

# Propriétés de transfert thermique de pâtes de ciment durcissantes et de mortiers durcis – prise en compte du séchage

Philippe POULLAIN, Pierre MOUNANGA, Guy BASTIAN, Abdelhafid KHELIDJ

GeM, UMR CNRS 6183 – Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique, IUT de Saint-Nazaire, département Génie Civil, BP 420 Heinlex, 44606 Saint-Nazaire Cedex – France

---

*RESUME.* La présente étude s'intéresse à la détermination de la conductivité thermique et de la capacité calorifique volumique de matériaux granulaire et cimentaire (sable et pâte de ciment) soumis au séchage. Ce travail de recherche fait suite à une étude (Mounanga et al., 2004) sur les propriétés thermophysiques de pâtes de ciment mesurées entre le coulage et 24 heures en conditions endogènes (sans séchage).

*Dans le cas présent, la détermination des paramètres de transfert thermique de matériaux dont la composition et la microstructure évoluent à la fois dans le temps et dans l'espace (hydratation et séchage) a nécessité la mise au point d'une méthode par analyse inverse. Celle-ci a été appliquée à des mesures de champs de températures réalisées sur des éprouvettes 4\*4\*16 cm, soumises sur une de leurs faces latérales à un créneau de chauffage modéré. Les valeurs de conductivité thermique et de capacité calorifique obtenues sont discutées et mises en parallèle avec des mesures de perte de masse et de teneur en eau effectuées sur des éprouvettes de la même gâchée.*

*MOTS-CLÉS :* Matériaux poreux, propriétés thermophysiques, séchage

---

*ABSTRACT.* The present study concerns the determination of the thermal conductivity and the volumetric heat capacity of granular and cementitious media (sand and cement paste) submitted to drying. This research work is the following of a previous study (Mounanga et al., 2004) on the thermophysical properties of cement pastes, measured between the end of mixing and 24 hours of hydration in endogenous conditions (no matter exchange with the outside).

*In this study, the determination of the heat transfer parameters of materials whose composition and microstructure evolve both over time and through space (hydration and drying), requires the development of an inverse analysis method. This method is applied to temperature field measurements carried out on 4\*4\*16-cm prismatic samples, submitted, on one of their faces, to a moderate crenel-shaped heating phase. The values of thermal conductivity and volumetric heat capacity obtained are discussed and compared to mass loss and water content measurements carried out on prismatic samples made from the same batch.*

*KEYWORDS :* Porous media, thermophysical properties, drying

---

## 1. INTRODUCTION

La nature exothermique des réactions d'hydratation du ciment provoque une élévation sensible de la température des pièces massives en béton pendant plusieurs jours. Cette augmentation de température est à l'origine de l'apparition de gradients thermiques entre le cœur et la surface des pièces en béton fraîchement coulées et au niveau des reprises de bétonnage sur des ouvrages de moyennes et grandes dimensions. La présence d'un gradient thermique induit des déformations différentielles et/ou empêchées, génératrices de contraintes mécaniques internes (Acker, 1992). Ces

dernières peuvent engendrer une (micro)fissuration de la pièce en béton et compromettre la durabilité de l'ouvrage.

La prévision toujours plus précise des champs de température au sein de larges structures en béton nécessite la connaissance des paramètres de transfert thermique et de leur évolution au cours de l'hydratation du liant.

Nous présentons ici une méthode par analyse inverse permettant la détermination de la conductivité thermique de matériaux dont la composition évolue dans le temps et/ou dans l'espace. Cette méthode a été appliquée à l'étude des propriétés thermophysiques d'un sable et d'une pâte de ciment soumis au séchage.

## 2. ETUDE THEORIQUE

### 2.1. EQUATION DE LA CHALEUR

L'évolution temporelle de la température d'un matériau dépend de la chaleur qu'il reçoit, de sa production volumique de chaleur et de ses capacités à conduire et emmagasiner la chaleur. Un bilan d'énergie sur un volume infinitésimal permet d'établir l'équation de la chaleur (où  $\vec{\nabla}$  représente l'opérateur gradient) :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = -\vec{\nabla} \cdot (-\lambda \vec{\nabla} T) + P \quad [\text{Eq. 1}]$$

avec  $\rho$  la masse volumique du matériau ( $\text{kg m}^{-3}$ ),  $C_p$  la capacité calorifique du matériau ( $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$ ),  $T$  la température (K),  $P$  la puissance thermique volumique ( $\text{W m}^{-3}$ ) et  $\lambda$  la conductivité thermique du matériau ( $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ ).

