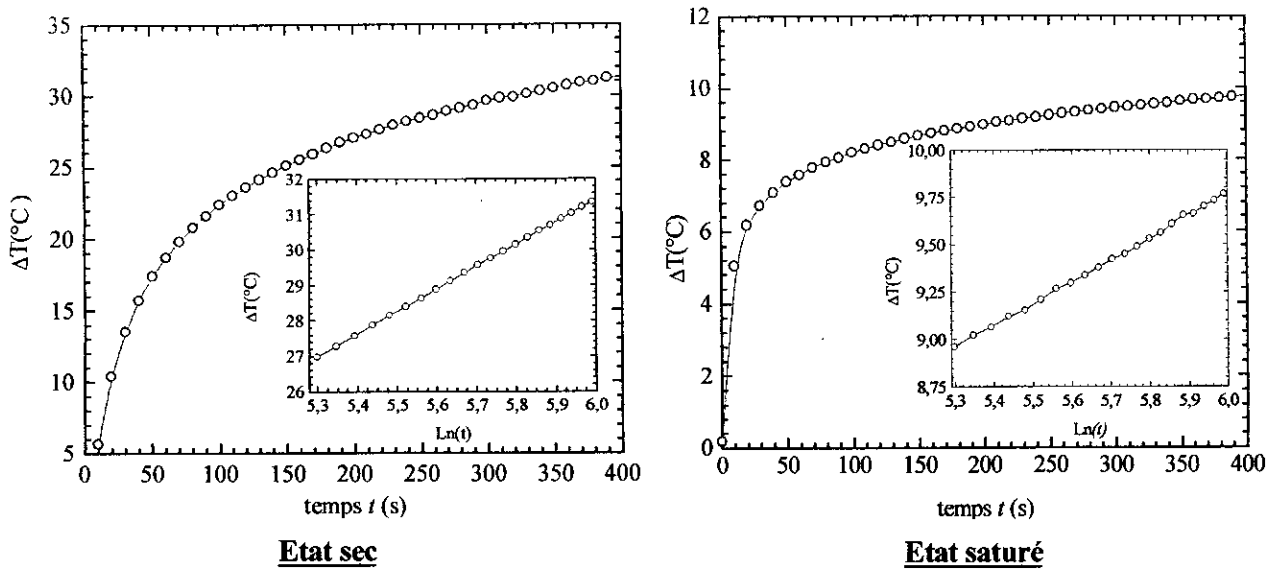


Figure 2.6 : Exemple de traitement de résultats d'un essai type « sonde monotige»
 Courbe expérimentale $\Delta T(t)$ et régression linéaire $\Delta T(\ln t)$ effectuée entre 200 et 400s.

$\Delta T(t)$ représente l'élévation de température de la sonde [$\Delta T(t) = T_1(t) - T_1(0)$]

Matériau : béton argileux cellulaire type E, densité sèche = 0.876

Conditions de l'essai : *Etat sec:* $t_c = 400$ s, $Q_e = 11.94$ W/m, $T_1(0) = 20 \pm 1^\circ\text{C}$.

Etat saturé: $t_c = 400$ s, $Q_e = 12.60$ W/m, $T_1(0) = 20 \pm 1^\circ\text{C}$.

Résultats : $\lambda^*_{sec} = 0.216$ W.m⁻¹.K⁻¹, (coefficient de corrélation = 0.9992).

$\lambda^*_{sat} = 0.826$ W.m⁻¹.K⁻¹, (coefficient de corrélation = 0.9987).

II.3.1.5 Précision des mesures :

L'erreur théorique introduite par la résistance de contact, dans la détermination de la conductivité thermique à l'aide de cette sonde à faible inertie thermique reste d'après **J.P Laurent (1986)** de l'ordre de $\pm 2\%$ pour des résistances de contact correspondant à des mesures dans le sol. La précision théorique devient ainsi satisfaisante compte tenu de la simplicité technologique de la sonde et du mode de traitement des données. Les incertitudes sur les paramètres géométriques de la sonde et sur le flux électrique injecté entraînent une imprécision supplémentaire sur la valeur de la conductivité. Pour cette sonde à faible inertie thermique, la précision est estimée à **5%** [**Laurent J.P, 1986**] ce qui, pour des mesures portant sur des matériaux aussi hétérogènes que les sols, peut être considéré comme satisfaisant. La précision de la sonde utilisée dans ce travail a été estimée à 5% après des tests de mesures effectuées sur un plâtre "étalon" de conductivité thermique connue.

II.3.2 Technique de la sonde plane TPS (Transient Plane Source) :

La détermination simultanée de la conductivité thermique λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$) et de la capacité calorifique C ($J.m^{-3}.K^{-1}$) peut être effectuée en utilisant la technique de la sonde axiale bitige [J.P Laurent, 1986], en adjoignant à l'élément chauffant cité précédemment un thermocouple supplémentaire destiné à mesurer la température dans le milieu à une distance "d" de celui-ci. Le traitement, quant à lui, combine les traitements monotige pour la détermination de la conductivité thermique et bitige pour l'estimation de la capacité calorifique. Malheureusement, compte tenu de l'incertitude due au traitement et l'incertitude sur la connaissance de l'entraxe réel entre l'élément chauffant et le thermocouple, en ajoutant l'erreur théorique introduite par la résistance de contact, la précision de mesure de la capacité calorifique reste assez médiocre. Donc, Les méthodes type sondes axiales à chocs thermiques ne constituent pas le meilleur moyen de déterminer celle-ci.

Afin d'éviter ces sources d'erreurs, une deuxième technique de mesure des caractéristiques thermiques a été employée, il s'agit de la sonde plane TPS [Gustafsson S.E, 1991] issue du développement de la sonde plane THS (Tansient Hot Strip) [Gustafsson et al, 1979].

II.3.2.1 Conception de l'élément TPS :

Le capteur TPS utilisé dans cette méthode est constitué d'un élément résistif faisant simultanément office de résistance chauffante et de capteur de température. Il est destiné à la détermination des propriétés de transport de chaleur dans les matériaux solides.

Les éléments TPS peuvent en principe avoir plusieurs formes géométriques (rectangulaire, disque, etc) dont le choix dépend de plusieurs facteurs tels que la configuration géométrique de l'échantillon, le type de matériau utilisé, etc. Cependant, pour des raisons de commodité tant sur le plan théorique que sur le plan expérimental, deux configurations ont été retenues pour le modèle résistif TPS [Gustafsson S.E, 1991], la forme rectangulaire et la forme disque (figure 2.7). Dans les deux configurations le rapport entre la longueur et la largeur est égal à l'unité ($l=L \leq 40mm$). A l'inverse, dans la technique de la bande chauffante THS ce rapport est compris entre 20 et 30, ceci, afin de minimiser les effets de la longueur limitée de la bande [Gustafsson S.E, 1990].

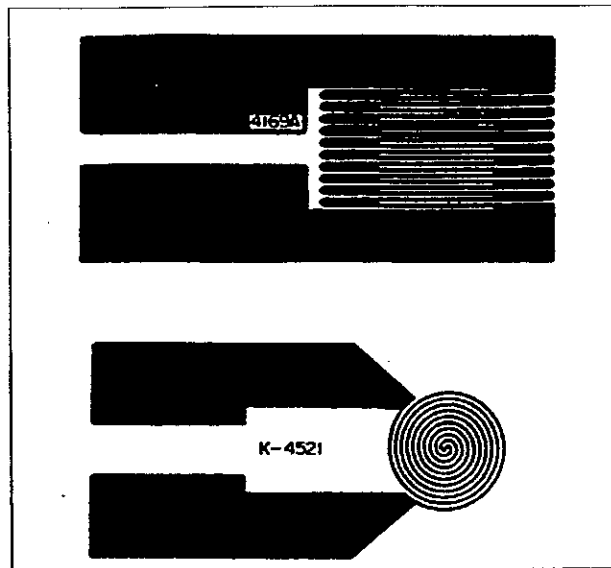


Figure 2.7: Forme rectangulaire et disque du capteur TPS

Dans ce travail, l'élément TPS utilisé est en forme de disque. La source de chaleur est constituée d'une feuille métallique en nickel en forme de spirales bifilaires enserrées entre deux couches isolantes en kapton. Les épaisseurs de la feuille et de la couche de kapton sont respectivement de 10 μm et 25 μm . Les diamètres effectifs des spirales et de la couche de kapton sont respectivement de 20 mm et 25mm. A noter qu'il existe des éléments TPS dont le diamètre des spirales est de 30mm et celui de la couche de kapton est de 40mm.

II.3.2.2 Modèle théorique :

Le modèle théorique proposé par GUSTAFSSON repose sur les hypothèses suivantes :

i) Le milieu est supposé infini homogène et isotrope :

Cette hypothèse est satisfaite si la durée de l'impulsion électrique est suffisamment courte c'est à dire que le temps d'enregistrement du phénomène transitoire doit être tel que l'onde thermique n'atteint pas les bord de l'échantillon. Cela est vérifié si la profondeur chauffée Δ_p « Probing depth » mesurée perpendiculairement à la surface de l'échantillon reste inférieure aux dimensions de celui-ci. La profondeur Δ_p est calculée par la relation :

$$\Delta_p = \kappa \sqrt{(a \cdot t_{max})} \quad (2.11)$$

t_{max} est la durée totale de mesure, a est la diffusivité thermique du milieu et κ une constante qui dépend de la précision de la mesure. Pour l'élément TPS en forme disque Gustafsson et al (1991) proposent

la valeur 1.5 pour la constante κ . Toutefois des travaux récents [Gustafsson S.E, 1991] ont montré que des mesures plus précises peuvent être obtenues en choisissant des valeurs de κ supérieures à 1.5. Pour obtenir simultanément la diffusivité thermique et la capacité calorifique à partir d'un même enregistrement, il est nécessaire que le temps de mesure soit du même ordre que le temps caractéristique θ de l'expérience [Gustafsson et al, 1979]. De ce fait, la profondeur chauffée est généralement légèrement inférieure ou égale au diamètre de l'élément TPS.

ii) La capacité calorifique de l'élément TPS est négligeable, la puissance électrique est constante:

Gustafsson S.E (1991) a montré que la capacité calorifique influe seulement pendant les premières secondes de l'enregistrement du phénomène transitoire. La puissance dissipée devient ensuite presque constante et transmise entièrement dans l'échantillon. Il est donc possible de vérifier ces deux hypothèses en éliminant les points parasites correspondant à environ 5% du temps d'enregistrement pendant le traitement des données.

iii) L'effet des couches isolantes est négligeable.

L'effet des couches isolantes devient aussi négligeable si le temps caractéristique de l'enregistrement θ est largement supérieure au temps caractéristique de l'isolant $\theta_{iso} = (\delta/a_{iso}^2)$ où 2δ est la distance entre deux spirales bifilaires et a_{iso} est la diffusivité thermique de l'isolant. Cette hypothèse est pratiquement satisfaite en éliminant les premiers points d'enregistrement (environ 5% de t_{max}).

iv) La résistance de contact entre l'élément TPS et l'échantillon est négligeable :

v) Les pertes de chaleur à travers les électrodes de l'élément TPS sont négligeables :

Ces deux hypothèses sont respectées en justifiant deux aspects, l'un expérimental et l'autre théorique. L'aspect expérimental consiste à utiliser un circuit électrique assurant la stabilité du courant qui traverse l'élément TPS, par exemple, en utilisant un pont de **Wheatstone** avec un rapport de 100 entre les résistances des deux branches pour qu'environ 99% du courant passe dans la branche du capteur. L'aspect théorique consiste à utiliser un temps de correction, défini comme étant un temps de retard qui empêche l'impulsion d'atteindre sa stabilité au début du phénomène. Ce temps t_l est en effet, une combinaison du temps de retard dû à l'influence des couches isolantes, à la résistance de contact entre le capteur et l'échantillon et au temps de retard intrinsèque des différents appareils (alimentation stabilisée, ordinateur etc...).

Le champ de température est obtenu à partir de la résolution de l'équation de transfert conductif dans un milieu infini, homogène et isotrope éq. (1.18), cette équation peut se mettre sous la forme:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.12)$$

où a ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) est la diffusivité thermique du milieu.

Si on suppose que le champ de conduction est dans le plan (y, z) , l'élévation de température à l'instant t au point (y, z) due à une quantité de chaleur par unité de surface $Q(y', z', t')$ est donnée d'après **Carslaw H.S et Jaeger J.C (1965)** par :

$$\Delta T(y, z, \tau) = \frac{1}{4\pi^{3/2} r \lambda} \int_0^\tau \frac{d\sigma}{\sigma^2} \int_A dy' dz' Q(y', z', t') \exp\left[\frac{-(y-y')^2 - (z-z')^2}{4\sigma^2 r^2}\right] \quad (2.13)$$

avec : $a(t-t') = \sigma^2 r^2$, $\theta = r^2/a$, $\tau = (t/\theta)^{1/2}$

r est le rayon de l'élément TPS, θ est le temps caractéristique de l'expérience, τ est une variable adimensionnelle.

L'élévation de température $\Delta T(\tau)$ causée par le flux de courant à travers l'élément TPS, produira une variation de sa résistance électrique $\Delta R(t)$ donnée par:

$$\Delta R(t) = \alpha R_0 \Delta \bar{T}(\tau) \quad (2.14)$$

R_0 est la résistance initiale de l'élément TPS,

α est le coefficient de température de la résistance et $\Delta \bar{T}(\tau)$ est la variation de température moyenne de l'élément TPS. En supposant l'élément composé de " m " anneaux concentriques de rayons différents placés à des températures différentes durant l'enregistrement transitoire, on peut calculer $\Delta \bar{T}(\tau)$ d'après **Carslaw H.S et Jaeger J.C (1965)** par l'expression :

$$\Delta \bar{T}(\tau) = \frac{P_0}{\pi^{3/2} r \lambda} D_S(\tau) \quad (2.15)$$

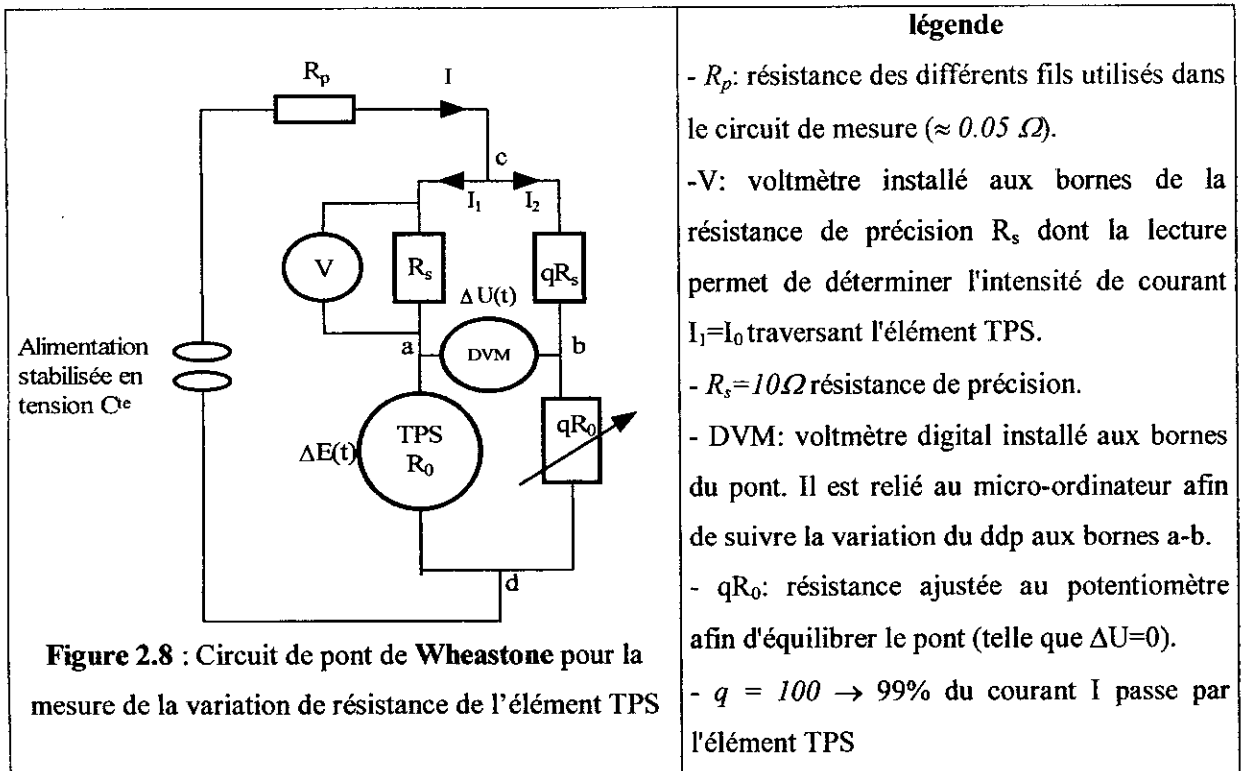
avec:

$$D_S(\tau) = [m(m+1)]^{-2} \int_0^\tau \frac{d\sigma}{\sigma^2} \left[\sum_{l=1}^m l \left\{ \sum_j^m j \exp\left(\frac{-(l^2 + j^2)}{4\sigma^2 m^2}\right) B_0\left(\frac{l \cdot j}{2\sigma^2 m^2}\right) \right\} \right] \quad (2.16)$$

P_0 est la puissance totale dissipée dans l'élément TPS ($P_0 = \pi r^2 \cdot Q$), et B_0 la fonction de **Bessel** modifiée de première espèce.

En raison du changement de température moyenne dans l'élément TPS, la différence de potentiel entre ces bornes changera également lorsqu'il est parcouru par un courant constant. La mesure de la variation de la différence de potentiel aux bornes de l'élément TPS due aux variations de température est réalisée à l'aide d'un pont de **Wheastone** (figure 2.8). Le montage expérimental utilisé dans la technique TPS et représenté sur la Photo 2.5.

L'une des branches du pont est constituée de l'élément TPS de résistance initiale R_0 , et d'une résistance de précision $R_s=10\Omega$, l'autre branche est constituée d'une résistance de $1K\Omega$ et d'un potentiomètre pour équilibrer le pont avant qu'il soit traversé par un courant. Le rapport de résistance entre les deux branches est $q=100$. La valeur de 100 a été choisie pour qu'environ 99% de courant passe par l'élément TPS.



légende

- R_p : résistance des différents fils utilisés dans le circuit de mesure ($\approx 0.05 \Omega$).
- V: voltmètre installé aux bornes de la résistance de précision R_s dont la lecture permet de déterminer l'intensité de courant $I_1=I_0$ traversant l'élément TPS.
- $R_s=10\Omega$ résistance de précision.
- DVM: voltmètre digital installé aux bornes du pont. Il est relié au micro-ordinateur afin de suivre la variation du ddp aux bornes a-b.
- qR_0 : résistance ajustée au potentiomètre afin d'équilibrer le pont (telle que $\Delta U=0$).
- $q = 100 \rightarrow 99\%$ du courant I passe par l'élément TPS

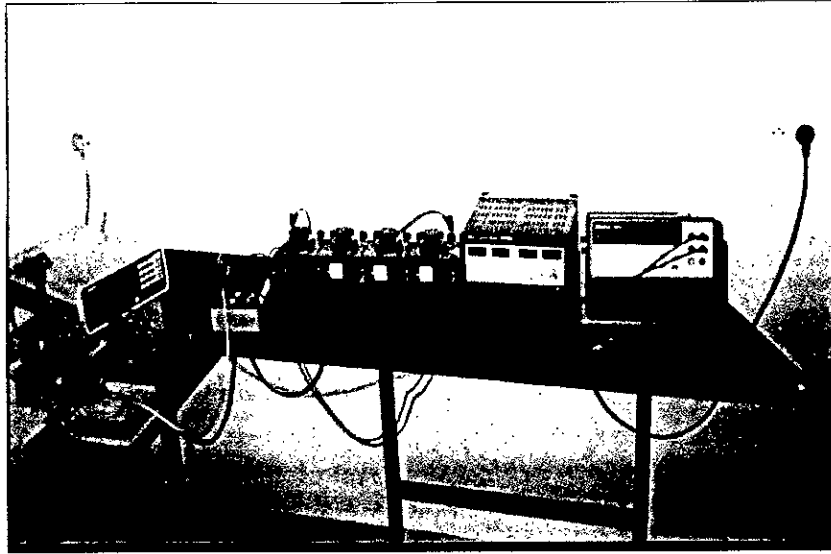


Photo 2.5: Montage expérimental utilisé dans la technique de la sonde TPS

L'analyse du circuit de pont de la figure 2.8 nous permet d'exprimer la variation de la différence de potentiel $\Delta E(t)$ aux bornes de l'élément TPS en fonction de la variation de la ddp $\Delta U(t)$ entre les bornes du pont. Celle-ci s'exprime par la relation :

$$\Delta E(t) = \Delta U(t) [1 - \xi \cdot \Delta U(t)]^{-1}$$

où :

$$\xi = \frac{1}{R_S I_0 \left[1 + \frac{q R_p}{q(R_S + R_0) + R_p} \right]} \quad (2.17)$$

$I_0 (=I_1)$: L'intensité du courant traversant l'élément TPS.

Or, $\Delta E(t)$ peut être exprimée en fonction de la variation de la résistance par la relation :

$$\Delta E(t) = \frac{R_S}{(R_S + R_0)} I_0 \Delta R(t) \quad (2.18)$$

ou encore en utilisant les relations (2.14) et (2.15):

$$\Delta E(t) = \frac{R_S}{(R_S + R_0)} \frac{I_0 \alpha R_0 P_0}{\pi^{3/2} r \lambda} D_S(\tau) \quad (2.19)$$

En calculant $D_S(\tau)$ en utilisant un programme de calcul automatique et par l'enregistrement de la variation du potentiel $\Delta U(t)$, nous pouvons déterminer la conductivité thermique λ ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) connaissant le rapport $\Delta E(t)/D_S(\tau)$.

De même, à partir de la relation (2.19), nous pouvons exprimer la dérivée de $\Delta E(T)$ (variation du potentiel de l'élément TPS) par rapport au temps, par l'expression suivante:

$$\frac{d\Delta E(T)}{dt} \approx \frac{\Delta(\Delta E(t))}{\Delta t} = \frac{R_S}{(R_S + R_0)} I_0 R_0 \alpha P_0 (\pi^{3/2} r \cdot \lambda)^{-1} \left[\frac{\Delta D_S(\tau)}{\Delta t} \right] \quad (2.20)$$

En utilisant la relation $C = \lambda/a$, et la dérivée de l'expression $\tau = (a.t/r^2)^{1/2}$ l'expression (2.20) devient:

$$\frac{d\Delta E(T)}{dt} \approx \frac{\Delta(\Delta E(t))}{\Delta t} = \frac{R_S}{(R_S + R_0)} I_0 R_0 \alpha P_0 (\pi^{3/2} r^3 \cdot C)^{-1} \left(\frac{1}{2 \cdot \tau} \right) \left[\frac{\Delta D_S(\tau)}{\Delta \tau} \right] \quad (2.21)$$

Cette dernière expression permet de déterminer la chaleur volumique C ($\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$) en calculant numériquement les variations $\Delta(\Delta E(t))/\Delta t$ et $\Delta D_S(t)/\Delta \tau$.

De même la diffusivité thermique a (m^2/s) peut être déterminée à partir des valeurs du temps caractéristique θ de l'événement transitoire obtenue par le choix de la valeur de τ donnant la différence minimale entre la réponse expérimentale $\Delta E_{exp}(t)$ (éq. 2.17) et la réponse théorique $\Delta E_{th}(t)$ (éq. 2.19).

Dans ce cas :

$$a = (r \cdot \tau)^2 / t = r^2 / \theta$$

Le coefficient de température α du capteur a été déterminé une fois pour toute en mesurant sa résistance en fonction de la température pour une gamme de température allant de 10 à 60°C. Le coefficient α de l'élément TPS est calculé en adoptant comme fonction de résistance $R(T)$ un polynôme de troisième degré, soit :

$$\alpha(T) = \frac{1}{R(T)} \frac{dR(T)}{dT} = \frac{a_1 + 2a_2T + 3a_3T^2}{a_0 + a_1T + a_2T^2 + a_3T^3} \quad (2.22)$$

où : a_0, a_1, a_2, a_3 sont les coefficients de la fonction d'approximation déterminés à partir des mesures de la résistance de l'élément TPS de diamètre 20mm à différentes températures. Les valeurs de ces coefficients sont reportés sur le tableau (2.1). Le coefficient de corrélation est de 0.999. Les valeurs du coefficient α sont données par la figure (2.9) :

Tableau 2.1 : coefficients d'interpolation du polynôme $R(T)$
pour l'élément TPS de diamètre $d_s=20\text{mm}$

Coefficient	valeur	unité
a_0	4.4685	Ω
a_1	0.0264	$\Omega.K^{-1}$
a_2	$-9.555 \cdot 10^{-5}$	$\Omega.K^{-2}$
a_3	$1.161 \cdot 10^{-6}$	$\Omega.K^{-3}$

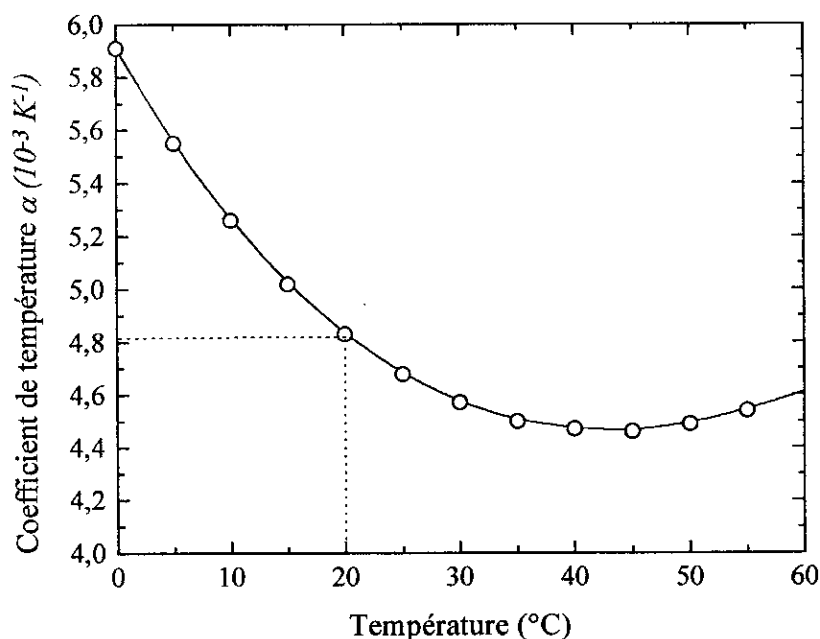


Figure 2.9: Evolution en fonction de la température du coefficient de température α (K^{-1})
de l'élément TPS utilisé

II.3.2.3 L'essai et son traitement :

L'essai consiste à serrer l'élément TPS entre deux échantillons du même matériau de dimensions ($5 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$) comme montré en figure 2.10, les deux extrémités de l'élément TPS sont reliées au circuit de mesure conformément à la figure 2.8. Le pont de wheastone doit être équilibré avant de déclencher le chauffage en ajustant la résistance variable de telle manière que la différence de potentiel ΔU entre les bornes de pont (a-b) soit pratiquement nulle. Après avoir équilibré le pont, on déclenche le chauffage de l'élément TPS par l'intermédiaire d'un signal électrique de courant constant I de

l'ordre de 50 à 350mA selon l'état hydrique du matériau, ce qui correspond à une puissance d'environ 0.6W. Un voltmètre digital (DVM) type HP34401A enregistre au même temps la variation de la différence de potentiel aux bornes du pont $\Delta U(t)$. L'acquisition se fait automatiquement en reliant le voltmètre digital (DVM) à un micro-ordinateur doté d'une carte d'interface IEEE 488, la durée d'acquisition est de l'ordre de 150 à 300s et les résultats $\Delta U(t)$ sont enregistrés dans un fichier dont le nom sera donné avant de commencer l'essai. Un programme de traitement développé sur MATLAB permet de calculer la variation de la différence de potentiel $\Delta E(t)$ au borne de l'élément TPS en fonction des données d'acquisition $\Delta U(t)$ en utilisant la relation (2.17). La fonction $D_s(\tau)$ donnée par (2.16) et sa dérivée $\Delta D_s(\tau)/\Delta \tau$ sont calculé une fois pour toute par MATLAB pour un nombre « m » donné et pour $\tau = 0$ à 3 avec un pas de 0.002 et sauvegardées dans des fichiers appelées D_s et ΔD_s . Les paramètres thermophysiques sont évalués une fois que la différence entre les valeurs expérimentales de $\Delta E(t)$ données par (2.17) et les valeurs théoriques correspondantes données par (2.19) est minimale. Le synoptique d'un traitement de type TPS est donné par la figure 2.11. Un exemple de traitement est donné en figure 2.12.

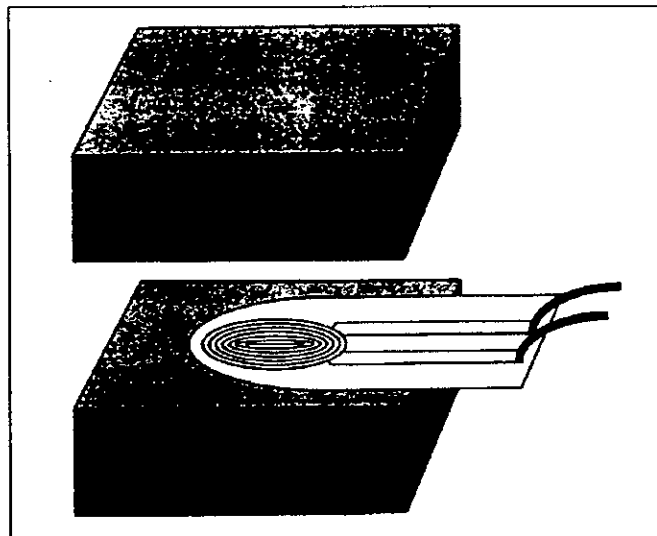


Figure 2.10 : Schéma d'implantation de l'élément TPS dans le matériau

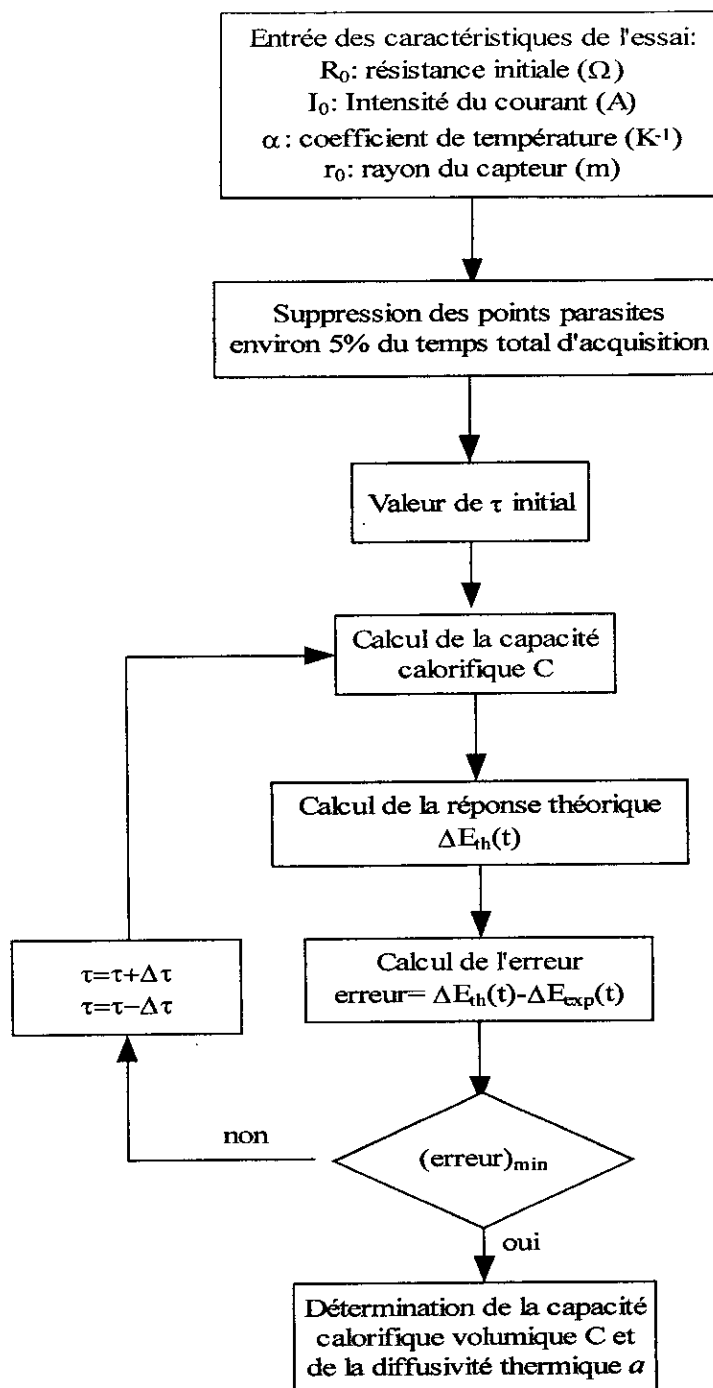


Figure 2.11 : Synoptique du traitement de données utilisé dans la technique TPS pour la détermination de la capacité calorifique C et de la diffusivité thermique α

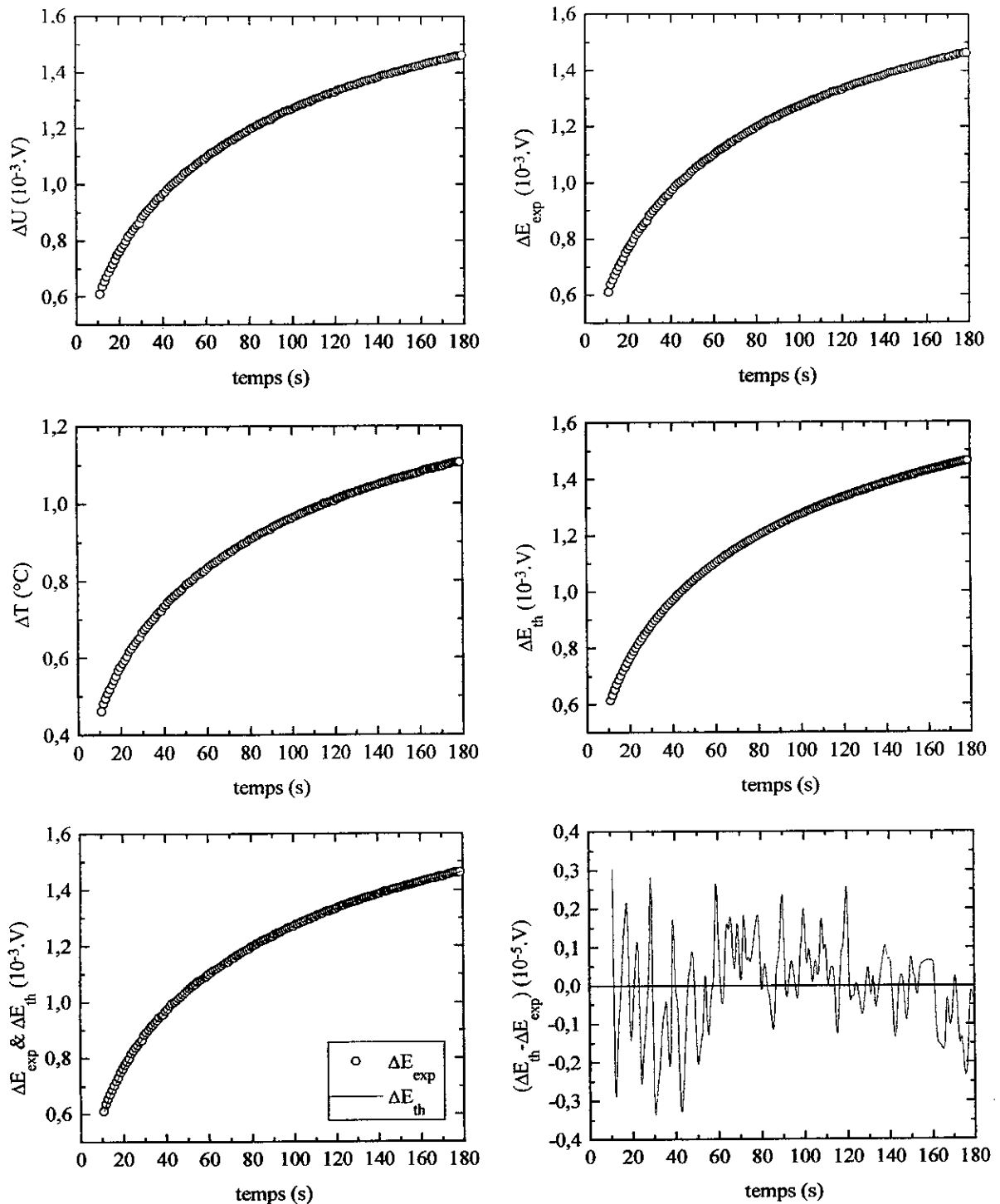


Figure 2.12 : Exemple de traitement et résultats d'un essai de type TPS

Matériau : Béton argileux cellulaire type (B) ; densité sèche = 0.962

Sonde : diamètre = 20 mm ; $R_0 = 4.967 \Omega$

Test : $t_{\text{max}} = 180 \text{ s}$; $I_0 = 83 \text{ mA}$; $T = 20 \pm 1^\circ C$

Résultats : $a = 4,0352 \cdot 10^{-7} \text{ (m}^2/\text{s)}$; $C = 6,8605 \cdot 10^5 \text{ (J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K)}$; $\lambda = 0.2768 \text{ (W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1})$; $\theta = 247.82 \text{ (s)}$

$\tau = 0.8522$; $T_i = 1.1071(^\circ C)$; $\Delta_p = 12.8 \text{ mm}$.

