Phénomènes de gel-dégel dans les matériaux à base de terre cuite et les conséquences sur leur durabilité. Expériences et Modélisation

George WARDEH

Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions (LMDC). INSA Génie Civil, 135 Av de Rangueil 31077 Toulouse Cedex 04, France

---

RESUME. La durabilité des matériaux à base de terre cuite soumis à des cycles de gel-dégel est fortement influencée par la nature du matériau, lui-même caractérisé par sa porosité, son module d'élasticité, et sa perméabilité , mais aussi par les conditions aux limites qui lui sont imposées.

On constate, de ce dernier point de vue, que le simple fait, pour le matériau, d'être en contact avec un autre milieu, sur une de ses faces, peut réduire considérablement sa durée de vie.

La motivation de cette recherche réside dans le désir de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu. Nous cherchons, en particulier, à déterminer dans les déformations subies par les matériaux lors de la formation de la glace, la part due aux contraintes internes générées par l'interaction glace squelette solide. Notre objectif est par la mise au point d'un code de calcul numérique prenant en compte les effets couplés thermo-hydro-mécaniques, de voir l'influence des paramètres physique de la terre cuite tels que porosité, perméabilité, module d'élasticité ainsi que conditions aux limites, sur son aptitude à résister à des cycles de gel-dégel.

MOTS-CLÉS : gel-dégel, répartition porométrique, pression de cristallisation et pression liquide.

ABSTRACT. The durability of the fired clay materials subjected to freezing-thawing cycles is strongly influenced by nature of material, itself characterized by its porosity, its modulus of elasticity, and its permeability, but also by the boundary conditions.

It is noted that, for such materials, the contact with another medium, on one of its faces, can reduce considerably its lifespan.

The motivation is to better understand the activated mechanisms. We seek, in particular, to determine in the deformations undergone by materials during ice formation, the part due to the internal stresses generated by the interaction crystals/ solid skeleton.

Our objective is to study, by un thermo-hydro-mechanical modelling, the influence of the physical parameters of the fired clay materials such as porosity, permeability, modulus of elasticity on its aptitude to resist cycles of freezing-thawing as so as boundary conditions on their aptitude to resist freezing-thawing cycles .

KEYWORDS : Freezing-thawing, pore size distribution, crystallization pressure and liquid pressure.

---

1. INTRODUCTION

Comme tous les milieux poreux, les tuiles en terre cuite peuvent être sensibles à l'action du gel. Sur les produits exposés à un climat sévèrement froid, on observe l'apparition successive des dégradations qui se développent au cours du temps et qui prennent plusieurs formes selon la nature de l'argile utilisée et le mode de façonnage, telles que l'écaillage, feuilletage, exfoliation, et la fissuration.

Les réglementations normalisées exigent de tester les produits sous l'effet des cycles répétés de gel – dégel en laboratoire, en simulant des conditions d'humidité et de températures proches de celles que l'on rencontre généralement en œuvre, de telle sorte que les dégradations puissent apparaître lorsque la résistance au gel est insuffisante. Le mode opératoire choisi par le CTTB (Centre Technique des Tuiles et Briques) du test au gel, est de couvrir la face arrière de la tuile testée par un tissu mouillé afin de recréer une différence de température entre les deux faces de l'échantillon. Ce mode opératoire conduit à des résultats de laboratoire qui reproduisent bien le comportement in situ.

La durabilité des tuiles soumises à des cycles de gel-dégel est fortement influencée par la nature du matériau, lui-même caractérisé par sa porosité, son module d'élasticité , mais aussi par les conditions aux limites qui lui sont imposées. En effet on constate, de ce dernier point de vue, que le simple fait, pour le matériau, d'être en contact avec un autre milieu, sur une de ses faces, peut réduire considérablement sa durée de vie. La motivation de cette recherche réside dans le désir de mieux comprendre le rôle du tissu sur l'accélération de l'apparition des dégâts.