Cette équation, additionnée des conditions aux limites du système et des conditions initiales, permet de calculer le champ de température au sein du matériau.

### 2.2. METHODE DE CALCUL INVERSE

La méthode de calcul inverse développée dans cette étude fait appel à la résolution numérique des équations de transfert de la chaleur. Elle consiste à rechercher les paramètres thermophysiques du matériau permettant de retrouver numériquement les évolutions temporelles de la température mesurée en différents points d'une éprouvette.

On propose dans cet article, une première validation de la méthode sur des matériaux aux propriétés uniformes puis une application à la détermination des propriétés thermophysiques de matériaux granulaire et cimentaire en cours de séchage.

#### 2.2.1. Géométries d'étude

Deux géométries d'étude sont considérées : la première est celle utilisée pour la validation de la méthode, la seconde est celle mise en œuvre pour l'étude de matériaux en cours de séchage.

Les deux géométries d'étude comportent des éprouvettes aux formes géométriques simples. Au cours d'un essai, ces éprouvettes reçoivent par une de leurs faces un flux de chaleur  $\phi$  ( $\text{W m}^{-2}$ ), les autres faces étant totalement isolées thermiquement. Ces conditions aux limites fixées, le problème se simplifie en un problème bidimensionnel dont on peut voir la schématisation sur la figure 1.

La géométrie d'étude pour la validation de la méthode est constituée d'une plaque carrée du matériau étudié de 140 mm de côté et de 20 mm d'épaisseur. Deux thermocouples placés sur les deux faces opposées de l'échantillon (l'une chauffée, l'autre non) permettent de mesurer l'évolution de température sur ces faces.

La seconde géométrie pour l'étude des matériaux en conditions de séchage consiste en une éprouvette de section carrée de 160 mm de hauteur et de 40 mm d'arête. Les thermocouples sont noyés dans le matériau à des profondeurs et à une distance connues du film chauffant. Seule, la face supérieure de l'éprouvette est en contact avec l'air ambiant pour provoquer le séchage du matériau. Pendant les créneaux de chauffage (5 à 10 minutes par essai), cette face est recouverte d'une plaque de 50 mm d'isolant afin d'éviter la prise en compte, dans la résolution du problème inverse, d'un coefficient d'échange entre l'éprouvette et l'air ambiant.

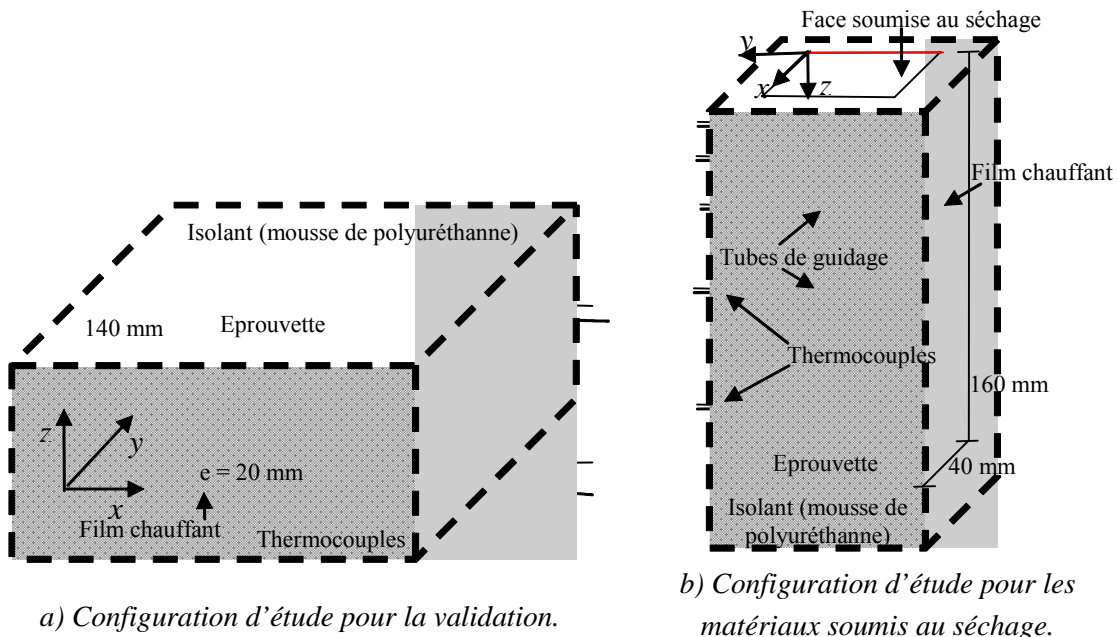


Figure 1 : Schémas des deux configurations d'étude adoptées.

### 2.2.2. Résolution du problème direct

Le système constitué par l'équation de la chaleur, les propriétés thermophysiques du matériau, les conditions initiales et aux limites peut être utilisé pour déterminer le champ de température dans le matériau. La méthode des différences finies est bien adaptée dans ce cas. Cette méthode est présentée dans (Özışık, 1993). En particulier, la méthode *ADI* (*Alternating Direction Implicit*) permet de construire un système d'équations linéaires sous la forme de deux matrices tridiagonales facilement inversibles. Il s'agit pour cela d'utiliser une discrétisation implicite des équations dans une direction de l'espace et explicite dans la direction perpendiculaire, pour les instants pairs. Pour les instants impairs, les directions implicite et explicite sont interverties. La discrétisation est faite à l'aide des différences centrées et on peut établir les approximations suivantes pour la formulation explicite (où  $T_{i,j}^n$  représente la température au nœud repéré par les indices  $i$  suivant  $x$  et  $j$  suivant  $z$ , à l'instant  $n$ ) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial T}{\partial x} = \frac{T_{i+1,j}^n - T_{i-1,j}^n}{2\Delta x} \\ \frac{\partial T}{\partial z} = \frac{T_{i,j+1}^n - T_{i,j-1}^n}{2\Delta z} \\ \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{T_{i+1,j}^n - 2 \cdot T_{i,j}^n + T_{i-1,j}^n}{\Delta x^2} \\ \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = \frac{T_{i,j+1}^n - 2 \cdot T_{i,j}^n + T_{i,j-1}^n}{\Delta z^2} \end{array} \right. \quad [\text{Eq. 2}]$$

La formulation implicite est quant à elle obtenue en remplaçant les exposants  $n$  par les exposants  $n+1$  dans les approximations des dérivées spatiales.

L'utilisation de cette méthode permet d'obtenir un système inconditionnellement stable dont la résolution ne nécessite pas la détermination d'un pas de temps optimal.

Le traitement des conditions aux limites, dans le cas où des flux de chaleur sont imposés, peut être fait par la méthode des nœuds fictifs (Özışık, 1993). Elle consiste à exprimer les gradients aux frontières comme une différence entre une température à l'intérieur du matériau et une température en un nœud virtuel situé à l'extérieur du matériau et à réécrire les termes généraux des équations en fonction des nouvelles relations établies. Le système obtenu à l'aide de la méthode *ADI* est de la forme suivante:

$$A_x T^{n+1} = B_z T^n + C_z \quad \text{pour les instants pairs (explicite en } z \text{ et implicite en } x)$$

$$A_z T^{n+2} = B_x T^{n+1} + C_x \quad \text{pour les instants impairs (explicite en } x \text{ et implicite en } z)$$

où  $A_x$ ,  $A_z$ ,  $B_x$  et  $B_z$  sont des matrices tridiagonales et  $C_x$  et  $C_z$  les vecteurs faisant intervenir les conditions aux limites en flux de chaleur. Ainsi, le champ de température à l'instant  $n+1$  peut être obtenu en inversant les matrices  $A_x$  et  $A_z$  :  $T^{n+1} = A_x^{-1}(B_z T^n + C_z)$  et  $T^{n+2} = A_z^{-1}(B_x T^{n+1} + C_x)$

### 2.2.3. Résolution du problème inverse

On peut voir sur la figure 2 le principe de la méthode inverse. Dans un premier temps, des valeurs sont données à la conductivité thermique et à la capacité calorifique. Ces paramètres initiaux sont utilisés pour calculer le champ de température et obtenir une première estimation d'une fonction test  $\varepsilon$ .