II.4 Propriétés hydriques :

En raison des moyens disponibles au laboratoire et du temps limité imposé pour réaliser ce travail, les propriétés hydriques ont été déterminées dans les conditions ambiantes seulement.

II.4.1 Domaine hygroscopique (isothermes de sorption/désorption) :

La difficulté des transferts de vapeur d'eau en régime non stationnaire réside dans le fait qu'il n'existe pas de relations analytiques simples entre le taux d'humidité, la pression partielle de vapeur et la température. Dans l'état actuel des connaissances, seules les courbes expérimentales de sorption/désorption ou de succion des matériaux peuvent être utilisées.

Les courbes de sorption sont l'expression des phénomènes macroscopiques d'affinité entre l'eau et un solide. On trouvera dans les travaux de **Daïan J.F (1986)** ; **Merouani L (1987)** ; **Couasnet Y (1989)** ; **Quenard D (1989)** une étude plus complète des phénomènes de sorption et du processus de condensation dans les matériaux poreux.

II.4.1.1 Procédure expérimentale :

Les isothermes de sorption/désorption ont été obtenus en plaçant à différentes humidités relatives des échantillons de petites dimensions (de l'ordre de $20 \times 20 \times 10 \text{ mm}^3$) dans une chambre atmosphérique placée à l'intérieur d'une enceinte thermostatée régulée électroniquement. Cette enceinte permet de maintenir l'ensemble de la chambre atmosphérique et du système de saturation à la température voulue. Ceci permet d'éviter tout point froid susceptible de modifier la pression d' H_2O . Le dispositif expérimental est schématisé en figure 2.12.

L'humidité relative souhaitée est obtenue grâce à des mélanges d'eau et d'acide sulfurique (17.82M) dans des proportions déterminées correspondant aux données du tableau 2.3 [**Hand book of chemistry and physics**]. L'atmosphère dans la chambre atmosphérique est maintenue aux caractéristiques désirées par une circulation d'air provenant du système de saturation moyennant un débitmètre.

L'évolution de la teneur en eau dans les échantillons est suivie par une analyse gravimétrique, l'échantillon est pesé en général toutes les 24 heures et remplacé rapidement dans la chambre atmosphérique. Le critère d'équilibre est fixé par la stabilisation de la masse de l'échantillon sur une période suffisamment longue. La durée d'équilibre est dans les environs de 10 à 12 jours pour l'ensemble des compositions du béton argileux élaboré.

La sorption est réalisée sur des échantillons initialement secs, par contre la désorption s'effectue sur les mêmes échantillons initialement saturés en humidité. Les points de la courbe de sorption et de désorption pour une humidité relative donnée sont obtenus par détermination de la teneur en eau à l'équilibre hydrique des échantillons initialement secs et saturés respectivement.

Tableau 2.3 : Humidité relative et pression de vapeur d'eau de l'air dans des conditions d'équilibre au dessus de solutions d'acide sulfurique

Densité de la solution acide	Humidité relative	Pression de vapeur à 20°C
1.00	100.0	17.4
1.05	97.5	17.0
1.10	93.9	16.3
1.15	88.8	15.4
1.20	80.5	14.0
1.25	70.4	12.2
1.30	58.3	10.1
1.35	47.2	8.3
1.40	37.1	6.5
1.50	18.8	3.3
1.60	8.5	1.5
1.70	3.2	0.6

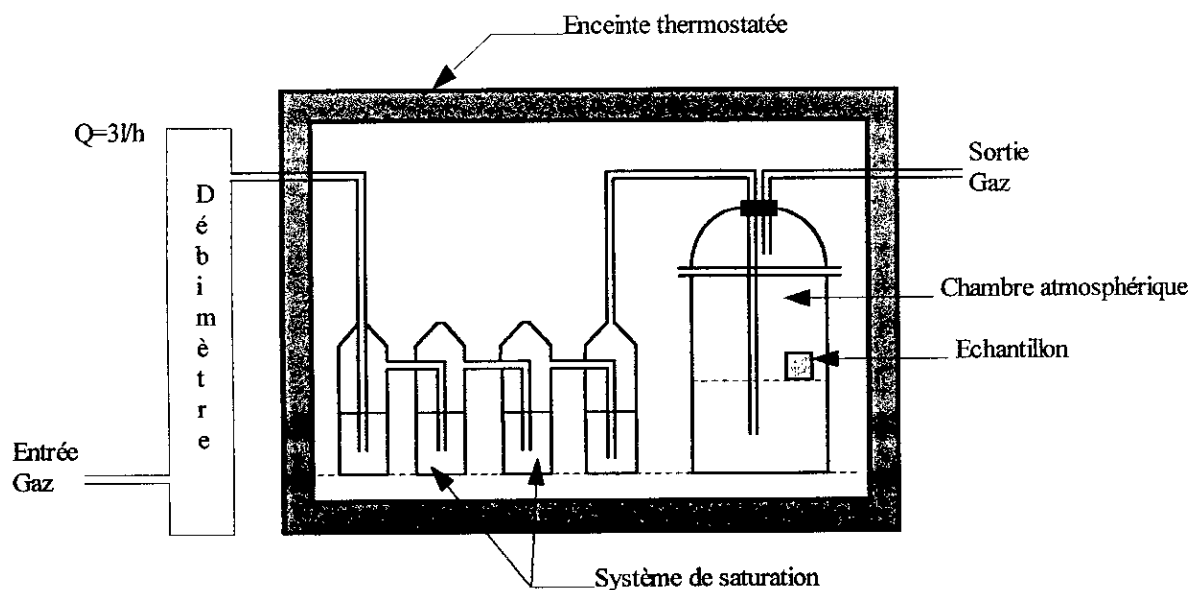


Figure 2.12 : Dispositif expérimental utilisé pour l'essai de sorption et désorption

$$S_m = \sigma_m \omega_m N_A \frac{1}{1000.M} \quad (m^2/g) \quad (2.26)$$

où : N_A est le nombre d'Avogadro ($6.023 \cdot 10^{23}$), σ_m est la constante d'encombrement ($= 1.10^{-19}$), M est la masse molaire de l'adsorbât (eau) égale à 18g. Le programme de calcul des coefficients de lissage et de la surface spécifique est présenté en annexe.

Un exemple de résultats expérimental de l'essai de sorption et le modèle théorique de **Hillerborg** correspondant est représenté en figure 2.13.

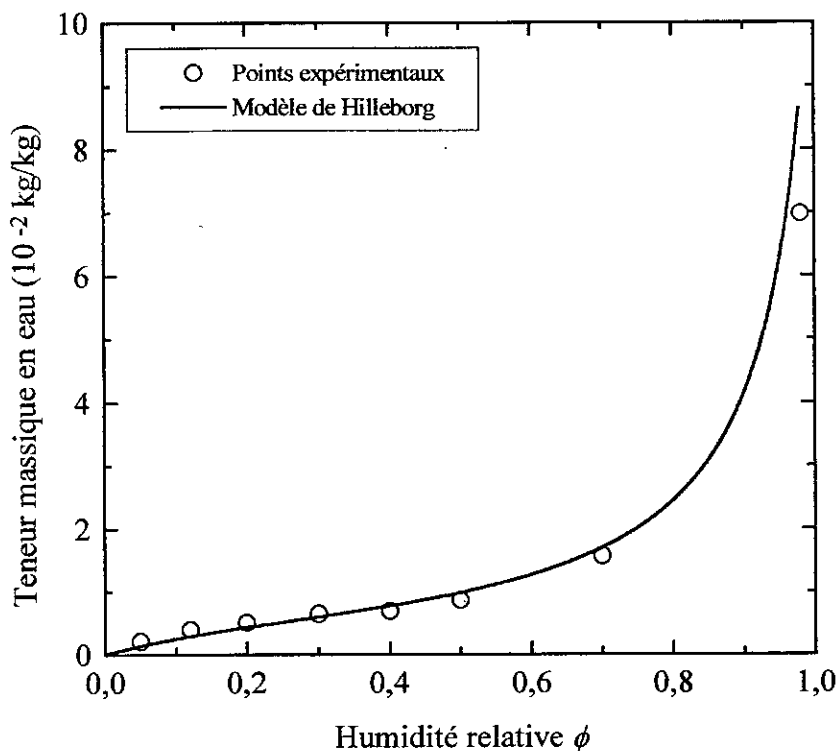


Figure 2.13 : isotherme de sorption: résultats expérimentaux et courbe théorique

Matériau : Béton argileux type A (matrice), densité sèche = 1.038

Température d'essai : $T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$.

Résultats : Teneur en eau critique $\omega_c = 7.10^{-2}$ kg/kg, $\omega_m = 0.62 \cdot 10^{-2}$ kg/kg,

$S_m = 14.391$ m²/g, coefficient de corrélation = 0.994

II.4.2 Domaine capillaire :

Au delà d'une teneur en eau maximale en sorption ω_s , seul un apport d'eau liquide peut encore faire évoluer le transfert d'humidité à l'intérieur du matériau. L'essai qui permet d'évaluer les paramètres de transfert hydrique dans ce cas est l'essai d'imbibition capillaire.

II.4.2.1 Procédure expérimentale :

Les essais d'imbibition capillaire ont été effectués sur des éprouvettes du matériau étudié de section ($4 \times 4 \text{ cm}^2$) et de longueur 16 cm, préalablement séchées à l'étuve. Leurs faces latérales sont imperméabilisées à l'aide d'un film plastique ce qui présente l'éventuel inconvénient de faire obstacle à l'évacuation de l'air chassé par l'imbibition, mais permet de prémunir les faces latérales des éprouvettes contre les échanges d'humidité avec l'air environnant et d'assurer un écoulement unidimensionnel. Leur alimentation en eau liquide est assurée en mettant l'une des sections transversales de l'éprouvette en contact avec l'eau contenue dans un bac de grandes dimensions. La profondeur d'immersion a été prise d'environ 5 mm. La figure 2.14 et la Photo 2.6 présentent le dispositif expérimental utilisé dans l'essai d'imbibition capillaire.

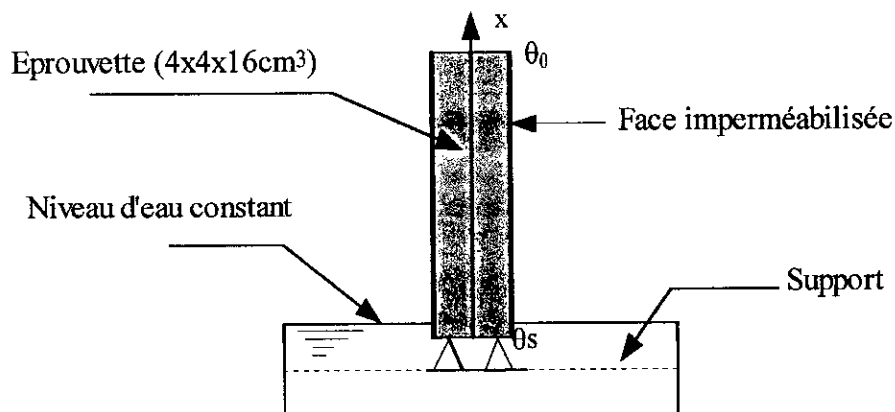


Figure 2.14 : Schéma du dispositif expérimental de l'essai d'imbibition capillaire

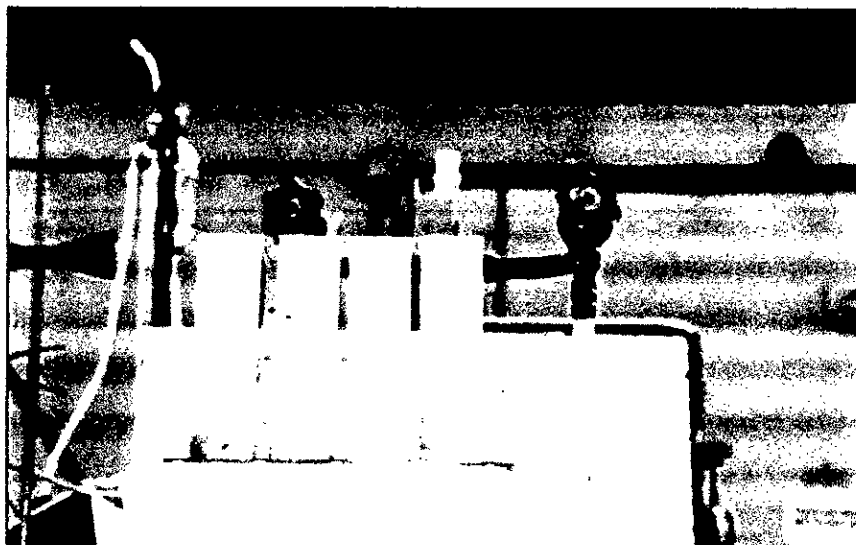


Photo 2.6: Montage expérimentale utilisé dans l'essai d'imbibition capillaire

II.4.2.2 Modèle théorique :

Le paramètre de transfert déterminé par cet essai est la diffusivité hydrique $D_w(m^2/s)$ en phase liquide appelée également coefficient de transport capillaire. C'est un paramètre fondamental dans les problèmes de simulation du mouvement de l'humidité dans le matériau décrit par les modèles mathématiques de transfert d'humidité, variable avec la température et la teneur en eau. La variation de ce coefficient avec la température est due principalement aux variations de la viscosité et de la tension superficielle du liquide [Crausse P, 1983]. Dans cette étude on s'intéresse à l'influence de la teneur en eau sur le coefficient de transport capillaire dans les conditions ambiantes.

L'équation de transfert isotherme d'humidité exprimée en fonction de la teneur volumique en eau $\theta(m^3/m^3)$ s'écrit dans le cas d'un écoulement unidimensionnel dans un milieu poreux non saturé et homogène, sous la forme :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D_w \frac{\partial \theta}{\partial x} \right) \quad (2.27)$$

où : $t(s)$ est le temps, $x(m)$ la coordonnée spatiale.

Avec comme conditions initiales et aux limites :

Condition au limite: à $x = 0$ et pour $t \geq 0$, $\theta = \theta_s$

Condition initiale: à $t = 0$ et pour $x > 0$, $\theta = \theta_0$

En général, ce paramètre est déterminé par le tracé des profils hydriques $\theta(x,t)$ caractérisant l'évolution de la teneur en eau à travers l'échantillon dans l'espace et dans le temps. L'utilisation de la transformée de **Boltzmann** ($b = x.t^{1/2}$) permet de regrouper l'ensemble des profils hydriques en une courbe unique appelée profil type $\theta(b)$ solution de l'équation différentielle (2.27) après transformation, soit :

$$-\frac{b}{2} \left(\frac{d\theta}{db} \right) = \frac{d}{db} \left(D_w \frac{d\theta}{db} \right) \quad (2.28)$$

avec : $\theta = \theta_s$ pour $b = 0$ et $\theta = \theta_0$ lorsque $b \rightarrow \infty$

Le coefficient de transport capillaire à une teneur en eau θ est déterminé par intégration de l'équation (2.28) ce qui donne :

$$D_w = -\frac{1}{2} \frac{1}{\left(\frac{d\theta}{db} \right)_\theta} \int_{\theta_0}^{\theta} b.d\theta \quad (2.29)$$

La pente $\left(\frac{d\theta}{db} \right)_\theta$ et l'aire $\left(\int_{\theta_0}^{\theta} b.d\theta \right)$ peuvent être déterminées expérimentalement à partir du profil

type $\theta(b)$. La figure 2.15 représente un exemple de profil type $\theta(b)$ obtenu par transformation des profils spatio-temporels en fonction de la variable de Boltzmann.

Dans cette étude nous avons utilisé la teneur en eau volumique θ plutôt que la teneur pondérale ω . Cela ne change rien dans la théorie étant donné que $\theta = d_0\omega$ où d_0 est la densité sèche apparente du matériau.

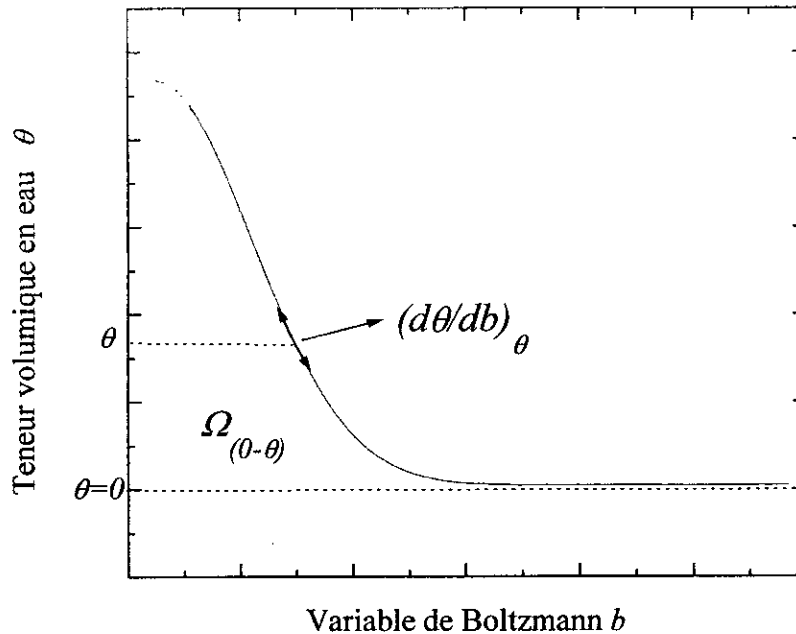


Figure 2.15 : Exemple de profil type $\theta(b)$

Un autre paramètre appelé « sorptivité » peut être déterminé à partir de cet essai. Il a été introduit pour la première fois par **Philip J.R (1957)** dans la théorie de l'infiltration. Cette terminologie a été également adoptée par la suite par **Christopher H (1977, 1981); Christopher H et al (1986,1993)** dans l'étude du mouvement de l'eau dans les matériaux poreux de bâtiment. Ce paramètre traduit la capacité d'un matériau à absorber l'eau par capillarité pour des conditions initiales et aux limites données. Ce paramètre est une caractéristique macroscopique intrinsèque du matériau poreux, utilisé dans l'étude de la durabilité des matériaux de construction.

En effet, on peut déduire de l'équation (2.27) le volume cumulé d'eau absorbé par unité de surface :

$$i = t^{1/2} \int_{\theta_0}^{\theta_s} b \cdot d\theta = S_w \cdot t^{1/2} \quad (2.30)$$

où S_w ($m \cdot s^{-1/2}$) est la sorptivité du matériau généralement exprimée en ($mm \cdot mn^{-1/2}$) au lieu du ($m \cdot s^{-1/2}$) pour des raisons de commodité. Elle est équivalente au coefficient d'absorption capillaire utilisé par les recommandations de la **RILEM CPC 11.1 (1974)**.

Expérimentalement, la sorptivité S_w est déterminée directement par une méthode gravimétrique en traçant l'évolution du volume d'eau absorbé par l'échantillon par unité de surface absorbante en fonction de la racine carrée du temps. La courbe d'évolution obtenue est généralement une droite dont la pente exprime la sorptivité du matériau. Le quantité d'eau absorbé est mesuré à des

intervalles de temps par pesée avec une précision de 0.01g. Le volume d'eau étant déduit connaissant la masse volumique de l'eau liquide (1g/cm^3).

II.4.2.3 Détermination des profils hydriques :

Les méthodes généralement employées pour déterminer les profils hydriques $\theta(x,t)$ sont : l'atténuation des rayons γ et la résonance magnétique nucléaire RMN [Crausse P, 1983 ; Perrin B et Javelas R, 1987 ; Bellini D.J.A, 1992 ; Kaufmann et al, 1997 ; De Freitas et al, 1991]. Ces deux techniques ont l'avantage de poursuivre automatiquement l'évolution de la teneur en humidité dans un milieu poreux sur une période de temps assez longue (quelques jours). Malheureusement, elles nécessitent des moyens qui ne sont pas accessibles dans la plupart des laboratoires.

Dans cette étude, nous avons développé une nouvelle technique pour l'estimation de la diffusivité hydrique. Cette méthode nécessite seulement, une balance d'une précision de 0.01g, une étuve et un chronomètre. Le principe de la méthode consiste en la détermination de l'évolution en fonction du temps du volume d'eau absorbé par différentes hauteurs de l'échantillon. Celles-ci sont découpés d'une même éprouvette ($4 \times 4 \times 16\text{ cm}^3$) à l'aide d'une scie rotative.

Les hauteurs des différents éléments découpés doivent être déterminées préalablement de sorte que la différence entre deux hauteurs successives h_i et h_{i+1} soit égale à la hauteur du volume local Δh fixé auparavant (le volume local = $\Delta h \cdot A$ doit être représentatif, A est la section absorbante de l'éprouvette) et qui fait l'objet du suivi de l'évolution de la teneur en eau dans le temps. Les hauteurs successives prises en compte dans cette étude sont : 10mm, 20mm, 30mm, 40mm, 50mm. La différence entre les hauteurs successives est de 10mm, elle représente pour nous le volume local objet du suivi des profils hydriques à différentes abscisses. La figure 2.16 schématise le dispositif expérimental utilisé pour la détermination des profils hydriques.

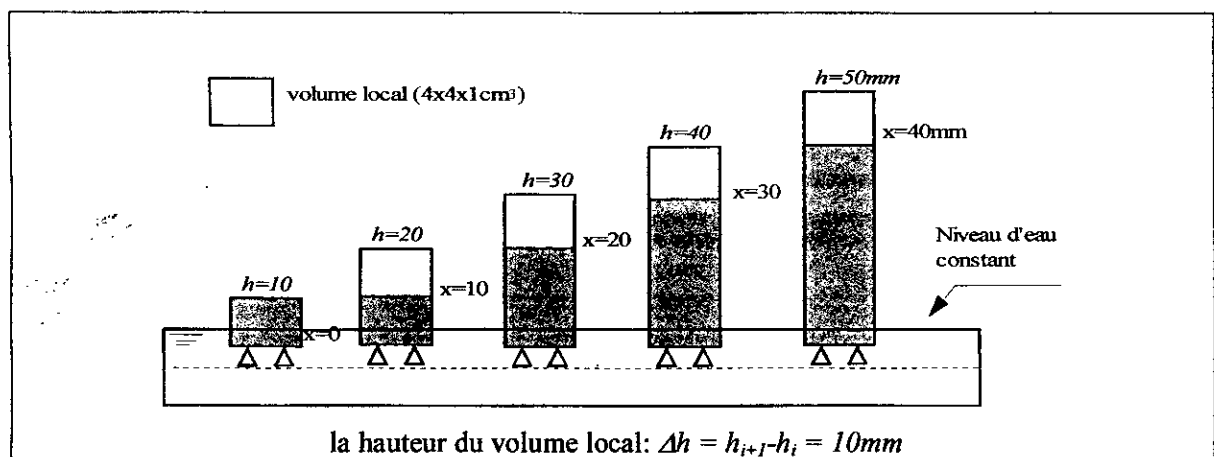


Figure 2.16 : Schéma de l'essai d'imbibition capillaire utilisé pour la détermination des profils hydriques.

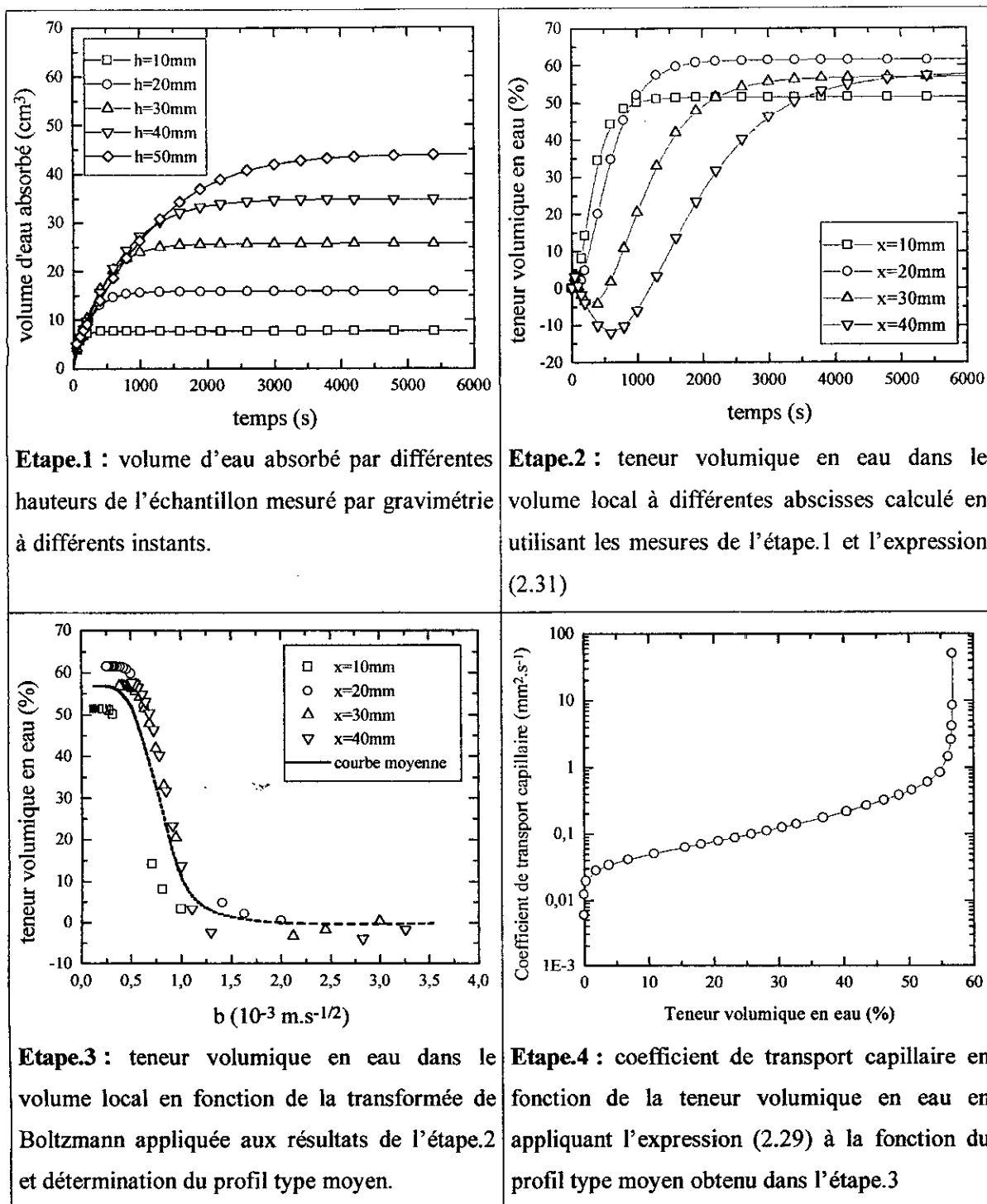


Figure 2.17 : Les différentes étapes utilisées dans la détermination des profils hydriques et de la diffusivité hydrique en utilisant la méthode gravimétrique élaborée dans ce travail.

Exemple : Béton argileux léger type-A (matrice). densité sèche = 1.038, porosité = 0.579

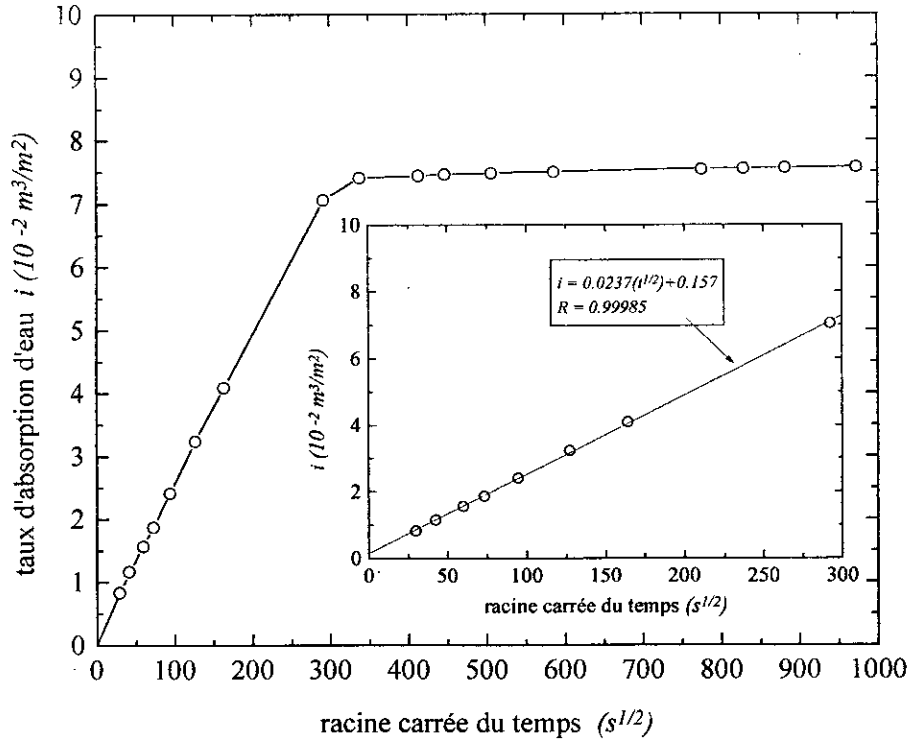


Figure 2.18: Exemple d'évolution du taux d'absorption d'eau en fonction de la racine carrée du temps. La première étape d'absorption est représentée à l'intérieur de la figure. La pente de cette partie exprime la sorptivité du matériau.

Matériau: Béton argileux type (A): densité = 1.038; porosité = 0.579.

Résultats: $S_w = 0.0237 (10^{-2} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1/2}) = 1.836 \text{ mm} \cdot \text{mn}^{-1/2}$.

II.5 Synthèse du chapitre II :

Ce chapitre a été consacré au développement des techniques expérimentales utilisées dans la caractérisation physicomécanique, microstructurale et thermohydrigue des matériaux élaborés dans ce travail. Les caractéristiques physicomécaniques globales auxquelles s'intéresse ce travail sont les masses volumiques apparente et absolue ainsi que la porosité totale. En fonction des sollicitations auxquelles la matériau sera soumis en construction, la résistance mécanique en compression est la seule caractéristique mécanique que nous avons cherché à déterminer. En raison de l'anisotropie due à la géométrie asymétrique de la macroporosité nous nous sommes intéressés à la détermination de la résistance mécanique uniquement dans la direction parallèle au sens de l'expansion (figure 2.19). L'étude microstructurale que nous avons abordée comporte la distribution pométrique établie par la méthode de porosimétrie au mercure. La forme

géométrique des macropores et les liaisons intergranulaires dans les différentes compositions du matériau étudié ont été étudié qualitativement par imagerie au microscope électronique à balayage et au microscope optique. La distribution des diamètres de grains d'argile et la composition minéralogique de celui-ci ont été effectués par sédimentométrie et par analyse de diffraction aux rayons X.

Les caractéristiques thermiques à savoir la conductivité thermique, la capacité calorifique et la diffusivité thermique ont été déterminés en utilisant deux méthodes transitoires. La méthode de la sonde monotige à faible inertie thermique et la méthode de la sonde plane TPS. La première a été utilisée dans l'évaluation de la conductivité thermique apparente des matériaux dans des conditions hygrothermiques variables. La seconde a été adaptée pour l'évaluation simultanée de la capacité calorifique et de la diffusivité thermique des matériaux élaborés. A cet effet et pour des raisons d'ordre pratique, les caractéristiques thermiques ont été mesurées dans la direction perpendiculaire au sens de l'expansion dans le cas de la sonde monotige par contre elles sont déterminées parallèlement au sens de l'expansion dans le cas de la sonde TPS (figure 2.19). Les modèles théoriques et les procédures expérimentales de ces deux techniques ont été développés dans ce chapitre. Enfin, l'étude du comportement hydrique a été abordée en déterminant les caractéristiques de transport d'humidité en phase vapeur "domaine hygroscopique" et en phase liquide "domaine capillaire". Dans le domaine hygroscopique, une méthode dynamique a été employée dans l'étude de l'évolution de la teneur en eau en fonction de l'humidité relative du milieu. Dans le domaine capillaire, une technique gravimétrique originale a été développée et détaillée dans cette partie pour déterminer les profils spatio-temporels de la teneur en eau dans le matériau et permette d'accéder à l'évaluation du coefficient de transport capillaire à une teneur en eau donnée. La méthode d'élaboration du béton argileux ainsi que les résultats expérimentaux seront détaillés au chapitre suivant.

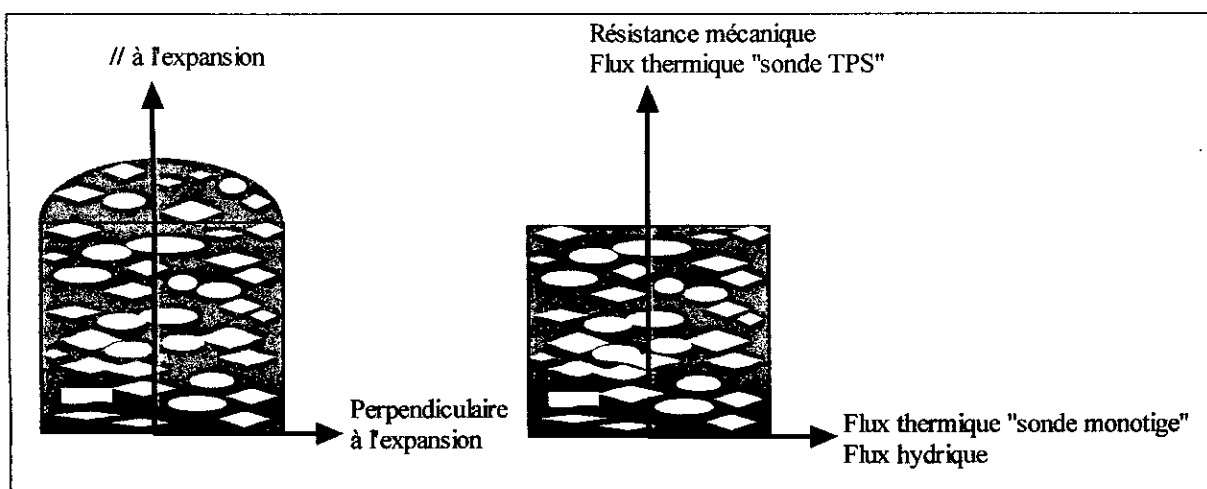


Figure 2.19 : Les directions prises par rapport au sens de l'expansion dans les mesures des caractéristiques mécaniques et thermohydriques

Chapitre III

Matériaux et résultats expérimentaux

Matériaux et résultats expérimentaux

Les matériaux élaborés dans ce travail sont des bétons cellulaires à base d'argile stabilisée au ciment. La structure cellulaire est obtenue par réaction chimique avec l'aluminium pulvérulent. Ces matériaux peuvent être utilisés en bâtiment comme isolants ou isolants porteurs selon leurs caractéristiques thermomécaniques. La résistance mécanique du matériau est assurée grâce aux liaisons intergranulaires dans la matrice argile-ciment tandis que la structure cellulaire joue un rôle très important dans l'amélioration des performances thermiques et dans les phénomènes de diffusion.