2. MATERIAUX ET METHODE

Deux types de tuiles, la CH3 et la 2P2, qui appartiennent à deux familles d'origines géologiques différentes ont été utilisés. Elles se différencient par leur texture poreuse, la nature du tesson, calcaire ou ferrugineux et, par conséquent la perméabilité intrinsèque mesurée à l'air. Le choix de ces matériaux a été guidé par leur aptitude très différente à résister au gel. Le tableau 1 présente les caractéristiques essentielles

	CH3	2P2
Porosité mercure [%]	29.45	22.85
Diamètre moyen de pores [µm]	0.77	0.14
Module d'élasticité [MPa]	8000	9000
Perméabilité à l'air [m²]	5 to 6 10^{-15}	2 to 2.5 10^{-16}

Tableau 1 : Caractéristiques physiques des tuiles utilisées.

Deux types de séries ont été réalisés pour chaque terre cuite. Pour la série AT le matériau à été recouvert, sur une face, par un tissu, pour la série ST le matériau seul est soumis au test. Le milieu, saturé préalablement, est stabilisé à une température de 15°C. L'air dans lequel il se trouve est alors refroidi à vitesse contrôlée, jusqu'à ce que le matériau atteigne une température de -16°C. Il est alors dégelé dans l'eau à 15°C jusqu'à stabilisation de sa température conformément à la recommandation de la méthode E de la norme prEN 539-2/rev (Wardeh and Perrin 2006).

L'expérience montre que le matériau CH3 résiste mieux que le 2P2 d'une part, puisqu'au bout d'un nombre plus important de cycles les dégradations sont plus faibles, et que, d'autre part, la présence du tissu amplifie la formation de fissures de type.

3. FORMATION DE LA GLACE DANS LES TUILES

Comme il est largement décrit dans la littérature (Brun et al. 1977; Setzer 2001) les conditions d'équilibre entre la glace, l'eau et le vapeur sont influencées par la courbure de leurs interfaces, la présence ou l'absence d'espèces dans la solution liquide et, par la pression appliquée sur les phases. Une relation entre le diamètre de pores dans lesquelles l'eau est susceptible de geler en fonction de la température peut être déduite des modèles thermodynamiques basés sur l'équilibre entres les phases. La formation et la fonte de la glace au sein d'un milieu poreux peuvent être réalisées expérimentalement par une analyse calorimétrique différentielle selon la technique du calorimètre à basse température (DSC). (Bejaoui 2001; Fontenay and Sellevold 1980). L'analyse calorimétrique montre qu'au sein des pores des pâtes de ciment, les cristaux de glace ne se forment pas aux températures auxquelles ils sont stables, mais à des températures nettement inférieures. Il est par contre intéressant de noter que les températures calculées en fonction de rayons de pores sont en bonne adéquation avec les températures de fonte de la glace.

Lors des essais réalisés jusqu'à –60 °C, on constate pour nos matériaux l'existence d'un seul pic.

La figure 1 présente un exemple des courbes obtenues. La température de début de formation de la glace varie au cours des cycles.

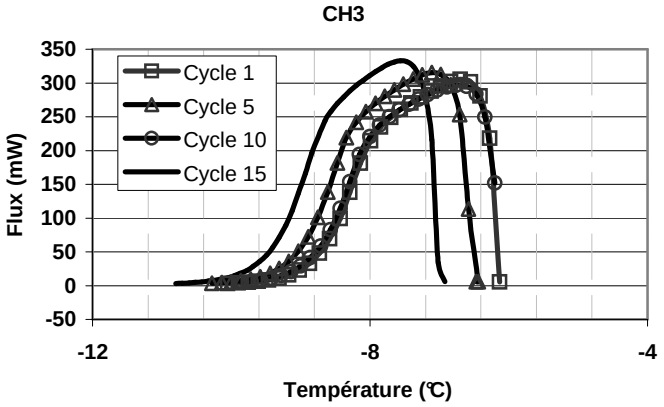

Figure 1 : Formation de la glace dans la CH3-ST.

Cette fluctuation de température est, selon nous, un signe de sous-refroidisssement. Par conséquent et, contrairement à la fusion qui a toujours lieu à la température d'équilibre du système pour une pression donnée, la cristallisation s'avère être un phénomène régi par une cinétique de nucléation pour lequel on ne peut que définir une température « la plus probable » de cristallisation.