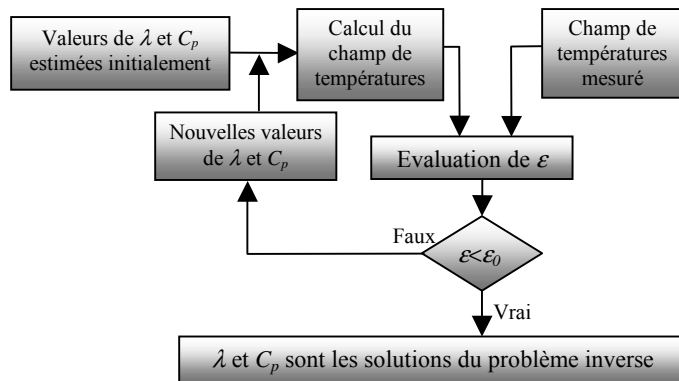


Figure 2 : Principe de la méthode inverse.

Le calcul du champ de température pour des paramètres proches de ces paramètres initiaux permet de connaître la forme locale de la fonction test et d'orienter la recherche des paramètres optimaux permettant de minimiser cette fonction. Lorsque cette dernière atteint une valeur suffisamment faible ( $10^{-6}$ ), on estime avoir trouvé les paramètres optimaux permettant de représenter au mieux les données expérimentales et le calcul est arrêté.

La fonction test choisie dans ce travail a la forme suivante :

$$\varepsilon = \sum_{i=1}^N (T_i^{\text{exp}} - T_i^{\text{num}})^2 \quad [\text{Eq. 3}]$$

### 3. ETUDE EXPERIMENTALE

#### 3.1. CARACTERISTIQUES DU CIMENT ET PREPARATION DES MATERIAUX GRANULAIRE ET CIMENTAIRE

Le ciment utilisé est le CPA-CEM I 52,5 PM ES (HTS) du Teil. La composition selon Bogue est :  $C_3S - 70,2\%$  ;  $C_2S - 7,8\%$  ;  $C_3A - 3,8\%$  ;  $C_4AF - 6,0\%$ . La surface spécifique de Blaine du ciment est  $3320 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$ .

Le sable utilisé pour les mortiers est un sable de Loire tamisé à 0-5 mm.

Avant le malaxage proprement dit, les constituants secs sont mélangés pendant 30 secondes afin de briser les éventuels agglomérats. On ajoute ensuite l'eau. Le malaxage de l'ensemble des constituants s'effectue à l'aide d'un malaxeur de 5 litres (conforme à la norme NF EN 196-1) pendant 3 minutes.

La pâte de ciment est coulée dans un moule d'éprouvettes  $4*4*16 \text{ cm}$  conservé ensuite 24 h en salle humide. Après le démoulage, l'éprouvette est recouverte de plusieurs couches de film plastique et placée dans une salle climatisée ( $T = 20 \pm 2^\circ\text{C}$  ; humidité relative =  $50 \pm 5\%$ ). Seule la face supérieure, laissée en contact avec l'air ambiant, est soumise au séchage.

Une éprouvette de sable tamisé 0,08-1 mm, de 10% de teneur en eau est directement introduite dans le dispositif expérimental schématisé à la figure 1-b. L'essai est réalisé après trois jours de séchage.

#### 3.2. PROPRIETES DU FILM CHAUFFANT

Les propriétés du papier TELEDELTO ont déjà été présentées dans (Mounanga *et al.*, 2004).

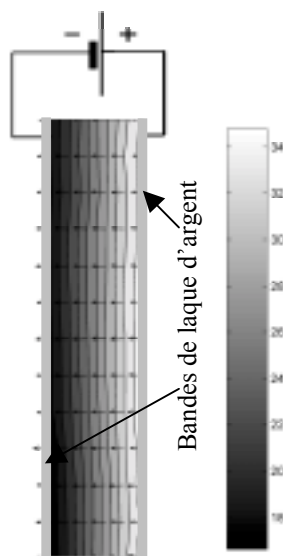


Figure 3 : Champ de potentiel électrique (volt) à la surface du film chauffant.

Le papier TELEDELTO possède une résistivité importante qui permet son utilisation en tant que système de chauffage. En effet, l'application d'une différence de potentiel (d.d.p.) entre deux points du papier entraîne l'apparition d'un courant électrique capable d'échauffer la surface traversée par effet Joule. L'avantage du papier TELEDELTO réside dans le fait qu'il est facile d'adapter la forme de la surface de chauffage au problème étudié.

Une expérience préliminaire a permis de vérifier l'uniformité du chauffage sur la surface d'une bande de papier TELEDELTO. Pour cela, on a appliqué une d.d.p. de 50 V aux bornes du papier recouvertes de laque d'argent. Cette différence de potentiel entraîne la circulation d'un courant de 50 mA à l'intérieur du film chauffant.

La puissance dissipée par le film est alors de 2,5 W, ce qui correspond à un flux de chaleur de 280 W m<sup>-2</sup>. On a ensuite mesuré le potentiel électrique en 72 points répartis uniformément sur la surface centrale du film, une zone d'étude de 35 mm sur 120 mm a ainsi été sondée. La carte des potentiels électriques est tracée à la figure 3. On vérifie que le potentiel varie uniformément sur la surface chauffée, et par conséquent que le chauffage est uniforme.

#### 4. RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSIONS

##### 4.1. VALIDATION DE LA METHODE INVERSE

La méthode inverse a été testée sur des matériaux dont les propriétés thermophysiques ont été mesurées à l'aide de la méthode validée du film chaud plan (Mounanga *et al.*, 2004). Ces matériaux sont, d'une part, quatre mortiers durcis (âge : 2 mois), de différents rapports massiques eau/ciment (*E/C*) et sable/ciment (*S/C*), et, d'autre part, du verre. La conservation en conditions endogènes des éprouvettes de mortiers pendant leur durcissement permet de s'assurer que leurs propriétés thermophysiques sont bien uniformes dans toute l'éprouvette.

Les éprouvettes de mortier et de verre sont équipées de deux thermocouples (voir figure 1-a). Un thermocouple est en contact avec la face chauffée, le second est placé sur la face supérieure. La puissance de chauffage est calculée à partir de la tension imposée aux bornes du film chauffant, de l'intensité débitée par l'alimentation électrique et de la surface active des films.

On a récapitulé dans le tableau 1 les valeurs des propriétés thermophysiques mesurées par la méthode du film chaud plan et celles calculées par la méthode inverse. Les propriétés déterminées à partir de la méthode du film chaud sont les moyennes de quatre essais successifs. Pour la méthode inverse, on a pris des valeurs initiales de 1 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup> pour la conductivité thermique et de 3.10<sup>6</sup> J m<sup>-3</sup> K<sup>-1</sup> pour la capacité calorifique. Le temps de calcul pour obtenir les valeurs des paramètres est de l'ordre de 15 minutes, soit entre 150 et 200 évaluations successives de la fonction test.

Tableau 1 : Comparaison des valeurs des propriétés thermophysiques calculées par la méthode inverse avec celles mesurées par la méthode du film chaud plan.

		Méthode du film chaud (Mounanga <i>et al.</i> , 2004)		Méthode inverse		/Ecart relatif/	
Mortiers		$\lambda$ [W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ]	$\rho C_p$ [J m <sup>-3</sup> K <sup>-1</sup> ]	$\lambda$ [W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ]	$\rho C_p$ [J m <sup>-3</sup> K <sup>-1</sup> ]	$\lambda$	$\rho C_p$
<i>E/C</i>	<i>S/C</i>						
50%	0	0,98	2,89	0,92	2,63	6%	9%
50%	1	1,76	2,63	1,68	2,43	5%	8%
50%	2	1,99	2,62	1,99	2,42	0%	8%
60%	4	1,70	2,47	1,80	2,55	6%	3%
Verre		1,00	2,30	0,98	2,48	2%	8%

Cette étude préliminaire a permis de valider la méthode inverse sur des matériaux aux propriétés thermophysiques uniformes : on remarque en effet une bonne adéquation entre les données mesurées par la méthode du film chaud et celles déterminées par la méthode inverse. Dans la suite de l'article, l'application de la méthode inverse est étendue à des matériaux soumis au séchage.

#### 4.2. ETUDE SUR SABLE ET PÂTE DE CIMENT SOUMIS AU SECHAGE

Le sable humide et la pâte de ciment sont étudiés à l'aide d'éprouvettes de dimensions 4\*4\*16 cm (voir figure 1-b). En ce qui concerne le sable, les thermocouples sont positionnés lors de la mise en place du matériau réalisée par mince couche successive. Pour la pâte de ciment, les thermocouples sont placés lors du coulage dans le moule. L'une des parois du moule est en effet percée d'orifices. Dans chaque orifice est introduit un tube d'aluminium de 2 mm de diamètre qui permet de guider le thermocouple et de le placer à la position choisie. Les positions précises des thermocouples sont récapitulées dans le tableau 2.

Tableau 2 : Positions des thermocouples noyés dans les matériaux soumis au séchage.

Thermocouples*	1		2		3		4		5		6	
	x	z	x	z	x	z	x	z	x	z	x	z
Sable	11	8,5	19	8,5	30	8	50	9	79	11	118	12
Pâte de ciment	10	5	10	15	10	35	10	75	10	125	-	-

Les positions  $x$  et  $z$  sont indiquées en mm ; l'origine de l'axe des  $z$  est sur la face soumise au séchage et celle de l'axe des  $x$  est sur la face de l'éprouvette soumise au chauffage (voir figure 1-b).

Après trois jours de séchage, l'éprouvette de sable est soumise à un créneau de chauffage de 5 minutes. Les évolutions thermiques enregistrées par les différents thermocouples sont introduites dans le programme d'analyse inverse pour en déduire les valeurs  $\lambda$  et  $\rho C_p$  en différents points de l'éprouvette. Après l'essai, l'éprouvette est découpée en 6 tranches (correspondant aux positions des thermocouples) dont on détermine les teneurs en eau par pesées et étuvages successifs.

La figure 4 présente les évolutions de  $\lambda$  et  $\rho C_p$  du sable en fonction de sa teneur en eau. Ces résultats sont comparés avec ceux de (Delacre, 2000) et de (Mounanga *et al.*, 2004) qui ont également étudié les propriétés thermophysiques de sables sec et humide. Malgré les différences observées sur la capacité calorifique pour une teneur en eau de 0%, les résultats de Mounanga *et al.* et de Delacre sont en général très proches pour les deux propriétés mesurées.

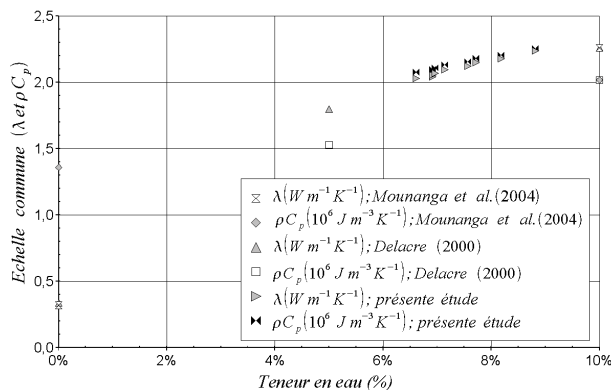


Figure 4 : Evolution des propriétés thermophysiques du sable 0,08-1 mm en fonction de sa teneur en eau et comparaison avec de précédentes études.

Les résultats obtenus dans la présente étude sont situés entre 6,6 et 8,8% de teneur en eau (voir figure 4). Les valeurs de conductivité thermique sont dans la continuité de celles fournies par Delacre. Les valeurs de capacité calorifique volumique sont, quant à elles, situées légèrement au-dessus de celles obtenues par Delacre, ce décalage pouvant être expliqué par les différences de composition des sables utilisés.

La figure 5 présente les résultats obtenus sur la pâte de ciment. Sur la figure 5-a), on remarque une forte variation de la masse de l'éprouvette durant une phase transitoire relativement courte suivie d'un séchage régulier et moins rapide.

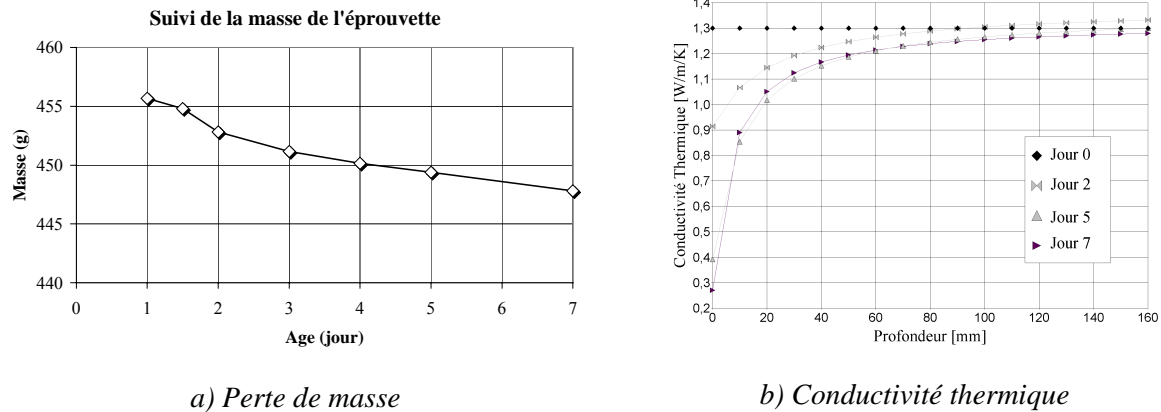


Figure 5 : Evolutions de la perte de masse (a) et de la conductivité thermique (b) d'une éprouvette 4\*4\*16 cm de pâte de ciment ( $E/C=0,50$ ) soumise au séchage par sa face supérieure.

Ces différences dans la vitesse de séchage peuvent être identifiées sur la figure 5-b) qui montre une forte évolution des valeurs de  $\lambda$  durant les premiers jours, suivie d'une évolution plus lente à partir du cinquième jour. La figure 5-b) montre également que la conductivité thermique est initialement uniforme, traduisant l'uniformité de la teneur en eau dans l'éprouvette. De plus, on remarque que  $\lambda$  est faible près de la surface soumise au séchage puis augmente avec l'éloignement à cette surface. A l'extrémité de l'éprouvette (160 mm)  $\lambda$  atteint d'ailleurs la valeur à 0 jour, montrant que le séchage n'a pas encore débuté en ce point éloigné de la face libre. La détermination des fonctions de conductivité thermique nous renseigne sur l'évolution de la teneur en eau, puisque celle-ci influe directement sur la valeur de  $\lambda$  : plus la teneur en eau est élevée, plus le matériau est conducteur de chaleur et plus  $\lambda$  est élevé. On remarque de très faibles valeurs de  $\lambda$  près de la face soumise au séchage. Durant les mesures de température, cette face est en effet thermiquement isolée ( $\lambda_{\text{isolant}} = 0,03 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ) ce que le logiciel tente de reproduire par une faible conductivité thermique. De plus l'absence de thermocouple sur cette face introduit une indétermination sur la première partie de la fonction.

## 5. CONCLUSIONS

Dans le domaine du Génie Civil, les matériaux dont la composition – et donc les propriétés – évoluent à la fois dans le temps et/ou dans l'espace sont légions. La méthode par analyse inverse présentée ici permet, à partir de mesures de température en différents points d'une éprouvette, d'évaluer les paramètres des fonctions décrivant l'évolution de la conductivité thermique et de la capacité calorifique volumique de tels matériaux.

## 6. BIBLIOGRAPHIE

- Acker P. (1992) « Retraits et fissurations du béton ». Documents scientifiques et techniques, Association Française Pour la Construction (AFPC).
- Delacre E. (2000) « Caractérisation thermique de matériaux poreux humides par analyse inverse dans le domaine fréquentiel », Thèse de doctorat, Université d'Artois.
- Mounanga P., Bastian G., Bron G., Coué R. (2004) « Rapid determination of the thermophysical properties of various materials. Method of the hot plane » *The European Physical Journal – Applied Physics*, vol. 26, p. 65-72.
- Özişik N. (1993) « *Heat Conduction* », Wiley-Interscience Publication, 2<sup>nd</sup> édition.