Nous présentons dans cette partie les résultats expérimentaux des différentes techniques employées. L'analyse des résultats expérimentaux est également abordée en tenant compte de l'influence de la structure poreuse en particulier l'influence de la macroporosité sur les paramètres de transfert thermohydrique. Des modèles théoriques permettant la prédiction des caractéristiques mécaniques, thermiques et hydriques en fonction de la porosité ont été élaborés et validés. Enfin, et afin de se situer par rapport à d'autres matériaux de construction, les grandeurs thermohydriques ont été comparées aux grandeurs équivalentes données dans la littérature des bétons cellulaires autoclavés, du plâtre, de la brique argileuse et du béton ordinaire.

Ce chapitre sera donc divisé en trois grands volets: le premier sera consacré aux méthodes d'élaboration des bétons argileux cellulaires et les résultats des caractéristiques physicomécaniques et microstructurelles. Dans le deuxième volet on présentera les résultats de l'étude du comportement hydrique. Enfin, les résultats de l'étude du comportement thermique tenant compte du transfert couplé masse-chaaleur est présentée en troisième volet.

III.1 Idée générale sur le matériau :

Dans certaines régions, il existe peu de gisements de sable « propre ». Dans l'ouest de la France, par exemple, les gisements de sables marins fossiles de la fin de l'ère tertiaire ont été très sollicités et sont sur le point d'être épuisés. Ceci conduit à exploiter des sables de plus en plus argileux et les déchets d'exploitation constituent donc des quantités de plus en plus importantes.

Dans l'optique d'une valorisation, l'accent a été mis sur la qualité environnementale et économique des produits élaborés. Ceci signifie l'utilisation au maximum de déchets de produits finis facilement recyclables et possédant de bonnes qualités thermiques. De plus, les techniques utilisées doivent être non polluantes et peu gourmandes énergétiquement. Pour cela, nous avons envisagé une fabrication à froid, une mise en moule par coulage, des quantités de stabilisants faibles et une réduction de la masse volumique. Ces impératifs ont orienté l'étude vers la conception de bétons argileux légers.

Dans cette étude, l'argile employée est stabilisée au ciment. On peut se référer pour plus de détails sur les méthodes de stabilisation du matériau terre dans les études de Herzog A et Mitchel J.K (1963); Za-Chieh Moh (1965) ; Mitchel J.M et El Jack S.A (1966) ; Esteoule J et Perret P (1979). Le ciment, permet d'apporter des caractéristiques mécaniques suffisantes au jeune âge. Cependant, les ciments à haute résistance initiale et les ciments alumineux sont à proscrire. La prise étant trop rapide, ils risquent de figer la structure cellulaire avant que celle-ci ait pu s'établir de façon régulière.

La technique utilisée dans ce travail pour la réduction de la masse volumique du matériau élaboré est la création d'une structure cellulaire dans celui-ci. Le principe du procédé est la formation de bulles de gaz à l'intérieur du matériau frais grâce à l'addition de produits chimiques, en faible quantité, qui peuvent réagir entre eux ou avec les constituants. Nous avons utilisé la réaction de la poudre d'aluminium avec la chaux. Cette réaction est complexe et a déjà été étudiée, notamment dans le cas de pâtes à base de loess et de la chaux [Pigache R, 1978]. Ces études ont tout particulièrement mis en évidence le rôle de la température de l'eau sur la quantité d'hydrogène dégagée, celui de la teneur en eau de la pâte sur la bonne répartition des bulles. Par contre nous n'avons pas trouvé dans la littérature des travaux concernant l'influence de la poudre d'aluminium sur les mélanges argile-ciment.

III.2 Matières premières :

III.2.1 Matériau argileux :

i) Origine géographique et géologique :

Les fines argileuses utilisées pour l'élaboration du matériau étudié dans ce travail proviennent de la carrière des Landelles sur la commune d'Ilifaut dans le département des côtes d'Armor, située à 50 Km environ à l'ouest de Rennes (France).

La matière exploitée en carrière est un paléosol ferralitique de l'ère tertiaire, remanié. Il s'agit d'un sol sablogranuleux contenant des blocs de quartz rubéfiés et de grès ferrugineux. Le paléosol tout venant est tamisé en carrière par voie humide. Les graviers et sables sont commercialisés tandis que la fraction fine, jusqu'à présent inutilisée, est rejetée au fond d'anciens lieux d'extraction bien que sa couleur en fasse un matériau esthétiquement intéressant.

ii) Minéralogie :

Ces fines argileuses sont constituées presque exclusivement de kaolinite [Esteoule-Choux J, 1996]. Différents prélèvements ont montré un pourcentage de quartz inférieur à 5%. Une analyse minéralogique par diffraction des rayons X effectuée sur une fraction du matériau argileux (figure 3.1), montre la présence du kaolinite (K), du quartz (Q) et du mica (M). La structure cristalline en feuillets de la kaolinite a pu être visualisée par une étude au microscope électronique à balayage (Photo 3.1).

Rappelons que les kaolinites sont des silico-aluminates hydratés [demi maille : $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$] dont la structure cristalline est en feuillets. Le feuillet de ce minéral est constitué par une couche dioctaédrique autour des atomes d'aluminium et une couche tétraédrique autour des atomes de silicium qui mettent en commun un plan d'ions oxygènes (structure 1/1), ce qui correspond à une distance interfoliaire de l'ordre de 7 Å [Caillere S et al, 1982].

iii) Granulométrie :

Un tamisage effectué sur un tamis de 0.08 mm montre, dans le cas du matériau utilisé dans cette étude, l'absence d'éléments de dimension supérieure. Ceci confirme la validité de la sélection réalisée au niveau de la carrière puisque l'exploitant commercialise en principe toute la fraction supérieure à 70 µm. L'analyse granulométrique (figure 3.2) réalisée par sédimentométrie sur une fraction de 40g de matériau a donnée la répartition suivante:

- Une fraction d'argile fine représentant 55% des passants cumulés dont le diamètre est inférieur à 2 µm.
- Une fraction d'argile-limon représentant 45% des passants cumulés ont un diamètre compris entre 2 µm et 80 µm.

D'autres caractéristiques de l'argile sont données dans le tableau 3.1.

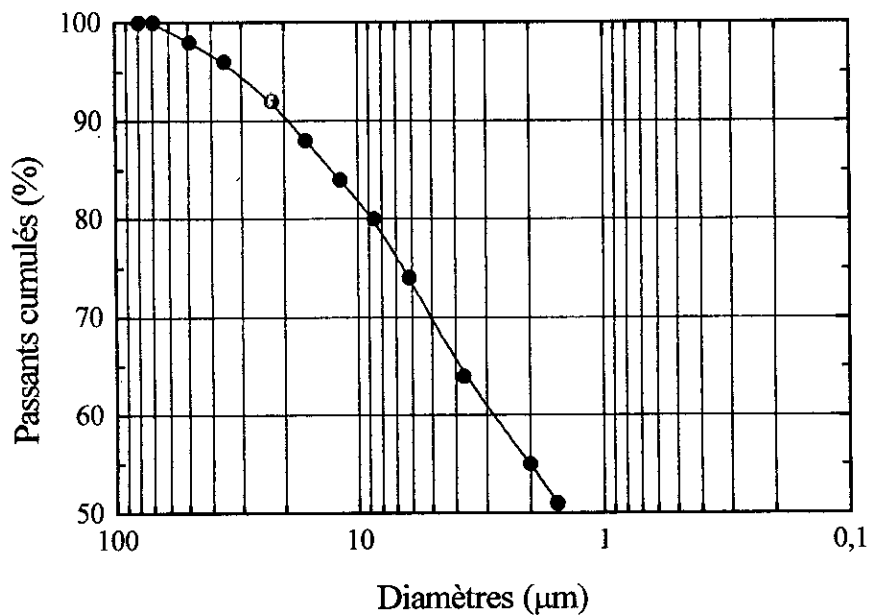
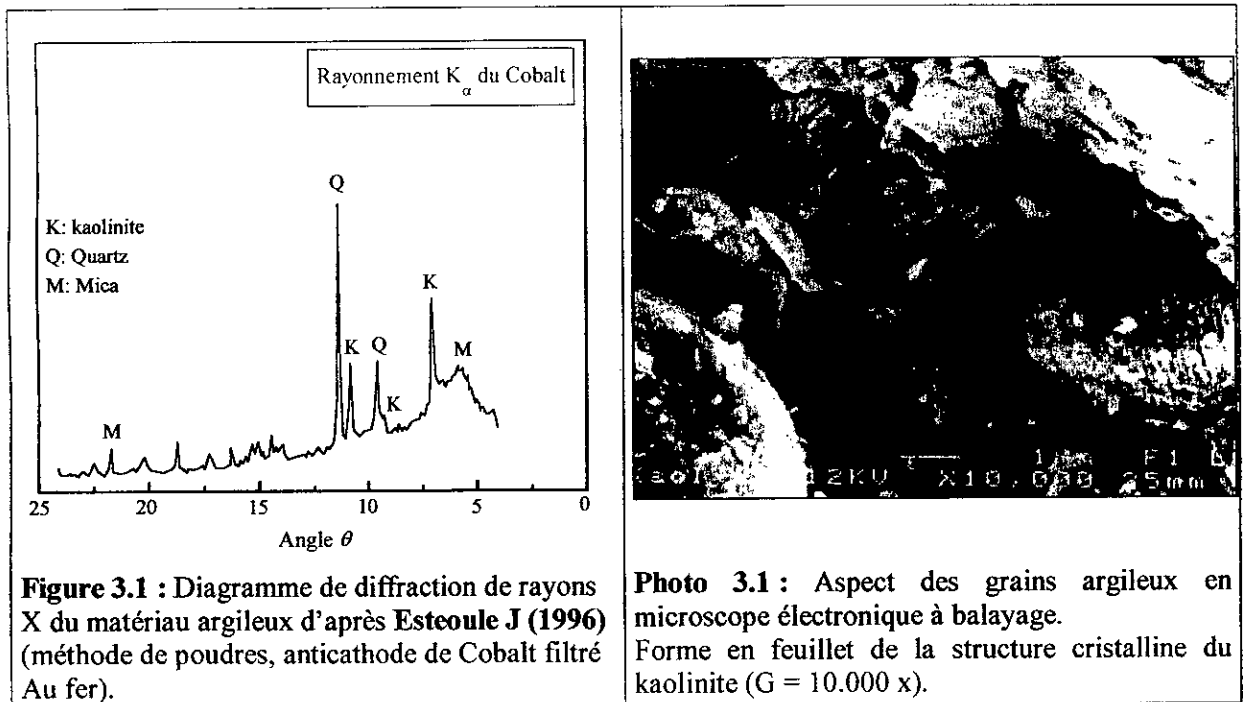


Figure 3.2 : Courbe granulométrique du matériau argileux d'après Al-Rim K (1995)

Tableau 3.1 : Caractéristiques de l'argile de la carrière d'Illifaut d'après Al-Rim K (1995)

Surface spécifique « Blaine » S_m (m^2/g)	Densité absolue d_s	Limites d'Atterberg
≈ 20	2.65	$W_l = 48 \%$, $W_p = 36 \%$ $I_p = W_l - W_p = 12 \%$

Le mécanisme de réaction est donc assez complexe et dépend des conditions de réaction. En effet, **Pigache R (1978)** a montré lors d'une étude sur le béton cellulaire autoclavé que la quantité de bulles d'hydrogène formées augmente en fonction de la température de l'eau ajoutée. En étudiant un mélange à base de loess (70% loess, 30% de chaux éteinte, de la poudre d'aluminium et très peu de ciment) **Pigache R (1978)** a mis en évidence une relation entre la densité du produit obtenu et la température de l'eau de gâchage. Il a pu montrer, en faisant varier la température de 15°C à 65°C, que la densité la plus faible était obtenue pour une température de l'eau de gâchage d'environ 43°C.

En résumé, le volume du gaz d'hydrogène dégagé lors de la réaction chimique ainsi que la répartition des cellules dans le matériau sont, en règle générale, régis par la quantité d'aluminium et sa qualité, par la nature du liant, la proportion et la température de l'eau de gâchage.

De plus, Il est important de fixer les caractéristiques du malaxage lors de la préparation de la pâte car celui-ci a une importance prépondérante sur la masse volumique, la répartition et la forme des pores, et par conséquent sur les caractéristiques thermophysiques du matériau consolidé. Nous avons procédé comme suit:

Le mélange argile-ciment est malaxé à sec, pendant deux minutes, à vitesse lente, à l'aide d'un malaxeur à mortier normalisé à axe vertical à trois vitesses (60,120 et 180 tr/mn). L'eau de gâchage (à température ambiante) est graduellement versée dans le mélange, sans interrompre le malaxage. La durée de malaxage en phase humide est fixée à quatre minutes : deux minutes de malaxage à vitesse lente, puis un arrêt pour racler les parois et surtout le fond du récipient pour homogénéiser le mélange. Le malaxage reprend ensuite pendant deux minutes à vitesse moyenne. En arrêtant une deuxième fois le mouvement du malaxeur pour pouvoir ajouter la poudre d'aluminium, puis redémarrer le malaxage pendant une minute à vitesse lente suivie d'une minute à vitesse moyenne.

La mise en moule doit se faire immédiatement après la fin du malaxage afin que l'expansion du matériau ne se produise pas à l'intérieur de la cuve du malaxeur. En effet, une étude systématique a permis de déterminer le début et la fin de l'expansion de la pâte (début et fin de réaction avec l'Al) en étudiant l'évolution de la masse volumique de la pâte fraîche.

L'essai a été réalisé avec trois compositions du béton argileux pour des pourcentages en aluminium de 0.20%, 0.60% et 1.0%. Le principe de l'essai consiste à mettre la pâte dans un moule cylindrique de volume 1 litre et ce juste après la fin du malaxage, et d'enregistrer l'évolution de sa masse volumique dans le temps en arasant pour chaque pesée la partie expansée de la pâte. Cet essai est réalisé dans une salle humide ($\phi = 90\%$, $T=20^\circ\text{C}$) pour réduire au maximum l'évaporation

de l'eau de gâchage. L'évolution de la masse volumique de la pâte dans le temps permet d'estimer le début et la fin de la réaction de la chaux et de l'Al à compter du moment de la mise en moule. Les résultats de cet essai sont présentés sur la figure 3.5.

Ces résultats montrent que la réaction avec l'Al débute après environ 15mn pour une teneur en aluminium de 0.2% et 5 mn pour une teneur en aluminium de 1.0%. C'est à dire qu'il ne faut pas dépasser en général 5 minutes après la fin du malaxage pour mettre la pâte en moule afin d'éviter la formation de cellules dans le malaxeur.

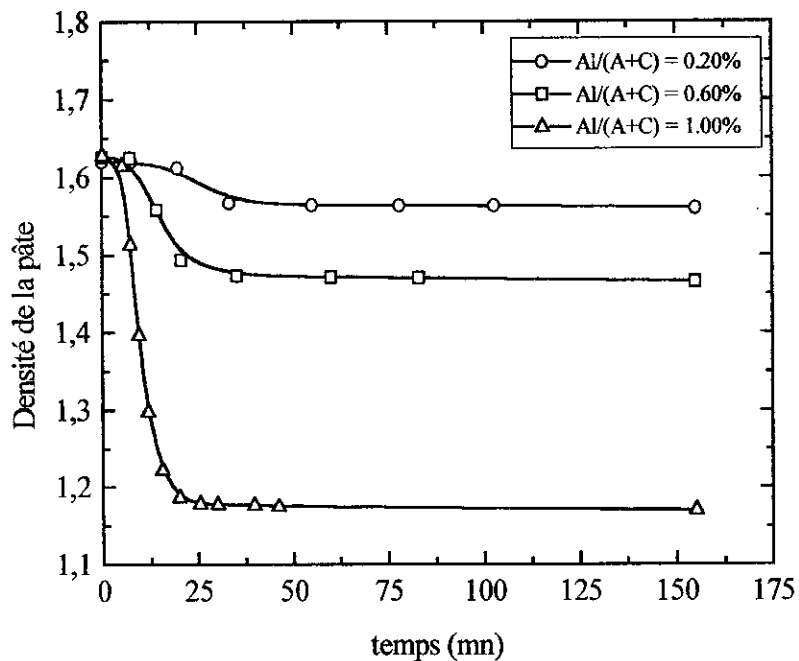


Figure 3.5 : Evolution en fonction du temps de la densité apparente de la pâte fraîche du béton argileux pour différentes teneurs en aluminium.

III.2.7 Composition des bétons argileux élaborés :

Six compositions de béton argileux ont été élaborées en faisant varier le pourcentage d'aluminium dans le mélange argile-ciment-eau. La composition des différents mélanges en pourcentages massiques par rapport à la masse du mélange sec Argile-Ciment est reportée dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 : Composition en pourcentage massique des différents bétons argileux élaborés

Composition	Pourcentage massique par rapport à la masse du mélange sec (Argile+Ciment)			
	Argile (A)	Ciment (C)	Eau (E)	Aluminium (Al)
A	75	25	65	0.00
B	75	25	65	0.20
C	75	25	65	0.40
D	75	25	65	0.60
E	75	25 </td <td>65</td> <td>0.80</td>	65	0.80
F	75	25	65	1.00

La mise en moule doit se faire par coulage et sans aucune vibration en prenant soin de ne pas occlure d'air dans la pâte fraîche pour les raisons citées plus haut. L'excès de béton dans les moules est enlevé par arasement. Les moules remplis sont ensuite conservés en salle humide (20°C et 90% d'humidité relative). Après 24 heures de conservation, on arase la partie expansée du béton et ce avant de procéder au démoulage (figure 3.6), la Photo 3.2 présente le phénomène d'expansion pour des teneurs en aluminium de 0%, 0.40% et 1.0%. Après démoulage, les éprouvettes sont replacées en salle humide où elles seront conservées jusqu'à l'âge fixé pour effectuer les essais.

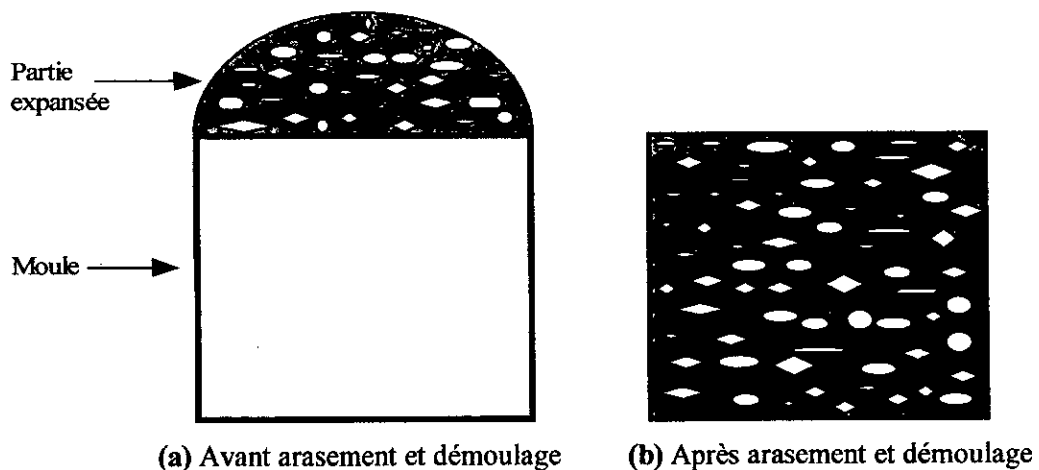


Figure 3.6 : Schéma représentatif du phénomène d'expansion et procédure de confection des éprouvettes

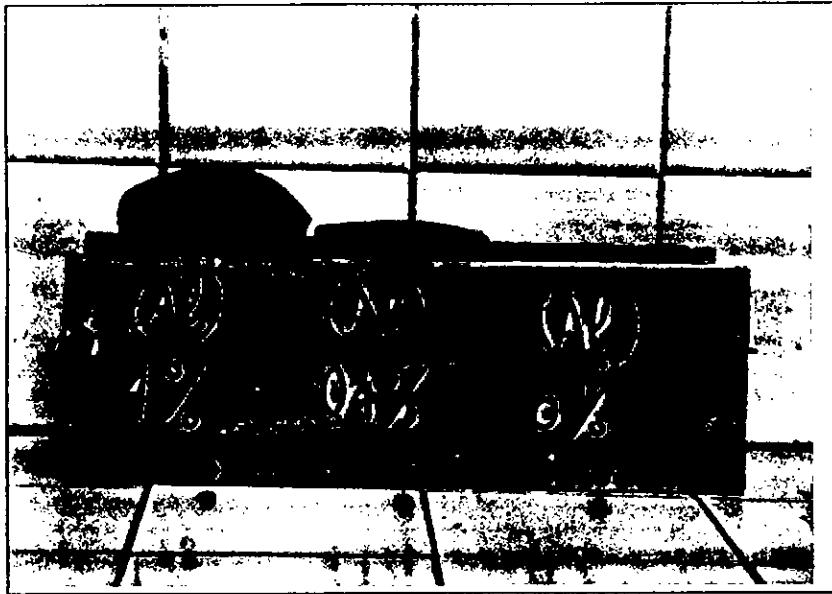


Photo 3.2: Phénomène d'expansion observé pour différentes teneurs en aluminium

III.3 Caractéristiques générales des bétons argileux élaborés :

III.3.1 Caractéristiques microstructurelles :

La caractérisation du réseau poreux a été effectuée à partir des échantillons prélevés des différentes compositions du béton argileux étudié. Nous avons mis en œuvre les trois types de méthodes que nous avons décrites au chapitre précédent : la porosimétrie au mercure, l'adsorption moléculaire et l'analyse d'image.

III.3.1.1 Porosimétrie au mercure :

La porosimétrie au mercure a été effectuée au Centre Scientifique et Technique de la Construction (Belgique) qui dispose d'un porosimètre de marque **Micrometrics**, modèle **Autopore III 9420**.

Les caractéristiques du mercure utilisé dans l'essai sont :

- Angle de contact matériau-mercure $\beta = 142^\circ$
- Tension interfaciale $\sigma = 0.485 \text{ N/m}$.
- Densité $d_0 = 13.53$.

L'essai est effectué sur des échantillons de masse d'environ 1.2 à 1.5g préalablement dégazés de sorte que la pression atmosphérique de référence devient pratiquement nulle. L'échantillon est par la suite placé dans une enceinte contenant du mercure dans laquelle on fait régner une pression

croissant par pas ΔP_i . A chaque incrément de pression on mesure le volume de mercure qui pénètre dans les pores de l'échantillon en essai.

A chaque pas de pression variant de P_i à $(P_i + \Delta P_i)$, une classe de pores se remplit, dont le rayon se détermine toujours dans l'hypothèse de pore cylindrique par la relation de Laplace :

$$r = -\frac{2 \sigma \cos \beta}{P_i} \quad (3.1)$$

Le volume ΔV de cette classe de pores est directement mesuré par l'appareil. On peut donc en déduire la répartition des volumes de pores en fonction de leurs diamètres $D = 2r$.

Un exemple de résultats de répartition des volumes de pores en fonction de leurs diamètres en intrusion-extrusion de mercure est représenté en figure 3.6 pour les deux compositions (A) et (F). A noter que seules les courbes d'intrusions (chemin-1) renseignent sur les tailles caractéristiques des pores et permettent d'estimer la porosité totale des différentes compositions du béton argileux. Les résultats complets en intrusion de mercure pour les différentes compositions sont représentés en figure 3.7. L'hystéresis présente dans les courbes d'intrusion-extrusion de mercure (figure 3.6) est le résultat de piégeage de celui-ci dans les cavités formées par les connectivités entre les pores "phénomène de bouteille d'encre" **Daian J.F (1986)**.

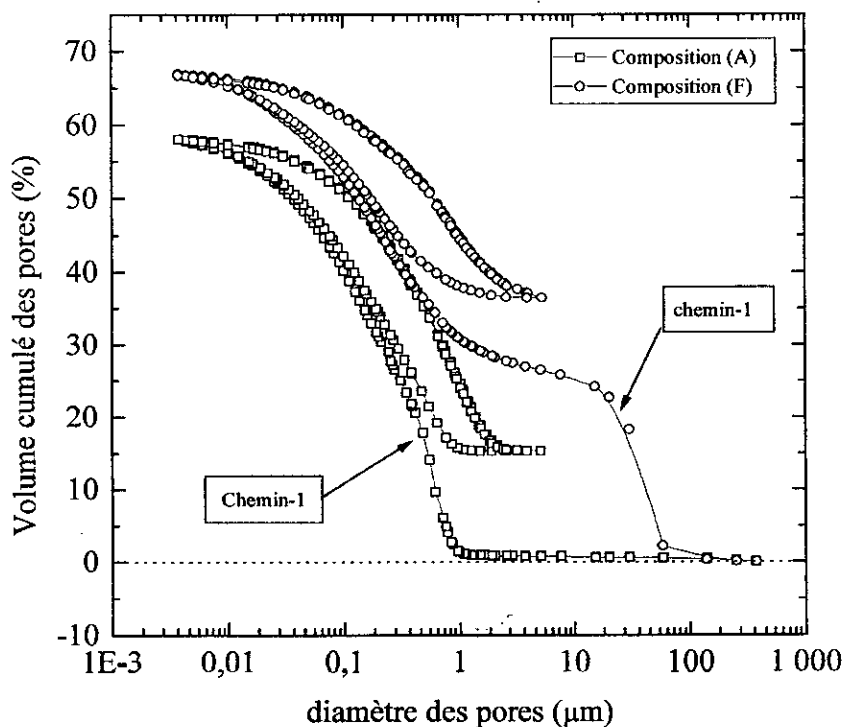


Figure 3.6 : distribution du volume cumulé des pores pour les compositions (A) et (F) en fonction de leurs diamètres en intrusion-extrusion

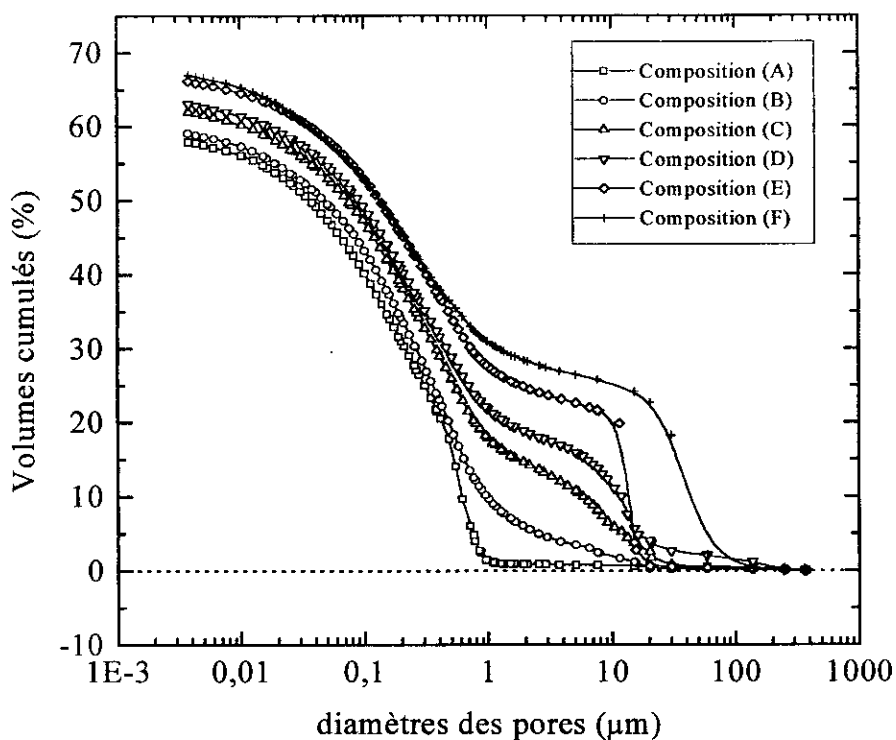


Figure 3.7 : Distribution porométrique en fonction des diamètres de pores en intrusion des différentes compositions du béton argileux.

- **Porosité totale :**

La porosité totale des différentes compositions estimée par l'essai de porosimétrie au mercure et mesurée par immersion sous vide est donnée dans le tableau 3.4. Les porosités théoriques calculées à partir des masses volumiques apparentes et absolues déterminées par pycnométrie à l'eau y sont également reportées dans le même tableau.

Les résultats de porosité estimés par les différentes méthodes sont très proches. Cela nous permet de penser raisonnablement que l'on avait exploré la quasi totalité de la porosité des différents échantillons et que la quasi totalité de la porosité est accessible. Dans cette étude, nous avons retenu la moyenne des valeurs obtenues par les différentes techniques comme valeur de porosité totale pour les différentes compositions du béton argileux.

Tableau 3.4 : Valeurs des porosités estimées par les différents essais

Composition	Porosité totale			Porosité moyenne
	Théorique "Pycnométrie"	Immersion sous vide	Porosimétrie au mercure	
A	0,577	0,581	0,579	0,579
B	0,595	0,596	0,591	0,594
C	0,618	0,619	0,620	0,619
D	0,641	0,634	0,630	0,635
E	0,678	0,649	0,662	0,663
F	0,704	0,651	0,670	0,675

L'évolution de la porosité en fonction de la teneur en aluminium est donnée sur la figure 3.8. On constate que plus la teneur en aluminium augmente plus la porosité totale augmente. Par ailleurs, On constate que la gamme de porosité balayé est très étroite, elle varie de 57.9% pour la matrice à 67.5% pour une teneur en aluminium de 1%. Cela ne nous permet pas de dégager des lois de comportement hygrothermique ou physico-mécaniques générales pour les milieux poreux. On se contentera de confronter les résultats obtenus avec des modèles de comportement existants. A noter qu'un pourcentage en aluminium supérieur à 1% est pratiquement inconcevable puisqu'il conduit à une chute de la résistance du béton argileux au-delà des limites recommandées pour un béton léger.

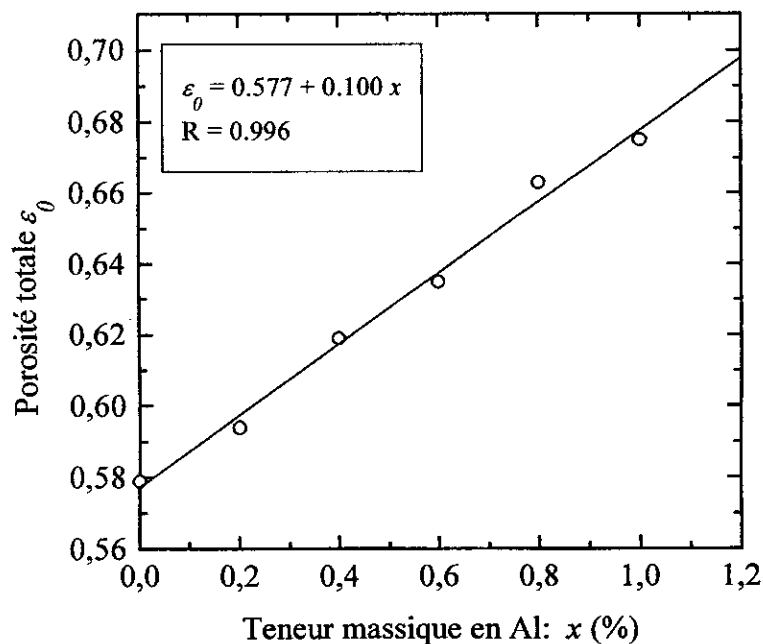


Figure 3.8 : Evolution de la porosité du béton argileux en fonction de la teneur massique en aluminium $x = Al/(A+C) \%$

- **Classification systématique de porosité :**

La distribution porométrique est également représentée en fonction du volume cumulé normalisé (figure 3.9). Elle est déduite des résultats de distribution des volumes cumulés en les rapportant à la porosité totale des échantillons. Ces courbes mettent en évidence l'existence de deux gammes de porosités. En effet, la distribution de volume incrémentale de pores représentée en figure 3.10 montre que la matrice (composition A) se compose presque exclusivement de pores de diamètres inférieurs à ($1\mu\text{m}$). Cette classe de pores sera appelée **microporosité**. Elle résulte de l'évaporation de l'eau de gâchage en excès après l'hydratation du ciment. La classe de pores ayant un diamètre supérieur à $1\mu\text{m}$ sera appelée **macroporosité**. Cette porosité résulte du dégagement de gaz d'hydrogène lors de la réaction chimique de la chaux libérée par l'hydratation du ciment et de la poudre d'aluminium. Nous avons pu estimer à partir des distributions porométriques en volumes cumulés normalisés le taux de microporosité et de macroporosité des différentes compositions du béton argileux. Les résultats sont regroupés dans le tableau 3.5.

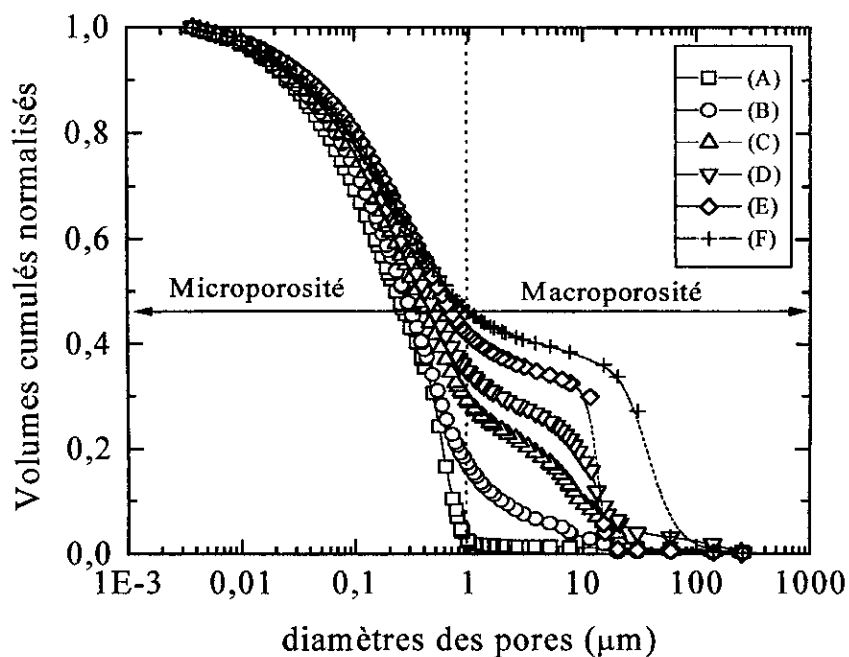


Figure 3.9 : Répartition des volumes cumulés normalisés des pores en fonction de leurs diamètres

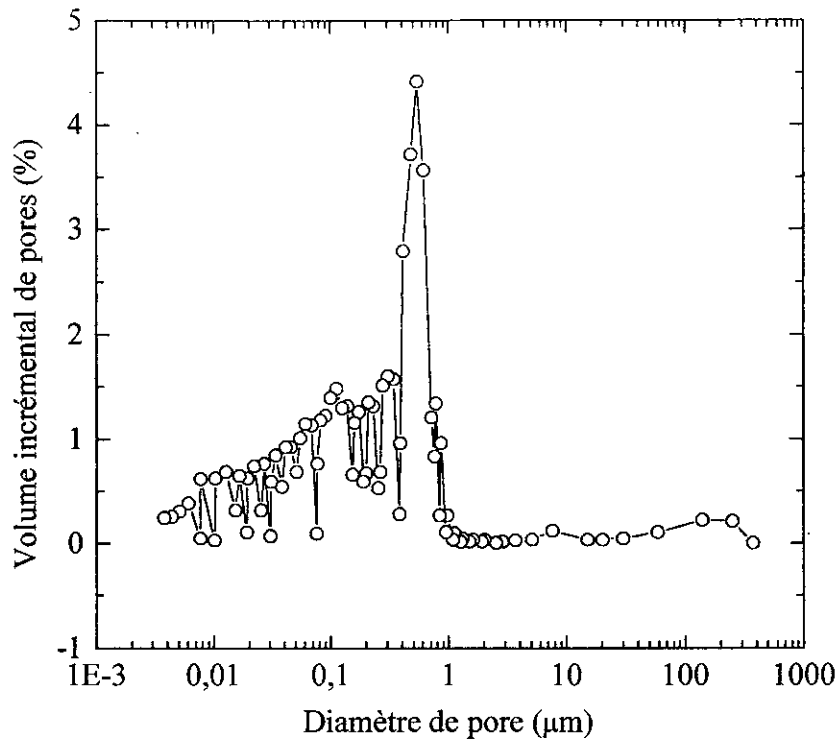


Figure 3.10 : Distribution de volume incrémental de pores en fonction de leurs diamètres
Exemple : matrice (composition A). Presque tous les classes ont un diamètre inférieur à $1\mu\text{m}$.