Toutefois, les expériences menées en calorimétrie basse température permettent de penser que la température de formation de la glace est influencée par la taille de l'échantillon et le taux de refroidissement.

Afin de déterminer le pourcentage de volume poreux occupé par la glace en fonction de la température, la variation de la quantité de la glace formée pour toutes les courbes de la figure 1 a été évaluée en supposant que le processus de congélation commence toujours à 0 °C. On trouve que les résultats sont similaires. La variation du pourcentage volumique de la glace ainsi formée a alors été acceptée comme le scénario le plus probable pour les tuiles.

En couvrant la moitié de la surface des échantillons testés à l'aide du tissu , nous obtenons une formation de la glace plus rapide que dans le cas sans celui-ci, ce qui nous laisse penser que le tissu joue le rôle d'un catalyseur de nucléation.

4. LES DEFORMATIONS OBSERVEES AU COURS DES CYCLES

Les différentes tuiles ont été instrumentées à l'aide de jauges de déformations et de capteurs de températures. Au cours de l'essai, la déformation perpendiculaire à l'épaisseur des tuiles a été choisie parce qu'elle est la déformation représentative des déformations induisant les dégradations. Les déformations obtenues sont présentées aux figures 2 et 3.

Les deux matériaux se comportent différemment. La CH3 se contracte de plus en plus à la fin de la phase de gel, tandis que la 2P2 se dilate. De plus, l'observation de ces courbes révèle l'existence de trois séquences correspondant à trois intervalles de température.

Séquence 1 : $T_2 \approx -0.5\ °C < T < T_1 \approx 12\ °C$: au cours de cette phase la contraction des matériaux saturés est purement thermique.

Séquence 2 : $T_3 \approx -9\ °C < T < T_2 \approx -0.5\ °C$: dans cet intervalle de température l'eau contenue dans le matériau gèle progressivement. On constate une forte différence de comportement des deux matériaux, ainsi que l'influence de la présence du tissu. En effet, pour la CH3, au déclenchement du processus de gel, on observe une légère extension du matériau de T2 à environ -2°C, puis un palier plus ou moins long selon la présence du tissu on non, suivi d'une contraction importante dans le cas ou le matériau est recouvert d'un tissu.

Pour la 2P2 dés le début du déclenchement du gel, le matériau subit une forte extension qui s'atténue progressivement vers la fin du processus de congélation.

Pour les deux matériaux, les déformations observées en présence de tissu sont plus importantes que lorsqu'il n'y a pas de tissu.

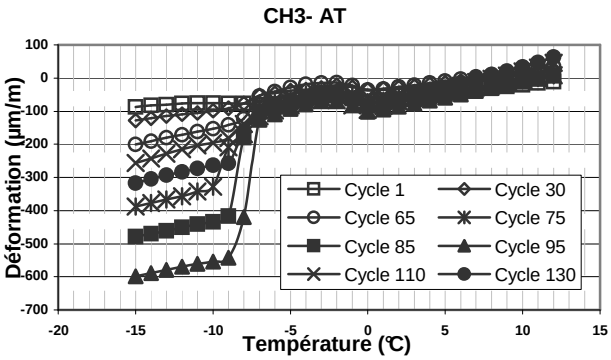

Figure 2 : Déformations observées sur la CH3 avec tissu.

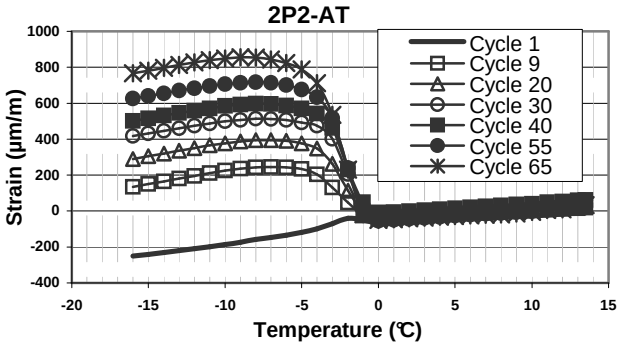

Figure 3 : Déformations observées sur la 2P2 avec tissu.