Tableau 3.5 : Taux de micro et de macroporosité des différentes compositions du béton argileux

Composition	Microporosité ($\epsilon_{\mu p}$)	Macroporosité (ϵ_{mp})	Porosité totale $\epsilon_0 = (\epsilon_{\mu p} + \epsilon_{mp})$
A	0.579	0.000	0.579
B	0.497	0.097	0.594
C	0.440	0.179	0.619
D	0.417	0.218	0.635
E	0.388	0.275	0.663
F	0.366	0.309	0.675

- **Surface spécifique :**

A partir de la distribution de diamètres de pores, avec toujours un modèle de pores cylindriques, on peut évaluer la **surface spécifique** des pores à partir des résultats de porosimétrie au mercure . En

effet, la surface des pores d'une classe donnée dont le rayon est compris entre r et $(r+\Delta r)$, est donnée par:

$$\Delta S_m = \frac{2\Delta V}{r} = \frac{4\Delta V}{D} \quad (3.2)$$

la répartition des surfaces en fonction des diamètres $S_m(D)$ est donnée par les valeurs cumulées de ΔS_m . La surface spécifique totale S_m est la somme des surfaces ΔS_m .

Une autre détermination de la surface spécifique a été réalisée à titre comparatif par adsorption surfacique d'humidité en utilisant le modèle de **Hillerborg (1985)** (modèle BET modifié) que nous avons appliqué aux résultats des isothermes de sorption (voir étude hydrique).

Les résultats du calcul de la surface spécifique des différentes compositions du béton argileux par les deux méthodes (tableau 3.6) montrent que les valeurs estimées à partir de la porosimétrie au mercure sont nettement supérieures à celles estimées par le modèle de **Hillerborg**. En effet, et d'après **Daian J.F (1986)** la détermination de la surface spécifique à partir d'un essai de porosimétrie au mercure dépend du choix du modèle de pores. Généralement le modèle cylindrique est retenu. Malheureusement, l'interprétation des résultats est perturbée par la présence de pores de configurations particulières dans le matériau qui sont à l'origine du phénomène d'hystérésis dans le processus de sorption et désorption et même en intrusion-extrusion du mercure (figure 3.6) : les pores ont la forme de bouteille d'encre ou sont interconnectés par l'intermédiaire de pores fins. De tels pores ne se remplissent que pour une pression correspondant au rayon d'accessibilité de ces pores appelé rayon d'entrée r_e . L'incrément de volume ΔV est donc attribué au rayon r_e et l'interprétation précédente conduit à une surestimation systématique du volume des pores fins au détriment du volume des pores de plus gros diamètre. Lorsqu'on atteint la pression de saturation de tous les pores, la porosité est correctement déterminée. Par contre la surface des pores devient surestimée du fait de la division par le rayon r_e qui est inférieur au rayon réel du pore. Comme le calcul se fait par cumul, la surface spécifique totale sera donc surestimée.

Dans le modèle de **BET** aucune condition sur la géométrie des pores n'a été imposée. Il nous semble que la surface spécifique estimée en utilisant le modèle de **BET** est la plus représentative de la surface spécifique réelle du matériau étudié.

En figure 3.11, nous avons donné un exemple de distribution des surfaces spécifiques incrémentales de pores dans la matrice (Composition A) en fonction des diamètres de pores déterminées à partir de l'essai de porosimétrie au mercure. En figure 3.12 nous avons représenté la distribution de la surface spécifique cumulée pour la même composition. La même démarche a été utilisée pour déterminer la surface spécifique totale des autres compositions. Les résultats finaux sont donnés dans le tableau 3.6.

Tableau 3.6 : Surface spécifique des pores estimée par porosimétrie Hg et par adsorption moléculaire

Composition	Surface spécifique (m^2/g)	
	Porosimétrie Hg	Adsorption moléculaire « Modèle de Hillerborg »
A	30.956	14.391
B	29.744	14.113
C	30.118	10.774
D	28.670	3.983
E	29.165	3.109
F	32.255	1.847

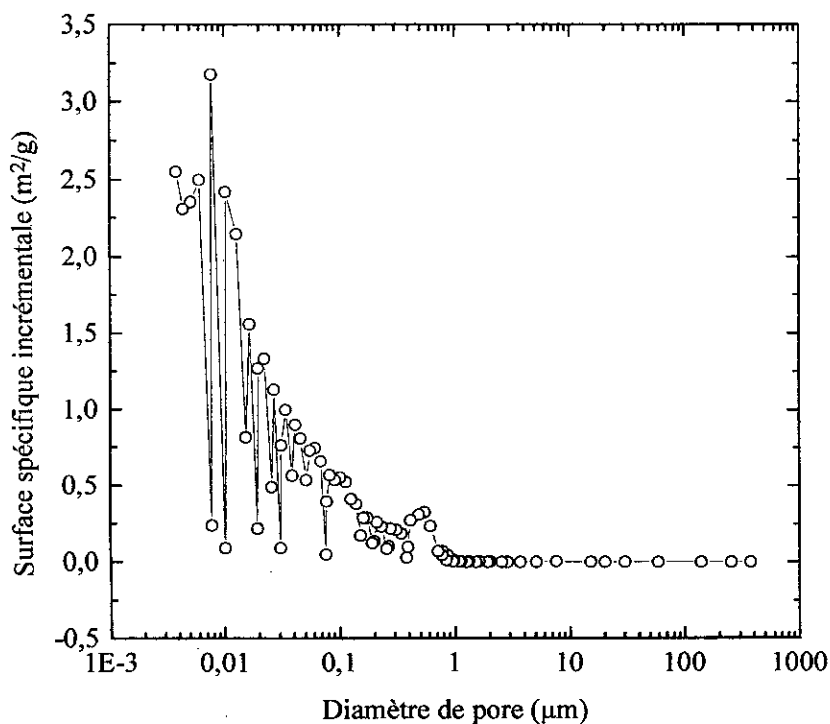


Figure 3.11 : Surface spécifique incrémentale de pores en fonction de leurs diamètres.

Exemple: Béton argileux type (A), Surface spécifique totale $S_m = 30.956 m^2/g$

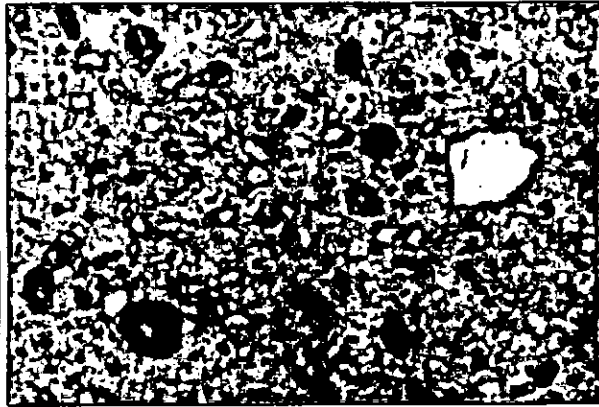


Photo 3.3 : Vue de la masse d'un échantillon de la composition A ($G = 100x$). en noir : grains de quartz ; en blanc : grains de Mica ; en rouge-brun : éléments ferreux présents dans l'argile.

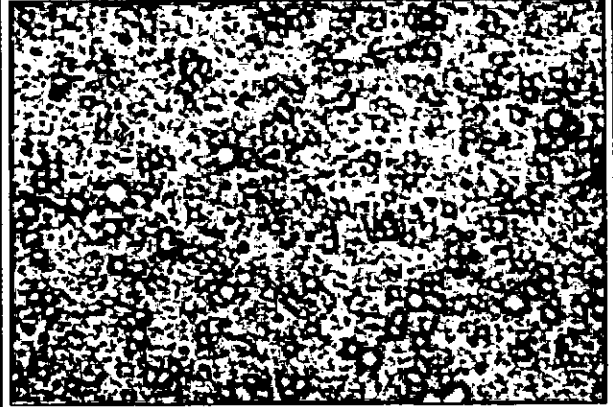


Photo 3.4 : Aspect homogène de la matrice Argile-Ciment. Composition A ($G = 32x$)

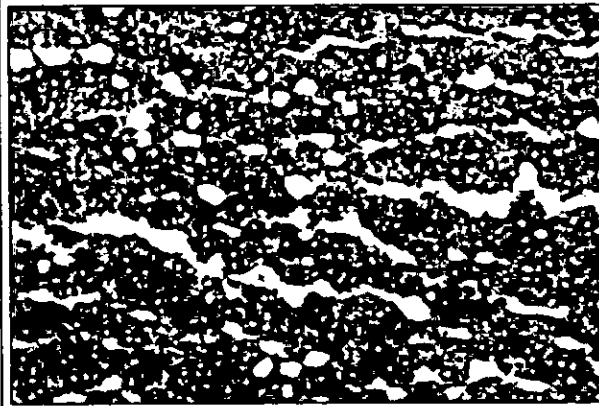


Photo 3.5 : Aspect de la macroporosité dans un échantillon de la composition C ($G = 32x$)

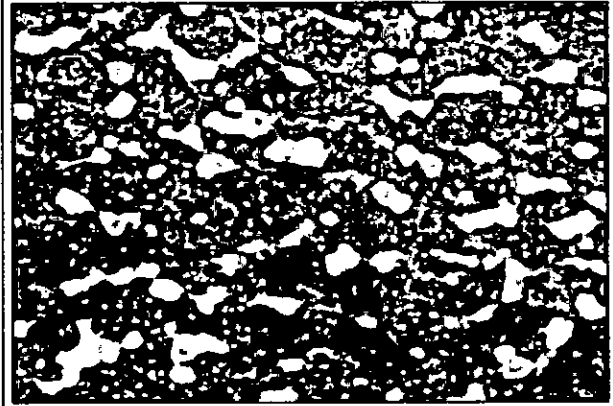


Photo 3.6 : Aspect de la macroporosité dans la composition D du béton argileux ($G = 32x$)

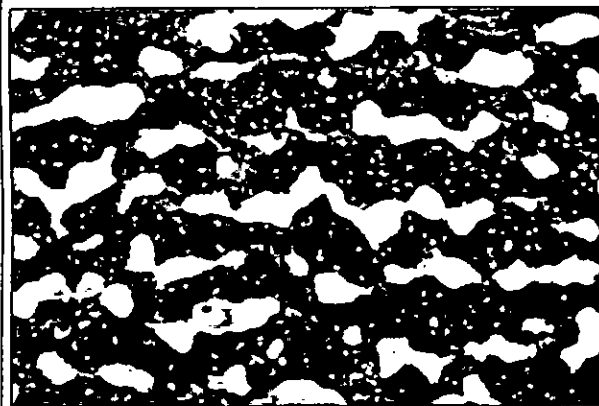


Photo 3.7 : Aspect de la forme de macropores dans le béton argileux type F ($G = 32x$).



Photo 3.8 : Photo prise en polarisation parallèle d'un échantillon du béton argileux type F ($G=100x$). on observe au centre un grain d'Al n'ayant pas réagit.

ii) Microscope électronique à balayage (MEB) :

L'intérêt de cette étude est de vérifier l'homogénéité du milieu poreux, d'examiner l'aspect de la forme des pores et d'étudier l'influence de l'Al sur les liaisons intergranulaires dans les compositions du béton argileux élaboré. En effet:

- la **photo 3.9** représente une image 5000 fois agrandie de la microstructure de la matrice argile-ciment (Composition A). Sur cette photo on observe une bonne répartition des grains d'argile, les grains de ciment sont presque cachés. Ces derniers sont en fait entourés par les grains d'argile du fait que la surface spécifique de l'argile est supérieure à celle du ciment. Cet aspect a été également observé dans l'étude de **Laquerbe M et Tatard F (1977)** sur les mortiers argile-ciment. La présence de plaquettes cristallisées de tobermorite dans cette image signifie une bonne liaison intergranulaires. Ces plaquettes forment les frontières du réseaux microporeux.
- Sur les **photos 3.10, 3.12 et 3.14** des compositions C, E et F respectivement on observe que la fraction cristallisée du ciment diminue de plus en plus avec la teneur en aluminium. Cela peut s'expliquer par le fait qu'une partie de la chaux libérée lors de l'hydratation du ciment a réagi en premier avec la poudre d'aluminium avant que les hydrates se forment lors de la prise. La liaison intergranulaire s'affaiblit donc au fur et à mesure que la teneur en aluminium augmente.
- Les **photos 3.11 et 3.13**, illustrent l'aspect général des formes de macropores des bétons argileux type (D) et (F) créés par le dégagement du gaz " H_2 " lors de la réaction chimique avec la poudre d'aluminium. Ces images sont comparables à celles obtenues par microscopie optique où différentes formes de macropores peuvent être distinguées.

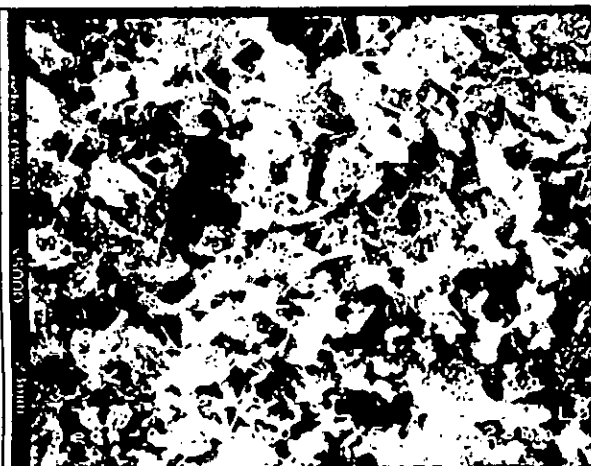


Photo 3.9 : Aspect au MEB de la microstructure de la matrice argile-ciment, densité = 1.038, G = 5000x.

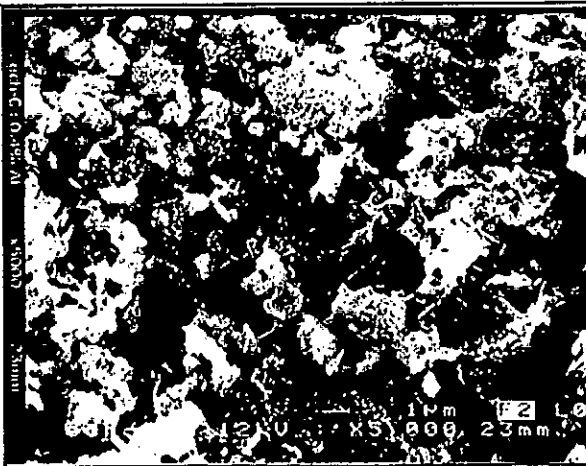


Photo 3.10: Aspect au MEB de la microstructure du béton argileux type (C), densité = 0.953, G = 5000x.

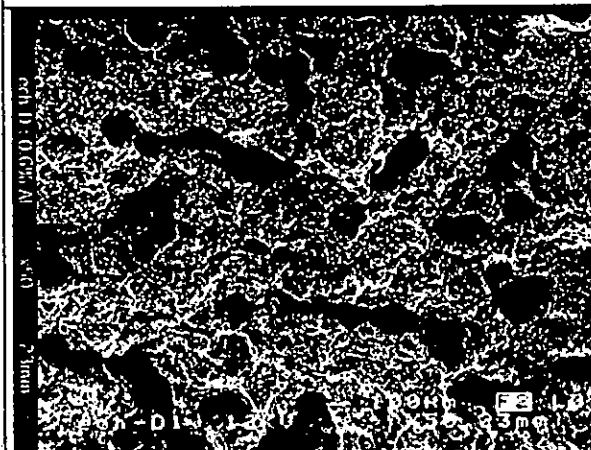


Photo 3.11 : Aspect au MEB de la structure macroporeuse créée dans un béton argileux type (D), densité = 0.903, G = 50x.

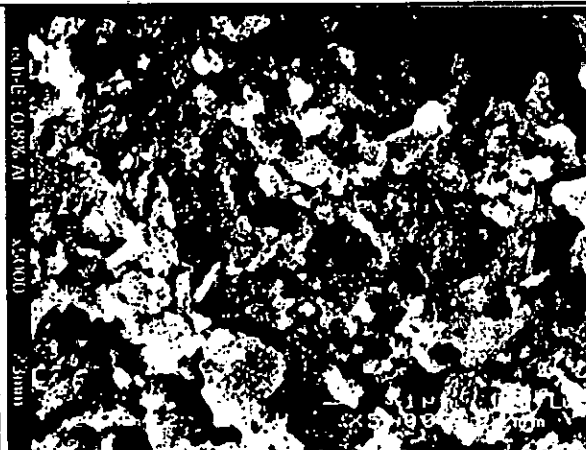


Photo 3.12: Aspect au MEB de la microstructure d'un béton argileux type (E) G = 5000x.

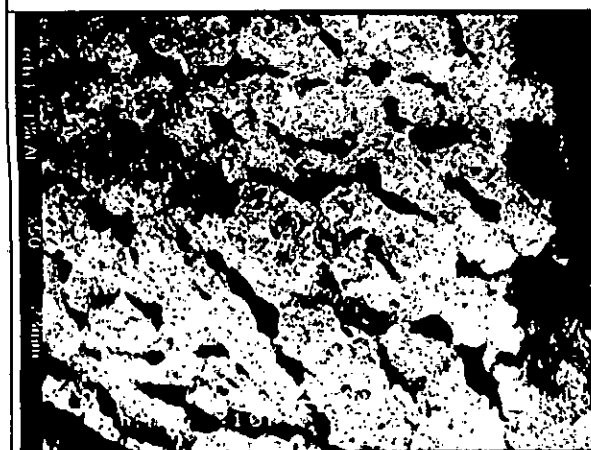


Photo 3.13: Aspect au MEB de la structure macroporeuse d'un béton argileux type (F) densité = 0.843, G = 50x

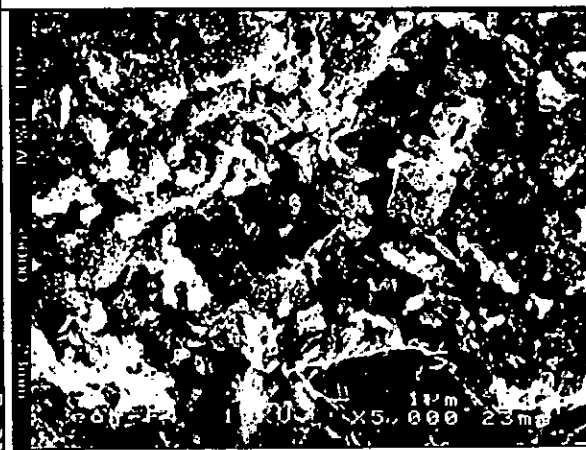


Photo 3.14 : Aspect de la microstructure d'un béton argileux type (F), densité = 0.843, G = 5000x

mesure de la dimension longitudinale de l'échantillon dans son état humide. La même mesure est effectuée à l'état sec après séchage de l'échantillon en étuve ventilée à 70°C jusqu'à masse constante. La variation de longueur entre ces deux états extrêmes caractérise ce que nous avons appelé variation dimensionnelle extrême. Nous avons choisi pour cet essai trois compositions du béton argileux, la composition (A) de "faible" porosité, la composition (C) de "moyenne porosité" et la composition (F) de "forte porosité". Les résultats sont donnés dans le tableau 3.8.

Tableau 3.8 : Variation dimensionnelle extrême moyenne enregistrée pour le cas des bétons argileux type :A, C et F

Composition	Densité apparente sèche d_0	Porosité ε_0	$\Delta L/L$ (%)
A	1.038	0.579	0.287
C	0.953	0.619	0.352
F	0.843	0.675	0.378

Les résultats obtenus montrent que les variations dimensionnelles augmentent avec la porosité. Cela nous paraît tout à fait évident étant donné que la quantité d'eau évaporée est d'autant plus importante lorsque la porosité est grande. Par ailleurs, une étude complémentaire approfondie se rapportant sur l'influence de la porosité sur les variations dimensionnelles nous semble nécessaire pour une meilleur interprétation du phénomène.

III.3.2.3 Résistances mécaniques en compression :

La technique expérimentale utilisée est celle présentée au paragraphe (II.1.3). Les mesures ont été effectuées à l'âge de 28 jours. La résistance est mesurée uniquement dans la direction parallèle au sens de l'expansion du matériau. Nous avons essayé de tirer des relations mathématiques reliant la résistance mécanique à la porosité du matériau en utilisant les modèles communément utilisés [Watson K.L, 1981]. Ils s'agit des modèles de Bal'Shin ; Ryshkewitch, et Schiller dont les expressions mathématiques sont données par :

Modèle de Bal'shin :
$$\sigma = \sigma_0 (1 - \varepsilon)^\alpha$$

Modèle de Ryshkewitch :
$$\sigma = \sigma_0 \cdot e^{-\beta \varepsilon}$$

Modèle de Schiller :
$$\sigma = \gamma n \left(\frac{\varepsilon_{cr}}{\varepsilon} \right)$$

Où α , β et γ sont les coefficients des modèles, σ_0 est la résistance en compression à porosité nulle et ε_{cr} la porosité critique correspondant à une résistance nulle.

Le tableau 3.9 donne les valeurs de la résistance moyenne en compression à 28 jours des différentes compositions du béton argileux. Le tableau 3.10 regroupe les valeurs des coefficients des différents modèles calculés par régression sur la courbe expérimentale $\sigma = f(\varepsilon)$.

La figure 3.10 représente les valeurs expérimentales et théoriques de la résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de la porosité totale.

Les résultats expérimentaux confirment une relation tout à fait évidente entre la densité et la résistance mécanique. Plus le matériau est dense plus sa résistance mécanique est élevée. La résistance mécanique en compression varie de **3.85 MPa** à **0.95 MPa** pour des porosités allant de **0.579** à **0.675**. Donc, une perte considérable en résistance mécanique est enregistrée dans l'intervalle de porosités balayées (*pente = 30.21*). Ceci est du à l'affaiblissement des liaisons intergranulaires en fonction de la teneur en aluminium. Ceci a été bien confirmé par les images prises au M.E.B. Toutefois, ces résistances restent bien dans les normes exigées pour un béton léger de construction et d'isolation (classe.II) et pour un béton d'isolation (classe.III) conformément au classement fonctionnel de la **RILEM** (Tableau I.1).

Par ailleurs, l'étude de la résistance mécanique dans le sens perpendiculaire à l'expansion n'a pas été abordée. Cependant, nous pensons qu'il serait très intéressant d'aborder une étude approfondie mettant en évidence la relation entre l'hétérogénéité géométrique de porosité et la résistance mécanique pour une meilleure disposition du matériau lors de la mise en œuvre.

Tableau 3.9 : Résistances mécaniques en compression à 28 jours des différentes compositions

Composition	ρ_0 (kg/m^3)	Porosité ε	σ_{28} (MPa)
A	1038	0.579	3.850
B	962	0.594	3.150
C	953	0.619	2.400
D	903	0.635	1.850
E	876	0.663	1.200
F	843	0.675	0.950

Tableau 3.10 : Valeurs des coefficients des modèles théoriques calculées par régression sur les points expérimentaux

Modèle	Coefficients calculés					Coefficient de corrélation
	σ_0	α	β	γ	ε_{cr}	
Bal'shin	401.37	5.353	-	-	-	0.9986
Ryshkewitch	16817	-	14.413	-	-	0.9964
Schiller	-	-	-	18.608	0.708	0.9952

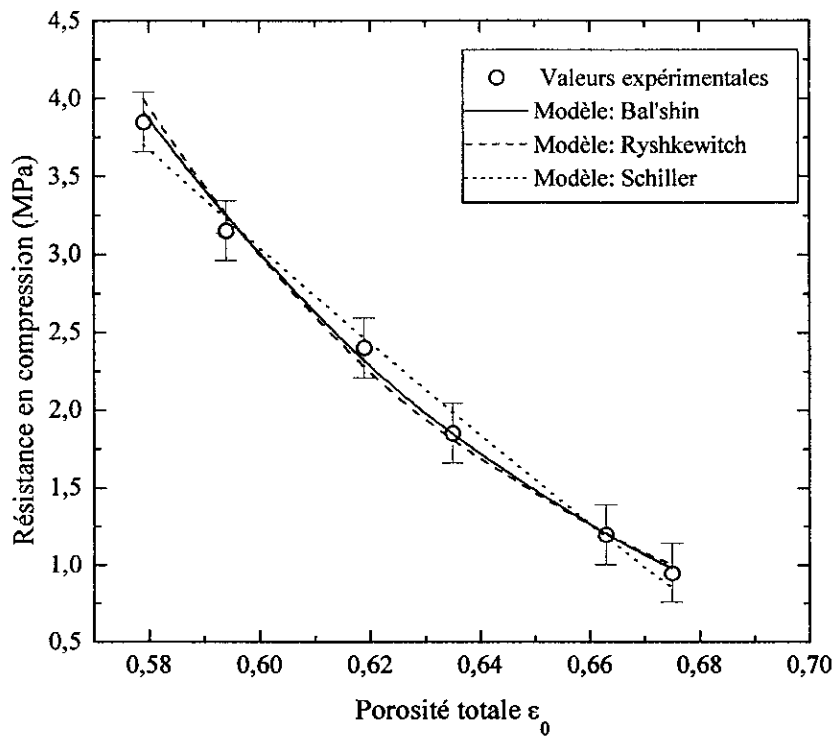


Figure 3.10 : Résistance en compression à 28 jours en fonction de la porosité totale valeurs expérimentales et modèles théoriques.

III.4 Etude du transfert de masse :

Si les caractéristiques principales des matériaux les plus utilisées sont mécaniques (module d'élasticité, contrainte à la rupture, etc.) ou thermiques (conductivité thermique, coefficient de dilatation, etc.), on ne peut concevoir de constructions sans connaître l'influence de l'humidité sur leur durabilité. Non seulement elle induit des phénomènes propres telles que les variations dimensionnelles, mais elle est aussi un paramètre influant sur toutes les autres caractéristiques telles que l'augmentation de la conductivité thermique et la diminution des performances mécaniques. Nous envisageons dans ce paragraphe à déterminer les paramètres de transfert d'humidité en phase vapeur et en phase liquide dans les matériaux élaborés en essayant de mettre en évidence l'influence de la porosité, en particulier la macroporosité du matériau sur le phénomène de diffusion d'humidité.

III.4.1 Domaine hygroscopique :

Les courbes de sorption ont été déterminées conformément à la méthode expérimentale décrite au paragraphe (II.4.1.1). La figure 3.11 montre les résultats obtenus pour les différentes compositions du béton argileux. Les résultats de désorption non pas été déterminés en raison du temps limité imposé à ce travail. Le lissage des courbes de sorption a été effectué en utilisant le modèle de **Hillerborg** (éq. 2.23). Les coefficients du modèle calculés par régression sur les courbes $\omega = f(\phi)$ sont donnés dans le tableau 3.11.

On constate que la sorption n'est significative que pour des humidités relatives supérieures à 70 %. La teneur en eau critique ω_c au voisinage de l'humidité relative $\phi \approx 1$ décroît en fonction de la porosité du matériau. Elle varie de 0.07 kg/kg pour la matrice (composition A) à 0.052 kg/kg pour la composition F. Ces valeurs correspondent à des taux de saturation en eau de 12.55% pour la matrice et 6.50 % pour la composition F. Ces valeurs sont très éloignées de la saturation du matériau. Le matériau présente donc un comportement hygroscopique faible pour ne pas dire non hygroscopique en le comparant à d'autres matériaux de construction tels que le béton cellulaire autoclavé (figure 3.12) et le plâtre (figure 3.13). Ce comportement se justifie par la présence faible de pores hygroscopiques dont le diamètre est inférieur à 0.2 μm . Ces pores représentent d'après la figure 3.9 environ 35% de la porosité totale pour l'ensemble des compositions. La surface spécifique des pores calculée en utilisant le modèle de **Hillerborg** (Tableau 3.6) pour les différentes compositions met en évidence cet aspect. On constate qu'elle décroît lorsque le taux de macroporosité augmente. La condensation capillaire dans ces macropores ne commence que pour des humidités relatives proche de 100%. Ce qui explique la décroissance du taux d'adsorption du béton argileux cellulaire en fonction du taux de macropores (figure 3.14). Ce qui nous laisse penser

raisonnablement et d'une manière générale que la présence de macropores atténue le taux de sorption dans les matériaux poreux.

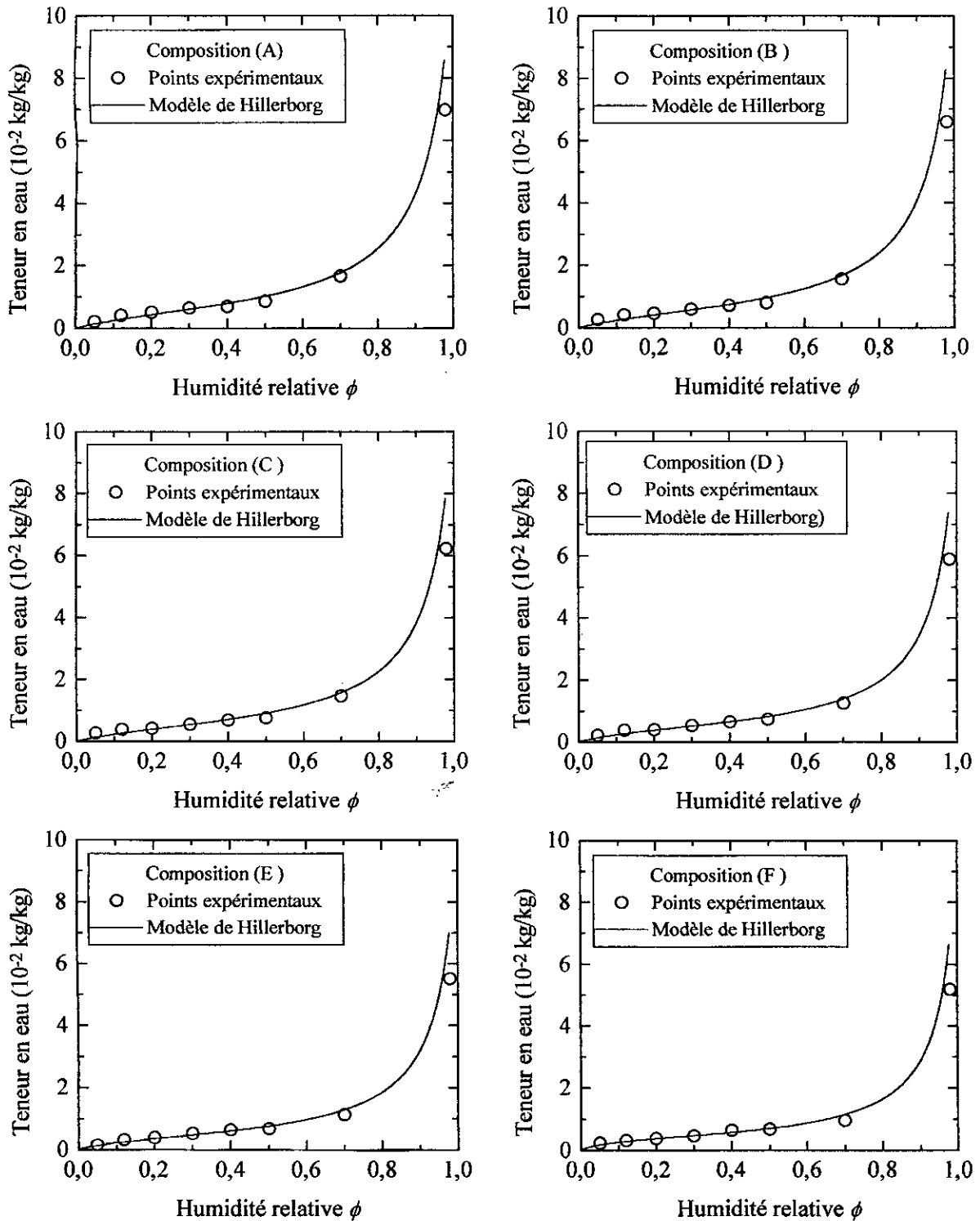


Figure 3.11 : Evolution de la teneur pondérale en eau en fonction de l'humidité relative du milieu à $T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$ (Isothermes de sorption des différentes compositions du BAC)

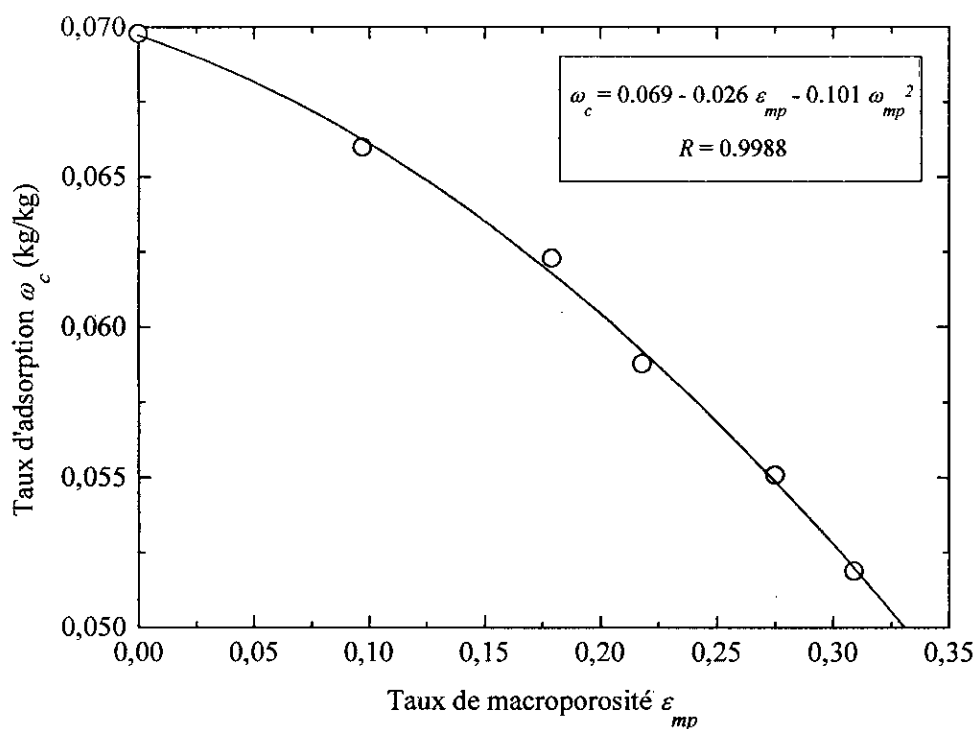


Figure 3.14 : Evolution du taux de sorption en fonction du taux de macroporosité du béton argileux cellulaire (BAC)

III.4.2 Domaine capillaire :

A partir de la teneur en eau critique ω_c déterminée dans le domaine hygroscopique, seul un apport d'eau par imbibition capillaire peut encore faire évoluer le transfert d'humidité dans le matériau.

Les essais d'imbibition capillaire ont été réalisés conformément aux procédures expérimentales données en (§ II.4.2.1). Les paramètres de transfert que nous espérons déterminer par cet essai sont au nombre de deux: la **diffusivité** hydrique D_w (m^2/s) de la phase liquide ou **coefficient de transport capillaire** qui est un paramètre essentiel dans les problèmes de simulation du mouvement d'humidité dans le matériau décrit par l'équation (2.26); le deuxième paramètre est la **sorptivité** S_w ($mm.mn^{-1/2}$) qui traduit le taux d'absorption capillaire du matériau. Ce paramètre est généralement employé à la place de la perméabilité pour le cas d'un écoulement en milieu non saturé. Ces paramètres sont déterminés dans les conditions ambiantes seulement et dans l'hypothèse de gradients de température et de pression nuls.

III.4.2.1 Coefficient de transport capillaire D_w :

Il a été déterminé pour trois compositions représentatives du béton argileux étudié. Il s'agit de la matrice "porosité minimale", la composition C "porosité moyenne" et la composition F "porosité maximale". Les profils hydriques $\theta(x,t)$ de ces trois compositions ont été déterminés conformément à la procédure expérimentale exposée au paragraphe (II.4.2.3). Les profils types correspondants $\theta(b)$ sont déduits à partir des profils spatio-temporels $\theta(x,t)$ en utilisant la transformée de Boltzmann $b = (x/\sqrt{t})$. Les résultats de ces essais sont donnés dans la figure (3.15).

L'évolution du coefficient de transport capillaire avec la teneur volumique en eau a été déterminée en appliquant la relation donnée par l'équation (2.29) aux profils types moyens donnés par la figure 3.15.

La fonction de lissage des profils hydriques moyens en corrélation avec les points expérimentaux est de la forme :

$$\theta(b) = \alpha + \frac{\beta}{1 + \left(\frac{b}{\gamma}\right)^\delta} \quad (3.1)$$

où la teneur volumique en eau $\theta(b)$ est exprimée en (%)

α , β , γ et δ sont les coefficients de la fonction de lissage obtenus par régression sur les points expérimentaux. Ces coefficients ont été obtenus en utilisant le logiciel " Table Curve: Jandel Scientific de AISN Software ".

Les résultats de l'évolution du coefficient D_w des compositions A, C et F en fonction de la teneur en eau sont représentés dans la figure 3.16.

L'évolution du coefficient de transport capillaire isotherme avec la teneur en eau donnée en figure 2.16 peut s'interpréter d'une manière générale à l'aide de la représentation donnée par **De Vries (1958)** et reproduite en figure I.4. Elle comporte 3 zones de teneur en eau :

- Aux faibles teneurs en eau ($\theta < \theta_r$), le transfert en phase vapeur est seul en jeu. La phase condensée se présente sous forme adsorbée ou dans des filots capillaires isolés. Cette zone est pratiquement négligeable dans le cas du matériau étudié d'après les résultats obtenus dans le domaine hygroscopique.

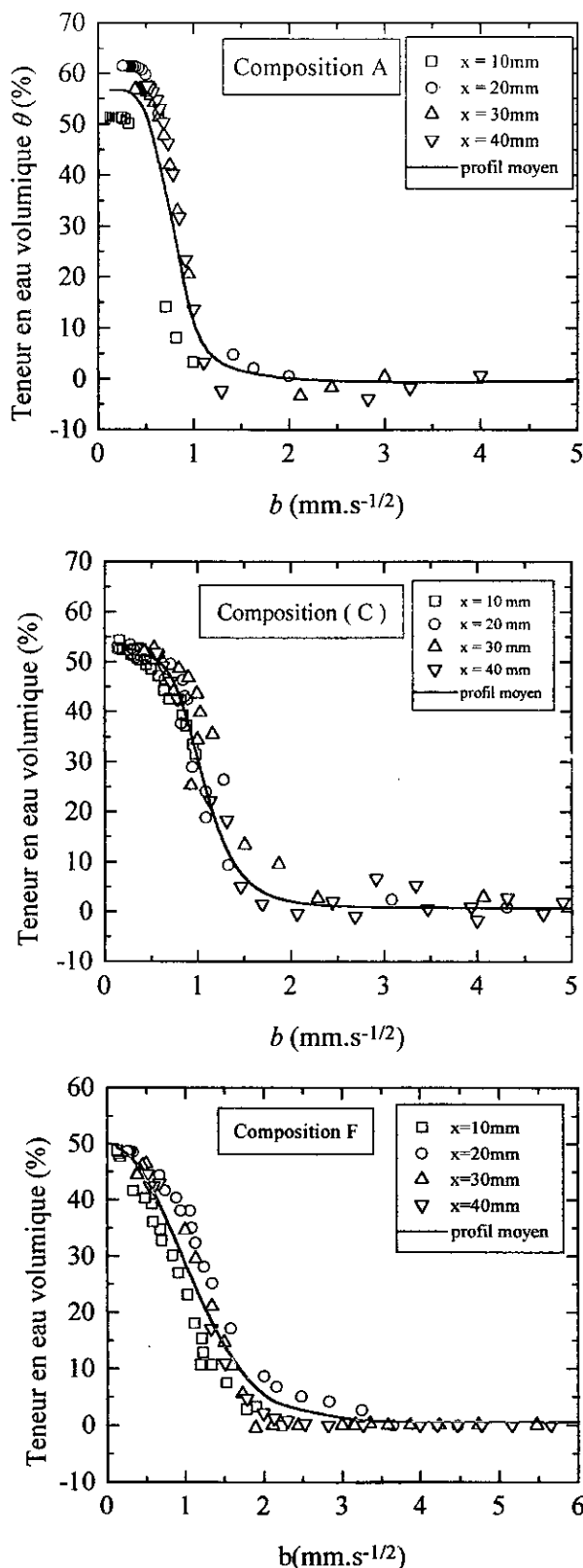


Figure 3.15 : Evolution de la teneur volumique en eau en fonction de la variable de Boltzmann.

« Profils hydriques types des compositions A, C et F »

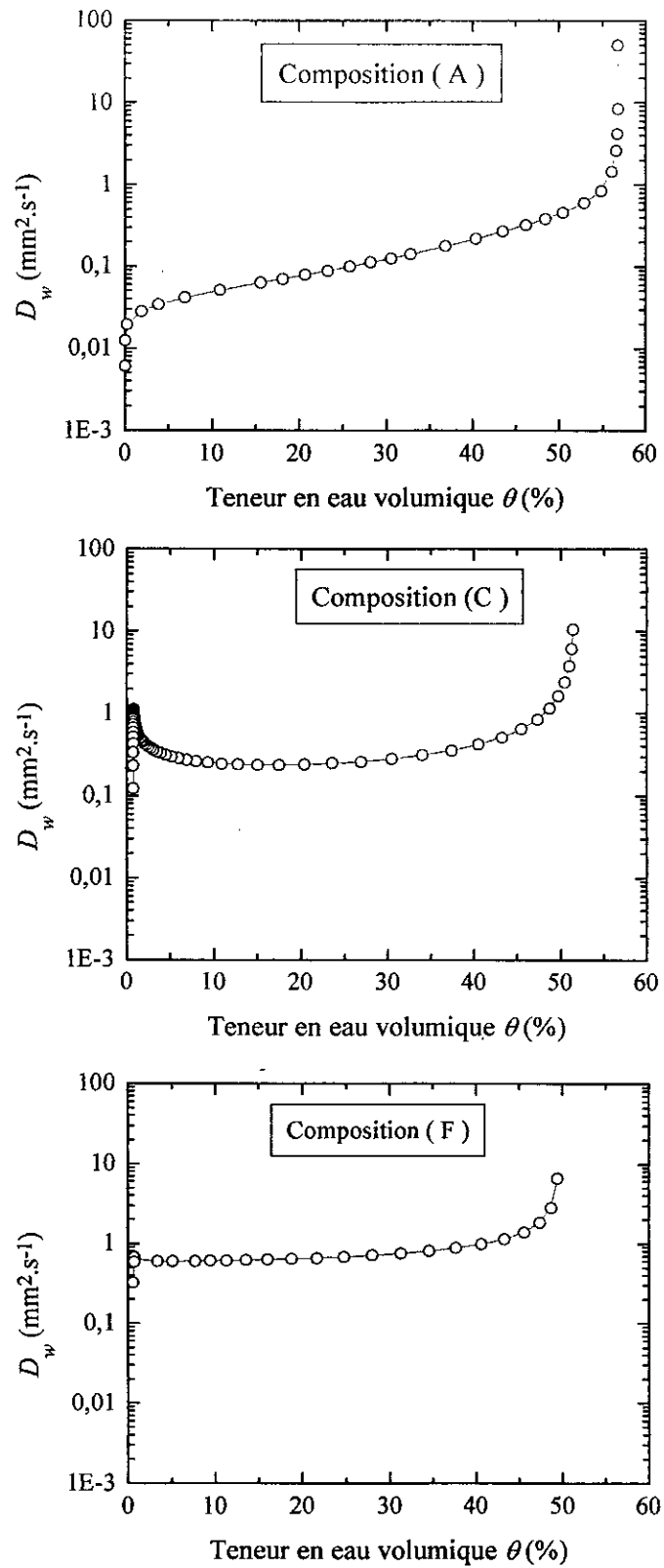
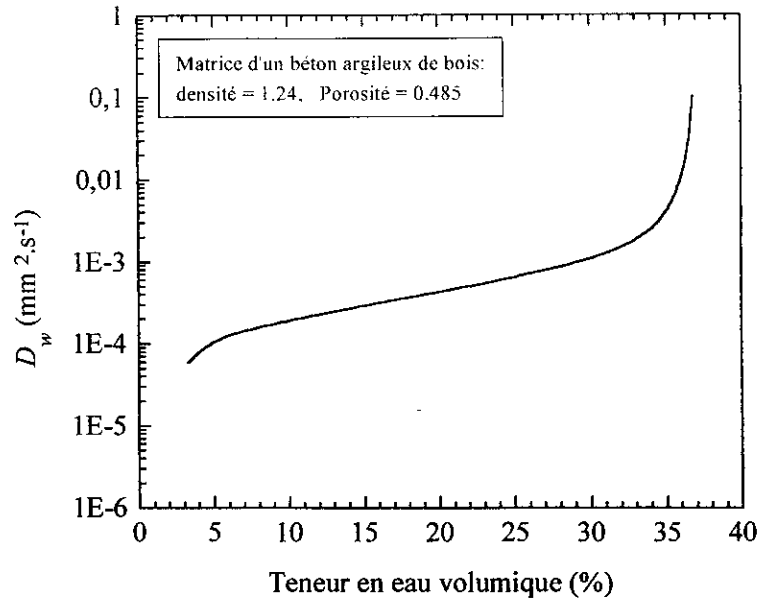
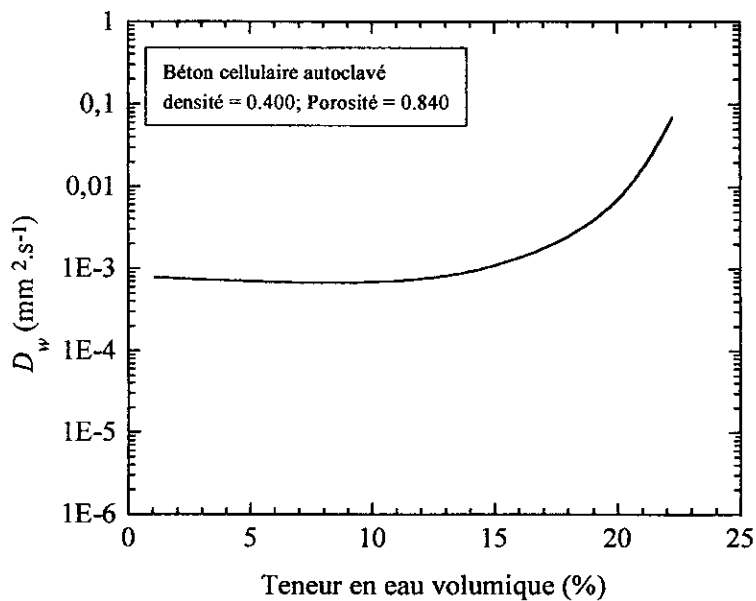


Figure 3.16 : Evolution du coefficient de transport capillaire pour les compositions A, C et F
En fonction de la teneur en eau volumique.



a)- Evolution du coefficient de transport capillaire avec la teneur volumique en eau pour la matrice d'un béton argileux de bois d'après **Bouguerra A (1997)**



b)- Evolution du coefficient de transport capillaire en fonction de la teneur en eau volumique d'un béton cellulaire autoclavé d'après **Bellini (1992)**

Figure 3.17 : Exemples d'évolution du coefficient de transport capillaire en fonction de la teneur en eau volumique, obtenus par la méthode d'atténuation des rayons gamma.

- **Influence de la macroporosité sur le coefficient de transport capillaire :**

La figure 3.18 montre que le coefficient de transport capillaire croît lorsque le taux de macroporosité augmente. Ceci s'explique par le fait que l'invasion capillaire tend à se produire principalement à travers les canaux homogènes de faibles rayon, ce qui aboutit à un certain stade, à la mise à l'écart des pores de plus grandes dimension, dans lesquels de l'air se trouvera définitivement occlus. Ceci est bien confirmé par les résultats obtenus où la teneur en eau volumique a presque atteint la saturation pour la matrice ($\theta_{max} \approx 56.5\%$ avec $\theta_{sat} = \varepsilon_0 = 57.9\%$), par contre, pour la composition C et F la teneur en eau volumique se trouve en dessous de la saturation du matériau ($\theta_{max} \approx 52\%$ avec $\theta_{sat} = \varepsilon_0 = 61.9\%$ pour la composition C) et ($\theta_{max} \approx 49\%$ avec $\theta_{sat} = \varepsilon_0 = 67.5\%$, pour la composition F). La brusque variation de D_w pour des faibles teneur en eau est due principalement au remplissage rapide des surfaces ouvertes de pores contenus dans la paroi du spécimen au moment du contact avec la nappe d'eau.

En schématisant la section droite unitaire d'un élément de volume d'une composition donnée du béton argileux (figure 3.19), la classe de pores de rayons inférieurs à $1\mu m$ (micropores) occupe une fraction de section $\Delta S_{\mu p}$ et la classe de pores de rayons supérieurs à $1\mu m$ (macropores) occupe une fraction de section ΔS_{mp} . Cette dernière est considérée systématiquement nulle pour la matrice (composition A). La fraction $\Delta S_{\mu p}$ siège du phénomène de transport se trouve de plus en plus réduit lorsque le taux de macroporosité augmente ceci conduit à une croissance de la vitesse d'invasion capillaire et donc du coefficient de transport capillaire dans le matériau.

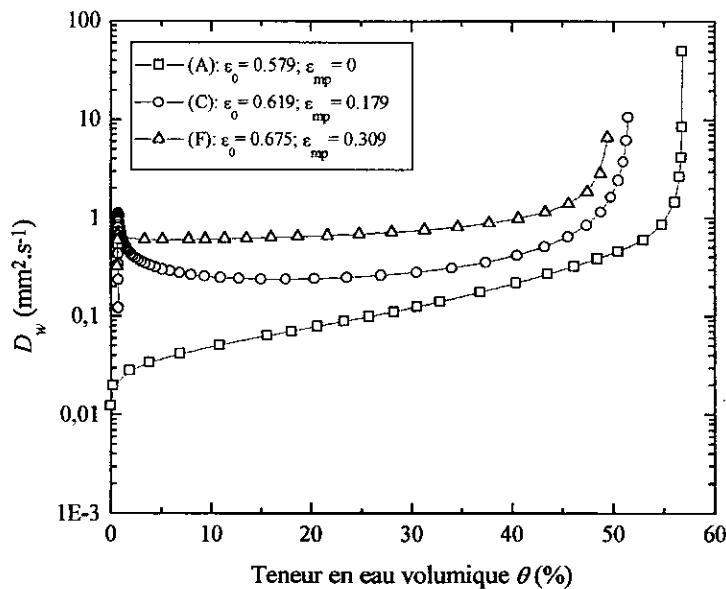


Figure 3.18 : Influence du taux de macroporosité sur l'évolution du coefficient de transport capillaire du béton argileux cellulaire en fonction de la teneur en eau.

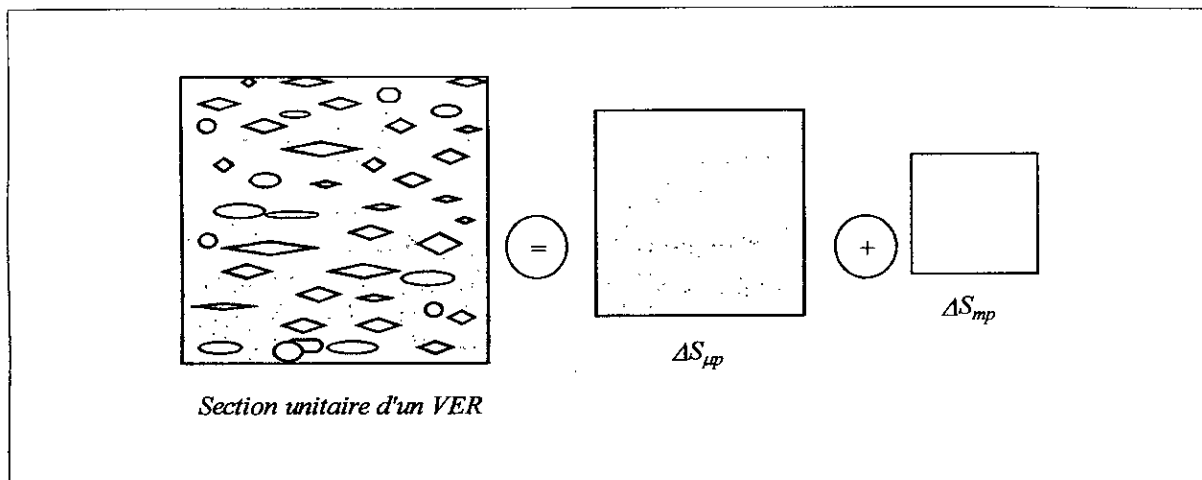


Figure 3.19 : Schéma représentatif d'une section unitaire droite d'un VER.

III.4.2.2 Sorptivité S_w :

Pratiquement, le coefficient de sorptivité se calcule directement par intégration du profil type $\theta(b)$ pour des conditions initiales et aux limites données (éq 2.30). Mais, afin de minimiser les risques d'erreurs, nous avons effectué les essais de mesure du coefficient de sorptivité séparément aux essais de détermination de la diffusivité hydrique. Les essais d'imbibition capillaire ont été réalisés sur des éprouvettes de dimension $(4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3)$ comme schématisé sur la figure 2.14. Le taux d'absorption volumique par unité de surface i (m^3/m^2) à un instant t donné a été calculé en utilisant la formule :

$$i = \frac{M(t) - M(0)}{\rho_l \cdot A} \quad (3.2)$$

où : $M(t)$ est la masse de l'échantillon humide à l'instant t , $M(0)$ est la masse initiale de l'échantillon sec, ρ_l est la masse volumique de l'eau liquide ($= 1 \text{ g/cm}^3$), $A(\text{m}^2)$ est la section absorbante de l'échantillon ($A = 4 \times 4 = 16 \text{ cm}^2$).

L'évolution en fonction de la racine carrée du temps du taux d'absorption volumique par unité de surface a été suivie jusqu'à stabilisation de la masse de l'échantillon. L'ensemble des résultats des différentes compositions du béton argileux cellulaire sont représentés sur la figure 3.20

L'allure des courbes d'évolution $i(t^{1/2})$ est composée de deux tronçons de droite. Le premier tronçon de pente assez forte constitue l'absorption par les capillaires de faibles dimensions, tandis que le deuxième tronçon de faible pente constitue le remplissage des pores de grande taille "macropores". Cette partie peut s'étaler sur une durée de temps assez longue. Le coefficient de

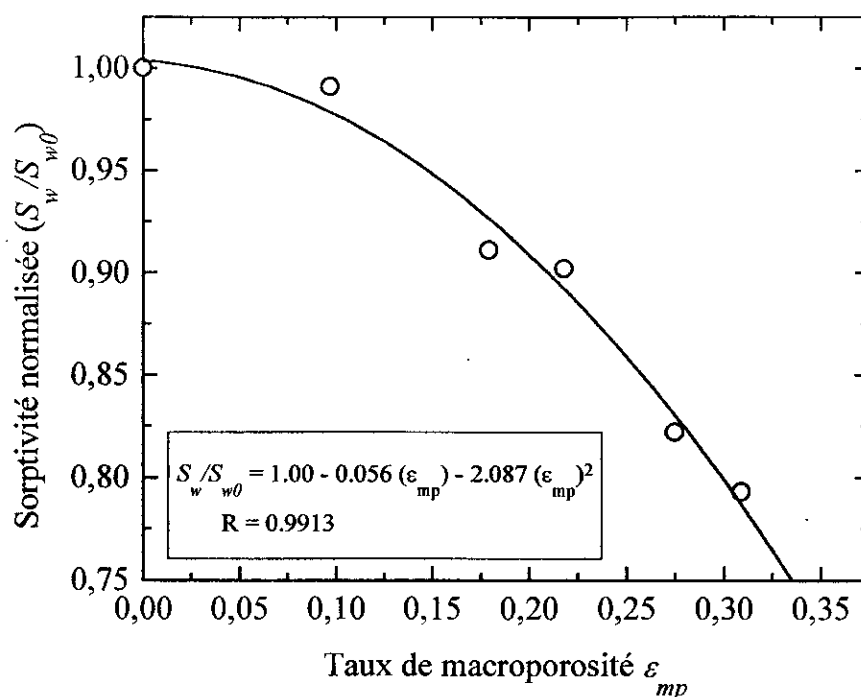


Figure 3.22 : Evolution du coefficient de sorptivité en fonction du taux de macroporosité

En confrontant les valeurs du coefficient de sorptivité des bétons argileux cellulaires élaborés à celles d'un béton cellulaire autoclavé, du plâtre, de la brique argileuse et d'un béton ordinaire tirées de la littérature (tableau 3.13), on constate que le béton argileux cellulaire présente une forte sorptivité par rapport au béton ordinaire et au béton cellulaire autoclavé. Il présente une sorptivité légèrement élevée par rapport à la brique argileuse. Par contre, il est moins sorptif que le plâtre pour des compositions de fortes porosités. Ce tableau est dressé non pas à titre comparatif du fait que les matériaux ont des porosités différentes, mais plutôt pour situer le caractère sorptif des matériaux élaborés par rapport à d'autres matériaux de construction et d'isolation thermique.

Tableau 3.12 : Coefficient de sorptivité des différentes compositions du béton argileux cellulaire

Composition	Porosité	Macroporosité	Sorptivité $S_w (mm.mn^{-1/2})$
A	0.579	0.000	1.836
B	0.594	0.097	1.820
C	0.619	0.179	1.673
D	0.635	0.218	1.657
E	0.663	0.275	1.510
F	0.675	0.309	1.456

Tableau 3.13 : Valeurs du coefficient de sorptivité en fonction de la densité et de la porosité du BAC et pour d'autres matériaux de construction

Matériau	Désignation	Densité	porosité	$S_w (mm.mn^{-1/2})$
Béton cellulaire autoclavé [Parzak J et al, 1992]	GN	0.390	0.81	0.290
	GH	0.500	0.79	0.472
	GS	0.650	0.74	0.511
Béton argileux cellulaire	A	1.038	0.579	1.836
	B	0.962	0.594	1.820
	C	0.953	0.619	1.673
	D	0.903	0.635	1.657
	E	0.876	0.663	1.510
	F	0.843	0.675	1.456
Plâtre [Christopher H et al, 1993]	PL1	1.390	0.42	1.627
	PL2	1.430	0.44	1.510
Brique argileuse [Parzak J et al, 1992]	CB	1.700	0.35	1.239
Béton ordinaire [Parzak J et al, 1992]	NC	2.300	0.18	0.093

III.5 Etude du transfert thermique :

Cette partie a été consacrée à la détermination des paramètres de transfert de chaleur dans le béton argileux cellulaire en mettant en évidence le phénomène de transfert couplé masse-chaleur. Pour des raisons d'ordre pratique, on a choisi d'étudier l'évolution des paramètres thermiques en fonction de la température à des taux de saturation en eau donnés. Cette approche est plus simple que de faire varier dynamiquement la teneur en eau dans l'échantillon en cours d'essai. Les mesures ont été effectuées entre l'état de saturation et l'état sec du matériau à des températures 10°C, 20°C, 40°C et 60°C. Ce choix a été motivé par le souci de se placer dans des conditions proches des conditions réelles de fonctionnement du matériau en œuvre. Les teneurs en eau successives ont été obtenues en saturant d'abord les échantillons en les mettant dans de l'eau distillée à $T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$ pendant environ 30 jours jusqu'à saturation maximale, puis en les désaturant progressivement par séchage au four à micro-ondes. Cette technique, d'après **Harton & Wierenga (1982)** permet d'obtenir une répartition aussi uniforme que possible de l'eau dans les échantillons. Une fois la teneur en eau souhaitée est atteinte, on pèse l'échantillon pour déterminer sa teneur en eau avec précision, puis on procède à son emballage dans un film plastique thermorétractable. Cette procédure permet de maintenir l'humidité dans l'échantillon constante pendant toute la durée du cycle de mesures à différentes températures (environ 4 jours). En ce qui concerne le choix des températures, on dispose d'une enceinte climatique de type **HERAEUS VTK.150**, celle-ci nous permet d'explorer la gamme de températures sélectionnées.

Pour les mesures des paramètres thermiques, nous avons utilisé, suivant les cas :

- La méthode de la sonde monotige pour déterminer la conductivité thermique **apparente** $k_{11} = \lambda^*(S_r, T)$ dans des conditions hygrothermiques variables ($S_r = 0$ à $S_{r,max}$; $T = 10, 20, 40$ et 60°C), où S_r est le taux de saturation en eau.
- La méthode de la sonde TPS pour déterminer la diffusivité thermique **apparente** $a^*(S_r, T)$ et la capacité calorifique **apparente** $C^*(S_r, T)$. Nous nous sommes limité à la détermination de ces paramètres thermiques dans les conditions de saturation extrêmes (0 et $S_{r,max}$) et à température ambiante ($20 \pm 1^\circ\text{C}$).

L'évolution de la capacité calorifique volumique en fonction de la teneur en eau a été déterminée en se basant sur le principe de l'additivité des enthalpies. En effet, si l'on néglige la chaleur volumique de la phase gazeuse ainsi que les chaleurs de mouillage devant les autres termes, la capacité calorifique volumique **équivalente** d'un milieu poreux peut être reliée à sa valeur à l'état sec par la relation :

$$C(\theta) = C_{sec} + \theta.C_{eau} \quad (3.5)$$

où : $C_{eau} = 4.18 \cdot 10^6 \text{ (J.m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1} \text{)}$ est la chaleur volumique de l'eau liquide, θ est la teneur volumique en eau et C_{sec} la chaleur volumique du matériau poreux à l'état sec.

En fonction du taux de saturation en eau, la relation (3.5) peut se mettre sous la forme :

$$C(S_r) = C_{sec} + \varepsilon_0 S_r C_{eau} \quad (3.6)$$

Donc, la chaleur volumique d'un milieu poreux évolue en fonction de sa teneur volumique en eau θ selon une fonction linéaire dont la pente est égale à C_{eau} . La droite d'évolution $C(\theta)$ a été tracée à partir des mesures effectuées à l'état sec et à l'état saturé à $T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$.

L'étude de l'évolution de la diffusivité thermique apparente $a^*(S_r, T)$ en fonction du taux de saturation en eau à une température donnée a été déterminée en se servant des résultats de mesure de la conductivité thermique apparente $\lambda^*(S_r, T)$ réalisés à l'aide de la méthode de la sonde monotige, et des résultats de calcul de la capacité calorifique volumique équivalente $C(\theta)$, en supposant négligeable l'influence de la température sur celle-ci. En effet, et d'après les études de **A.Bouguerra (1997)** et **Laurent J.P (1986)** réalisées respectivement sur un béton argileux allégé aux granulats de bois et sur un matériau terre, on montre que la capacité calorifique n'est que très légèrement influencée par la température pour une gamme variant de 0°C à 60°C .

Donc, l'évolution de la diffusivité thermique en fonction du taux de saturation en eau à une température donnée a été déterminée en utilisant la relation :

$$a^*(S_r, T) = \frac{\lambda^*(S_r, T)}{C(S_r)} \quad (3.7)$$

III.5.1 Evolution de la conductivité thermique apparente en fonction de S_r et T :

Le dispositif expérimental utilisé pour déterminer la conductivité thermique apparente est celui représenté en figure 2.4. Le traitement des données a été effectué conformément au synoptique donné en figure 2.5. Le programme d'acquisition est donné en annexe.

Les résultats de mesure sont reportés sur la figure 3.23. Plus de 400 valeurs de conductivité thermique ont été déterminées représentant la moyenne des mesures effectuées sur trois échantillons de chaque composition. Pour pouvoir comparer les résultats des différentes compositions on a utilisé le taux de saturation en eau S_r , plutôt que la teneur volumique en eau.

Les résultats montrent que la conductivité thermique apparente évolue presque linéairement en fonction du taux de saturation en eau, mais uniquement à basse température ($T < 20^\circ\text{C}$), c'est à dire que le phénomène d'évaporation-condensation n'apparaît pratiquement pas. Dans ce cas il y a

confusion complète entre la conductivité thermique apparente $\lambda^* = k_{jl}$ et la conductivité thermique pure λ (voir chapitre 1). La conductivité thermique apparente s'exprime dans ce cas par la relation :

$$\lambda^*(S_r) = \lambda_{sec} + \left(\frac{\Delta\lambda^*}{\Delta S_r} \right) S_r \quad (3.8)$$

Les valeurs de la pente $\Delta\lambda/\Delta S_r$, calculées à $T = 10^\circ\text{C}$ sont reportées dans le tableau 3.14.

Pour des températures $T \geq 20^\circ\text{C}$, la conductivité thermique apparente n'évolue plus linéairement, mais, présente une brusque variation dans la zone ($0.20 \leq S_r < 0.50$). Elle tend ensuite à croître presque linéairement jusqu'à saturation totale. Cette partie met en évidence les effets d'évaporation-condensation sur la conductivité thermique apparente $\lambda^* = k_{jl}$. Nous reviendrons sur ce point dans la partie concernant la modélisation de la conductivité thermique.

On constate également qu'au point de saturation, toutes les courbes semblent passer par le même point pour chacune des compositions. Ceci est dû au fait que les conductivités thermiques moléculaires des divers constituants ne varient pas beaucoup avec la température. De plus la résistance à la diffusion moléculaire devient pratiquement nulle et la conductivité thermique apparente se confond à la conductivité thermique pure ou vraie.

La figure 3.24 représente à titre comparatif le comportement d'autres matériaux cellulaires tels que le BCA (Laurent J.P et al, 1995) et le béton Ytong (Azizi S, 1988). la similitude du comportement thermique du béton argileux étudié avec le comportement de ces matériaux similaires semble confirmer la validité des résultats expérimentaux.

Tableau 3.14: Conductivités thermiques à sec et à saturation en eau à basse température ($T = 10^\circ\text{C}$) et pentes de la relation $\lambda^*(S_r)$ correspondantes, pour les différentes compositions du BAC

Composition	λ^*_{sec}	λ^*_{sat}	$(\Delta\lambda^*/\Delta S_r)$
	W/(m.K)	W/(m.K)	W/(m.K)
A	0.281	1.019	0.738
B	0.264	1.011	0.747
C	0.235	0.912	0.677
D	0.223	0.900	0.677
E	0.216	0.825	0.609
F	0.201	0.802	0.601

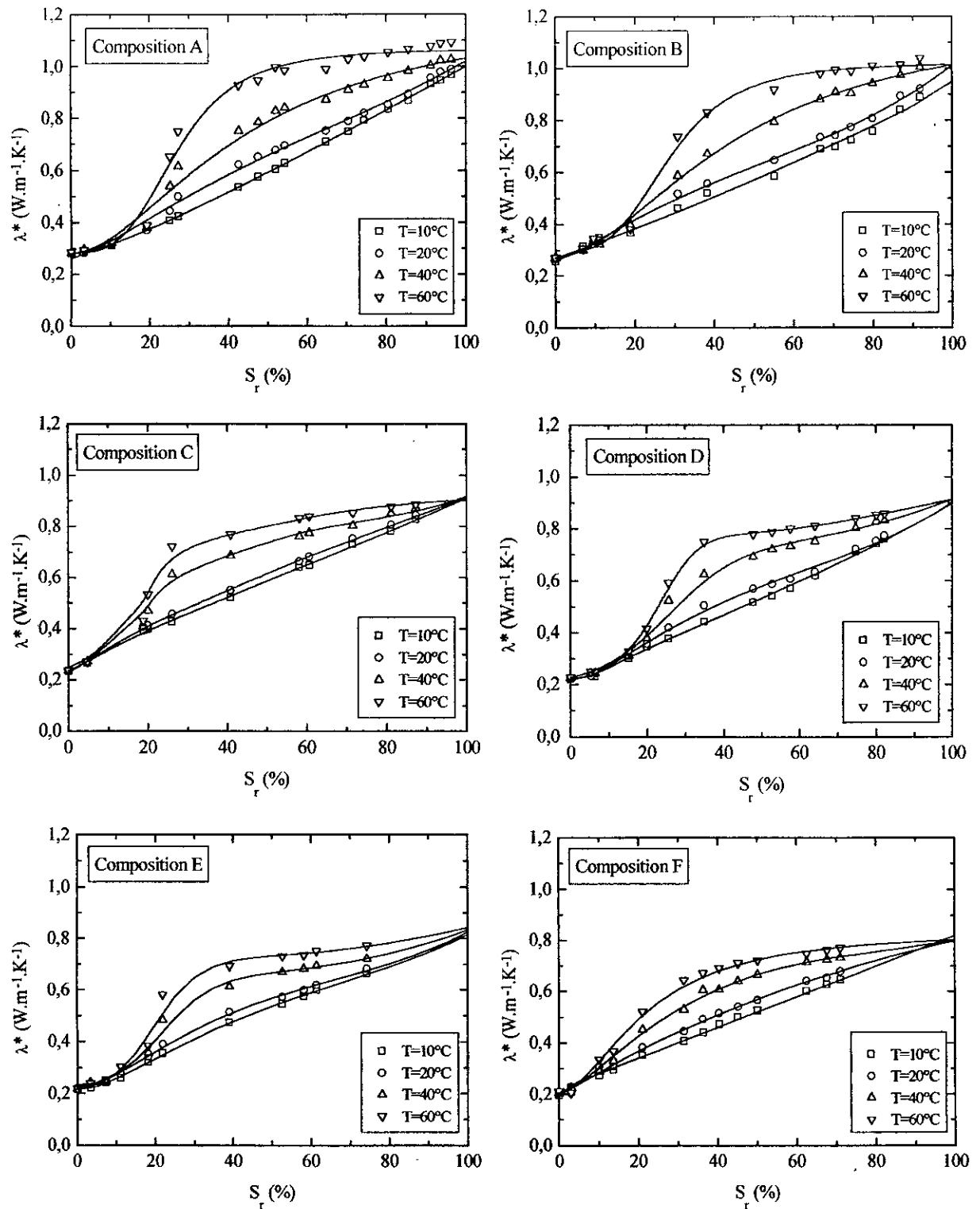
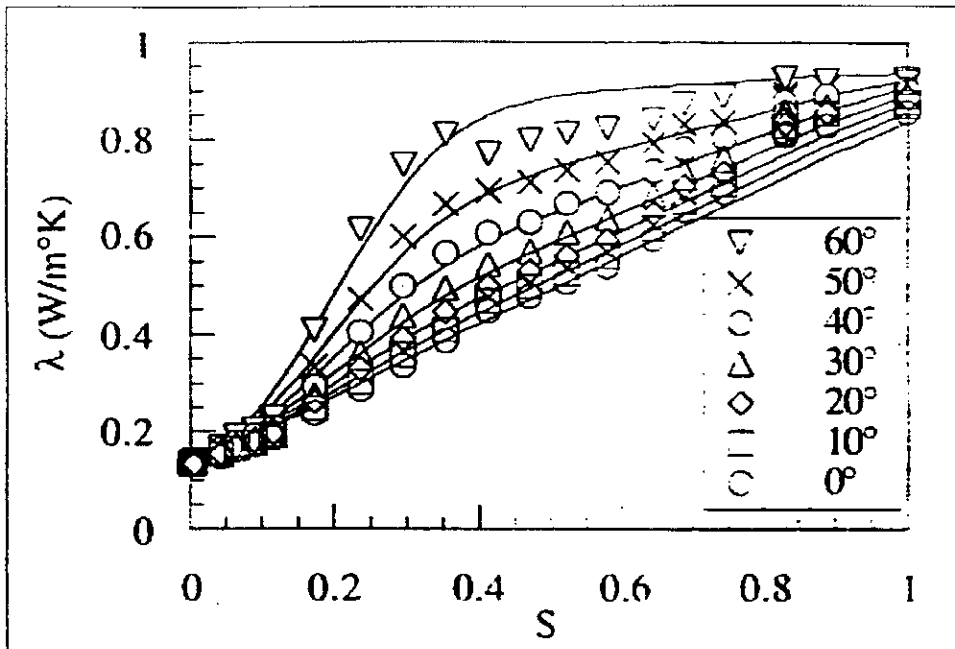
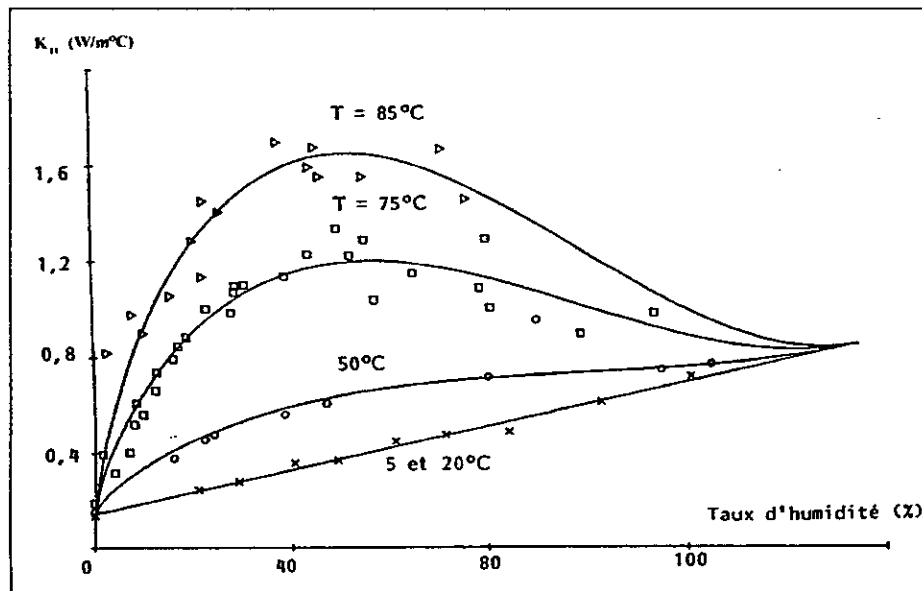


Figure 3.23 : Evolution en fonction du taux de saturation en eau et de la température de la conductivité thermique apparente du béton argileux cellulaire à différentes porosités.