Séquence 3 : $T_4 \approx -16\ °C < T < T_3 \approx -9\ °C$: la contraction linéaire des matériaux résulte des contractions simultanées de la terre cuite et de la glace qui occupe cette fois l'ensemble du volume poreux.

5. CALCUL DE LA PRESSION MOYENNE GENEREE PAR LE PROCESSUS DE CHANGEMENT DE PHASE

Afin d'identifier la part des déformations résultant de la formation de la glace, les déformations purement thermiques sont retranchées des déformations totales. La difficulté de cet exercice réside dans la nécessité de connaître la fraction volumique de glace formée à chaque pas de température. Pour cela nous utiliserons les courbes déduites des essais calorimétriques.

Le milieu poreux est constitué d'une matrice solide et d'une phase remplissant le réseau poreux. Ces deux phases sont supposées continues et leurs proportions volumiques sont définies par la porosité n et son complément (1-n). La proposition fondamentale de la mécanique du milieu poreux est de considérer que les contraintes exercées sont reprises en partie par la matrice solide, et en partie par la phase remplissant le volume poreux (Biot 1941; Coussy 1995). Une des hypothèses de base est que l'état des contraintes générées par cette phase remplissant le milieu poreux est hydrostatique et peut donc être caractérisé par une pression, nommée dans la suite de ce travail, pression poreuse , P^* (Zuber 2002). Selon la formulation de Biot (Biot 1941) pour les matériaux compressibles, la contrainte totale s'écrit

$$\sigma_{ij} = \sigma'_{ij} - bP^* I \qquad \text{[Eq 1]}$$

Il est donc possible à partir des déformations nettes dues uniquement à la formation de la glace de calculer les pressions moyennes générées par les phases occupant le volume poreux. Comme le montre la figure 4. A l'échelle des pores, il peut être supposé que la pression dans le cristal est contrôlée par l'interface solide-liquide pour maintenir l'équilibre mécanique entre les deux phases. L'équation de Laplace permet donc d'écrire

$$P_s = P_l + k_{eq}\gamma_{ls} \qquad \text{[Eq 2]}$$

avec P_s la pression dans le cristal, P_l la pression de la phase liquide, γ_{ls} la tension superficielle de l'interface liquide-solide et, k_{eq} la courbure de l'interface liquide-solide.

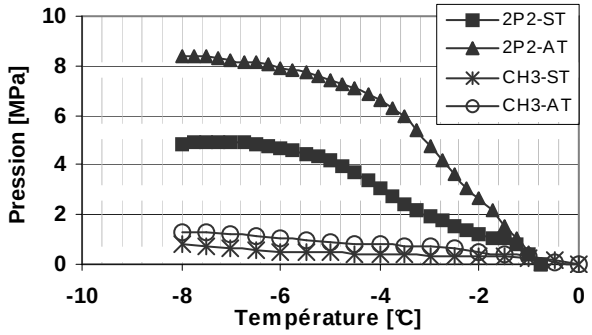

Figure 4 : Pression poreuse moyenne développée dans la porosité.

Afin de maintenir l'équilibre mécanique à l'interface couche adsorbée-cristal, les parois du pore exercent une pression π_r (Scherer 1993) telle que :

$$P_s = \pi_r + k(r-\delta)\ \gamma_{ls} \qquad \text{[Eq 3]}$$

Tenant compte que la pression dans le cristal doive être uniforme, les relations 2 et 3 permettent d'écrire :

$$\pi_r = P_l + \gamma_{ls}(k_{eq} - k(r-\delta)) \qquad \text{[Eq 4]}$$

Si l'on considère que l'interface à l'entrée des pores non gelés est sphérique et que les pores sont cylindriques, la pression du fluide qui s'exerce sur les parois d'un pore gelé vaut :

$$\pi_r = P_l + \chi(r) \qquad \text{[Eq 5]}$$

$$\chi(r) = \gamma_{lg}\left(\frac{2}{R_{eq}} - \frac{1}{r-\delta(t)}\right) \qquad \text{[Eq 6]}$$

La pression dans la porosité n'est pas homogène selon que les pores sont gelés ou non, elle est même variable en fonction de la taille de pore considéré. Cependant, à l'échelle du milieu poreux continu, cette pression n'intervient qu'au travers d'une valeur unique P^*.