Matériau : Béton cellulaire autoclavé ($d_0 = 0.433$; $\varepsilon_0 = 0.827$) d'après Laurent J.P (1995).



Matériau : Béton Ytong ($d_0 = 0.500$; $\varepsilon = 0.770$), d'après Azizi S (1988)

Figure 3.24 : Evolution de la conductivité thermique apparente en fonction de la teneur en eau et de la température du béton cellulaire autoclavé et du béton Ytong d'après la littérature.

III.5.2 Capacité calorifique et diffusivité thermique apparentes:

Les mesures de la capacité calorifique et de la diffusivité thermique apparentes ont été effectuées en utilisant la technique de la sonde plane (TPS). La sonde est placée en sandwich entre deux éprouvettes ($10 \times 10 \times 5 \text{ cm}^3$) préalablement jumelés est emballés hermétiquement dans un film plastique en vue de maintenir constant l'état de saturation dans le matériau durant la campagne d'essais. Le dispositif expérimental utilisé est celui représenté en figure 2.8, le traitement des données est réalisé selon le synoptique donnée en figure 2.10. Le programme de traitement est donné en annexe.

En raison du temps limité imposé pour réaliser ce travail, nous nous sommes limités à la détermination des paramètres thermiques dans les conditions ambiantes ($T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$) et aux états de saturations extrêmes. Tandis que l'évolution de ces deux paramètres en fonction de la température et du taux de saturation en eau elle sera déterminée sur la base de considérations citées en haut.

Les résultats de mesures de la capacité calorifique volumique C^* et de la diffusivité thermique a^* aux états de saturation en eau extrêmes, sont donnés dans les tableaux (3.15) et (3.16) respectivement.

Tableau 3.15 : Résultats de mesure de la capacité calorifique volumique aux états extrêmes de saturation en eau à la température $T=20 \pm 1^\circ\text{C}$.

Composition	C^*_{sec} [$10^6 \text{ J}/(\text{m}^3 \text{ K})$]	C^*_{sat} [$10^6 \text{ J}/(\text{m}^3 \text{ K})$]	$(\Delta C^*/\Delta\theta)_{exp}$ [$10^6 \text{ J}/(\text{m}^3 \text{ K})$]	$(\Delta C^*/\Delta\theta)_{th}$ [$10^6 \text{ J}/(\text{m}^3 \text{ K})$]	Erreur (%)
A	1,253	3,67	4,174	4,18	0,144
B	1,122	3,582	4,21	4,18	0,72
C	1,05	3,395	4,165	4,18	0,359
D	0,966	3,275	4,134	4,18	1.100
E	0,966	3,142	4,169	4,18	0,263
F	0,962	3,012	4,095	4,18	2.033

Tableau 3.16 : Résultats de mesure de diffusivité thermique aux états de saturation en eau extrêmes à $T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$.

Composition	α^*_{sec} mm^2/s	α^*_{sat} mm^2/s
A	0,249	0,288
B	0,245	0,250
C	0,241	0,260
D	0,238	0,261
E	0,236	0,266
F	0,234	0,270

III.5.3 Evolution de la chaleur volumique et de la diffusivité thermique en fonction du taux de saturation en eau et de la température :

Comme nous l'avons signalé en haut, on suppose que l'influence de la température est négligeable sur la chaleur volumique. En joignant les points expérimentaux extrêmes de la chaleur volumique en fonction de la teneur volumique en eau par des droites (Figure 3.25), on constate que les pentes de celles-ci sont en bonnes concordance avec la pente théorique (Tableau 3.15). Ceci confirme d'un côté la performance de la technique de la sonde TPS, et d'un autre, la validité du principe de l'additivité des enthalpies.

La chaleur volumique en fonction du taux de saturation en eau a été calculée à partir de la relation (3.6). Les points $C^*(S_e)$ de la figure (3.26) sont calculés pour les taux de saturation en eau enregistrés pendant les mesures de conductivités thermiques apparentes (figure 3.23). Ces résultats seront exploités pour la détermination de l'évolution de la diffusivité thermique en fonction du taux de saturation en eau.

L'augmentation de la chaleur volumique en fonction du taux de saturation en eau est due tout simplement à la chaleur volumique de l'eau qui est largement supérieure à celle du volume d'air équivalent. Donc plus le volume d'eau dans les pores augmente plus la chaleur volumique du matériau croît.

La figure 3.27, représente l'intégralité des résultats de la diffusivité thermique apparente en fonction du taux de saturation en eau et de la température, estimés à partir des résultats de conductivité thermique (figure 3.23) et de la chaleur volumique (figure 3.26).

L'évolution de la diffusivité thermique en fonction du taux de saturation en eau et de la température présente une allure générale de courbe en cloche pour ($T \geq 20^\circ\text{C}$) avec un maximum pour des taux de saturation en eau compris entre 0.30 et 0.50 . La diffusivité thermique augmente d'environ 75% lorsque la température passe de 20°C à 60°C . Ce phénomène s'explique aisément si on se réfère aux résultats de conductivité thermique. Celle-ci augmente dans le même intervalle pour des températures supérieures ou égales à 20°C en raison du phénomène d'évaporation-condensation. Pour des températures ($T < 20^\circ\text{C}$) on constate une faible variation de la diffusivité thermique avec le taux de saturation en eau, phénomène résultant d'après **Danten A et al (1984)** ; **Bories et al (1980)** des variations dans un même sens de la conductivité thermique et la chaleur volumique avec ce facteur.

A la saturation totale toutes les courbes semblent se rejoindre en un même point, ceci paraît tout à fait évident étant donné que la conductivité thermique ne varie pas avec la température en ce point, de même pour la chaleur volumique.

Les mêmes allures en cloches des courbes d'évolution de la diffusivité thermique en fonction de la teneur en eau ont été constaté dans le cas du plâtre [**Quénard D et al, 1986**] et les sols [**De Vries, 1974** ; **Luikov A.V, 1966**]. Ceci semble confirmer la validité des mesures thermiques effectués.

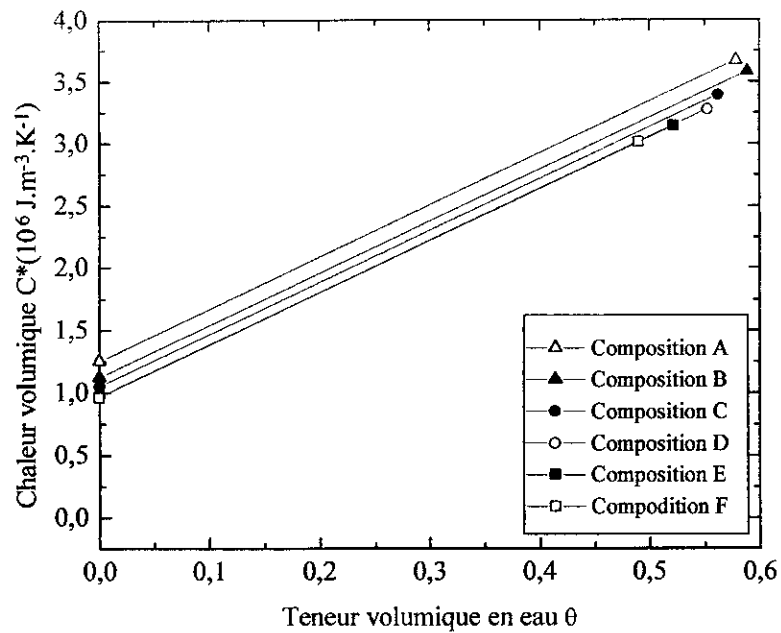


Figure 3.25: Evolution de la chaleur volumique en fonction de la teneur volumique en eau du béton argileux cellulaire à différentes porosités

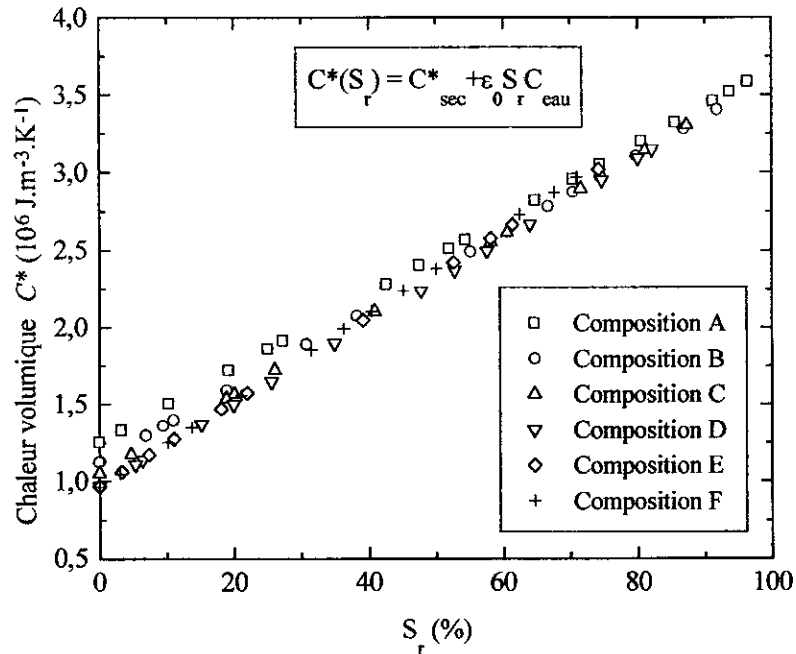


Figure 3.26 : Valeurs de chaleur volumique à différents taux de saturation en eau calculées par la relation (3.6) pour les différentes compositions du BAC.

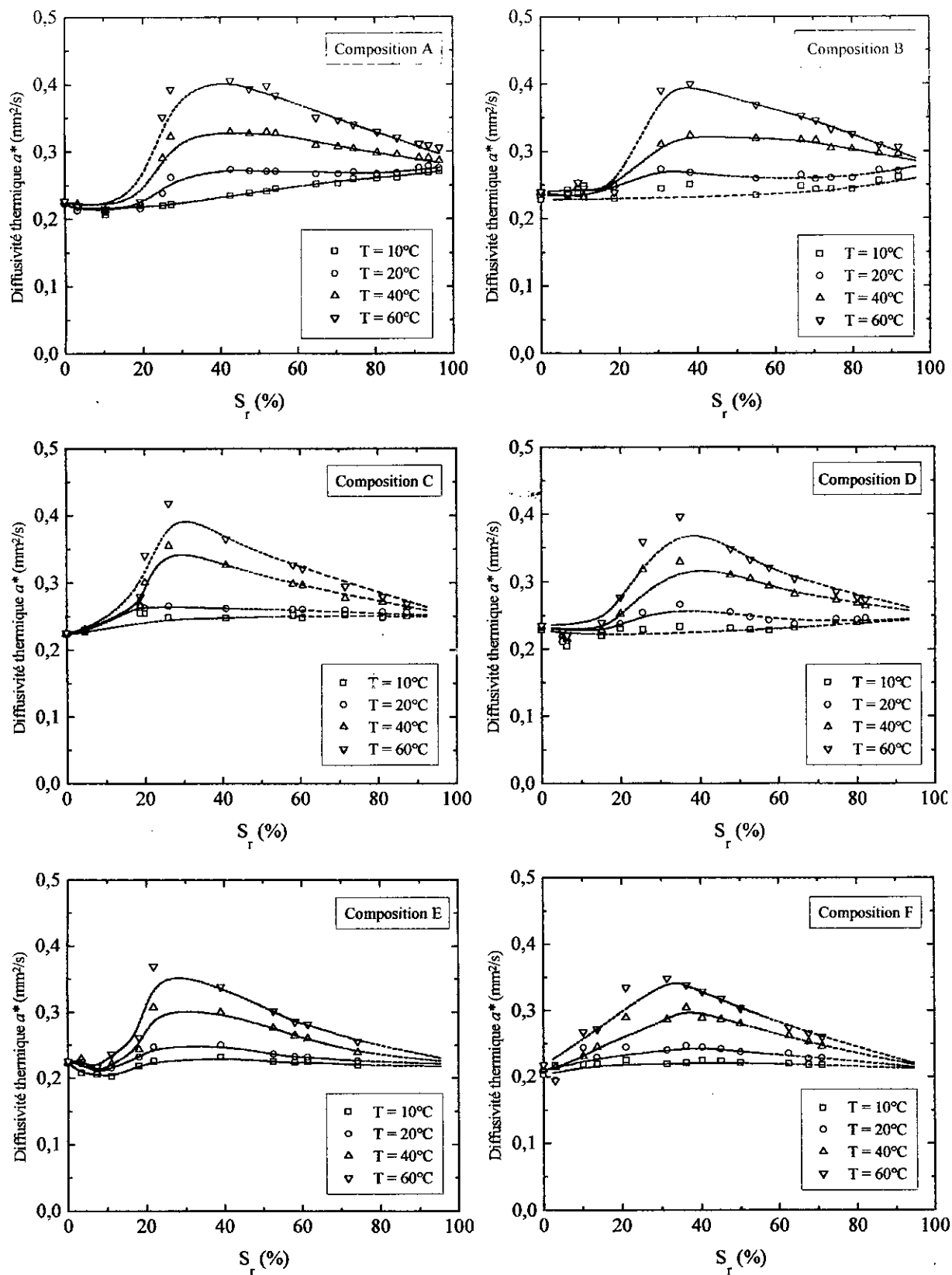


Figure 3.27 : Diffusivité thermique en fonction du taux de saturation en eau et de la température des différentes compositions du béton argileux cellulaire.

III.6 Modèles d'estimation des paramètres thermiques:

Le développement de modèles de prédiction des paramètres thermiques du matériau à une température et une teneur en eau données, en fonction de ses caractéristiques structurales, n'est pas une tâche facile vu la multiplicité des paramètres susceptibles d'intervenir. Ceci devrait faire l'objet d'études systématiques cas par cas, et il faudrait élargir la gamme de porosités pour permettre de dégager des modèles théoriques applicables à tous les matériaux poreux. Etant donné l'objectif que nous avons fixé au départ à savoir l'étude du comportement thermohydrique d'un béton argileux cellulaire par la détermination de ces propriétés de transfert de masse et de chaleur dans des conditions hygrothermiques variables. Nous ne nous sommes donc pas engagé dans la voie de développements théoriques de modèles globaux, et ce pour deux raisons: d'une part, par manque de temps et de moyens de caractérisation structurale, d'autre part, la gamme restreinte de porosités balayées ne permet pas de dégager des modèles théoriques généraux. On s'est limité dans ce travail à tester quelques modèles biphasiques basés sur la combinaison des conductivités thermiques de la phase solide et de la phase fluide et essayer de porter des corrections théoriques à ces modèles en confrontant les valeurs de conductivités thermiques effectives calculées aux valeurs expérimentales. L'influence de la température sur la conductivité thermique apparente lors du transfert couplé masse-chaleur a été prise en compte en utilisant le modèle proposé par Philip et De Vries (1957). Dans ce modèle la conductivité thermique apparente λ^* est remplacée par une conductivité thermique équivalente λ_{eq} égale à la conductivité thermique « pure » λ_0 à laquelle on ajoute la conductivité thermique due au phénomène d'évaporation-condensation " $F \cdot \lambda_{dif}$ " :

$$\lambda_{eq} = \lambda_0 + F \cdot \lambda_{dif} \quad (3.9)$$

où : F est le facteur de De Vries déjà évoqué au chapitre premier et λ_{dif} la conductivité thermique de la phase gazeuse.

La conductivité thermique pure λ_0 est la conductivité thermique du milieu poreux en l'absence du phénomène d'évaporation-condensation, celle-ci a été identifiée à la conductivité thermique du matériau à basse température ($T < 20^\circ\text{C}$).

III.6.1 Conductivité thermique à basse température λ_0 :

Si l'on suppose comme admise la dépendance linéaire de la conductivité thermique à basse température λ_0 avec le taux de saturation en eau (éq. 3.8), on peut écrire :

$$\lambda_0(S_r) = \lambda_{sec} + (\lambda_{sat} - \lambda_{sec})S_r \quad (3.10)$$

λ_{sec} et λ_{sat} peuvent être mesurés directement ou évalués théoriquement en fonction de la porosité.

III.6.1.1 Estimation de λ_{sec} et λ_{sat} à partir des mesures expérimentales :

sur la base de nos résultats (Tableau 3.14) nous pouvons estimer ces deux paramètres en utilisant la modélisation de la figure 3.28.

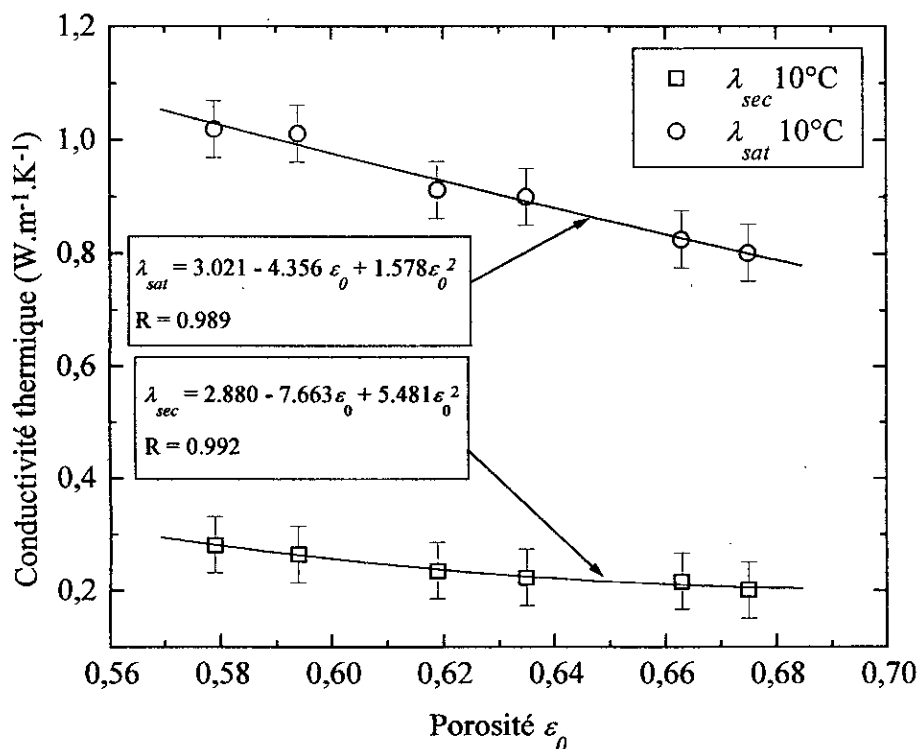


Figure 3.28 : Conductivités thermiques du béton argileux cellulaire aux états sec et saturé d'eau en fonction de la porosité à $T = 10 \pm 1^\circ C$.

III.6.1.2 Estimation de λ_{sec} et λ_{sat} à partir de modèles théoriques :

Dans cette partie, le matériau poreux est supposé composé de deux phases, une phase solide de conductivité thermique λ_s et une phase fluide (de l'air à l'état sec ou de l'eau à l'état saturé) de conductivité thermique λ_f . La conductivité thermique effective d'un tel matériau dépend selon **Woodside et Messmer (1961)** des paramètres suivants :

- La conductivité thermique des deux phases λ_s et λ_f .
- La fraction volumique $(1-\varepsilon_0)$ et ε_0 de la phase solide et de la phase fluide.
- La répartition des deux phases dans le matériau.

De plus, la conductivité thermique effective dépend de la grosseur des particules solides, de la taille et la géométrie du réseau poreux. Dans tous les cas, la conductivité thermique d'un milieu poreux est bornée entre la valeur maximale $\lambda_{//}$ et la valeur minimale λ_{\perp} correspondant respectivement à la distribution parallèle et perpendiculaire au flux thermique des deux phases en question (figure 3.29). Une valeur intermédiaire de la conductivité thermique effective peut être représentée d'après **Woodside W et Messmer J.H (1961)** par la moyenne géométrique des conductivités des deux phases. Cette valeur se situe entre la borne supérieure de conductivité thermique effective obtenue par le modèle parallèle et la borne inférieure obtenue par le modèle série.

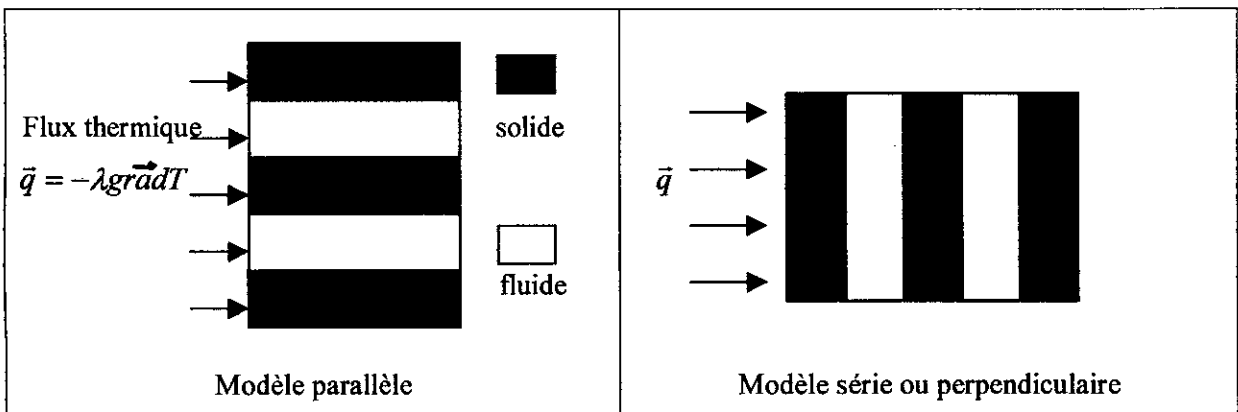


Figure 3.29 : Modèle parallèle et série de conduction thermique

- Conductivité thermique minimale λ_{\perp} :

$$\lambda_{\perp} = \frac{\lambda_s \lambda_f}{\varepsilon_0 \lambda_s + (1 - \varepsilon_0) \lambda_f} \quad (3.11)$$

- Conductivité thermique intermédiaire "moyenne géométrique" : cette moyenne correspond d'après Woodside W et Messmer J.H (1961) à la moyenne arithmétique pondérée des logarithmes des conductivités des deux phases ($\ln \lambda_{int} = \varepsilon_0 \ln \lambda_f + (1-\varepsilon_0) \ln \lambda_s$). Ceci donne:

$$\lambda_{int} = \lambda_f^{\varepsilon_0} \lambda_s^{(1-\varepsilon_0)} \quad (3.12)$$

- Conductivité thermique maximale $\lambda_{//}$:

$$\lambda_{//} = \varepsilon_0 \lambda_f + (1 - \varepsilon_0) \lambda_s \quad (3.13)$$

Nous nous sommes intéressés à la recherche de modèles théoriques pratiques permettant d'estimer la conductivité thermique effective du matériau étudié en prenant en considération uniquement ces trois paramètres (λ_s , λ_f et ε_0). L'étude de la relation entre les caractéristiques microstructurales (sphéricité des particules, formes et tailles des pores, etc..) peut faire un axe de recherche à part entière. Parmi les modèles mettant en évidence ces trois paramètres nous avons testé les modèles proposés par Asaad (1955), Veerendra et Chaudhary (1980), Pande et Chaudhary (1984).

i) Modèle proposé par Asaad (1955) :

Ce modèle est presque similaire au modèle de moyenne géométrique, l'équation proposée est de la forme :

$$\lambda_{eff} = \lambda_s^{(1-m)} \lambda_f^m \quad (3.14)$$

où $m = c\varepsilon_0$, c est un coefficient proche de 1, la valeur $c = 1$ conduit au modèle de la moyenne géométrique.

En déterminant la valeur c par régression sur les valeurs expérimentales. Nous avons remarqué que la valeur $c = 0.868$ permet de prédire la valeur de conductivité thermique à sec avec une précision inférieure à $\pm 5\%$ par rapport aux valeurs expérimentales, cette précision est de l'ordre de 40% pour le cas du matériau saturé. Pour ce dernier cas, l'erreur importante est due tout simplement à ce que la mesure de λ_{sat} a été effectuée pour un taux de saturation inférieur à la saturation totale du réseau poreux. Celle-ci est difficile à atteindre dans une durée d'un mois et dans des conditions de

saturation normales. Dans ce cas, l'utilisation de modèle triphasique combinant les conductivités thermiques des trois phases (solide, eau, air) s'avère le plus représentatif.

ii) Modèle proposé par Veerendra et Chaudhary (1980) :

Pour ces auteurs, la moyenne géométrique ne permet pas une bonne prédiction de la conductivité thermique effective d'un milieu biphasique. Cependant, ils ont généralisé le modèle de moyenne géométrique à une stratification des deux phases. En effet, dans un élément de volume unitaire on suppose qu'une fraction « n » du système stratifié est orientée parallèlement à la direction du flux thermique et la fraction $(1-n)$ orientée perpendiculairement à la direction du flux (Figure 3.30).

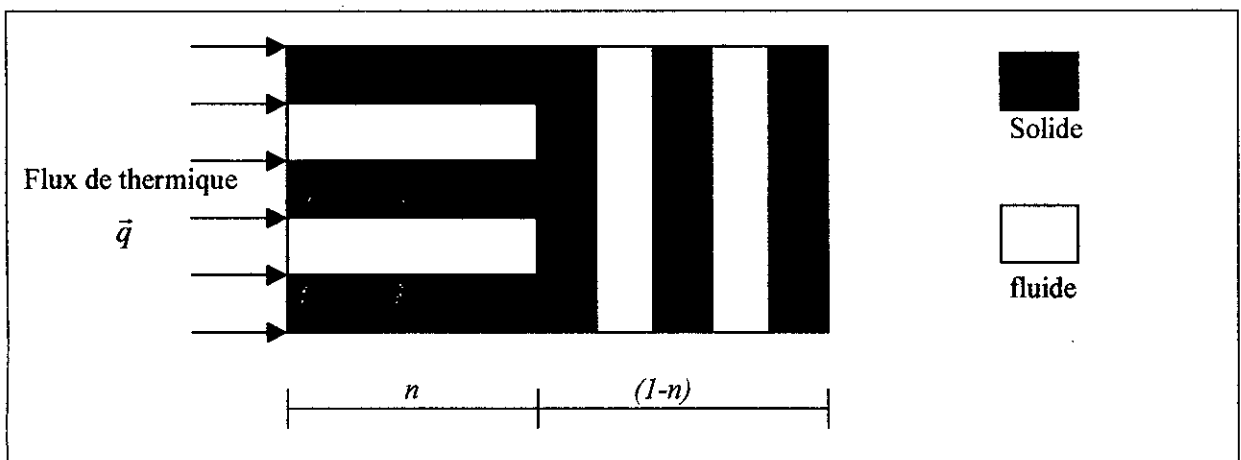


Figure 3.30 : Modèle de conduction thermique proposé par Veerendra et Chaudhary (1980)

La moyenne géométrique appliquée au modèle présenté en figure 3.30 donne :

$$\lambda = \lambda_{//}^n \lambda_{\perp}^{(1-n)} \quad (3.15)$$

Le facteur n est obtenu par substitution de $\lambda_{//}$ et λ_{\perp} dans l'équation (3.15), on obtient ainsi:

$$n = \frac{\ln \left(\varepsilon_0 \cdot \frac{\lambda}{\lambda_f} + (1 - \varepsilon_0) \cdot \frac{\lambda}{\lambda_s} \right)}{\ln \left\{ 1 + \varepsilon_0 (1 - \varepsilon_0) \left[\frac{\lambda_f}{\lambda_s} + \frac{\lambda_s}{\lambda_f} - 2 \right] \right\}} \quad (3.16)$$

Les valeurs extrêmes de n sont 1 et 0, ces valeurs ne peuvent pas être obtenues en faisant tendre la porosité ε_0 vers 0 ($\lambda = \lambda_s$) ou vers 1 ($\lambda = \lambda_f$) car l'expression (3.16) devient indéterminée. Dans ce cas les auteurs ont utilisés la règle de **L'Hospital** pour aboutir aux valeurs extrêmes de la conductivité thermique, en considérant les deux cas suivants selon le rapport des conductivités des deux phases:

- **Premier cas : $\lambda_f > \lambda_s$**

Pour ce cas les limites supérieure et inférieure de la conductivité thermique sont :

$$\text{Limite inférieure :} \quad \lambda_L = \lambda_s e^{\alpha \varepsilon_0} \quad (3.17)$$

$$\text{Limite supérieure :} \quad \lambda_H = \lambda_f e^{-\alpha (1-\varepsilon_0)} \quad (3.18)$$

$$\text{où : } \alpha = 1 - \lambda_s/\lambda_f$$

Pour un mélange de deux phases dans lequel la porosité ε_0 est comprise entre 0.2 et 0.8 les auteurs proposent comme conductivité thermique effective la combinaison linéaire des deux limites précédentes :

$$\lambda_{eff} = (1 - \varepsilon_0) \lambda_L + \varepsilon_0 \lambda_H \quad (3.19)$$

- **Deuxième cas : $\lambda_s > \lambda_f$**

Les limites dans ce cas sont données par :

$$\lambda_H = \lambda_s e^{\beta \varepsilon_0} \quad (3.20)$$

$$\lambda_L = \lambda_f e^{-\beta (1-\varepsilon_0)} \quad (3.21)$$

$$\text{où : } \beta = \lambda_f/\lambda_s - 1$$

et de la même manière que le premier cas, la conductivité thermique effective se calcule par :

$$\lambda_{eff} = (1 - \varepsilon_0) \lambda_H + \varepsilon_0 \lambda_L \quad (3.22)$$

Pour des rapport (λ_s/λ_f) élevés, **Veerendra et Chaudhary (1980)** propose de superposer un terme correctif qu'on ajoute où que l'on soustraire de l'expression (3.22) pour tenir compte de cette condition. Ils ont recommandé pour ce cas l'expression suivante :

$$\lambda_{eff} = (1 - \varepsilon_0) \lambda_H + \varepsilon_0 \lambda_L \pm \varepsilon_0 (1 - \varepsilon_0) \sqrt{\lambda_L \lambda_H} \quad (3.23)$$

Si le modèle (3.23) s'adapte bien aux milieux granulaires ou pulvérulents, il donne des résultats non satisfaisants pour le cas des matériaux consolidés tels que les bétons. Ceci nous a conduit à proposer un autre terme correctif qui tient compte de l'état de consolidation du matériau et du rapport (λ_s/λ_f) . La formule suivante est proposée :

$$\lambda_{eff} = (1 - \varepsilon_0) \lambda_H + \varepsilon_0 \lambda_L - \psi \left(\frac{\lambda_s}{\lambda_f} \right)^{1/3} \varepsilon_0 (1 - \varepsilon_0) \sqrt{\lambda_L \lambda_H} \quad (3.24)$$

où ψ est un facteur déterminé par régression sur les points expérimentaux. Pour le cas du béton argileux étudié sa valeur est de **0.92**. Il nous semble intéressant dans ce cas d'effectuer une recherche visant à relier ce facteur ψ au coefficient de sphéricité introduit par **Agrawal et Bhandari (1968)** et défini par le rapport de la surface d'une sphère équivalente ayant le même volume que la particule solide à la surface de cette même particule ($\psi = S_{sphère}/S_{particule} \leq 1$). Dans le cas de matériaux cimentaires consolidés, il faut aussi tenir compte des liaisons entre les amas plus ou moins sphériques constitués par les hydrates qui se développent lors de la prise du ciment et les autres composants matriciels.

L'erreur relative entre les valeurs expérimentales de conductivité thermique et les valeurs théoriques calculées par le modèle (3.24) est de l'ordre de $\pm 4\%$ pour les valeurs à l'état sec contre 10% à 20% pour le cas du matériau saturé.

iii) Modèle proposé par Pande et Chaudhary (1984b) :

Le premier modèle proposé par **Pande et Chaudhary (1984a)** basé sur la théorie du milieu continu effectif ne permet d'estimer la conductivité thermique effective que pour les matériaux pulvérulents et pour des gammes de porosités variant entre $(0 \text{ à } 0.40)$ et $(0.60 \text{ à } 1)$. Cependant, le modèle proposé ne donne pas une meilleure estimation de la conductivité thermique pour une gamme de porosité comprise entre 0.30 et 0.70 . Pour valider leur modèle à différents matériaux pulvérulents et granulaires composés de deux phases, et pour une porosité comprise entre 0.30 et 0.70 , **Pande et Chaudhary (1984b)** ont modifié leur premier modèle pour tenir compte de ces aspects et ont proposé les expressions suivantes :

$$\lambda_{eff} = \lambda_{ec} (1 + 3.844 \xi_s^{2/3}) \quad \text{pour } \xi_s > 0 \quad (3.25)$$

$$\lambda_{eff} = \lambda_{ec} (1 - 1.545 \xi_f^{2/3}) \quad \text{pour } \xi_f > 0 \quad (3.26)$$

où : $\xi_s = 0.5 - \varepsilon_0$; $\xi_f = \varepsilon_0 - 0.5$; λ_{ec} est la conductivité thermique du milieu continu effectif supposé composé de 50% de phase solide et 50% de phase fluide, sa valeur est déterminée par :

$$\lambda_{ec} \geq 0.6132 (\lambda_s \lambda_f)^{1/2} \quad (3.27)$$

en substituant (3.27) dans (3.25) et (3.26) on obtient comme conductivité thermique effective du milieu biphasique :

$$\lambda_{eff} \geq 0.6132 (\lambda_s \lambda_f)^{1/2} (1 - 1.545 \xi_f^{2/3}) \quad \text{pour } \xi_f > 0 \quad (3.28)$$

$$\lambda_{eff} \geq 0.6132 (\lambda_s \lambda_f)^{1/2} (1 + 3.844 \xi_s^{2/3}) \quad \text{pour } \xi_s > 0 \quad (3.29)$$

Nous avons étendu Les modèles (3.28) et (3.29) aux cas des matériaux consolidés tels que les bétons en ajoutant un facteur correctif qui prendra en compte l'état de compacité de la matrice solide. Nous avons proposé pour ce cas le modèle suivant :

$$\lambda_{eff} = \varphi \cdot (0.6132) (\lambda_s \lambda_f)^{1/2} (1 - 1.545 \xi_f^{2/3}) \quad \text{pour } \xi_f > 0 \quad (3.30)$$

$$\lambda_{eff} = \varphi \cdot (0.6132) (\lambda_s \lambda_f)^{1/2} (1 + 3.844 \xi_s^{2/3}) \quad \text{pour } \xi_s > 0 \quad (3.31)$$

où φ est un coefficient empirique introduit dans le modèle de **Pande et Chaudhary (1984b)** pour tenir compte de l'état de consolidation du matériau poreux. Sa valeur pour le cas du béton argileux étudié et de 2.2015. L'erreur relative moyenne entre les valeurs expérimentales et théorique en utilisant le modèle proposé et de l'ordre de $\pm 3\%$ pour le cas du matériaux sec, elle est comprise entre 20% et 30% pour le cas du matériau saturé. L'erreur élevée pour ce dernier cas est due aux mêmes raisons citées précédemment.

connaissant la conductivité thermique de l'eau liquide λ_l et la conductivité du mélange saturé λ_m .

La détermination de la teneur volumique en eau θ a été obtenue par des pesées successives de la cellule vide, de la cellule remplie de poudre sèche et de la cellule remplie de poudre saturée en eau. Ces pesées nous permettent de déterminer avec une précision de 1% la teneur en eau pondérale dans le mélange ω . La teneur volumique en eau θ est déterminée à partir de la teneur pondérale ω en utilisant la relation :

$$\theta = \frac{\omega}{\omega + (1 - \omega) \rho_s / \rho_l} \quad (3.35)$$

ρ_s et ρ_l sont respectivement la masse volumique des grains solides et de l'eau liquide.

Cette technique a été validée en comparant les résultats de conductivité thermique des grains solides du quartz, de la kaolinite et de la calcite issues de la littérature avec celles déterminées par la présente technique. La figure (3.31) montre une bonne concordance des résultats expérimentaux avec ceux donnés dans la littérature, ceci semble confirmer la validité de la technique employée.

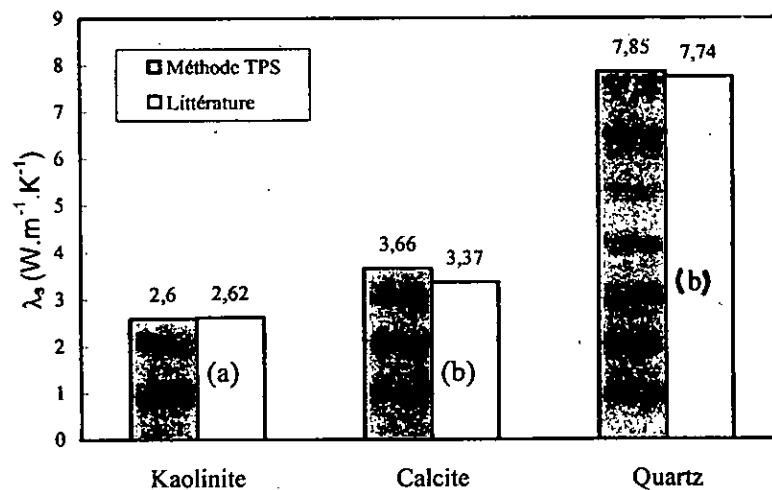


Figure 3.31 : Comparaison des valeurs de conductivité thermique des grains de quelques minéraux déterminées par la méthode TPS avec celles de la littérature

(^a) Brigaud et Vasseur (1989) ; (^b) Horai (1971).

La valeur moyenne de conductivité thermique des grains solides du béton argileux élaboré est :

$$\lambda_s = 3.264 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

Tableau 3. : Comparaison entre valeurs expérimentales et théoriques de conductivité thermique du béton argileux cellulaire (BAC) et béton cellulaire autoclavé (BCA)

Matériau	Porosité ε_0	<u>Modèle (3.13)</u>			<u>Modèle (3.23)</u>		<u>Modèle (3.29, 3.30)</u>	
		λ_{exp} W.m ⁻¹ .K ⁻¹	λ_{eff} W.m ⁻¹ .K ⁻¹	Erreur (%)	λ_{eff} W.m ⁻¹ .K ⁻¹	Erreur (%)	λ_{eff} W.m ⁻¹ .K ⁻¹	Erreur (%)
BAC A	0.579	0.281	0.288	2.390	0.274	2.400	0.281	0.140
B	0.594	0.264	0.270	2.337	0.262	0.800	0.268	1.390
C	0.619	0.235	0.243	3.520	0.242	3.000	0.246	4.800
D	0.635	0.223	0.227	2.010	0.230	3.100	0.233	4.650
E	0.663	0.216	0.202	6.355	0.209	0.032	0.212	1.870
F	0.675	0.201	0.192	4.307	0.201	0.200	0.203	1.080
G ^(a)	0.498	0.440	0.404	8.152	0.346	21.30	0.417	5.17
Erreur moyenne %				4.153		4.405		2.729
BCA BCA15 ^(b)	0.892	0.081	0.114	40.70	0.083	1.900	0.080	0.880
L1 ^(b)	0.842	0.119	0.138	15.60	0.113	5.200	0.114	4.380
BCA8 ^(b)	0.830	0.126	0.144	14.20	0.120	4.400	0.122	3.130
2B1 ^(b)	0.830	0.117	0.144	23.00	0.120	3.000	0.122	4.330
1BC3 ^(b)	0.827	0.134	0.146	8.600	0.122	8.700	0.124	7.35
BCA41 ^(b)	0.748	0.180	0.196	8.800	0.178	1.400	0.182	0.900
Erreur moyenne %				18.483		4.100		3.495

^(a) Bouguerra A (1997) ; ^(b) Laurent J.P (1995)

III.6.2 Influence de la température sur la conductivité thermique apparente :

Nous avons constaté que pour des températures $T > 20^{\circ}\text{C}$, la conductivité thermique croît brusquement pour des taux de saturation en eau compris entre 0.20 et 0.50. Ce phénomène a été déjà évoqué au chapitre.1. La conductivité thermique apparente ($k_{II} = \lambda^*$) est équivalente à une conductivité thermique λ_{eq} égale à la conductivité thermique « pure » ou « vraie » (λ) auquel on ajoute la conductivité thermique ($f\lambda_{dif}$) résultant du phénomène d'évaporation-condensation, on écrit dans ce cas :

$$\lambda_{eq} = \lambda + f \cdot \lambda_{dif} \quad (3.40)$$

Ces paramètres ont déjà été définis au chapitre premier.

La conductivité thermique équivalente n'apparaît que lorsque l'on suppose l'air macroscopiquement immobile (flux d'air $q_a=0$). Cette condition est pratiquement réalisée dans nos expériences car les échantillons de mesures sont préalablement emballés hermétiquement dans un film plastique rendant ainsi les faces imperméables aux flux d'air.

L'utilisation du modèle (3.40) nécessite la détermination de la conductivité thermique pure λ , le facteur de résistance à la diffusion f et de la conductivité thermique due à la diffusion de la vapeur d'eau λ_{dif} . Malheureusement, ces paramètres microscopiques sont difficilement accessibles par l'expérience. Nous retiendrons donc le modèle proposé par **Philip et De Vries (1957)** pour expliciter l'influence de la température sur la conductivité thermique. Il est le plus généralement utilisé pour appréhender les transferts couplés masse-chaleur en milieux poreux. Il a une formulation similaire à celle du modèle (3.40), dans lequel la conductivité thermique vraie ou pure est supposée équivalente à la conductivité thermique apparente à basse température ($T < 20^\circ\text{C}$) où le phénomène d'évaporation-condensation est pratiquement absent (phases inertes). Le facteur de résistance à la diffusion de vapeur d'eau dans l'air f est remplacé par un facteur F que nous appelons facteur de **De Vries** introduit pour tenir compte de l'influence du milieu poreux sur la diffusion. Il faut néanmoins rappeler que le facteur F n'est pas le facteur de résistance à la diffusion de la vapeur d'eau dans l'air en présence du milieu poreux et ne peut en aucun cas être utilisé pour le calcul du flux massique de vapeur d'eau. On écrit dans ce cas :

$$\lambda_{eq}(S_r, T) = \lambda_0(S_r, T) + F(S_r, T)\lambda_{dif}(T) \quad (3.41)$$

Le modèle (3.41) a ainsi été adopté pour estimer la conductivité thermique équivalente du matériau étudié pour une température et un taux de saturation en eau donnés.

III.6.2.1 Détermination de λ_{dif} et du facteur F :

Dans le cas où l'on suppose l'air totalement saturé en eau quelle que soit la teneur en eau ($\phi = 1, \forall S_r$) c'est à dire en négligeant la zone du comportement hygroscopique du béton argileux cellulaire, la conductivité thermique due au phénomène de diffusion de vapeur λ_{dif} ne dépend que des propriétés physiques de l'air humide (**Cétiat, 1989**) et elle peut donc être calculée une fois pour toute en fonction de la température à une pression donnée. Nous avons retenu à la pression atmosphérique normale, la formule approchée proposée par **Laurent J.P (1995)** :

$$\lambda_{dif}(T)[W/(mK)] = 0.02213 e^{0.054198.T [^\circ\text{C}]} \quad (3.42)$$

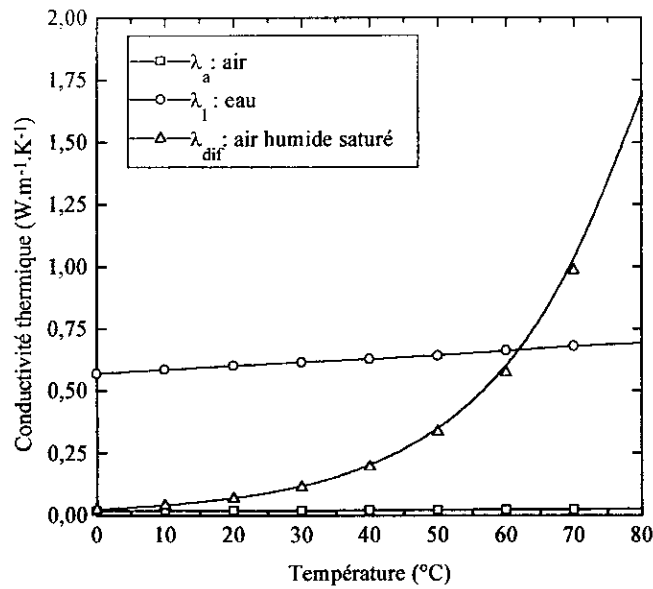


Figure 3.34 : Evolution en fonction de la température des conductivités thermiques pures De l'air sec, de l'eau liquide et de la conductivité apparente de l'air humide saturé λ_{dif}

D'après De Vries D.A (1958).

Par ailleurs, il convenait d'explicitier l'influence du taux de saturation en eau sur la facteur de De Vries F . Pour cela, en utilisant nos mesures, nous avons estimé pour une température T donnée le facteur $F(S_r, T)$ en utilisant l'expression :

$$F(S_r, T) = \frac{\lambda^*(S_r, T) - \lambda_0(S_r, T_{10^\circ C})}{\lambda_{dif}(T)} \quad (3.43)$$

La conductivité thermique à basse température λ_0 a été prise égale à la conductivité thermique à la température $T = 10^\circ C$. Celle-ci se calcule pour un taux de saturation en eau donné par la relation (3.10). Les conductivités thermiques à l'état sec λ_{sec} et à l'état saturé λ_{sat} figurant dans cette équation peuvent être déterminées, soit à partir des résultats expérimentaux, soit estimées à partir des modèles théoriques proposés au paragraphe (III.6.1). Pour cette étude, nous avons utilisé le modèle proposé dans la figure (3.28).

Nous avons réitéré ces calculs pour toutes les températures. La figure 3.35 représente l'intégralité des résultats de calcul de $F(S_r, T)$ pour l'ensemble des compositions du béton argileux étudiées. Ces résultats montrent en première approximation que F peut effectivement être considéré comme indépendant de la température et de la porosité du béton argileux. Donc une relation unique du

facteur F en fonction du taux de saturation en eau peut être dégagée de ces résultats. Nous avons trouvé pour le cas du béton argileux étudié qu'un lissage de type :

$$F(S_r) = \alpha \cdot S_r^2 + \beta \cdot S_r^{2.5} + \gamma \cdot S_r^3 \quad (3.44)$$

où : $\alpha = 24.20$; $\beta = -45.40$; $\gamma = 21.19$

conduit à la courbe en trait continu de la figure 3.35.

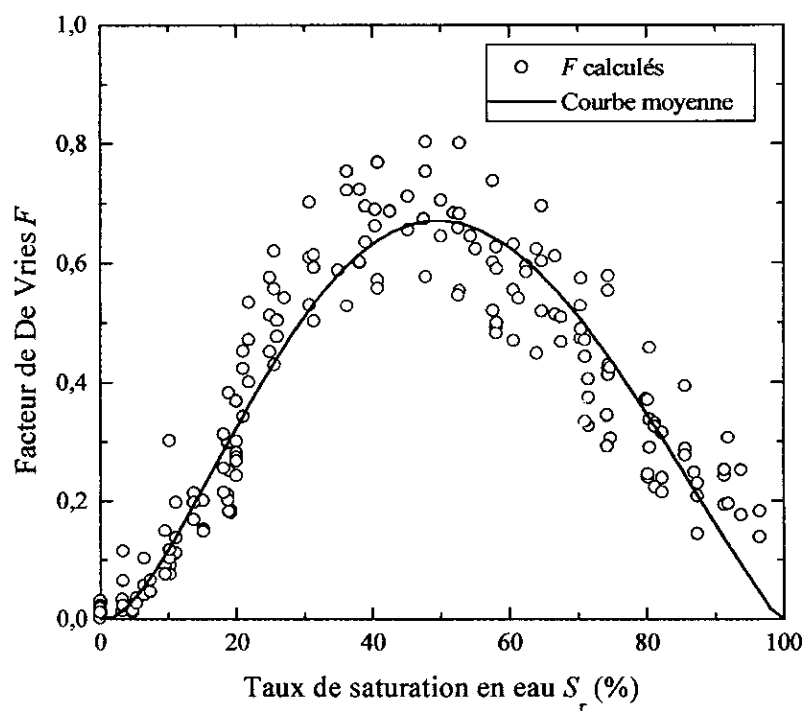


Figure 3.35 : Valeurs moyennes du facteur de De Vries calculées par l'équation (3.34) en fonction du taux de saturation en eau pour l'ensemble des compositions du béton argileux.

Donc, une manière d'estimer la conductivité thermique apparente du béton argileux pour un taux de saturation en eau et une température données consiste à :

i) évaluer la conductivité thermique à basse température $\lambda_0(S_r)$. Celle-ci peut être également estimée à partir du modèle donné par l'équation (3.10). les conductivités thermiques du matériau sec $(\lambda_0)_{sec}$ et du matériau saturé $(\lambda_0)_{sat}$ peuvent être déterminées, soit expérimentalement, soit théoriquement en utilisant les modèles proposés au paragraphe (III.6.1).

ii) Calculer le facteur de De Vries F correspondant au taux de saturation en eau donné, on utilise pour cela l'expression proposée (3.44).

iii) Calculer la conductivité thermique λ_{dif} à une température T donnée en utilisant l'expression donnée en (3.42).

iv) Déterminer enfin, la conductivité thermique apparente $\lambda^* = \lambda_{eq}$ (air supposé macroscopiquement immobile) en utilisant l'expression (3.41).

Nous avons présenté sur la figure (3.36) les résultats de conductivité thermique apparente déterminés expérimentalement par la technique de la sonde monotige et ceux estimés en utilisant le modèle (3.41). L'écart entre les valeurs expérimentales et théoriques peut s'expliquer par les hypothèses adoptées à savoir un facteur de De Vries indépendant de la température et de la densité du matériau. Un travail ultérieur devra donc prendre en compte l'influence de la porosité sur le facteur F pour corriger cet écart.

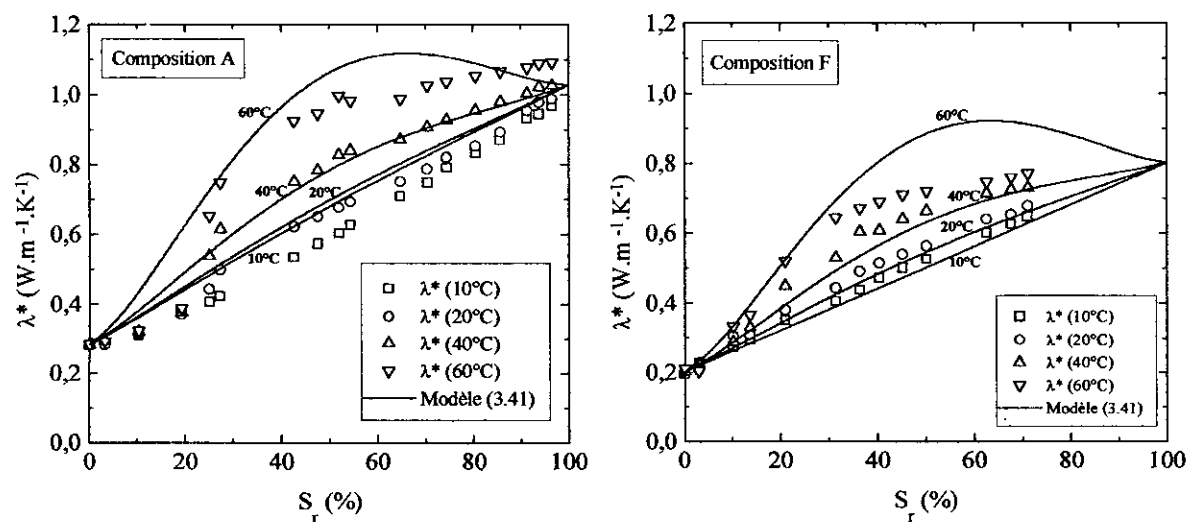


Figure 3.36: Comparaison des conductivités thermiques apparentes mesurées par la technique de la sonde monotige et les conductivités thermiques équivalentes calculées par le modèle (3.41) en utilisant la relation (3.44) pour le calcul du facteur F .

III.6.2.2 Interprétation des résultats de conductivité et diffusivité thermique apparentes:

Si l'on considère la figure 3.34, on voit que:

- La conductivité thermique de l'air humide saturé λ_{dif} croît avec la température jusqu'à 60°C mais reste inférieure à la conductivité thermique de l'eau.
- A 60°C, les conductivités thermiques de l'air humide saturé et de l'eau sont égales.
- Au delà de 60°C, la conductivité thermique de l'air humide saturé devient supérieure à celle de l'eau.

Par ailleurs, la figure 3.23 montre une augmentation assez rapide de la conductivité thermique dans la domaine $0.20 < S_r < 0.50$, puis lente pour des taux de saturation $S_r > 0.50$. Ce phénomène apparaît dès que la température avoisine 40°C et est très marqué à 60°C. Il est d'autant plus marqué que le taux de microporosité est important. A 60°C la partie de la courbe au delà de $S_r > 0.50$ est pratiquement un palier.

On peut admettre avec **De Vries (1958)** que, dans l'intervalle de faibles teneurs en eau, l'augmentation de la teneur en eau entraîne l'apparition d'îlots liquides qui agissent comme des "courts circuits" favorisant d'abord la diffusion de la vapeur d'eau dans le matériau. Lorsque la teneur en eau augmente cette diffusion dans la phase gazeuse est de plus en plus gênée par la présence d'une phase liquide de plus en plus importante. Autrement dit les îlots liquides tendent à se rejoindre pour former des chemins liquides continus qui gênent la diffusion de la phase gazeuse. Ce phénomène se traduit par l'évolution du facteur de De Vries F représenté par la courbe de la figure 3.35, sur laquelle on voit que la saturation irréductible c'est à dire la limite entre le domaine pendulaire et funiculaire se situe à $S_r \sim 0.50$. C'est pour cette valeur que la conductivité thermique apparente du matériau humide non saturé cesse d'augmenter rapidement.

Le phénomène est d'autant plus marqué que la température est plus élevée. En effet, lorsque la température augmente, la pression de vapeur d'eau dans l'air humide augmente ce qui tend à accélérer le phénomène de diffusion de l'air humide. On voit sur la figure 3.34 que l'augmentation la conductivité thermique de l'air humide avec la température commence à s'accélérer vers 40°C.

Au voisinage de 60°C la conductivité thermique de l'air humide est égale à la conductivité de l'eau liquide, ce qui explique le palier présent lorsque le taux de saturation augmente au delà de 0.50. Dans ce cas le transfert thermique à travers la phase gazeuse est le même que dans la phase liquide.

Les résultats de **Azizi S (1988)** permettent de compléter l'interprétation du phénomène. On voit sur la figure 3.24 que pour des températures supérieures à 60°C la conductivité thermique apparente passe par un maximum autour d'un taux de saturation voisin de 0.50 puis diminue jusqu'à la

saturation totale. D'après De Vries (1958, 1974), Missenard A (1965) et Azizi (1988), pour ces températures, la conductivité thermique de l'air humide est supérieure à celle de l'eau liquide. Cependant, l'augmentation de la teneur en eau conduit à une substitution partielle de phase gazeuse par de l'eau de conductivité thermique inférieure à cette phase gazeuse, il en résulte donc une diminution de la conductivité thermique du milieu.

En ce qui concerne l'évolution de la diffusivité thermique apparente en fonction du taux de saturation en eau (figure 3.27). L'allure générale des courbes obtenues a la forme d'une cloche. En effet, pour des températures supérieures à 20°C, la diffusivité thermique croît en fonction du taux de saturation jusqu'à une valeur maximale située à un taux de saturation compris entre 0.30 et 0.50 puis elle décroît jusqu'à la saturation totale du matériau.

La relation donnant a^* en fonction de λ^* et de C^* , fait intervenir le rapport (λ^*/C^*). Il est tout à fait évident que la diffusivité thermique suit l'évolution de ces deux paramètres thermiques. Or, la conductivité thermique croît rapidement pour des taux de saturation compris entre 20% et 50%, contre un accroissement constant de la chaleur volumique ceci explique la croissance de a^* dans cet intervalle. Pour des taux de saturations supérieures à 0.50, l'évolution de la conductivité thermique est de plus en plus lente, la diffusivité thermique est dans ce cas sensible à la chaleur volumique qui croît d'une manière toujours constante. Ceci explique la décroissance plus marquée de la deuxième partie de la courbe.

Pour des températures inférieures à 20°C la conductivité thermique et la capacité calorifique évoluent toutes les deux dans le même sens et d'une manière linéaire, leur rapport qui représente la diffusivité thermique ne varie dans ce cas que d'une manière imperceptible entre l'état sec et l'état de saturation totale.

III.7 Synthèse du chapitre :

Ce chapitre a été consacré à la mise en valeur des caractéristiques microstructurales, physicomécaniques et hygrothermiques du matériau élaboré en utilisant les techniques expérimentales exposées au chapitre précédent. Nous avons préparé pour cela six compositions en faisant varier la teneur en aluminium afin de faire varier la porosité du matériau. Les paramètres évalués ont été décrits moyennant des modèles théoriques en fonction des caractéristiques du matériau sec et de la porosité de celui-ci. Ces modèles ont été proposés pour des raisons pratiques pour l'évaluation de ces paramètres lors d'une éventuelle mise en œuvre d'un matériau à base d'argile ou d'un matériau similaire à base de terre. Nous pensons avoir atteint cet objectif malgré la gamme assez restreinte de porosité balayée.

Conclusion

Conclusion

Ce travail avait pour but de montrer la potentialité de développer des matériaux de construction thermiquement isolants à base de déchets argileux susceptibles de répondre aux besoins socio-économiques dans de nombreux pays en développement et de satisfaire les objectifs d'économie d'énergie et de la protection de l'environnement. De plus, fournir des outils d'estimation, qui soient d'un usage pratique, des paramètres de transfert thermohydriques des matériaux poreux à base d'argile. Les résultats résumés précédemment montrent que l'objectif est atteint. En effet, la conductivité thermique à sec par exemple, comprise entre 0.30 et 0.20 W/(m.K) , témoigne des bonnes qualités d'isolation du béton argileux cellulaire. A titre comparatif un plâtre de densité 0.90 présente une conductivité thermique plus élevée que la composition la plus dense du béton argileux élaboré (composition A) ($0.368 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour le plâtre de densité 0.9 contre $0.281 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour un béton argileux de densité 1.038). La forte capacité calorifique ($1140 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1} \leq c_{sec} \leq 1190 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et la faible diffusivité thermique ($0.23 \text{ mm}^2/\text{s} \leq a_{sec} \leq 0.25 \text{ mm}^2/\text{s}$) en font un matériau intéressant pour le stockage thermique malgré sa faible densité ($0.843 \leq d_0 \leq 1.038$).

Nous pensons avoir fourni également les outils d'estimation des paramètres de transferts. En effet, les modèles proposés pour l'estimation des paramètres de transfert thermohydriques en fonction de la porosité du béton argileux cellulaire sont en bonnes concordances avec les résultats expérimentaux et peuvent être employés comme modèles de prédiction pratique des ces paramètres connaissant la porosité du matériau cellulaire.

L'étude du comportement thermique des matériaux élaborés dans des conditions hygrothermiques variables montre que dans le domaine de température étudié (10°C à 60°C), les caractéristiques thermiques sont peu sensibles à la variation de la température. Par contre, elles sont fortement sensibles au taux de saturation en eau. Nous avons constaté que la conductivité thermique et la diffusivité thermique croissent avec le taux de saturation en eau, cette croissance est plus marquée dans le domaine des taux de saturation en eau compris entre 0.20 et 0.50 et pour des températures supérieures à 20°C . Ceci est due au phénomène d'évaporation-condensation où l'eau évaporée du côté chaud est transportée par diffusion gazeuse et se condense sur le côté froid en libérant sa chaleur latente de vaporisation. Ceci conduit à un accroissement notable du transfert de chaleur et donc de la conductivité et de la diffusivité thermiques. La chaleur volumique croît elle aussi avec le

taux de saturation en eau mais, de manière linéaire en raison de l'additivité des enthalpies de la phase solide et de la phase liquide.

Toutefois, les valeurs du taux de saturation en eau atteintes par les différentes compositions du béton argileux cellulaire dans les conditions de saturation normales sont inférieures à la saturation totale du matériau pour laquelle la conductivité thermique reste d'ailleurs toujours dans la limite préconisée pour un matériau isolant porteur à sec fixée à 0.75 W/(m.K) d'après les recommandations de la RILEM.

L'étude du comportement hydrique du béton argileux cellulaire montre que le matériau présente un comportement hygroscopique négligeable en comparaison avec d'autres matériaux de construction tels que le plâtre et le béton cellulaire autoclavé. Les isothermes de sorption montrent que le taux de fixation d'humidité est suffisamment faible ($< 0.02 \text{ kg/kg}$) dans les conditions normales d'utilisation du matériau ($\phi = 0.70$ et $T = 20^\circ\text{C}$). On a montré que plus le taux de macroporosité augmente (% Al augmente) plus le taux de fixation de la vapeur d'eau diminue en raison de la diminution de la surface spécifique des pores. Le caractère non hygroscopique du matériau élaboré lui confère un comportement thermique stable assurant ainsi un bon confort thermique à l'intérieur des locaux.

En contact avec l'eau liquide, les différentes compositions du béton argileux présentent pour des porosités faibles un taux d'absorption d'eau élevé en le comparant avec d'autres matériaux de construction (de l'ordre de $0.07 \text{ m}^3/\text{m}^2$). Toutefois, et pour des porosités élevées, les sorptivités déterminées pour les différentes compositions du béton argileux, présentent des valeurs inférieures à celles d'un plâtre de même densité. Le coefficient de transport capillaire D_w caractérisant la diffusivité hydrique en phase liquide est aussi élevé en comparaison à d'autres matériaux cellulaires. Elle est d'autant plus élevée que le taux de macroporosité augmente en raison de la réduction des chemins capillaires. La diffusivité de la phase vapeur est négligeable étant donné que le matériau présente un comportement hygroscopique faible. Donc la diffusion de la phase liquide se trouve dominante dans toutes les compositions. L'évolution du coefficient de transport capillaire avec la teneur en eau est pratiquement constante dans l'intervalle des teneurs volumiques en eau comprises entre 0% et 45% et ne commence à croître que pour des teneurs volumique en eau supérieure à 45%. Afin de pallier le problème d'ascension d'eau lors de la mise en œuvre, il est recommandé de mettre une barrière étanche à la base des murs et les couvrir par un enduit étanche pour les prémunir contre les eaux des pluies s'il s'agit de murs extérieurs.

Toutefois, ce travail apparaît comme un point de départ. D'autres études restent à faire concernant la relation entre les caractéristiques de la pâte, la morphologie de la porosité et les caractéristiques rhéologiques conditionnant la mise en œuvre. Ces études devraient permettre de mieux maîtriser la morphologie poreuse et d'approfondir son influence sur les transferts couplés de masse et de chaleur.

Enfin, l'acquisition de ces connaissances scientifiques supplémentaires doit permettre de concevoir des éléments de construction multicouches possédant des caractéristiques thermiques et mécaniques optimum et permettant de répondre aux besoins économiques.

Bibliographie

Bibliographie

- [1] **Abada F (1994)** : Transport d'humidité en matériaux poreux en présence d'un gradient de température : Caractérisation expérimentale, Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier Grenoble I.
- [2] **Abassi M.H, Evans J.W, Abramson I.S (1983)** : Diffusion of gases in porous solids : Monte Carlo simulations in the Knudsen and ordinary diffusion regimes, *AIChE J.*, vol.29, n°4, pp617-624.
- [3] **Accetta A (1982)** : Procédé de fabrication de blocs à bâtir en terre stabilisée par compactage dynamique ; Colloque de Vaulx-en-Velin, 14-15 Oct. 1982, pp 33-39.
- [4] **Accetta A (1984)** : Contribution à l'étude de la stabilisation des terres par compactage. Actes du colloques « Construction en terre », ENTPE, Vaulx-en-Velin, 10-12 Oct. 1984, pp 105-121.
- [5] **Agrawal M.P, Bhandari R.C (1968)**: *Indian J. Pure Appl. Phys.*, vol.7, p.190.
- [6] **Al-Rim K (1995)**: Etude de l'influence des différents facteurs d'allégement des matériaux argileux – Les bétons argileux légers, Généralisation à d'autres formes de roches, Thèse de Doctorat de l'Université de Rennes I.
- [7] **American Concrete Institute (1970)**: Guide pour le béton de structure à base de granulats légers, Traduction du CATED, SDT BTP.
- [8] **Angström A.J (1863)**: *Phil. Mag.*, 25, p.130; 26, p.161.
- [9] **Asaad Y (1955)**: Ph.D thesis, University of California.
- [10] **Astrand J, Lynda B, Johansson E, Laïd S, Teggour H, Toumi N (1994)**: Matériaux thermiquement isolants: Béton mousse, Panneaux en laine de bois. CNERIB (Algérie) et LCHS de Lund (Suède).
- [11] **Azizi S (1988)** : Conductivité thermique des matériaux poreux humides : Mesure par méthode flash et interprétation, Thèse de Doctorat de l'I.N.P.Lauraine.
- [12] **Baron A. et al (1971)**: L'analyse minéralogique des sols argileux. Collection du LCPC, éd Eyrolles.
- [13] **Bartali H (1991)** : La terre armée de paille pour les constructions, *Inst.Agrono. et Vete. Hassan II, Rabat-Maroc.* Communication, Colloque de Marseille 15-17 Oct 1991, pp 551-561.
- [14] **Bastian G (1987)**: *Revue Phys. Appl.*, 22, p.444.
- [15] **Bell A.G (1880)**: *Am. J. Sci.*, 20, 305.
- [16] **Bellini Da Cunha Neto J.A (1992)**: Transport d'humidité en matériau poreux en présence d'un gradient de température. Caractérisation expérimentale d'un béton cellulaire. Thèse de Doctorat de l'Université de Joseph Fourier-Grenoble I.
- [17] **Blackwell J.H (1954)**: A transient flow method for determination of thermal constants of insulating materials in bulk, *Can. J. Physics*, 25, n°2, 137-144.
- [18] **Bories S (1982)** : Analyse critique des différents modèles mathématiques utilisés pour les transferts de masse et de chaleur, Collège International des Sciences de la construction, ITBTP.
- [19] **Bories S, Bacon G, Monferran D (1980)** : L'influence de la teneur en eau et de température sur la conductivité thermique des milieux poreux non saturés, 7^{ème} Symposium International de l'A.I.R.H, Toulouse.

- [20] **Bouguerra A (1997)**: Contribution à l'étude d'un procédé de valorisation de déchets argileux : Comportement hygrothermique des matériaux élaborés, Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon.
- [21] **Bouguerra A, Laurent J.P, Goual M.S, Quéneudec M (1997)**: The measurement of the thermal conductivity of solid aggregates using the transient plane source technique. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 30, pp.2900-2904.
- [22] **Brigaud F, Vasseur G (1989)**: *Geophys. J.* vol.98, p.525.
- [23] **Brunauer S, Emmet P.H, Teller E (1938)** : Adsorption of gases in multimolecular layers, *J. Amer. Chem. Soc.* Vol.60, p.309.
- [24] **Bunting B (1976)** : *Earthy architecture in New-Mexico*, University of New-Mexico Press, 122p.
- [25] **Buyle-Bodin F, Cabrillac R, Duval R, Luhowiak W (1990)** : Stabilisation d'un torchis par liant hydraulique. Colloque International « Vegetable Plants and their Fibres as Building Materials » Salvador, Bahia, Brazil, 17-21 Sep 1990, Ed. by Sobral H.S, Chapman and Hall, pp 182-192.
- [26] **Caillere S, Henin S, Rautureau M (1982)**: *Minéralogie des argiles*. Edition Masson, Paris.
- [27] **Calame F (1985)**: *Eléments d'un cahier de charges pour la réalisation d'un torchis moderne*. Ed. Plan Construction, Paris 1985.
- [23] **Carniglia S.C (1986)** : Construction of the tortuosity factor from porosimetry, *J. of Catalysis*, n°102, pp401-418.
- [24] **Carrel P, Louvigne M, Malaval R (1982)** : Le polystyrène expansé. *Le bâtiment bâtir.* Avril 1982, pp 28-34.
- [25] **Carslaw H.S, Jaeger J.C (1965)**: *Conduction of heat in solids* - Oxford University Press, p510.
- [26] **Cétiat (1989)**: *Propriétés physiques de quelques fluides utilisés dans les échangeurs de chaleur*, Villeurbanne.
- [27] **Christopher H, Hoff W.D, Moira A.W (1993)** : *J. Phys.D :Appl.Phys.* 26, pp.31.
- [28] **Christopher H, Thomas K.T (1986)** : Water movement in porous building materials-VII. The sorptivity of mortar. *Building and Environment*, vol.21, N°2. pp.113-118.
- [29] **Cormon P (1973)** : *Bétons légers d'aujourd'hui*, ed Eyrolles.
- [30] **Couasnet Y (1989)**: Contribution à l'étude du transfert de vapeur d'eau en régime permanent et non stationnaire dans les matériaux poreux hygroscopiques, *Cahier du CSTB N°2349*, sept.1989.
- [31] **Courivaud J.M (1993)** : Etude des transferts couples de masse et de chaleur en milieu poreux : Application à la cuisson par vapeur saturée d'un béton cellulaire, Thèse de Doctorat, INP de Toulouse.
- [32] **Cowan R.D (1961)**: *J. Appl. Phys.*, 32, 1363.
- [33] **CRA-Terre (1986)**: P.Odul et Al, *Approche scientifique et technique du matériau terre. Dispositions constructives et leurs modes de mise en œuvre*, Rapport CRA-Terre CSTB, DA 310p.
- [34] **Crause P (1983)**: Etude fondamentale des transferts couplés de chaleur et d'humidité en milieu poreux non saturé, Thèse de Doctorat d'Etat, I.N.P.Toulouse, p.21.
- [35] **Christopher H (1977)** : Water movement in porous building materials-I. Unsaturated flow theory and its applications. *Build. Environ.*,12, pp 117-125.

- [36] **Christopher H (1981)** : Water movement in porous building materials-IV. The initial surface absorption and the sorptivity. *Build. Environ.*, 16 (3), pp 201-207.
- [37] **CSTB (1995)**: Traité de physique du bâtiment, tome1, Connaissances de base, Partie G, pp.611.
- [38] **Cull J.P (1974)**: *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 77, pp.771-774.
- [39] **Daïan J.F (1986)**: Processus de condensation et de transfert d'eau dans un matériau méso et macroporeux : Etude expérimentale du mortier de ciment. Thèse de Docteur-es Sciences physiques, Université Scientifique, Technologique et Médicale de Grenoble, 319p.
- [40] **Danten A, Hostache G, Murat M, Sicard L (1984)**: Influence de la teneur en eau sur la diffusivité thermique du plâtre. *Matériaux et constructions*, vol.17, n°100, pp.303-306.
- [41] **Davidovits J (1982)** : Briques et carreaux extrudés : Procédés d'argile compressées. Fabrication de matériels et de produits en terre crue (argiles), Actes du Colloque de Vaulx-en-Velin, 14-15 oct. 1982, pp64-65.
- [42] **De Freitas V.P, Krus M, Kunzel H, Quenard D (1991)**: Determination of the water diffusivity of porous materials by gamma-ray attenuation and NMR. *Moisture Problems in Building Walls*, Science Project-2, CT91-0737.
- [43] **De Vries D.A (1958)** : Simultaneous transfer of heat and moisture in porous media. *Trans. Amer. Geophys. Union* vol 39, pp 909-916.
- [44] **De Vries D.A (1974)**: Heat transfer in soils, in heat and mass transfer in the biosphere, John Wiley and Sons.
- [45] **De Vries D.A (1987)** : The theory of heat and mass transfer in porous media revisited. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol 30, n°7, pp 1343-1350.
- [46] **Degiovani A, Moyné C (1987)** : Conductivité thermique des matériaux poreux humides : Evaluation théoriques et possibilité de mesure. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol 30, n°11, pp 2225-2245.
- [47] **Dreyfus J (1954)**: Manuel de construction en béton de terre stabilisée. Dakar, Bureau des recherches Bâtiments et Habitat, 85p.
- [48] **Dullien F.A.L (1979)** : Porous media : fluid transport and pore structure, Academic press.
- [49] **Epstein N (1989)** : On tortuosity and the tortuosity factor in flow and diffusion through porous media, *Chem. Eng. Sci.*, vol.44, N°3, pp777-779.
- [50] **Esteoule-Choux J (1971)**: Contribution à l'étude des argiles du massif Armoricaïn. *Mem. Soc. Geol. Min. Bretagne*, Rennes N°14, 271p.
- [51] **Esteoule-Choux J (1996)**: Communication privée.
- [52] **Esteoule-Choux J, Perret P (1979)**: Etude expérimentale des phénomènes de stabilisation des sols fins par la chaux. *Bull. Liaison Labo. Routiers Pont et Chaussées* N° 99, janv-fev 1979, pp99-109.
- [53] **Fauconnier R (1982)**: Le transfert d'humidité dans les matériaux poreux, Collège International des Sciences de la construction, novembre 1982.
- [54] **Faudot D (1980)**: Etude structurale d'un corps poreux, *Pétrole et techniques*, n°273, pp19-30.
- [55] **Ferrer M (1985)** : Béton léger isolant à base de billes de polystyrène. Thèse de doct. Ing. Université de Clermont Ferrand, 62p.
- [56] **Fournier D, Andre G, Klarsfeld S (1966)**: *Suppl. Bull. Inst. Intern. Froid*, 2, pp.163-173.

- [57] Gray W.G (1975) : A derivation of the equations of multiphase transport. *Chemical Engineering Science*, vol 30, pp 229-233.
- [58] Gregg S.J, Sing K.S.W (1982): Adsorption, surface area and porosity, Academic Press, London.
- [59] Gueguen Y, Palciauscas V (1992) : Introduction à la physique des roches, Hermann.
- [60] Guettala A, Guenfoud M (1998): Influence des types d'argiles sur les propriétés physico-mécaniques du béton de terre stabilisée au ciment. *Annales du Bâtiment et des Travaux Publics*, février 1998, pp.15-25.
- [61] Gustafsson S.E, Bashir S, Narendra S.S, Izhar ul Haq (1991): The transient plane source technique :experimental design criteria, High temperatures-High pressures, vol.23, pp.289-293.
- [62] Gustafsson S.E (1990): United States Patent - N°.5.044.767, 10p.
- [63] Gustafsson S.E (1991): Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials, *Review Scientific Instruments*, vol.62, n°3, 797-804.
- [64] Gustafsson S.E, Karawacki E, Chohan M.A (1984): *Rev. Sci. Instrum.* Vol.55, p.610.
- [65] Gustafsson S.E, Karawacki E, Chohan M.A (1986): Thermal transport studies of electrically conducting materials using transient hot-strip technique, vol 19, pp.727-735.
- [66] Gustafsson S.E, Karawacki E, Khan M.N (1979): Transient Hot-Strip method for simultaneously measuring thermal conductivity and thermal diffusivity of solids and liquids - *J. Phys. D :Appl. Phys.*, 12, 1411.
- [67] *Handbook of Chemistry and Physics* 48th Edition 1967-1968, p.E-36: Constant humidity with sulfuric acid solutions.
- [68] Harton R, Wierenga P.J, Nielson D.R (1982) : A rapid technique for obtaining uniform water content distributions in unsaturated soil columns. *Soil Science*, vol.133, N°.6, pp.397-399.
- [69] Hashin Z, Shtrikman S (1962): *J. Appl. Phys.* Vol.33, p.3125.
- [70] Hassen F (1970): *Construire avec les peuples*, Ed Jérôme Martineau, Paris, 310p.
- [71] Haynes J.M (1973): Determination of pore properties of constructional and other materials, general introduction and classification methods, *Materiaux et Construction*, vol.6, n°23, pp 169-174.
- [72] Haynes J.M (1977): La structure poreuse et son influence sur les mécanismes de transferts, Séminaire « Le comportement thermique des matériaux dans la construction » Saint Rémy lès Chevreuse 18-20 janvier 1977.
- [73] Herzog A, Mitchel J.K (1963): Reaction accompanying stabilization of clay with cement. In cement treated soil mixtures : Highway Research Record, N° 36. Highway Board of the National Research Council, Washington.
- [74] Hillerborg A (1985): A modified absorption theory, *Cement and Concrete Research*, vol.15, pp809-816.
- [75] Hladik J (1969) :La transformation de Laplace à plusieurs variables, Masson, Paris.
- [76] Horai K I (1971): *J. Geophys. Res.* vol.76, p1278.
- [77] Jeannet J, Pollet G, Scarato P (1986) : Le Pisé : Patrimoine, Restauration et techniques d'avenir. Editions Créer, Collection Cahiers de Const. Trad. 112p.
- [78] Johnson D.L, Plona T.J, Scala C, Pasierb F, Kojima H (1982) : Tortuosity and acoustic slow waves, *Phys. Rev. Lett.*, vol.49, n°25, pp1840-1844.

- [79] **Kass J.L and Campbell-Allen D (1972)**: Functional classification of lightweight concrete, *Matériaux et Constructions*, vol.5, n°27, pp.171-172.
- [80] **Kaufmann J, Studer W, Link J and Schenker K (1997)**: Study of water suction of concrete with magnetic resonance imaging methods. *Magazine of Concrete Research*, N°.180, pp.157-165.
- [81] **Klug H.P, Alexander L.E (1954)**: *X ray diffraction procedures*, J. Wiley, London.
- [82] **Krisher O (1962)** : *Die wissenschaftlichen grundlagen der trocknungstechnik*. Springer Verlag.
- [83] **Künzel H.M (1994)**: Verfahren zur ein- und zweidimensionalen Berechnung des gekoppelten Wärme- und Feuchtetransports in Bauteilen mit einfachen Kennwerten. Dissertation Universität Stuttgart.
- [84] **Lang D.L (1956)**: *ASTM Bulletin*, sept., pp.58-60.
- [85] **Langlais C (1985)** : Transfert de chaleur à travers les isolants fibreux en présence d'humidité, *Journée Etud. G.U.T.6*, Mars 1985.
- [86] **Langmuir (1918)**: The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum. *Journal of American Chemical Society*, vol.40, pp.1361.
- [87] **Laquerbe M, Tatard F (1977)**: *Mortier argile-ciment*, SMB, INSA de Rennes, Imp C.M.
- [88] **Laquerbe M (1982)** : Briques et carreaux extrudés : Procédés-STARGIL (Argile-Ciment) Actes du Colloque de Vaulx-en-Velin, 14-15 Oct. 1982, pp64-66.
- [89] **Laurent J.P (1986)**: Contribution à la caractérisation thermique des milieux poreux granulaire, Thèse de Doctorat de l'I.N.P.Grenoble.
- [90] **Laurent J.P (1991)** : La conductivité thermique à sec des bétons cellulaires autoclavés : un modèle conceptuel. *Matériaux et Constructions*, vol.24, n°141, pp221-226, 1991.
- [91] **Laurent J.P, Guerre-Chaley C (1995)**: Influence de la teneur en eau et de la température sur la conductivité thermique du béton cellulaire autoclavé. *Matériaux et construction*, vol.28, pp.464-472.
- [92] **Le Roux A (1969)**: Traitement des sols argileux par la chaux. *Bull. Liaison Labo. Routiers Pont et Chaussées N° 40*, sept-oct 1969, pp60-95.
- [93] **Ledhem A (1997)** : Minimisation des variations dimensionnelles des bétons de bois à matrice argileuse, Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon.
- [94] **Lee P.H, Kozak J.L (1987)** : Calculation of the tortuosity factor in single-phase transport through a structured medium, *J. Chem. Phys.* Vol.86, n°8, pp4617-4627.
- [95] **LNTPB (1983)**: Recherche habitat saharien : Le béton de terre, *Revue construire* 3, mars-avril 83, p32-44.
- [96] **Luikov A.V (1966)** : *Heat and mass transfer in capillary porous bodies*. Pergamon Press Oxford 1966.
- [97] **Luikov A.V (1975)** : Systems of differential equations of heat and mass transfer in capillary porous bodies (review), *Int. J. Heat Mass Transfer*, vol 18, pp 1-14.
- [98] **Marle C.M (1965)** : Application des méthodes de la thermodynamique des processus irréversibles à l'écoulement d'un fluide à travers un milieu poreux. *Bulletin RILEM n°29*, pp 107-117.
- [99] **Marmoret L (1998)** : Utilisation d'un matériau poreux dans une paroi régulatrice. Modélisation et étude expérimentale des transferts de masse et de chaleur en modes chauffage et rafraîchissement. Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon.

- [100] **Merouani L (1987)**: Phénomènes de sorption et de transfert d'humidité dans des matériaux du bâtiment. Thèse de Doctorat, Institut Nationale Polytechnique de Grenoble, 190p.
- [101] **Matériaux et constructions (1972)**, vol.5, n°28: Méthodes d'essai des éléments à maçonner en terre cuite.
- [102] **Metz et Knofel (1992)**: Systematic mercury porosimetry investigation on sandstones. *Materials and Structures*, vol.25, pp.127-136.
- [103] **Middleton G.F (1964)**: Earth wall construction II, ramed earth (Pisé), Commonwealth Experimental Building Station, Sydney-Australia, 4p.
- [104] **Mitchel J.M, El Jack S.A (1966)**: The fabric of Soil-Cement and its formation. In *Clays and Clay Minerals. Proceedings of fourteenth National Conference, Berkeley, California*.
- [105] **Missenard A (1965)**: Conductivité thermique des solides, liquides, gaz et de leurs mélanges. Ed. Eyrolles, Paris.
- [106] **Morog D (1989)**: Chronique technologique : du béton à partir de granulats de bois minéralisé : Procédés Agresta, comportement mécanique et principales utilisations. CIIC, Paris, Bull. Bétons 89, n°16, Janvier 1989, p4-5.
- [107] **Moyne C (1987)**: Transferts couplés chaleur-masse lors du séchage : prise ne compte du mouvement de la phase gazeuse. Thèse de Doctorat d'Etat de l'INPL, 293 pages.
- [108] **Le Neindre B (1969)**: *Physica*, 44, p81.
- [109] **Oger L (1983)**: Etudes analogiques et numériques d'empilement désordonnés de sphères : géométrie et propriétés de conduction, Thèse de Docteur-Ingénieur, Université de Rennes.
- [110] **Omnes R (1985)**: Sur l'empilement désordonné d'un système de sphères de rayons différents, *Journal de Physique*, vol 46, pp139-147.
- [111] **Ouadi R (1991)**: Conception d'un panneau sandwich isolant-porteur. Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon, 194p.
- [112] **Pande R.N et Chaudhary D.R (1984a)**: *Pramana*, vol.22, p.63.
- [113] **Pande R.N et Chaudhary D.R (1984b)**: *Pramana*, vol.23, p.599.
- [114] **Parker W.J, Jenkins R.J, Butler C.P, Abbot G.L, J (1961)**: *Applied Physics*, 32, n°9, pp.1679-1684.
- [115] **Parzak J, Lunk P (1992)**: Capillary suction off AAC, *advances in Autoclaved Aerated Concrete*, Wittmann (ed), Balkema, Rotterdam, pp.119.
- [116] **Peltier R (1965)**: Manuel du laboratoire routier, Ed Dunod, Paris.
- [117] **Perrin B (1985)**: Etude des transferts couplés de chaleur et de masse dans les matériaux poreux consolidés non saturés utilisés en génie civil, Thèse de Doctorat d'Etat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 267p.
- [118] **Perrin B, Javelas R (1987)**: Transferts couplés de chaleur et de masse dans des matériaux consolidés utilisés en génie civil. *Int. J. Heat Mass Transfer*, vol.30, n°2, pp297-309.
- [119] **Philip J.R (1957)**: The theory of infiltration :4. Sorptivity and algebraic infiltration equations. *Soil Sci.*, 84, pp257-264.
- [120] **Philip J.R, De Vries D.A (1957)**: Moisture movement in porous materials under temperature gradient. *Trans. Amer. Geophys. Union* vol 38,n° 2, pp 222-232.

- [121] **Pigache R (1978)**: Etude et réalisation d'un béton cellulaire autoclavé à base de loess. Thèse 3^{ème} cycle Géologie appliquée, Université des Sciences et Techniques de Lille, 199p.
- [122] **Prim P, Wittmann F.H (1982)** : Structure and water absorption of aerated concrete, paru dans l'ouvrage « Autoclaved Aerated Concrete, Moisture and properties », (Elsevier, Amsterdam,), pp 55-69.
- [123] **Quenard D (1989)**: Adsorption et transfert d'humidité dans les matériaux hygroscopiques : approche du type percolation et expérimentation, Thèse de doctorat de l'I.N.P.Toulouse, 1989.
- [124] **Quénard D, Laurent J.P, Sallée H (1986)**: Influence de la teneur en eau et de la température sur les paramètres thermiques du plâtre. Rev. Gén. Therm. N°291.
- [125] **Quenard D, Sallée H (1991)** : Le transfert isotherme de la vapeur d'eau condensable dans les matériaux microporeux du bâtiment, Cahier du CSTB, 19p.
- [126] **Quéneudec M (1987)** : Etude de l'optimisation d'un géomatériau de construction expérimental et de sa mise en œuvre. Contrat de recherche, rapport privé, Office Départemental d'HLM des Côtes d'Armor, Juin 1987.
- [127] **Quéneudec M, Decamps E.A, Josselin J.F (1983)** : Etude préparatoire à la réalisation expérimentale de tropis logements H.L.M en terre sur la commune de la Chèze (C-d-A), Rapport H.L.M Côtes d'Armor, Déc.1983, 12p.
- [128] **Quéneudec M, Guillourel J (1989)** : Mise au point d'un matériel et d'un matériau pour la fabrication de blocs de Bauge mécanisée, Dépôt à l'Institut National de la propriété Industrielle (INPI), Rennes, Nov 1989.
- [129] **Raminez R (1966)**: Making building blocks with the cinva-ram, USA, Fascicule de 20 pages.
- [130] **Revue Urbanisme (1987)**, N°4, p.113, Ed. Publication d'Architecture et d'Urbanisme, Paris,
- [131] **Rigourd M, Guillourel J, Quéneudec M (1990)** : La préfabrication pour faire de la terre un matériau de l'économie moderne :Exemple de construction neuve. Colloque : Connaissance et Restauration de l'Habitat de Terre. Rennes 10-11 Avril 1990.
- [132] **RILEM (1970)**: Commission des bétons légers ; Terminologie et définitions. Matériaux et Construction, N°13, pp60-69.
- [133] **RILEM (1974)**: Méthodes d'essais des bétons cellulaires. Matériaux et constructions, vol.8, n°45, p.224.
- [134] **RILEM, CPC 11.1 (1974)**: Absorption of water by immersion ; **CPC 11.2** Absorption of water by capillarity, Mater. Struct. 7, pp291-297.
- [135] **Rosencwaig A (1973)**: Opt. Commun., 7, 305, 1973.
- [136] **Ruzicka M (1998)** : Optimisation d'un procédé de moussage protéinique de pâtes argile-ciment. Conséquences sur le comportement physicomécanique du matériau durci. Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon.
- [137] **Schultz W, Beese F, Mayer B (1976)**: Göttinger Bodenkundliche Berichte, 44, 1-51.
- [138] **Slattery S.C (1967)** : Flow of viscoelastic fluids through porous media. A.I.Ch. E. Journal 13, pp 1066-1071.
- [139] **Soyer I (1987)**: Thèse de Doct. Ing, Arts et Métiers, Paris et Université Angers.
- [140] **Soyer I, Tindale A, Hladik J, 1989**: Entropie, 152, 3-8, 1989.
- [141] **Stalhane B, Pyk S (1931)**: Teknisk tidskrift, 61, pp.389-393.
- [142] **Stedman W.M (1971)**: Adobe architecture New Mexico. USA, The Sunstore Press, 42p.

- [143] Tasserie M (1991): Optimisation physico-chimique d'un verre expansé. Thèse de Doctorat, Université de Rennes I, juin 1991, 149p.
- [144] Thomas T, Eyre M.E : The physical properties of adobe used as a buikding material. USA, University of New Mexico, 32p.
- [145] Tufeu R (1971): Thèse de Doctorat d'état, Université Paris IV.
- [146] Vénuat M (1980). : Le traitement des sols à la chaux et au ciment, 1^{ère} édition de l'Auteur, 459p
- [147] Vernotte P (1937): C.R. Acad. Sci., Paris, 204, p.563.
- [148] Veerendra K et Chaudhary D.R (1980): Indian J. Pure Appl. Phys, vol.18, p.984.
- [149] Wagner P (1982) : Une expérience de construction en « terre-paille », Projet de l'Atelier 4 en terre paillée, Village Isle d'Abeau, Colloque de Vaulx-en-Velin, 14-15 Oct 1982, pp 25-32.
- [150] Wang C.T, Smith J.M (1983) : Tortuosity factors for diffusion in catalyst pellets, AIChE J., vol.29, n°1, pp132-136.
- [151] Watson K.L (1981) :A simple relationship between the compressive strength and porosity of hydrated portland cement, Cement and Concrete Research, vol.11, pp473-476.
- [152] Whitaker S (1967) : Diffusion and dispersion in porous media. A.I.Ch. E. Journal 13, pp 420-427.
- [153] William A.J (1973) : Simultaneous transport of heat and moisture through a medium sand, Ph.D thesis, University of Wisconsin USA.
- [154] Woodside et Messmer (1961): Thermal conductivity of porous media.1 Unconsolidated sands & 2 Consolidated rocks. Journal of Applied Physics. Vol.32, n°9, pp.1688-1706.
- [155] Wray K.L, Connolly T.J (1959): J. Appl. Physics, 30 (11), pp.1702-1705.
- [156] X ray powder data file. American Society for Testing Materials. Philadelphia, 3 PA, USA, parution annuelle.
- [157] Za-Chieh Moh (1965):Reactions of soils minerals with cement and chemicals. In Soils Cement Stabilization : Highway Research Record, N° 86. National Academy of Sciences, Washington.

Annexes

Annexes

A.1 Programme de calcul de la température d'une sonde monotige, d'après Laurent J.P fev.91. Bouguerra A (1997). "T_sonde.Pas"

```

program T_sonde;
uses Carslaw;
const
dt = 20;
{intervalle de scrutation (s)}
Npmax = 120;
{scrutation jusqu'à t = Npmax*dt}
Rs = 1.75 e-3; {rayon de la sonde (m)}
Ms = 0.012; {masse de la sonde (kg/m)}
Cs = 450; {chaleur spécifique de la sonde (J/(kg.K))}
RsL = 4.44; {rapport Résistance/Longueur de la sonde ( $\Omega/m$ )}
Lambda_air = 0.026;
Tab = chr(9);

var
Bi, Ica, Omega, Fo, R, Lambda, C, Rc, Q: real;
t, T1, T2, T3, T4: packed array[1..Npmax:] of real;
i: integer;
fichier: string;
f: text;

begin {programme principal}
write('Lambda (W/mK), C du matériau (J/m3.K)?:'); readln(Lambda,C);
write('Résistance de contact (1/100mm)?:'); readln(Rc);
write('Intensité de courant de chauffage (A)?:'); readln(Ica);
Q:=Rc*Ica*Ica;
writeln('Puissance correspondante (W/m):', Q: 6: 2);
Rc:=Rc/(1e5*Lambda_air);
Omega:=Pi*Rs*Rs*C/(Ms*Cs);
Bi:=Rs/(Lambda*Rc);
writeln('Omega, Bi:', Omega: 10: 6, tab, Bi: 10: 6);
for i:= 1 to Npmax do
begin
t[i]:= dt*i;
Fo:= Lambda*t[i]/(Rs*Rs*C);
T1[i]:= T_mono(Omega, Bi, Fo)*Q/Lambda;
T2[i]:= T_mono_as1(Omega, Bi, Fo)*Q/Lambda;
T3[i]:= T_mono_as2(Omega, Bi, Fo)*Q/Lambda;
writeln('Fo:', Fo: 3: 3, ',', tab, T1[i]: 10: 6, ' °C', tab, T2[i]: 10: 6, ' °C', tab, T3[i]: 10: 6, ' °C');
end;
write('Nom du fichier de sortie?: '); readln(fichier);
rewrite(f, fichier); for i:= 1 to Npmax do
writeln(f, t[i]: 3:0, tab, T1[i]: 10: 6, tab, T2[i]: 10: 6, tab, T3[i]: 10: 6);
close(f);
end. {Programme principal}

```

A.2 Listing du programme écrit sur Matlab permettant la détermination de la diffusivité thermique et de la capacité calorifique ainsi que la conductivité thermique des matériaux de construction en utilisant la technique de la sonde TPS "Transient Plane Source" d'après la méthode proposée par Gustafsson S.E (1991): Créé par A.Bouguerra le 25/03/1995. Modifié par M.S Goual le 11/05/1998

```

clear;
% Lire les données expérimentales DU(t) de dimension N "Acquisition automatique"
load D:\Thermiq\S-tps\et-sec\b13s1;
[N,m] = size(b13s1);
m = input('Number of points to drop = ');
DU = (b13s1(m+1:N,2));
t = (b13s1(m+1:N,1));
N = (N-m);

% Calcul de DE(t) à partir des données DU(t)
K = 100;
Rs = 10;
Rp = 0.05;
R0 = input('R0 = ');
I0 = input('I0 = ');
%slope = input('slope = ');
C = Rs*I0/(1.0+(K*Rp/(Rp+(K*(R0+Rs)))));
DE = DU./(1-C*DU);

% Calcul de DT(t) à partir de DE(t)
alpha = input('alpha = ');
DT = ((Rs+R0)/(alpha*Rs*R0*I0))*DE;

% Estimation du paramètre K par la méthode LMS
load ds;load dds;load tow;
r = input('r = ');
c = (Rs/(Rs+R0))*alpha*I0*I0*R0/R0/(pi*sqrt(pi)*r);
dk=0.5e-7;k=1.e-7-dk;lam = 0; DET = zeros(N,1);towm=zeros(N,1);

eroo0=1.2;eroo=1.1;ero = 1;ern = 0.9;
while dk>1.e-10,
    while abs(ern)<abs(ero),
        eroo0=eroo
        eroo = ero
        ero = ern

        ko = k;lo = lam;DETO = DET;towo = towm;
        k = k+dk

        towm = ((1/r)*sqrt(k*t));
        h = interp1(tow,ds,towm,'spline');
        lam = c*(h*h)/(h'*DE')
        DET = (c/lam)*h;
        ern = (DE-DETO)*(DE-DETO)';
    end;
    em = eroo
    ero = eroo0
    eroo = ero*1.2
    eroo0 = eroo*1.2
    k = k-2*dk
    dk = dk/2

```

```

                                end;
                                term = term+l*z;
                                end;
                                Ds = Ds + term/sig*sig;
end;
Ds = Ds*dsig*c;

function [DDs] = ddsfun(tow,m);
format long;
dds = 0;
for l = 1:m,
    z = 0;
    for k = 1:m;
%       x = -(l+k*k)/(4*m*m*tow*tow);
%       y = l*k/(2*m*m*tow*tow);
%       t1 = exp(x);
%       t2 = bessell0(y);
%       z = z+k*t1*t2;
%       z = z+k*bessell(k,l,m,tow);
        end;
        dds = dds+l*z;
    end;
end;

```

Programme de calcul des fonctions $Ds(\tau)$ et $DDs(\tau)$:

Ce programme permet le calcul des fonctions $Ds(\tau)$ et $DDs(\tau)$ pour $tow = 0$ à 3 avec un pas de 0.002. Ces fonctions sont nécessaires pour l'exécution du programme de la méthode TPS.

```

m = input('m=');
format long;
dsig = 3/1500;
c = 1/(m^4+2*(m^3)+m^2);
tow(1) = 0.0;ds(1) = 0.0;
for l = 1:1500
    tow(l+1) = l*dsig;
    dds(l+1) = ddsfun(tow(l+1),10);
    ds(l+1) = ds(l) + dds(l+1)*c*dsig/(tow(l+1)*tow(l+1));
end;
save dds;
save ds;
save tow;
end.

```

A.3 Programme écrit sur Matlab permettant la détermination des paramètres du modèle de Hilleborg, d'après la méthode décrite par Hilleborg (1985): Créé par: A Bouguerra le 31/10/95 d'après Quénard D. Modifié par: M.S Goual le 10/04/98.

```

clear;
format long;

```

```

% Lire les données expérimentales w(HR) de dimension N "sauvegardées sous forme de fichier txt"
load D:\hydrique\hydriq\sorption\adsorpf.txt;
[N,m] = size(adsorpf);
HR = (adsorpf(1:N,1));

```



```

w = (adsorpf(1:N;2));
hi = HR;wi = w;
hmax = input('maximum of relative humidity = ');
step = input('pas de affinité du lissage = ');
hi = 0:step:hmax;
wi = interp1(HR,w,hi,'spline');
wi = wi';
p1=(hmax/step)+1;% nombre de points utilisé dans le lissage des courbes%
h2 = hi.*hi;h3=h2.*hi;h4=h3.*hi;w2=wi.*wi;
b = [wi*h3' wi*h2' wi*hi'];
a = [w2*h4' w2*h3' w2*h2';
     w2*h3' w2*h2' w2*hi';
     w2*h2' w2*hi' w2*ones(p1,1)];
c = b*inv(a);
we = hi./(c(1)*h2+c(2)*hi+c(3));
save we ;

% Estimation du coefficient de corrélation
wem = we-mean(we);
wim = (wi-mean(wi))';
Num = (wem.*wim)*ones(p1,1);
Den = sqrt((wem*wem')*(wim'*wim));
r = Num/Den

% Estimation des paramètres du modèle de Hilleborg fk, k, Wm
fk = (-c(2)-sqrt(c(2)^2-4*c(3)*c(1)))/(2*c(1))
k = c(2)/c(3)-2/fk
Wm = (1/(k*c(3)))

% Estimation de la surface spécifique
% NA Avogadro'Number
% Sigma_m constante d'encombrement
% M molar weight
M = input('la masse molaire of adsorbat =');
raus = input('la masse volumique of sample =');
NA = 6.02e23;
sigma_m = 1e-19;
Sm = (sigma_m*NA*Wm)/(M*1000)
Sv = Sm*raus

% Tracé des courbes expérimentales et théoriques
%Theta(HR)
subplot(3,2,1);plot(HR,w,'o');axis([HR(1) HR(N) w(1) w(N)]);grid;
xlabel('Relative Humidity en %');ylabel('Wi en %');

%Theta théorique(HR)
subplot(3,2,2);plot(hi,we);axis([hi(1) hi(p1) we(1) we(p1)]);grid;
xlabel('Relative Humidity en %');ylabel('We en %');

% Theta_EXP & Theta_THE
subplot(3,2,5);plot(HR,w,'o');axis([HR(1) HR(N) w(1) w(N)]);grid;hold on;
plot(hi,we,'c');axis([hi(1) hi(p1) we(1) w(N)]);grid;xlabel('Relative Humidity en %');ylabel('w_exp &
w_the');grid;hold off;
end.

```

A4: Données et résultats des essais de porosimétrie au mercure.

Porosimétre: modèle AUTOPORE-III 9420 VI.02

Sample directory/ Number: Data1 /15

Operator: Fabrice de Barquin

LP 08:53:15 04/23/97

Sample ID: RE377 Béton Argileux (A)

HP 11:36:14 04/23/97

Submitter: M.S Goual

REP 11:36:14 04/23/97

Penetrometer number:	0036	Advancing contact angle:	142.0 deg
Penetrometer constant:	21.63 $\mu\text{L}/\text{pF}$	Receding contact angle:	142.0 deg
Penetrometer weight:	61.8452 g	Mercury surface tension:	485.0 dyn/cm
Stem volume:	1.1310 mL	Mercury density:	13.5335 g/mL
Maximum head pressure:	0.0300 MPa	Sample weight:	1.2219 g
Penetrometer volume:	6.6031 mL	Sample+Pen+Hg weight:	138.0962 g

Low pressure:

Evacuation pressure:	50 μmHg
Evacuation time:	10 min
Mercury filling pressure:	0.0041 MPa
Maximum intrusion volume:	0.0050 mL/g
Equilibration time:	10 sec

High pressure:

Maximum intrusion volume:	0.0050 mL/g
Equilibration time:	10 sec

Blank correction by formula**Intrusion data summary**

Total intrusion volume =	0.5020 mL/g
Total pore area =	30.957 sq-m/g
Median pore diameter (volume) =	0.2316 μm
Median pore diameter (area) =	0.0185 μm
Average pore diameter (4V/A) =	0.0649 μm
Bulk density =	1.1537 g/mL
Apparent (skeletal) density =	2.7411 g/mL
Porosity =	57.91 %
Steam volume used =	54 %

Sample directory/ Number: Data1 /19

Operator: Fabrice de Barquin

LP 13:32:56 04/24/97

Sample ID: RE 377 Béton Argileux (B)

HP 15:36:23 04/24/97

Submitter: M.S Goual

REP 15:36:23 04/24/97

Penetrometer number:	0036	Advancing contact angle:	142.0 deg
Penetrometer constant:	21.63 $\mu\text{L}/\rho\text{F}$	Receding contact angle:	142.0 deg
Penetrometer weight:	61.7768 g	Mercury surface tension:	485.0 dyn/cm
Stem volume:	1.1310 mL	Mercury density:	13.5335 g/mL
Maximum head pressure:	0.0300 MPa	Sample weight:	1.5096 g
Penetrometer volume:	6.6031 mL	Sample+Pen+Hg weight:	134.6446 g

Low pressure:

Evacuation pressure:	50 μmHg
Evacuation time:	10 min
Mercury filling pressure:	0.0041 MPa
Maximum intrusion volume:	0.0050 mL/g
Equilibration time:	10 sec

High pressure:

Maximum intrusion volume:	0.0050 mL/g
Equilibration time:	10 sec

Blank correction by formula**Intrusion data summary**

Total intrusion volume =	0.5212 mL/g
Total pore area =	29.744 sq-m/g
Median pore diameter (volume) =	0.2705 μm
Median pore diameter (area) =	0.0168 μm
Average pore diameter (4V/A) =	0.0701 μm
Bulk density =	1.1346 g/mL
Apparent (skeletal) density =	2.7763 g/mL
Porosity =	59.13 %
Steam volume used =	70 %

Sample directly/ Number: Data1 /17

Operator: Fabrice de Barquin

LP 13:30:07 04/23/97

Sample ID: RE 377 Béton Argileux (C)

HP 15:30:09 04/23/97

Submitter: M.S Goual

REP 15:30:10 04/23/97

Penetrometer number:	0036	Advancing contact angle:	142.0 deg
Penetrometer constant:	21.63 $\mu\text{L/pF}$	Receding contact angle:	142.0 deg
Penetrometer weight:	61.8078 g	Mercury surface tension:	485.0 dyn/cm
Stem volume:	1.1310 mL	Mercury density:	13.5335 g/mL
Maximum head pressure:	0.0300 MPa	Sample weight:	1.3940 g
Penetrometer volume:	6.6031 mL	Sample+Pen+Hg weight:	134.7600 g

Low pressure:

Evacuation pressure:	50 μmHg
Evacuation time:	10 min
Mercury filling pressure:	0.0042 MPa
Maximum intrusion volume:	0.0050 mL/g
Equilibration time:	10 sec

High pressure:

Maximum intrusion volume:	0.0050 mL/g
Equilibration time:	10 sec

Blank correction by formula**Intrusion data summary**

Total intrusion volume =	0.5849 mL/g
Total pore area =	30.118 sq-m/g
Median pore diameter (volume) =	0.3500 μm
Median pore diameter (area) =	0.0162 μm
Average pore diameter (4V/A) =	0.0777 μm
Bulk density =	1.0596 g/mL
Apparent (skeletal) density =	2.7862 g/mL
Porosity =	61.97 %
Steam volume used =	72 %