Si $\varphi(r)$ définit le volume cumulé des pores dont le rayon est supérieur ou égale au rayon r, La pression poreuse moyenne pourra finalement s'exprimer par:

$$P^* = P_l + \underbrace{\frac{1}{n}\int_{\infty}^{R_{Peq}} \chi(r,t)\frac{d\varphi}{dr}dr}_{X(t)} \qquad \text{[Eq 7]}$$

Le terme $X(t)$ correspond alors à la pression supplémentaire apportée par la présence de la glace.

La relation (7) permet, de façon inverse, de calculer la pression de la phase liquide si la pression poreuse et la pression exercée par les parois sont connues, ainsi, P^* est déduite de l'expérience et, X est évaluée à partir de la répartition porométrique.

Le calcul montre que la phase liquide est soumise à une pression sans et avec tissu. L'amplitude de cette surpression est plus importante pour la 2P2, même sans tissu, que pour la CH3. Le point principal à souligner est que le tissu agit de la même façon sur la durabilité des tuiles bien que son effet sur la CH3 soit presque négligeable. Lors du développement de la glace à l'intérieur du volume poreux des mouvements d'eau se produisent vers la glace, pour alimenter les germes, puis celle-ci est repoussée lorsque le volume de glace augmente. Les possibilités de mouvements d'eau liées à la répartition spatiale de la glace, mais aussi à la structure poreuse du milieu, conditionnent l'évolution de la pression du liquide. Les surpressions engendrées entraînent la déformation du matériau et explique le comportement des milieux saturés exposés au gel.

6. MODELISATION NUMERIQUE DU COMPORTEMENT D'UN MILIEU POREUX CONSOLIDE EXPOSE AU GEL

Cette partie résume les bases physiques du modèle hydromécanique dont les éléments constitutifs sont les équations de conservation de masse de la matrice solide, de l'eau et de la glace. Les lois de comportement de ces trois phases, l'utilisation du modèle de Biot pour les milieux poreux, de la loi de Darcy permettent de faire le couplage entre les déformations du milieu et les pressions de différentes phases.

L'écriture de l'équilibre mécanique permet d'exprimer le système d'équations dont la résolution conduit à la connaissance des évolutions spatio-temporelles des contraintes et des déformations.

Ce système d'équations met en évidence deux termes particuliers, S et X. Le premier représente un terme source de pression liquide dans l'équation de Darcy modifiée. Ce terme source prend en compte le changement de volume lié à la transformation eau glace, les contractions thermiques des différentes phases et les interactions mécaniques entre elles. Le terme X relie, quant à lui, la pression totale générée dans la porosité et la pression du liquide.

Les caractéristiques physiques du matériau étudié, ainsi que celles de l'eau et de la glace, sont nécessaire pour alimenter le modèle. Les inconnus de notre problème sont les déplacements et la pression liquide en chaque point et à chaque instant.

Un code numérique a été mis en œuvre afin de tester la capacité du modèle à reproduire les déformations observées sur des tuiles soumises à des cycles de gel-dégel. Dans un premier temps il a permis d'étudier l'influence des paramètres physiques des matériaux poreux sur leur comportement au gel. On montre, notamment, que les déformations et la pression liquide sont d'autant plus faibles que les pores sont gros et que la perméabilité est élevée.

La figure 5 présente les résultats numériques de l'évolution de la pression liquide moyenne au cours de la formation de la glace pour cinq matériaux poreux fictifs. Le diamètre moyen des pores augmente du milieu 1 au milieu 5. On constate que les cinq matériaux fictifs ne se comportent pas de la même façon. Ainsi lorsque le diamètre de pores diminue (distribution 5 à distribution 1) : La température de formation de la glace diminue, le milieu subit une dilatation de plus en plus importante, l'amplitude de variation de la pression moyenne de la phase liquide augmente, toutes choses restant égales par ailleurs.

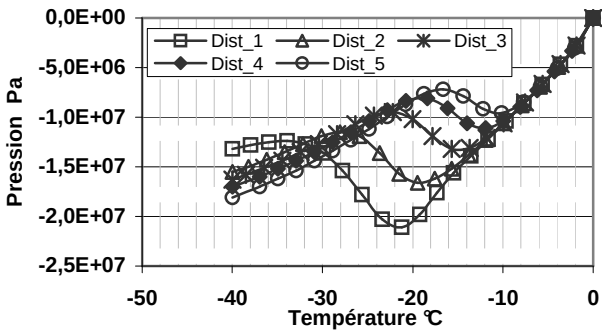

Figure 5 : Evolution de la pression liquide moyenne de chaque répartition fictive.

Pour la distribution la plus fine, nous avons simulé les comportements en faisant varier seulement le module d'élasticité. On constate que les déformations sont d'autant plus petites que le module est élevé. Par contre, l'amplitude de la pression moyenne, générée au sein du matériau, augmente avec le module d'élasticité. Un fort module d'élasticité en limitant les déformations produit une augmentation de la pression liquide à l'intérieur des pores.

En gardant toutes les caractéristiques mécaniques et hydrauliques de la première distribution fictive ainsi que les termes qui génèrent la pression poreuse, nous avons cherché l'influence des conditions à la frontière du matériau. Nous avons imposé soit à l'eau, soit à la glace d'être à la pression atmosphérique, puis nous avons choisi une situation intermédiaire. Les résultats de la simulation numérique montrent que le comportement du milieu et la pression liquide moyenne en son sein sont fortement liés aux conditions de frontière.

Pour une taille de pores fixée autour d'un rayon moyen de 10 nm et un pourcentage des variant entre 12.5 et 38 %, nous montrons que les déformations ainsi que les pressions moyennes sont d'autant plus accentuées que la porosité est élevée. Dans un deuxième temps nous avons appliqué le code à la description du comportement des deux tuiles de référence de ce travail. Nous avons vu que la nature porométrique (mésoporosité) des terres cuites ne permettant pas d'utiliser la relation classique température rayons de pores, donnée d'entrée nécessaire à la mise en oeuvre du code, nous avons eu recours à un scénario de formation de la glace, en fonction de la température, basé sur l'observation menée en calorimétrie basse température. Notre code ne permettant de plus de traiter des conditions de frontière de troisième type, nous avons eu aussi recours à des conditions de premier type sur les pressions des phases.

7. BIBLIOGRAPHIE

Bejaoui, S. (2001). "Etude de la formation de la glace au sein de la texture poreuse des matériaux a base de liants hydrauliques," Thèse de doctorat, Toulouse.

Biot, M. A. (1941). "General theory of three dimensional consolidation." *Journal of Applied Physics*, 12, 155-164.

Brun, M., Lallemand, A., Quinson, J.-F., and Eyraud, C. (1977). "A new method for the simultaneous determination of the size and the shape of pores: The thermoporometry." *Thermochimica Acta*, 21, 59-88.

Coussy, O. (1995). *Mechanics of porous continua*, G. Wiley & Sons Ltd

Fontenay, C. S., and Sellevold, E. J. (1980). "Ice formation in hardened cement paste - I. Mature water-saturated pastes." *Durability of building materials and components, ASTM STP 691*, 425-438.

Scherer, G. W. (1993). "Freezing gels." *Journal of Non-Cryst Solids*, 155(1), 1-25.

Setzer, J. M. (2001). "Mechanical Stability Criterion, Triple-Phase Condition, and Pressure Differences of Matter Condensed in a Porous Matrix." Journal of Colloid and Interface Science, 235(1), 170–182.

Wardeh, G., and Perrin, B. (2006). "Analysis of Strains in Baked Clay Based Materials During Freezing and Thawing Cycles." Journal of BUILDING PHYSICS, 29(3), 201-217.

Zuber, B. (2002). "Vers une modélisation numérique du comportement des matériaux cimentaires exposés au gel.," Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan.