UNIVERSITÉ PARIS-EST

UNIVERSITÉ DE TUNIS EL MANAR

Thèse présentée pour obtenir le grade de

**Docteur de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis et l'Université Paris-EST**

Spécialité : Génie Civil

par

**Sarra Drissi**
Ingénieur Génie Civil, ENIT, 2012

# *Développement de nouveaux bétons "accumulateurs d'énergie" : Investigations expérimentale, probabiliste et numérique du comportement thermique*

Thèse soutenue le 20 octobre 2015 devant le jury composé de :

| | |
|---|---|
| *Rapporteurs :* | **Pr. André LECOMTE**<br>**Dr. Denis BRUNEAU** |
| *Directeurs de thèse :* | **Pr. Sabine CARE**<br>**Pr. Jamel NEJI** |
| *Co-encadrants :* | **Dr. Anissa EDDHAHAK**<br>**Dr. Johan COLIN** |

Thèse effectuée au Laboratoire Matériaux, Optimisation et Energie pour la Durabilité (LR-MOED-ENIT, Tunisie) et à l'Institut de Recherche en Constructibilité (IRC-ESTP, France)

*« La vie de l'homme dépend de sa volonté ; sans volonté, elle serait abandonnée au hasard »*

*Confucius-551-497 av.JC*

# Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du laboratoire de Recherche de Matériaux d'Optimisation et d'Energie pour la Durabilité (LRMOED) de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis (ENIT), Tunisie, dirigé par Monsieur Ridha BEN CHEIKH et l'Institut de Recherche en constructibilité, IRC, de l'Ecole Spéciale des Travaux Publics (ESTP), France, dirigé par Monsieur Jean Lou LEBRUN, puis par Monsieur Eric CROQUESEL. Je leur adresse tous mes remerciements pour m'avoir accueillie au sein de leurs laboratoires et m'avoir permis de réaliser mes travaux de thèse dans les meilleures conditions.

Je remercie également les rapporteurs de ce travail de thèse Monsieur André LECOMTE et Monsieur Denis BRUNEAU ainsi que les membres du jury. C'est pour moi un grand honneur qu'ils aient accepté d'évaluer mon projet de thèse.

Je remercie mes directeurs de thèse, Madame Sabine CARE et Monsieur Jamel NEJI, pour leurs disponibilités, leurs conseils. Ils étaient toujours présents pour assurer le bon déroulement de ce projet.

Je tiens à remercier très chaleureusement Madame Anissa EDDHAHAK, encadrante de ce travail, pour m'avoir proposé un sujet intéressant visant à concrétiser et à approfondir mes connaissances à la fois techniques et scientifiques, pour sa patience, pour ses conseils judicieux qui m'ont été d'une aide précieuse et pour le temps qu'elle a bien voulu me consacrer.

Je tiens également à remercier les personnes gestionnaires des laboratoires et les personnels des deux écoles doctorales, notamment Jessica RAD, Mady VONG, Rakia CHALOUATI et Cécile BLANCHEMANCHE pour leurs patiences dans mes démarches administratives effectuées au cours de mes trois années de thèse.

Un grand merci aux personnes avec qui j'ai eu l'occasion de travailler : Johan COLIN, enseignant chercheur à l'IRC pour toute l'aide qu'il m'a apporté durant ces années, pour son soutien et sa bonne humeur et Margareta WALFERDEIN, assistante de recherche à l'IRC qui a tout fait pour que je puisse travailler en toute sérénité et avec qui j'ai pu partager des moments agréables pendant les pauses déjeuner et café. A ce titre, je remercie également

toutes les personnes de deux laboratoires pour leur sympathie, plus particulièrement Jena JEONG, John LANGEVILLIER, Bernard MONTANT, Daniel MESUREUR, Anne DONY, Rabah HAMZAOUI, Sabrina PERLO.

Un merci particulier à mes collègues thésards, mes collègues de bureau et les étudiants que j'ai eu le plaisir d'encadrer pour leurs aides : Theodora-Daphni STAVRAKA, Jennifer NAEL, Rabeb CHERIF, Ines BOUSSETTA, Tarek KAROUI, Radja ELANDALOUSSI, Angélique FABRE DES ESSARTS, Mamadou NGOM, Thi Thanh Xuan DINH, Zinab LAMRANI, Ibtissam FELLAK, Abdellah ELAINANI, Claire NATHAN.

Je n'oublie pas de remercier Ghouti SELKA, Abdelkader KRIMI et Mehdi REZOUG pour toute l'aide que vous m'avez apportée.

Un énorme remerciement à mes parents, à mes sœurs Samia, Noha et Sabrine et à ma cousine Marime AYADI qui m'ont apporté une aide prodigieuse, m'ont encouragée et m'ont supportée lors de toutes mes années d'études et ont cru en moi depuis toujours.

J'exprime aussi toute ma gratitude à mon amie Arbia GARFA qui m'a marquée par sa gentillesse et sa générosité et m'a beaucoup apporté. Merci pour m'avoir supportée pendant les moments difficiles. J'exprime également ma gratitude envers mon amie Maroua MHAMDI pour son soutien et les bons moments que nous avons partagés ensemble. Courage c'est vous les prochains !

Je terminerai ces remerciements en évoquant des personnes qui ont contribué moins directement à ce travail : la famille DRISSI, Asma MABROUK, la famille GARFA, Donia KHELIFA, Rim GARGOURI, Chayma HENDA, Sahar ZOUARI, Nahed HERZI, Madame Caroline De SA, Monsieur Elian COMENT, Monsieur Philippe DOS SANTOS CLARO, Laetitia NDALA et toute l'équipe acc&ss Paris-Est. Enfin, je remercie mon oncle Abdelkader DRISSI qui m'a apporté aide et encouragement tout au long de mon parcours d'étude. Que son âme repose en paix !

# Sommaire

Remerciements ..... i

Sommaire ..... iii

Nomenclature ..... vii

Introduction ..... 1

Chapitre 1 : Les Matériaux à Changement de Phase (MCP) et leur utilisation dans le secteur du bâtiment ..... 6

1.1. Contexte ..... 7

1.1.1. L'efficacité énergétique dans les bâtiments ..... 9

1.1.2. Le stockage par chaleur sensible et par chaleur latente ..... 11

1.2. Les Matériaux à Changement de Phase (MCP) ..... 17

1.2.1. Description ..... 17

1.2.2. Procédés d'encapsulation ..... 19

1.2.3. Les MCP organiques à base de paraffine ..... 23

1.2.4. Les domaines d'application ..... 28

1.2.5. Exemple des MCP commerciaux ..... 31

1.3. Les MCP dans les matériaux de construction : applications et réalisations ..... 33

1.3.1. Quelques réalisations et retour d'expériences ..... 33

1.3.2. Problématiques et verrous scientifiques ..... 45

1.3.3. Bilan et axes de recherche ..... 49

1.4. Conclusions ..... 51

Chapitre 2 : Identification des propriétés thermo-physiques des MCP, Description et Mise en place des protocoles d'essais ..... 52

2.1. Matériaux et méthodes de mesure ..... 54

2.1.1. Matériaux ..... 54

2.1.2. Mesures physiques ..... 55

2.1.2.1. Analyse granulométrique ..... 55

2.1.2.2. Observations microscopiques ..... 57

2.1.2.3. Mesure de la masse volumique absolue et apparente ..... 58

2.1.2.4. Mesure du coefficient d'absorption ..... 59

2.1.3. Mesures thermiques ..... 60

2.1.3.1. Analyse thermogravimétrique (ATG) et mesure de perte de masse ..... 61

2.1.3.2. Analyse thermique par DSC, étude paramétrique de la masse et la cinétique de chauffe. 62

2.1.3.3. Mesure de la conductivité thermique ..... 66

2.2. Résultats de mesures physiques ..... 68

2.2.1. Caractéristiques morphologiques des MCP (Distribution granulométrique et microstructure) ..... 68

2.2.2. Masse volumique et Coefficient d'absorption ..... 71

2.3. Résultats de mesures thermiques ..... 74

2.3.1. Propriétés thermodynamiques et calage paramétrique ..... 74

2.3.2. Diffusivité et conductivité thermiques ..... 83

2.3.3. Influence de l'endommagement des MCP sur leurs propriétés thermophysiques, étude comparative 84

2.4. Conclusions ..... 86

Chapitre 3 : Identification des propriétés thermiques et mécaniques des bétons-MCP ..... 87

3.1. Plan expérimental ..... 89

3.1.1. Formulation des mortiers et des bétons étudiés ..... 89

3.1.2. Essais de caractérisation des bétons étudiés ..... 91

3.1.2.1. Mesure de l'affaissement (état NAT et DAM des MCP) ..... 91

3.1.2.2. Méthode modifiée pour la mesure de la chaleur d'hydratation ..... 92

3.1.2.3. Résistance à la compression ..... 95

3.1.2.4. Propriétés thermiques des bétons-MCP ..... 95

3.2 Etude de l'hydratation des mortiers-MCP ..... 100

3.2.1 Effet des MCP sur la réaction d'hydratation ..... 100

3.2.2 Effet de l'endommagement des MCP sur la réaction d'hydratation ..... 102

3.3 Propriétés physiques et mécaniques des bétons-MCP ..... 104

3.3.1 Microstructure des bétons-MCP ..... 104

3.3.2 Affaissement des bétons-NAT et des bétons-DAM ..... 105

3.3.3 Résistance mécanique : effet temps et microstructure..... 106

3.3.4 Prédiction par la loi de Féret de la résistance mécanique des bétons-MCP ..... 108

3.4 Propriétés thermiques des bétons-MCP avant et après vieillissement..... 112

3.4.1 Cas du Béton-NAT ..... 112

3.4.2 Cas du Béton-DAM ..... 114

3.5 Conclusions ..... 117

Chapitre 4 : Modélisation micro-macro de la conductivité thermique des bétons-MCP, approche stochastique et modélisation probabiliste paramétrique des incertitudes ..... 118

4.1. Approche multi-échelle de la conductivité thermique..... 120

4.1.1. Démarche et modèles d'homogénéisation..... 121

4.1.2. Résultats et interprétations ..... 124

4.1.3. Conclusions ..... 126

4.2. Etude stochastique et probabiliste paramétrique des incertitudes ..... 128

4.2.1. Notions des erreurs et des incertitudes de mesure..... 128

4.2.2. Construction du modèle probabiliste..... 129

4.2.3. Variables aléatoires et construction des lois de probabilités des champs stochastiques . 132

4.2.4. Confrontation du modèle probabiliste au modèle moyen micro-macro ..... 143

4.3. Conclusion..... 146

Chapitre 5 : Etude numérique par la Méthode des Volumes finis (MVF) d'une paroi en béton à changement de phase..... 147

5.1. Méthode des volumes finis..... 150

5.1.1. Description et mise en équations..... 150

5.1.2. Méthodes de résolution du problème de transfert avec changement de phase ..... 152

5.2. Description du modèle numérique..... 155

5.2.1. Géométrie, Maillage et outil de résolution ..... 155

5.2.2. Validation du modèle numérique et optimisation du maillage..... 158

5.3. Simulation numérique de la paroi en béton-MCP ..... 161

5.3.1. Les cas d'étude ..... 161

5.3.2. Résultats et interprétation ..... 162
*5.3.2.1. Condition dirichlet* ..... 162
*5.3.2.2. Convection naturelle* ..... 166
*5.3.2.3. Condition mixte* ..... 168
*5.3.2.4. Conclusions* ..... 172
5.4. Influence de la distribution des MCP sur le transfert thermique ..... 173
5.4.1. Cas d'étude ..... 173
5.4.2. Résultats et interprétation ..... 174
5.4.2.1. Convection naturelle ..... 174
5.5. Conclusion ..... 180
Conclusions et perspectives ..... 181
Bibliographie ..... 184
Annexe – niveau 1 ..... 197
Annexe – niveau 2 ..... 198
Annexe – niveau 3 ..... 200
Annexe – niveau 4 ..... 208
Table des illustrations ..... 214
Table des tableaux ..... 220
Résumé…….. ..... 221
Abstract……. ..... 221

# Nomenclature

**Caractères Latins**

| | | |
|---|---|---|
| $a$ | Diffusivité thermique | $[m^2/s]$ |
| $A$ | Surface chauffée de l'échantillon par la sonde | $[m^2]$ |
| $A_i$ | Tenseur de concentration de la phase i | |
| $b$ | Constante d'étalonnage du calorimètre | |
| $C_p$ | Chaleur spécifique | [J/kg.K] |
| $C_p^{10}$ | Chaleur spécifique enregistrée respectivement à 10 °C | [J/kg.K] |
| $C_p^{50}$ | Chaleur spécifique enregistrée respectivement à 50 °C | [J/kg.K] |
| $C_{pReg\ 1}$ | Chaleurs spécifiques des MCP calculées respectivement sur la région 1 délimitée par les températures $T_{0i}$ et $T_1$ | [J/kg.K] |
| $C_{pReg\ 2}$ | Chaleurs spécifiques des MCP calculées respectivement sur la région 2 délimitée par les températures $T_1$ et $T_{fi}$ | [J/kg.K] |
| $C_{app}$ | Chaleur massique apparente | [J/kg.K] |
| $\overline{Cp_l}$ | Capacité thermique massique moyenne de la phase liquide | [J/kg.K] |
| $\overline{Cp_s}$ | Capacité thermique massique moyenne de la phase solide | [J/kg.K] |
| $c$ | Capacité thermique totale de calorimètre | [J/K] |
| $dA_j$ | Elément de surface orientée | $[m^2]$ |
| $E_{m,sens}$ | Energie massique | [J/kg] |
| $E_{DSC}$ | Sensibilité calorimétrique de la machine | $[m^{-2}]$ |
| $e_p$ | Epaisseur de l'échantillon | [m] |
| $e$ | Effusivité thermique | $[W/K{\cdot}m^2{\cdot}s^{1/2}]$ |
| $E$ | Espérance mathématique | |
| $E_i$ | Energie interne par unité de masse | [J/kg] |
| $f_v$ | Fraction volumique | [%] |
| $f_c$ | Résistance du béton à l'échéance considérée | MPa |
| $f_{mc}$ | Résistance normale du ciment à la même échéance | MPa |
| $F_X(x)$ | Fonction de répartition | |
| $F$ | Fraction volumique liquide des MCP | [%] |
| $g(t,w)$ | Fraction solide qui dépend de la température T et de la composition du produit w | |
| $H$ | Enthalpie | [J/kg] |
| $I$ | Matrice identité | |
| $K$ | Facteur d'étalonnage | |
| $k_f$ | Coefficient qui dépend principalement des granulats utilisés | |
| $L$ | Chaleur latente | [kJ/kg] |
| $m$ | Masse de l'échantillon | [kg] |

| | | |
|---|---|---|
| $m_0$ | Masse sèche du pycnomètre | [kg] |
| $m_{MCP}$ | Masse des MCP | [kg] |
| $m_1$ | Masse de pycnomètre rempli du solvant jusqu'au repère | [kg] |
| $m_x$ | Masse de pycnomètre rempli de prise d'essai et du solvant complémentaire jusqu'au repère | [kg] |
| $m_s$ | Masse de l'échantillon après passage à l'étuve à 105 °C | [kg] |
| $m_h$ | Masse de l'échantillon saturé par de l'eau. | [kg] |
| $m_2$ | Moment d'ordre 2 | |
| $m_x$ | Moyenne de la variable x | |
| n | Normale à l'interface solide liquide | |
| $P_{MCP}$ | Tenseur de Hill | |
| $P_X$ | Loi de probabilité | |
| $p_X(X)$ | Densité de probabilité | |
| $p^-$ | Borne inférieure de la région de confiance | |
| $p^+$ | Bornes supérieure de la région de confiance | |
| Q | Flux de chaleur fournie par la sonde à la surface de l'échantillon | [W] |
| $q_{calculated1,j}$ | Flux de chaleur de la surface de l'échantillon calculée | [W] |
| $q_{measured\ 1,j}$ | Flux de chaleur de la surface de l'échantillon mesurée | [W] |
| Q(t) | Chaleur d'hydratation du ciment | [J/g] |
| $q_i''$ | Flux de chaleur par unité de surface | [$W/m^{-2}$] |
| $q_i'''$ | Génération d'énergie interne | [$J.m^{-3}$] |
| $R_f$ | Résistance thermique | [K/W] |
| r | Rayon du fil chauffant | [m] |
| Rc | Résistance de contact à l'interface résistance chauffante/échantillon | [$m^2$.K/W] |
| Rc | Résistance à la compression | [MPa] |
| $(\mathbb{R}^n, B_{\mathbb{R}^n}, P)$ | Espace probabiliste | |
| S | Surface de la résistance chauffante | [$m^2$] |
| s | Facteur de forme | |
| $Supp_n$ | Support de la densité de probabilité $p_X$ | |
| $S(p_x)$ | Entropie de la mesure de probabilité $P_X(dx)$ | |
| T | Température | [K, °C] |
| $T_{fusion}$ | Température de fusion | [K, °C] |
| $T_{pic}$ | Température de pic | [K, °C] |
| $T_{onset}$ | Température de début de fusion | [K, °C] |
| $T_s$ | Température de l'échantillon | [K, °C] |
| $T_{is}$ | Température de mortier | [K, °C] |
| $T_{ir}$ | Température de mortier inerte | [K, °C] |
| $T_{0i}$ | Températures du début de l'hydratation des mortiers-MCP | [K, °C] |
| $T_{fi}$ | Températures de la fin de l'hydratation des mortiers-MCP | [K, °C] |

| | | |
|---|---|---|
| $T_1$ | Température de la fin de fusion des MCP estimée à 26 °C | [K, °C] |
| $T_{ref}$ | Température de référence arbitraire | [K, °C] |
| $t_{0,5}$ | Temps à mi-hauteur, | [s] |
| t | Temps | [s] |
| U | Norme du vecteur vitesse | |
| v | Volume | [$m^3$] |
| $v_e$ | Volume d'eau | [$m^3$] |
| $v_a$ | Volume d'air occlus | [$m^3$] |
| $V_n$ | Vitesse normale à cette interface | [m/s] |
| WA | Coefficient d'absorption | [%] |
| W | Composition du produit | |
| $X = (X_1,\ldots, X_n)$ | Variable aléatoire discrète à valeur dans $\mathbb{R}^n$ | |
| $x = (x_1,\ldots, x_n)$ | Point de $\mathbb{R}^n$ | |

**Caractères Grecs**

| | | |
|---|---|---|
| $\overline{\alpha}_i$ | Coefficient moyen de déperdition thermique totale du calorimètre au cours de l'intervalle $\Delta t_i$ | [J/h.K] |
| A | Coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre | [J/h.K] |
| $\beta$ | Vitesse de chauffe | [m/s] |
| $\gamma$ | Constante d'Euler | |
| $\overline{\theta}_i$ | Echauffement moyen de l'échantillon d'essai entre les instants $t_{(i-1)}$ et $t_i$ | [K, °C] |
| $\theta_t$ | Echauffement de l'échantillon d'essai à l'instant t | [K, °C] |
| $\Delta H_{latente}$ | Enthalpie massique de transformation ou de changement d'état | [J/kg] |
| $\vartheta$ | Constante d'étalonnage du calorimètre | |
| $\Delta h$ | Enthalpie spécifique | [kJ/kg] |
| $\Delta H^m$ | Enthalpie de transformation qui correspond à la chaleur latente de transformation intégrée dans la plage de température 10 °C - 30 °C | [kJ/kg] |
| $\Delta t_i$ | Temps écoulé entre deux mesures successives de température entre $t_{(i-1)}$ et $t_{(i)}$ | [h] |
| $\Delta x$ | Pas spatial | [m] |
| $\Delta t$ | Pas temporel | [s] |
| $\lambda$ | Conductivité thermique | [W/m.K] |
| $\lambda_{béton}$ | Conductivité thermique de béton | [W/m.K] |
| $(\lambda_0 - 1)$ | Multiplicateurs de Lagrange | |
| $\mu$ | Capacité thermique massique du calorimètre vide | [J/K] |
| $\xi$ | Fractile d'ordre pc | |
| $\rho$ | Masse volumique | [$kg/m^3$] |
| $\rho_{MCP\text{-}absolue}$ | Masse volumique absolue des MCP | [$kg/m^3$] |

| | | |
|---|---|---|
| $\rho_{app}$ | Masse volumique apparente | [kg/m$^3$] |
| $\sigma_x$ | Ecart type de la variable x | |
| $\sigma_{ij}$ | Tenseur cartésien des contraintes | |
| $\Phi$ | Flux de chaleur | [W] |
| $\varphi_0$ | Puissance dissipée dans la résistance chauffante | [W] |
| $\varphi$ | Flux de chaleur | [W] |
| $\nabla T$ | Gradient de température | [K, °C] |

**Indices et exposants**

| | |
|---|---|
| b | Boîte de mortier |
| c | Ciment |
| ech | Echantillon |
| f | Fusion |
| MCP | Matériaux à Changement de Phase |
| l | Phases liquide |
| r | Référence |
| s | Phase solide |
| s | Sable |
| th | Thermocouple |
| w | Eau |

# Introduction

Les gaz à effet de serre (GES) sont naturellement présents dans l'atmosphère. Ces derniers sont indispensables pour maintenir une température moyenne de la planète aux alentours de 15 °C. Les GES doivent être limités mais les activités humaines entrainent une augmentation de leurs concentrations atmosphériques par le rejet excessif de gaz polluants ($CO_2$, $SO_4$, $NO_2$, etc.) suite à l'exploitation massive des combustibles fossiles [1]. Ainsi, le rayon infrarouge terrestre est piégé dans l'atmosphère provoquant son réchauffement et un dérèglement du climat. En effet, la température moyenne de la planète devrait s'accroître de 1,4 °C et pourrait même s'élever à 6,4°C environ au cours du siècle à venir [2, 3]. Cette hausse considérable est liée à la croissance industrielle et économique et dépend essentiellement des attitudes et des activités humaines et de la dégradation de la couverture végétale [4-5].

Ce changement climatique fait aussi accroitre le besoin de maintenir une température agréable dans un bâtiment. La climatisation est de plus en plus souvent installée pendant les périodes de surchauffe afin d'améliorer le confort thermique des habitants [6]. Toutefois, le recours à la climatisation provoque une hausse de la consommation de l'énergie et par conséquent une augmentation importante de la demande mondiale en énergie. En effet, le secteur de bâtiment consomme plus de 40 % de l'énergie finale dont 2/3 est utilisée pour produire de la chaleur et contribue pour près du quart aux émissions des GES [5]. Aujourd'hui, avec l'évolution des exigences relatives à la performance thermique du bâtiment et des nouvelles contraintes réglementaires de la RT 2012 visant la réduction de la consommation d'énergie et des émissions des gaz à effet de serre, une politique d'efficacité énergétique est mise en place pour répondre à ces objectifs [4, 7-9]. La diminution de la consommation d'énergie induit généralement un confort thermique acceptable et une baisse des émissions des GES. Par ailleurs, des gains économiques sont réalisés grâce à la réduction des dépenses d'électricité induits par le recours quasi-permanent aux systèmes énergivores [10-12]. La mise en place de cette politique a été accompagnée par une évolution à la fois culturelle, technologique et industrielle dans le domaine de la rénovation, de la conception et de l'isolation des bâtiments [9].

Pour répondre à ces objectifs, plusieurs solutions (isolations, parois vitrées, gestion de l'éclairage, pilotage des installations de chauffage/ventilation/climatisation, etc) d'efficacité énergétique ont été mises en place permettant de maintenir la température intérieure souhaitée [13-15]. Ces solutions utilisées n'apportent cependant pas à elles seules tout le confort souhaité aussi bien en hiver comme en été. Une des préoccupations majeures des professionnels du bâtiment sera alors d'offrir un confort thermique dans le bâtiment quelle que soit la saison [16, 17]. Certaines études, au cœur de l'innovation, se sont intéressées à la recherche de matériaux intelligents permettant de réguler les échanges thermiques dans les différents compartiments du bâtiment, de réduire, voire d'éviter parfois le recours aux systèmes de chauffage et de climatisation conventionnels. Connus sous le nom des MCP, les Matériaux à Changement de Phase constituent une solution de plus en plus attractive pour les constructeurs du bâtiment. En effet, ces matériaux ont la capacité de stocker et libérer l'énergie par chaleur latente au moment de leur changement de phase, permettant ainsi la réduction de la consommation énergétique et donc des émissions des gaz néfastes, l'amélioration du confort thermique et l'optimisation de l'épaisseur de la paroi [19-21]. Ces différents avantages s'inscrivent clairement dans la démarche de concrétisation opérationnelle du programme du Grenelle de l'environnement et du développement durable, plus généralement.

L'utilisation des MCP permet d'améliorer nettement la capacité de stockage de l'énergie au sein des bâtiments et vise en particulier à rendre l'énergie partie intégrante de la structure du bâtiment. Les parois en béton modifié avec des MCP constituent une solution pour améliorer le stockage thermique et pour minimiser le flux thermique qui passe au travers ces parois [22]. En effet, le béton est un matériau très utilisé dans le domaine du Génie Civil et notamment dans le secteur du bâtiment, néanmoins ce matériau reste inerte avec des performances thermiques intrinsèques limitées ne pouvant répondre que partiellement aux nouveaux défis et exigences de plus en plus restrictifs liés à la réglementation thermique. Par ailleurs, le recours aux constructions massives en béton dans le but d'augmenter son inertie thermique ne constitue pas une solution pertinente en raison de la diminution de la surface habitable d'une part et le surcoût imputé par cette technique d'autre part [23]. L'incorporation des MCP dans le béton, souvent sous forme encapsulés, permet de réduire l'épaisseur des parois de béton en lui conférant une chaleur latente outre sa chaleur sensible propre afin de renforcer sa capacité de stockage de chaleur et permettre de ce fait de doter la structure du

bâtiment d'une capacité d'autorégulation thermique à moindre coût au cours de l'année [23]. Pour ces raisons, le béton a été choisi comme matrice pour les inclusions MCP. De nombreuses études se sont focalisées sur les MCP et leur utilisation dans le secteur du bâtiment [24-26]. Cependant, plusieurs points d'ombre subsistent sur ce sujet et méritent d'être éclaircis. En effet, une grande dispersion des résultats a été constatée, ce qui ne permet pas de tirer des conclusions « universelles » et suffisamment pertinentes. Par ailleurs, les retours d'expériences sont rarissimes et nous n'avons pas à l'heure actuelle suffisamment de connaissances sur les étendues de la technologie des MCP dans le secteur du bâtiment ainsi que sur l'identification de son incidence multirisque qui reste encore du domaine de la recherche. Aussi, une source de dispersion pourrait être liée aux propriétés intrinsèques des MCP qui, contrairement à ce que l'on croit, ne sont pas parfaitement maîtrisées. A ce titre, il est nécessaire de souligner qu'à ce jour aucune norme spécifique aux MCP n'existe pour leur expérimentation mais aussi pour le dépouillement et l'exploitation des résultats d'essais. Des travaux de recherche antérieurs ont démontré l'incompatibilité des paramètres d'essais classiques avec les phénomènes multi-physiques induits par le changement de phase des MCP. En particulier, la technique de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) [27,28] souvent utilisée pour l'investigation des propriétés thermodynamiques des matériaux en fonction de différents scénarios de cycles thermiques doit être « revisitée » dans le cas des MCP. Par ailleurs, le problème de la détérioration des MCP encapsulés lors du processus de mise en œuvre du béton-MCP n'a pas été traité et il est donc nécessaire de comprendre l'impact du processus de fabrication sur la microstructure et les propriétés des MCP d'une part et du béton-MCP d'autre part.

Dans ce contexte, ce travail permet de pallier les difficultés liées aux limites de la compréhension du comportement de tels matériaux. Cette étude est menée dans le cadre d'une cotutelle entre l'université Tunis el Manar et l'université Paris-EST et est effectuée au sein du Laboratoire de Matériaux d'Optimisation de l'Energie pour la Durabilité, LAMOED de l'Ecole Nationale de l'Ingénieur de Tunis, ENIT et l'Institut de Recherche en Constructibilité IRC de l'Ecole Spéciale des Travaux Publics, ESTP en collaboration avec le laboratoire Navier (IFSTTAR, ENPC, CNRS). Cette recherche, dont la faisabilité avait été montrée lors d'un stage PFE en 2011-2012 (S. Drissi, IRC/LRMOED), est conduite en mettant en œuvre plusieurs approches multi-échelles :

- Une première approche à l'échelle « matériau » est dédiée aux MCP à proprement parler ; elle traite de la caractérisation de leurs propriétés thermo-physiques. Cette étude met en particulier en exergue la problématique des calages paramétriques et la difficulté de la transposition des méthodes d'essais classiques pour l'investigation expérimentale des MCP.

- Une deuxième approche à l'échelle « mésoscopique » du corps d'épreuve en béton-MCP conjugue à la fois une étude expérimentale et numérique pour la détermination de l'impact des hétérogénéités des constituants sur le comportement thermo-mécanique équivalent du béton modifié. A ce titre, les résultats issus de la première approche microscopique sont exploités et intégrés dans le cadre d'une modélisation multi-échelle d'identification prédictive du béton modifié. Par ailleurs, une étude probabiliste paramétrique est réalisée afin de prendre en compte les incertitudes liées la dispersion des propriétés thermiques du béton à changement de phase ainsi obtenues.

- Une troisième approche à l'échelle « macroscopique » de la paroi en béton-MCP a trait à l'étude des performances de la technologie des bétons-MCP à l'échelle macroscopique en considérant différents scénarios de sollicitations thermiques. A ce titre, une étude numérique par ANSYS est menée afin de résoudre le problème de transfert thermique à l'échelle de la paroi du béton-MCP.

Ainsi, dans un premier chapitre, une revue bibliographique traitant des Matériaux à Changement de Phase et leur utilisation dans le secteur du bâtiment, en particulier incorporés dans le béton est présentée.

Le deuxième chapitre est dédié à l'analyse des Matériaux à Changement de Phase, aux techniques de caractérisation de leurs propriétés thermiques, notamment, la technique de Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC). Les résultats obtenus ont permis de choisir les paramètres optimisés pour une meilleure caractérisation des propriétés des MCP.

Le troisième chapitre concerne la présentation des techniques expérimentales adaptées pour l'étude des propriétés mécanique et thermique des bétons incorporants des MCP et à l'exploitation des résultats obtenus notamment la résistance à la compression, la chaleur spécifique et la cinétique d'hydratation. Ces résultats permettront ensuite de souligner l'effet de l'incorporation des MCP dans le béton.

A l'issue des résultats expérimentaux, une approche de modélisation multi-échelle est proposée pour prédire la conductivité thermique des bétons-MCP. La prédiction de cette dernière nécessite la connaissance de la conductivité thermique des MCP et du béton de référence. Une étude stochastique et probabiliste paramétrique des incertitudes sur la réponse thermique en particulier la chaleur spécifique est présentée afin d'évaluer le niveau de confiance de l'impact des MCP sur les propriétés thermodynamiques des bétons-MCP. Ces résultats font l'objet du quatrième chapitre.

Le cinquième chapitre est dédié à l'étude numérique par la méthode des volumes finis (MVF) d'une paroi en béton à changement de phase. Le logiciel « Fluent » est utilisé afin de résoudre ce problème. L'objectif de ce chapitre est d'évaluer l'effet des MCP sur la réponse thermique de la paroi.

Une conclusion générale et des perspectives sont présentées à la fin de ce mémoire.

# Chapitre 1 : Les Matériaux à Changement de Phase (MCP) et leur utilisation dans le secteur du bâtiment


1.1. Contexte réglementaire ..... 7

1.1.1. L'efficacité énergétique dans les bâtiments ..... 9

1.1.2. Le stockage par chaleur sensible et par chaleur latente ..... 11

1.2. Les Matériaux à Changement de Phase (MCP) ..... 17

1.2.1. Description ..... 17

1.2.2. Procédés d'encapsulation ..... 19

1.2.3. Les MCP organiques à base de paraffine ..... 23

1.2.4. Les domaines d'application ..... 28

1.2.5. Exemple des MCP commerciaux ..... 31

1.3. Les MCP dans les matériaux de construction : Etat de l'art ..... 33

1.3.1. Quelques réalisations et retour d'expériences ..... 33

1.3.2. Problématiques et verrous scientifiques ..... 45

1.3.3. Bilan et axes de recherche ..... 49

1.4. Conclusions ..... 51

## 1.1. Contexte

La recherche d'une alternative à la crise environnementale s'impose comme une nécessité pour lutter contre les problèmes environnementaux et préserver les ressources naturelles. En effet, le développement durable et la mise en place de véritables politiques constituent un axe majeur pour tenter de limiter l'impact de cette crise à moyen et à long terme. Il s'agit de remplacer l'utilisation des énergies émettrices de $CO_2$ par des énergies renouvelables non-polluantes. Comparées aux autres sources d'énergie, ces sources sont disponibles en quantité illimitée [1].

La question de l'efficacité énergétique est au cœur des préoccupations des politiques énergétiques de nombreux pays. Beaucoup d'importance a été attachée à l'efficacité énergétique dans les bâtiments. En effet, en France le secteur du bâtiment est responsable d'environ 45 % de l'énergie finale consommée et 23 % des émissions de $CO_2$ [29]. Face à ce problème, de nouvelles réglementations politiques ont été mises en œuvre afin d'améliorer les performances thermiques des systèmes « bâtiments » tout en assurant une meilleure gestion et rationalisation de la consommation d'énergie dans ce secteur. Il est nécessaire que ces réglementations, qui évoluent avec des objectifs liés à la réduction de la consommation énergétique, soient adaptées aux conditions spécifiques de chaque pays [1]. Dans ce sens, des efforts significatifs pour de nombreux pays développés et en voie de développement ont été déployés. La France, par exemple, est l'un des acteurs les plus importants qui s'est engagé depuis les années 1974 pour améliorer l'efficacité énergétique en France et dans le monde entier en favorisant l'accès aux énergies renouvelables. En effet, l'état français a mis en place des normes, des labels et des textes réglementaires tout comme les différentes réglementations thermiques qui répondent aux enjeux du Grenelle de l'environnement qui ont été définis en France. Ces dernières ont pour but de trouver un bon compromis entre les besoins et la production en matière d'énergie et visent à promouvoir et la recherche et l'innovation dans ce domaine en quête de solutions intelligentes et prometteuses pouvant contribuer à l'indépendance énergétique nationale [6, 7]. Ces réglementations sont adaptées à tout type de bâtiment et s'appliquent sur la construction des bâtiments neufs et à la rénovation des bâtiments existants afin de développer des bâtiments à énergie positive qui produisent davantage d'énergie que le bâtiment en consomme et qui nécessitent peu d'énergie grise pour

leur construction, leur entretien et leur démolition [7, 8]. Les objectifs fixés pour un bâtiment sont présentés dans la figure 1.1.

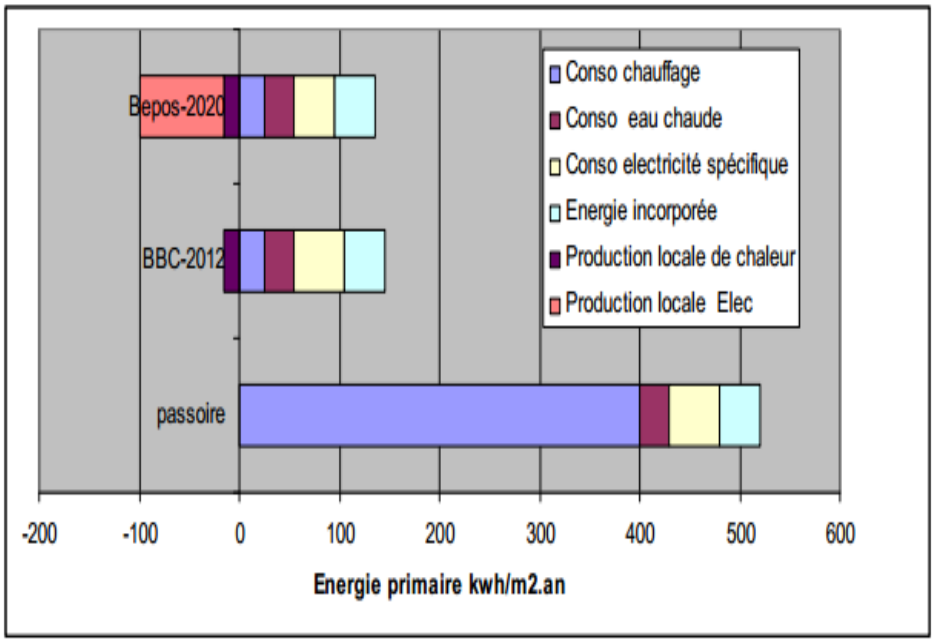



**Figure 1. 1 :** *Bilan énergétique de secteur de bâtiment, Bepos : bâtiment à énergie positive, BBC : bâtiment basse consommation (groupe d'étude des marchés, 2013 [10]).*

L'efficacité énergétique est également considérée comme l'une des principales stratégies énergétiques de la Tunisie depuis 1980. Des réformes politiques ont été mises en place afin d'améliorer l'approvisionnement énergétique du pays et contribuer à réduire les émissions des GES. Ces actions se sont manifestées par la création d'institutions telle que l'Agence Nationale pour la Maîtrise de l'Energie (ANME) qui veillent d'une part à étudier, élaborer et mettre en œuvre des solutions et des programmes d'efficacité énergétique et d'autre part à mettre en place des actions de sensibilisation et de prise de conscience des enjeux de l'efficacité énergétique et des lois de la maitrise de l'énergie. Par ailleurs, des subventions du gouvernement tunisien sont souvent accordées aux chercheurs dans ce domaine afin d'investir d'une manière concrète et opérationnelle dans les projets de l'efficacité énergétique [1].

Il est parfois difficile d'améliorer l'efficacité énergétique dans le bâtiment. En effet, l'utilisation de matériaux de constructions traditionnels s'avère parfois insuffisante pour permettre d'émerger d'une façon autonome vers les bâtiments du futur que l'on veut moins gourmands en énergie et plus respectueux de l'homme et de son environnement. Il s'agit

désormais de chercher à adopter de nouveaux matériaux et systèmes constructifs permettant de réduire significativement la consommation énergétique des bâtiments. Plusieurs pistes ont été explorées comme l'utilisation de matériaux intelligents pour l'enveloppe légère des bâtiments. Ces matériaux sont capables de stocker de l'énergie par chaleur latente, puis de la diffuser en changeant de phase. Par ailleurs, les Matériaux à Changement de Phase permettent d'augmenter l'inertie thermique de la structure du bâtiment tout en améliorant le confort thermique des usagers [6].

### 1.1.1. L'efficacité énergétique dans les bâtiments

D'ici 2050, la demande mondiale de l'énergie devrait doubler. Dans un même temps et afin de conserver l'environnement et lutter contre le réchauffement de la planète, il faut réduire de moitié les émissions de GES. Ainsi, l'efficacité énergétique est un critère clé dans la démarche globale de développement durable pour mieux maîtriser et rationaliser les besoins en matière d'énergie et pour satisfaire aux objectifs fixés. L'objectif de tout concept d'efficacité énergétique est la mise en place de solutions d'efficacité énergétique permettant de consommer moins et mieux tout en garantissant un bon niveau de confort thermique [11]. C'est pourquoi, il est nécessaire de sensibiliser les utilisateurs à leur consommation énergétique et de les impliquer activement dans la démarche de concrétisation de l'efficacité énergétique, en les incitant à revoir leurs pratiques et habitudes et à s'investir sans crainte dans l'utilisation des énergies renouvelables et des produits performants.

L'efficacité énergétique globale des bâtiments peut se faire à deux niveaux : « active » et "passive". En effet, l'efficacité énergétique dite « active » touche à la régulation, la gestion et la supervision de l'énergie et la gestion technique du bâtiment. A contrario, l'efficacité énergétique dite « passive » vise à diminuer les besoins énergétiques à travers l'amélioration de l'isolation de l'enveloppe de bâtiment et sa perméabilité à l'air, la ventilation et les équipements de chauffage [11].

La gestion de l'énergie « active » dans un bâtiment est indispensable pour réduire la consommation énergétique d'un bâtiment à travers l'utilisation d'équipements ayant un meilleur rendement énergétique, l'intégration des énergies renouvelables qui permettent d'apporter les besoins d'un bâtiment en énergie, le suivi et l'affichage de la consommation énergétique au sein du bâtiment dans le temps [11, 12].

Il existe plusieurs techniques de gestion énergétique « passive » dans le bâtiment telles que la protection solaire et thermique des bâtiments, la technique de régulation thermique, la technique de dissipation de chaleur et la technique de récupération de chaleur. L'enveloppe d'un bâtiment stocke généralement une grande quantité d'énergie sous forme de chaleur. Sa capacité de stockage dépend des propriétés des matériaux constituants de cette enveloppe. Un bon choix de matériaux de construction permettra d'améliorer l'inertie thermique d'une paroi. Par ailleurs, l'un des facteurs permettant de réduire la consommation énergétique dans un bâtiment est l'utilisation de la lumière naturelle. L'orientation de ces façades ainsi que le confort thermique des occupants [11] ont une influence non-négligeable sur l'éclairage naturel. Cependant, il faut toujours l'optimiser. En effet, plus l'apport solaire est important, plus les besoins thermiques pour le chauffage et le risque d'un échauffement excessif l'été sont réduits plus il faut donc veiller à limiter ces apports solaires l'été. Ces défauts peuvent être compensés par l'isolation thermique hivernale et estivale.

L'isolation thermique hivernale permet de réduire les déperditions thermiques et par conséquent améliorer les apports thermiques dans la pièce. Cela est assuré par le recours à une forme bien compacte des bâtiments, la construction à plusieurs niveaux et l'utilisation d'isolants thermiques ayant une faible conductivité thermique tels que la mousse rigide de polystyrène, le chanvre, la laine de mouton, la laine de verre, la fibre de bois, le polystyrène expansé, etc. Par ailleurs, l'isolation thermique estivale permet d'éviter l'échauffement excessif des locaux. La température des locaux dépend essentiellement de l'orientation des façades, des dimensions des surfaces vitrées, du type de vitrage et de la protection solaire. Une conception et un choix judicieux de ces paramètres contribuent à la réduction de l'énergie consommée afin de maintenir un niveau de température acceptable dans les locaux. En effet, le recours à des vitrages à isolation renforcée, dont la surface vitrée ne dépasse pas 30 % de la surface de la façade, permet d'améliorer significativement l'isolation estivale [12]. L'utilisation des isolants dans une construction est primordiale afin de maintenir un bon niveau confort thermique des occupants quelle que soit la saison. Cependant, leur utilisation abusive provoque parfois la sensation d'inconfort thermique. Les défauts des isolations ainsi que l'inertie thermique du bâtiment peuvent être corrigés par l'utilisation de nouveaux matériaux tels que les matériaux à changement de phase assurant un bon niveau de confort thermique l'hiver comme l'été [11, 12].

### 1.1.2. Le stockage par chaleur sensible et par chaleur latente

L'énergie doit être stockée pour qu'elle puisse être disponible à tout moment. Les matériaux sont capables d'accumuler de l'énergie et de la restituer plus tard [13, 14].

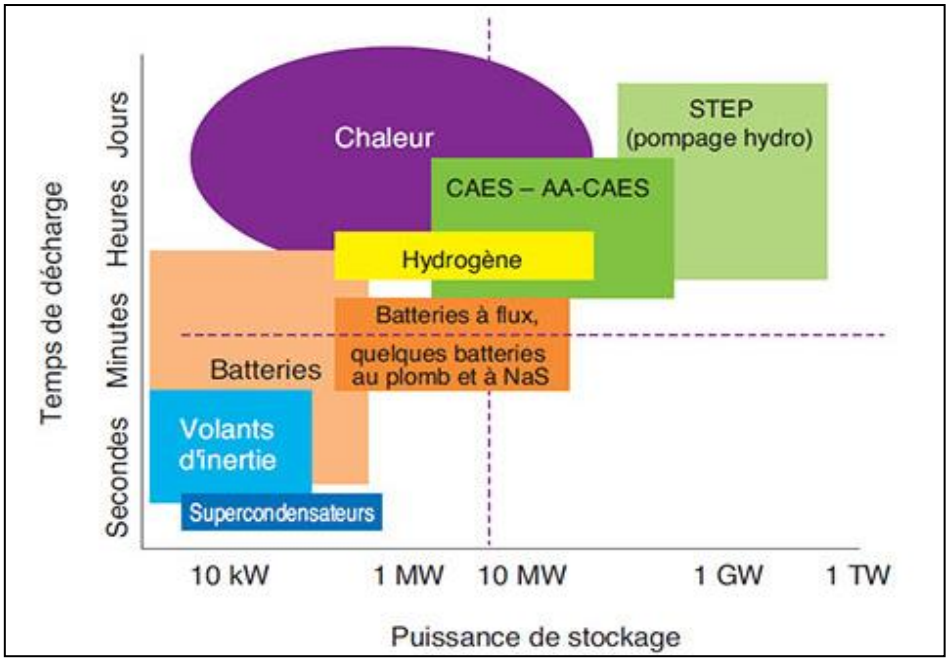



**Figure 1. 2 :** *Les différents systèmes de stockage de l'énergie (Ponsot Jacquin. C, 2013 [15]).*

Les différents systèmes adaptés au stockage (figure 1.2) devront stocker le surplus d'énergie (phase de charge) et la produire au bon moment (phase de décharge). Le stockage de l'énergie peut se faire par une simple variation de température (stockage à chaleur sensible), par un changement de phase (stockage à chaleur latente), par une transformation physique (adsorption) ou une réaction chimique (stockage thermochimique) [13-15]. C'est le type de transformation de matériaux qui désigne le mode de stockage de l'énergie. A noter que ces systèmes doivent aussi répondre à des problèmes de non-toxicité et d'excellente tenue dans le temps [16, 17].

Le chauffage et la climatisation représentent près de 50 % de la consommation énergétique en Europe. Les sources de chaleur proviennent essentiellement du soleil et de la chaleur produite par certaines industries. L'énergie thermique peut être stockée suite à l'élévation de température qui modifie l'énergie interne du matériau. Les techniques de stockage de l'énergie thermique sont illustrées sur la figure 1.3. Les deux voies principales de

stockage thermique sont le stockage par la chaleur sensible et le stockage par chaleur latente. La sélection est fonction de la durée de stockage et de la température désirée. L'inertie thermique et la capacité à supporter de très hautes températures présentent des facteurs indispensables pour les matériaux de stockage de l'énergie [13, 14].

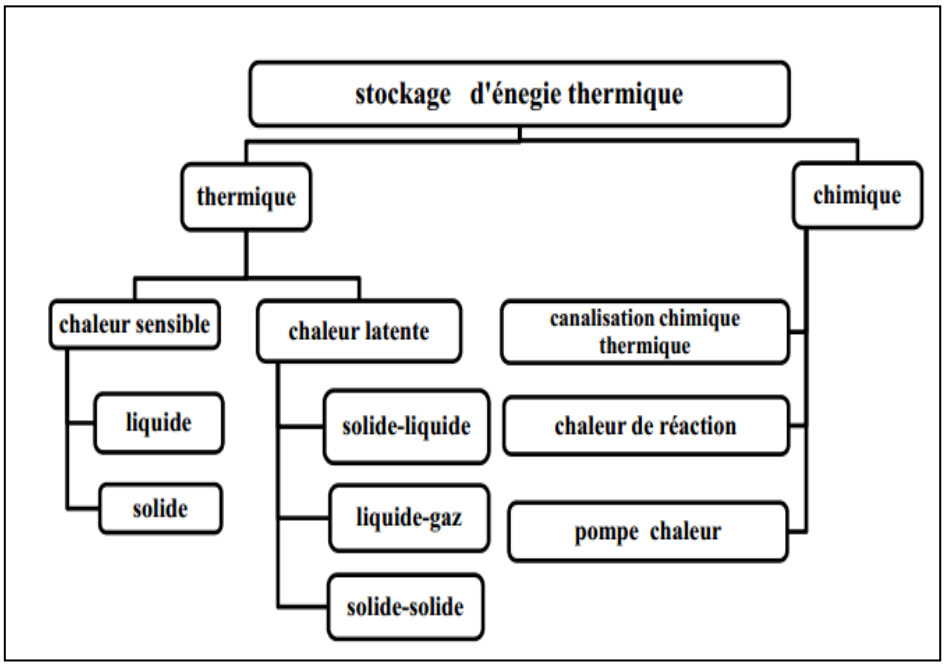



**Figure 1. 3 :** *Les différentes techniques de stockage de l'énergie thermique (Akrouche, A. 2011, [18]).*

- **Le stockage par chaleur sensible**

Ce mode de stockage est le moyen le plus ancien utilisé pour emmagasiner de l'énergie sur des durées plus au moins longues par l'utilisation d'une source de chaleur pour élever la température d'un matériau sans changement d'état. Les propriétés thermo-physiques à savoir la conductivité thermique (λ), la chaleur spécifique ($C_p$) et la masse volumique (ρ) de quelques matériaux sont données dans le tableau 1.1.

L'énergie massique $E_{m,sens}$ stockée est généralement faible à cause de la faible densité de stockage ce qui implique des volumes de stockage importants. Cette énergie s'exprime en fonction de la capacité thermique des matériaux ($C_p$) et s'écrit de la manière suivante pour une variation de température $T_2 - T_1$ [13, 14] :

$$E_{m,sens} = C_p(T_2 - T_1) \qquad (1.\ 1)$$

**Tableau 1.1.** *Propriétés thermo-physiques de quelques matériaux utilisés pour le stockage de l'énergie par chaleur sensible (Laghzaoui. A, 2010 [16])*

| | λ (W/m.K) | $C_p$ (350 °C) (J/kg.K) | ρ (kg/m$^3$) |
|---|---|---|---|
| **Eau liquide (0 °C<T<100 °C)** | 0,6 | 4186 | 1000 |
| **Eau vapeur (T = 300 °C)** | 0,04 | 2,026 | 0,3652 |
| **Granite** | 2,79 | 775 | 2630 |
| **Céramique réfractaire (programme WESPE, T<400 °C)** | 1,35 | 866 | 3500 |
| **Béton haute température (programme WESPE, T<400 °C)** | 1 | 916 | 2750 |
| **Béton haute température (programme WANDA, T<400 °C)** | 1,3 | 1100 | 2250 |

L'utilisation la plus courante de la chaleur sensible est le stockage thermique saisonnier par des systèmes à grande échelle tels que le stockage souterrain d'eau chaude, le stockage souterrain en aquifère, le stockage souterrain 'gravier/eau' et le stockage souterrain en puits [14]. Les différents types de stockage sont illustrés sur la figure 1.4 :

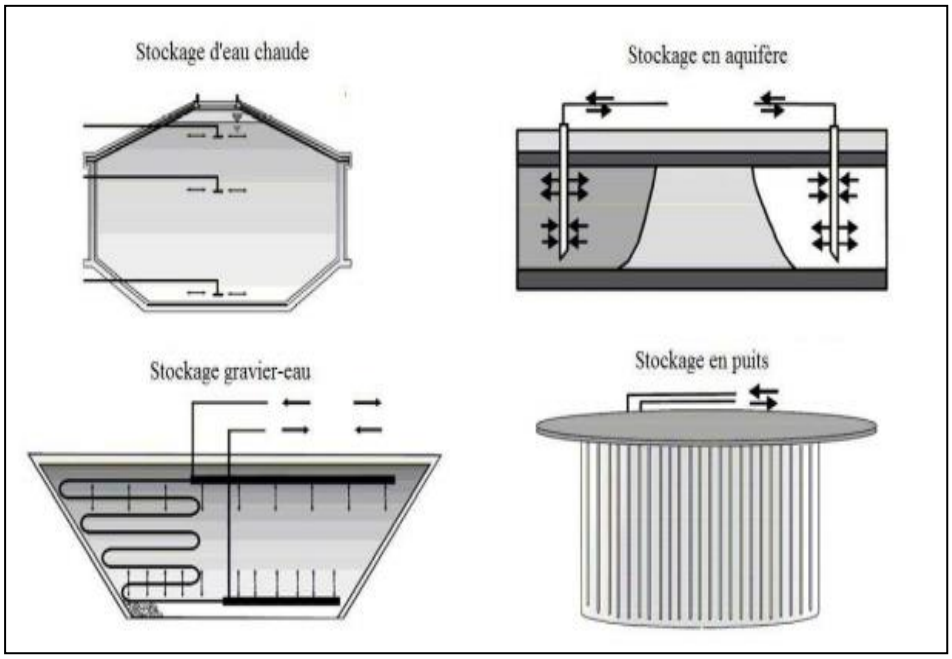



**Figure 1. 4 :** *Différents types de stockage souterrain par chaleur sensible (Hongois. S, 2011 [14]).*

Plusieurs projets basés sur des systèmes de stockage par chaleur sensible existent déjà. Certains projets considèrent un stockage en aquifère naturel (ATES : Aquifer Thermal Energy Storage) comme celui du siège du parlement Allemand à Berlin (figure 1.5, a). Ce projet couvre 12 % des besoins annuels en chaleur et 60 % des besoins annuels en froid. D'autres projets sont basés sur un stockage dans des roches ou en souterrain (UTES ou BTES : Underground ou Borehole Thermal Energy Storage) comme par exemple le Drake Landing Solar Community (DLSC) dans l'Alberta (figure 1.5, b) qui fournit de la chaleur en hiver pour un quartier de plus de 50 maisons [14, 15].

(a) (b)

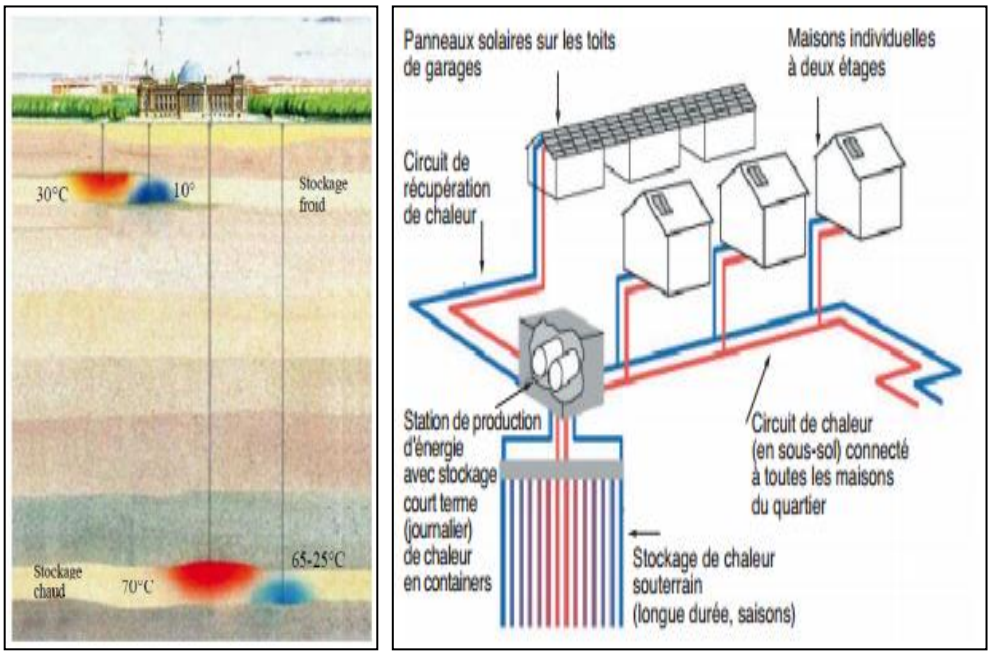



**Figure 1. 5 :** *Différents projets utilisant le stockage par chaleur sensible [14, 15].*

L'énergie stockée par chaleur sensible est soumise parfois à des pertes thermiques importantes du fait de la mauvaise implantation, de l'isolation ainsi que de la longue durée des systèmes de stockage. Ce mode de stockage nécessite aussi des systèmes très volumineux. Il est donc nécessaire de bien choisir le système et sa dimension afin d'accroître leurs performances [16-18].

- **Le stockage par chaleur latente**

Ce mode de stockage permet de stocker l'énergie par chaleur latente à une température constante qui correspond à la température de changement de phase ou changement d'état

physique. Le changement d'état à température constante permet essentiellement de réguler la température dans les applications de chauffage ou de climatisation des bâtiments. L'énergie massique stockée s'écrit de la manière suivante [14] :

$$E_{m,lat} = \Delta H_{latente} = \int C_p \, dT \qquad (1.\ 2)$$

Où $\Delta H_{latente}$ est l'enthalpie massique de transformation ou de changement d'état.

Le matériau peut exister généralement sous différentes formes : solide, liquide ou gaz. En faisant varier la température et/ou la pression du milieu, le matériau peut passer d'un état à un autre. Les différents changements d'état sont : la fusion, la vaporisation et la sublimation. La transition la plus fréquemment utilisée est le changement de phase solide-liquide dont la variation volumique est faible. Cette dernière permet de stocker une grande énergie sous forme de chaleur latente avec des variations faibles de température. Un matériau à changement de phase stocke en premier lieu l'énergie sous forme de chaleur sensible et lorsque la température extérieure atteint sa température de changement de phase, le matériau change d'état provoquant une rupture des liaisons entre les chaînes moléculaires constituant le matériau. La figure 1.6 décrit la relation entre l'élévation de la température et l'enthalpie d'un matériau au cours et en dehors d'un changement de phase [16].

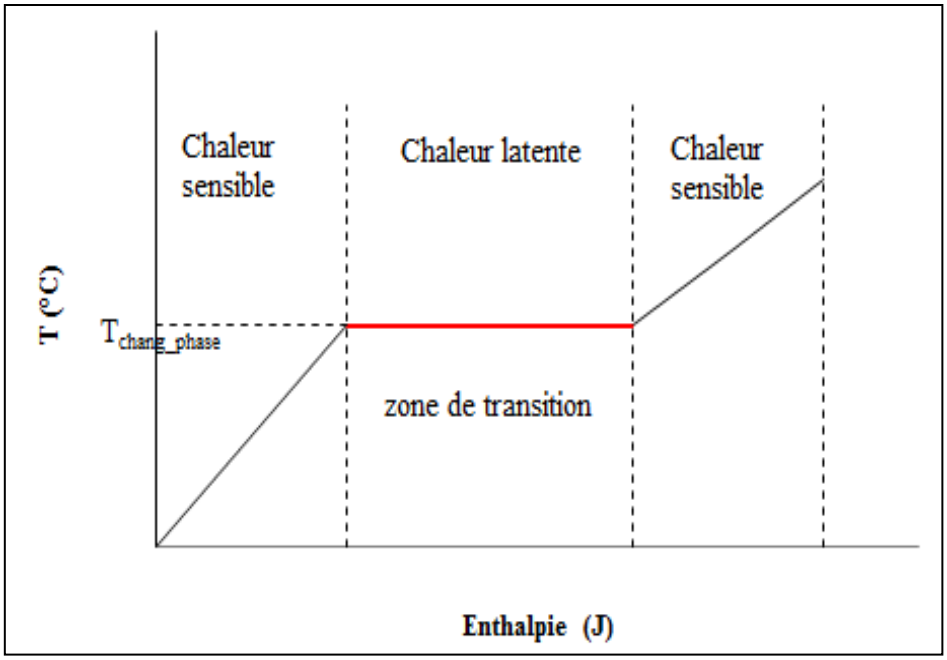



**Figure 1. 6 :** *Relation Température/Enthalpie (Laghzaoui. A, 2010 [16]).*

Le changement d'état d'un matériau pur se fait à température constante et l'énergie sera stockée par chaleur latente jusqu'à la transformation complète d'un état à un autre. Généralement, le matériau continue à recevoir de l'énergie au cours du temps, ce surplus d'énergie sera alors stocké sous forme de chaleur sensible [16]. La possibilité d'introduire ce mode de stockage est un verrou fondamental dans la problématique du chauffage et de la climatisation des bâtiments. En effet, le recours à ce type de stockage dans le bâtiment permet de maintenir une température quasi-constante à l'intérieur d'une pièce et en cas de besoin l'énergie stockée sera libérée [14].

Il existe trois familles de Matériaux à Changement de Phase (MCP). L'eau est ainsi le plus connue des accumulateurs thermiques à chaleur latente [18]. Aujourd'hui, l'enjeu actuel dans le secteur du bâtiment est d'assurer un bon niveau de confort thermique en optimisant les montées et les chutes de température à l'intérieur d'une pièce grâce à l'augmentation de l'inertie thermique dans les bâtiments à structure légère. Un des moyens proposés est l'utilisation de matériaux capables de stocker et de libérer une grande quantité de chaleur dans des gammes de température ambiante. Ces matériaux de plus en plus utilisés dans les bâtiments sont connus sous le nom du ‘’Matériaux à Changement de Phase’’. Ils sont capables de stocker et de libérer une grande quantité de chaleur grâce à leur chaleur latente. Ces matériaux intelligents trouvent leurs applications dans plusieurs domaines en particulier le bâtiment [18]. Dans la suite, nous présentons plus en détail la technologie des MCP ainsi que ses différentes applications notamment dans le secteur du bâtiment.

## 1.2. Les Matériaux à Changement de Phase (MCP)

Depuis des décennies, des études ont été menées afin de chercher des nouvelles techniques permettant de réduire de façon considérable les émissions de $CO_2$. Parmi les solutions proposées, la réduction de la consommation énergétique dans le secteur des bâtiments s'est avérée être l'une des clés prometteuses pour répondre à ces objectifs. Aujourd'hui, le stockage de l'énergie par chaleur latente présente des avantages certains pour les constructions modernes à basse consommation d'énergie. Ces constructions ont la capacité de réduire les consommations de chauffage en hiver grâce à leur faible inertie. Cependant, ces bâtiments se heurtent souvent à des problèmes de surchauffe en été dégradant ainsi les conditions de confort thermique des usagers. A cet égard, les MCP se sont affirmés comme de bons candidats pour la conception et la rénovation des bâtiments permettant ainsi d'améliorer le confort thermique d'été et de réduire la consommation d'énergie. Beaucoup d'études ont été menées sur les MCP pour l'identification de leurs caractéristiques thermo-physiques et leur effet quand ils sont incorporés dans une paroi.

### 1.2.1. Description

Les matériaux souvent utilisés pour le stockage par chaleur latente sont appelés Matériaux à Changement de Phase (MCP). Ces matériaux sont capables de changer d'état physique (figure 1.7) sur une large plage de température et leur réactivité repose sur un principe physique simple [13, 19] : Lorsque la température environnante est égale à la température de fusion des MCP, ces derniers changent de phase en se liquéfiant et absorbent l'énergie par chaleur latente. Lorsque la température environnante chute, les MCP se cristallisent en restituant l'énergie qu'ils ont stockée.

Les MCP sont classés en trois grandes familles selon leur nature chimique comme le montre la figure 1.7 ; à savoir les MCP organiques (paraffines, corps non-paraffiniques, polyalcools), inorganiques (hydrates salins, sels, métaux, alliages) et eutectiques (corps inorganiques et/ou organiques) [18].

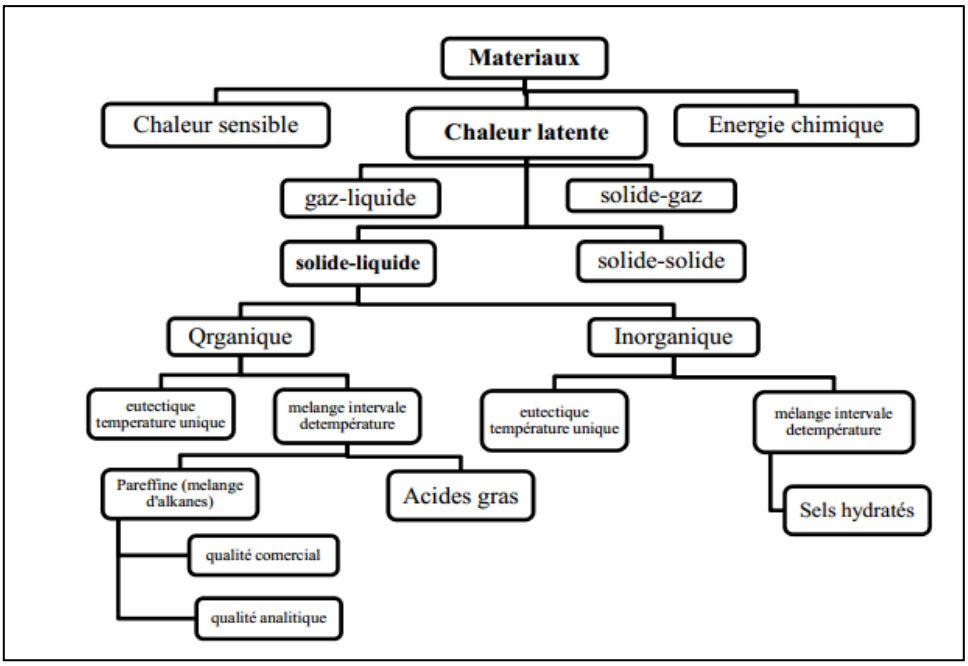



**Figure 1. 7 :** *Différents types des MCP (Akrouche. A, 2011 [18]).*

Une description détaillée des avantages et des inconvénients des différents types des MCP est donnée dans les travaux de [21]. La présente thèse s'intéresse particulièrement aux MCP organiques adaptés à la problématique des bâtiments. Ces matériaux sont chimiquement stables, simples à mettre en œuvre et contribuent à un renforcement thermique de la structure grâce à leur forte chaleur latente qu'ils échangent au moment de changement de phase. De plus, ces matériaux présentent des températures de fusion dans la gamme de température du confort thermique des bâtiments et une faible variation de volume [13]. Les MCP réduisent également la consommation de chauffage l'hiver et les besoins en climatisation en été en stockant le surplus de chaleur et en restituant la chaleur emmagasinée. Cependant, les MCP présentent aussi quelques inconvénients à savoir : la surchauffe, la perte d'eau d'hydratation, la corrosion (compatibilité avec les matériaux de construction), l'inflammabilité, etc.

Il existe deux phénomènes majeurs qui rendent très difficile l'utilisation de ces composés pour un stockage de l'énergie par chaleur latente. En effet, dans certaines conditions, un retard de la cristallisation au cours de refroidissement en phase liquide peut se produire. Ce phénomène de surfusion va entraîner une température de solidification inférieure à la température de fusion et par conséquent un flux restitué inférieure au flux absorbé. La surfusion dépend de plusieurs paramètres tels que le volume, la vitesse de refroidissement, le nombre et la nature de cycles thermiques, la pression. D'autre part, pour les matériaux à

fusion non-congruente, un phénomène de ségrégation de phase peut se déclencher. Le recours à des additifs est alors nécessaire pour remédier à ces problèmes et pour assurer le bon fonctionnement de ces produits [13].

Le choix d'un MCP dépend essentiellement de l'application visée et des besoins de l'utilisateur. Il faut ainsi définir les critères qui permettent de faciliter le choix d'un MCP pour une application donnée [13]. La température de transformation ainsi que la plage de fusion restent des critères importants dans le choix du type des MCP à utiliser. Leur plage de fusion peut être déterminée en fonction de l'application souhaitée (bâtiment, nucléaire, transport, alimentaire, textile, etc.). D'autre part, ces matériaux doivent présenter une grande chaleur latente de fusion. D'autres critères sont aussi à considérer tels que :

- Les propriétés thermiques : une grande conductivité thermique facilite et accélère les cycles de charge et décharge. Ces cycles risquent d'impacter la structure et le mode de fonctionnement de ces matériaux, c'est pourquoi les MCP doivent maintenir les mêmes propriétés thermophysiques au cours de ces cycles thermiques [13, 35].

- Les propriétés physico-chimiques : afin d'avoir une capacité de stockage plus importante, les MCP doivent présenter une masse volumique élevée. Par ailleurs, ces matériaux doivent être stables chimiquement dans le temps et avec la température, non-toxiques et ininflammables. Afin d'éviter toute réaction chimique qui peut se produire entre les MCP et les constituants d'une paroi, il faut veiller à ce que les MCP soient compatibles avec les autres matériaux [13, 35].

Plusieurs études ont été dédiées à la présentation des types de MCP et à l'étude de leurs caractéristiques et leurs domaines d'applications. Le lecteur peut alors consulter à titre d'exemple les travaux de Zalba et al [20], Pasupathy et al [21] pour d'amples informations.

### 1.2.2. Procédés d'encapsulation

L'encapsulation est une technique largement utilisée dans de nombreux domaines industriels et scientifiques. Dans la plupart des cas, les MCP doivent être encapsulés. En effet, ce procédé permet d'éviter la fuite de la matière encapsulée au moment de changement de phase, d'améliorer les échanges thermiques avec le milieu environnant, de limiter le contact

entre la matière active encapsulée et la matrice englobante, de protéger les MCP de leur milieu environnant et de faciliter l'incorporation de ces produits dans des matériaux comme le béton [40]. Ainsi, le conteneur de conditionnement doit être compatible avec les MCP en lui assurant une bonne étanchéité et une stabilité lors du changement de phase [18, 31]. Par ailleurs, ce dernier doit résister à la dilatation et aux variations de volume de la cire de paraffine entre deux phases solide et liquide qui peut être supérieure à 10 % [42]. Il existe deux procédés d'encapsulation des MCP : la macro-encapsulation et la micro-encapsulation [18].

- **La macro-encapsulation**

Cette technique consiste à conditionner les MCP dans des conteneurs dont le volume varie de 1 ml à plusieurs litres. Ces conteneurs sont généralement des nodules, des sacs plastiques ou des briques plastiques. La figure 1.8 présente quelques exemples des MCP macro-encapsulés [18, 31].

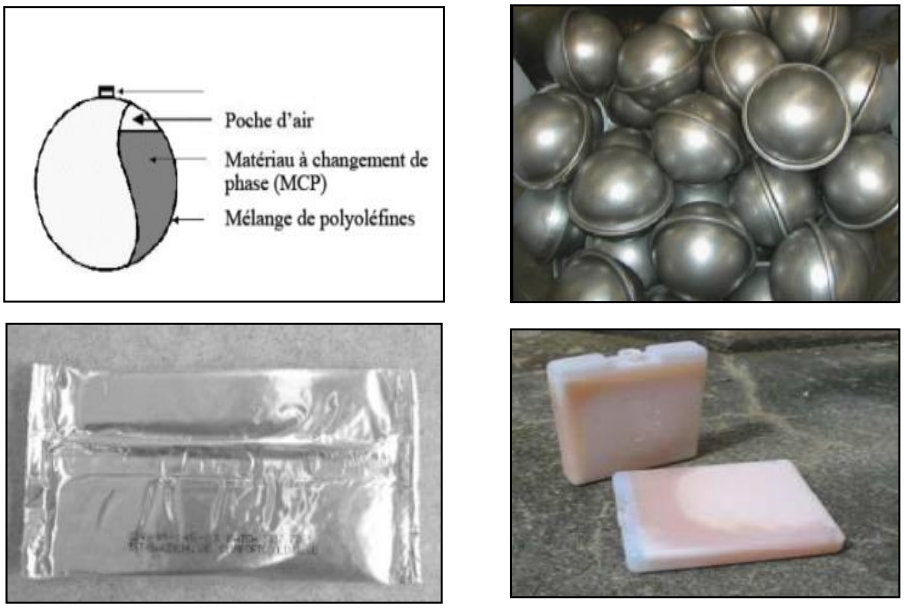



**Figure 1. 8 :** *Exemple des MCP macro-encapsulés : conditionnement en nodule, en balle inoxydable, en sac plastique et en briquettes plastiques [18, 31].*

- **La micro-encapsulation**

C'est une technique simple et efficace permettant d'encapsuler la matière active dans un matériau enrobant [38]. La taille des particules micro-encapsulées varie entre 1 µm et 1

mm. Les microparticules ainsi formées contiennent généralement entre 1 et 90 % en masse de la matière active.



**Figure 1. 9 :** *Exemple des MCP micro-encapsulés : à l'état poudre et à l'état liquide (BASF [41]).*

Cette matière active doit être encapsulée par un polymère étanche afin d'éviter sa fuite pendant la liquéfaction. Des polymères d'origine naturelle, hémisynthétique ou synthétique ont été utilisés dans l'industrie de micro encapsulation. La figure 1.9 présente quelques exemples des MCP micro-encapsulés. Actuellement, seuls les MCP hydrophobes sont micro-encapsulés [43].

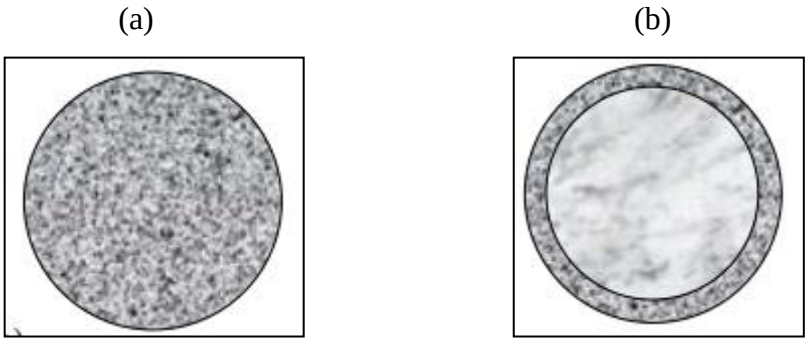



**Figure 1. 10 :** *Structure de microparticules : (a) Microsphère (b) microcapsule (Legrand. P, 2007 [30]).*

La taille des microparticules variant généralement entre 1 et 1000 µm suit une distribution granulométrique gaussienne assez large qui varie en fonction du procédé de fabrication [30]. La distribution granulométrique et la morphologie de ces derniers peuvent être déterminées respectivement par la granulométrie à variation de résistance électrique ou diffraction laser et la microscopie optique ou électronique. Il existe deux types de structure de microparticules comme illustré sur la figure 1.10 [30].

La microsphère est constituée par une substance active dispersée dans une matrice continue de polymère ou de lipide alors que la microcapsule est un réservoir formé par un noyau qui contient la substance active sous forme liquide, solide ou gazeuse entouré par une paroi de matériau enrobant [30]. La microcapsule présente des morphologies différentes comme le montre la figure 1.11. La morphologie dépend essentiellement des propriétés physicochimiques de la substance active, la composition de la paroi externe et la technique d'encapsulation [31].

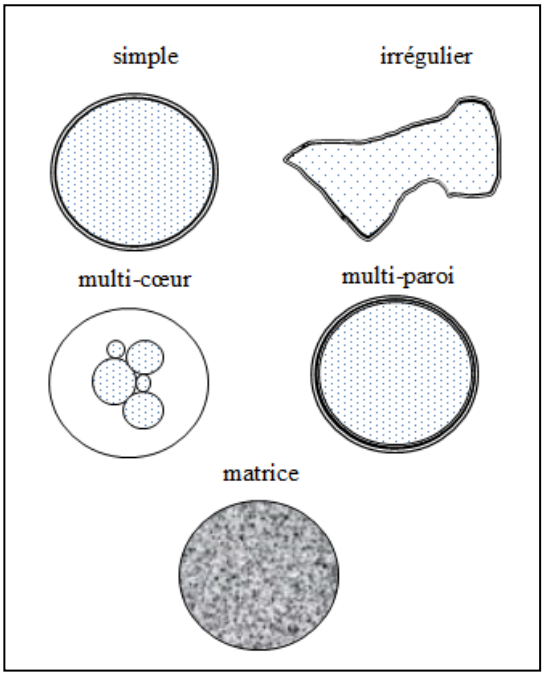



**Figure 1. 11 :** *Les différentes morphologies des Microcapsules (Gharssallaoui. A, 2007 [31]).*

Les différentes techniques de micro encapsulation sont largement étudiées et décrites dans la littérature [32-38]. Les méthodes couramment utilisées par les industries et les

chercheurs sont illustrées dans l'annexe 1. Deux techniques de micro encapsulation sont décrites ici en détail :

- La polymérisation interfaciale qui se produit suite à une réaction chimique entre deux réactifs à l'interface de la phase dispersée d'origine organique ou aqueuse. La phase dispersée contient le matériau à disperser et un monomère. Après l'émulsion, cette phase est diluée afin d'apporter le deuxième monomère en phase continue. La taille de gouttelette de l'émulsion formée permet de contrôler la taille moyenne des microcapsules [38].
- Le procédé de Nébulisation-séchage connu sous le nom de séchage par pulvérisation (spray-drying) qui constitue une technique utilisée depuis des décennies pour encapsuler plusieurs produits notamment les MCP. C'est la méthode la plus courante, la plus simple et la plus économique [38]. Cette technique est utilisée par BASF l'un des fabricants des MCP. Son principe est basé sur la nébulisation d'une formulation liquide (solution, suspension ou émulsion) formée par le polymère et le matériau actif. Un aérosol est formé suite à une nébulisation par une buse d'atomisation pneumatique, ultrasonore ou rotative. Au cours de ce processus, les microparticules (microcapsules ou microsphères) solides se forment après l'évaporation rapide de l'aérosol dans une chambre de dessiccation qui émet un flux d'air chaud ou d'azote. La taille des particules ainsi formées est généralement de l'ordre de 10 μm. Il a été constaté une perte significative du produit de départ suite à l'adhésion des particules sur les parois de l'appareil utilisé ou à leur agglomération [30].

Bien que l'encapsulation a amélioré significativement les propriétés thermophysiques des MCP, certains inconvénients ont été cités dans la littérature et vont être présentés dans le paragraphe 1.3.2. Par ailleurs, la rigidité de la paroi encapsulant le matériau actif empêche les transferts de chaleur par convection ce qui diminue la vitesse de transfert thermique.

### 1.2.3. Les MCP organiques à base de paraffine

Dans ce travail, nous nous intéresserons uniquement au cas des MCP organiques à base de paraffine pour les nombreux avantages qu'ils présentent. En effet, les paraffines sont

des matériaux chimiquement stables. Cela leur permet d'être classés parmi les matériaux les plus utilisés par les professionnels de bâtiment.

Ce type de MCP est formé par une cire paraffinique qui présente une faible conductivité thermique variant entre 0,15 et 0,18 W/m.K. Cette faible conductivité thermique pénalise la cinétique de charge/décharge de l'énergie thermique. Le tableau 1.2 illustre les propriétés thermophysiques de quelques cires paraffiniques utilisées comme des MCP. Une grande surface d'échange ainsi qu'un conditionnement adapté est nécessaire pour améliorer les échanges thermiques du système d'une part et éviter la fuite de la cire pendant sa fusion d'autre part [18, 39]. Par ailleurs, de par son rôle de contenant, la surface d'échange assure un meilleur contrôle du changement de volume des MCP lors de leur fusion ainsi qu'une bonne stabilité dimensionnelle. La microencapsulation de ces matériaux est l'un de moyen proposé pour résoudre ce problème.

**Tableau 1.2.** *Propriétés thermophysiques de quelques cires paraffiniques (Akrouche. A, 2007 [18])*

| | **Paraffines** | | | |
|---|---|---|---|---|
| | **Tétradécane** | **Héxadécane** | **Octadécane** | **Eicosane** |
| **Formule** | $C_{14}H_{30}$ | $C_{16}H_{34}$ | $C_{18}H_{38}$ | $C_{20}H_{42}$ |
| **Température de fusion (°C)** | 5,5 | 16,7 | 28 | 36,7 |
| **Enthalpie de fusion (kJ/kg)** | 226 | 237 | 244 | 247 |
| **Conductivité thermique (W/m.°C)** | 0,15 | 0,15 | 0,15 | 0,15 |
| **Capacité thermique massique (kJ/kg°C)** | 2,07 | 2,11 | 2,16 | 2,21 |
| **Masse volumique solide (kg/m$^3$)** | 825 | 835 | 814 | 856 |
| **Masse volumique liquide (kg/m$^3$)** | 771 | 776 | 774 | 778 |
| **Retard à la solidification (°C)** | Aucun | Négligeable | Négligeable | Négligeable |
| **Pression de vapeur (Pa)** | 133 à 75°C | 133 à 105°C | 133 à 75°C | Aucun |
| **Tension superficielle (N/m)** | $24{,}7.10^{-3}$ | 3,4 | $27{,}4.10^{-3}$ | 133 à 100°C |
| **Viscosité (Cp)** | 2,1 | - | 3,4 | - |

Les MCP à base de paraffine présentent souvent un changement d'état solide/liquide. Ils sont obtenus suite à la micro-encapsulation (figures 1.12 et 1.13).

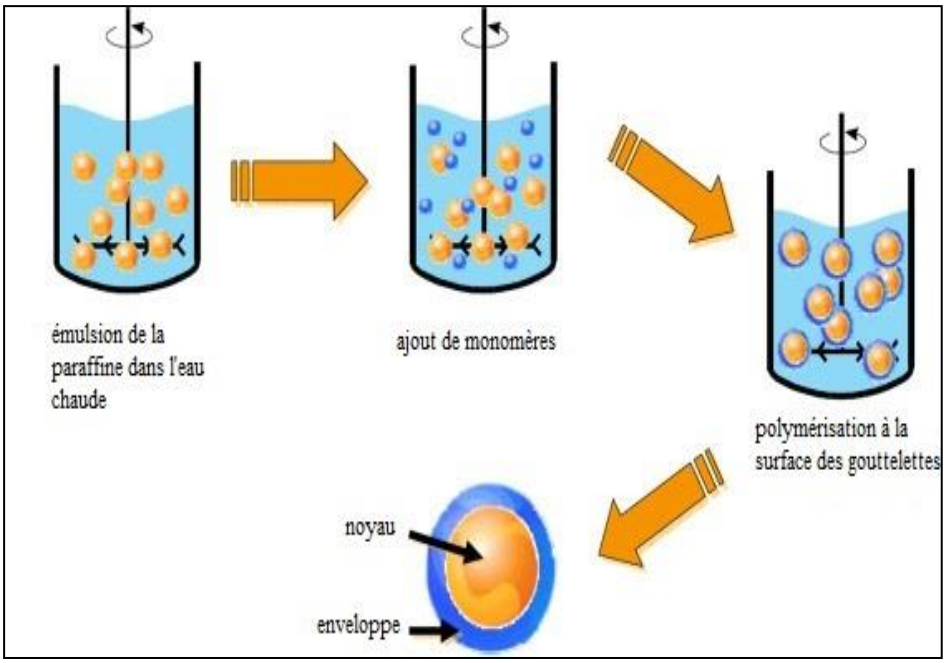



**Figure 1. 12 :** *Procédé de micro encapsulation de BASF (energie forum denmark [44]).*

La micro-encapsulation des MCP à base de paraffine consiste à préparer tout d'abord, deux types de solution. Une première solution formée par un liquide hydrophile et un stabilisant et une deuxième solution contenant les MCP, un initiateur de radicaux libres et un matériau polymérisable.

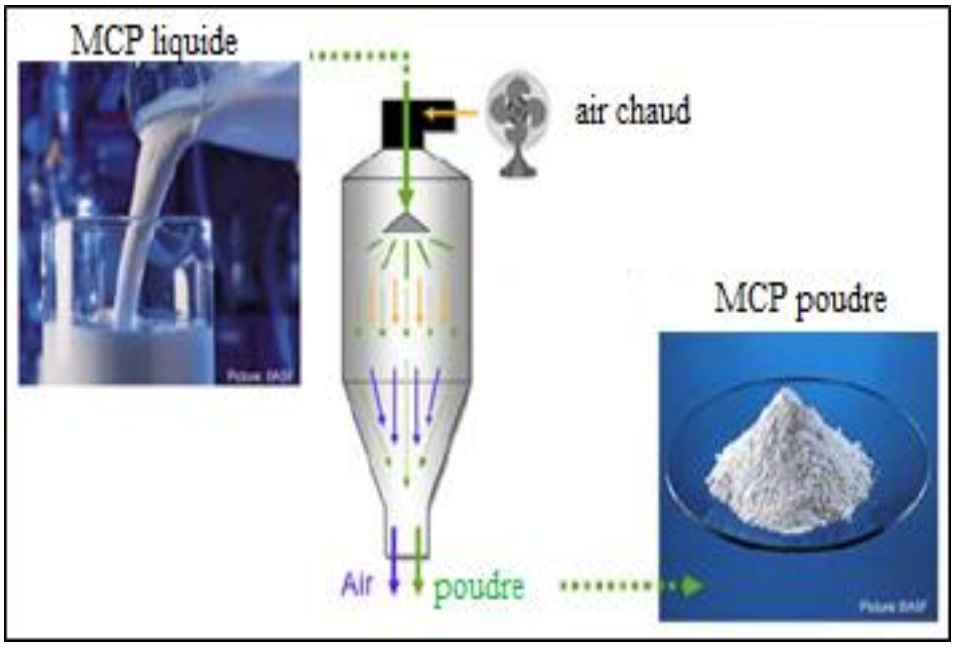



**Figure 1. 13 :** *Séchage par pulvérisation de BASF (energie forum denmark [44]).*

Ensuite, un brassage énergétique permet de disperser la phase discontinue obtenue par la deuxième solution dans la phase continue formée par la première solution. Enfin, une polymérisation des monomères permet d'obtenir à la fin les MCP sous forme liquide [36]. Les particules ainsi formées présentent des tailles différentes allant de 2 à 20 µm [44].

L'eau de la solution peut être éliminée par séchage par pulvérisation d'où l'obtention de la poudre des MCP. Suite au séchage, les particules MCP vont coller les unes aux autres pour former finalement des agglomérations de milliers de microbilles de taille allant de 0.1 à 0.3 mm comme le montre la figure 1.14 [44].

(a) (b)

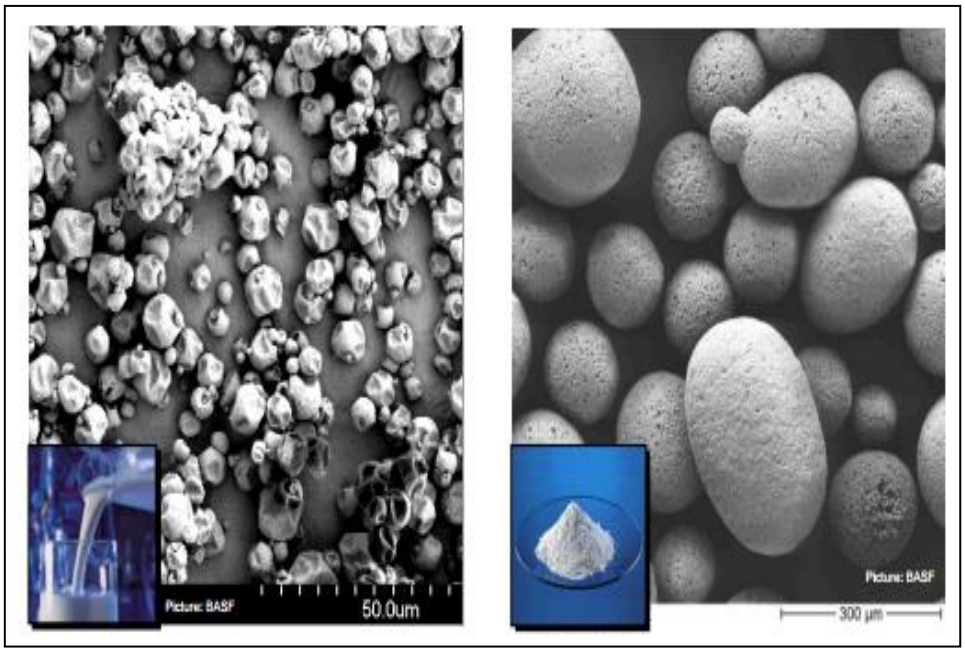



**Figure 1. 14 :** *Les MCP(BASF) issus du procédé de micro-encapsulation (a) à l'état liquide, (b) à l'état poudre (energie forum denmark [44]).*

Suite au procédé de micro-encapsulation, la cire de paraffine est enveloppée par une couche plastique dure, le polymère méthacrylique (PMMA), permettant ainsi d'avoir des matériaux étanches et compatibles avec le matériau dans lesquels ils seront incorporés [38]. Par ailleurs, ce polymère empêche également la fuite de la paraffine si les macro-capsules sont endommagées. Cela garantit une stabilité aux MCP avec une durée de vie plus longue [38].

Plusieurs études ont été réalisées afin de vérifier la durabilité des MCP [22, 51-53]. En particulier, des cycles thermiques ont été appliqués aux MCP afin de vérifier leur thermostabilité dans le temps [35]. Dans ce cadre, les travaux de Hawlader et al [47, 48] ont porté sur l'étude des performances thermiques des MCP après plusieurs cycles dynamiques répétitifs (N = 10, 50, 100, 500, 1000 cycles) de fusion et de solidification dans la plage de température de 20°C et 60 °C. Par ailleurs, Wang et al [46] se sont intéressés à déterminer la capacité de stockage des MCP à long terme après les avoir soumis à 1500 et 3000 cycles thermiques dans la plage de température de 25°C et 70°C (figure 1.15).

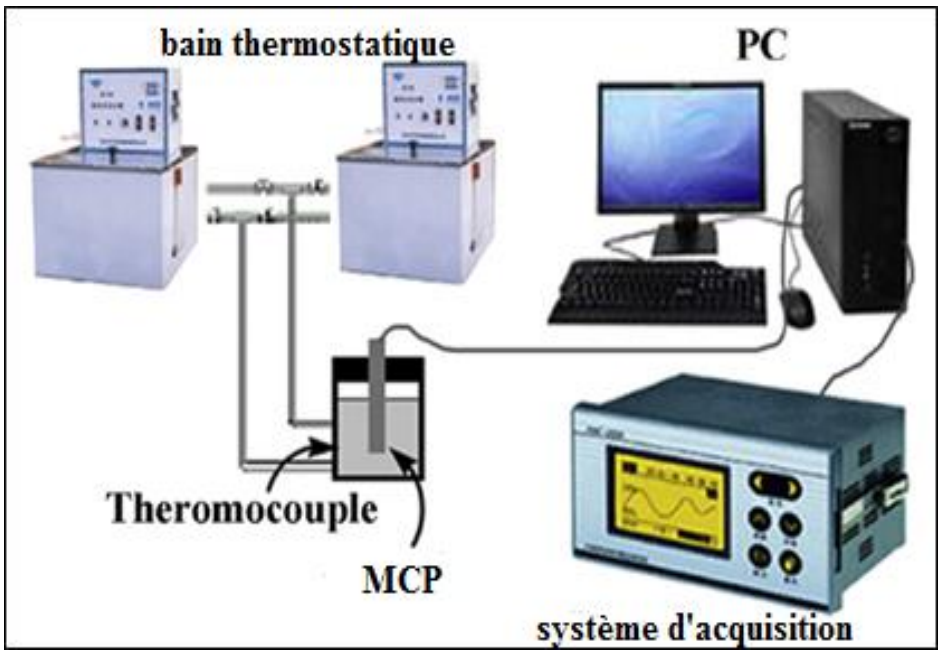
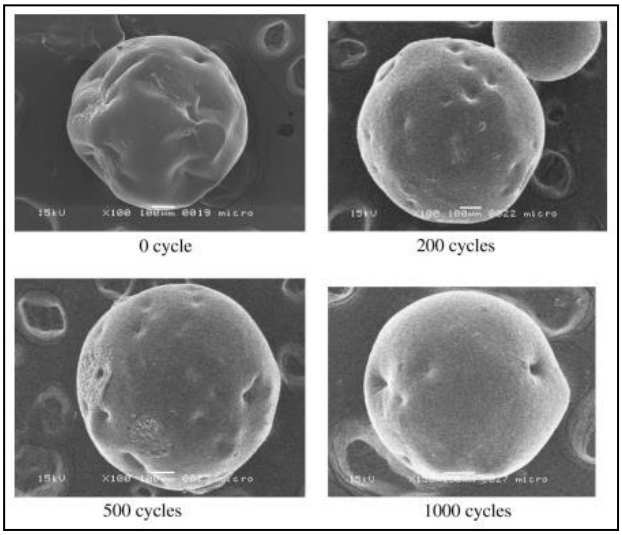



**Figure 1. 15 :** *Dispositif expérimental utilisé pour les essais de cycles thermiques (Hawalder, 2003 [47]).*

Les résultats obtenus ont montré que les MCP gardent la même forme géométrique ainsi que la même capacité de stockage de l'énergie même après application de plusieurs cycles thermiques comme le montre la figure 1.16 [35, 44, 46-48].

(a) (b)




| Cycles thermiques | 0 | 500 | 1000 |
|---|---|---|---|
| **Moyenne de la capacité de stockage de l'énergie (40~50°C) ($Jg^{-1}$)** | **~55.83** | **~57.44** | **~56.09** |

**Figure 1. 16 :** *Propriétés thermophysiques des MCP après applications des cycles thermiques déterminées expérimentalement en utilisant le microscope électronique à balayage (a) et la DSC (b) (Hawalder, 2002 [48]).*

## 1.2.4. Les domaines d'application

Les applications de stockage thermique par les MCP concernent plusieurs domaines : les bâtiments, l'électronique, l'industrie textile, l'automobile, la médecine, l'agroalimentaire, l'industrie pharmaceutique, etc.

- **Stockage de l'énergie dans les bâtiments**

Le recours à des matériaux tels que les MCP encapsulés permet de maîtriser la consommation de l'énergie du secteur tertiaire. En effet, actuellement les constructeurs cherchent à diminuer les coûts de la construction et à augmenter à la fois la surface habitable en optimisant au mieux l'enveloppe des bâtiments. L'une des solutions qui pourrait être envisageable serait l'utilisation des MCP. En effet, une paroi de 3 cm d'épaisseur seulement contenant des MCP absorbe autant de calories qu'une paroi en béton d'épaisseur 18 cm et qu'une paroi en brique de 23 cm d'épaisseur [13, 44].

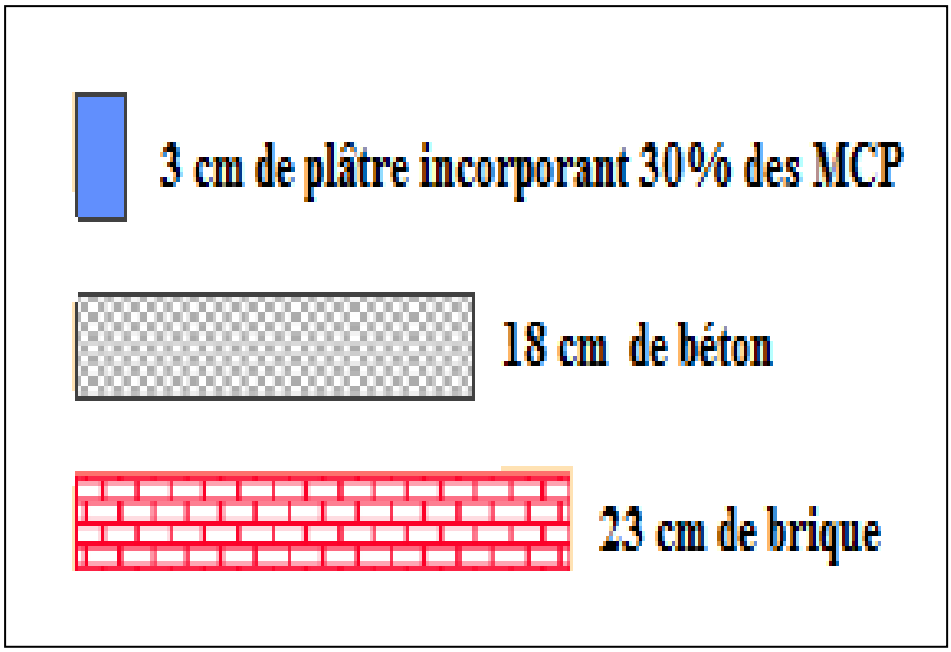



**Figure 1. 17 :** *Equivalence thermique de quelques parois d'épaisseurs différentes en fonction de leurs matériaux constitutifs (BASF [41]).*

Les MCP les plus utilisés dans les bâtiments sont à base de paraffine et de sels hydratés. Généralement utilisés sous forme des plaques légères ou sous forme encapsulée dans les matériaux de construction comme le plâtre et le béton, les MCP permettent d'augmenter l'inertie thermique des bâtiments et de les doter d'une capacité d'auto-régulation thermique capable d'améliorer les conditions du confort thermique chez les usagers. En effet, l'utilisation des MCP dans les bâtiments permet d'amortir et de lisser les fluctuations thermiques à l'intérieur des pièces et de maintenir une température moyenne acceptable. Elle a par ailleurs un effet de « déphasage thermique » en retardant l'onde de chaleur à une période moins chaude de la journée. Cela a pour avantage de limiter l'élévation de la température pendant un certain nombre d'heures et donc de réduire les besoins en climatisation. Cette application a prouvé que la température dans une pièce peut être réduite jusqu'à 4°C et la consommation d'énergie liée à la climatisation peut ainsi chuter de 30%. Pour améliorer l'efficacité de déstockage des MCP il est recommandé de lui associer un système de ventilation nocturne [13, 22, 51].

- **Applications diverses**

L'utilisation des MCP dans le domaine de l'électronique pour assurer le contrôle thermique et la protection des composants électroniques a reçu récemment une grande attention. En effet, la surchauffe de ces composants est absorbée par les MCP qui peuvent être placés directement en couche mince sur le composant électronique ou introduits dans une cavité aux puits de chaleur classique [13]. Des études ont montré que l'utilisation des MCP réduit de 50 % la surchauffe des composants électroniques par rapport à un refroidissement par convection naturelle [52].

Les MCP ont été également utilisés pour préchauffer les moteurs à combustion interne comme par exemple le moteur diesel [13]. En effet, les trois quart de l'énergie produite par un moteur automobile sont dissipés dans la nature [53]. Cette énergie sera alors stockée par les MCP connectés au radiateur. Le stockage par chaleur latente permet alors d'éviter les problèmes liés au démarrage à froid du moteur [13].

Récemment et dans l'objectif de réguler d'une manière passive la température corporelle en fonction de la température du milieu ambiant, des vêtements intelligents contenant des fibres thermo-régulées incorporant des matériaux à changement de phase attirent de plus en plus l'attention des fabricants de textiles, tels les vêtements à usage technique nécessitant une meilleure gestion des variations de température corporelle. En effet, l'intégration de ces matériaux dans les vêtements de protection comme la tenue feu des pompiers améliore la protection des usagers. Les différentes techniques d'incorporation de ces matériaux dans le textile et les applications potentielles des MCP dans ce domaine (couvertures, oreillers, revêtement de siège de voiture, tenue de sport combinaison spatiale, chaussures, gants, etc.) ont été cités dans les travaux de [37, 38].

Les MCP sont également utilisés dans le domaine des routes en tant que retardateurs d'apparition du gel sur la chaussée. Les MCP employés dans ces projets, dont le point de solidification est supérieur à celui de l'eau, libèrent de l'énergie lorsque la température extérieure atteint leur température de solidification. Ceci limite la dégradation de la chaussée par action du froid [54].

### 1.2.5. Exemple des MCP commerciaux

Il existe plusieurs types de produit commercialisés parmi lesquels on cite les produits DUPONT et BASF. En effet, ces deux leaders de l'industrie chimique ont chacun commercialisé leur version des MCP dont ils sont les principaux fournisseurs en Europe.

Le produit Dupont se présente sous la forme d'une plaque (figure 1.18) 1 m x 1,2 m et d'une épaisseur de 5,26 mm [55, 56].

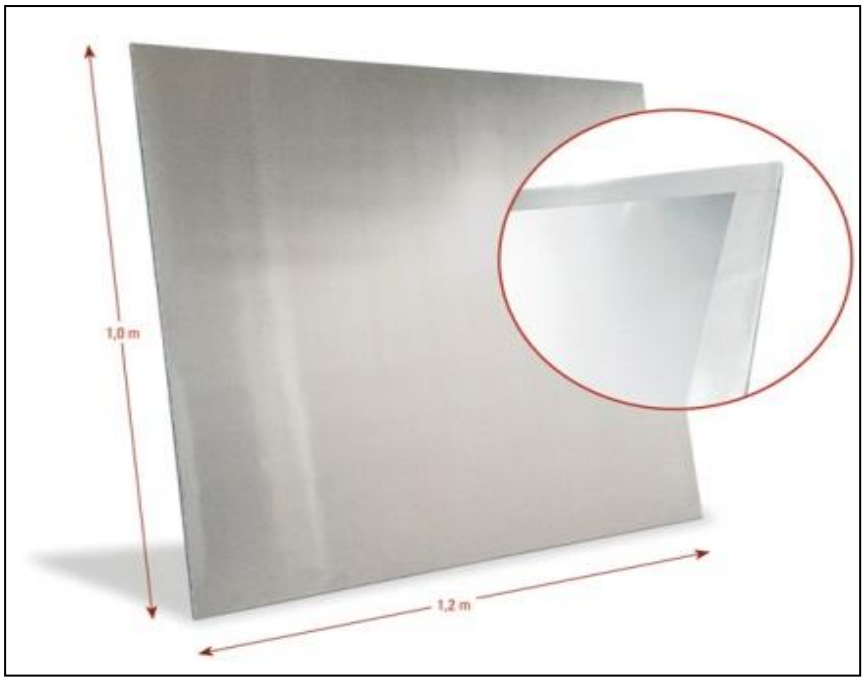



**Figure 1. 18 :** *Plaque Energain commercialisé par Dupont de Nemours (DupontTM Energain [55]).*

Ces plaques sont constituées d'un mélange de polymère (éthylène)/MCP à base de paraffine enveloppé par deux couches minces d'aluminium pour rigidifier l'ensemble. Ces panneaux peuvent être facilement découpés à la taille désirée puis simplement collées, agrafés ou vissés sur les murs ou sur le plafond pour augmenter l'inertie thermique de la paroi dont il fait partie [55, 56].

BASF a commercialisé plusieurs types de produits, ci-dessous présentés (figure 1.19). Des études ont montré également que les capsules de MCP ont gardé les mêmes propriétés thermophysiques après 10 000 cycles thermiques [44].

(a) (b) (c)

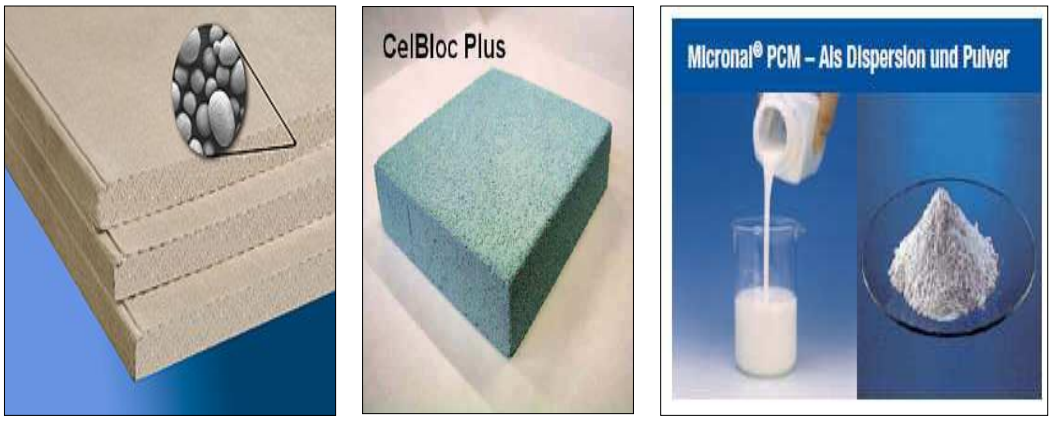



**Figure 1. 19 :** *Produits BASF, (a) smartboard (b) béton cellulaire (c) Micronal liquide et solide (BASF [41]).*

Il existe plusieurs autres types de produits commercialisés. Le tableau 1.3 récapitule quelques produits autres que ceux commercialisés par les entreprises BASF et DUPONT :

**Tableau 1.3.** *MCP commercialisés*

| PCM | Type de produit | $T_{fusion}$ (°C) | Chaleur de fusion (kJ/kg) |
|---|---|---|---|
| Astorstat HA17 | Paraffine et cire | 21,7-22,8 | - |
| Rubitherm RT26 | Paraffine | 24-26 | 232 |
| Rubitherm RT27 | | 28 | 206 |
| Climsel C23 | Sel hydraté | 23 | 148 |
| STL27 | | 27 | 213 |
| TH29 | | 29 | 188 |

## 1.3. Les MCP dans les matériaux de construction : applications et réalisations

La France est le 4ème émetteur de $CO_2$ en Europe. Ces émissions sont causées essentiellement par la production d'électricité, nécessaire au fonctionnement des systèmes de chauffage et de refroidissement. Ces émissions, qui ont atteint 54 milliards de kilo de $CO_2$ en 2010, peuvent entraîner un réchauffement de la planète et par conséquent une utilisation plus importante des systèmes énergivores pour garantir le confort thermique des usagers [58].

C'est pourquoi la France a fixé des objectifs et s'est engagée en 2007 dans le Grenelle de l'environnement, pour réduire d'un facteur de 4 la consommation de l'énergie et les émissions des $CO_2$ pour le secteur de bâtiment d'ici 2050 [59].

Pour répondre à ces objectifs, il est primordial d'utiliser des matériaux capables de réduire d'une part les émissions en $CO_2$ et d'autre part les consommations énergétiques [22]. L'une des solutions proposées est l'utilisation des Matériaux à Changement de Phase (MCP).

Ce concept de rénovation énergétique a été utilisé dans le cadre de réhabilitation des bâtiments anciens. Dans ce qui suit, on citera quelques réalisations :

### 1.3.1. Quelques réalisations et retour d'expériences

Les parois massives d'un bâtiment permettent de réduire les pertes thermiques grâce à leur masse. Ces parois massives sont en effet capables de lisser le pic de température au sein d'une pièce. Cependant, aujourd'hui afin de diminuer les coûts de construction, les critères de dimensionnement étant par ailleurs respectés, les professionnels des bâtiments essayent de réduire au maximum les épaisseurs des parois de bâtiments tout en respectant les normes de la réglementation thermique [13]. Malheureusement, les constructions modernes associées parfois à une grande surface vitrée peuvent souvent causer des problèmes de surchauffe dans les bâtiments.

Dans ce cadre, les Matériaux à Changement de Phase peuvent être utilisés dans la rénovation ou la construction des nouveaux bâtiments pour renforcer leur inertie thermique et

optimiser l'épaisseur de la paroi. Il existe plusieurs méthodes d'utilisation des MCP : soit par incorporation directe dans les matériaux de construction (plâtre, béton, etc.) soit sous forme de plaques (plaque Energain, etc).

L'industrie chimique BASF par exemple a déjà réalisé à Ludwigshafen (Allemagne) en collaboration avec des industriels et des entreprises du bâtiment un concept novateur de bâtiment dit ''Maison 3 litres'' (« 3-litre house »). Ce bâtiment se repose sur l'utilisation et l'association d'un certain nombre de produits et technologies innovants dans le secteur du bâtiment. On citera quelques exemples de matériaux et de technique utilisés [40, 43] :

- Utilisation d'un système de ventilation centralisé avec unité de récupération de chaleur
- Création d'une isolation thermique réalisée en NEOPOR, un matériau composé à la base de polystyrène incorporant des réflecteurs infrarouges qui réfléchissent les rayons de chaleur et les stockent ainsi à l'intérieur
- Installation des plaques en plâtre incorporant des matériaux à changement de phase : MICRONAL
- Installation de chaudière collective à condensation gaz, etc.

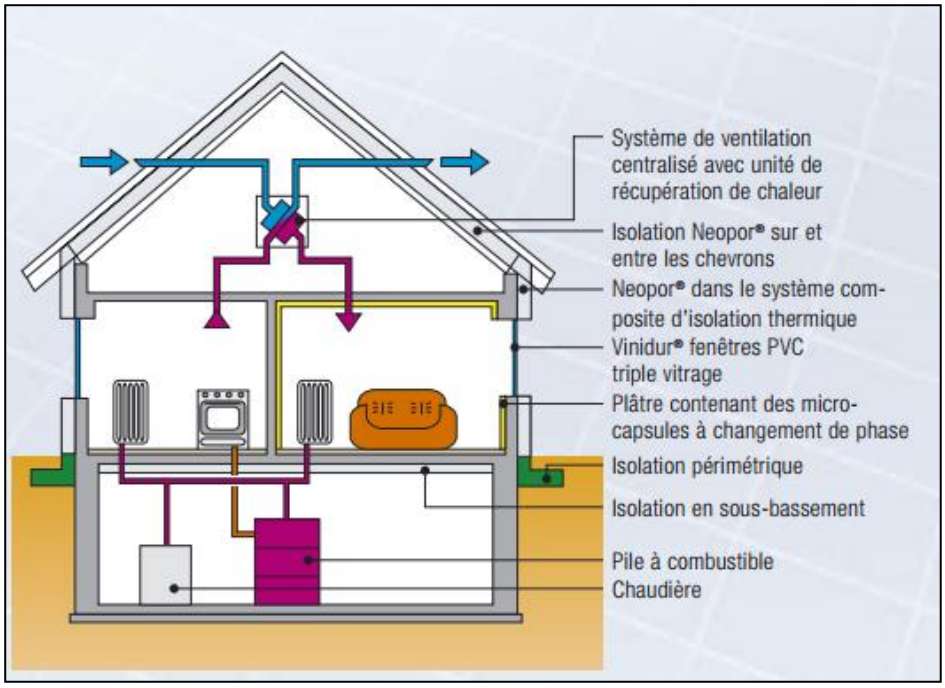



**Figure 1. 20 :** *Maison 3 litres de Basf (BASF [41]).*

Ce concept basé sur de nombreuses innovations qui associe réduction de consommation d'énergie et d'émission de gaz à effet de serre, pertinence économique et équilibre sociologique. Cet immeuble ne consomme, pour le chauffage, que trois litres de fuel par $m^2$ (contre plus de 23 litres auparavant) et rejette jusqu'à 80 % de $CO_2$ en moins par rapport à une conception plus classique.

D'autres projets élaborés par BASF ont été effectués en utilisant également des Matériaux à Changement de Phase. Un exemple de ces projets est présenté sur la figure 1.21.




**Figure 1. 21 :** *Quelques réalisations de bâtiments par BASF en utilisant des MCP (BASF [41]).*

4500 mètres carrés de dalles de plafond et de murs secs dans le Lycée de Diekirch à Luxembourg (figure 1.22) sont modifiés avec des MCP de BASF. Cette technique a été utilisée afin d'améliorer l'inertie thermique du bâtiment et réduire les consommations énergétiques [41, 43].



**Figure 1. 22 :** *Lycée de Diekirch à Luxembourg (BASF [41]).*

Le palais de Tokyo à Paris présenté sur la figure 1.23 est un bâtiment construit en verre transparent. Ce bâtiment à faible inertie thermique a été modifié en 2009 avec des panneaux de Dupont Energain afin d'augmenter son inertie thermique. Ces panneaux ont été installés à l'intérieur du faux-plafond [77].



**Figure 1. 23 :** *Palais de Tokyo à Paris (Nomiya [77]).*

La majorité des réalisations ont été menées en utilisant des panneaux en MCP. Le manque de retour d'expérience restreint l'application de ces matériaux qui restent actuellement mal connus. De plus, la question de développer de nouveaux bétons incorporant

des MCP reste aujourd'hui sans réponse. Plusieurs travaux de recherche ont été menés dans ce contexte afin de permettre une meilleure caractérisation de ces matériaux et étudier l'influence de leur incorporation dans le béton. Dans ce qui suit, on citera alors quelques références. On citera sept projets :

- 1er projet : Maha Ahmed, 2004 [13]
- 2ème projet : Kuzinik et al, 2012 [61]
- 3ème projet : projet Grand Lyon, 2010 [62]
- 4ème projet : projet MOPCON, 2005 [22, 63]
- 5ème projet : Helmut et al, 1997 [64]
- 6ème projet : Castel et al, 2008 [49]
- 7ème projet : Entrope et al, 2007 [51]

- **1er projet : Maha Ahmed, 2004** [13]

Afin de définir la structure des parois des cellules tests et les MCP qui vont le contenir notamment l'effet de l'épaisseur de la paroi et le type de parois sur l'inertie thermique, une étude expérimentale et numérique en 2D sur différents types de paroi a été menée dans le cadre des travaux de thèse de M. Ahmed, 2008. Les parois étudiées sont réalisées à partir des panneaux commerciaux (polycarbonate, PVC) et ont été remplies par la suite par des MCP conditionnés dans des granulats ou des MCP purs. Trois parois composites formées par des panneaux d'isolant et de panneaux en polycarbonate ont été également étudiées. Les trois parois composites sont constituées de :

- 1ère paroi : un panneau en polycarbonate placé du côté intérieur et un panneau en isolant placé du côté extérieur.
- 2ème paroi : un panneau en polycarbonate placé du côté extérieur et un panneau en isolant placé du côté intérieur.
- 3ème paroi : un panneau en polycarbonate placé entre deux panneaux d'isolants.

Ce travail a montré que l'utilisation des MCP purs ainsi que la détermination de son épaisseur optimale permettant de garantir un meilleur confort thermique. Par ailleurs, la configuration d'une paroi légère doit prendre en compte de la position des MCP et d'isolant.

- **2ème projet : Kuzinik et al, 2012** [61]

Afin de vérifier l'efficacité et la pertinence du choix de l'épaisseur des plaques de DuPont Nemours dont la température de fusion des MCP est de l'ordre de 22°C. Kuznik et al [2012] ont mené une simulation numérique via le logiciel CODYMUR sur une paroi MCP formée par 2cm de bois, 10 cm de laine de verre, le MCP d'épaisseur variable et 1cm de plâtre. Ce logiciel permet de déterminer à la fois, la température dans une paroi et d'analyser les flux aux surfaces. Avant d'effectuer les calculs, les chercheurs ont modifié tout d'abord le logiciel pour tenir compte de la chaleur massique variable des MCP [61].

(a) (b)

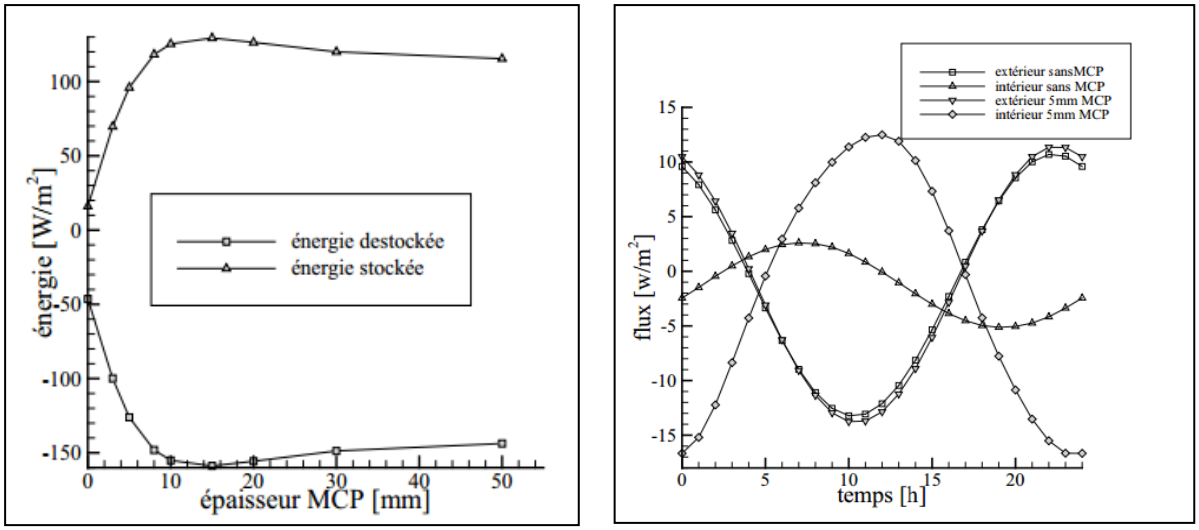



**Figure 1. 24 :** *(a) Energie stockée/déstockée en fonction de l'épaisseur des MCP (b) Energie stockée par une plaque avec MCP et par une plaque sans MCP (Kuznik et al, [61]).*

Cette étude a montré que l'énergie stockée et déstockée par une paroi MCP passe par un optimum autour d'une épaisseur de MCP de 1 cm comme le montre la figure 1.24 (a). D'autre part, la paroi en MCP est capable de stocker 13 W/m$^2$ d'énergie alors qu'une paroi sans MCP ordinaire ne stocke que 3 W/m$^2$ (figure 1.24 (b)) [61].

- **3ème projet : projet Grand Lyon** [62]

Les plaques de DuPont Nemours ont été également utilisées dans le cadre de rénovation d'un bureau du bâtiment HELIOS à Lyon. Ces plaques ont été positionnées sur les parois latérales et au niveau du plafond. Le suivi de l'évolution de la température du bureau rénové a été réalisé par Kuznik et al [2010].



**Figure 1. 25 :** *Bâtiment HELIOS (Kuznik et al, [62]).*

La figure 1.26 (a) présente les résultats obtenus suite à une simulation numérique via le logiciel CODYBA et un suivi expérimental. Les deux mesures montrent que l'utilisation des MCP induit un gain de température qui peut dépasser 3 °C par rapport à un bureau sans MCP [62].

(a) (b)

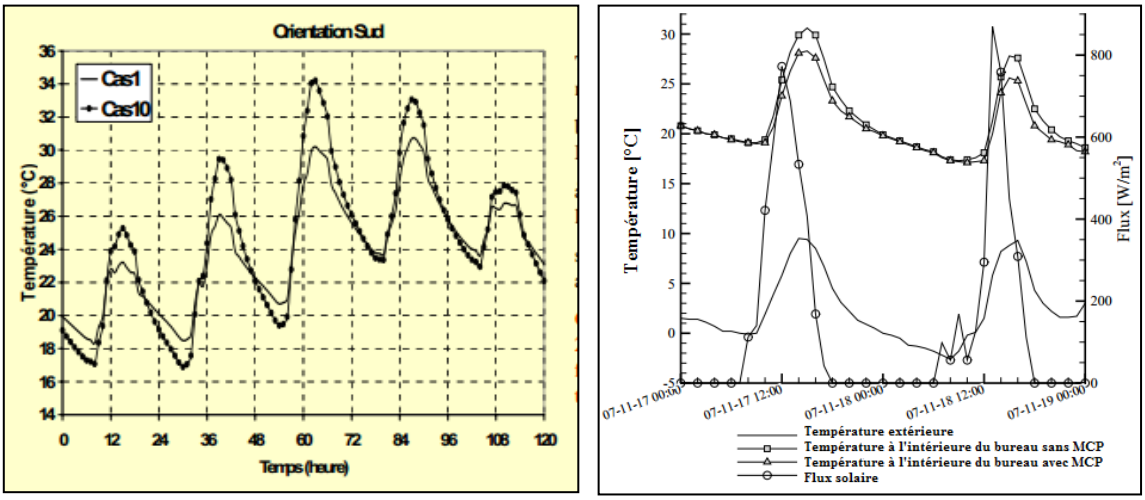



**Figure 1. 26 :** *(a) Résultat numérique (b) Résultat expérimental (Kuznik et al, [62]).*

- **4ème projet : projet MOPCON [22, 63]**



**Figure 1. 27 :** *Cellules tests (Castellon et al, [63]).*

Une autre étude a été réalisée en 2005 dans le cadre d'un projet national en partenariat avec la France, la Grèce, et les Pays-Bas. Ce projet, intitulé MOPCON, a pour but d'évaluer les performances thermiques d'un bâtiment incorporant des MCP. Pour ce faire, des cellules tests (figure 1.27) ont été installées en Espagne. Les matériaux utilisés dans cette étude sont des matériaux de BASF caractérisés par un point de fusion de 26 °C et une chaleur latente de 110 kJ/kg. Ces matériaux ont été incorporés directement dans le béton à 5% de sa masse totale [63].

Les résultats de cette étude ont montré que la cellule MCP présente une inertie thermique plus importante que la cellule de référence. Une différence de 4 °C a été enregistrée entre la température de la cellule MCP et la cellule de référence. Par ailleurs, les MCP ont un effet retardateur sur la température. En effet, une température donnée est atteinte 2h plus tard dans la cellule MCP que dans la cellule de référence [22]. Ceci permet alors d'éviter le pic de chaleur et de ralentir la montée en température dans une pièce.

La figure 1.28 montre que lorsque la température extérieure est de l'ordre de 31 °C. La température des murs dans une cellule ordinaire peut dépasser 39 °C alors que la température des murs modifiés avec des MCP atteint seulement 36 °C [22].

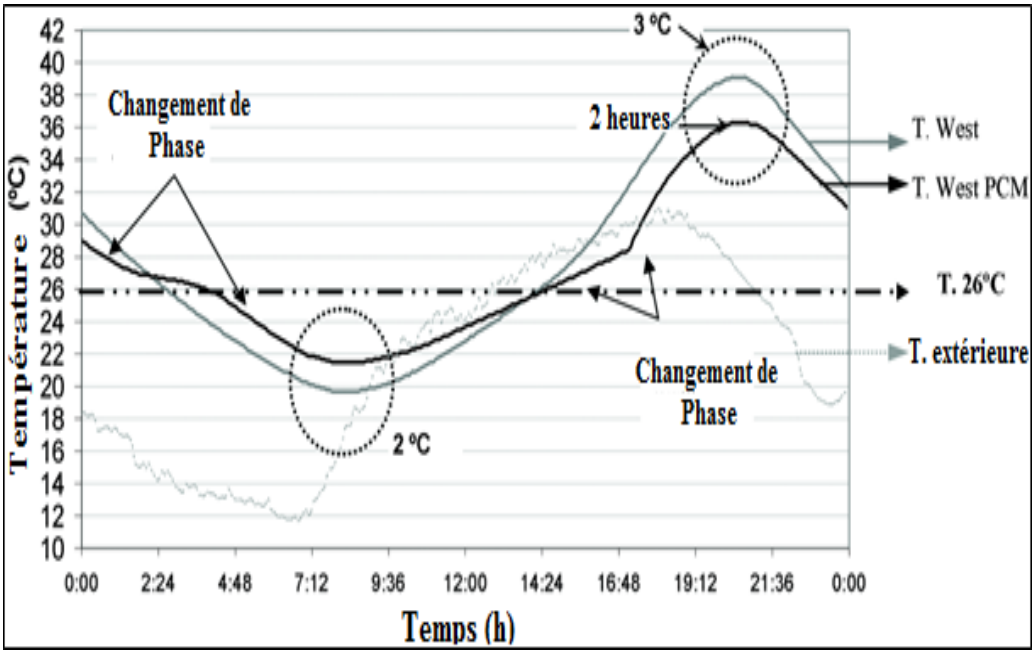



**Figure 1. 28 :** *Comparaison entre la température extérieure et la température du mur West de la cellule-MCP (castellon et al, [63]).*

D'autres chercheurs ont essayé d'étudier l'influence de l'ouverture des fenêtres (''the free cooling'') sur les performances thermiques des MCP dans cette cellule. Ces derniers ont montré la nécessité de recourir à cette technique en été puisque cette dernière va accélérer les cycles charge décharge des MCP d'où une performance thermique plus efficace [63].

- **5ème projet : Helmut et al, 1997 [64]**

Helmut et al, [1997] ont étudié numériquement la température à l'intérieur d'une pièce dont les murs et le plafond sont équipés par des plaques contenant 20 % de MCP.

Leur travail a mis l'accent sur les avantages de l'utilisation d'une ventilation nocturne. Cette technique va permettre aux parois renforcées avec des MCP de déstocker l'énergie stockée pendant la nuit. La ventilation peut être négligée dans le cas où en utilise un quotient (surface/Volume) d'une paroi assez élevé ou si on utilise un mur double cloison. En effet, un

mur double cloison est capable de maintenir une température de confort sans l'utilisation d'une ventilation nocturne comme le montre la figure 30 [64].

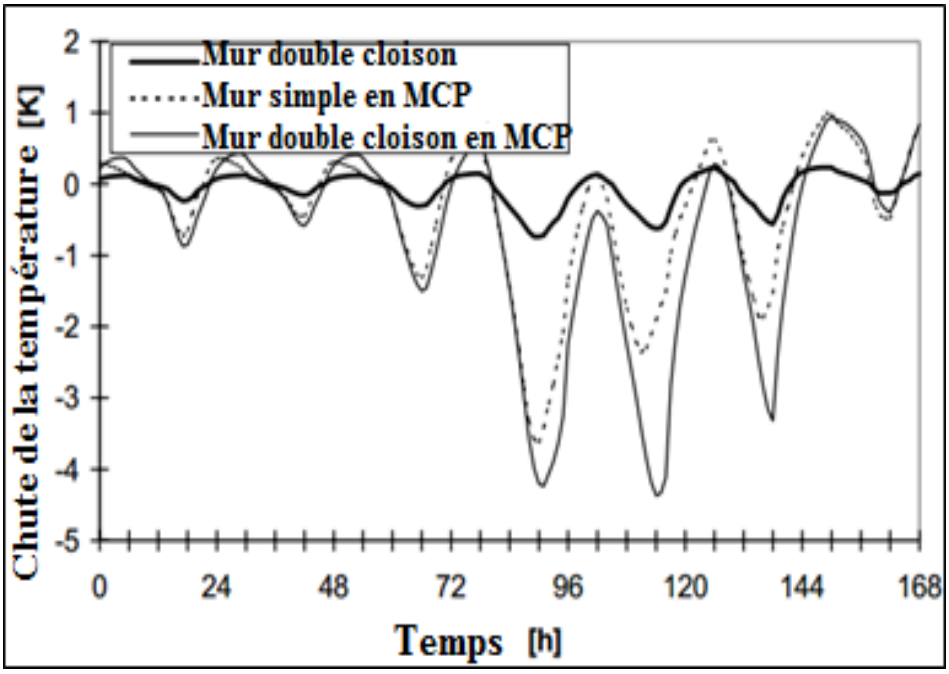



**Figure 1. 29 :** *Réduction de la température par un mur double cloison un mur double cloison modifié avec des MCP et un mur simple modifié avec des MCP (Helmut et al, [64]).*

- **6ème projet : Castel et al, 2008 [49]**

(a) (b) (c)



**Figure 1. 30 :** *Cellules tests en brique ordinaire. (a) : cellule témoin. (b) : cellule test (PU) en utilisant un isolant. (c) : cellule test (PU-RT27) modifié avec des MCP (Castell et al, [49]).*

D'autres cellules tests de structures poutres poteaux ont été réalisées lors de l'étude de Castell et al, 2008 [49]. Ce projet consiste à étudier l'effet d'incorporation des MCP dans une

cellule test. Pour ce faire, des cellules tests en brique ont été construites en Espagne. Deux types de brique ont été utilisés dans le cadre de ce projet : des briques ordinaires et des briques alvéolées qui ont une bonne isolation thermique et acoustique [49, 65].

Afin de comparer les résultats obtenus lors de ce projet, la conception des cellules tests a été choisie de telle sorte que la dimension intérieure de ces cellules (2.4 m x 2.4 m x 2.4 m) soit égale à celles construites dans le cadre du projet du Cabeza et al [22]. Ces cellules n'ont pas de fenêtre. Une porte, qui présente la seule ouverture pour la cellule test, est placée au mur nord [55].

Les cellules présentées sur la figure 1.30 sont formées par un radier général (3 m x 3 m) en béton armé, 4 poteaux en ciment renforcé par des barres en fer, des murs en briques (29 cm x 14 cm x 7.5 cm). La finition extérieure a été faite avec des briques creuses et de l'enduit alors que la finition intérieure est réalisée avec du plâtre. Une lame d'air de 5cm a été laissée entre le mur et la finition extérieure. Le toit est construit par un béton préfabriqué et une dalle en béton de 5 cm d'hauteur. Un matériau isolant a été placé sur le toit. Cet isolant a été protégé par une couche de mortier et une membrane double d'asphalte. Des panneaux en MCP ont été installés entre les briques et les isolants [49].

Deux types d'essai ont été réalisés lors de cette étude. Un premier essai sans utiliser un système de chauffage/refroidissement. Un deuxième essai en utilisant un système de chauffage afin de simuler une occupation réelle de la pièce [49].

La température de consigne joue un rôle primordial pour les MCP et donc pour le comportement thermique ainsi que la consommation énergétique de la cellule test. Pour des températures de consignes inférieures à la température de changement de phase des MCP aucune amélioration n'a été notée par rapport aux autres types des cellules tests. Pour des températures de consignes de l'ordre de 24 °C une amélioration de l'ordre de 15 % a été enregistrée au niveau de la consommation énergétique des cellules-MCP. Pendant l'hiver, l'utilisation des MCP et des isolants ont contribué à l'augmentation de la température à l'intérieur de la pièce et surtout pendant les heures les plus froides de la journée [49].

- **7ème projet : Entrope et al, 2007 [51]**

Les chercheurs optent parfois pour l'étude de cas réels sur une construction en vraie grandeur. Cependant, il est parfois difficile de construire une cellule en vraie grandeur. La mise à l'échelle de taille de cellules demeure alors un défi. En effet, la modification de leur taille risque d'impacter les résultats. Par exemple, la capacité de stockage de chaleur d'une pièce sera plus grande que la capacité de stockage d'une cellule test à petite échelle. Les dimensions de ces cellules devraient être alors choisies soigneusement. Dans ce cadre, quatre cellules tests de dimension 1.13 m x 0.725 m x 0.69 m ont été construites par Entrope et al (2007-2011) aux Pays-Bas dont deux cellules en béton modifié avec des MCP tandis que les deux autres sont sans MCP [51].

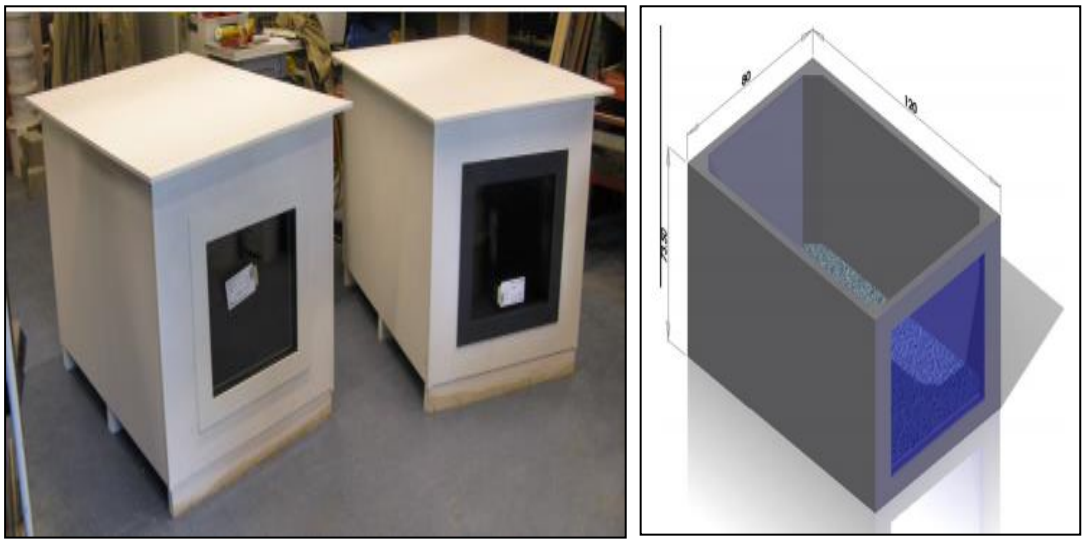


**Figure 1. 31 :** *Cellules-tests (Enrope et al, [50,51]).*

Les cellules tests (test_box) contiennent une seule ouverture pour que les rayons solaires pénètrent à l'intérieur de la cellule. Les autres façades (sans ouverture) sont isolées pour reproduire des conditions adiabatiques [51].

Deux fenêtres à double vitrage et deux fenêtres à triple vitrage de dimension 0.59 m x 0.55 m ont été placées au mur sud des cellules. Les cinq façades de deux cellules tests ont été isolées en utilisant des verres cellulaires dont sa résistance thermique est de 3.81 $m^2$.K/W. Pour les deux autres cellules tests, un isolant léger a été utilisé et leurs faces extérieures ont été recouvertes par un contre-plaqué de 15 mm d'épaisseur. L'isolant utilisé est formé par quatorze couches minces de matériaux réfléchissants et isolants dont sa résistance thermique

est de l'ordre de 5.6 $m^2$.K/W. Toutes les cellules sont peintes en blanc grâce à sa grande réflexion et sa faible capacité d'absorption [51].

Les MCP utilisés dans cette étude sont des Micronal DS 5008 X dont la température de fusion est de l'ordre de 23 °C. La quantité des MCP à incorporer dans le plancher haut de deux cellules a été déterminée théoriquement en tenant en compte la quantité de chaleur entrante et sortant de la boite. En effet, le plancher en béton doit stocker 3.2 MJ alors que les MCP doivent stocker 1.4 MJ. C'est pourquoi un plancher de 60 mm d'épaisseur contenant 5 % d'MCP et 2.7 $m^2$ ainsi que 2.7 $m^2$ des plaques en plâtre ayant une chaleur latente de l'ordre de 330 kJ/$m^2$ ont été installés. La masse du plancher est de l'ordre de 104 kg alors que la masse de MCP incorporé est de l'ordre de 5 kg.

Cette étude a montré que les MCP sont capables de stocker de l'énergie sans recourir à un système mécanique. L'utilisation des cellules tests à petite échelle semble être une méthode utile pour étudier l'effet d'incorporation des MCP. Cependant, une épaisseur de l'ordre de 60 mm d'une paroi en MCP lui fournit une grande capacité de stockage de chaleur mais aussi une période plus longue pour stocker de l'énergie et spécialement si la température extérieure est inférieure à la température de fusion des MCP. D'autre part, l'utilisation des fenêtres à double et triple vitrage diminue le débit de rayonnement solaire entrant dans la pièce ce qui diminue la quantité d'énergie thermique à stocker [50].

### 1.3.2. Problématiques et verrous scientifiques

Afin d'étudier les propriétés thermiques et mécaniques des Matériaux à Changement de Phase et du composite qui les incorpore, plusieurs chercheurs [23-25] ont eu recours aux méthodes d'essais classiquement utilisées pour les matériaux traditionnels en vue de leur caractérisation. Toutefois, ces méthodes se heurtent souvent à des problèmes d'incompatibilité avec les MCP ne permettant pas, dans certains cas, de reproduire finement et voire correctement le comportement de ces matériaux et des phénomènes multi-physiques induits par le processus de changement de phase. A titre illustratif, les travaux de Mehling et al. [27] ont clairement démontré l'inadéquation des paramètres d'essais classiquement utilisés dans la technique de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) pour la caractérisation des MCP. Dans ce contexte, une étude portant sur la cinétique de chauffe a été engagée afin de mieux appréhender le comportement de ces matériaux par DSC (figure 1.32).

Par ailleurs, une campagne d'essais a été réalisée en utilisant différentes techniques d'analyse thermique pour la caractérisation des MCP. Trois techniques ont été utilisées : la DSC en mode dynamique et isotherme, la méthode T-history et la méthode de flux d'air [28]. Il a été conclu à la fin de cette étude que des vitesses de chauffe lentes (< 0.5 K/min) doivent être considérées pour la caractérisation des MCP et que la technique DSC n'est pas la mieux adaptée pour ce type d'application.

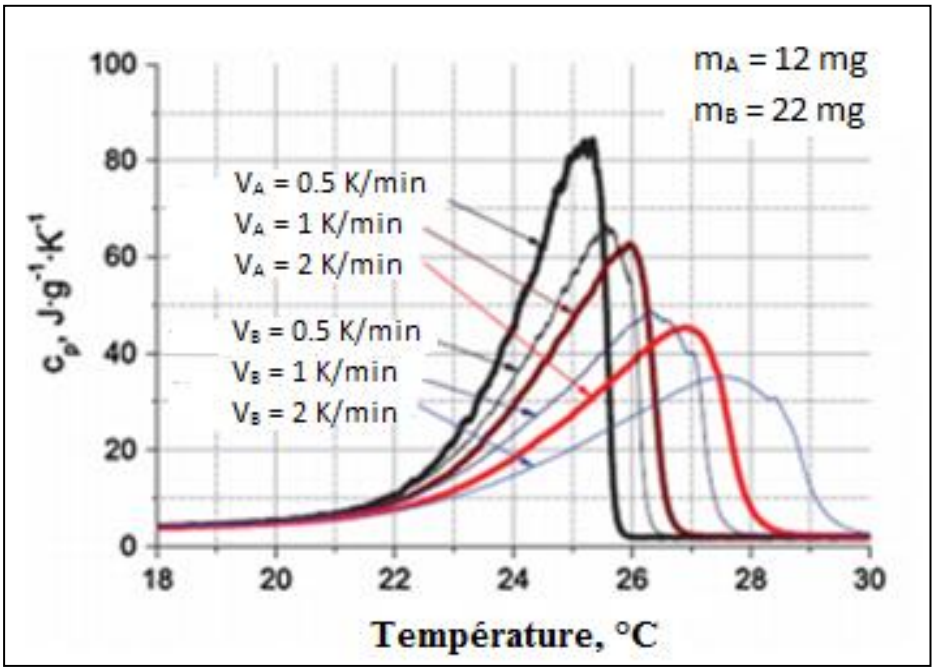



**Figure 1. 32 :** *Effet de la masse et de la cinétique de chauffe sur les résultats DSC [27, 28].*

Plus récemment, les travaux de Barreneche et al [78] portent essentiellement sur une comparaison de deux modes de caractérisation par la DSC (dynamique et isotherme) citées dans les travaux de [28] pour la caractérisation des propriétés thermique des MCP organiques et inorganiques. Cette étude a montré que ces deux modes conviennent pour la caractérisation des MCP paraffinique tout en optant des cinétiques de chauffe lentes.

D'autres études se sont intéressées à l'étude de ces matériaux et la mise en place des méthodes d'essais pour l'investigation de leurs propriétés thermiques [66-68]. Un dispositif expérimental innovant a été présenté dans les travaux de Eddhahak et al. [75] afin de mesurer la capacité thermique des panneaux légers à base de MCP (*Energain)* à l'échelle macroscopique. Pomianowski et al [71] ont développé une nouvelle méthode de mesure de la capacité thermique spécifique des bétons incorporant 1 %, 4 % et 6 % des MCP par rapport à

la masse de béton. Le dispositif ainsi développé permet de déterminer la chaleur spécifique lors de la fusion des MCP en utilisant une vitesse faible de l'ordre de 0.023 K/min qui est proche de la vitesse de propagation de la chaleur ambiante dans l'enveloppe de béton. La chaleur spécifique a été également calculée théoriquement à partir de 4 méthodes citées dans la littérature :

- *<u>Première méthode</u> : la loi de mélange*

$$C_p = (1 - f_{MCP})C_{p_béton} + f_{MCP}C_{p_MCP} \quad (1.\ 3)$$

Avec :

$C_p$ : La chaleur spécifique du béton-MCP

$f_{MCP}$ : La fraction volumique des MCP

$C_{p_béton}$ : La chaleur spécifique du béton

$C_{p_MCP}$ : La chaleur spécifique des MCP

- *<u>Deuxième méthode</u> : méthode simple*

$$C_p(T) = \frac{A*q}{m*\frac{dT}{dt}} \quad (1.\ 4)$$

Avec:

A : La surface chauffée de l'échantillon par la sonde

q : Le flux de chaleur fournie par la sonde à la surface de l'échantillon

m : La masse de l'échantillon

$\frac{dT}{dt}$ : La montée de la température de l'échantillon par pas du temps

- *<u>Troisième méthode</u> : méthode numérique simple*

La méthode explicite de différence finie a été utilisée afin de résoudre l'équation de chaleur pour déterminer la chaleur spécifique :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (1.\ 5)$$

Avec :

$a = \frac{\lambda}{\rho C_p}$ : La diffusivité thermique

*<u>Quatrième méthode</u> : méthode inverse*

La méthode numérique présentée dans la troisième méthode ne tient pas en compte de la non-linéarité du problème de transfert de chaleur. Cette méthode présente la méthode la plus appropriée afin de trouver la valeur de $C_p(T)$. Cette méthode consiste à diviser la gamme de température de l'expérience en N segment égal et à distribuer la chaleur spécifique ($C_p(T)^i, i = 1 \dots N$) sur ces segments. Pour ce faire, il faut utiliser une méthode d'optimisation d'une contrainte non-linéaire (par exemple la méthode quadratique séquentielle) pour ajuster la Chaleur spécifique afin de minimiser l'équation objective :

$$Min\ f = \left|q_{calculated1,j} - q_{measured\ 1,j}\right| \quad (1.\ 6)$$

$q_{calculated1,j}$ : est le flux de chaleur de la surface de l'échantillon calculée

$q_{measured\ 1,j}$ : est le flux de chaleur de la surface de l'échantillon mesurée

Pomianowski et al [64] a constaté que la méthode la plus appropriée pour la prédiction de la chaleur spécifique de béton-MCP est la méthode simple et la méthode inverse.

D'autres travaux ont mis l'accent sur la faisabilité et sur la stabilité de ces inclusions dans le béton et en particulier sur l'effet de l'incorporation des MCP sur les propriétés thermiques et mécaniques du béton-MCP [21, 24, 25, 69, 70, 76]. En effet, Meshgin et al [25] ont étudié les propriétés thermiques et mécaniques de béton modifié avec 5 %, 10 % 15 % et 20 % des MCP par rapport aux volumes total du béton. Deux méthodes d'incorporation ont été présentées dans ce travail : par addition et par substitution. Kadri et al [117] ont étudié les propriétés thermomécaniques du mortier incorporant 10 %, 20 % et 30 % par rapport à la masse de liant. L'ajout de la paraffine est réalisé en remplaçant une partie de ciment par la même masse des MCP. Hunger et al [24] a utilisé la méthode d'addition pour étudier le comportement thermomécanique de béton incorporant 1 %, 3 % et 5 % par rapport à la masse totale du béton. Il a été constaté par ces différentes recherches une amélioration de la capacité de stockage de chaleur et une chute de la résistance mécanique avec l'ajout des MCP. Un endommagement de microcapsules a été également souligné par ces différentes études.

Des études de la réaction d'hydratation ont été réalisées par [24, 68, 69] afin de mieux comprendre les effets induits par l'addition des matériaux à changement de phase dans les matériaux cimentaires sur leur comportement mécanique. La méthode de Langavant (NF 196-9) qui permet de mesurer la chaleur d'hydratation des ciments par calorimétrie semi-adiabatique a été adaptée par [68] pour répondre à cet objectif. Prenant en compte la chaleur

spécifique des MCP préalablement mesurée par la technique de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Les résultats ont montré une chute de la réaction exothermique par le mortier-MCP en comparaison au mortier témoin, sans MCP ainsi qu'un retard de la cinétique de l'hydratation avec l'ajout des MCP.

Plusieurs résultats expérimentaux concernant les MCP et le béton incorporant des MCP ont été présentés dans la littérature, mais rare sont les évaluations à plus grande échelle. De même, le manque de standards et de logiciels dédiés aux MCP est pénalisant.

Afin de garantir une meilleure exploitation par les chercheurs et les industriels et afin de permettre une meilleure implantation de ces matériaux sur le marché de construction MCP, des essais de caractérisation adaptés aux MCP s'avèrent nécessaires pour leur investigation et la compréhension de leur comportement une fois incorporé dans la matrice cimentaire. Il sera aussi indispensable de définir et de développer des normes et des standards voir des dispositifs expérimentaux dédiés aux MCP [23, 25, 66-68].

### 1.3.3. Bilan et axes de recherche

Les Matériaux à Changement de Phase peuvent être la meilleure solution pour réduire les consommations énergétiques dans le bâtiment. Plusieurs études se sont intéressées à l'étude de ces matériaux et à leurs effets quand ils sont incorporés dans les matériaux de construction. Il a été constaté que l'utilisation de ces matériaux améliore la capacité de stockage de l'énergie des matériaux de construction et permettent à diminuer la température à l'intérieur de la pièce. La chute de la température par rapport à une pièce sans MCP peut atteindre 3 °C. Malgré les nombreuses études menées dans ce domaine, les performances de ces matériaux ne sont pas complètement maîtrisées. Par ailleurs, une grande dispersion des résultats de la caractérisation thermo-physique liée notamment aux différentes formulations considérés (teneurs en MCP, les méthodes d'incorporation par addition ou substitution) et aux méthodes de caractérisation, a été constatée. Ce travail a pour objectif de contribuer à une meilleure compréhension des propriétés des MCP et des bétons-MCP. Les axes de la recherche proposée sont les suivants :

- Identifier les propriétés thermo-physiques des MCP : Description et Mise en place des protocoles d'essais,

- Identifier des propriétés thermiques et mécaniques des bétons modifiés avec MCP
- Mener une approche multi-échelle de la conductivité thermique des bétons-MCP et une étude stochastique et probabiliste paramétrique des incertitudes sur la réponse thermique,
- Etudier numériquement une paroi en béton incorporant des matériaux à changement de phase par méthode des volumes finis.

## 1.4. Conclusions

Dans ce chapitre bibliographique, nous avons présenté une synthèse sur les Matériaux à Changement de Phase ainsi que l'effet d'incorporation des MCP dans les matériaux de construction.

Nous avons décrit tout d'abord les différents modes de stockage de l'énergie thermique, les différentes méthodes d'encapsulation des MCP et les domaines d'applications de ces matériaux. Par la suite, un état de l'art sur les réalisations et les travaux de recherche des matériaux en MCP a été dressé. Malgré les différentes études présentées, le retour d'expérience sur le béton incorporant des MCP est en nombre limité ce qui justifie l'importance et la nécessité de ce travail de recherche qui a pour objectif d'avoir une meilleure compréhension de comportement de béton incorporant des MCP. Nous présentons dans le deuxième chapitre la morphologie et le comportement thermique des matériaux à changement de phase afin de mieux appréhender le comportement thermique et mécanique de béton modifié avec ces matériaux.

# Chapitre 2 : Identification des propriétés thermo-physiques des MCP, Description et Mise en place des protocoles d'essais


2.1. Matériaux et méthodes de mesure ..... 54

2.1.1. Matériaux ..... 54

2.1.2. Mesures physiques ..... 55

2.1.2.1. Analyse granulométrique ..... 55

2.1.2.2. Observations microscopiques ..... 57

2.1.2.3. Mesure de la masse volumique absolue et apparente ..... 58

2.1.2.4. Mesure du coefficient d'absorption ..... 59

2.1.3. Mesures thermiques ..... 60

2.1.3.1. Analyse thermogravimétrique (ATG) et mesure de perte de masse ..... 61

2.1.3.2. Analyse thermique par DSC, étude paramétrique de la masse et la cinétique de chauffe . 62

2.1.3.3. Mesure de la conductivité thermique ..... 66

2.2. Résultats de mesures physiques ..... 68

2.2.1. Caractéristiques morphologiques des MCP (Distribution granulométrique et microstructure) ..... 68

2.2.2. Masse volumique et Coefficient d'absorption ..... 71

2.3. Résultats de mesures thermiques ..... 74

2.3.1. Propriétés thermodynamiques et calage paramétrique ..... 74

2.3.2. Diffusivité et conductivité thermiques ..... 83

2.3.3. Influence de l'endommagement des MCP sur leurs propriétés thermophysiques, étude comparative ..... 84

2.4. Conclusions ..... 86

Malgré les travaux en lien avec les Matériaux à Changement de Phase (MCP) et à l'identification de leurs propriétés thermophysiques, leurs performances ainsi que les méthodes utilisées en vue de leur caractérisation ne sont pas suffisamment contrôlées en raison de l'absence de normes spécifiques aux MCP. Afin de permettre la compréhension du comportement de ces matériaux et leur exploitation par les industriels, une bonne maîtrise des méthodes d'investigation s'avère indispensable afin d'éviter une mauvaise estimation de leurs propriétés et optimiser au mieux leur intégration dans de bonnes conditions dans leur environnement [27, 66]. Ce chapitre détaille la campagne d'essais menés pour caractériser ces matériaux, à travers leurs propriétés morphologiques (taille, forme et granulométrie), physiques (masse volumique, absorption d'eau) et enfin thermiques (conductivité thermique, chaleur spécifique)

Ce chapitre est construit alors autour de trois parties : la première partie présente les matériaux et les différentes techniques utilisées pour leur caractérisation. Les résultats expérimentaux font l'objet de la seconde et la troisième partie. La conclusion rappelle les principaux résultats obtenus et les conséquences qui en découlent sur le comportement des bétons-MCP.

# 2.1. Matériaux et méthodes de mesure

## 2.1.1. Matériaux

Les MCP considérés dans cette étude sont des MCP organiques sous forme de poudre de type Micronal® DS 5038 X commercialisés par BASF. Les propriétés de ces matériaux fournies par le constructeur sont présentées dans le tableau 2.1 :

**Tableau 2. 1.** *Caractéristiques thermophysiques des MCP fournies par le constructeur.*

| Forme | Taille (μm) | $\rho_{app}$ (kg/m$^3$) | $T_f$ (°C) | ΔH (kJ/kg) | L (kJ/kg) |
|---|---|---|---|---|---|
| poudre | 50-300 | 300-400 | 25 | 100 | 142 |

Où $\rho_{app}$, $T_f$, ΔH et L désignent respectivement la masse volumique apparente, la température de fusion, l'enthalpie de transformation et la chaleur latente des MCP

En tant que composant principal des MCP, la paraffine est incompatible avec le béton et cela implique nécessairement des modifications de ce composant [13]. Généralement, les modifications portent plus sur l'encapsulation de cette matière active. Suite à ce procédé, les paraffines encapsulées sont réunies en microcapsules qui s'agglomèrent pour former des macro-capsules de plusieurs microcapsules (figure 1. 14).

Selon la fiche technique présentée en annexe 2, ces matériaux sont considérés comme des fines et peuvent être incorporés dans les matériaux à base de plâtre ou des matériaux cimentaires. L'ajout de cette poudre peut modifier la maniabilité de la matrice, l'air entraînée et retarde le durcissement de béton. De plus ces matériaux ne peuvent pas résister à des températures supérieures à 140 °C. Par ailleurs, les particules agglomérées (macro-capsules) peuvent être endommagées sous l'effet de cisaillement ou sous l'action de l'eau ce qui augmente la surface interne et par conséquent, il est nécessaire d'augmenter la quantité d'eau ajoutée dans la matrice. Ainsi, il faut étudier la capacité des MCP à absorber l'eau. Ce point est d'une importance majeure notamment quand il s'agit d'incorporer les MCP dans les matériaux cimentaires pour lesquels la quantité d'eau doit être bien contrôlée et optimisée. De plus, il faut tenir compte de la fragilité de ces matériaux dans la pratique, surtout quand ces matériaux seront incorporés dans le béton. En effet, toute contrainte mécanique induite

pendant le processus de malaxage peut les endommager, ce qui induit une fuite de la paraffine.

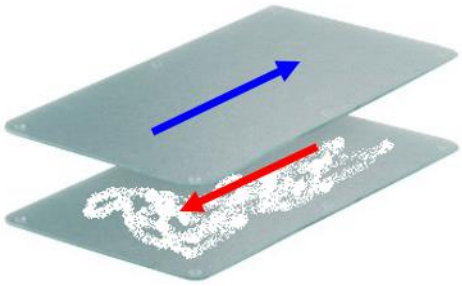


**Figure 2. 1 :** *Procédure d'endommagement des MCP*

C'est pourquoi nous avons proposé d'étudier à la fois les MCP à l'état naturel nommé MCP-NAT et les MCP après endommagement qu'on le nomme MCP-DAM. Ces derniers ont été obtenus en endommageant intensivement des MCP-NAT entre deux lames de verre par cisaillement répété (figure 2.1). Le but étant de simuler d'une part les efforts de cisaillement que peuvent subir les MCP pendant la phase de fabrication du béton notamment pendant le processus de malaxage et d'autre part d'évaluer si un endommagement relativement maitrisé des MCP a une influence sur les propriétés thermophysiques des matériaux même si que l'état d'endommagement n'a pas été évalué qualitativement au cours d'essais. Les MCP-DAM sont ensuite observés par MEB afin de vérifier l'homogénéité de l'état d'endommagement dans l'échantillon.

Afin de mieux étudier les propriétés thermophysiques de ces matériaux, plusieurs techniques de caractérisations ont été utilisées :

## 2.1.2. Mesures physiques

Cette section traite de l'étude de quelques propriétés physiques qui permettent de caractériser les MCP à savoir : La granulométrie, la structure, la masse volumique et l'absorption d'eau.

### 2.1.2.1. Analyse granulométrique

Il existe différentes techniques d'analyse granulométrique. La granularité de certaines particules est dans la plupart des cas déterminée par sédimentation [79]. Cependant, cette

technique est délicate et difficile à mettre en œuvre. D'autres techniques basées sur l'analyse de la tâche de diffraction d'un faisceau laser passant au travers d'une poudre ont permis de mettre en œuvre une méthode simple et rapide pour la détermination de la distribution granulométrique des poudres [79].

Le principe de la diffraction est décrit en fonction des tailles considérées par l'approximation de Fraunhofer ou la théorie de Mie [80]. La norme de référence qui traite des principes généraux de l'analyse granulométrique par diffraction laser est la norme ISO 13320-1. Cette norme préconise l'utilisation de ces théories pour les particules de forme sphériques. La théorie de Fraunhofer s'applique généralement aux particules de taille supérieure à la longueur d'onde du faisceau Laser. Dans le cas où le diamètre des particules est inférieur à la longueur d'onde, on utilise la théorie de Mie. Le modèle de Mie suppose que le faisceau laser est non seulement diffracté par les particules mais qu'il est également réfléchi et diffusé [80].

Il est possible d'effectuer la mesure sur des poudres sèches ou des suspensions concentrées en utilisant des agents dispersants ou mouillants adaptés. L'efficacité de cette technique repose sur trois variables : la pression de l'air, la vitesse d'alimentation de l'échantillon et la géométrie du disperseur.

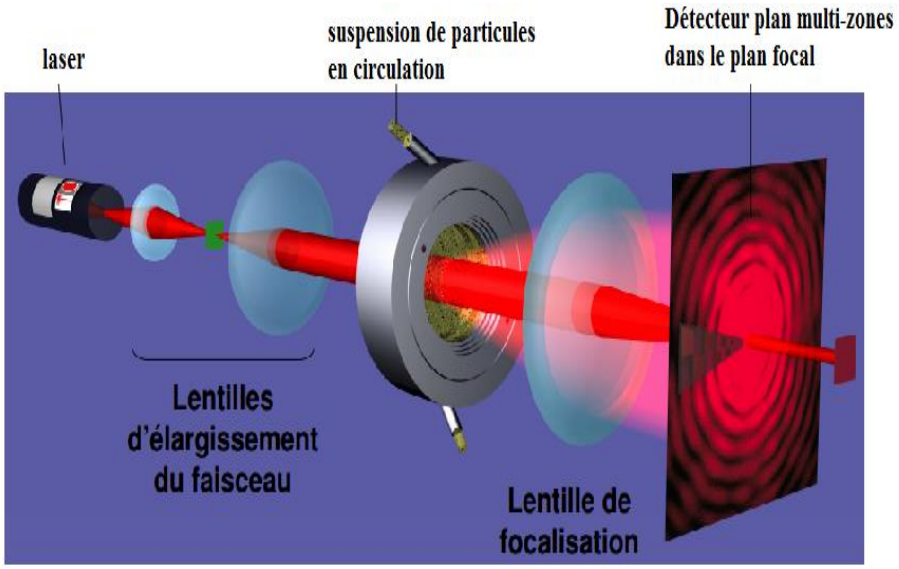



**Figure 2. 2 :** *Principe de mesure (Anglaret, [106]).*

Dans cette étude, la distribution granulométrique des MCP est déterminée par voie sèche afin d'éviter tout risque potentiel d'interférence de la matrice polymère des MCP avec

l'eau. Par ailleurs, afin de protéger les capsules contre les risques d'endommagement et de réduire la déformation de la capsule des essais à pression nulle ont été conduits. Les essais ont été réalisés en collaboration avec la société Malvern Instrument d'Orsay en utilisant un Mastersizer 3000 équipé de l4aero S (figure 2.3) permettant de disperser les poudres par voie sèche en se basant sur la théorie de Mie.

La dispersion des poudres est assurée par un système de venturi dont la pression d'alimentation variable peut être pilotée entre 0 et 4 bars. La dynamique de mesure s'étend de 0.1 mm à 3.5 mm. Une étude a été tout d'abord réalisée pour déterminer l'indice de réfraction complexe des particules. Cet indice a été déterminé par une visualisation des diagrammes résiduels et a été fixé à 1.52 pour la partie réelle et 0.1 pour la partie imaginaire. Le temps de mesure est de l'ordre de 10 secondes pour le bruit de fond et 10 secondes pour la mesure.



**Figure 2. 3 :** *Echantillonneur voie sèche-AERO (Malvern instrument, [107]).*

### 2.1.2.2. Observations microscopiques

La détermination de la morphologie des particules a été effectuée par microscopie électronique à balayage (Modèle : MEB ZEISS Supra 40 VP). Ce dispositif sert à reproduire des images à haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe de l'interaction électrons-matière (figure 2.4). Cette technique consiste à projeter un faisceau fin

d'électrons sur l'échantillon. L'interaction entre les électrons et l'échantillon induit la formation d'électrons secondaires de plus faible énergie, des électrons rétro diffusés et les rayons X. Ces électrons seront par la suite amplifiés, détectés et convertis en un signal électrique. Ce processus est réalisé en chaque point de l'échantillon par un balayage du microscope. L'ensemble des signaux permet de reconstruire la typographie de l'échantillon et de fournir une image en relief [26].

Généralement, l'échantillon est séché en le passant dans une étuve puis métallisé et déposé sur un support recouvert d'un adhésif double face pour observation. En effet, la métallisation permet de rendre conducteur les échantillons étudiés en utilisant une couche fine de métal. Dans ce cas d'étude, les MCP n'ont pas été séchés dans une étuve. Ceci dit le vide du métalliseur permet de désaturer les particules d'où mon ajout. Les MCP ont été métallisés en utilisant l'or.

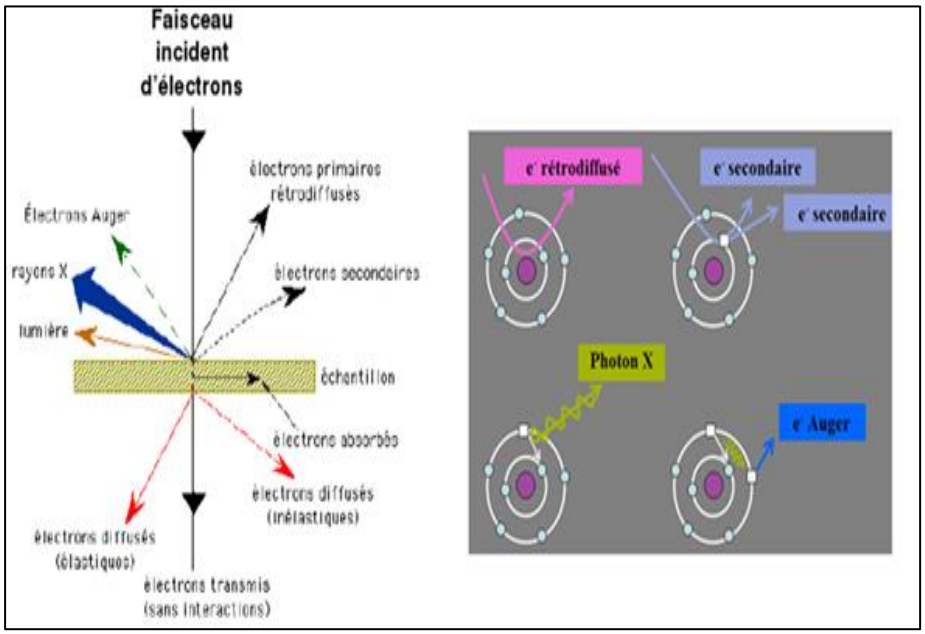



**Figure 2. 4 :** *Schéma de principe de la microscopie à balayage [26].*

### 2.1.2.3. Mesure de la masse volumique absolue et apparente

Les caractéristiques physiques d'une poudre dépendent de plusieurs paramètres comme par exemple sa taille, la forme des particules, la distribution granulométrique, la densité et la masse volumique.

La connaissance de la masse volumique absolue des MCP faisant l'objet de cette étude est un point clé reliant différentes propriétés thermophysiques entre elles telles que la conductivité thermique, la chaleur spécifique et la diffusivité.

La même technique utilisée pour la détermination de la masse volumique absolue des poudres conformément à la norme NF T 20-053 a été appliquée dans ce travail pour la détermination de la masse volumique des MCP. La méthode de caractérisation est celle du pycnomètre. Après la détermination de la masse sèche ($m_0$) de pycnomètre, la masse de pycnomètre rempli du solvant jusqu'au repère ($m_1$), nous déterminons la masse ($m_x$) de ce dernier rempli d'une masse ($m_{MCP}$) des MCP et de la masse du solvant complémentaire jusqu'au repère, en prenant soin de ne laisser aucune bulle d'air à l'intérieur de pycnomètre pendant cet essai. Les mesures ont été réalisées sur trois essais en utilisant un solvant inerte (alcool éthylique 96 %). Et la masse volumique absolue des MCP est calculée en fonction de l'équation (2.1) suivante :

$$\rho_{MCP-absolue} = \frac{m_{MCP}}{m_{MCP}+(m_1-m_0)-(m_x-m_0)}\rho_{solvant} \quad (2.1)$$

Avec : $\rho_{solvant} = 800\ kg/m^3$

De plus, des essais ont été menés afin de déterminer la masse volumique apparente des MCP conformément à la norme NF EN 1097-6. Elle est déterminée par la masse des MCP par rapport au volume v du récipient qu'ils occupent.

### 2.1.2.4. Mesure du coefficient d'absorption

Le coefficient d'absorption de l'eau par les MCP a été évalué suivant les recommandations de la norme NF EN 1097-6. Cependant, nous avons apporté quelques modifications sur cette norme afin d'éviter l'endommagement des capsules. En effet, le coefficient d'absorption est défini par la relation (2.2) suivante :

$$WA(\%) = \frac{m_h-m_s}{m_s} \quad (2.2)$$

$m_s$ et $m_h$ représentent respectivement la masse de l'échantillon après passage à l'étuve à 105 °C et la masse de l'échantillon saturé par de l'eau.



**Figure 2. 5 :** *Dispositif expérimental utilisé pour filtrer les MCP.*

Pour éviter le risque d'endommagement des MCP suite au processus de séchage, nous avons alors supposé que la masse sèche des MCP est égale à la masse des MCP à l'état initial. Par la suite pour déterminer la masse humide des MCP après 24 heures d'immersion dans l'eau, nous avons filtré les MCP sous vide en utilisant le dispositif présenté dans la figure 2.5. Ainsi, l'eau de gâchage des bétons-MCP sera ajustée en tenant en compte de l'eau qui sera absorbée par les MCP.

### 2.1.3. Mesures thermiques

L'étude expérimentale menée a pour objectif d'étudier les propriétés thermiques des matériaux en utilisant différents dispositifs expérimentaux :

- L'analyse thermogravimétrique (ATG) pour mesurer la perte de masse et la stabilité thermique d'un matériau en fonction de la température.
- La Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) pour la détermination des propriétés thermodynamiques des MCP.
- Le laser flash (LFA) pour la détermination de la conductivité thermique du matériau.

### 2.1.3.1. Analyse thermogravimétrique (ATG) et mesure de perte de masse



**Figure 2. 6 :** *Dispositif expérimental l'ATG (METTLER, TGA/SDTA 851®).*

La stabilité thermique des MCP est l'un des facteurs les plus importants pour les applications de stockage thermique. En effet, les MCP doivent être stables sur toute la plage de température souhaitée. Les limites de la stabilité thermique des MCP sont étudiées par l'analyse thermogravimétrique. Cette technique repose sur la variation de masse d'un échantillon soumis, soit à une température de chauffe définie par des paliers de température en fonction du temps, soit à une loi déterminée par élévation constante de la vitesse de chauffe [83].

La variation de la masse de l'échantillon peut être attribuée à des conditions d'environnement évolutives, à des réactions chimiques liées à la température, l'atmosphère, la pression, le champ magnétique ou encore à l'irradiation [84]. La thermogravimétrie est appliquée dans cette étude sur des échantillons de MCP de 8 mg à une vitesse de 10 K/min. L'essai a été répété 3 fois et un résultat moyenné a été considéré.

### 2.1.3.2. Analyse thermique par DSC, étude paramétrique de la masse et la cinétique de chauffe

La technique d'analyse thermique couramment utilisée pour la caractérisation physico-chimique des MCP est la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Cette méthode impose le choix d'une masse d'échantillon et d'une vitesse dynamique (de chauffe ou de refroidissement) pour le balayer (scanner) dans la gamme de température d'intérêt. Dans la littérature [28], des vitesses typiquement de l'ordre de 5 à 10 K/min sont souvent utilisées en DSC pour la caractérisation des matériaux. Cependant, ces paramètres risquent d'être incompatibles dans le cas des MCP et méritent de ce fait d'être calés et bien contrôlés [27, 66]. Dans le cadre de ce travail de recherche, nous avons mené une étude paramétrique traitant de l'impact des paramètres expérimentaux (masse et vitesse) utilisés en DSC sur la réponse thermique des MCP. A l'issue de cette étude, les paramètres d'essai ont été optimisés afin de permettre une meilleure identification des propriétés thermiques des MCP.

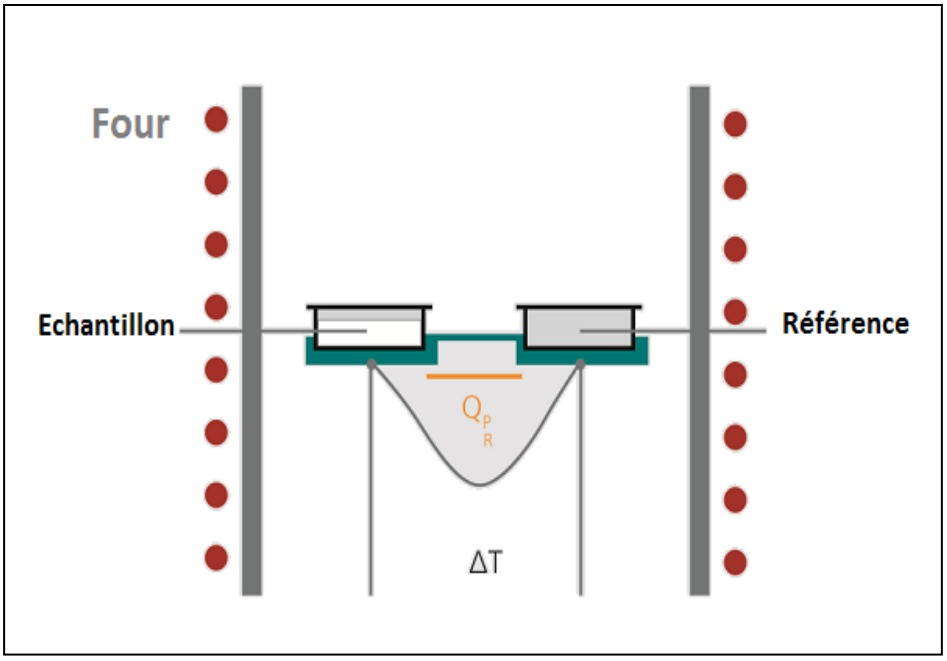



**Figure 2. 7 :** *Schéma descriptif de la DSC [26].*

La DSC est une technique classiquement utilisée pour mesurer les propriétés thermodynamiques d'un matériau à savoir, ses températures de fusion, de cristallisation et de transition vitreuse, sa chaleur spécifique et ses enthalpies de transformations. Cette technique

(figure 2.7) mesure la différence de flux de chaleur entre un creuset de référence et un creuset contenant l'échantillon à tester [26].

Dans notre cas d'étude, nous avons utilisé un DSC modèle 204 F1 Phoenix Netzsch à flux de chaleur. Son principe de fonctionnement est le suivant :

Les thermocouples vont mesurer les températures au fond de deux creusets dues aux variations de température du four. La différence de température entre les deux creusets est proportionnelle à la chaleur échangée au cours de la réaction [26] :

$$Q = m.C_p.\Delta T \qquad (2.3)$$

Dans notre cas d'étude, nous avons eu recours à cette technique afin de déterminer les propriétés thermiques des MCP étudiés. Les essais ont été effectués sous gaz inerte (Azote). Le cycle d'essai comprend deux phases de stockage et deux phases de déstockage de chaleur. Au début du cycle (figure 2.8) l'échantillon est maintenu à une température constante de départ, égale à 20 °C. Ensuite, le matériau est refroidi jusqu'à -10 °C ($1^{er}$ segment dynamique de refroidissement) puis chauffé jusqu'à une température égale à 55 °C ($1^{er}$ segment dynamique de chauffe) [26]. Un deuxième segment dynamique de refroidissement a été programmé de 55 °C à -10 °C suivi d'un isotherme et enfin d'un second segment de chauffe pour retourner à l'état initial (condition ambiante).

La plage de température considérée pour les essais par la DSC a été choisie en adéquation avec les températures ambiantes attendues dans le secteur du bâtiment et correspondant au contexte bi-national France-Tunisie.

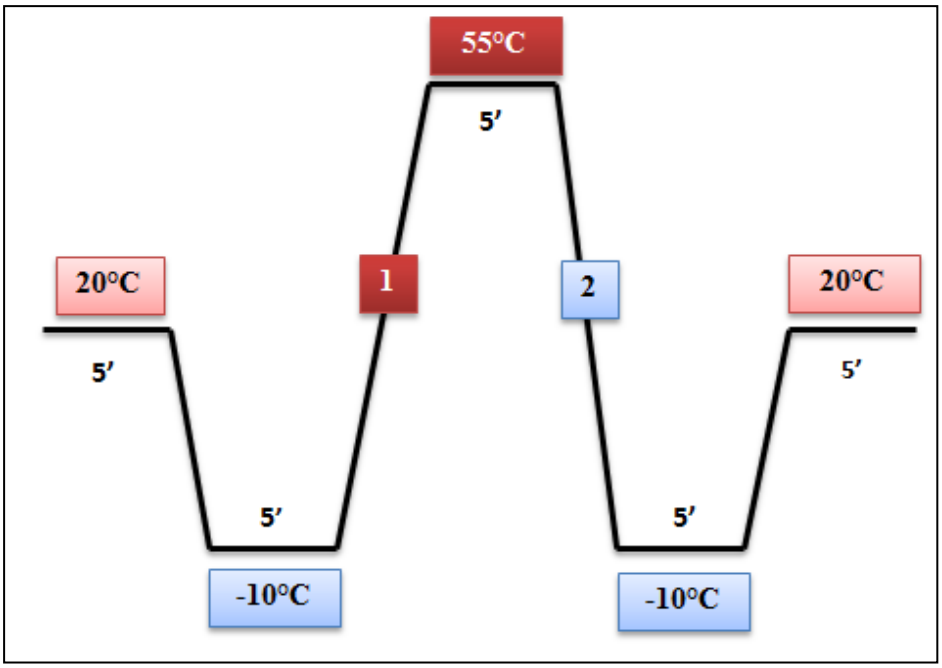



**Figure 2. 8 :** *Programme d'essai DSC (1 : segment endothermique, 2 : segment exothermique) [67].*

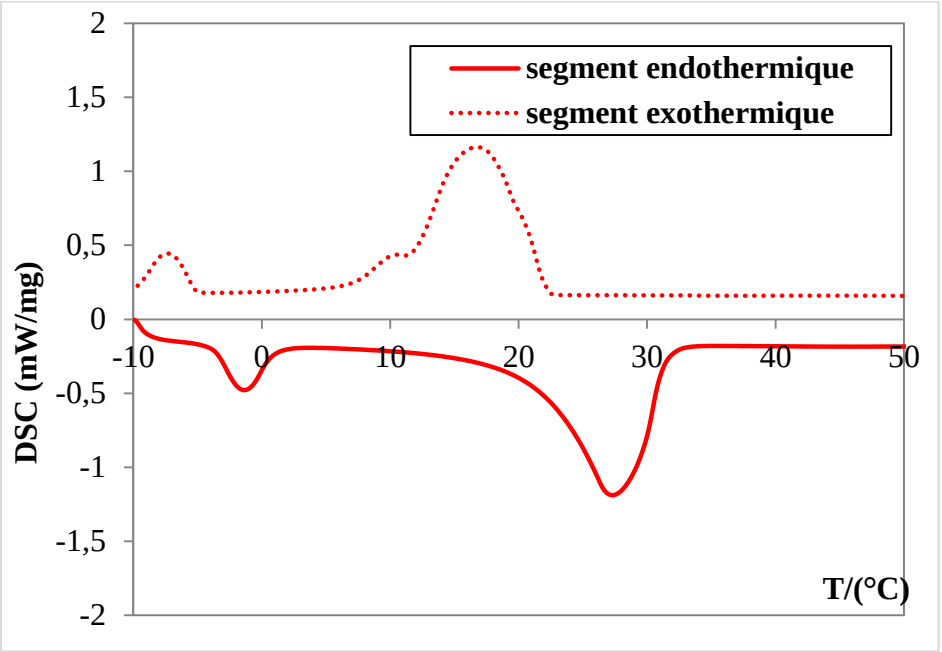



**Figure 2. 9 :** *Signal DSC en mode endothermique (courbe continue) et en mode exothermique (courbe discontinue).*

Pour chaque température imposée au cycle, une phase de stabilisation est nécessaire, qui permet aux matériaux de retrouver un état d'équilibre thermodynamique. Il a été convenu

de réaliser 3 essais par cycle à différentes vitesses de chauffe et de refroidissement allant de 0,5 K/min à 20 K/min. A noter que les essais avec des vitesses plus faibles de 0.5 K/min n'ont pas été menés. La figure 2.9 présente un exemple des résultats ainsi trouvé. Il s'agit du signal DSC des MCP en mode endothermique et exothermique mesurée à une vitesse de 5 K/min.

La détermination de la chaleur spécifique des MCP a été réalisée par DSC. Pour ce faire trois mesures ont été effectuées : une mesure de la ligne de la base, une mesure de standard (saphir) et une mesure de l'échantillon de masse $m_{ech}$ (figure 2. 10) [67].

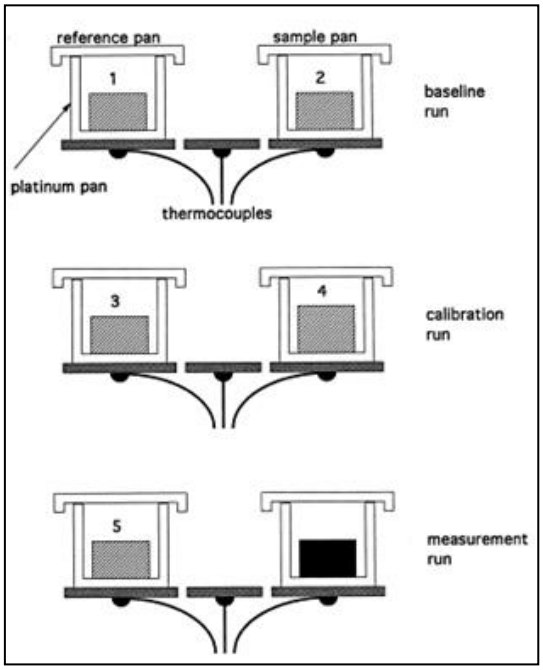



**Figure 2. 10 :** *Principe de mesure de la chaleur spécifique [26].*

Les deux premières mesures sont nécessaires pour déterminer la sensibilité calorimétrique de la machine E.

$$E_{DSC} = \frac{DSC_{saphir} - DSC_{ligne\ de\ base}}{m_{saphir}.C_p.dT/dt} \quad (2.\ 4)$$

Dans un second temps, une troisième mesure de l'échantillon permet de déterminer la chaleur spécifique de matériaux par la méthode des ratios [68].

$$C_p = \frac{DSC_{ech} - DSC_{ligne\ de\ base}}{m_{ech}.C_p.dT/dt} \quad (2.\ 5)$$

La calorimétrie différentielle à balayage est une méthode simple, fiable et précise. Cependant, comme nous l'avons mentionné dans l'étude bibliographique, certains travaux de recherche ont mis l'accent sur les limites de cette méthode [27, 28] en soulignant l'effet non-négligeable de la vitesse de balayage, de la masse de l'échantillon ainsi que le choix du standard et de la méthode d'interprétation sur les résultats obtenus par DSC.

### 2.1.3.3. Mesure de la conductivité thermique

La conductivité thermique des MCP a été mesurée par la technique du Laser Flash (LFA) en utilisant un appareil de mesure de diffusivité thermique MicroFlashTM, modèle 457 de Netzsch [26]. Les mesures ont été effectuées en mode dynamique sous une atmosphère inerte (Argon) à un débit de 100 ml/min et dans l'intervalle de température : -10 °C – 55 °C. Les MCP ont été placés dans un porte échantillon de 12.7 mm de diamètre et ont été couverts de graphite sur les faces avant et arrière afin d'augmenter l'absorption et l'émissivité du laser (figure 2.11). La technique laser flash est une méthode de mesure absolue et rapide de la diffusivité thermique.

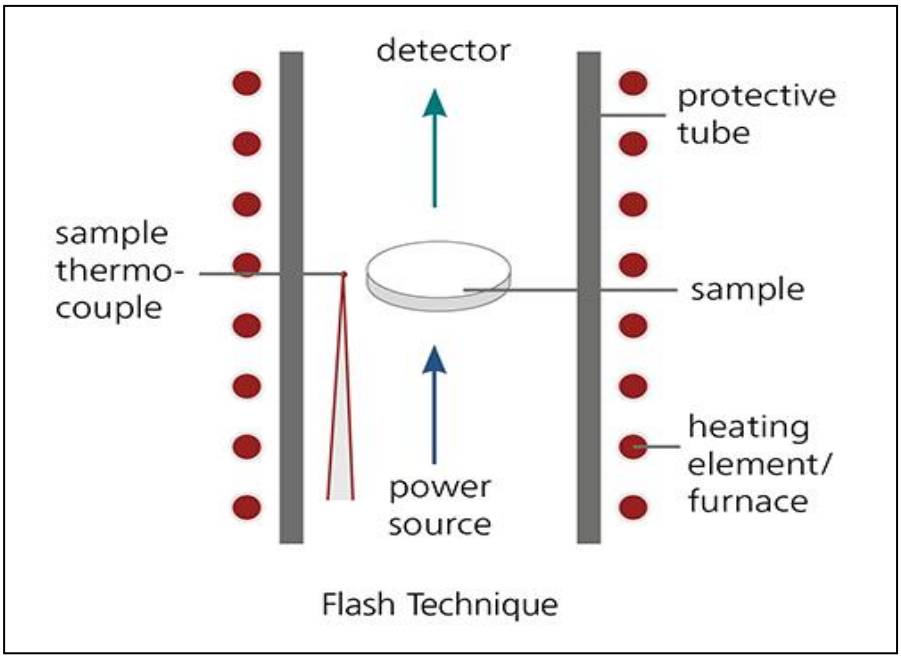



**Figure 2. 11 :** *Principe de mesure de la diffusivité thermique (NETZSCH, [85]).*

La diffusivité thermique est calculée en fonction de l'épaisseur de l'échantillon ($e_p$) en utilisant la formule (2.6) suivante :

$$a = 0{,}1388\ \frac{e_p^2}{t_{0,5}} \qquad (2.\ 6)$$

$t_{0,5}$ présente le temps à mi-hauteur, il est calculé à partir de signal enregistré par le LFA présenté sur la figure 2.12 :

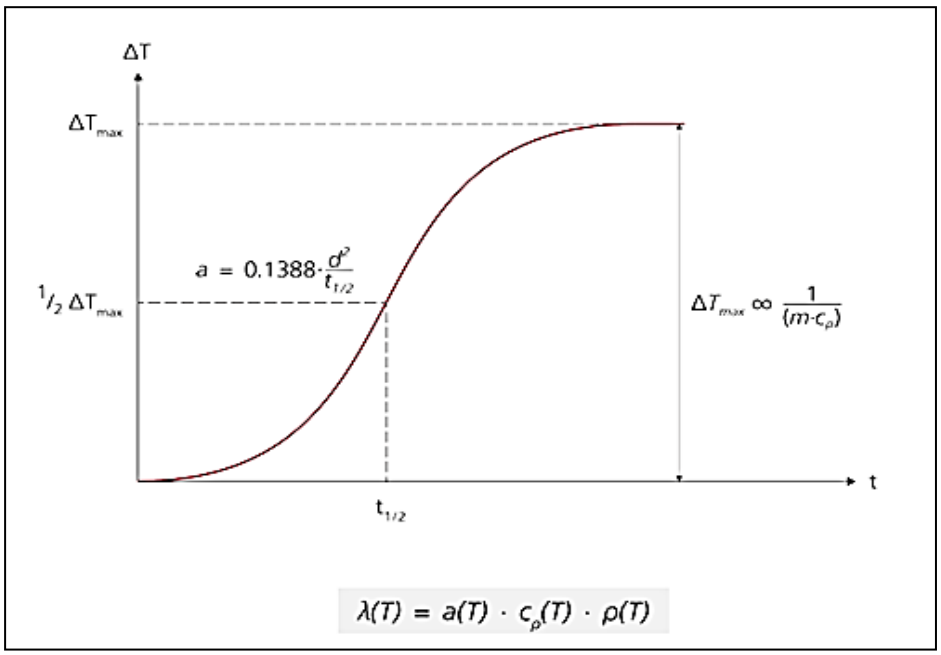



**Figure 2. 12 :** *Exemple de signal enregistré par LFA (NETZSCH, [85]).*

La conductivité thermique (λ) peut être alors déduite par la relation suivante :

$$\lambda(T) = a(T).\,C_p(T).\,\rho(T) \qquad (2.\ 7)$$

$a$, $C_p$ et $\rho$ représentent respectivement la diffusivité thermique, la chaleur spécifique et la masse volumique du matériau.

## 2.2. Résultats de mesures physiques

Dans ce paragraphe, nous présentons les caractéristiques morphologiques et physiques des MCP-NAT en comparaison avec celles des MCP-DAM :

### 2.2.1. Caractéristiques morphologiques des MCP (Distribution granulométrique et microstructure)

Les observations microscopiques des MCP-NAT à différents grandissements sont présentées sur la figure 2.13. La figure 2.13 montre que les particules MCP utilisées présentent une géométrie quasi-sphérique de diamètre moyen compris entre 100 μm et 300 μm. En fonction de taille des capsules, nous distinguons différentes types des capsules MCP : des macrocapsules, des mésocapsules et des microcapsules.

En effet, nous pouvons constater que les MCP (macrocapusles et mésocapsules) se présentent sous forme d'agglomérats de plusieurs milliers de microcapsules de MCP de diamètre allant de 5 à 20 μm. Cette agglomération connue aussi par « l'effet oursin » est vraisemblablement le résultat du processus de séchage par pulvérisation lors de l'élaboration des MCP (§1.2.2).

Par ailleurs, la micrographie de la figure 2.13 ((e) et (f)) montre une capsule de MPC présentant des pores au niveau de sa paroi extérieure et une autre à l'état endommagé.

La présence des capsules endommagées des MCP dans leur configuration initiale peut se révéler problématique et on peut se poser la question quant à la stabilité de ces matériaux dans le temps d'une part et dans le matériau de base dans lequel ils seront incorporés, d'autre part.

Pour répondre à ces différentes questions, une étude traitant de l'influence de l'endommagement sur les propriétés thermiques des MCP a été menée au cours de cette thèse. Cette étude a été conduite sur des MCP endommagés au laboratoire en se basant sur les résultats d'identification et d'optimisation des paramètres expérimentaux de la DSC qui seront présentés dans ce chapitre ((§3.2).

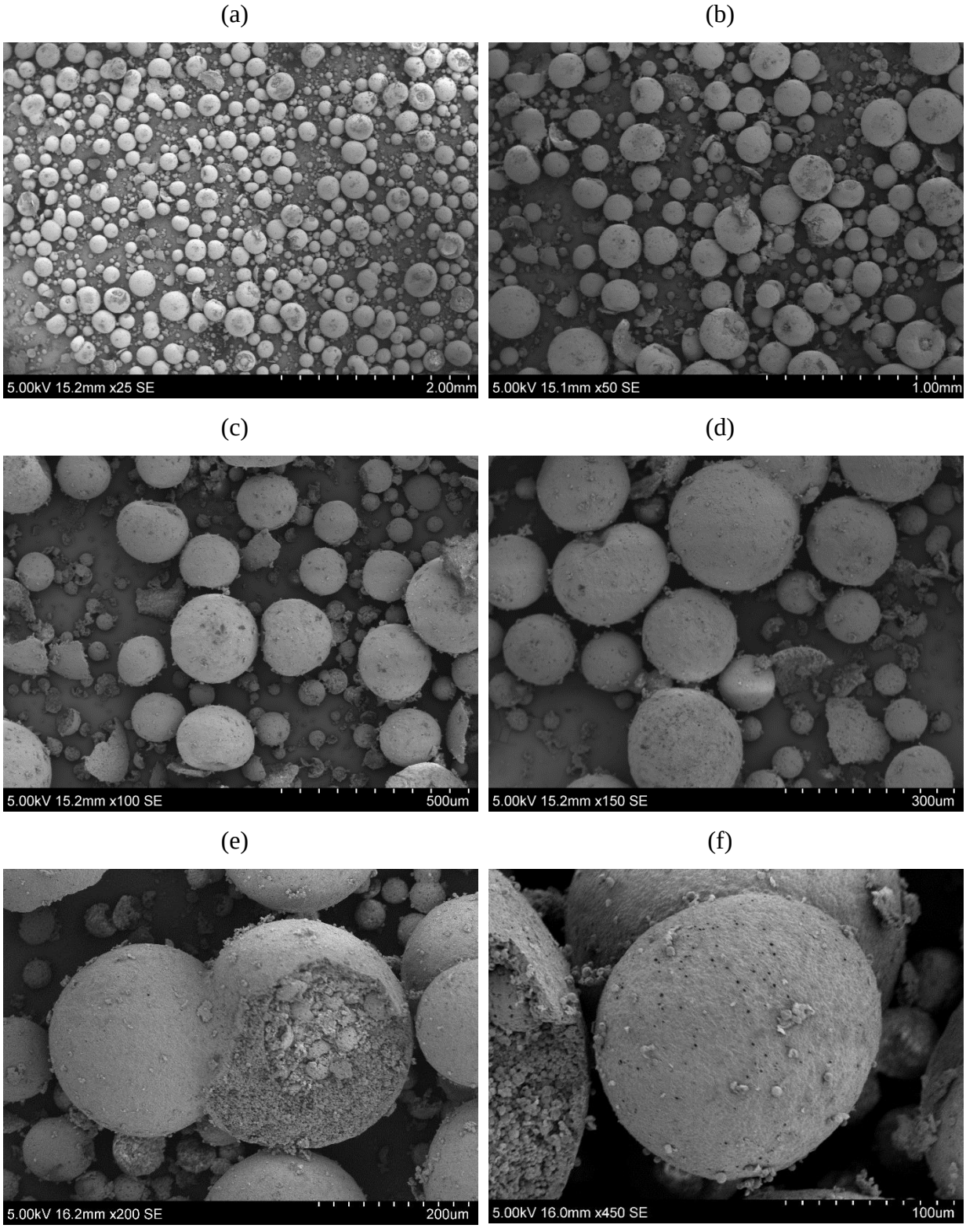



**Figure 2. 13 :** *Image MEB des MCP-NAT avec différents grandissements.*

La figure 2.14 présente la microstructure des MCP-DAM après endommagement. Nous constatons la présence des petites capsules de taille allant de 5 à 10 μm, quelques fragments de la paroi des MCP ainsi que la présence de quelques grandes capsules.

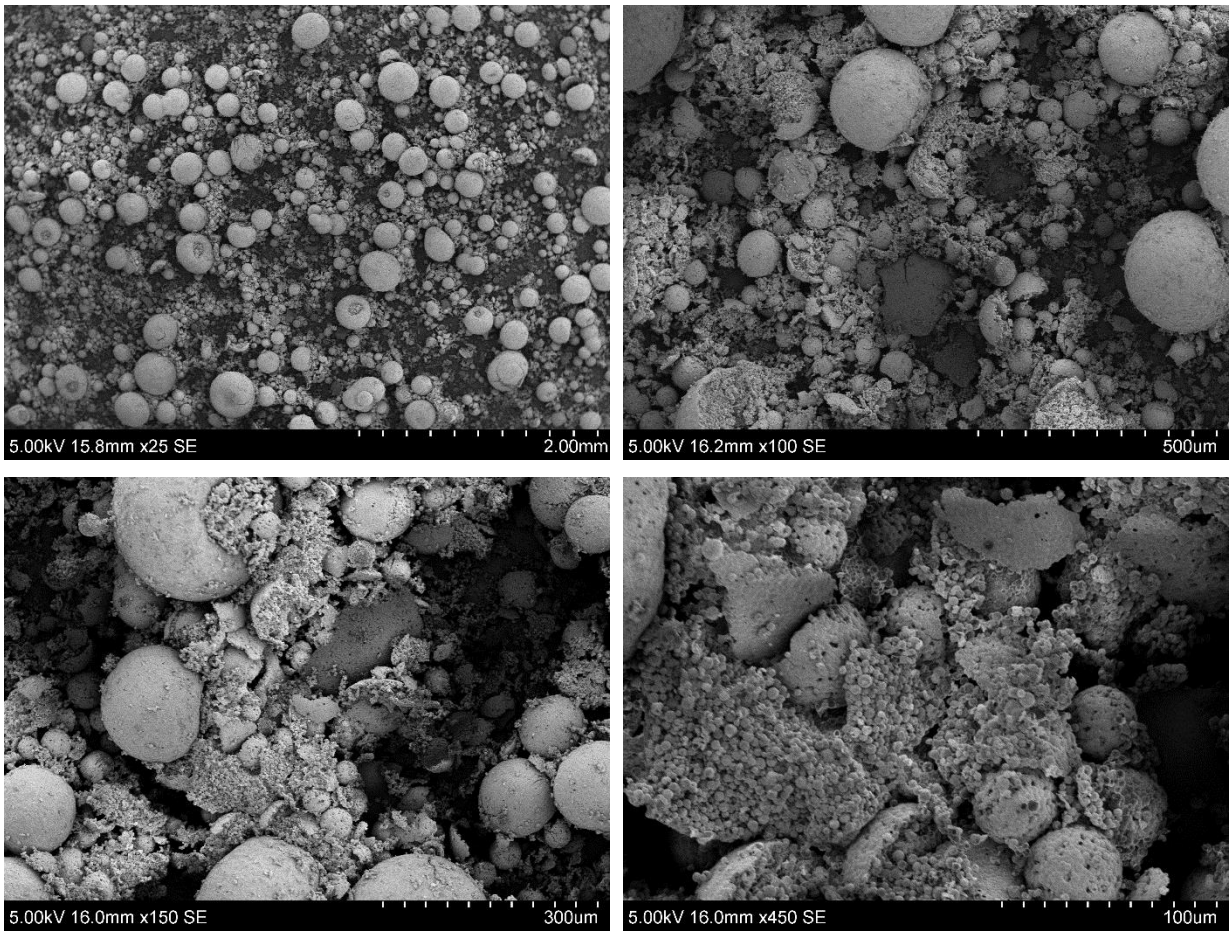



**Figure 2. 14 :** *Observation microscopique des MCP-DAM à différents grandissements.*

Ce résultat a été également confirmé par l'étude de la distribution granulométrique de ces deux types de MCP par voie sèche. La figure 2.15 présente les fractions cumulées en volume en fonction du diamètre équivalent des particules des MCP-NAT et des MCP-DAM.

La distribution des particules des MCP-NAT et des MCP-DAM montrent une distribution sous forme d'une dispersion monomodale. La figure 2.15 montre que les MCP-NAT présentent une seule population centrée sur 300 μm alors que les MCP-DAM présentent une population plus fine. Deux pics ont été détectés à 5 μm et à 200 μm.

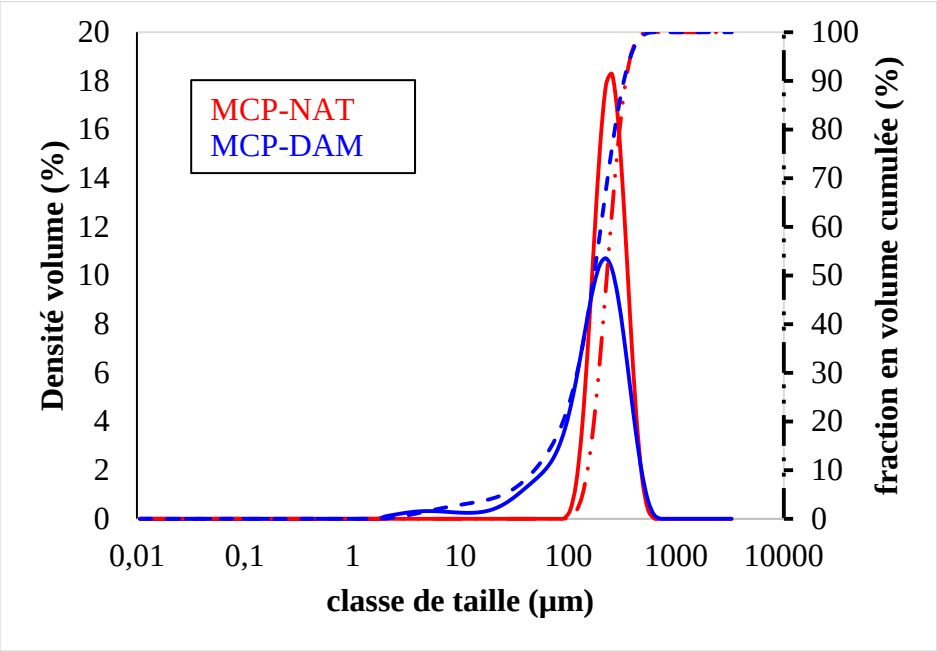



**Figure 2. 15 :** *Courbe granulométrique des MCP-NAT (courbe rouge) et des MCP-DAM (courbe bleue).*

### 2.2.2. Masse volumique et Coefficient d'absorption

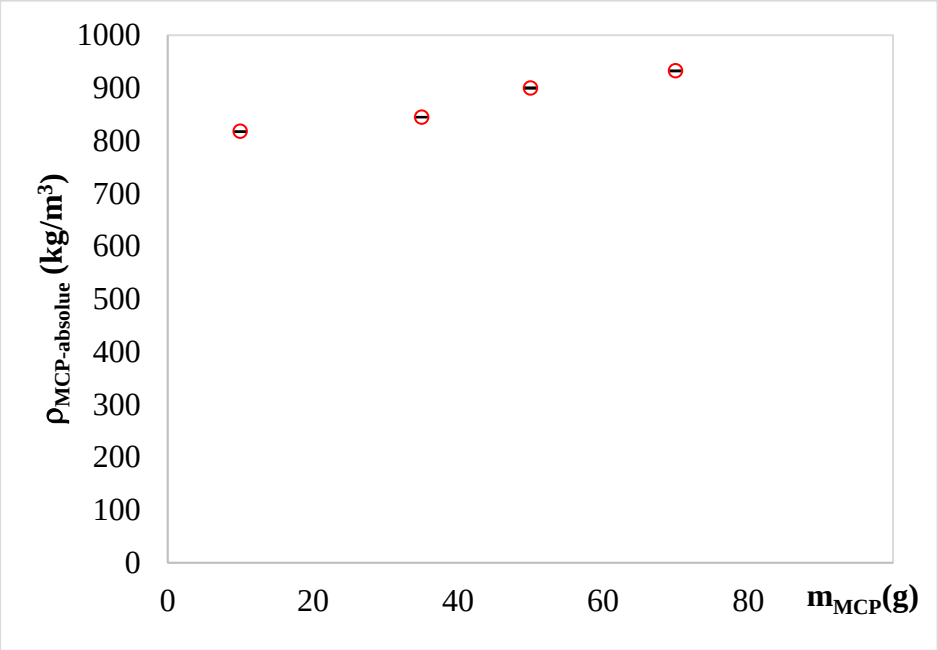



**Figure 2. 16 :** *Masse volumique absolue des MCP en fonction de la masse de l'échantillon.*

La masse volumique des MCP-NAT a été mesurée en faisant varier la masse de l'échantillon de 20 g à 70 g. La figure 2.16 présente la moyenne des différents essais réalisés. Nous constatons que la masse volumique des MCP varie entre 800 et 1000 kg/m$^3$ et que l'écart relatif entre les mesures ne dépasse pas 1,2 %. Nous constatons également que la masse volumique varie légèrement avec l'augmentation de la masse de l'échantillon testé. Ce résultat semble contradictoire avec la réalité car cette propriété est une donnée intrinsèque au matériau quelque soit la masse considérée. Nous pouvons attribuer ceci à la différence de saturation des MCP par le solvant. Par ailleurs, la masse volumique apparente des MCP varie entre 400 et 425 kg/m$^3$.

Les valeurs obtenues de la masse volumiques absolue et apparente des MCP sont cohérentes si nous tenons compte de la compacité des particules.

En parallèle des essais de coefficient d'absorption d'eau par les MCP-NAT et les MCP-DAM ont été effectués. Ces matériaux sont encapsulés dans une paroi étanche pour empêcher la fuite de la paraffine. Cependant, des études [45] ont montré que cette paroi peut absorber de l'eau.

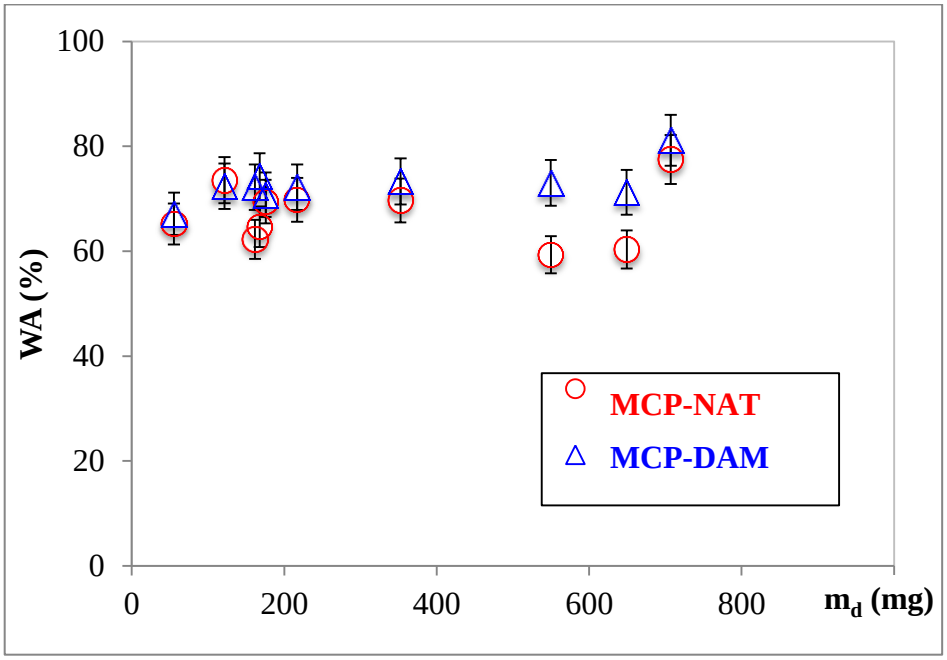



**Figure 2. 17 :** *Coefficient d'absorption d'eau en fonction de la masse des MCP-NAT (cercle rouge) et des MCP-DAM (triangle bleu).*

De plus, les observations microscopiques ont montré la présence des pores au niveau de la surface extérieure des MCP. La détermination de coefficient d'absorption dans ce cas est très importante afin d'ajuster la teneur en eau de gâchée de béton. Les résultats des mesures d'absorption d'eau par les MCP-NAT et les MCP-DAM sont présentés sur la figure 2.17.

La figure 2.17 montre que le coefficient d'absorption de deux matériaux est relativement proche et qu'il ne dépend donc pas de l'état d'endommagement des MCP. Ce coefficient est significativement important avec une valeur moyenne de l'ordre de 70 %. En outre, ce coefficient d'absorption varie avec la masse de l'échantillon considérée ; cette variation est due aux erreurs liées essentiellement à la méthode expérimentale choisie pour la mesure de ce coefficient en particulier la méthode de détermination de la masse de l'échantillon saturé par de l'eau et aux erreurs expérimentales. Cette capacité d'absorption d'eau est susceptible de modifier la fluidité de béton au cours du processus de fabrication et influencer ses propriétés à l'état durci. Il est donc nécessaire d'ajuster la quantité d'eau de gâchage des bétons pour pallier cet effet.

## 2.3. Résultats de mesures thermiques

### 2.3.1. Propriétés thermodynamiques et calage paramétrique

*a- Perte de masse*

L'analyse thermogravimétrique montre que la perte de masse est négligeable (moins de 1 %) jusqu'à 150 °C.

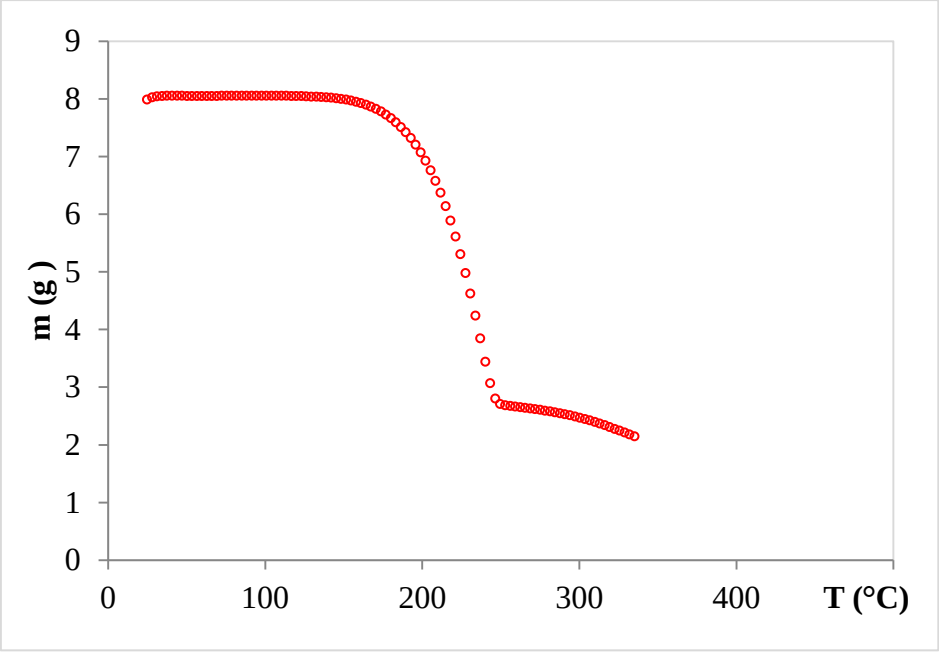



**Figure 2. 18 :** *Thermographe des MCP.*

Nous constatons également sur la figure 2.18 que la masse de l'échantillon chute brutalement avec la montée de température de 150 °C à 250 °C. Cette perte de masse qui dépasse 70 % peut correspondre à une dégradation du matériau en vapeur sous l'effet de la chaleur puisque la paraffine est inflammable à une température assez élevée. A partir de ces résultats, on peut conclure qu'il n'y a pas ni de perte ni de gain de masse pour la plage de températures d'intérêt [-10 °C, 55 °C]. On peut alors effectuer les essais des analyses par la DSC.

*b- Effet de la masse de l'échantillon et de la cinétique de chauffe sur le signal DSC*

Les essais DSC ont été réalisés sur deux types de MCP : des MCP à l'état naturel ci-après notés MCP-NAT et des MCP endommagés ci-après notés MCP-DAM. Les essais ont été réalisés à différentes vitesses de chauffe et en considérant différentes masses de l'échantillon. Les essais ont été réalisés trois fois par cycle. Une bonne répétabilité entre les 3 mesures a été constatée aussi bien pour les MCP-NAT que les MCP-DAM. En effet, la dispersion expérimentale des mesures DSC est inférieure à 1 %.

Les résultats de flux du signal DSC en mode endothermique des MCP-NAT et des MCP-DAM mesuré à différents vitesses de balayage sont présentés dans la figure 2.19. Il s'agit de l'évolution du flux de chaleur (signal DSC) en fonction de l'élévation de température. Ces mesures montrent que les pics de fusion des MCP-NAT et des MCP-DAM se décalent vers les hautes températures, alors que le début de fusion nommé «Onset» est identique pour toutes les vitesses de balayage et égale environ à 21.9 °C. Cela montre que la température de début de changement de phase, contrairement à celle du pic, est une caractéristique thermodynamique inhérente au matériau et ne dépend pas de ce fait de la configuration expérimentale en question.

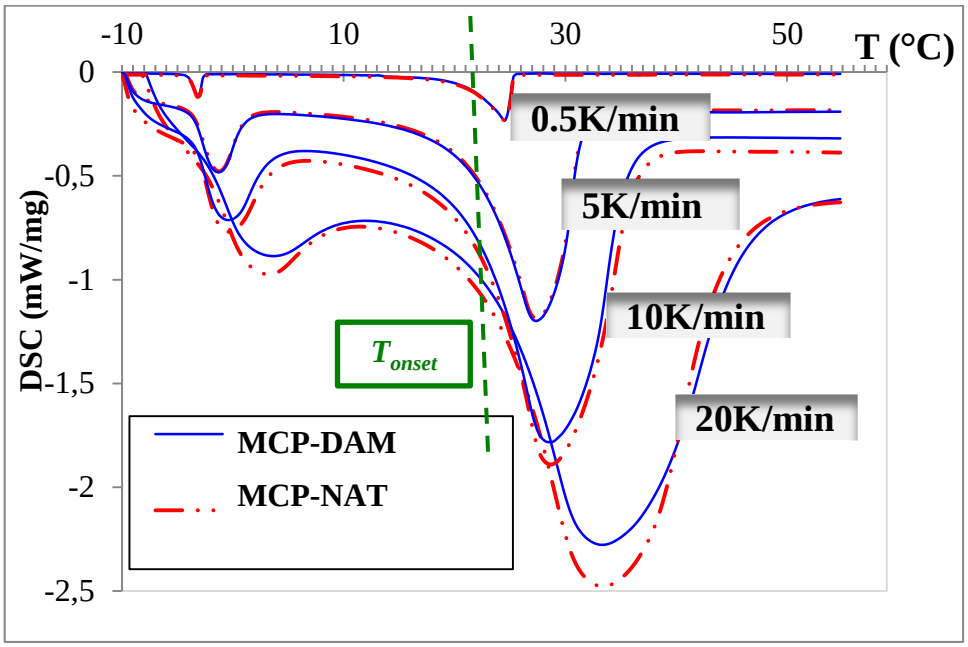



**Figure 2. 19 :** *DSC : flux dégagé par les MCP.*

Il a été souligné dans la littérature que des vitesses de l'ordre de 5 K/min à 10 K/min sont classiquement utilisées pour la caractérisation de ce type de matériaux [24, 27, 28]. Toutefois, de telles vitesses peuvent poser problème avec ces matériaux qui présentent souvent une conductivité thermique assez faible. Cette propriété requiert un balayage de l'échantillon avec un maximum de résolution afin de lui permettre d'atteindre un état d'homogénéité thermique pendant l'essai. Cependant, une vitesse de balayage très faible implique un temps d'essai très long et donc très coûteux. D'autre part, on peut aussi imaginer de tester des échantillons de très faibles masses afin de s'assurer que l'état d'équilibre soit rapidement atteint dans l'ensemble de l'échantillon. Néanmoins, un échantillon trop petit risque de ne pas être représentatif de l'ensemble du matériau (VER) et par conséquent pas bien reproductible de son comportement réel. Ainsi, il est important de trouver le bon compromis entre les différentes contraintes en optimisant au mieux les paramètres expérimentaux Masse/Vitesse utilisés en DSC. Pour ce faire, nous avons effectué deux séries de mesures : une première série en maintenant la masse de l'échantillon constante (environ 12 mg) et une deuxième série en variant la masse de l'échantillon tout en maintenant une vitesse de chauffe constante (0,5 K/min).

*c- Détermination de la chaleur spécifique des MCP étudiés*

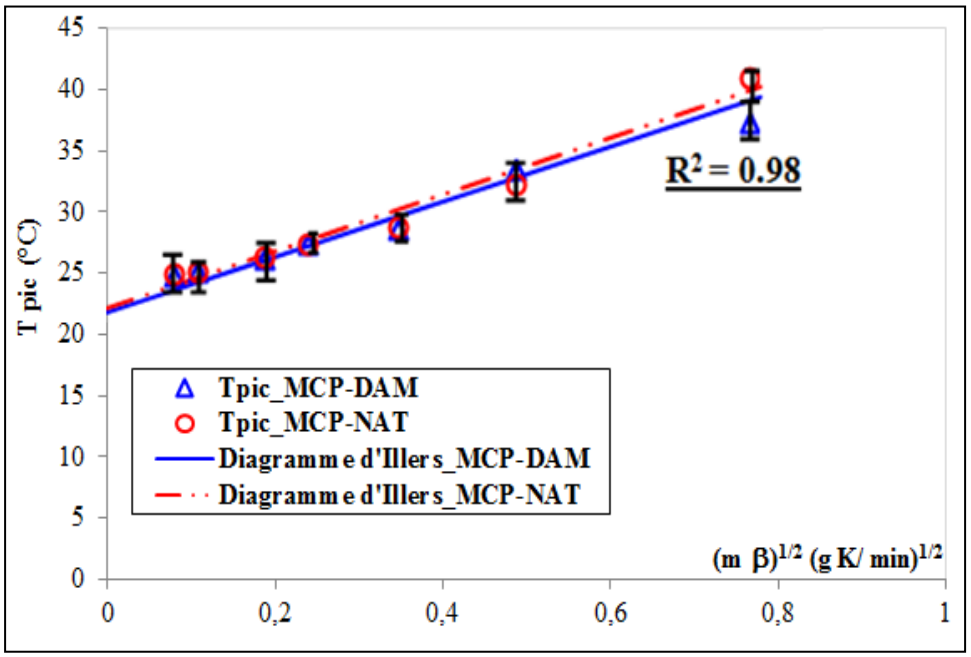



**Figure 2. 20 :** *Evolution de la température de pic des MCP-NAT et des MCP-DAM en fonction de la cinétique de chauffe, m = 12mg.*

Comme nous l'avons mentionné, le flux de chaleur dégagé par les MCP dépend de la cinétique de chauffe. Les différents essais ont montré que lorsque la cinétique de chauffe augmente, la température et l'aire du pic augmentent. Ce comportement a été également détecté dans le cas des MCP-DAM. La figure 2.20 présente l'évolution de la température de pic en fonction de la cinétique de chauffe des MCP-NAT et des MCP-DAM. Nous constatons que la température du pic suit une évolution linéaire en fonction de la cinétique de chauffe. En utilisant une vitesse de chauffe lente, le pic tend vers la température extrapolée à une vitesse de chauffe nulle (22 °C) qui présente la température de début de fusion des matériaux $T_{onset}$. Nous obtenons alors un bon accord entre cette valeur et la valeur de début de fusion déterminé expérimentalement (21,9 °C) avec un écart relatif de l'ordre de 0.5 %.

Cette relation entre la cinétique de chauffe et la température du pic a été étudié par [86]. En effet, [86] a établi le modèle (2.8) entre la vitesse de chauffe β et la température de pic $T_{pic}$ :

$$T_{pic} = T_{onset} + \sqrt{2R_f \Delta h}\sqrt{m\beta} \qquad (2.8)$$

$R_f$, Δh et m présente respectivement la résistance thermique, l'enthalpie spécifique et la masse de l'échantillon.

Le flux de chaleur (Φ) de l'échantillon mesurée par la DSC est proportionnel à la différence entre la température de référence ($T_r$) et celle de l'échantillon ($T_s$) :

$$\Phi = k(T_r - T_s) \qquad (2.9)$$

k est un facteur d'étalonnage négatif selon la nomenclature de la confédération internationale ICTAC [86].

La dérivée partielle de ce flux par rapport à la cinétique de chauffe présente la chaleur spécifique ($C_p$) de l'échantillon :

$$C_p = \frac{d\emptyset}{d\beta} \qquad (2.10)$$

La chaleur spécifique peut être alors déterminée par deux méthodes : soit par une méthode approchée permettant d'exploiter directement les résultats du flux de chaleur des MCP mesurée par DSC en dehors de la zone de changement de phase, soit en utilisant la

méthode classique décrite en 2.1.3.2. La première méthode nécessite de balayer l'échantillon à différentes vitesses de chauffe plus ou moins rapides et exploiter les résultats DSC dans le cas où l'échantillon est en équilibre et en dehors de tout phénomène thermique. Quant à la deuxième méthode, une mesure de $C_p$ est nécessaire en utilisant la procédure classique en trois étapes et en adoptant pour chaque étape un balayage de l'échantillon à une vitesse très lente, ce qui implique un temps d'essai plus important que la première méthode. Dans cette étude, nous avons utilisé ces deux approches pour le calcul de la chaleur spécifique des MCP étudiés. La première approche a fait l'objet d'un article publié dans une revue à comité de lecture [82]. Dans ce qui suit, l'article publié est reproduit en partie :

La figure 2.21 présente l'évolution du flux de chaleur hors changement de phase dégagé par les MCP-NAT en fonction de la cinétique de chauffe.

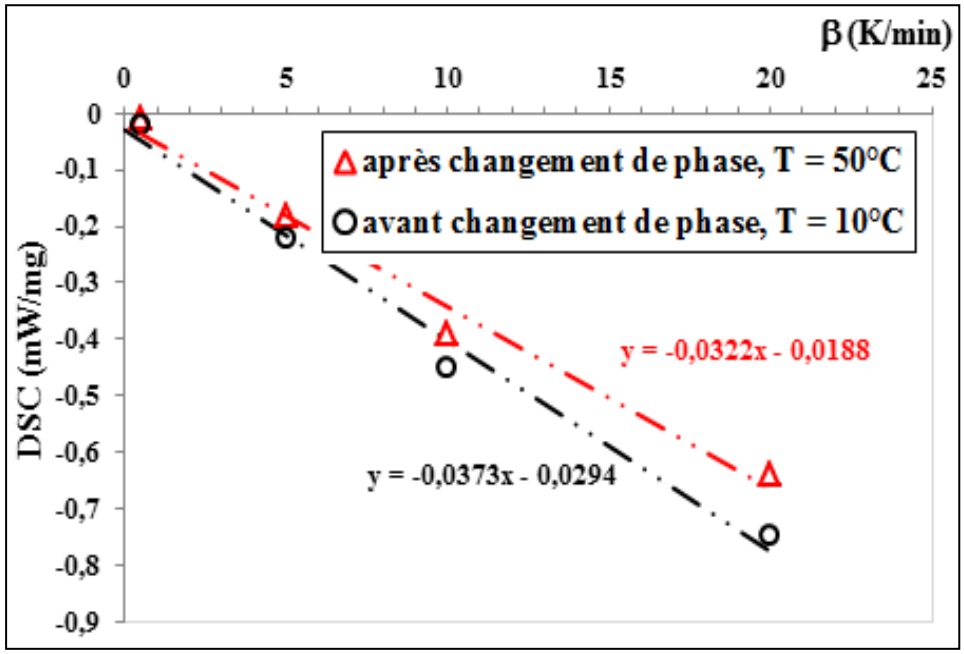



**Figure 2. 21 :** *Evolution des flux de chaleur des MCP-NAT en fonction de la cinétique de chauffe, à T = 10 °C (cercle noir) et à T = 50 °C (triangle rouge), m =12mg.*

La chaleur spécifique est déterminée en calculant la pente du flux de chaleur selon l'Eq. (2.10). On note une chaleur spécifique sensible de l'ordre de 2.24 J/g.K et 1.93 J/g.K enregistrée respectivement à 10 °C et 50 °C. Ces valeurs seront comparées par la suite aux valeurs déterminées expérimentalement par la méthode classique de mesure de Cp.

Les résultats de la figure 2.22 montrent l'évolution de la capacité calorifique massique des MCP-NAT mesurée par DSC dans la plage de température -10°C - 55°C. Les segments endothermique (de chauffe) et exothermique (de refroidissement) sont présentés. Nous pouvons distinguer 2 pics : un premier pic situé à basse température lié soit à la phase polymère ou à l'eau présent dans la capsule des MCP et un deuxième pic plus important qui traduit le changement de phase de la cire paraffinique. Nous avons constaté que ces matériaux présentent une chaleur spécifique sensible de l'ordre de 1.9 kJ/kg hors changement de phase.

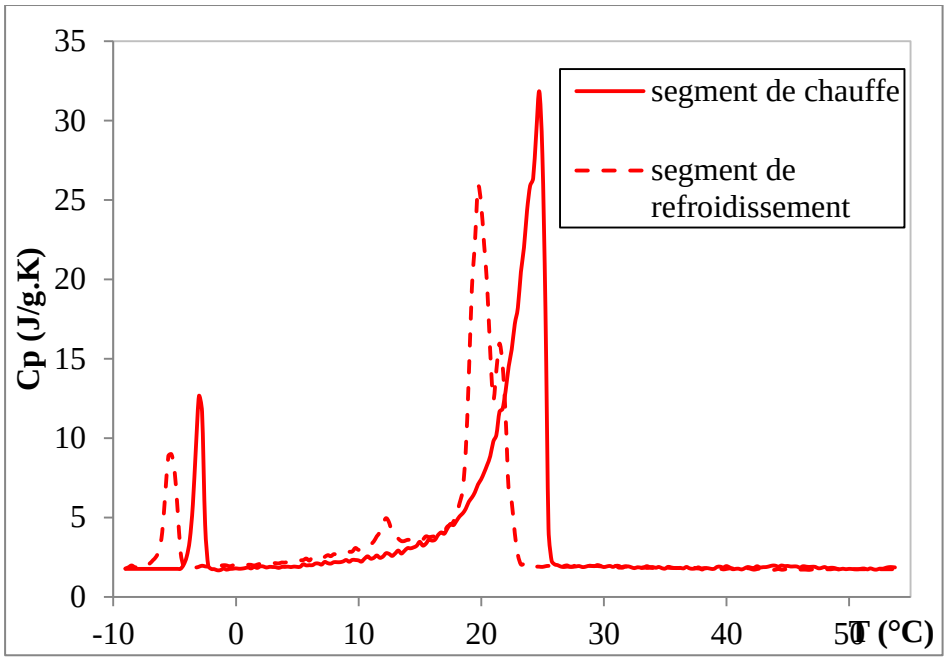



**Figure 2. 22 :** *Evolution de la chaleur spécifique des MCP en fonction de la température mesurée par la DSC, ($\beta$ = 0,5 K/min, m =12 mg).*

Ce paragraphe met en évidence donc l'influence de la vitesse de chauffe sur l'état d'équilibre. Les vitesses élevées peuvent conduire à l'apparition de gradients thermiques plus ou moins marqués dans l'échantillon. Par ailleurs, du fait de leur nature physico-chimique, la température mettra plus de temps à s'homogénéiser dans les MCP. Des vitesses de chauffe lentes sont par conséquent préconisées pour contourner ces phénomènes. La figure 2.23 présente la capacité calorifique massique des MCP-NAT mesurée à différentes vitesses (0.5, 5, et 20 K/min) dans la plage de température -10 à 55°C. Nous pouvons constater que la forme des différentes courbes dépend de la vitesse de chauffe notamment le pic de Cp qui devient de plus en plus aplati et large pour les vitesses de chauffe élevées. Il est important de noter que les MCP sont des matériaux peu conducteurs thermiquement, de ce fait, il est

nécessaire qu'ils soient scannés avec le maximum de résolution dans la plage de température d'intérêt afin que l'équilibre thermodynamique soit installé. En conséquence, il faut choisir alors des vitesses de balayage assez faibles afin de refléter le comportement réel des MCP.

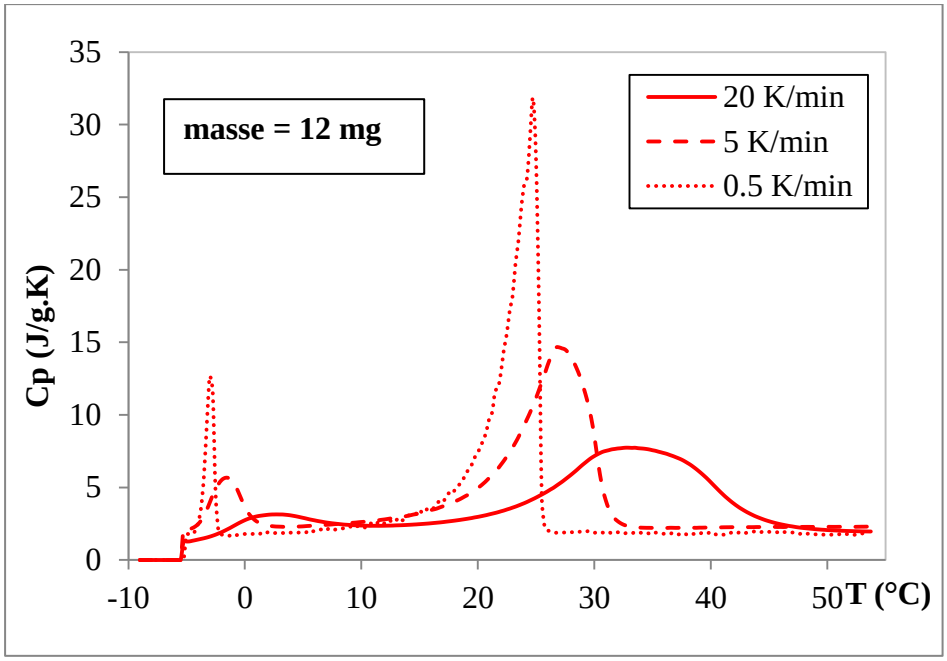



**Figure 2. 23 :** *Evolution de la chaleur spécifique en mode endothermique des MCP-Nat en fonction de la température mesurée par la DSC, m =12 mg.*

**Tableau 2. 2.** *Chaleur spécifique et enthalpie de transformation des MCP-NAT (m = 12mg)*

| | **β (K/min)** | | |
|---|---|---|---|
| | **0.5** | **5** | **20** |
| **$Cp^s$ (kJ/kg.K)** | 1.8 ± 0.02 | 2.3 ± 0.05 | 2.4 ± 0.08 |
| **Ecart relatif (%)** | 27 | | 33 |
| **$Cp^l$ (kJ/kg.K)** | 1.9 ± 0.01 | 2.2 ± 0.08 | 2.0 ± 0.07 |
| **Ecart relatif (%)** | 16 | | 5 |
| **$\Delta H^m$ (kJ/kg)** | 102 ± 0.03 | 96.5 ± 0.07 | 84.6 ± 0.09 |
| **Ecart relatif (%)** | 9.5 | | 20.7 |

Le tableau 2.2 présente les valeurs de la chaleur spécifique avant changement de phase (état solide) notée $C_p^s$, après changement de phase (état liquide) notée $C_p^l$ ainsi que l'enthalpie de transformation qui correspond à la chaleur latente de transformation intégrée dans la plage de température 10 °C - 30 °C. Nous avons noté d'une part un écart important entre les propriétés thermiques mesurées à 0,5 K/min et les propriétés thermiques mesurées à 5 K/min

et 20 K/min. Par ailleurs, nous constatons que l'écart entre la chaleur spécifique avant et après changement de phase est faible pour une vitesse de balayage donnée.

**Tableau 2. 3.** *Chaleur spécifique enregistrée à 10 °C et à 50 °C et enthalpie de transformation des MCP-NAT (m = 12mg) en comparaison avec la méthode approchée.*

| | **β (K/min)** | | |
|---|---|---|---|
| | **0.5** | **5** | **10** |
| **$Cp^{10}$ (J/g.K)** | 2.22 ± 0.02 | 2.64 ± 0.08 | 2.69 ± 0.1 |
| **Ecart relatif (%)** | 0.90 | 15.20 | 16.73 |
| **$Cp^{50}$ (J/g.K)** | 1.80 ± 0.03 | 2.29 ± 0.06 | 2.36 ± 0.09 |
| **Ecart relatif (%)** | 7.22 | 15.72 | 18.22 |

Les valeurs de la chaleur spécifique mesurée expérimentalement par la DSC à différentes vitesses de balayage ainsi que les valeurs de la chaleur spécifique calculée en utilisant l'équation 2.8 sont présentés dans le tableau 2.3. $C_p^{10}$ et $C_p^{50}$ présentent la chaleur spécifique enregistrée respectivement à 10 °C (Etat solide) et à 50 °C (Etat liquide). Nous constatons un bon accord entre les deux méthodes de détermination de la chaleur spécifique pour les vitesses de balayage lente. En effet, un écart inférieur à 1 % a été enregistré. Cet écart devient de plus en plus important pour des vitesses de balayage rapides. Un écart près de 18 % a été noté pour une vitesse de 10 K/min à 50 °C. Ainsi, la méthode proposée permet de déterminer rapidement une valeur approximative mais satisfaisante de la chaleur spécifique des MCP en utilisant des vitesses de balayage lentes. Cette nouvelle méthode qui repose sur la réalisation d'une seule mesure par la DSC permet de réduire et d'optimiser le temps jusqu'à 7h au lieu de 21h de mesure de la chaleur spécifique par la méthode classique.

Nous avons également étudié l'effet de la masse sur les propriétés thermiques des MCP. La figure 2.24 représente la chaleur spécifique des MCP mesurée avec des masses variables (8 mg, 10 mg et 12 mg) et une vitesse de chauffe constante de 0.5 K/min. Nous constatons sur la figure 2.23 que lorsque la masse de l'échantillon diminue, le signal de la DSC diminue. En effet, plus en diminuant la masse plus le signal diminue et risque de disparaitre. Ces résultats mettent donc en évidence la limitation de la DSC pour une faible masse d'échantillon. Ces résultats sont similaires à ceux issus de la littérature [28].

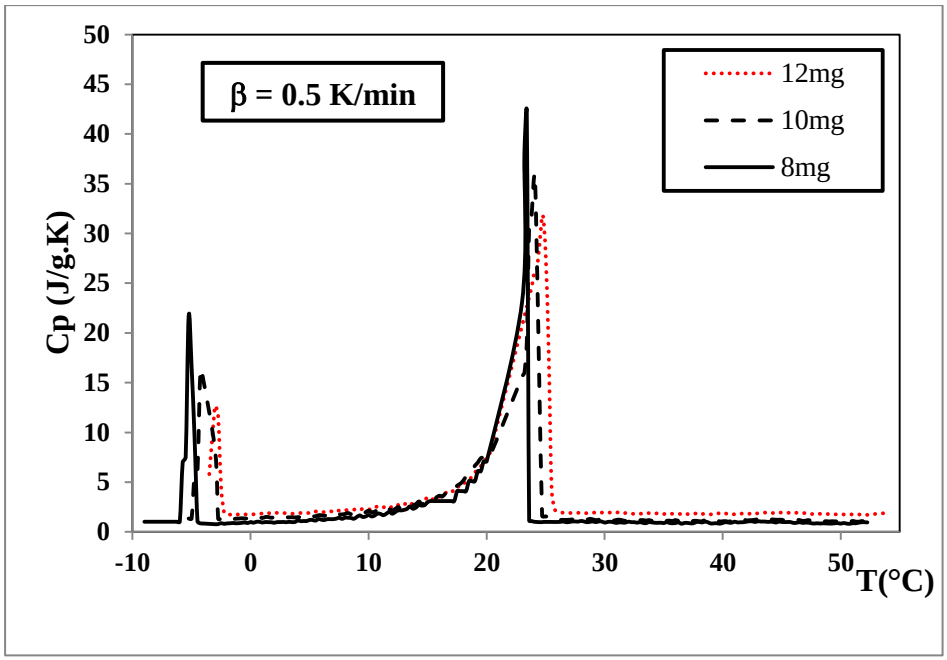



**Figure 2. 24 :** *Evolution de la chaleur spécifique en mode endothermique des MCP-Nat en fonction de la température mesurée par la DSC, β = 0.5 K/min.*

Il a été remarqué que l'utilisation des masses faibles de l'échantillon (≤ 8 mg) provoque une baisse significative du signal. Dans notre cas, nous avons noté (tableau 2.4) un écart significatif de l'ordre de 10 % entre l'enthalpie de fusion mesurée avec une masse de 10 mg et une masse de 12 mg.

**Tableau 2. 4**. *Chaleur spécifique et enthalpie de transformation des MCP-NAT (β = 0.5 K/min)*

| | **Mass (mg)** | | |
|---|---|---|---|
| | **8** | **10** | **12** |
| **$Cp^s$ (kJ/kg.K)** | 1.1 ± 0.04 | 1.2 ± 0.02 | 1.8 ± 0.01 |
| **$Cp^l$ (kJ/kg.K)** | 1.1 ± 0.08 | 1.1 ± 0.06 | 1.9 ± 0.01 |
| **$\Delta H^m$ (kJ/kg)** | 89 ± 0.09 | 92 ± 0.07 | 102± 0.02 |

Les essais réalisés sur les MCP par la DSC montrent que l'effet de la variation de la vitesse de balayage et de la masse est similaire sur la réponse thermique des MCP. Ainsi, il faut caler ces deux paramètres avec une grande précision pour avoir un meilleur rapport signal/bruit d'une mesure.

Les paramètres retenus dans cette étude pour une meilleure estimation des propriétés thermiques des MCP étudiés sont : masse = 12 mg, vitesse = 0,5 K/min.

## 2.3.2. Diffusivité et conductivité thermiques

La figure 2.25 présente la diffusivité thermique des MCP. Les mesures ont été réalisées en collaboration avec la société NETZSCH. Nous constatons que la diffusivité thermique diminue avec l'augmentation de la température. Un minimum a été détecté au moment de changement de phase.

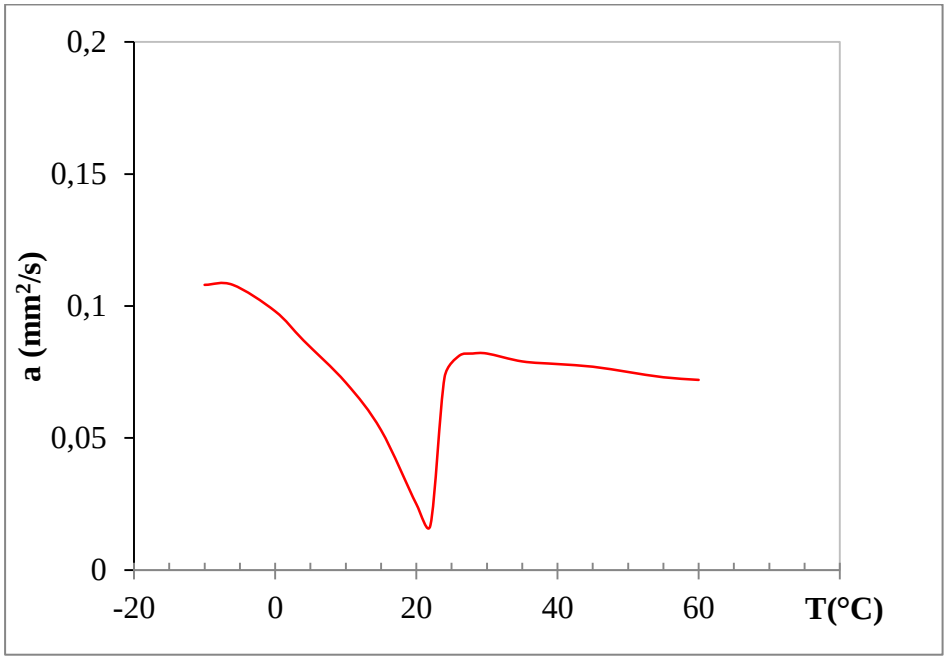



**Figure 2. 25 :** *Diffusivité thermique des MCP-NAT.*

La conductivité thermique des MCP a été déterminée à partir de la diffusivité thermique et la chaleur spécifique des MCP mesurée par la DSC. La figure 2.26 présente l'évolution de la conductivité thermique des MCP en fonction de la température. Nous constatons que la conductivité thermique des MCP est faible.

Les résultats obtenus sont proches des données fournies par le constructeur représentées par la ligne horizontale en pointillée et supposées indépendante de la température. On constate également une légère diminution de la conductivité thermique avec l'augmentation de la température de mesure.

Au-delà de leur rôle de condensateur d'énergie, les MCP jouent aussi le rôle d'une barrière thermique ce qui explique la baisse de la diffusivité thermique et la conductivité thermique aux alentours du changement de phase.

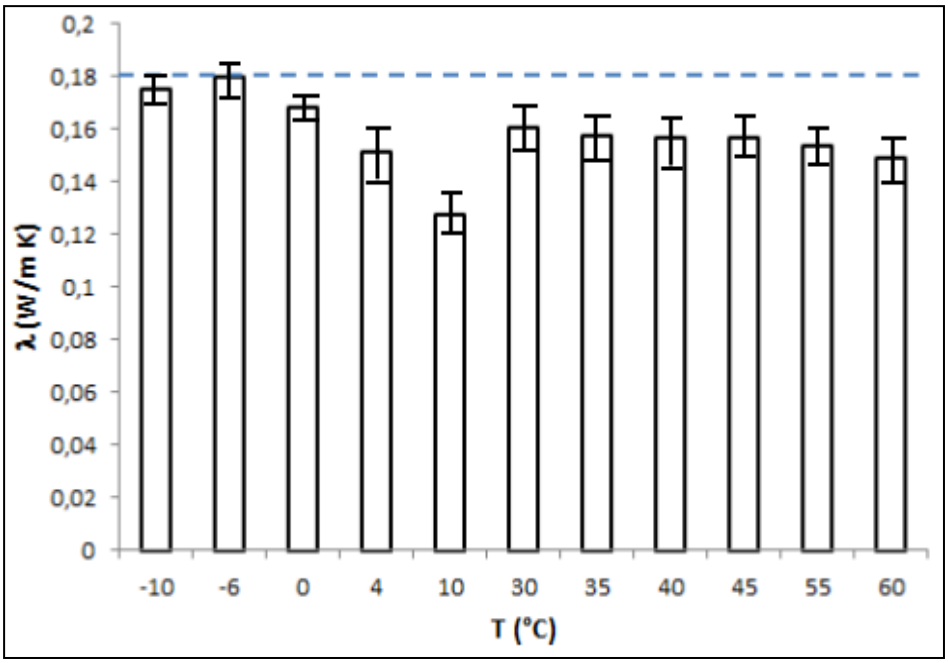



**Figure 2. 26 :** *Conductivité thermique des MCP-NAT.*

### 2.3.3. Influence de l'endommagement des MCP sur leurs propriétés thermophysiques, étude comparative

La figure 2.19 montre que pour des cinétiques de chauffe inférieure à 5 K/min la différence entre le flux de chaleur dégagée par les MCP-NAT et par les MCP-DAM est négligeable. Cependant, l'écart devient de plus en plus significatif en augmentant la cinétique de chauffe. Par exemple, un écart de l'ordre de 8,8 % a été enregistré entre le pic de température de flux dégagée par les MCP-NAT et les MCP-DAM en utilisant une vitesse de 20 K/min.

Les paramètres expérimentaux de la DSC optimisés précédemment ont été utilisés pour mesurer la chaleur spécifique des MCP-DAM. La figure 2.27 présente l'évolution de la chaleur spécifique des MCP-DAM en comparaison avec la chaleur spécifique des MCP-NAT.

Nous constatons que l'évolution de deux chaleurs spécifiques est similaire. Cependant, le tableau 2.5 souligne un écart de l'ordre de 28 % entre la chaleur spécifique des MCP-DAM et des MCP-NAT après changement de phase.

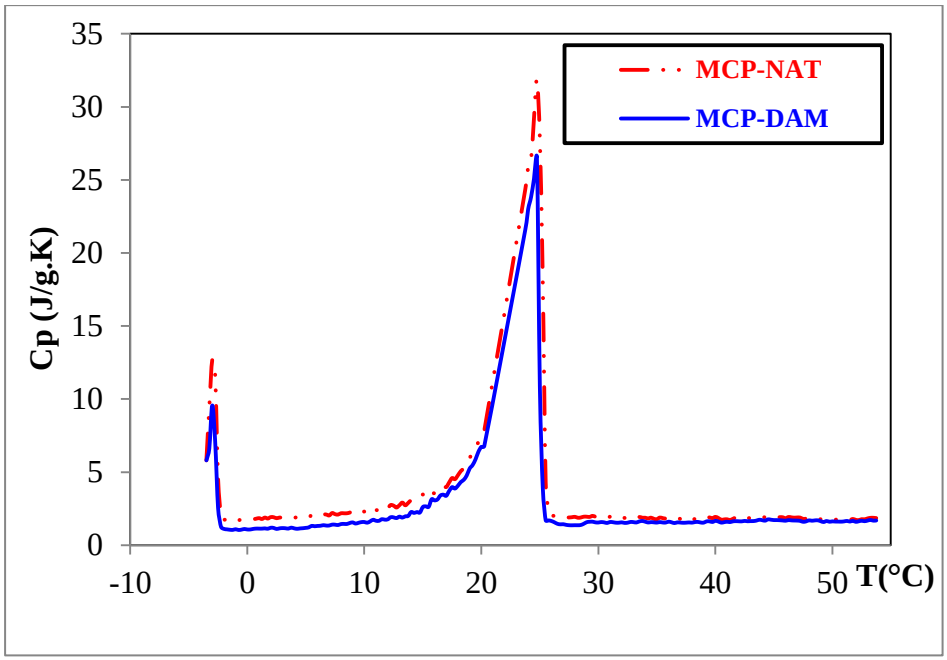



**Figure 2. 27 :** *Evolution de la chaleur spécifique des MCP-DAM (courbe bleue) en fonction de la température en comparaison avec la chaleur spécifique des MCP-NAT (courbe rouge).*

Cet écart est peut-être dû à la fuite de la paraffine suite à l'endommagement de la capsule ou à la dégradation de condition de transfert thermique du fait de la dégradation de la surface d'échange des capsules qui assure la stabilité des MCP d'un point de vue thermique.

**Tableau 2. 5.** *Chaleur spécifique des MCP-NAT en comparaison avec les MC- DAM ($\beta$ = 0.5 K/min et m = 12mg)*

| | $Cp^s$ (kJ/kg.K) | $\Delta H^m$ (kJ/kg) | $Cp^l$ (kJ/kg.K) |
|---|---|---|---|
| **MCP-NAT** | 1.8± 0.18 | 102 ± 0.01 | 1.9± 0.06 |
| **MCP-DAM** | 1.29± 0.05 | 90 ± 0.02 | 1.59± 0.38 |
| **Ecart relatif (%)** | 28 | 12 | 16 |

Cette étude a souligné la dégradation des propriétés thermiques des MCP suite à l'endommagement. Il faut alors tenir en compte de cette propriété une fois les MCP introduit dans le béton.

## 2.4. Conclusions

Plusieurs méthodes de caractérisation ont été présentées dans ce chapitre afin d'analyser les propriétés thermophysiques des MCP étudiés. En effet, leur morphologie a été déterminée par des observations microscopiques. Ces observations ont souligné le caractère fragile de ces derniers par la présence des capsules endommagées ainsi que la présence des pores au niveau de la membrane extérieure des macrocapsules. De ce fait, il s'avère nécessaire d'étudier d'une part la microstructure de matériaux incorporant des MCP et d'investiguer d'autre part l'effet de l'endommagement des capsules ainsi que la fuite de la paraffine sur la réponse thermique et mécanique du béton. Par ailleurs, la technique de la DSC a permis de déterminer les propriétés thermiques des MCP à l'état naturel et à l'état endommagé. Il a pu être constaté au cours de ce chapitre l'influence de la vitesse de chauffe et de la masse de l'échantillon sur leurs propriétés thermiques. Ainsi, les paramètres expérimentaux de la DSC ont été optimisés afin de diminuer les incertitudes liées à l'expérience. Dans ce cadre, une nouvelle approche de détermination de la chaleur spécifique des MCP a été proposée. Cette approche permet une excellente estimation de la chaleur spécifique des MCP tout en diminuant le temps expérimental nécessaire pour la mesure d'une telle propriété. D'autres analyses telles que l'ATG, la mesure de coefficient d'absorption ont été effectuées pour maîtriser les propriétés thermophysiques de ces matériaux. Cette étude a mis en évidence la complexité de ces matériaux, il convient de garder en mémoire les différentes propriétés afin de tester leurs influences sur le comportement des bétons-MCP.

# Chapitre 3 : Identification des propriétés thermiques et mécaniques des bétons-MCP


3.1. Plan expérimental ..... 89

3.1.1. Formulation des mortiers et des bétons étudiés ..... 89

3.1.2. Essais de caractérisation des bétons étudiés ..... 91

3.1.2.1. Mesure de l'affaissement (état NAT et DAM des MCP) ..... 91

3.1.2.2. Méthode modifiée pour la mesure de la chaleur d'hydratation ..... 92

3.1.2.3. Résistance à la compression ..... 95

3.1.2.4. Propriétés thermiques des bétons-MCP ..... 95

3.2 Etude de l'hydratation des mortiers-MCP ..... 100

3.2.1 Effet des MCP sur la réaction d'hydratation ..... 100

3.2.2 Effet de l'endommagement des MCP sur la réaction d'hydratation ..... 102

3.3 Propriétés physiques et mécaniques des bétons-MCP ..... 104

3.3.1 Microstructure des bétons-MCP ..... 104

3.3.2 Affaissement des bétons-NAT et des bétons-DAM ..... 105

3.3.3 Résistance mécanique : effet temps et microstructure ..... 106

3.3.4 Prédiction par la loi de Féret de la résistance mécanique des bétons-MCP ..... 108

3.4 Propriétés thermiques des bétons-MCP avant et après vieillissement ..... 112

3.4.1 Cas du Béton-NAT ..... 112

3.4.2 Cas du Béton-DAM ..... 114

3.5 Conclusions ..... 117

Ce travail fait suite à une étude préliminaire menée à l'IRC-ESTP en 2010-2012 dans le cadre de deux projets de fin d'études [26, 125] traitant de bétons incorporant des MCP et en particulier de l'effet d'incorporation des MCP sur les propriétés thermiques du béton. Les résultats trouvés nous ont conduits à sélectionner 3 teneurs de MCP pour ce travail.

Trois formulations de bétons-MCP ont été élaborées en se basant sur la méthode classique de formulation de Dreux-Gorisse. Dans ce chapitre, on s'intéresse plus précisément à l'étude des propriétés thermiques et mécaniques des bétons-MCP. Leurs propriétés thermiques et mécaniques ont été comparées à celle d'un béton de référence.

L'étude bibliographique menée sur ce sujet a montré que très peu de travaux de recherche ont trait à l'étude de l'effet de l'incorporation des MCP sur les propriétés du béton. Néanmoins, les recherches menées ont unanimement conclu que l'ajout des MCP améliore les propriétés thermiques du béton grâce à leur chaleur latente, mais certaines de leurs propriétés (porosité, absorption d'eau, etc) peuvent affecter la résistance mécanique du béton, ce qui pourrait être problématique pour sa durabilité et ses performances structurales. Par ailleurs, nous avons vu au deuxième chapitre que les capsules MCP sont, dans certains cas, sujettes à des phénomènes de détérioration notamment lors du processus de fabrication du béton-MCP pouvant affecter les performances de ces matériaux. Il est donc nécessaire de prendre en compte ces phénomènes pour pouvoir appréhender le comportement des bétons modifiés avec des MCP. De plus, afin de vérifier l'effet de la variation de volume suite au changement de phase de la paraffine sur les performances thermiques des bétons-MCP au cours du temps, ces derniers vont subir un cycle thermique de vieillissement accéléré pour évaluer par la suite leurs performances thermiques, à savoir la conductivité thermique et la chaleur spécifique. En effet, la variation de volume de la paraffine suite aux changements de phase peut atteindre 10 % [95]. Ce changement de volume pourrait entraîner des baisses de performances du matériau.

La première partie concerne une présentation de la formulation des bétons-MCP. On présente ensuite, l'étude expérimentale menée pour la caractérisation des bétons. Cette étude permet de déterminer l'ensemble des données indispensables à l'étude probabiliste et la simulation numérique qui sont présentées dans les chapitres 4 et 5. Dans la troisième partie, nous présentons et discutons les différents résultats obtenus.

# 3.1. Plan expérimental

Cette partie présente les méthodes de mise en œuvre et d'analyse utilisées pour caractériser les bétons-MCP. Les bétons sont formulés par la méthode de Dreux-Gorisse [87]. Les différentes formulations des bétons-MCP ont été caractérisées à différents âges : au jeune âge (affaissement, chaleur d'hydratation) et à moyen et long terme (résistance à la compression, conductivité thermique, chaleur spécifique). Une étude de vieillissement a également été menée pour explorer ces propriétés à plus long terme. A cet effet, les bétons-MCP ont été soumis à des cycles thermiques et leur thermo-stabilité a été étudiée à différentes échéances.

## 3.1.1. Formulation des mortiers et des bétons étudiés

Le béton est l'un des principaux matériaux de construction et le deuxième matériau minéral le plus utilisé à l'échelle mondiale [88]. Il s'agit d'un matériau hétérogène fabriqué à partir de granulats agglomérés par un liant minéral. Sa composition a une grande influence sur les caractéristiques du béton et son comportement.

Afin de satisfaire les caractéristiques requises par le cahier de charge, une étape d'optimisation de la formulation du béton est incontournable tout on tenant compte des exigences appropriées à l'ouvrage et à son environnement [89]. La démarche retenue pour l'étude de composition de béton comporte essentiellement deux phases :

- **Une première phase théorique**, qui permet de déterminer la quantité des constituants nécessaires à la confection d'un mètre cube de béton, soit par une méthode graphique telle que celle de Dreux-Gorisse, soit par une méthode numérique telle que l'utilisation de logiciels comme par exemple BétonLab (IFSTTAR, ex-LCPC) [89]. Ces deux méthodes ont été conçues afin de prédire les propriétés des bétons et de proposer des formulations optimisées [90]. Ces méthodes reposent sur le principe de la recherche de la compacité granulaire maximale.
- **Une deuxième phase expérimentale**, qui sert généralement à contrôler et à corriger expérimentalement la formule théorique des bétons obtenus. Cette étude permet de vérifier que cette formulation répond réellement aux exigences des cahiers des charges [91].

Le béton de référence considéré au cours de cette étude est composé par du gravier (4/12), du sable (0/4) et du ciment CEM II/A-V 32.5 R. Les fiches techniques sont données en annexe 3. L'application de cette approche, détaillée sur l'annexe 3, a permis de déterminer la formulation de béton de référence suivante :

**Tableau3.1.** *Formulation du béton de référence selon la méthode de Dreux-Gorisse*

| | **Ciment (C)** | **Eau (E)** | **Sable (S)** | **Gravier (G)** |
|---|---|---|---|---|
| **Masse (kg)** | 360 | 163 | 726 | 1045 |

Cette formule a été ajustée par une série d'essais expérimentaux afin de corriger la quantité d'eau et des granulats. La composition du béton de référence après correction est donnée dans le tableau 3.2. Il s'agit d'une formulation classique avec un rapport E/C égale à 0.53. La quantité d'eau a été ajustée de telle sorte à assurer une bonne maniabilité du béton avec un affaissement de 6 cm. Il faut noter que tous les granulats utilisés au cours de cette étude ont été préalablement séchés à l'étuve pendant 24h et les constituants destinés au gâchage stockés au minimum 24h à l'avance dans une pièce à température contrôlée à T = 20 °C. La quantité d'eau absorbée par les granulats a été déterminée en respectant la norme NF EN 1097-6.

**Tableau.3. 2.** *Formulation du béton de référence après correction*

| | **Ciment (C)** | **$Eau_{eff}$ ($E_{eff}$)** | **Sable (S)** | **Gravier (G)** | **$Eau_{aj}$ ($E_{aj}$)** |
|---|---|---|---|---|---|
| **Masse (kg)** | 360 | 192 | 748 | 1076 | 203 |

$Eau_{eff}$, $Eau_{aj}$ présentent respectivement l'eau efficace et l'eau du gâchage.

Trois fractions volumiques de MCP ont été considérées : 1, 3 et 5 % par rapport au volume total du béton, ce qui correspond à environ 3, 9 et 15 % par rapport à la masse totale du ciment. Ce choix est guidé par l'analyse que l'on souhaite faire et afin d'avoir une distribution granulométrique comparable des trois mélanges. Les MCP ont été incorporés dans le béton à la fin de malaxage afin d'éviter au maximum l'endommagement des capsules.

Dans le chapitre précédent, nous avons souligné la nécessité d'ajuster la teneur en eau de gâchage après l'incorporation des MCP et d'étudier l'effet de leur endommagement sur le comportement des bétons-MCP. L'eau de gâchage a été alors ajustée en fonction de la teneur

en MCP introduite dans le béton en tenant compte de leur coefficient d'absorption préalablement déterminé. Par ailleurs, pour évaluer l'effet d'endommagement sur le comportement des bétons-MCP, on propose d'introduire des MCP préalablement endommagés dans le béton. Ainsi, deux gâchées ont été préparées, une première gâchée (gâchée$_1$) en béton modifié avec des MCP-NAT non endommagés ci-après noté béton-NAT et une deuxième gâchée (gâchée$_2$) en béton modifié avec des MCP-DAM endommagés ci-après noté béton-DAM.

Les mortiers sont formulés sur la base de la formule du béton optimisée précédemment en considérant les mêmes proportions volumiques des MCP mentionnées ci-dessus. La formulation du mortier de référence est présentée sur le tableau 3.3. Nous constatons d'après ce tableau que pour le mortier de référence la compacité du sable est de l'ordre de 0,47 ce qui est cohérent avec la littérature [128, 129]. L'ajout des MCP dans le mortier va entraîner une diminution des volumes des constituants du mortier et en particulier le volume de ciment. En effet, un écart maximal de l'ordre de 8 % a été noté entre le volume de ciment de mortier de référence et celui de mortier contant la teneur maximale en MCP pour un même volume de mortier.

**Tableau.3. 3.** *Formulation du mortier de référence*

| | **Ciment (C)** | **Eau$_{eff}$ (E$_{eff}$)** | **Sable (S)** | **Eau$_{aj}$ (E$_{aj}$)** |
|---|---|---|---|---|
| **Masse (g)** | 500 | 267 | 1038 | 272 |

On désignera, par la suite, ref, mix 1, mix 3 et mix 5 respectivement le béton/mortier référence et le béton/mortier incorporant respectivement 3, 9 et 15 % des MCP par rapport à la masse totale du ciment. Les quantités des granulats sont données en masse de matériaux à l'état sec et la quantité d'eau de gâchage pour la mise en œuvre de 1m$^3$ de béton de référence de mix 1, mix 3 et mix 5 est égale respectivement à 203, 208, 220 et 232 kg.

## 3.1.2. Essais de caractérisation des bétons étudiés

### 3.1.2.1. Mesure de l'affaissement (état NAT et DAM des MCP)

L'essai au cône d'Abrams a été effectué conformément à la norme européenne NF EN 12350-2 [92]. Les essais réalisés ont pour but d'étudier dans un premier lieu l'effet de

l'incorporation des MCP sur la maniabilité de béton et dans un second lieu d'identifier l'effet de l'endommagement des MCP sur cette propriété.

### 3.1.2.2. Méthode modifiée pour la mesure de la chaleur d'hydratation

La chaleur d'hydratation est mesurée par la méthode du calorimètre de Langavant (figure 3.1), suivant la norme NF 196-9. L'essai consiste à introduire une boite cylindrique d'environ 1600 g contenant du mortier fraîchement préparé dans un calorimètre afin de mesurer l'évolution de la chaleur d'hydratation.




**Figure 3. 1 :** *Boites à mortiers de Langavant.*

Les matériaux servant à la fabrication du mortier ainsi que le matériel utilisé dans la mise en œuvre sont placés dans une salle d'essai maintenue à 20 °C. Un calorimètre de référence contenant un échantillon de mortier gâchée au moins 12 mois auparavant et considéré comme inerte, indique l'impact de l'éventuelle variation de température ambiante sur le mortier dans le calorimètre.

Le mortier est mis dans une bouteille isolante (vase Dewar) en pyrex et fermée par un bouchon calorifugé. Ce dernier permet en son centre le passage d'une sonde afin de mesurer la température du mortier au cours du temps.

L'échauffement du mortier d'essai est mesuré en relevant, à des instants déterminés, la température de l'échantillon d'essai et celle de l'échantillon inerte placé dans le calorimètre de référence. Ainsi, à partir de la mesure des variations de température à l'intérieur du calorimètre, on accède à l'évolution du dégagement de chaleur au cours de l'hydratation du mortier testé. Dans le cadre de cette campagne d'essais, quatre mortiers ont été testés : un mortier témoin et trois autres mortiers contenant les différents teneurs en MCP mentionnés dans notre programme d'essai (3, 9 et 15 % m). Les mesures ont été faites sur une période de 5 jours avec un pas de temps de 5 min.

A un instant t donné, la chaleur d'hydratation du ciment Q(t) est définie par la norme NF 196-9 comme étant la chaleur accumulée dans le vase Dewar depuis l'instant initial notée A (1$^{er}$ terme de l'Eq. (3.1)) et de la chaleur dissipée vers le milieu extérieur pendant toute la durée de l'essai noté B (2ème terme de l'Eq. (3.1)):

$$Q = \frac{c}{m_c}\theta_t + \frac{1}{m_c}\int_0^t \alpha\theta_t dt \qquad (3.1)$$

Où c représente la capacité thermique totale de calorimètre, exprimée en J/K et donnée par :

$$c = C_{p_c}m_c + C_{p_s}m_s + C_{p_w}m_w + C_{p_b}m_b + \mu \qquad (3.2)$$

$m_c$, $m_s$, $m_w$, et $m_b$ représentent les masses respectivement du ciment, du sable, de l'eau et de la boite à mortier avec le couvercle, exprimées en g.

$C_{p_c}$, $C_{p_s}$, $C_{p_w}$, et $C_{p_b}$ sont les chaleurs spécifiques respectivement du ciment, du sable, de l'eau et de la boîte à mortier. Selon la norme NF 196-9, ces quantités valent respectivement 0.8, 0.8, 3.8 et 0.5 J/g/K.

μ est la capacité thermique massique du calorimètre vide, exprimée en J/K.

$\theta_t$ est l'échauffement de l'échantillon d'essai à l'instant t, en kelvin. Il est défini comme étant la différence entre la température de mortier $T_{is}$ et celle de mortier inerte, $T_{ir}$, déjà introduit dans le calorimètre de référence :

$$\theta_t(t) = T_{is}(t) - T_{ir}(t) \qquad (3.3)$$

α le coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre, exprimé en J/h.K et s'écrit sous la forme suivante :

$$\alpha = \vartheta + b\theta_t \quad (3.4)$$

Où $\vartheta$ et b sont les constantes d'étalonnage du calorimètre déterminées par le mortier inerte.

Le deuxième terme intégral de l'équation (3.1) peut s'écrire sous la forme suivante :

$$B = \frac{1}{m_c}\sum_0^n \bar{\alpha}_i \bar{\theta}_i \Delta t_i \quad (3.5)$$

Où :

$\bar{\alpha}_i$ et $\bar{\theta}_i$ sont respectivement le coefficient moyen de déperdition thermique totale du calorimètre au cours de l'intervalle $\Delta t_i$ exprimé en J/h.K et l'échauffement moyen de l'échantillon d'essai entre les instants $t_{(i-1)}$ et $t_i$ exprimé en K.

$\Delta t_i$ est le temps écoulé entre deux mesures successives de température entre $t_{(i-1)}$ et $t_i$, en heure (h).

La chaleur d'hydratation est calculée à partir des équations (3.1-3.5). A noter que les seuls composants considérés pour le calcul de la capacité thermique totale donnée par l'Eq. (3.2) sont le ciment, le sable et l'eau. Cependant, dans le cas des mortiers-MCP, la contribution des MCP doit être prise en compte et il convient donc de modifier cette équation pour l'adapter à ce cas d'étude et pouvoir ainsi calculer la chaleur totale d'hydratation des mortiers-MCP. Par ailleurs, une des difficultés rencontrées lors de l'utilisation du logiciel de calcul de la méthode Langavant, consiste dans les valeurs des capacités thermiques des constituants à introduire dans le logiciel et qui doivent être constantes. Il est utile de rappeler que dans le cas des MCP, par exemple, la chaleur spécifique n'est pas constante mais évolue en fonction de la température. Il s'avère donc nécessaire de généraliser l'Eq. (3.2) afin de prendre en compte la capacité thermique des MCP d'une part et son caractère évolutif avec la température d'autre part.

L'équation (3.6) sera alors proposée pour calculer la capacité thermique totale des mortiers-MCP :

$$c = 0.8(m_c + m_s) + C_P(T)_{MCP} m_{MCP} + 3.8m_w + 0.5m_b + \mu \quad (3.6)$$

Où :

$C_P(T)_{MCP}$ et $m_{MCP}$ représentent respectivement la chaleur spécifique (variable en fonction de la température) et la masse des MCP utilisée dans le mélange.

Ainsi, l'équation (3.6) remplacera l'équation (3.2) dans ce qui suit pour le calcul des chaleurs d'hydratation adaptées aux différents mélanges des mortiers-MCP.

#### 3.1.2.3. Résistance à la compression

Les mesures ont été réalisées sur trois éprouvettes de béton fabriquées dans des moules cylindriques de 11 cm de diamètre et 22 cm de hauteur âgées de 28 jours, 116 jours et 336 jours. Les éprouvettes sont démoulées après 24 heures puis conservées en atmosphère contrôlée à 20 °C et 50 % d'humidité relative (HR). La mesure de la résistance en compression a été réalisée selon la norme NF EN 12390-3.

A la date de l'essai, les faces d'appui des éprouvettes ont été surfacées. Les éprouvettes sont ensuite chargées jusqu'à rupture avec une machine d'essai (modèle 3R-RP 3000 TCT) pilotée en incrément de charge.

#### 3.1.2.4. Propriétés thermiques des bétons-MCP

Il existe plusieurs méthodes de mesure de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique des bétons. Ces dernières peuvent être classées en deux grandes catégories : les méthodes en régime transitoire et les méthodes en régime stationnaire. Ces méthodes ont été développées, faisant appels à des développements de techniques expérimentales (fil chaud, hot Disk, etc.) et de modélisation (méthode des quadripôles, etc.) [93].

Cette étude utilise la technique du fil chaud-plan chaud du conductivimètre FP2C de Néotime pour la caractérisation des éprouvettes des bétons modifiés de forme prismatique 7x7x28cm$^3$. Nous rappelons que la technique de DSC ne permet pas une mesure rigoureuse de la chaleur spécifique en raison de la taille des granulats qui serait incompatible avec la taille des creusets, ce qui pourrait nuire à la représentativité de l'échantillon et fausser ainsi le résultat de mesure. La mesure par fil chaud, bien qu'elle constitue une méthode « contournée » pour la mesure de la chaleur spécifique (car nécessite dans un premier temps la mesure de la conductivité thermique ($\lambda$) et de l'effusivité thermique (e)) permet d'effectuer la mesure sur l'ensemble de l'éprouvette ce qui écarte le problème de non-représentativité.

- **Méthode du fil chaud**

C'est une méthode de mesure dynamique qui permet de mesurer la conductivité thermique pour un régime transitoire en 60 à 200s. Le principe du montage consiste à placer un fil électrique entre deux blocs d'éprouvettes identiques en lui appliquant un échelon de puissance (Figure 3.2). Le fil chaud est la source émettrice de la chaleur qui se propage radialement dans l'échantillon. L'évolution de la température au cours du temps permettra alors de déduire la conductivité thermique (λ).

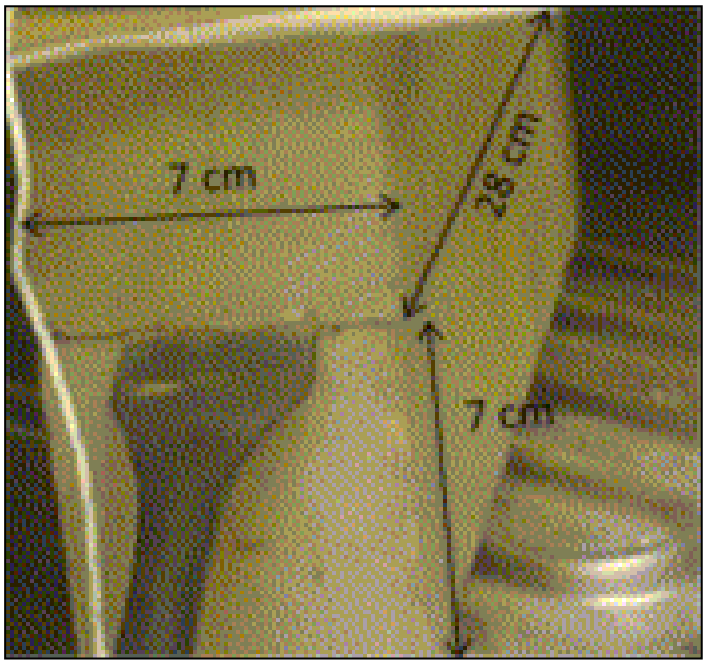



**Figure 3. 2 :** *Mesure de la conductivité thermique des bétons-MCP par la technique de fil chaud [68].*

Dans le cas d'une mesure par fil chaud, la solution est de la forme suivante :

$$\Delta T = \frac{Q}{4\pi\lambda}\left(\ln(t) + \beta\right) \qquad (3.\ 7)$$

Où :

ΔT est la différence $T(r,t) - T_0(t)$ en (°C) et $\beta = \ln(\frac{4a}{r^2 e^{\gamma}})$,

Q, a, r et γ désignent respectivement le flux de chaleur, la diffusivité thermique de l'échantillon, le rayon du fil chauffant et la constante d'Euler.

La conductivité thermique de l'échantillon est obtenue par régression linéaire de la courbe $\Delta T = f(\ln(t))$ aux temps longs comme le montre la figure 3.3.

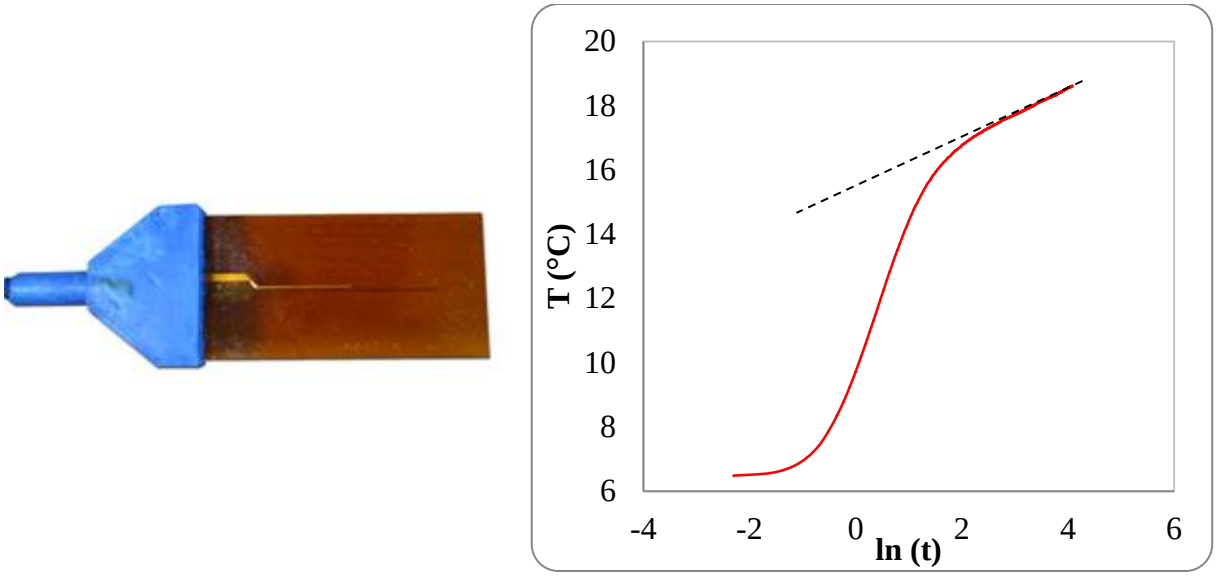



**Figure 3. 3 :** *Détermination de la conductivité thermique par la technique de fil chaud [94].*

La technique de fil chaud ne permet pas de mesurer d'une façon directe la chaleur spécifique de l'échantillon. Il est nécessaire de compléter cette dernière par la mesure de l'effusivité thermique (e) par la technique du plan chaud. A la fin des mesures, nous déduisons la chaleur spécifique par la relation :

$$C_p = \frac{e^2}{\rho\lambda} \qquad (3.\ 8)$$

- **Méthode du plan chaud**

L'effusivité thermique (e) d'un matériau caractérise sa capacité à échanger de l'énergie avec son environnement. Elle s'exprime en J/m$^2$.s.K. Pour mesurer cette propriété, nous avons suivi les mêmes étapes effectuées pour la mesure de la conductivité thermique en remplaçant la sonde « fil chaud » par une sonde « plan-chaud ». La solution s'écrit alors sous la forme suivante :

$$\Delta T = \frac{2\varphi_0}{ES\sqrt{\pi}}\sqrt{t} + \varphi_0\left[R_c - \frac{(m_{th})_s}{(eS)^2}\right] \quad (3.9)$$

Où S, $\varphi_0$, Rc et $m_{th}$ désignent respectivement la surface de la résistance chauffante, la puissance dissipée dans la résistance chauffante, la résistance de contact à l'interface (résistance chauffante/échantillon) et la masse de thermocouple.

Le principe de mesure est identique à celui de la technique du fil chaud. La sonde de type Kapton va chauffer localement le matériau de quelques degrés au-dessus de la température ambiante. L'élévation de la température au cours du temps sera enregistrée. Le signal enregistré sera traité par le logiciel pour identifier l'effusivité thermique. Le tracé de ΔT en fonction de la racine carré de t permet de calculer l'effusivité thermique comme le montre la figure 3.4. Comme mentionné précédemment, la chaleur spécifique sera alors calculée en utilisant l'équation 3.8 :

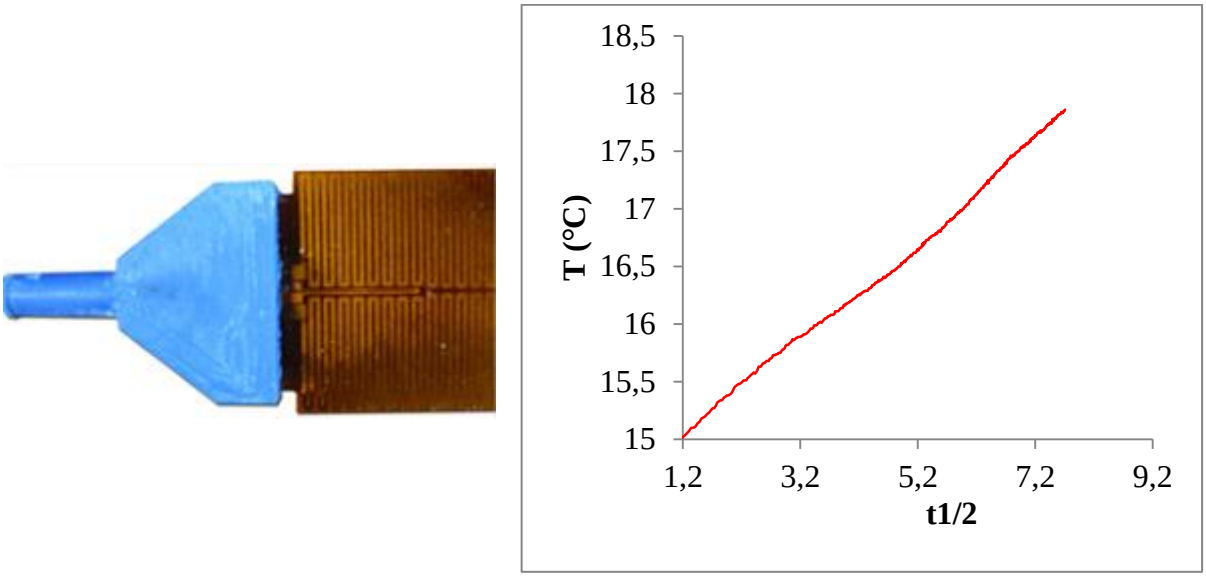



**Figure 3. 4 :** *Détermination de l'effusivité thermique par la technique plan chaud [94].*

Des relevés de température ont été effectués alors sur des éprouvettes prismatiques de 7 cm x 7 cm de section et de 28 cm de longueur à température contrôlée (10, 20, 30, 40 et 50 °C). Il est important de noter que les mesures ont été effectuées directement dans l'étuve pour éviter qu'un gradient de température perturbe le résultat de mesure.

Les essais de mesure de la conductivité thermique et de l'effusivité thermiques des bétons-MCP ont été réalisés avant et après vieillissement thermique. En effet, Les MCP sont

sièges de plusieurs transformations tout au long de leur vie. Ces transformations induites par le phénomène de changement de phase entrainent une variation de volume qui peut occasionner des contraintes sur la paroi du polymère et influencer les performances du matériau [95]. Pour ces raisons, l'étude de vieillissement a été menée pour évaluer les performances thermiques des bétons-MCP au cours du temps. Les cycles thermiques, identiques à ceux utilisés pour l'essai DSC, ont été réalisés pendant un an dans une cellule climatique (Binder série MKF) couvrant l'intervalle de température cible -10 à 55 °C en considérant une vitesse de 3 K/min. Cette vitesse a été sélectionnée suite à des essais préliminaires et son choix a été guidé dans l'optique d'avoir un maximum de cycles thermiques appliqués (afin d'intensifier et accélérer le processus de vieillissement) et de garantir à la fois que les MCP changent de phase au cours des cycles appliqués.

## 3.2 Etude de l'hydratation des mortiers-MCP

### 3.2.1 Effet des MCP sur la réaction d'hydratation

Les thermogrammes relatifs aux différents mélanges des mortiers-MCP sont présentés sur la figure 3.5. On peut constater que la température d'hydratation des mortiers étudiés varie entre 21 °C et 55 °C. Cette plage chevauche avec la plage de fusion des MCP. En remarquant que la chaleur absorbée par les MCP pendant leur fusion est nettement plus importante que celle stockée après changement de phase, et afin d'avoir une évaluation réaliste de la chaleur d'hydratation du mortier-MCP en fonction de la température, il convient de distinguer dans nos calculs deux régions disjointes (figure 3.6) dans lesquelles des capacités thermiques équivalentes sont considérées.

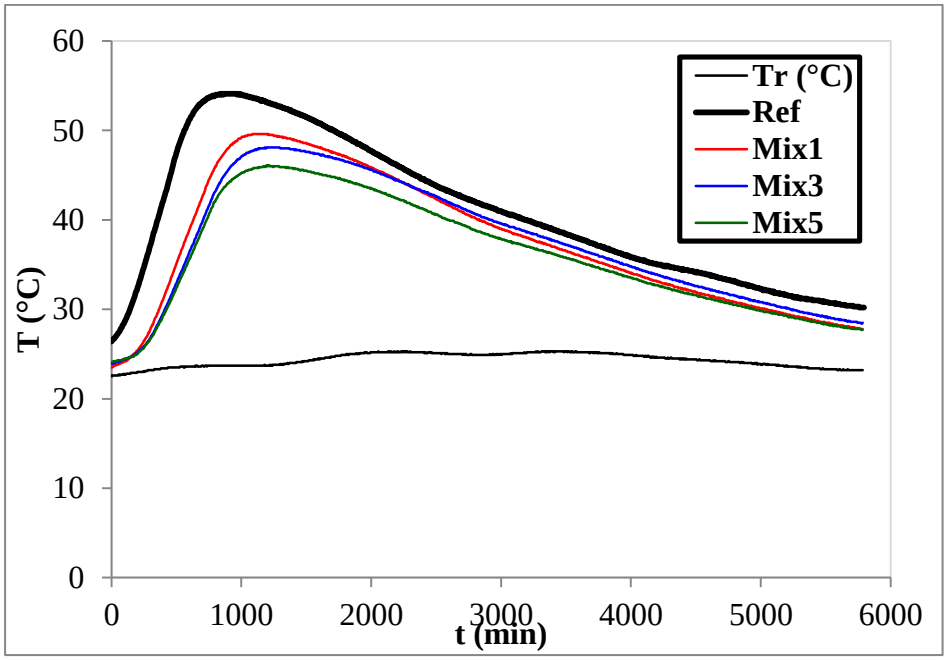



**Figure 3.5 :** *Température dégagée par les mortiers-MCP lors de l'hydratation de ciment au cours du temps mesuré par l'essai Langavant [66].*

Les chaleurs spécifiques du mortier-MCP sont calculées dans deux régions distinctes au cours et après changement de phase 1 et 2 (figure 3.6), respectivement selon les relations suivantes :

$$\begin{cases} \left(Cp_{Reg1}\right)_{PCM-mix\ i} = \frac{\int_{T_{0i}}^{T_1} Cp.dT}{T_1 - T_{0i}} \\ \left(Cp_{Reg2}\right)_{PCM-mix\ i} = \frac{\int_{T_1}^{T_{fi}} Cp.dT}{T_{fi} - T_1} \end{cases} \quad (3.\ 10)$$

Avec : $Cp_{Reg1}$ et $Cp_{Reg2}$ représentent les chaleurs spécifiques des MCP calculées respectivement sur la région 1 délimitée par les températures $T_{0i}$ et $T_1$ et la région 2 délimitée par les températures $T_1$ et $T_{fi}$ (figure 3.6).

$T_{0i}$ et $T_{fi}$ désignent respectivement les températures du début et de la fin de l'hydratation des mortiers-MCP. $T_1$ est la température de la fin de fusion des MCP estimée à 26 °C.

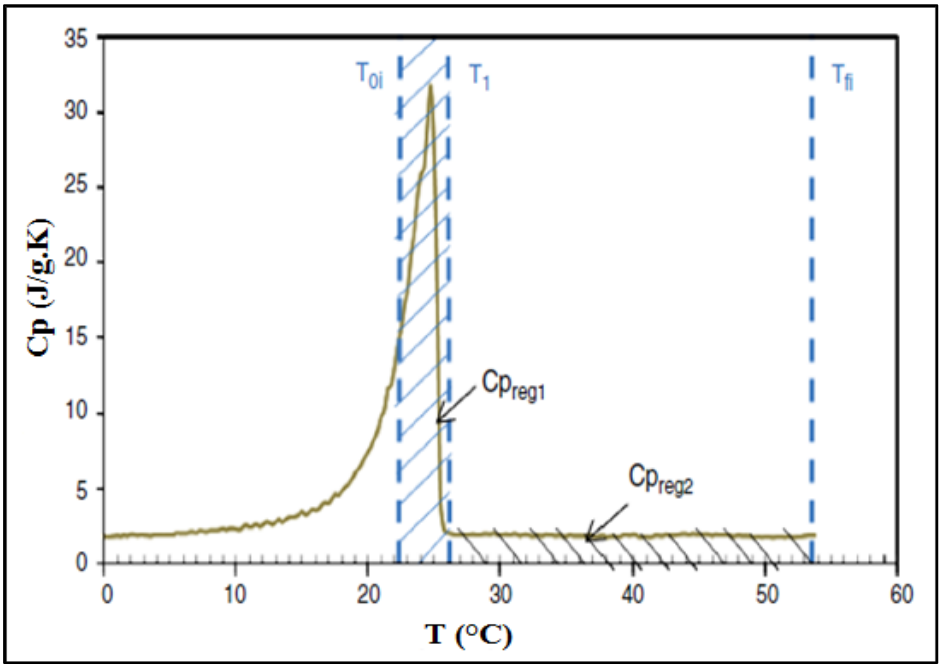



**Figure 3.6 :** *Méthode de calcul de la chaleur spécifique des MCP (ligne discontinue : limites d'intégration) [66].*

Le tableau 3.4 présente les différentes chaleurs spécifiques des mortiers-MCP calculées à partir des équations (3.10).

**Tableau.3. 4.** *Chaleurs spécifiques équivalentes*

| | **mix 1** | **mix 3** | **mix 5** |
|---|---|---|---|
| $Cp_{Reg1}$ **(J/g.K)** | 22.24 | 21.69 | 21.69 |
| $Cp_{Reg2}$ **(J/g.K)** | 1.87 | 1.87 | 1.87 |

La figure 3.7 présente la chaleur d'hydratation dégagée par les mortiers-MCP. On peut constater une plus faible chaleur d'hydratation dégagée par les mortiers-MCP en comparaison au mortier de référence. De plus, la chaleur d'hydratation est d'autant plus importante que la teneur en MCP est faible. Nous avons enregistré à la fin de l'essai (5 jours après) un écart de 9 % entre la chaleur dégagée par le mix 5 et le mortier de référence. Néanmoins, la chute de la chaleur d'hydratation du mortier MCP ne peut pas être attribuée seulement à l'ajout des MCP mais aussi à la diminution de volume de ciment suite à l'ajout de ces matériaux (cf 3.1.1)

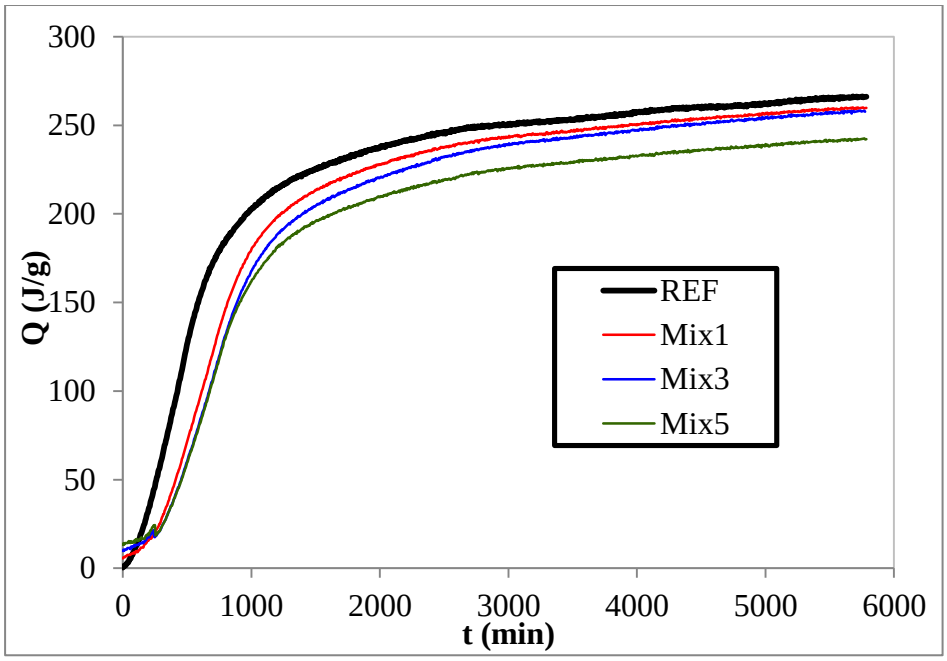



**Figure 3.7 :** *Chaleurs d'hydratation des différents mortiers étudiés [66].*

### 3.2.2 Effet de l'endommagement des MCP sur la réaction d'hydratation

L'endommagement des capsules a traduit un retard de la réaction d'hydratation du ciment ainsi qu'une chute de la chaleur dégagée par le mortier mix 3 comme le montre la figure 3.8. En effet, nous avons noté un écart relatif d'environ 7 % entre la chaleur de mortier-MCP quand ils sont à l'état naturel et le mortier-MCP à l'état endommagé. Ce retard peut être dû aux éventuelles réactions chimiques entre le mortier et la paraffine qui aurait pu s'échapper des capsules des MCP suite à leur endommagement, d'une part et pendant le processus de fabrication du béton d'autre part.

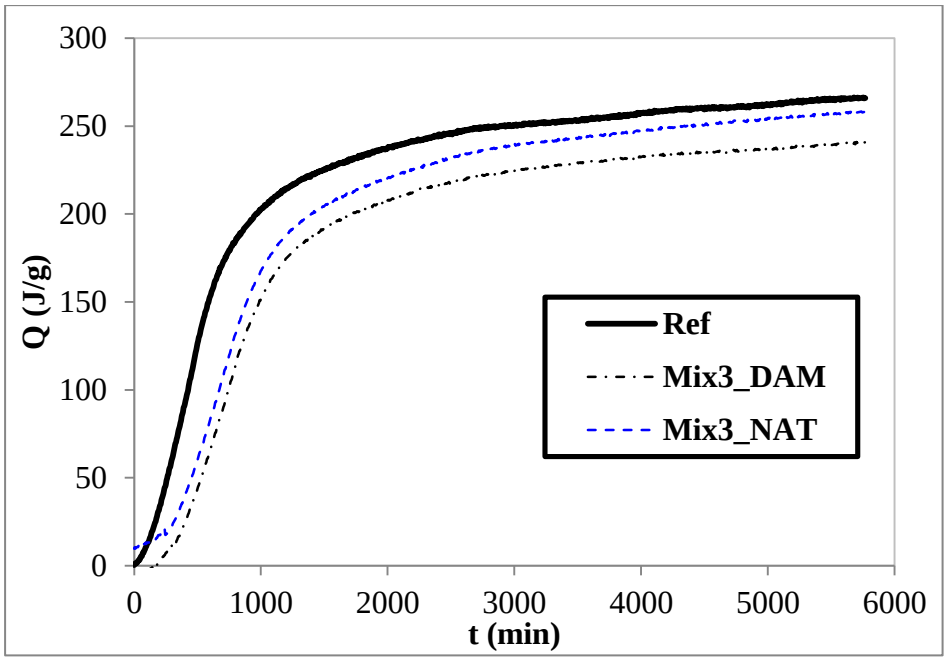


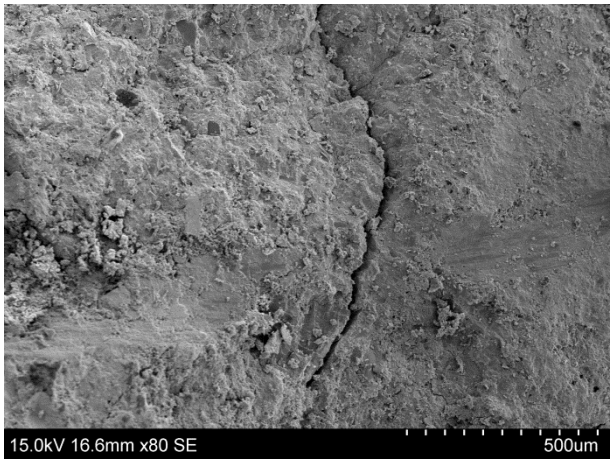

**Figure 3.8 :** *Chaleurs d'hydratation des mélanges ref, mix3-NAT et mix3-DAM [66]*.

# 3.3 Propriétés physiques et mécaniques des bétons-MCP

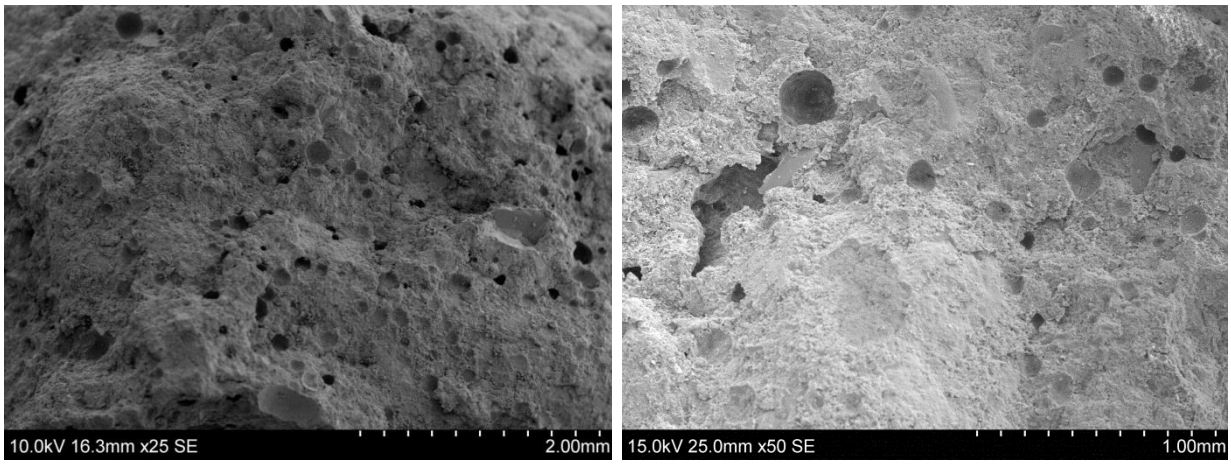
Dans cette partie, les propriétés physiques et mécaniques des bétons formulés par la méthode de Dreux Gorisse incorporant des MCP-NAT et des MCP-DAM sont étudiées afin de déterminer l'impact des MCP sur le comportement mécanique du béton, en particulier sa résistance à la compression.

## 3.3.1 Microstructure des bétons-MCP

***Béton de référence***




***Bétons-MCP***



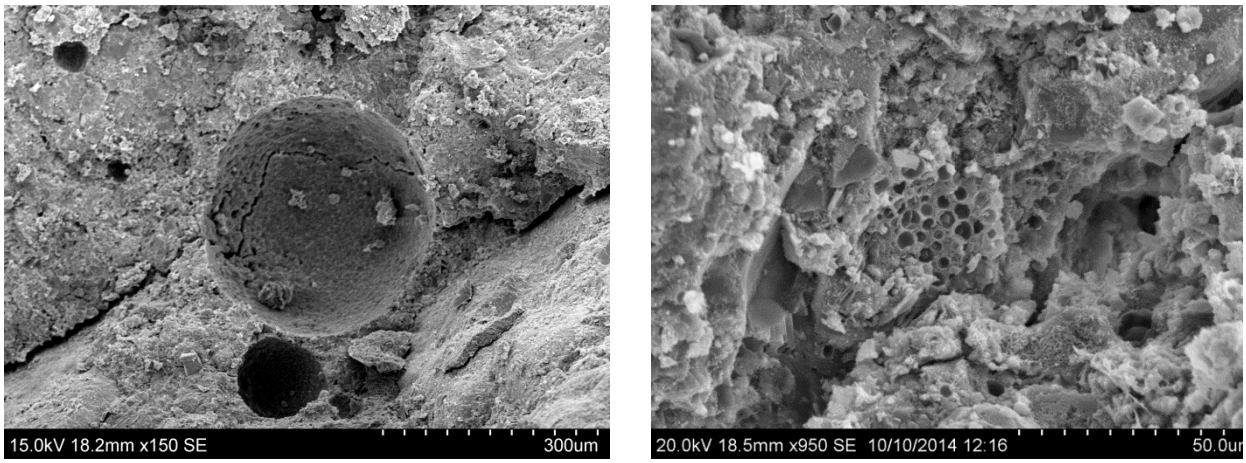



**Figure 3. 9 :** *Microstructures des bétons étudiés : ref et bétons-NAT à 28 jours.*

La figure 3.9 présente la microstructure du béton de référence en comparaison avec la microstructure des bétons-NAT. Nous constatons la présence de plusieurs pores de taille différente allant de 50 μm à 1 mm et (présence de bulles d'air). Ces derniers risquent d'influencer le comportement du béton tant du point de vue de la rhéologie par l'augmentation de la quantité d'air entraînée que des propriétés mécaniques par la chute de la résistance à la compression.

### 3.3.2 Affaissement des bétons-NAT et des bétons-DAM

Pour caractériser l'effet de l'ajout des MCP-NAT et des MCP-DAM sur les propriétés de béton, nous avons commencé tout d'abord par l'étude du béton à l'état frais. Les mesures de l'affaissement ont été réalisées par la méthode du cône d'Abrams sur des bétons fraichement préparés dès la fin du malaxage. Nous avons vérifié que le béton de référence a une consistance plastique (affaissement d'environ 6 cm). En outre, nous avons noté que la consistance plastique du béton évolue vers un état de consistance ferme avec l'ajout des MCP-NAT et des MCP-DAM comme le montre la figure 3.10.

Les résultats obtenus montrent que l'affaissement de différents types de bétons étudiés (NAT et DAM) diminue avec l'ajout des MCP. Nous avons montré dans le chapitre 2 que les MCP présentent un coefficient important d'absorption d'eau quel que soit leur état physique NAT ou DAM. La chute d'affaissement par rapport au béton de référence sous-entend que le coefficient d'absorption réelle des MCP serait supérieur aux valeurs obtenues expérimentalement. Cette chute est beaucoup plus prononcée pour les bétons NAT que DAM

ce qui laisse présager que les bétons DAM présentent moins d'air entraînée que dans le cas des bétons NAT (ce point sera discuté dans le paragraphe 3.3.4). Ce résultat laisse présager que les MCP-NAT entrainent des bulles d'air suffisamment petites pour ne pas être déformables.

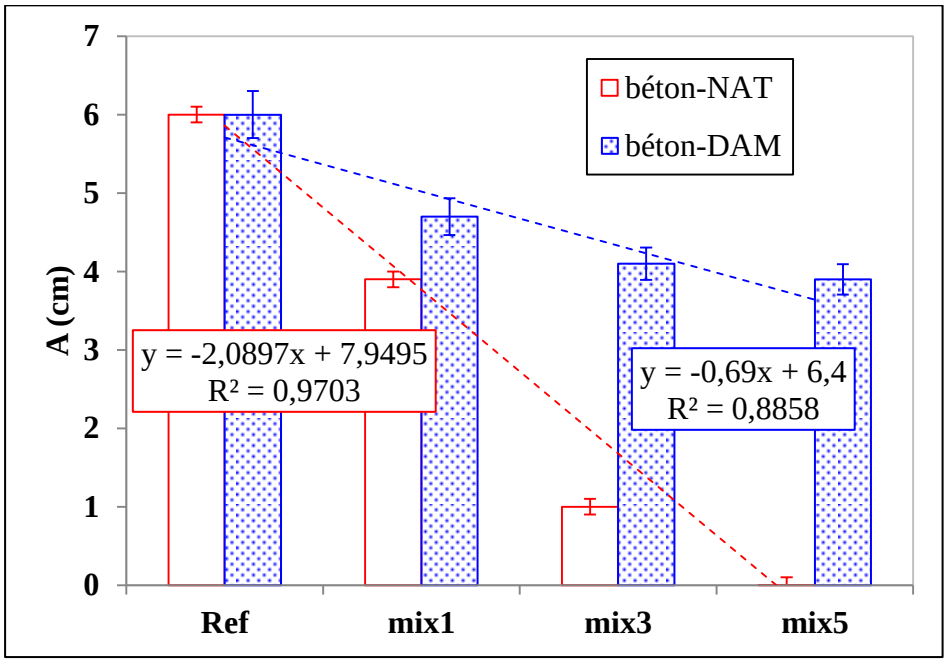



**Figure 3.10 :** *Résultats d'affaissement des bétons-NAT et DAM pour les différents mélanges.*

### 3.3.3 Résistance mécanique : effet temps et microstructure

*a- Résistance à la compression des bétons-NAT*

La résistance à la compression des bétons étudiés a été évaluée à différentes échéances allant de 28 à 336 jours. Les résultats sont présentés sur la figure 3.11.

La figure 3.11 présente l'évolution de la résistance à la compression des bétons-NAT en fonction du temps pour les différents mélanges. A partir de cette figure, deux principaux résultats peuvent être dégagés :

D'abord, l'effet « MCP » traduit par la chute de la résistance mécanique pour les différents mélanges aux différentes échéances. Notons que pour des faibles proportions en MCP (cas du mix 1) la diminution relative des résistances en compression du béton est moins marquée que

pour les cas de mix 3 et mix 5 (14 %, 13 % et 7 % respectivement à 28, 116 et 336 jours) contre (39 %, 26 % et 23 %) pour mix 3 et (47 %, 37 % et 34 %) pour mix 5.

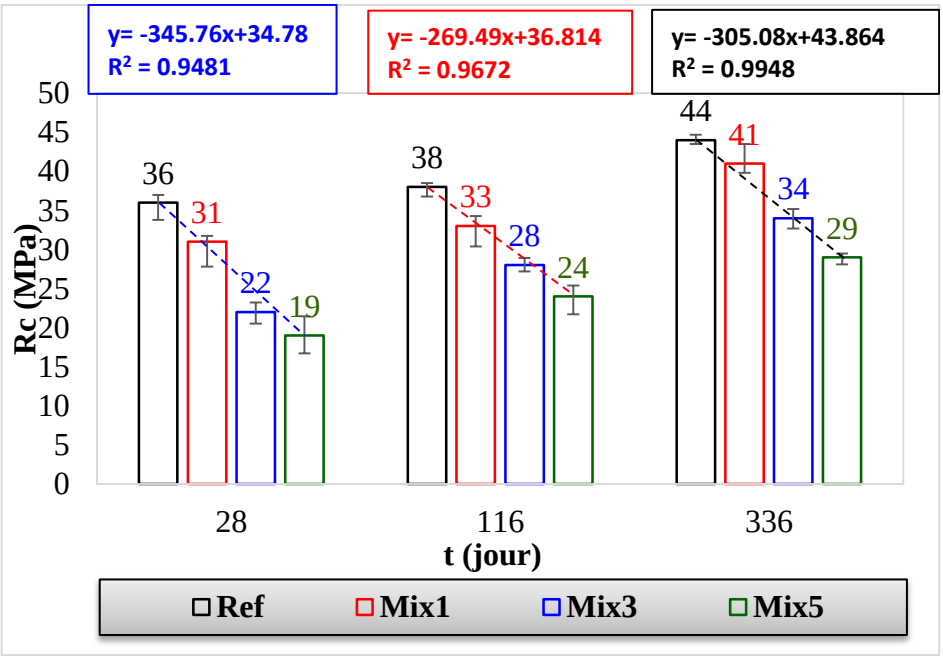



**Figure 3. 11 :** *Résistance à la compression des bétons-NAT mesurée expérimentalement à différentes échéances.*

Ensuite, nous constatons un effet « temps » induisant une résistance à la compression nettement importante au fil des échéances. Pour illustration, la résistance à la compression du mix 5 évoluée de 19 MPa à 29 MPa 28 et 336 jours respectivement, soit un écart relatif de 53 %.

*b- Résistance à la compression des bétons-DAM*

Afin d'étudier l'effet de l'endommagement des MCP sur les propriétés mécaniques des bétons, des MCP ont été endommagés et incorporés par la suite dans le béton. L'objectif étant de mettre en exergue l'influence de l'endommagement des MCP qui serait causé par le processus de mise en œuvre du béton, par exemple sur les propriétés mécaniques de béton.

Les résultats obtenus montrent d'une part que le béton de référence des bétons DAM présente une résistance mécanique inférieure à celle de béton de référence des bétons NAT au fil des échéances. Il est en outre important de mentionner, que nous n'avons actuellement aucune explication savante à proposer pour cette différence. D'autre part, dans le cas des

bétons DAM, nous avons des tendances similaires en comparaison aux bétons NAT se traduisant d'une part par une chute de la résistance mécanique avec l'addition des MCP et d'autre part une amélioration de cette propriété au cours du temps. La comparaison des figures 3.11 et 3.12 montre que, pour toutes les échéances, la chute de la résistance des bétons DAM est moins importante que dans le cas des bétons NAT.

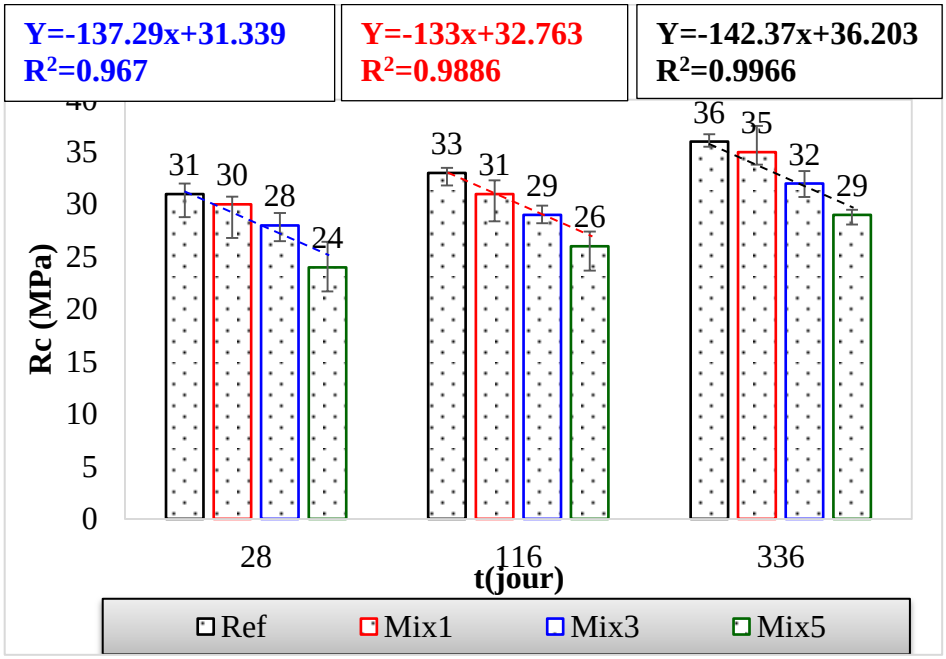



**Figure 3.12 :** *Résistance à la compression des bétons-DAM mesurées expérimentalement à différentes échéances.*

Ce résultat pourrait être lié à la quantité d'eau dans le cas des bétons NAT qui serait sous-estimée (par la sous-estimation du coefficient d'absorption notamment des MCP NAT), ce qui aurait affecté l'hydratation du ciment et par conséquent sa résistance mécanique ou éventuellement à la présence d'une porosité plus importante dans le cas des bétons NAT qui aurait affaibli sa rigidité.

### 3.3.4 Prédiction par la loi de Féret de la résistance mécanique des bétons-MCP

Afin de caractériser au mieux la résistance à la compression de béton-NAT et DAM à long terme et afin de pouvoir quantifier l'effet de l'ajout des MCP sur cette propriété, il est souvent nécessaire de disposer d'un modèle empirique ou phénoménologique permettant de

prédire la résistance à la compression des bétons-MCP à court et à long terme. Dans cette section, la loi de Féret a été mise à contribution pour la prédiction du comportement des bétons-MCP. La relation de Féret pour le calcul des résistances à la compression des bétons à 28 jours sous sa forme la plus complète est présentée dans l'équation 3.11 [96, 97] :

$$f_c = k_f f_{mc} \left[\frac{v_c}{v_c+v_e+v_a}\right]^2 \quad (3.\ 11)$$

$f_c$ est la résistance du béton à l'échéance considérée exprimée en MPa, $f_{mc}$ est la résistance normale du ciment à la même échéance exprimée en MPa, $v_c$, $v_e$, $v_a$ sont les volumes respectifs de ciment, d'eau et de l'air occlus rapportés au même volume de béton fabriqué exprimés en $m^3$, $k_f$ est un coefficient qui dépend principalement des granulats utilisés.

**(a) Détermination du volume d'air occlus**

Tout d'abord, nous commencerons par la détermination des volumes d'air occlus des différents mélanges étudiés. Les hypothèses mentionnées ci-dessous ont été prises en compte de manière à simplifier les calculs :

- *Hypothèse 1 :* $V_{ref_gachée_1} = 0{,}07\ m^3$

A noter que l'effet de considérer une autre valeur de $V_{ref_gachée_1}$ aux alentours de 0,07 $m^3$ ne modifie pas les conclusions de cette analyse. La valeur ainsi choisie est en bonne concordance avec la littérature [96-126].

- *Hypothèse 2 :* $K = k_f f_{mc}$ est identique pour les différents bétons-MCP à une échéance donnée

Cette hypothèse a été avancée car nous supposons que le retard sur l'évolution de la chaleur d'hydratation induit par les MCP ne sera plus visible au bout de 28 jours.

- *Hypothèse 3 :* $v_e = 192\ L$

Nous supposons que le volume d'eau ($v_e$) est égale à l'eau efficace

- *Hypothèse 4 :* $v_{a_{ref-gâchée\ 1}} < v_{a_{ref-gâchée\ 2}}$

En effet, les résultats de la résistance à la compression ont montré que la résistance du béton de référence de la gâchée$_1$ (avec MCP-NAT) est supérieure à celle de la gâchée$_2$ (avec MCP-DAM).

Le volume d'air entraîné pour chaque formulation est calculé alors en utilisant l'équation (3.12)

$$V_{a_{gâchée2}} = v_{c_{gâchée2}} \sqrt{\frac{f_{c_{gâchée1}}}{f_{c_{gâchée2}}\left(\frac{v_c}{v_c+v_e+v_a}\right)_{gâchée1}}} - (\boldsymbol{v_{c_{gâchée2}} + v_{e_{gâchée2}}}) \qquad (3.12)$$

Le volume d'air occlus des différents bétons étudiés a été déterminé pour chacune des échéances (28 jours, 116 jours et 336 jours). A noter qu'à 28 jours, la valeur calculée de l'air entraînée de la gâchée $ref_gachée_2$ est égale à 0,1 $m^3$.

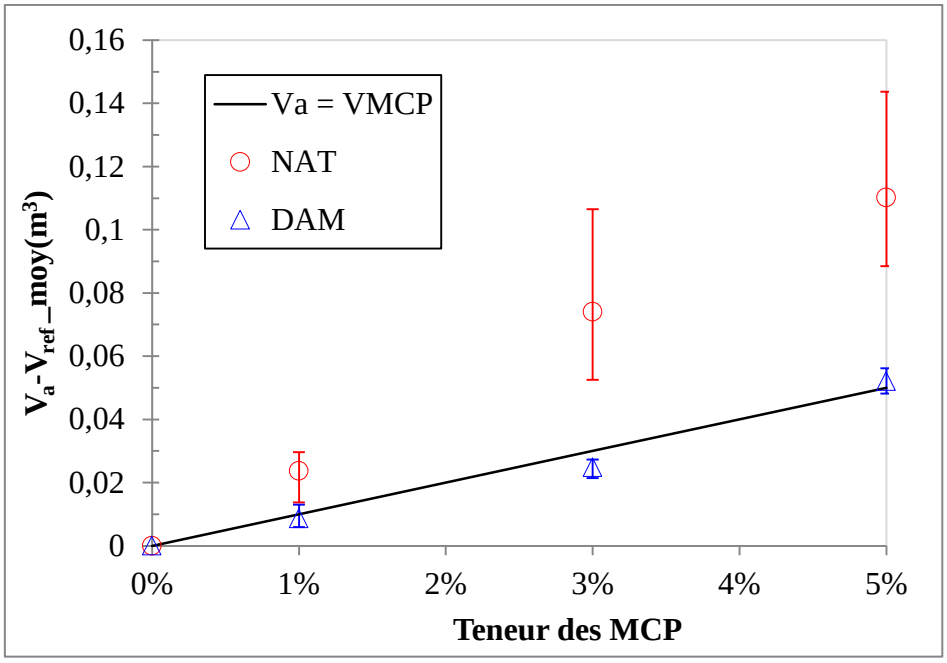



**Figure 3.13 :** *La moyenne de différence de volume d'air occlus $V_a$-$V_{ref}$_moy en fonction du volume des MCP : bétons-NAT (cercle) béton-DAM (triangle).*

La figure 3.13 présente la moyenne des résultats trouvés en fonction de la teneur en MCP. Cette figure montre que le volume d'air occlus dans le béton-DAM est presque identique au volume des MCP-DAM introduit. Dans ce cas, on peut assimiler les MCP-DAM à des vides. Par ailleurs, on constate que les bétons-NAT contiennent plus d'air entrainée que les bétons-DAM. En effet, nous avons noté un écart relatif maximal de l'ordre de 47 % entre

la moyenne de volume d'air occlus dans le béton-NAT et le béton-DAM. Les MCP-NAT entraînent alors plus d'air occlus d'où une chute de la résistance à la compression des bétons-NAT plus grande que celle des bétons-DAM.

**(b) Effet de la formulation à différentes échéances**

La résistance à la compression des bétons-MCP a été calculée par la suite en utilisant la loi de Féret en considérant le volume d'air occlus moyen.

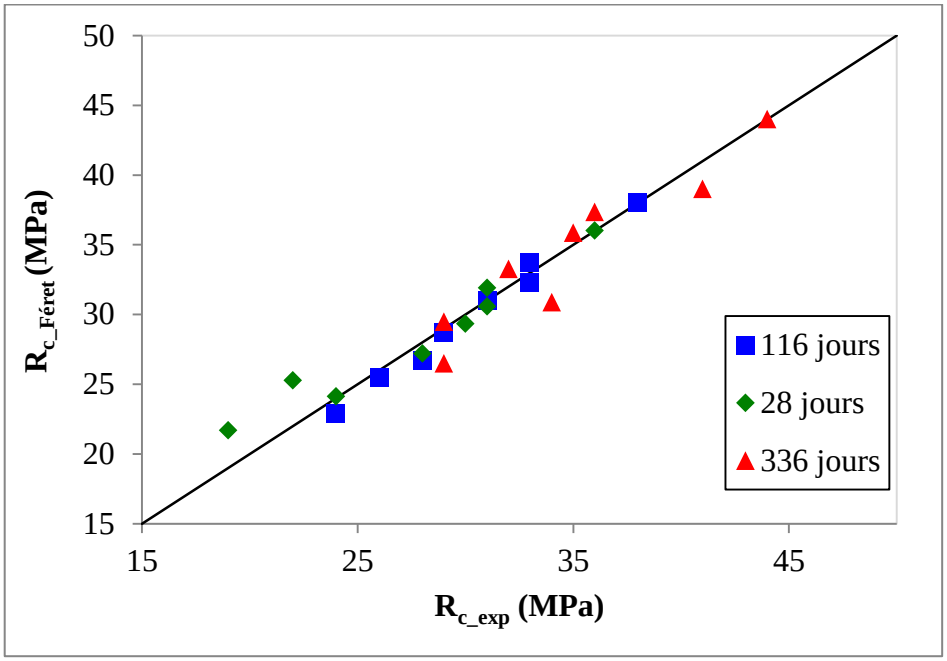



**Figure 3.14 :** *Résistance à la compression des bétons étudiés déterminées en utilisant la loi de Féret en fonction des résistances à la compression mesurées expérimentalement à différentes échéances.*

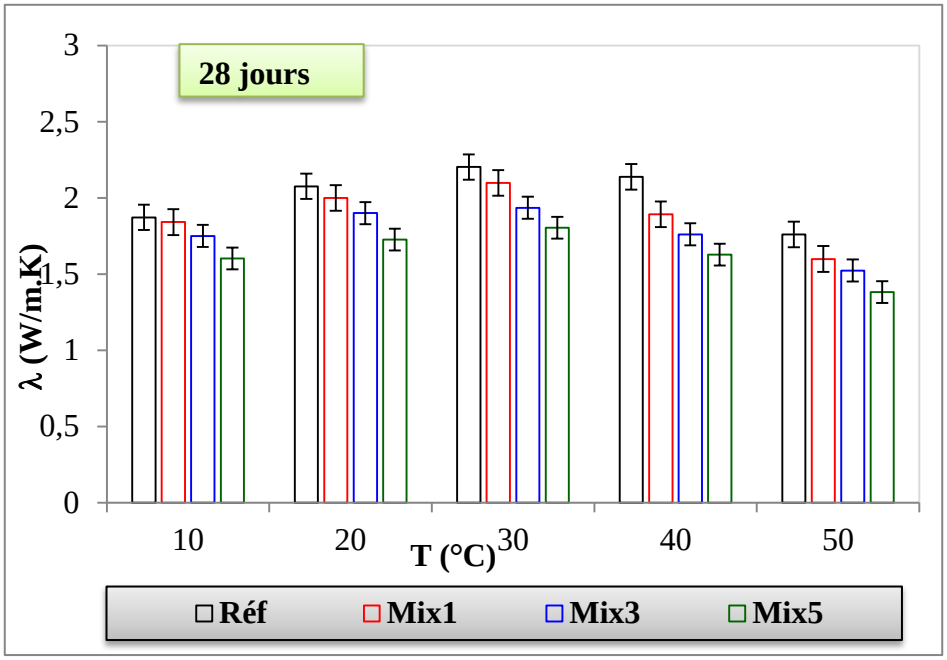
La figure 3.14 présente les valeurs de la résistance à la compression calculée par la relation de Féret en fonction de la résistance à la compression déterminée expérimentalement. On note un bon accord au niveau des résultats obtenus avec un écart maximal de 15% ce qui n'est probablement pas si mal que cela étant donné de la variabilité sur l'air occlus pour la gâchée$_1$. Ce résultat est cohérent avec les mesures d'affaissement si les bulles d'air entrainées par les MCP NAT ne se déforment pas.

## 3.4 Propriétés thermiques des bétons-MCP avant et après vieillissement

### 3.4.1 Cas du Béton-NAT

La figure 3.15 présente la conductivité thermique des bétons mesurée avant vieillissement à 28 jours et après vieillissement par cyclages thermiques. Les mesures de conductivité ont été réalisées à l'étuve à différentes températures (10 °C à 50 °C). Nous pouvons constater que l'ajout des MCP a provoqué, dans tous les cas, une chute de la conductivité thermique des bétons étudiés. Nous avons noté un écart maximal de l'ordre de 23 % entre le béton de référence vieilli et le mix 5 vieilli à T = 50 °C. Nous constatons également une légère augmentation de la conductivité thermique des bétons après application des différents cycles thermiques. Une amélioration de 9 % a été notée à T = 10 °C pour le béton mix 5 après vieillissement. A noter que dans cette partie nous avons négligé la présence de l'air occlus.

(a)




(b)

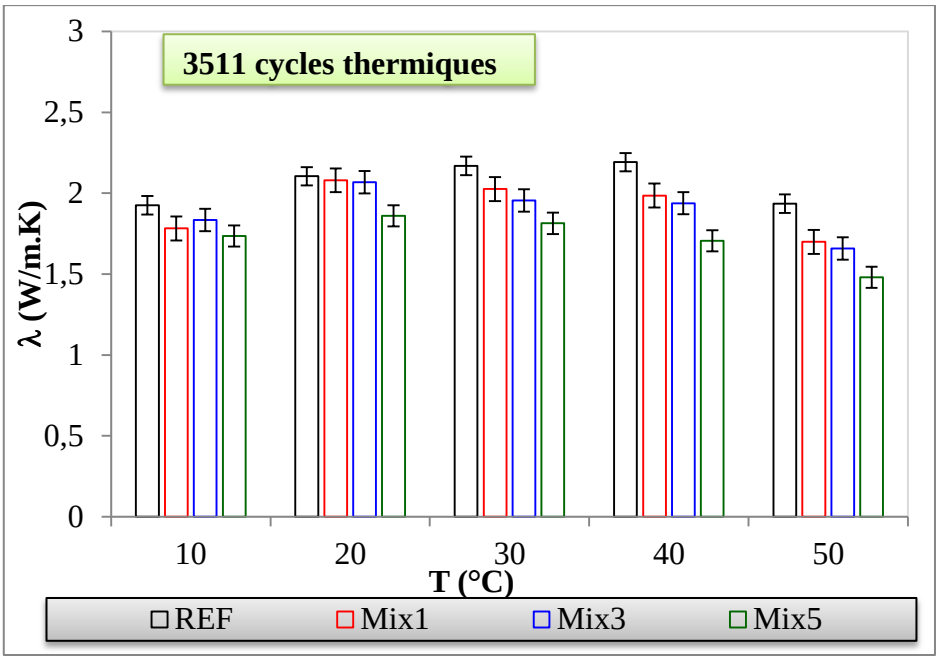


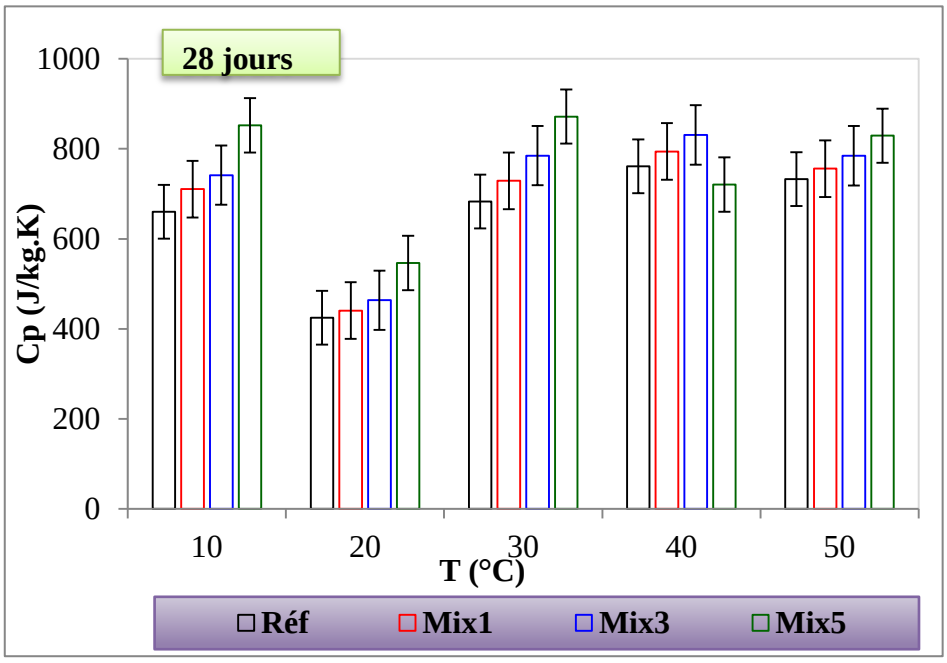

**Figure 3. 15 :** *Conductivité thermique des bétons-NAT mesurées (a) avant vieillissement (b) après vieillissement.*

Par ailleurs, la diffusivité thermique des bétons étudiés a été mesurée par la méthode du plan chaud dans la même gamme de température. Après la détermination de la conductivité thermique et l'effusivité thermique, la chaleur spécifique peut être alors calculée en utilisant l'équation 3.8. Les résultats sont présentés sur la figure 3.16.

La figure 3.16 montre une amélioration de la chaleur spécifique des bétons avec l'ajout des MCP. En effet, une amélioration d'environ 29 % et 22 % ont été enregistrée respectivement pour le mix 5 non vieilli à t = 10 °C et le mix 5 vieilli à T = 50 °C.

Cependant, nous constatons à 28 jours une faible chaleur spécifique à 20 °C. Ceci est peut-être dû d'une part au fait que cette température de mesure est proche à la température de fusion des MCP et d'autre part que la vitesse de montée de la température de mesure est rapide donc l'équilibre thermique n'est pas atteint dans l'échantillon.

(a)




(b)

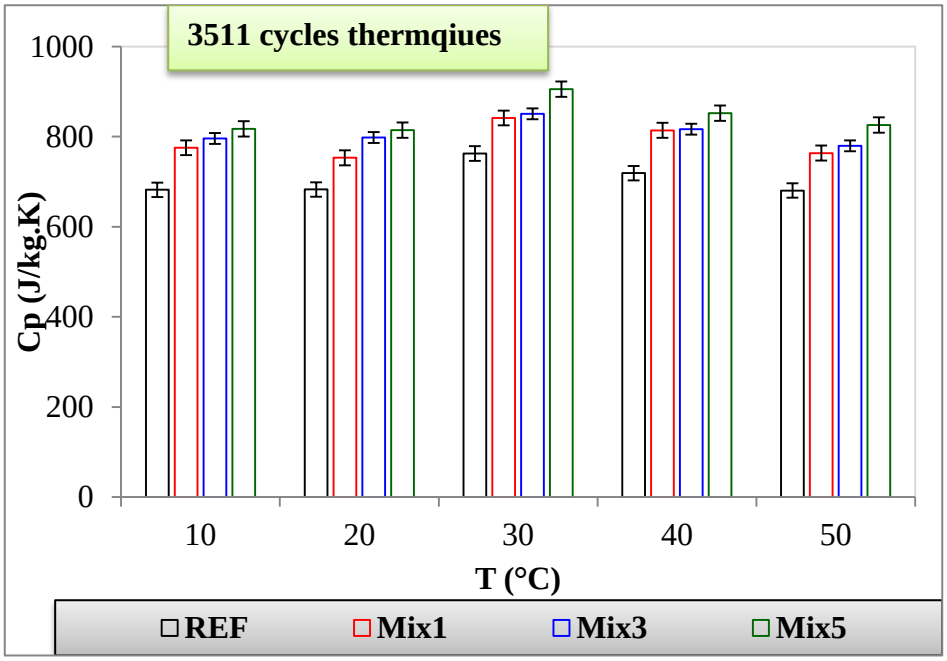


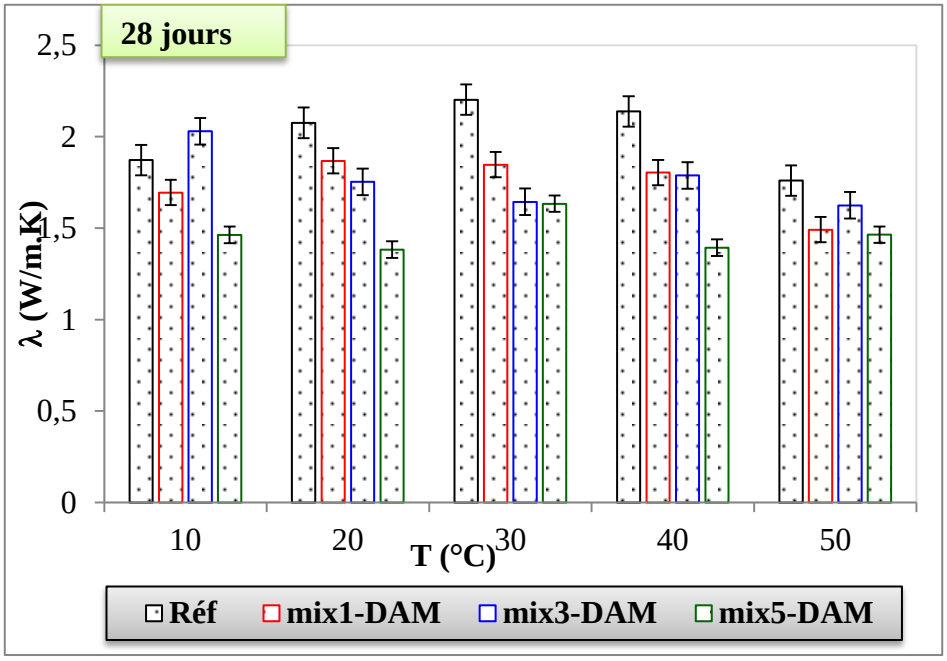

**Figure 3. 16 :** *Chaleur spécifique des bétons-NAT mesurées (a) avant vieillissement (b) après vieillissement.*

### 3.4.2 Cas du Béton-DAM

De la même manière, les propriétés thermiques des éprouvettes en béton modifiés avec des MCP-DAM ont été mesurées avant et après vieillissement. Les propriétés thermiques des

bétons-DAM mesurées à 28 jours sont présentées sur la figure 3.17, les autres résultats sont présentés en annexe 3.

(a)




(b)

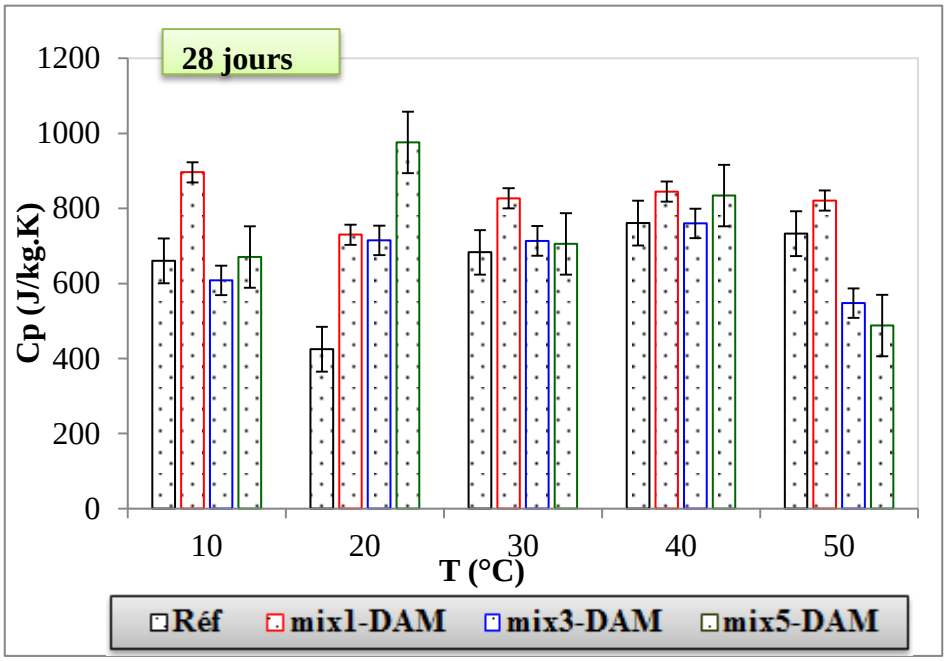



**Figure 3.17 :** *Propriétés thermiques des bétons-DAM mesurée avant vieillissement : (a) conductivité thermique, (b) chaleur spécifique.*

Comme dans le cas des bétons-NAT, nous avons constaté également une diminution de la conductivité thermique et une amélioration de la chaleur spécifique pour les bétons

incorporant des MCP-DAM avant et après vieillissement. Nous pouvons alors conclure que l'endommagement des capsules et les cycles de vieillissement n'ont pas influencé la capacité de stockage de chaleur des bétons-MCP.

## 3.5 Conclusions

Grâce aux différents essais réalisés, nous avons pu identifier d'une part l'effet de l'incorporation des MCP dans le béton et d'autre part l'effet de l'endommagement des capsules sur les propriétés thermiques et mécaniques des bétons-MCP. Les résultats ont montré que l'incorporation des MCP influence significativement la maniabilité du béton ainsi que sa résistance à la compression.

Dans le but de trouver une explication à la chute de la résistance mécanique, nous avons investigué la piste de l'hydratation du ciment en présence des MCP. Ainsi, une nouvelle méthode de calcul de la chaleur d'hydratation prenant en compte la contribution thermique des MCP dans le mélange, d'une part et son évolution avec la température, d'autre part a été proposée. Les résultats obtenus ont démontré une chute de la chaleur dégagée par les mortiers-MCP, d'autant plus importante que la teneur en MCP est élevée. Cette chute affecte à la fois la réaction et la cinétique d'hydratation des mortiers, ce qui pourrait être problématique pour le développement de la résistance mécanique souhaitée avant 28 j.

En plus, afin d'évaluer qualitativement la chute de la résistance mécanique des bétons dû à l'ajout des MCP, cette propriété a été calculée théoriquement en utilisant la loi de Féret. Les résultats ont montré que la loi de Féret convient très bien pour prédire la résistance à la compression des bétons-MCP.

En revanche, les essais de caractérisation de propriétés thermiques de bétons incorporant des MCP à l'état naturel et à l'état endommagé montrent une diminution de la conductivité thermique et une amélioration de la chaleur spécifique par rapport au béton de référence avant et après application des cycles de vieillissement thermiques. Les différents essais réalisés étaient délicats et couteux en terme de conditionnement des éprouvettes et temps de mesure. Il sera alors judicieux d'appliquer une approche d'homogénéisation afin de prédire les propriétés thermiques des bétons-MCP. Par ailleurs, une dispersion a été notée au niveau des propriétés thermiques des bétons MCP mesurées expérimentalement. Il sera alors judicieux de mener un calcul stochastique probabiliste afin d'évaluer le niveau de confiance de l'impact des MCP sur les propriétés thermodynamiques des bétons-MCP.

# Chapitre 4 : Modélisation micro-macro de la conductivité thermique des bétons-MCP, approche stochastique et modélisation probabiliste paramétrique des incertitudes


4.1. Approche multi-échelle de la conductivité thermique ..... 120

4.1.1. Démarche et modèles d'homogénéisation ..... 121

4.1.2. Résultats et interprétations ..... 124

4.1.3. Conclusions ..... 126

4.2. Etude stochastique et probabiliste paramétrique des incertitudes ..... 128

4.2.1. Notions des erreurs et des incertitudes de mesure ..... 128

4.2.2. Construction du modèle probabiliste ..... 129

4.2.3. Variables aléatoires et construction des lois de probabilités des champs stochastiques . 132

4.2.4. Confrontation du modèle probabiliste au modèle moyen micro-macro ..... 143

4.3. Conclusion ..... 146

Les propriétés thermiques des MCP et des bétons-MCP ont été mesurées expérimentalement, présentées et discutées dans les chapitres 2 et 3. Les essais qui ont été menés sont cependant délicats et coûteux surtout si l'on veut connaitre les propriétés d'un mélange béton-MCP quelconque avec d'autres proportions de MCP que celles considérées dans cette étude. Cela induit un plan d'expériences assez lourd à mettre en œuvre tant en termes de matériau que moyen expérimental. Pour pallier ce problème, nous nous sommes orientés vers une étude rationnelle basée sur une approche d'homogénéisation. Celle-ci peut être utilisée pour prédire les propriétés thermiques effectives des différents mélanges de bétons-MCP par la connaissance des propriétés thermiques de ses constituants : béton et MCP. C'est un outil permettant de remplacer un milieu hétérogène par un milieu homogène équivalent. De nombreux modèles ont été alors développés permettant une meilleure prédiction des propriétés par une meilleure prise en compte des caractéristiques microstructurales.

Le travail présenté dans cette partie a pour but de proposer une modélisation simplifiée de la conductivité thermique des bétons-MCP. On ne présentera ci-dessous que les aspects de l'homogénéisation qui ont été utilisés dans cette thèse. La chaleur spécifique des bétons en question sera par la suite calculée en utilisant la conductivité thermique homogénéisée. Il est utile de rappeler que le modèle d'homogénéisation utilise comme données d'entrée les valeurs moyennées des propriétés thermiques des différentes phases constituant le béton-MCP. Toutefois, ces valeurs sont très souvent confrontées à des dispersions et sujettes à des sources d'erreurs et d'incertitudes qui peuvent impacter les propriétés effectives équivalentes du béton-MCP. Dans ce contexte, nous avons mené une approche stochastique pour une modélisation probabiliste paramétrique des incertitudes qui portent sur les paramètres « propriétés thermiques » données du problème. Le but étant d'une part d'identifier les variables aléatoires du problème et décrire d'autre part leurs dispersions par des fonctions densité de probabilité rigoureusement construites selon la technique du principe du maximum d'entropie. Cela nous ramène à la fin à confronter le modèle probabiliste ainsi mis en place avec l'approche micro-macro basée sur le modèle moyen par la comparaison des résultats de la chaleur spécifique obtenus pour le béton-MCP.

# 4.1. Approche multi-échelle de la conductivité thermique

Le phénomène de conduction est décrit par la loi de Fourier (1807). Si le milieu est homogène et isotrope, le flux de chaleur (φ) est proportionnel au gradient de température local (∇T) [99, 100] :

$$\varphi = -\lambda(T)\nabla T \qquad (4.\ 1)$$

Où λ est la conductivité thermique exprimée en W/m.K. C'est une grandeur physique qui caractérise le comportement de matériaux lors du transfert de chaleur par conduction. Elle représente la quantité de chaleur transférée par unité de surface et par unité de temps sous un gradient de température [93, 99].

Cependant, pour un milieu homogène et anisotrope, la conductivité thermique n'est plus un scalaire et l'équation (4.1) s'écrit sous forme tensorielle.

La conductivité thermique d'un milieu multiphasique dépend de plusieurs paramètres liés principalement aux différentes phases qui le constituent tels que la conductivité thermique, la fraction volumique, la taille, la forme, l'orientation et la nature de contact entre les différentes phases [93, 99]. La présence de deux phases (solide et liquide) dans le matériau hétérogène rend l'estimation de l'ensemble des propriétés thermiques (notamment la conductivité thermique) au cours de changement de phase difficile. En effet, plusieurs techniques directe et inverse d'estimation simultanée des propriétés thermophysiques des phases solide et liquide ont été détaillées dans la thèse de Cavalcanti (2006). Les dispositifs directs tels que la DSC, la méthode T-history [122], la méthode développée par Vlasov et Puchkov [123] et la méthode de Delaunay Carré [124], déterminent les propriétés thermophysiques par la résolution explicite du modèle théorique. Autres que la résolution du modèle théorique, les propriétés thermophysiques déterminées par la méthode inverse nécessite un algorithme d'optimisation. Parmi ces méthodes nous citons, la méthode d'Adjali, la méthode de Bailleul, Guyonvarch et Garnier, la méthode de Jurkowski, Jarny et Delaunay et la méthode développée dans la thèse de Cavalcanti (2006) [100].

Dans ce travail de thèse, la conductivité thermique des différents bétons étudiés a été déterminée expérimentalement en utilisant la technique du fil chaud. Les mesures ont été réalisées à différentes températures avant et après vieillissement. La technique

d'homogénéisation a été utilisée dans ce chapitre afin de prédire la conductivité thermique des bétons-MCP et les résultats de prédiction sont comparés aux résultats expérimentaux préalablement trouvés.

### 4.1.1. Démarche et modèles d'homogénéisation

La conductivité thermique apparente d'un matériau poreux peut être évaluée dans différentes configurations à l'aide de modèles de prédiction analytiques. Plusieurs modèles analytiques [93-99] permettent de calculer la conductivité thermique apparente des matériaux biphasés en fonction des conductivités thermiques des deux phases présentes et de leurs fractions volumiques.

Dans ce qui suit, nous commençons par présenter les modèles les plus simples, à savoir les modèles bornés (Voigt et Reuss), le schéma de Mori et Tanaka et le schéma dilué. Nous considérons la conductivité thermique relative au béton de référence ($\lambda_{béton}$) et aux MCP ($\lambda_{MCP}$) mesurées à différentes températures.

*a- Bornes de Voigt et Reuss*

La conductivité thermique du milieu équivalent, quel que soit le modèle utilisé, est comprise entre deux valeurs extrêmes, la borne inférieure (modèle série : Reuss) et la borne supérieure (modèle parallèle : Voigt) [93]. Ces schémas sont souvent connus par les lois de mélanges.

$$\lambda_{Reuss} \leq \lambda \leq \lambda_{Voigt} \tag{4. 2}$$

Ces deux bornes dépendent essentiellement de la direction de flux de la chaleur et la disposition de chaque phase [93].

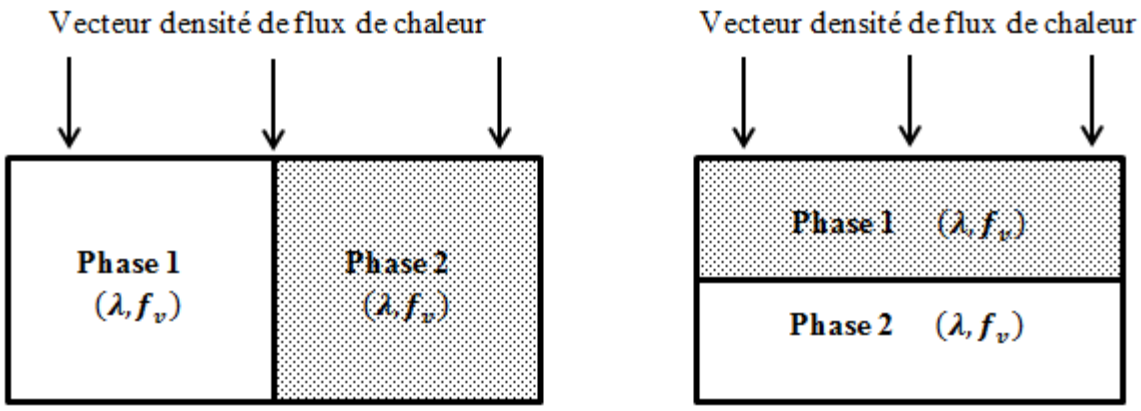



**Figure 4. 1 :** *Modèles série (Droite) et parallèle (Gauche).*

Afin d'appliquer les modèles à bornes, il faut supposer que les inclusions des MCP sont réparties d'une manière homogène dans la matrice du béton [23].

Les propriétés apparentes équivalentes du béton-MCP peuvent être données par les schémas d'homogénéisation simplifiés de Voigt et Reuss [23] :

$$\lambda_{hom}^{Voigt} = \frac{\lambda_{béton}.\lambda_{MCP}}{f_v\lambda_{béton}+(1-f_v).\lambda_{MCP}} \quad (4.\ 3)$$

$$\lambda_{hom}^{Reuss} = f_v.\lambda_{MCP} + (1-f_v).\lambda_{béton} \quad (4.\ 4)$$

Avec :

$\lambda_{béton}$ et $\lambda_{MCP}$ représentent respectivement la conductivité thermique de béton et des MCP, $f_v$ est la fraction volumique des MCP.

*b- Les modèles inclusionnaires*

La conductivité thermique homogénéisée d'un matériau hétérogène à N phases de conductivité $\lambda_i$ et de fraction volumique $f_{vi}$(i = 1 à N) peut s'écrire sous la forme suivante [23] :

$$\lambda_{hom}^{dilué} = \sum_{i=1}^{N} f_{vi}.\lambda_i.A_i \quad (4.\ 5)$$

Avec $A_i$ le tenseur de concentration de la phase i dont l'expression peut être obtenue en utilisant la solution d'Eshelby.

Dans le cas d'une inclusion ellipsoïdale noyée dans un milieu isotrope, le tenseur de concentration *A* de l'inclusion (ici MCP) s'écrit sous la forme [23] :

$$A_{MCP} = [I + (\lambda_{MCP} - \lambda_{béton}).P_{MCP}]^{-1} \quad (4.6)$$

Avec : $P_{MCP}$ est le tenseur de Hill qui dépend du facteur de forme (noté $s$) de l'inclusion et de la conductivité thermique de la matrice.

Dans le cas particulier d'un milieu isotrope, les seules composantes non nulles du tenseur de Hill sont :

$$\begin{cases} P_{11} = \int_0^1 \frac{x^2}{\lambda_{béton}[s^2-(s^2-1)x^2]}\,dx \\ P_{22} = P_{33} = \int_0^1 \frac{s^2(1-x^2)}{2\lambda_{béton}[s^2-(s^2-1)x^2]}\,dx \end{cases} \quad (4.7)$$

Dans notre cas, nous pouvons supposer au vu des observations microscopiques par MEB que les MCP ont une forme sphérique, ce qui se traduit par un facteur de forme unitaire ($s = 1$) et la simplification des composantes du tenseur de Hill ($P_{11} = P_{22} = P_{33}$).

*c- Le modèle de Mori et Tanaka*

Ce modèle suppose que l'inclusion de forme ellipsoïdale immergée dans une matrice solide est soumise à un gradient de température fictif. Ainsi, la solution de ce problème permet l'estimation du tenseur de concentration relatif aux inclusions des MCP par [23, 120, 121] :

$$A_{MCP}^{MT} = A_{MCP}[(1 - f_v)I + f_v A_{MCP}]^{-1} \quad (4.8)$$

Avec $A_{MCP}$ le tenseur de concentration relative aux MCP et I : la matrice identité.

Le tenseur de la conductivité thermique homogénéisée du béton-MCP est estimé selon l'approche de Mori et Tanaka par :

$$\lambda_{hom}^{MT} = \lambda_{béton} + f_v(\lambda_{MCP} - \lambda_{béton}).A_{MCP}^{MT} \quad (4.9)$$

En faisant l'hypothèse que le matériau est isotrope, les équations précédentes amènent à :

$$(\lambda_{hom}^{MT})_{11} = (\lambda_{hom}^{MT})_{22} = (\lambda_{hom}^{MT})_{33} = \lambda_{béton} + \frac{f_v(\lambda_{MCP}-\lambda_{béton})(A_{MCP})_{11}}{(1-f_v)+f_v(A_{MCP})_{11}} \quad (4.10)$$

Avec:

$$(A_{MCP})_{11} = (A_{MCP})_{22} = (A_{MCP})_{33} = [1 + (\lambda_{MCP} - \lambda_{béton})P_{11}]^{-1} \quad (4.\ 11)$$

*d- Schéma dilué*

Dans le cas du schéma dilué (fractions volumiques faibles, interactions entre inhomogénéités négligées), l'équation (4.5) s'écrit [23] :

$$\lambda_{hom}^{dilué} = f_v.\lambda_{MCP}.A_{MCP} + (1 - f_v).\lambda_{béton}.A_{béton} \quad (4.\ 12)$$

Le tenseur de concentration de la matrice est donné par :

$$A_{béton} = \frac{1}{(1-f_v)}\{\mathrm{I} - f_v[\mathrm{I} + (\lambda_{MCP} - \lambda_{béton})P_{MCP}]^{-1}\} \quad (4.\ 13)$$

Ainsi, l'équation (4.12) peut s'écrire:

$$\lambda_{hom}^{dilué} = \lambda_{béton} + f_v(\lambda_{MCP} - \lambda_{béton})\mathrm{A}_{MCP} \quad (4.\ 14)$$

## 4.1.2. Résultats et interprétations

La conductivité thermique des MCP a été mesurée en utilisant la technique de Laser Flash alors que la conductivité thermique du béton de référence et des bétons-MCP a été mesurée en utilisant la technique du fil chaud. Les essais ont été réalisés à température conditionnée (10 °C, 20 °C, 30 °C, 40 °C, et 50 °C).

Par la suite, nous avons calculé la conductivité thermique homogénéisée en utilisant les lois de mélange citées précédemment. Ici, on présente seulement quelques résultats obtenus à partir des méthodes d'homogénéisation précédemment présentées pour des bétons incorporants des MCP-NAT et des MCP-DAM. Nous nous limiterons aux bétons-NAT et DAM avant vieillissement à l'échéance 28 j.

Dans le tableau 4.1, nous rappelons les données d'entrée de la conductivité thermique du béton REF et des MCP utilisées dans les modèles d'homogénéisation.

**Tableau.4. 1.** *Rappel des données expérimentales de la conductivité thermique*

| | T = 10 °C | T = 20 °C | T = 30 °C | T = 40 °C | T = 50 °C |
|---|---|---|---|---|---|
| **Béton_REF** | 1.9 | 2.1 | 2.2 | 2.1 | 1.8 |
| **MCP** | 0.13 | 0.05 | 0,16 | 0,16 | 0,15 |

*Conductivité thermique apparente des béton-MCP selon les modèles d'homogénéisation :*

La figure 4.2 présente une comparaison des résultats de la conductivité thermique mesurée expérimentalement avant vieillissement (à 28 jours) avec les résultats obtenus par les différents schémas d'homogénéisation dans les cas des bétons-NAT et des bétons-DAM. On peut constater que la conductivité thermique des bétons-NAT mesurée expérimentalement est comprise entre les deux bornes de Voigt et Reuss. Pour le cas des bétons-DAM, on constate que les mesures expérimentales obtenues dans le cas d'une teneur en MCP égale à 3 % ne sont pas bornées par les modèles de Voigt et de Reuss contrairement aux cas des mélanges Mix 1 et Mix 5. Cela pourrait s'expliquer (au-delà des éventuelles erreurs et incertitudes de mesures) par la conductivité thermique des MCP_DAM qui serait mal évaluée dans ce cas. En effet, il est utile de rappeler que seule la conductivité thermique des MCP_NAT a été mesurée par LFA, celle des MCP_DAM a été supposée égale. Toutefois, il est possible qu'au vu de l'endommagement que les MCP ont subi, leurs propriétés thermiques soient affectées, en particulier leur conductivité.

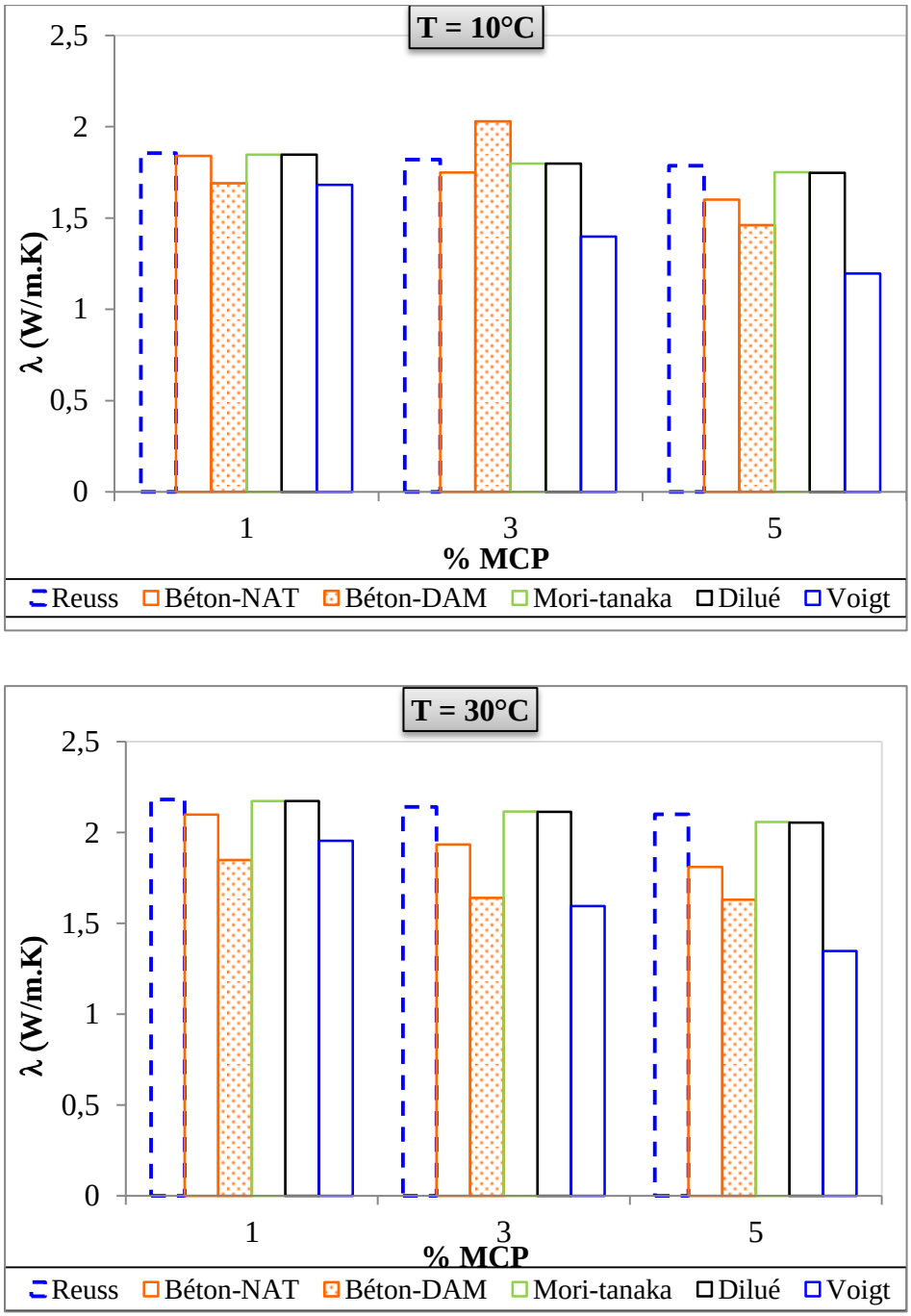



**Figure 4. 2 :** *Evolution de la conductivité thermique et calculée par les modèles de Voigt et Reuss, Mori et Tanaka et le schéma dilué en fonction de la teneur en MCP du béton-NAT et DAM (Haut : T= 10 °C, Bas : T = 30 °C).*

### 4.1.3. Conclusions

Pour estimer la conductivité thermique des bétons-MCP, des mesures de la conductivité thermique ont été effectuées sur les différents mélanges par la méthode de fil

chaud. Les mesures expérimentales relatives au béton-ref et aux MCP-NAT ont été par la suite exploitées en tant que données d'entrée pour l'étude d'homogénéisation afin de prédire le comportement thermique du mélange « bétons-MCP » avant vieillissement à différentes températures. Les modèles de Mori et Tanaka, dilué et les lois de mélange ont été mis à contribution pour la confrontation avec les résultats expérimentaux préalablement obtenus. A l'issue de l'étude multi-échelle, il a été constaté un bon accord entre les schémas d'homogénéisation et l'expérience quoiqu'un écart dans le cas des bétons-DAM se soit révélé plus prononcé que celui constaté pour les bétons-NAT, mais les estimations restent satisfaisantes. En particulier, nous avons noté que les modèles de Mori et Tanaka et le schéma dilué se concordent bien pour la description des bétons-NAT. Dans la suite, le schéma dilué sera alors adopté pour prédire la conductivité thermique des bétons-NAT avant vieillissement. En effet, ce dernier présente un écart maximal de l'ordre de 14 % et minimal de l'ordre de 0.5 % par rapport aux résultats expérimentaux. Pour le béton-DAM avant vieillissement, le schéma dilué est le plus efficace pour prédire la conductivité thermique des bétons-DAM à T = 10 °C (écart maximal de l'ordre de 20 % et minimal de l'ordre de 11 %) alors que le borne Voigt donne une meilleure prédiction pour $T = 30$ °C (écart maximal de l'ordre de 17 % et minimal de l'ordre de 6 %).

Nous rappelons que cette approche d'homogénéisation est basée sur un modèle moyen utilisant des résultats expérimentaux moyennés sans se soucier de la dispersion paramétrique éventuelle des propriétés thermiques. Dans la prochaine section et afin de prendre en compte ces incertitudes et pouvoir évaluer quantitativement et qualitativement leur impact sur la chaleur spécifique des bétons-MCP, une modélisation probabiliste paramétrique est présentée et appliquée sur différents cas de figure.

## 4.2. Etude stochastique et probabiliste paramétrique des incertitudes

Dans cette partie, une approche probabiliste paramétrique est présentée en tenant compte de la dispersion aléatoire des mesures expérimentales de la conductivité et de l'effusivité thermiques des bétons-MCP. En effet, une dispersion non négligeable au niveau des résultats de mesures a été notée tout au long de l'étude expérimentale qui a été menée lors de ce travail de recherche. Ces dispersions sont généralement liées aux incertitudes de mesures et à l'imprécision des différentes techniques et appareillages utilisés. L'approche qui sera développée dans cette section permet de décrire la dispersion des paramètres incertains par des variables aléatoires adéquates en leur attribuant des fonctions de densité de probabilité (fdp) rigoureusement construites. La construction de ces dernières se repose essentiellement sur l'exploitation de l'information disponible (ou utilisable) mise à disposition telle que la moyenne, l'écart type, le support (l'ensemble des valeurs possibles de la variable aléatoire), etc.

### 4.2.1. Notions des erreurs et des incertitudes de mesure

Les résultats mesurés ou calculés peuvent comporter des incertitudes et des erreurs. Il est alors nécessaire de les corriger. Cependant, la connaissance du processus de mesure et l'identification des causes d'erreurs rendent parfois l'étape de correction difficile. En effet, une série de mesure est soumise à plusieurs facteurs qui modifient les résultats obtenus tels que [120]:

- Les conditions environnementales (température, pression)
- L'instrument de mesure (temps de réponse, exactitude, sensibilité, mauvais étalonnage)
- L'opérateur (ne refait jamais la même mesure dans les mêmes conditions à cause de : la fatigue, les erreurs de parallaxe)

Une mesure comporte en général plusieurs opérations dont chacune peut être source de variabilité. Les erreurs sont dues généralement à une imperfection de l'appareillage ou de la technique de mesure et elles dépendent le plus souvent des caractéristiques de l'appareillage

et de l'habilité de l'opérateur. Toutefois, il existe dans la pratique de nombreuses sources possibles d'incertitude comme :

- Un échantillonnage non-représentatif
- La résolution de l'instrument
- Des valeurs inexactes des étalons et matériaux de référence
- Des approximations dans le processus de mesure

Toute mesure expérimentale donne lieu à des erreurs dont la valeur ne peut généralement être estimée que par des techniques de calcul de probabilité à partir des résultats d'une série de mesures.

### 4.2.2. Construction du modèle probabiliste

L'approche probabiliste a été développée afin de prendre en compte les incertitudes sur les données et les incertitudes de modélisation pour des systèmes complexes, en modélisant les sources incertaines par des variables aléatoires et des champs stochastiques [101]. Dans le cas où les incertitudes portent sur les paramètres du modèle, l'approche est dite paramétrique. En revanche, lorsque les incertitudes portent sur la modélisation ou la méthode de résolution, l'approche est dite non-paramétrique. Dans notre cas, nous nous restreindrons au cas de la modélisation probabiliste paramétrique. Celle-ci est parfaitement adaptée pour prendre en compte des incertitudes liées aux paramètres données du modèle qui généralement gouvernent la réponse finale du système. Elle permet ainsi de modéliser ces paramètres incertains par des variables aléatoires (scalaires, vectorielles, matricielles) [101].

Pour décrire leurs dispersions, les variables aléatoires peuvent être décrites par des lois de probabilité qui peuvent être construites selon des méthodes statistiques ou en utilisant d'autres techniques comme la méthode du maximum d'entropie. Cette méthode riche, constructive et cohérente a été introduite par Shannon dans le cadre de la théorie de l'information [104] et consiste à définir la loi de probabilité en n'utilisant que la seule information disponible (ou utilisable) pour la variable aléatoire telles que son écart type, sa moyenne, son support « supp », etc.

Soit X = ($X_1$,…, $X_n$) une variable aléatoire discrète à valeur dans $\mathbb{R}^n$ associé au paramètre x incertain à valeur dans $\mathbb{R}^n$. Nous supposerons pour simplifier le calcul que $P_X$ (dx) a une densité de probabilité $p_X$ (x) par rapport à la mesure de Lebesgue dx [102, 104].

$$P_X(dx) = p_X(dx) \tag{4. 15}$$

Avec X = ($X_1$,…, $X_n$) le point de $IR^n$ et dx = ($dx_1$,…, $dx_n$). On note $Supp_n$c $\mathbb{R}^n$ le support de la densité de probabilité $p_X$, ce qui implique que $p_X(x) = 0$ si x n'appartient pas au $Supp_n$. Cette loi de probabilité $P_X$ peut être définie par la fonction de répartition x→$F_X(x)$ de $\mathbb{R}^n$ dans [0,1] telle que :

$$F_X(x) = P\{X \leq x\} = P_X(B_x) = \int_{y \in B_x} P_X(dy) \tag{4. 16}$$

Avec $B_x = ]-\infty, x_1] \times \ldots \times ]-\infty, x_n] \in B_{\mathbb{R}^n}$ et ($\mathbb{R}^n$, $B_{\mathbb{R}^n}$, P) l'espace probabilisé.

L'entropie de la mesure de probabilité $P_X(dx)$ définie par sa densité de probabilité $p_X$ est telle que :

$$S(p_x) = -\int_{\mathbb{R}^n} p_x \ln(p_x(x))dx = -E\{\ln(p_x(X))\} \tag{4. 17}$$

Où E désigne l'espérance mathématique définie par :

$$E\{\|X\|^q\} = \int_A \|X(a)\|^q \, dP(a) = \int_{\mathbb{R}^n} \|x\|^q P_X(dx) < +\infty \tag{4. 18}$$

En se basant sur la notion de l'entropie, le principe du maximum d'entropie stipule que la densité de probabilité $p_X(x)$ de la variable aléatoire X à construire est celle qui doit avoir la plus grande incertitude sur l'ensemble de toutes les densités de probabilité qui vérifient les contraintes définies par l'information disponible ou utilisable. Autrement dit, cela revient à maximiser l'entropie S($p_X$) sachant les (1+ m) contraintes décrivant l'information utilisable. Cela nous conduit à un problème d'optimisation sous contraintes qui s'écrit sous la forme du système d'équations suivant (Eq 4.19) [104] :

$$\begin{cases} \max_{px \in C_{ad}} S(p_x) \\ \int_{\mathbb{R}^n} p_X dx = 1 \\ \int_{\mathbb{R}^n} g_j p_X dx = f_j \quad , j = 1, \ldots, m \end{cases} \tag{4. 19}$$

Où $C_{ad}$ désigne le domaine des densités de probabilité potentiellement admissibles et fj la contrainte décrivant l'information utilisable. Par exemple, si gj = x, fi vaut la moyenne de x notée mx et si gi = x² alors fi vaut l'écart type.

Un moyen pour résoudre le problème d'optimisation (équation 4.19) est d'introduire (1+m) multiplicateurs de Lagrange $(\lambda_0 - 1) \in \mathbb{R}^n$, $\lambda_1 \in \mathbb{R}^1$,…,$\lambda_m \in \mathbb{R}^m$ qui seront associés aux (1+ m) contraintes de l'information utilisable. Nous définirons ainsi le Lagrangien $L(p_X)$ tel que :

$$L(p_x) = S(p_x) - (\lambda_0 - 1)\left\{\int_{\mathbb{R}^n} p_x(x)dx - 1\right\} - \sum_{j=1}^{m} \left\langle \lambda_j, \left\{\int_{\mathbb{R}^n} g_j(x)p_x(x)dx - \underline{f}_j\right\}\right\rangle_{\mathbb{R}^{v_j}} \quad (4.20)$$

Où $\langle u, v\rangle_{\mathbb{R}^{v_j}} = u_1 v_1 + \cdots + u_{v_j} u_{v_j}$ est le produit scalaire euclidien dans $\mathbb{R}^{v_j}$.

En posant :

$$b = (\lambda_0 - 1) + \sum_{j=1}^{m} \left\langle \lambda_j, \underline{f}_j \right\rangle_{\mathbb{R}^{v_j}} \quad (4.21)$$

et

$$h(x, p_X(x)) = p_X(x)\left\{\log\left(p_X(x)\right) + (\lambda_0 - 1) + \sum_{j=1}^{m} \left\langle \lambda_j, g_j(x)\right\rangle_{\mathbb{R}^{v_j}}\right\} \quad (4.22)$$

Le lagrangien peut alors s'écrire sous la forme suivante :

$$L(p_x) = b - \int_{\mathbb{R}^n} h(x, p_X(x))dx \quad (4.23)$$

En utilisant le calcul des variations, les extremums de $L(p_x)$ vérifient l'équation :

$$\frac{\partial}{\partial p_X(x)}\, h\left(x, p_X(x)\right) = 0 \quad (4.24)$$

Ce qui donne :

$$p_X(x) = \mathbb{1}_{S_n}(x) exp\left(-\lambda_0 - \sum_{j=1}^{m} \langle \lambda_j, g_j(x)\rangle_{\mathbb{R}^{v_j}}\right) \quad (4.25)$$

Cette solution n'admet qu'un seul extrémum (minimum). Il suffit à ce stade de calculer les multiplicateurs de Lagrange à partir des équations définies par les contraintes pour identifier complètement la fonction densité de probabilité (fdp) [102, 104].

### 4.2.3. Variables aléatoires et construction des lois de probabilités des champs stochastiques

L'approche stochastique présentée dans le paragraphe précédent (4.2.2) est adaptée au cas des bétons-MCP afin d'analyser l'influence des dispersions des mesures sur leur comportement thermique et en particulier sur la chaleur spécifique. Rappelons que cette dernière a été obtenue par une méthode « contournée » consistant à mesurer d'abord la conductivité λ (par fil chaud) et puis l'effusivité e (par plan chaud) pour en déduire (par l'Eq. 3.8) la valeur de $C_p$ à la température souhaitée. Toutefois, malgré les différentes précautions adoptées au cours des différentes manipulations (mesures réalisées à l'étuve, répétition des essais, changement de facettes…) des incertitudes ont été constatées pour l'évaluation expérimentale de la conductivité et de l'effusivité thermiques. Par ailleurs, la masse volumique ρ mesurée expérimentalement est sujette elle aussi à une dispersion importante. Ainsi, en faisant le bilan des paramètres incertains mis en jeu, nous pouvons identifier trois paramètres essentiels (λ, e et ρ) auxquels nous attribuerons dans la suite des variables aléatoires (VA) . Au vu de l'information utilisable disponible, en l'occurrence la moyenne, l'écart type et le support (que nous rappelons dans le tableau 4.2 et le tableau 4.3), nous pouvons démontrer (à partir de l'Eq. 4.25) que la fdp de chaque VA peut être décrite par une loi normale ou gaussienne de la forme suivante :

$$P_X(x) = \exp(-\lambda_0 - \lambda_1 x - \lambda_2 x^2) \tag{4. 26}$$

Où $\lambda_0$, $\lambda_1$ et $\lambda_2$ représentent les multiplicateurs de Lagrange qui minimisent la fonction convexe H suivante :

$$H(x) = \lambda_0 + \lambda_1 m + \lambda_2 m_2 + \int \exp(-\lambda_0 - \lambda_1 x - \lambda_2 x^2) dx \tag{4. 27}$$

Où $m_2$ est le moment d'ordre 2 défini par :

$$m_2 = m_x^2 + \sigma_x^2 \tag{4. 28}$$

$m_x$ et $\sigma_x$ sont respectivement la moyenne et l'écart type de la variable

**Tableau.4. 2.** *Rappel de l'information utilisable pour l'approche stochastique (Cas des bétons-MCP avant vieillissement)*

*T = 10 °C*

| | ρ (kg/m$^3$) | λ (W/m.K) | $\sigma_\lambda$ | e (J/K.m$^2$.s$^{0,5}$) | $\sigma_e$ |
|---|---|---|---|---|---|
| ref | 2375 | 1,9 | 0,06 | 1713,6 | 56,9 |
| mix 1 | 2386 | 1,8 | 0,13 | 1765,5 | 260,4 |
| mix 3 | 2407 | 1,8 | 0,13 | 1766,9 | 72,9 |
| mix 5 | 2429 | 1,6 | 0,07 | 1821,2 | 292,3 |

*T = 30 °C*

| | ρ (kg/m$^3$) | λ (W/m.K) | $\sigma_\lambda$ | e (J/K.m$^2$.s$^{0,5}$) | $\sigma_e$ |
|---|---|---|---|---|---|
| ref | 2375 | 2,2 | 0,11 | 1888,6 | 162,4 |
| mix 1 | 2386 | 2,1 | 0,11 | 1911,1 | 214,1 |
| mix 3 | 2407 | 1,9 | 0,02 | 1909,7 | 80,4 |
| mix 5 | 2429 | 1,8 | 0,21 | 1957,9 | 147,2 |

**Tableau.4. 3.** *Rappel de l'information utilisable pour l'approche stochastique (cas des bétons-MCP après vieillissement)*

*T = 10 °C*

| | ρ (kg/m$^3$) | λ (W/m.K) | $\sigma_\lambda$ | e (J/K.m$^2$.s$^{0,5}$) | $\sigma_e$ |
|---|---|---|---|---|---|
| ref | 2375 | 1,9 | 0,07 | 1765,8 | 57 |
| mix 1 | 2386 | 1,8 | 0,20 | 1815,2 | 262,4 |
| mix 3 | 2407 | 1,8 | 0,13 | 1875,2 | 73 |
| mix 5 | 2429 | 1,7 | 0,10 | 1855,7 | 293 |

*T = 30 °C*

| | ρ (kg/m$^3$) | λ (W/m.K) | $\sigma_\lambda$ | e (J/K.m$^2$.s$^{0,5}$) | $\sigma_e$ |
|---|---|---|---|---|---|
| ref | 2375 | 2,2 | 0,12 | 1980 | 163 |
| mix 1 | 2386 | 2 | 0,12 | 2015,7 | 214 |
| mix 3 | 2407 | 2 | 0,02 | 2000,2 | 80,5 |
| mix 5 | 2429 | 1,8 | 0,30 | 1996,9 | 147,2 |

Une fois les fdp déterminées par identification des multiplicateurs de Lagrange, nous utiliserons une méthode inverse pour effectuer un tirage aléatoire de la variable en question selon sa fdp.

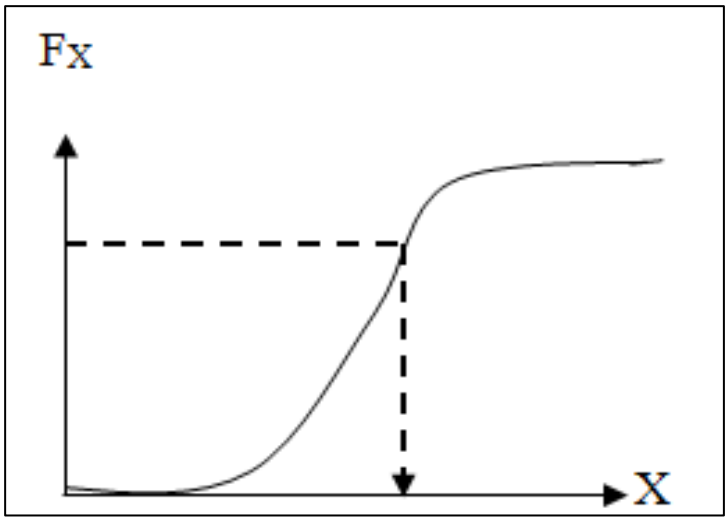



**Figure 4. 3 :** *Illustration de la méthode inverse des tirages aléatoires selon la loi de proba* $F_X$.

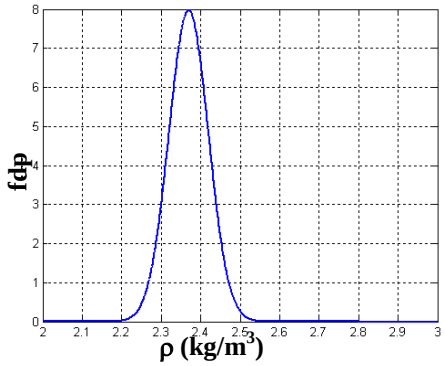
Ainsi, pour chaque variable aléatoire, 2000 tirages (réalisations) ont été effectués selon la fdp considérée. Les résultats sont présentés sur les figures ci-dessous (4.4 à 4.6). A noter que les calculs ont été effectués pour les différents bétons-NAT étudiés avant et après vieillissement à des températures de l'ordre de 10 °C et 30 °C (respectivement avant et après changement de phase des MCP). Dans ce qui suit, nous présentons les résultats dans les cas du béton de référence et du béton mix 3. Les autres résultats seront présentés en annexe 4.

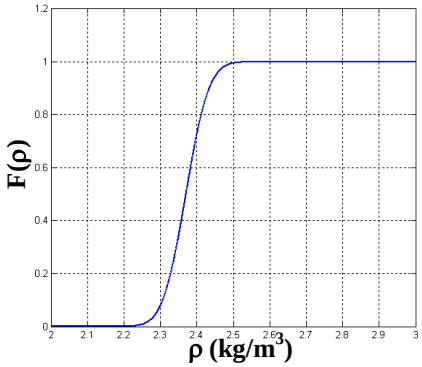
*a- Avant vieillissement*

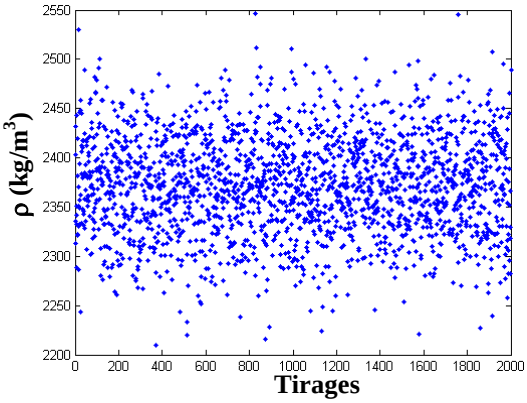
- **<u>Construction des lois de probabilité de la chaleur spécifique du béton de référence à T = 10 °C</u>**

Dans ce qui suit, nous présentons les résultats de la fdp, la fonction de répartition F et les différentes réalisations relatives aux trois VA (masse volumique, effusivité et conductivité thermique) dans le cas du béton de référence à T = 10 °C (figure 4.4) :

## ***Masse volumique***

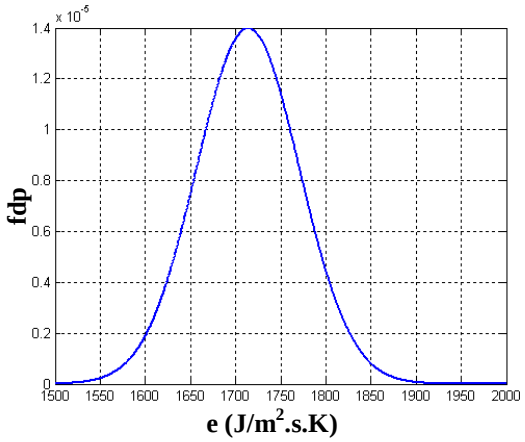


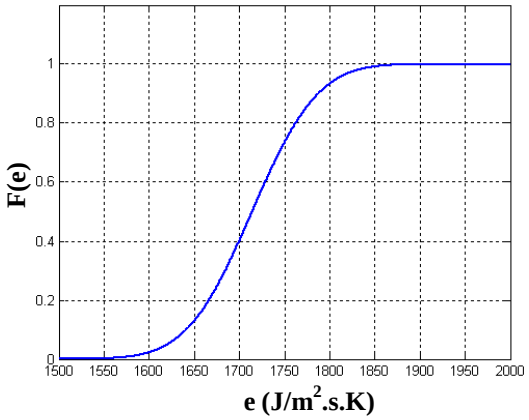



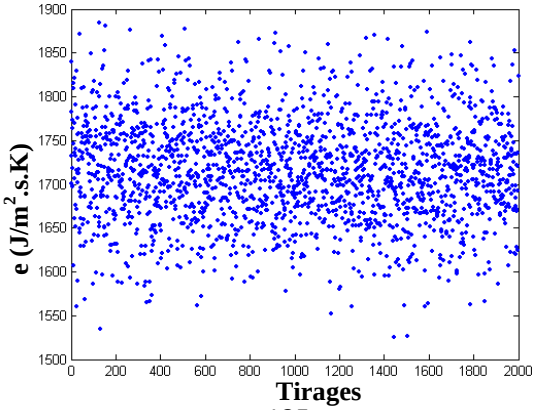




***(a)***

## ***Effusivité thermique***

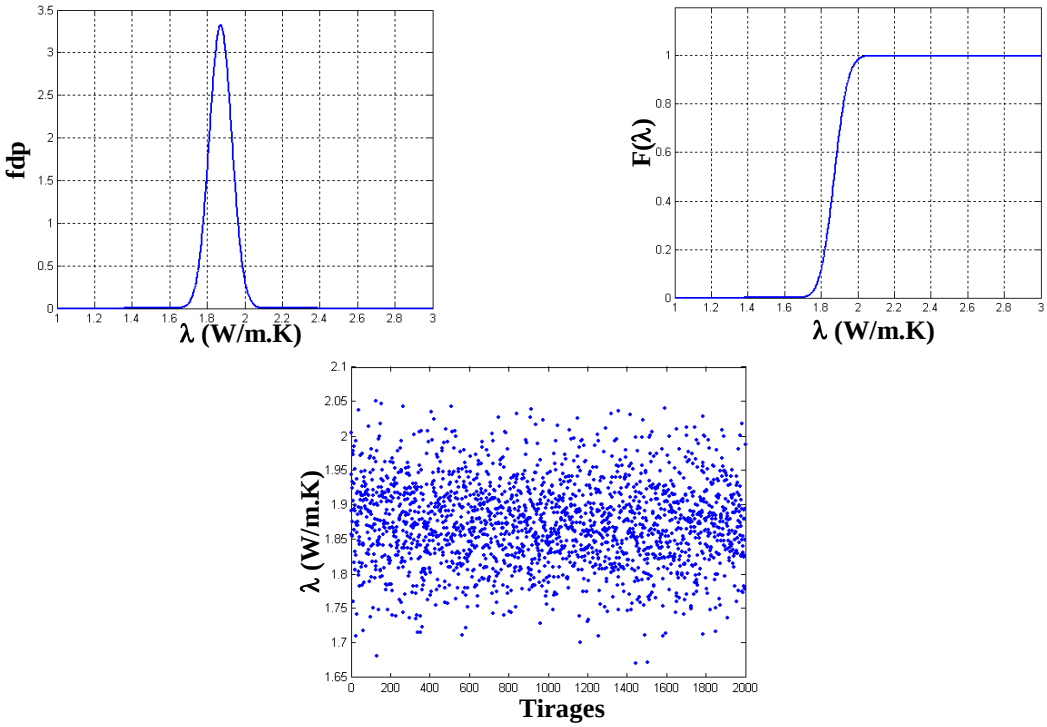


(b)

***Conductivité thermique***




(c)

**Figure 4. 4 :** *pdf (haut à gauche), fonctions de répartition (haut à droite) et différentes réalisations aléatoires selon la pdf (bas) de : (a) la masse volumique, (b) l'effusivité thermique, (c) la conductivité thermique du béton de référence avant vieillissement à T =10 °C.*

On détermine de la même manière les lois de probabilité de l'effusivité et la conductivité des différents bétons étudiés (ref, mix 1, mix 3 et mix 5) et on déduit la réponse finale en termes de chaleur spécifique avant et après vieillissement à T = 10 °C et 30 °C. Dans ce qui suit, nous présentons les résultats obtenus pour le béton de référence et le mix 3 :

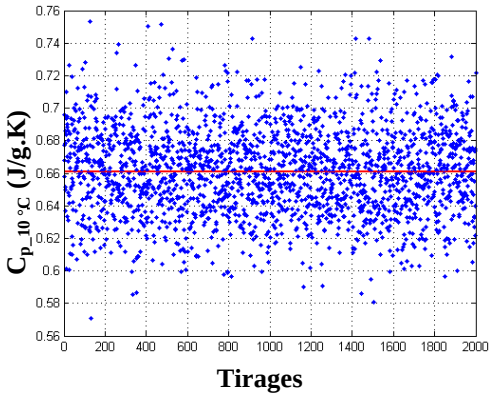
- **Etude de convergence et Simulations de Monte Carlo**

La figure 4.5 illustre les simulations de Monte Carlo menées afin de tester la convergence du modèle stochastique. Nous pouvons clairement constater que dans le cas du béton ref (à T = 10 °C), le modèle probabiliste converge au bout de 1400$^{ème}$ tirages environ aussi bien en terme de moyenne que d'écart type de la VA. La moyenne de la chaleur spécifique obtenue après la convergence du modèle stochastique de béton de référence et de

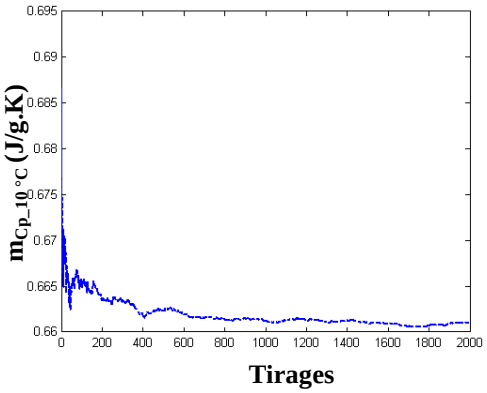
mix 3 déterminé à T = 10 °C et 30 °C est respectivement de l'ordre de (660 , 680, 745, 790) J/ kg.K alors que l'écart type est de l'ordre de (0.0275, 0,12, 0,085, 0,07) %.

***Béton de référence, T = 10 °C***

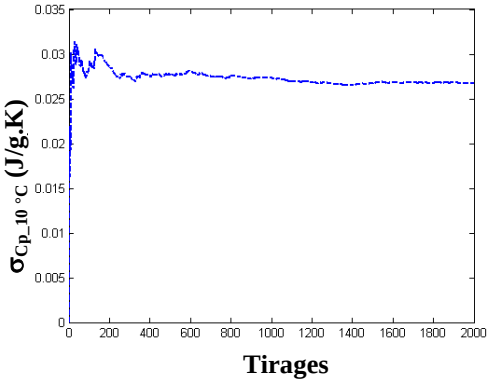
(a)




(b)

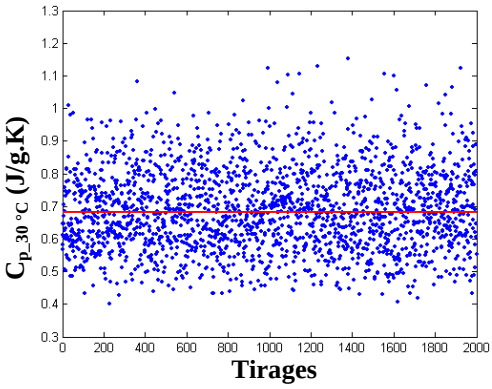



(c)

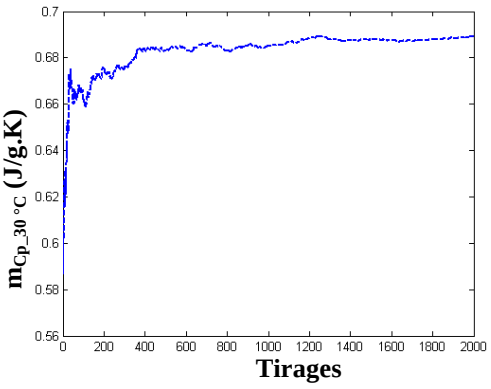



***Béton de référence, T = 30 °C***

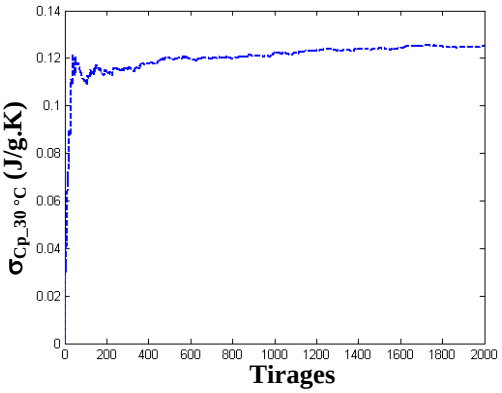
(a)




(b)

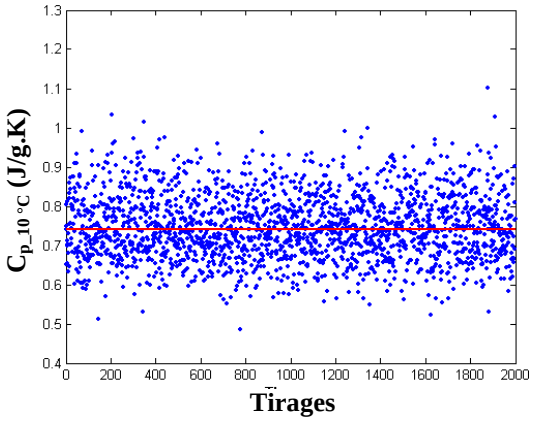


(c)

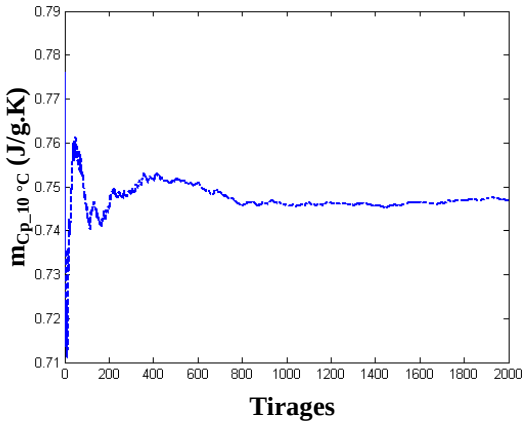



***mix 3, T =10 °C***

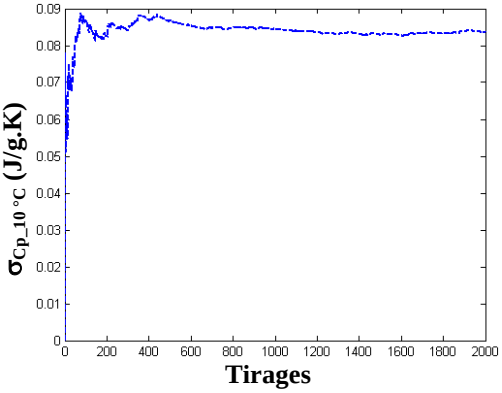
(a)




(b)

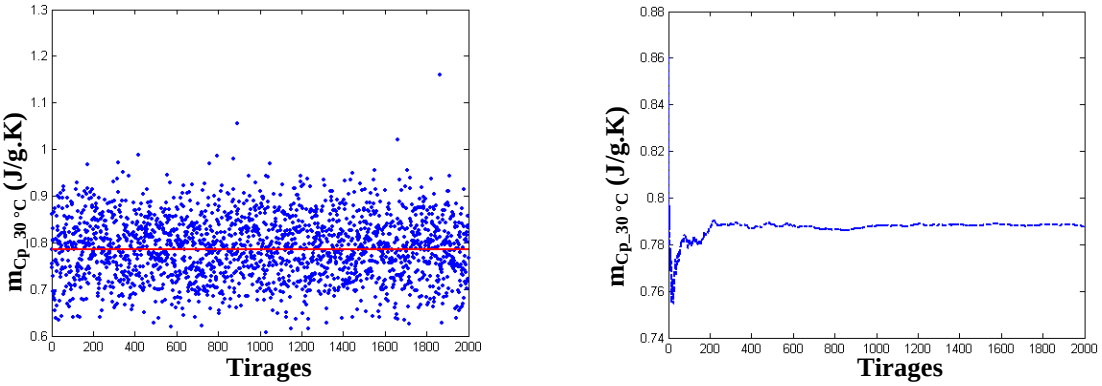



(c)



***mix3, T = 30 °C***

(a) (b)




(c)

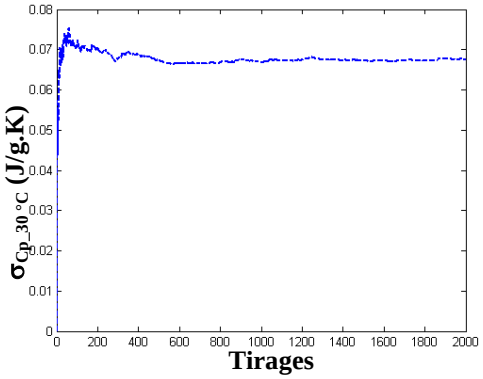



**Figure 4. 5 :** *Différentes réalisations aléatoire selon la pdf ((a)) et simulation Monte Carlo ( (b) et (c)) de la chaleur spécifique des bétons de référence et des bétons mix 3 avant vieilissement à T = 10 °C et T = 30 °C.*

Les résultats précédemment obtenus permettent de construire des intervalles de confiance notées IC pour lequel la probabilité de contenir la solution exacte est au moins égale à 95 %. Les bornes inférieure et supérieure de cet intervalle, respectivement $p^-$ et $p^+$ sont obtenues de la manière suivante :

$$p^- = \xi(1 - p_c);\ p^+ = \xi p_c \qquad (4.\ 29)$$

Où $\xi$ désigne le fractile d'ordre $p_c$ défini par :

$$\xi(\mathrm{p}) = \{x; p(X < x) = p_c\} \qquad (4.\ 30)$$

Le tableau 4.4 présente les régions de confiance déterminées pour les différents bétons étudiés :

**Tableau.4. 4.** *Les régions de confiance déterminée des bétons non vieillis étudiés*

| | T = 10 °C | T =30 °C |
|---|---|---|
| **IC_Réf** | [570 – 750] | [390 – 1150] |
| **IC_mix 1** | [218 – 1554] | [520 – 1050] |
| **IC_mix 3** | [486 – 1101] | [606 – 1160] |
| **IC_mix 5** | [250 – 1680] | [430 – 1580] |

Les différentes simulations numériques de Monte Carlo relatives à la chaleur spécifique sont présentées sur la figure 4.6 dans le cas du béton de référence mesurée avant vieillissement à T = 10 °C. La distribution de la chaleur spécifique a été déterminée en considérant l'écart type et la moyenne obtenus après convergence par la méthode de Monte Carlo. On peut constater que la distribution de probabilité de la chaleur spécifique concorde bien avec une loi normale de la forme :

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{\frac{-(x-m)^2}{2\sigma^2}} \qquad (4.\ 31)$$

Où :

$\sigma$ : est l'écart type de $C_p$ qui est égale à 0,03 % environ.

m : est la moyenne de Cp qui est égale environ à 660 J/kg.K.

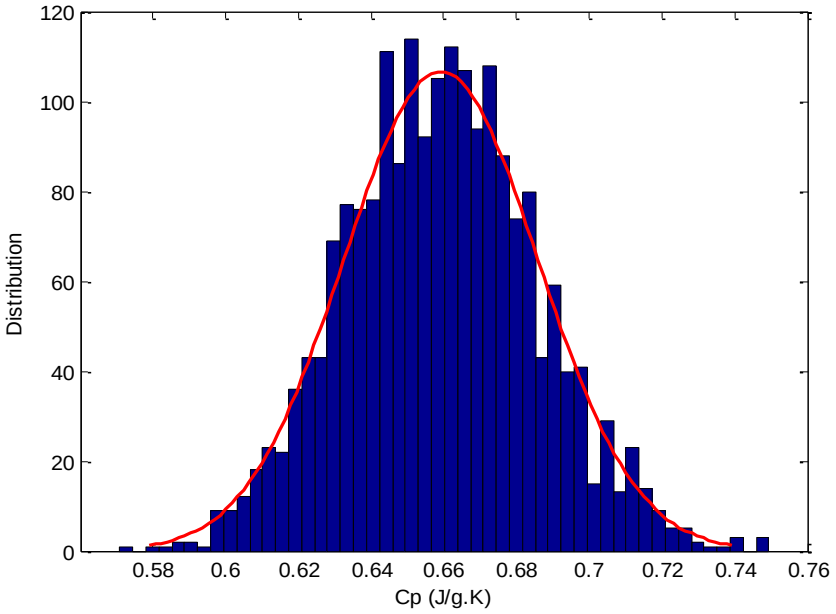


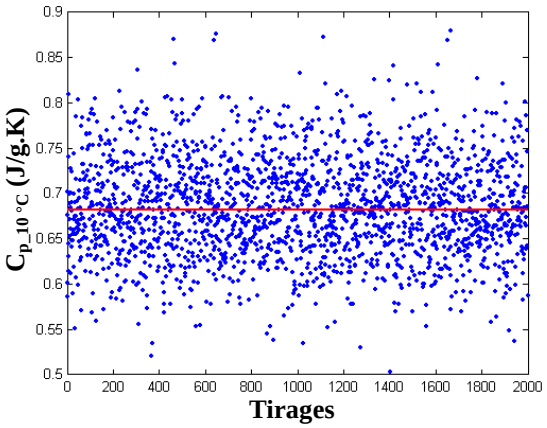

**Figure 4. 6 :** *Distribution de la probabilité de la chaleur spécifique (Cas du béton ref avant vieillissement, T = 10 °C).*

*b- Après vieillissement*

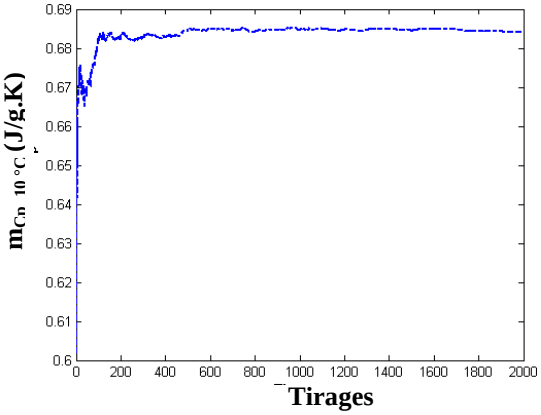
Par analogie au cas non vieilli, on détermine les lois de probabilité de l'effusivité et la conductivité aux températures considérées pour en déduire la réponse stochastique de la chaleur spécifique des différents bétons vieillis. Les résultats sont présentés sur la figure 4.7 :

***Béton de référence, T = 10 °C***

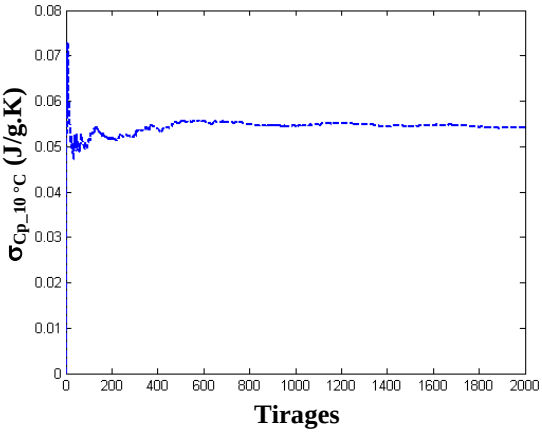
(a)




(b)

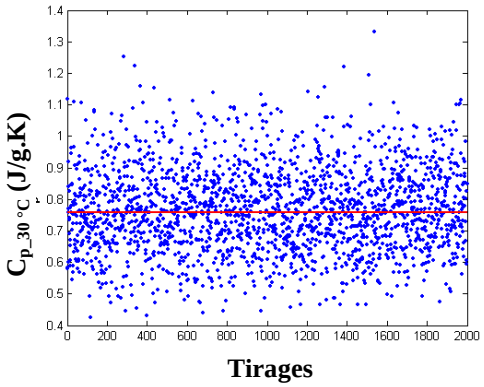



(c)

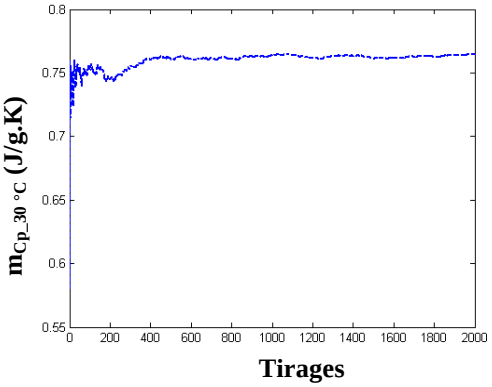



***Béton de référence, T = 30 °C***

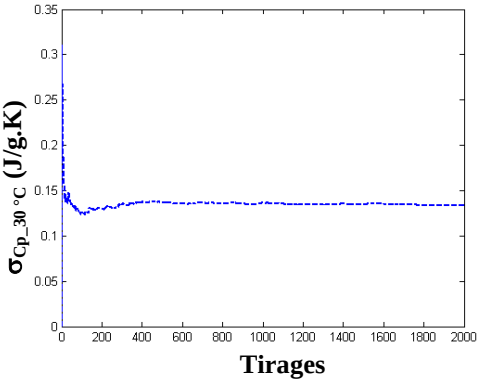
(a)




(b)

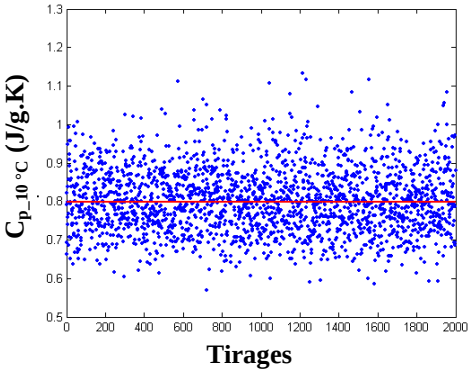


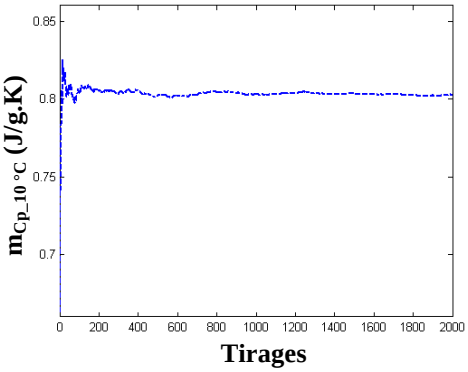
(c)



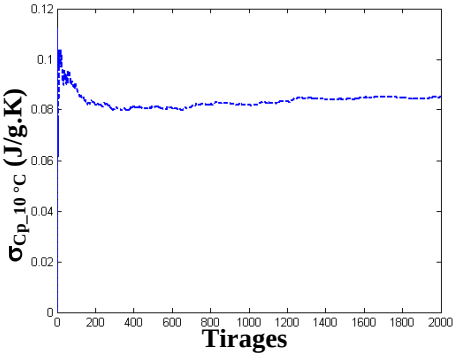

***mix 3, T =10°C***

(a) (b)



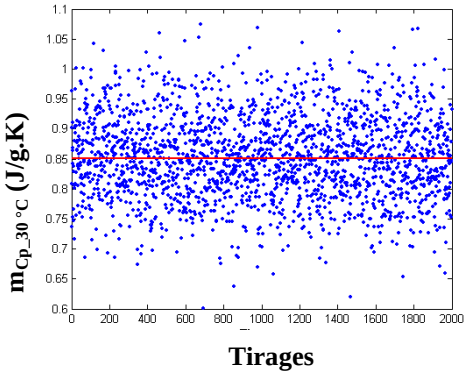



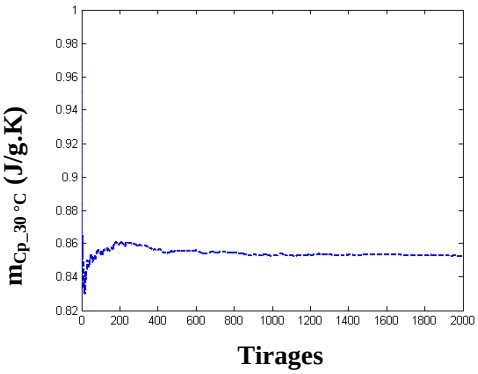

(c)




***mix 3, T = 30 °C***

(a) (b)



(c)

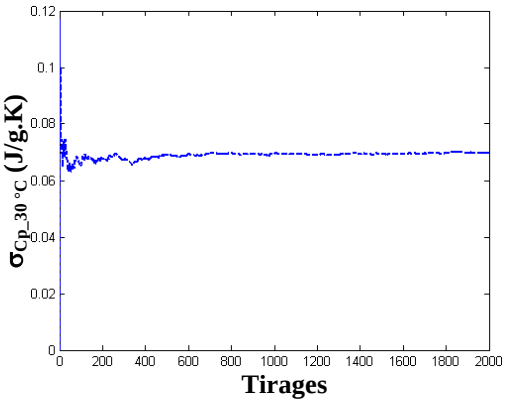



**Figure 4. 7 :** *Différentes réalisations aléatoire selon la pdf ((a)) et simulation Monte Carlo ( (b) et (c)) de la chaleur spécifique de bétons de référence et des bétons mix 3 après vieillissement à T = 10 °C et T = 30 °C.*

Les différentes régions de confiance ont été également déterminées et sont présentées sur le tableau 4.5 :

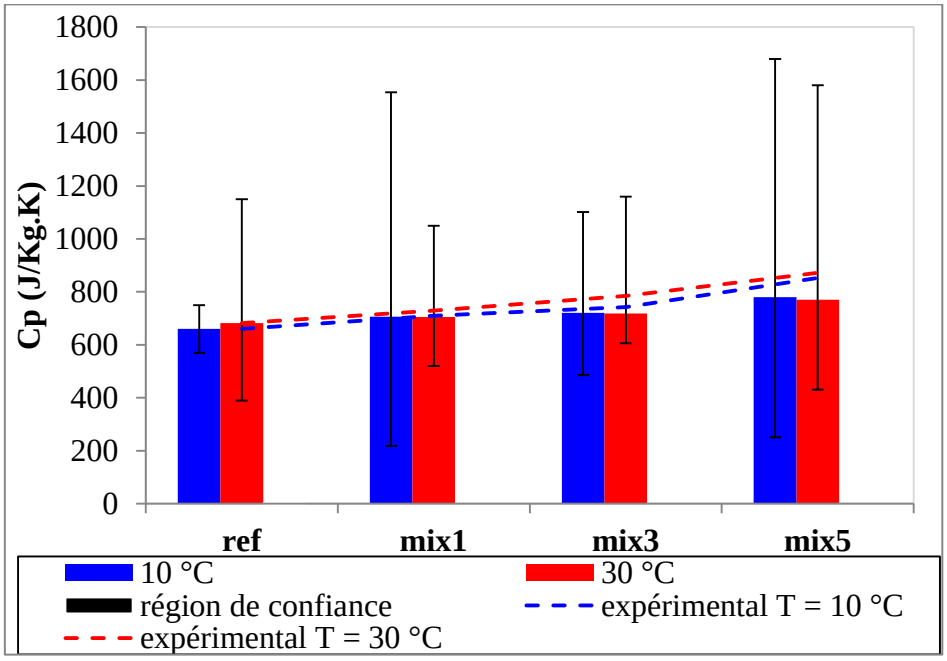
**Tableau.4. 5.** *Les régions de confiance déterminée des bétons vieillis étudiés*

| | **T = 10 °C** | **T = 30 °C** |
|---|---|---|
| **IC_Réf** | [502 – 879] | [423 -930] |
| **IC_mix 1** | [410 – 1220] | [272 – 1570] |
| **IC_mix 3** | [568 - 1132] | [600 - 1070] |
| **IC_mix 5** | [450 – 1323] | [423 - 1415] |

## 4.2.4. Confrontation du modèle probabiliste au modèle moyen micro-macro

La chaleur spécifique des bétons-NAT étudiés a été déterminée suite à l'étude probabiliste en prenant en compte les incertitudes paramétriques relatives à la densité, la conductivité et l'effusivité thermiques. Afin de quantifier l'impact des incertitudes sur la réponse thermique des bétons-MCP, nous nous baserons sur l'étude d'homogénéisation précédemment décrite afin de calculer (par l'Eq.3.8) la chaleur spécifique des différents bétons à partir de la conductivité thermique homogénéisée et des paramètres moyennées de la masse volumique et l'effusivité thermique relatives à chaque mélange. Ces résultats seront, par la suite, comparés à ceux obtenus par l'étude probabiliste ainsi qu'aux résultats expérimentaux.

(a)




(b)

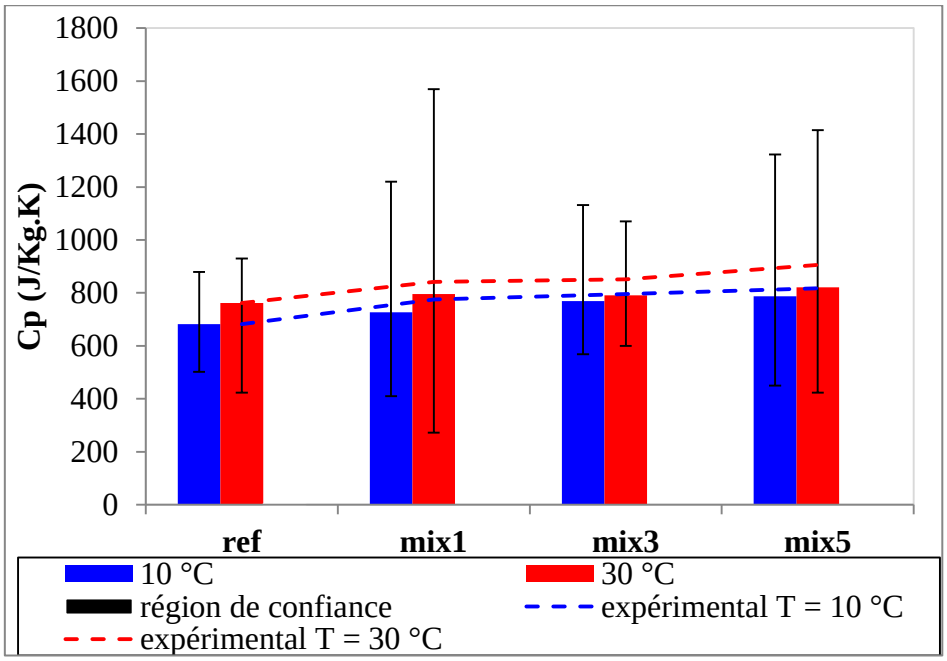



**Figure 4. 8 :** *Chaleur spécifique des différents bétons-NAT étudiés calculée théoriquement en comparaison avec le modèle micro-macro et les régions de confiance : (a)avant vieillissement, (b) après vieillissement.*

Le schéma Dilué, préalablement retenu dans la section précédente, pour la prédiction de la conductivité thermique des bétons-NAT a été considéré pour le calcul de leurs chaleurs spécifiques aux températures d'intérêt (10 °C et 30 °C) avant et après vieillissement. La figure

4.8 présente la chaleur spécifique des différents bétons-NAT données par les différentes approches : expérimentale, multi-échelle et probabiliste. Cette figure montre que les mesures expérimentales et le résultat issu de l'homogénéisation se situent dans la région de confiance définie par l'étude probabiliste.

## 4.3. Conclusion

Ce chapitre s'est focalisé sur l'utilisation de deux approches théoriques : une première approche d'homogénéisation permettant de prédire la conductivité thermique des bétons-MCP et une deuxième approche probabiliste stochastique permettant d'analyser l'influence de dispersions de mesure sur le comportement thermique des bétons-MCP et en particulier sur la chaleur spécifique

La conductivité thermique des bétons-MCP a été prédite alors en utilisant différents modèles. Cette approche d'homogénéisation permet de se rapprocher des résultats expérimentaux et par conséquent de réduire le nombre des essais expérimentaux afin de déterminer les propriétés thermiques des bétons-MCP. Le schéma dilué fournit une meilleure prédiction de la conductivité thermique de différents bétons-NAT étudiés.

En outre, une dispersion non négligeable au niveau des résultats expérimentaux de mesure des propriétés thermiques des bétons-MCP a été constatée. Cette dispersion ne peut pas être attribuée seulement aux erreurs des mesures mais aussi aux variations de configurations expérimentales testées. Les variabilités des résultats expérimentaux sont alors prises en compte dans ce travail au travers de la construction d'un modèle probabiliste de la chaleur spécifique des bétons-MCP en utilisant le principe de maximum d'entropie. Cette approche probabiliste a fourni des régions de confiance très raisonnable pour la chaleur spécifiques des bétons-MCP.

Une confrontation du modèle probabiliste avec le modèle moyen micro-macro a été effectuée. Les résultats montrent que le modèle théorique de la chaleur spécifique déterminée en utilisant la conductivité thermique prédite par le schéma dilué ainsi que les résultats expérimentaux se situent dans la région de confiance définie par l'étude probabiliste.

.

# Chapitre 5 : Etude numérique par la Méthode des Volumes finis (MVF) d'une paroi en béton à changement de phase


5.1. Méthode des volumes finis ..... 150

5.1.1. Description et mise en équations ..... 150

5.1.2. Méthodes de résolution du problème de transfert avec changement de phase ..... 152

5.2. Description du modèle numérique ..... 155

5.2.1. Géométrie, Maillage et outil de résolution ..... 155

5.2.2. Validation du modèle numérique et optimisation du maillage ..... 158

5.3. Simulation numérique de la paroi en béton-MCP ..... 161

5.3.1. Les cas d'étude ..... 161

5.3.2. Résultats et interprétation ..... 162

*5.3.2.1. Condition dirichlet* ..... 162

*5.3.2.2. Convection naturelle* ..... 166

*5.3.2.3. Condition mixte* ..... 168

*5.3.2.4. Conclusions* ..... 172

5.4. Influence de la distribution des MCP sur le transfert thermique ..... 173

5.4.1. Cas d'étude ..... 173

5.4.2. Résultats et interprétation ..... 174

5.4.2.1. Convection naturelle ..... 174

5.5. Conclusion ..... 180

Les caractéristiques thermophysiques des MCP et l'influence de leur ajout dans le béton ont été présentées dans les chapitres précédents. Cependant, l'étude menée jusqu'à présent sur les bétons-MCP s'est restreinte à une échelle réduite, celle de l'éprouvette ou du corps d'épreuve. Au-delà d'une étude de laboratoire, la question est de savoir quelles seraient les performances du béton-MCP à une échelle plus importante une fois mis en place dans l'enveloppe du bâtiment. C'est ainsi que nous nous sommes intéressés dans ce chapitre à l'étude du comportement d'une paroi en béton-MCP par une méthode de modélisation numérique.

Il existe plusieurs méthodes de résolution numériques dans la littérature permettant de décrire et résoudre le problème de transfert thermique dans un bâtiment telle que la méthode des différences finies, les éléments finis et les volumes finis [111] :

- La méthode de différences finies (MDF) est largement utilisée pour la résolution des problèmes physiques. Elle permet une mise en œuvre simple pour une géométrie simple et est basée sur l'approximation des dérivées intervenantes dans les équations à l'aide des développements en série de Taylor. Cependant, cette méthode n'est pas toujours conservative.

- La méthode des éléments finis (MEF) est très utilisée dans le domaine de la mécanique des solides, mais parfois il est difficile de l'utiliser pour résoudre les termes non linéaires. Elle consiste à déterminer un champ local à attribuer à chaque sous domaine pour que le champ global obtenu par juxtaposition de ces champs locaux soit proche de la solution exacte du problème.

- La méthode des volumes finis (MVF) présente une approche physique, conservative, qui s'adapte à une géométrie quelconque. Elle permet la résolution des termes non linéaires hyperboliques, et consiste à définir un bilan local des flux dans un petit volume de contrôle. Les modèles qui en résultent sont dits de type CFD « Computational Fluid Dynamics ». Toutefois, quelques outils de simulation ne sont pas adaptés et ne prennent pas en compte certains phénomènes notamment le changement de phase sur une plage de fusion. Cependant, la méthode des volumes finis basée sur une formulation enthalpique permet la modélisation du processus de fusion et de solidification de ces matériaux. Par ailleurs, elle est largement utilisée pour la

résolution des problèmes des discontinuités (fusion/solidification) et permet de conserver les flux à travers les interfaces de maillages [110]. C'est cette méthode qui a été ainsi retenue pour cette étude.

Dans ce chapitre, nous présentons dans un premier temps le formalisme de résolution de la méthode des volumes finis, puis nous décrivons le modèle numérique développé pour la modélisation de la paroi en béton-MCP. Nous exploitons ensuite les résultats de mesures des propriétés thermiques précédemment présentées aux chapitres 2 et 3 pour la description des matériaux mis en jeu dans le but d'étudier le comportement d'une telle paroi par la résolution du problème de transfert thermique en régime non-stationnaire.

# 5.1. Méthode des volumes finis

## 5.1.1. Description et mise en équations

La loi générale de conservation de l'énergie pour un volume matériel arbitraire v de bord dv s'exprime dans la base cartésienne comme suit [108]:

$$\frac{d}{dt}\int_v \rho(e+\frac{u^2}{2})dv = -\int_{dv} q_i'' dA_i + \int_{dv} u_i \sigma_{ij} dA_j + \int_v q''' dv \qquad (5.1)$$

Avec :

$\int_v \rho e\ dv$, $\int_v \rho \frac{u^2}{2} dv$, $-\int_{dv} q_i'' dA_i$, $\int_{dv} u_i \sigma_{ij} dA_j$, et $\int_v q''' dv$ représentent respectivement la variation de l'énergie interne par unité de temps, la variation de l'énergie cinétique par unité de temps, la quantité de chaleur traversant le bord de v par unité de surface, le travail fourni par l'environnement sur le bord dv, et le terme de génération d'énergie interne.

e, ρ, u, $\sigma_{ij}$ et $u_i$ représentent respectivement l'épaisseur, la masse volumique, la norme du vecteur vitesse, les contraintes et le composant de vecteur vitesse.

L'évolution de la température pour une phase donnée doit satisfaire cette loi. Par ailleurs, les Matériaux à Changement de Phase changent de densité pendant le processus de changement de phase et par conséquent changent de volume. Ce changement de volume est généralement inférieur à 10 % pour le cas des MCP à base de paraffine ayant un changement d'état solide-liquide [109]. Ceci permet de négliger l'équation de continuité ($\frac{d}{dt}\int_v \rho\ dv$) dans l'expression de l'équation (5.1). D'autre part, des hypothèses simplificatrices peuvent être considérées pour la résolution, à savoir [108]:

- L'absence de génération d'énergie interne et de rayonnement thermique
- Les tensions de surface et la variation de l'énergie cinétique sont négligeables
- Pour les fluides incompressibles, $\rho e$ = $C_p \rho T$, ou $C_p$ est la chaleur massique à pression constante, T est la température.
- La chaleur massique $C_p$ et la masse volumique $\rho$ sont constantes
- Le matériau est homogène

La conduction thermique est isotropique et suit la loi de Fourier : $q_i'' = -\lambda \frac{dT}{dx_i}$ ou λ est la conductivité thermique.

Ainsi, pour une phase donnée et lorsque le mode de transfert de chaleur considéré est la conduction se produisant selon la direction x, l'expression de la loi générale de conservation de l'énergie pour un volume de contrôle espace-temps V se réduit à l'équation suivante [108]:

$$\int_V \frac{\partial(\rho C_p T)}{\partial t} + \frac{\partial y}{\partial x_i}\left(-\lambda \frac{\partial T}{\partial x_i}\right) dV = 0 \qquad (5.\ 2)$$

Pour les matériaux à changement de phase, il convient de remplacer le terme $\rho c_p T$ par l'enthalpie (H) qui tient compte de la différence d'énergie (chaleur latente L) entre les deux phases (liquide (l)/ solide (s)). L'enthalpie est définie par :

$$\mathrm{H} = \int_{T_{ref}}^{T} C_p(T)\rho(T)dT \qquad (5.\ 3)$$

Où $T_{ref}$ est une valeur de référence arbitraire

Pour les problèmes avec changement de phase, cette fonction H est définie par [108] :

$$H(T) = \begin{cases} \int_{T_{ref}}^{T} \rho_s\,(T) C_{ps}(T)dT & \mathrm{T} \leq \mathrm{T}_{fusion} \\ \int_{T_{ref}}^{T_f} \rho_s\,(T) C_{ps}(T)dT + \int_{T_f}^{T} \rho_l\,(T) C_{pl}(T)dT + \rho_l L & \mathrm{T} \geq \mathrm{T}_{fusion} \end{cases} \qquad (5.\ 4)$$

Avec :

$C_{ps}$, $C_{pl}$, $\rho_s$et $\rho_l$ désignent respectivement la chaleur massique et la masse volumique pour la phase solide (s) et liquide (l). Si ces paramètres sont constants pour une phase donnée et si la température de référence est égale à 0 K, l'enthalpie s'exprime de la manière suivante [108] :

$$H(T) = \begin{cases} \rho_s C_{ps} T & \mathrm{T} \leq \mathrm{T}_{fusion} \\ \rho_s C_{ps}\, T_f + \rho_l C_{pl}\left(T - T_f\right) + \rho_l L & \mathrm{T} \geq \mathrm{T}_{fusion} \end{cases} \qquad (5.\ 4)$$

L'équation (5.2) peut être réduite à :

$$\frac{\partial H}{\partial t} + \frac{\partial y}{\partial x_i}\left(-\lambda \frac{\partial T}{\partial x_i}\right) = 0 \qquad (5.\ 5)$$

A l'interface, il faut définir une équation supplémentaire donnée par la condition de Stefan (équation (5. 7)) afin que la loi de conservation de l'énergie soit applicable sur tout le domaine d'étude [108].

$$\lambda_l \frac{\partial T_l(X)}{\partial n} - \lambda_s \frac{\partial T_s(X)}{\partial n} = \rho L v_n \qquad (5.\ 6)$$

Avec :

$\rho = \rho_l = \rho_s$

n, $V_n$, $\lambda_l$ et $\lambda_s$ représentent respectivement la normale à l'interface solide liquide, la vitesse normale à cette interface, la conductivité thermique de la phase liquide et la conductivité thermique de la phase solide.

### 5.1.2. Méthodes de résolution du problème de transfert avec changement de phase

Il existe plusieurs méthodes pour la résolution du problème de transfert de chaleur avec changement de phase telles que les méthodes analytiques et les méthodes numériques. Les méthodes numériques sont généralement utilisées lorsqu'il n'est pas nécessaire de trouver la position exacte du front de transition de phase. Parmi les méthodes numériques les plus utilisées, nous citons la méthode du $C_p$ apparent, la méthode de Pham et la méthode enthalpique [100, 112]. Dans ce qui suit, nous présentons la méthode du $C_p$ apparent et la méthode enthalpique :

*(a) Méthode du $C_p$ apparent*

La méthode du $C_p$ apparent permet d'écrire l'équation qui définit le processus de changement de phase en une seule équation :

$$\rho(T)C_{app}(T)\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left(\lambda(T)\frac{\partial T}{\partial x}\right) \tag{5. 7}$$

$C_{app}$ présente la chaleur massique apparente est défini par :

$$\begin{cases} C_{app} = Cp_s\,(T) & pour\ la\ phase\ solide \\ C_{app} = \frac{1}{2}\left(\overline{Cp_s} + \overline{Cp_l}\right) + \frac{dL(T)}{dT} & pour\ la\ zone\ de\ mélange \\ C_{app} = Cp_l\,(T) & pour\ la\ phase\ liquide \end{cases} \tag{5. 8}$$

$\overline{Cp_l}$ et $\overline{Cp_s}$ sont respectivement les capacités thermiques massiques moyennes de la phase liquide et de la phase solide [100].

Pour cette méthode, le dégagement ou l'absorption de la chaleur latente est prise en compte par l'augmentation du $C_{app}$ [100].

*(b) Méthode enthalpique*

Cette approche est largement utilisée pour décrire le changement de phase des MCP se produisant sur une plage de température. Elle consiste à considérer le domaine d'étude comme une seule phase dont les propriétés thermophysiques dépendent de la température et à exprimer l'équation de la conservation de l'énergie sous forme enthalpique. Il s'agit alors de résoudre une seule équation de la chaleur non linéaire dont la résolution peut se faire par la méthode des volumes finis, éléments finis ou différences finies [112].

L'enthalpie H du matériau à changement de phase entre une température de référence et une température du point considéré s'exprime par [112] :

$$H = \left(fC_{pl} + (1-f)C_{pl}\right)T + f\left(C_{ps} - C_{pl}\right)T_f + fh_{ls} \qquad (5.\ 9)$$

f représente la fraction volumique liquide des MCP.

Dans ce cas, le changement de température d'un matériau induite par la variation de l'enthalpie due à la conduction de la chaleur suit une loi du type H = f(T). L'équation de conservation s'écrit alors sous la forme [112] :

$$\rho \frac{\partial H}{\partial t} = \frac{\partial y}{\partial x}\left(\lambda(T)\frac{\partial T}{\partial x}\right) \qquad (5.\ 10)$$

Si les deux phases coexistent, la fonction permettant de passer de la variable T à la variable H est donnée par [100] :

$$\int dH(T) = \int g(T,w)Cp_s(T)\,dT + \int [1-g(T,w)]Cp_l(T)dT + [1-g(t,w)]L_f \qquad (5.\ 11)$$

Où g(t,w) désigne la fraction solide qui dépend de la température T et de la composition du produit w. Ce paramètre varie entre 0 et 1 et s'exprime par [100] :

$$\begin{cases} g(T,w) = 0 & \text{pour la phase liquide} \\ g(T,w) = 1 - \left(\frac{T-T_s}{T_l-T_s}\right)^{\frac{1}{w-1}} & \text{pour la zone de mélange} \\ g(T,w) = 1 & \text{pour la phase solide} \end{cases} \qquad (5.\ 12)$$

Le logiciel Fluent 14.5/Ansys a été utilisé afin d'étudier le comportement thermique d'une paroi en béton-MCP. Ce code repose sur la Méthode des Volumes Finis (MVF). Il s'agit ensuite de discrétiser les équations par la Méthode des Volumes Finis (MVF) en

découpant le domaine en plusieurs volumes de contrôle puis effectuer sur chacun d'entre eux les bilans de masse, de quantité de mouvement et d'énergie. Cela nous conduit vers un système d'équations algébriques qui est résolu d'une manière itérative [115].

## 5.2. Description du modèle numérique

Le phénomène de changement de phase d'un matériau a été largement étudié dans la littérature. Plusieurs chercheurs ont proposé des solutions analytiques afin de déterminer et suivre le front de fusion d'un mélange au cours du temps en considérant un transfert de chaleur purement conductif dans les deux phases (solide et liquide) [13][108][113-116].

Toutefois, la prise en compte des autres modes de transfert thermique (convection et/ou rayonnement) rend le problème de changement de phase plus complexe et très coûteux en termes de temps de calcul même pour des géométries simples. En effet, les équations à résoudre (conservation de la masse, conservation de la quantité de mouvement, conservation de l'énergie) sont non linéaires et doivent être résolues simultanément dans les différentes phases du modèle [115]. Ainsi, la solution proposée est de résoudre uniquement l'équation d'énergie en considérant des propriétés thermiques équivalentes afin de prendre en compte les effets de fusion et de solidification.

L'analyse thermique de la paroi en béton-MCP doit prendre en compte plusieurs facteurs tels que la nature et les caractéristiques thermophysiques des MCP, la répartition et la distribution de ces matériaux dans la paroi, la variation de la température de chaque côté de la paroi (conditions aux limites) et les échanges thermiques.

Afin de simplifier la procédure de calcul, plusieurs hypothèses doivent être faites lors de la mise en équation de ce problème. Ainsi, l'étude d'un modèle conductif simplifié de changement de phase permet d'alléger le nombre des équations à résoudre numériquement et réduire ainsi le temps de calcul [115].

### 5.2.1. Géométrie, Maillage et outil de résolution

L'étude du transfert thermique à travers une structure en béton modifié avec des MCP est confrontée à des problèmes de modélisation. Ces problèmes sont dus essentiellement au changement de phase qui se produit sur une plage de température d'une part et à la non linéarité des équations à résoudre d'autre part. A cela se rajoute le problème des conditions aux limites qui dépendent de l'évolution de l'interface solide-liquide [108, 113, 115]. Afin de

mieux comprendre le fonctionnement thermique de ces dernières, une étude de transfert thermique d'une paroi soumise à des sollicitations climatiques variables s'impose [108, 113].

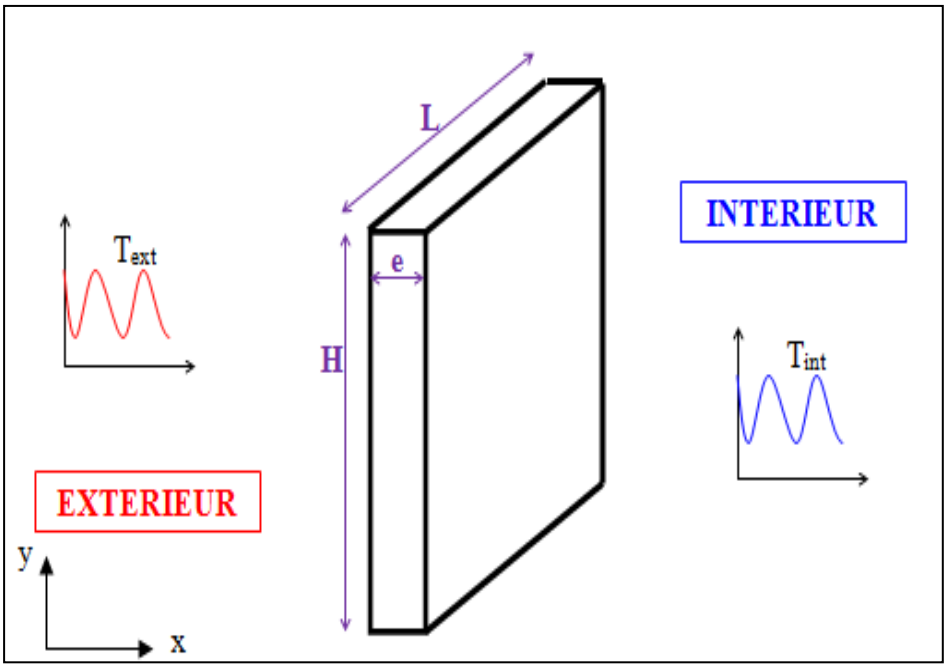



**Figure 5. 1 :** *Modèle géométrique avec conditions aux limites.*

La configuration étudiée est schématisée sur la figure 5.1. La paroi en béton-MCP a pour dimensions L x H x e = 3 x 3 x 0.12 $m^3$. Le béton retenu pour cette étude est le mix 3 qui présente un bon compromis entre les propriétés mécaniques et thermiques. Une paroi en béton de référence, sans MCP, sera aussi modélisée et servira comme témoin. La géométrie considérée est constitué de deux phases : le béton (la matrice) et les MCP (les inclusions) ayant chacune des propriétés physiques et thermiques différentes.

Ce modèle permet de déterminer à partir des conditions aux limites imposées sur son contour, le transfert de chaleur à l'intérieur de la paroi.

Le maillage a un impact direct sur la convergence, la précision de la solution et le temps de calcul [115]. Etant donné la géométrie rectangulaire simple de la paroi, un maillage structuré, permettant d'avoir un maillage régulier, est bien adapté pour la discrétisation. Dans ce qui suit, nous notons par $\Delta x$ la taille de la maille.

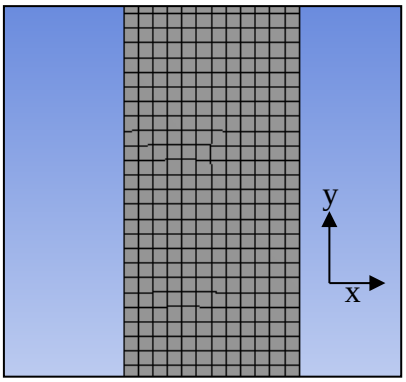



**Figure 5. 2 :** *Maillage de la paroi.*

Pour le modèle initial, des hypothèses ont été considérées afin de simplifier l'étude. Dans ce qui suit, on suppose que le transfert thermique dans l'ensemble de la paroi se fait par pure conduction.

En 2D, le profil de température dans la paroi est de la forme T(x, y, t). Pour considérer le changement de phase, la méthode enthalpique décrite dans le paragraphe 5.1.2.b a été utilisée [114, 115].

Le problème à étudier réside dans la résolution de l'équation (5.2) aux dérivées partielles de la conservation de l'énergie. Le principe de la méthode (cf paragraphe 5.2) consiste à résoudre cette équation sur un maillage qui peut être des petits volumes en 3D, des surfaces en 2D ou des segments en 1D.

Le code de calcul choisi (Fluent) offre plusieurs algorithmes pour la discrétisation de diverses équations. Dans cette étude, le schéma de discrétisation spatiale Power Law a été utilisé. En effet, plusieurs chercheurs ont montré que ce schéma est le plus approprié pour la simulation de changement de phase par la méthode enthalpique [115, 116]. Par ailleurs, le schéma Euler implicite est utilisé pour la discrétisation temporelle. Il a été montré dans les travaux de [13] qu'il n'y a aucune condition à imposer sur les intervalles du temps et de l'espace en utilisant une méthode de résolution implicite : le schéma Euler implicite est inconditionnellement stable [13].

Ce logiciel permet également l'utilisation des fonctions externes préalablement définies dans un langage de type C. Ceci nous permettra d'imposer comme conditions aux limites des profils de températures qui évoluent dans le temps, pour se rapprocher toujours au

mieux des conditions réelles [13]. Pour simplifier les calculs, une analyse en 2D sera effectuée lors de cette étude.

### 5.2.2. Validation du modèle numérique et optimisation du maillage

Afin de valider le modèle étudié, des calculs préliminaires ont été effectués sur un cas d'école. Par ailleurs, des simulations ont été réalisées pour optimiser le maillage et le pas de temps. Le but étant d'identifier le nombre de mailles et le pas du temps à partir duquel la solution reste constante ou pour le moins fluctue très peu.

Il s'agit de comparer par la suite la solution numérique obtenue à une solution analytique connue correspondant à une paroi d'épaisseur (e) et de grandes dimensions transversales soumise à une température imposée en surface (condition de Dirichlet) [13, 118] comme le montre la figure 5.3.

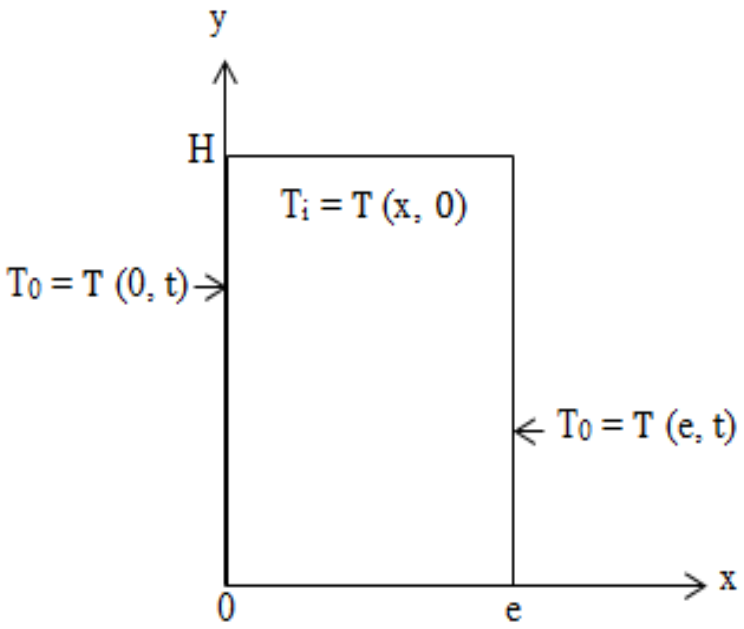



**Figure 5. 3 :** *Transfert de chaleur par conduction à travers un mur simple [118].*

L'équation de chaleur en régime transitoire s'écrit sous la forme suivante :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \qquad (5.\ 13)$$

a : la diffusivité thermique équivalente du matériau constituant la paroi.

Les conditions imposées sont les suivantes :

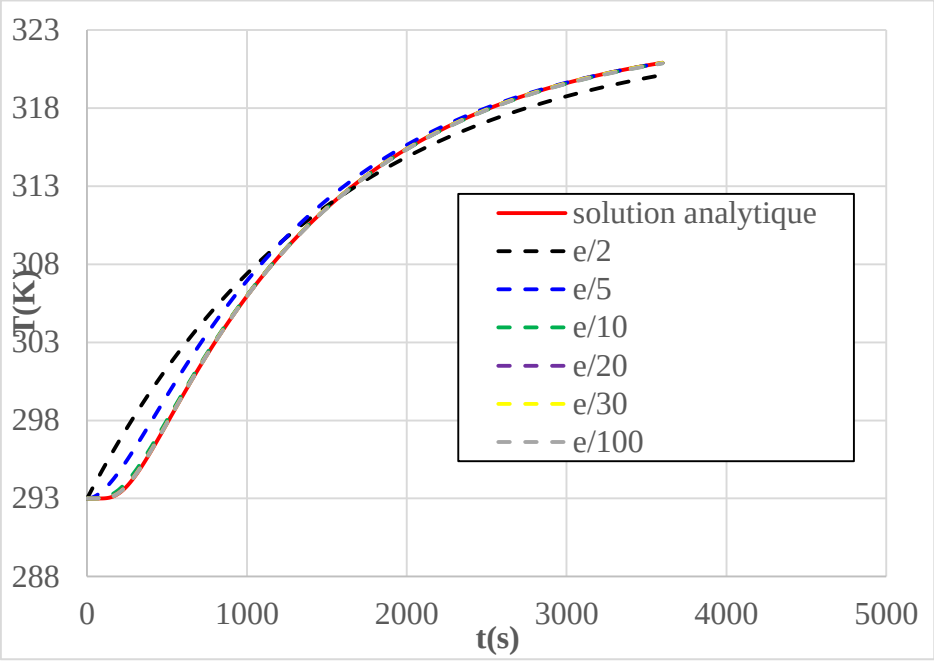
$$\begin{cases} C.L : pour : x = 0 \quad on\ a \quad T(0,t) = T_0 = 323\ K \\ C.I : pour : t = 0 \quad on\ a \quad T(x,0) = T_i = 293\ K \end{cases} \tag{5. 14}$$

La solution analytique T(x,t) de l'équation (5.13) est donnée par [118] :

$$T(x,t) = T_0 + \frac{4}{\pi}(T_i - T_0)\sum_{n=0}^{\infty}\frac{(-1)^n}{(2n+1)}\exp\left(-(2n+1)^2\pi^2\frac{at}{e^2}\right)\cos\left(\frac{(2n+1)\pi x}{e}\right) \tag{5. 15}$$

La simulation numérique a été effectuée en 2D avec différents pas de temps (10s, 5s 1s et 0,1s) et différents maillages allant du grossier (Δx = e/2) au plus fin (Δx = e/100). Le résultat de simulation présenté sur la figure 5.4 correspond au centre de la plaque ($x = e/2, y = H/2$)

(a)




**(b)**

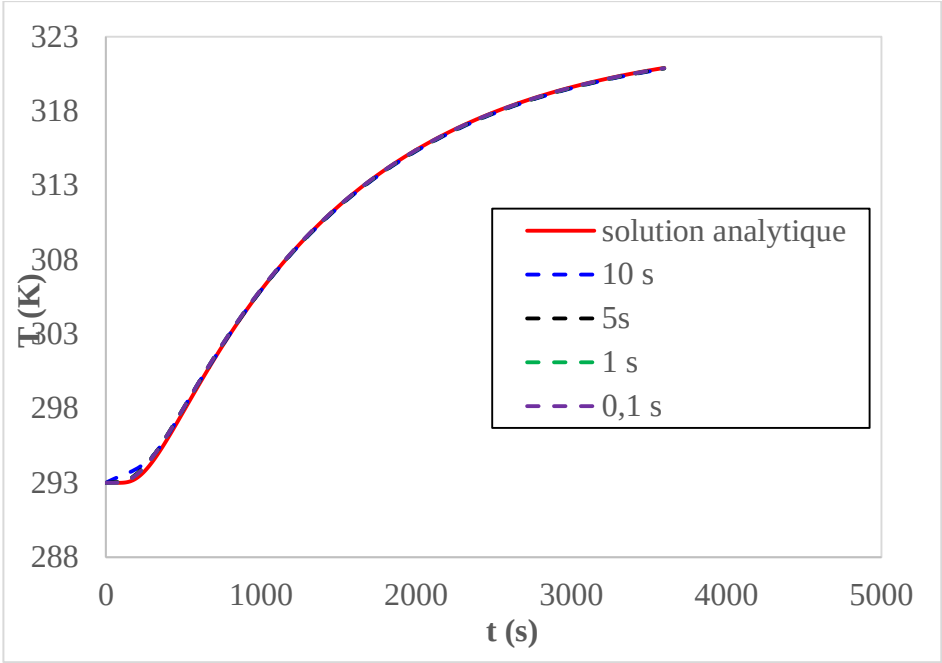



**Figure 5. 4 :** *Comparaison du modèle numérique et la solution analytique (a : Différents maillages 100, 625, 2500, 10000, 22500 et 250000 éléments, ∆t = 1 s, b : Différents pas de temps : 10s, 5s, 1s et 0.1 s, ∆x = e/10 ).*

On remarque d'après la figure 5.4 qu'à partir de $\Delta x = e/10$ , $\Delta t = 1s$ , la différence entre la solution analytique et la solution numérique est presque nulle. En effet, L'écart entre la solution numérique et la solution analytique ne dépasse pas 1 %. Le pas en temps de 1s et la taille d'éléments de $e/10$ sont donc retenus pour le reste des simulations. Ces paramètres permettent d'obtenir un bon compromis entre la précision des résultats et le temps de calcul.

## 5.3. Simulation numérique de la paroi en béton-MCP

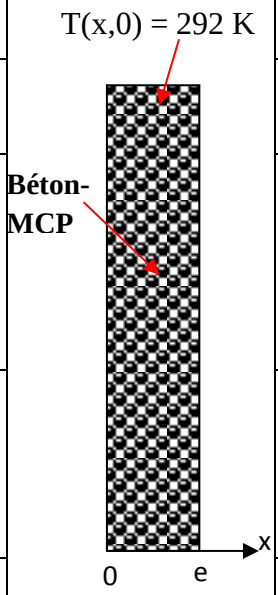
### 5.3.1. Les cas d'étude

Une fois le maillage construit, il est exporté dans Fluent. Une base de données contenant les propriétés thermiques des matériaux utilisés ainsi que les conditions aux limites sont chargées dans le logiciel.

Trois types de conditions aux limites ont été imposées sur la paroi intérieure : une première condition du type Dirichlet (cas 1 et 2), une deuxième condition de convection naturelle (cas 3) et une troisième condition Mixte : Dirichlet-convection naturelle (cas 4 et 5). Les deux parois horizontales inférieure et supérieure sont considérées en conditions adiabatiques.

Les différents cas étudiés sont présentés dans le tableau 5.1 :

**Tableau 5. 1.** *Les différents cas de simulation*

| Cas de figure | | | $T_{ext}$ (K) | Modèle géométrique | $T_{int}$ (K) |
|---|---|---|---|---|---|
| Paroi en béton-MCP | Dirichlet | Cas 1 | 300 |  | 292 |
| | | Cas 2 | $T_{ext}(t) = 300 + 10\sin(\frac{\pi t}{12})$ | | 292 |
| | Convection naturelle | Cas 3 | h = 16 W/m$^2$.K<br>$T_{ext}(t) = 300 + 10\sin(\frac{\pi t}{12})$ | | h = 4 W/m$^2$.K<br>$T_\infty = 292$ |
| | Mixte | Cas 4 | 300 | | h = 4 W/m$^2$.K<br>$T_\infty = 292$ |
| | | Cas 5 | $T_{ext}(t) = 300 + 10\sin(\frac{\pi t}{12})$ | | h = 4 W/m$^2$.K<br>$T_\infty = 292$ |

Les propriétés thermophysiques du béton de référence ainsi que les propriétés thermiques homogènes équivalentes du béton mix 3 ont été présentés dans le chapitre 3. Nous rappelons que les propriétés thermiques du béton de référence et du béton mix 3 ont été mesurées à différentes températures en utilisant la technique du fil/plan chaud. Ces propriétés ont ensuite été introduites (point par point) dans le code de calcul fluent en fonction de la température.

## 5.3.2. Résultats et interprétation

Les résultats présentés ont été évalués au niveau des points de mesures définis dans le tableau 5.2 :

**Tableau 5. 2.** *Coordonnées des points de mesures*

| Point | x | y |
|---|---|---|
| **A** | e/4 | H/2 |
| **B** | e/2 | |
| **C** | e | |

### *5.3.2.1. Condition dirichlet*

La température imposée est généralement mesurée expérimentalement. Une approximation sinusoïdale des données expérimentales peut être considérée comme suffisante pour simuler la température extérieure. L'équation approximant la température extérieure suit la forme suivante [114] :

$$T_{ext}(t) = T_0 + \Delta T \sin(\omega t) \qquad (5.\ 16)$$

Où $\Delta T$ est l'amplitude de l'excitation, $T_0$ la température initiale en Kelvin et t le temps exprimé en secondes.

Initialement la paroi est en équilibre avec l'air intérieur. La face intérieure verticale est maintenue à une température constante $T_{int}$ égale à 292 K plus faible que la température extérieure $T_{ext}$ qui fluctue autour de 300 K.

La variation sinusoïdale de la température $T_{ext}$ correspond à un cycle journalier et varie suivant l'équation suivante [13] :

$$T_{ext}(t) = 300 + 10\sin(\frac{\pi t}{12}) \quad (5.17)$$

*Cas 1 : Température extérieure constante*

L'évolution de la température à travers la paroi mix 3 est présentée sur la figure 5.5 :

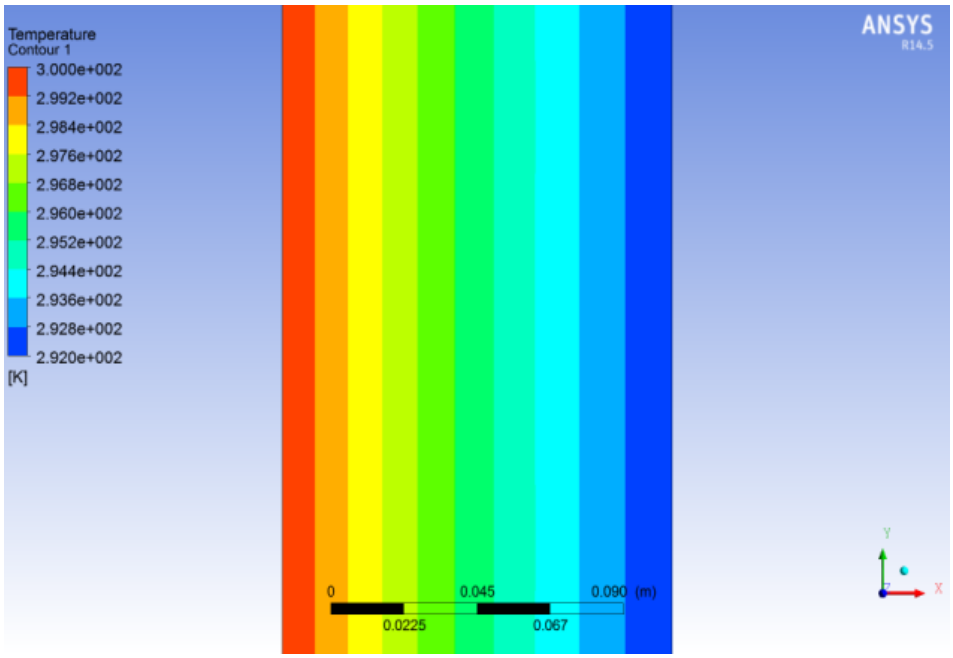



**Figure 5. 5 :** *Evolution de la température dans la paroi mix 3 (T_ext=300 K).*

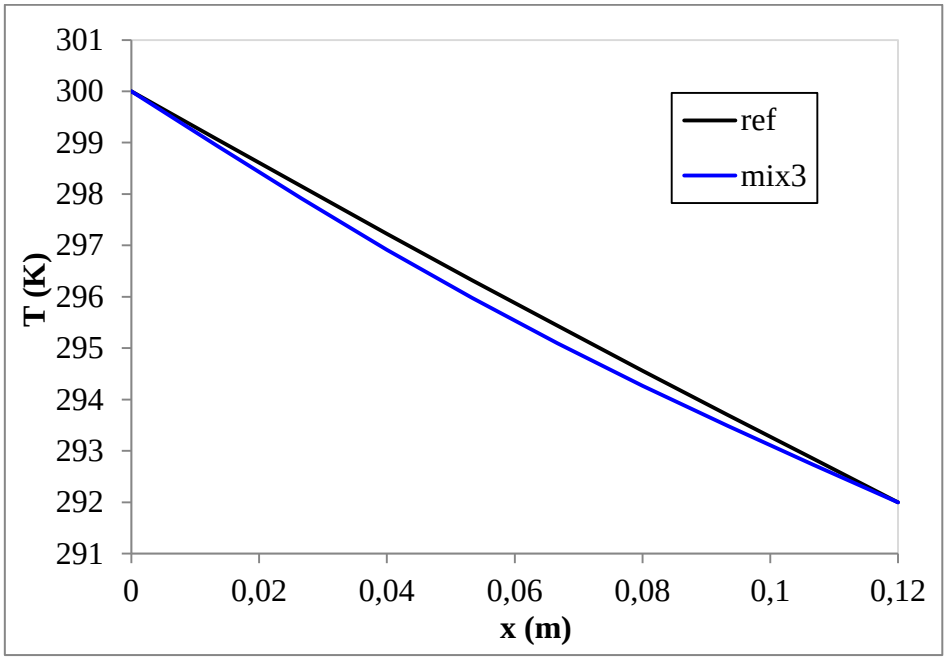



**Figure 5. 6 :** *Evolution de la température dans la paroi en fonction de la position x (ref : courbe noire, mix 3 : courbe bleue).*

On constate d'après la figure 5.6 une faible chute de la température au sein de la paroi en MCP (écart relatif maximal de 0,1%).

L'évolution de la température de deux parois de référence et de mix 3 aux points A, B et C en fonction du temps est présentée sur la figure 5.7 :

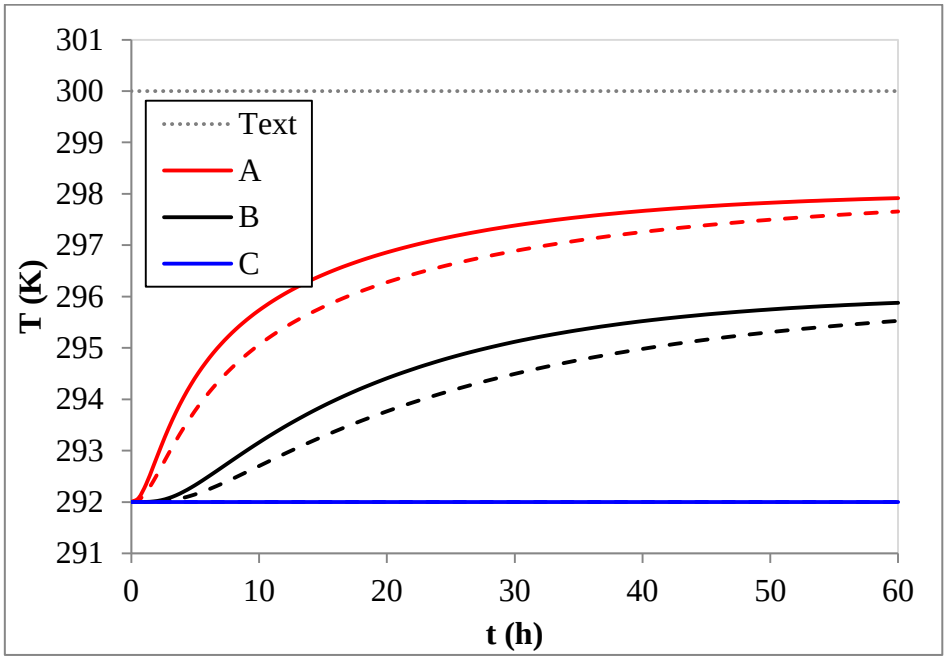



**Figure 5. 7 :** *Evolution de la température dans la paroi en A, B et C en fonction du temps t, ref (courbe continue), mix 3 (courbe discontinue).*

L'ajout des MCP même en faible proportion dans le béton a provoqué une chute de la température par rapport à la température de la paroi avec le béton de référence. En effet, une chute maximale de l'ordre de 0,7 K a été notée au centre de la plaque (point B).

*Cas 2 : Température extérieure sinusoïdale*

Afin d'étudier la variation de la température extérieure imposée sur le transfert de chaleur dans la paroi, une température sinusoïdale a été imposée sur le côté extérieur de la paroi. Les résultats sont présentés sur les figures 5.8, 5.9 et 5.10 :

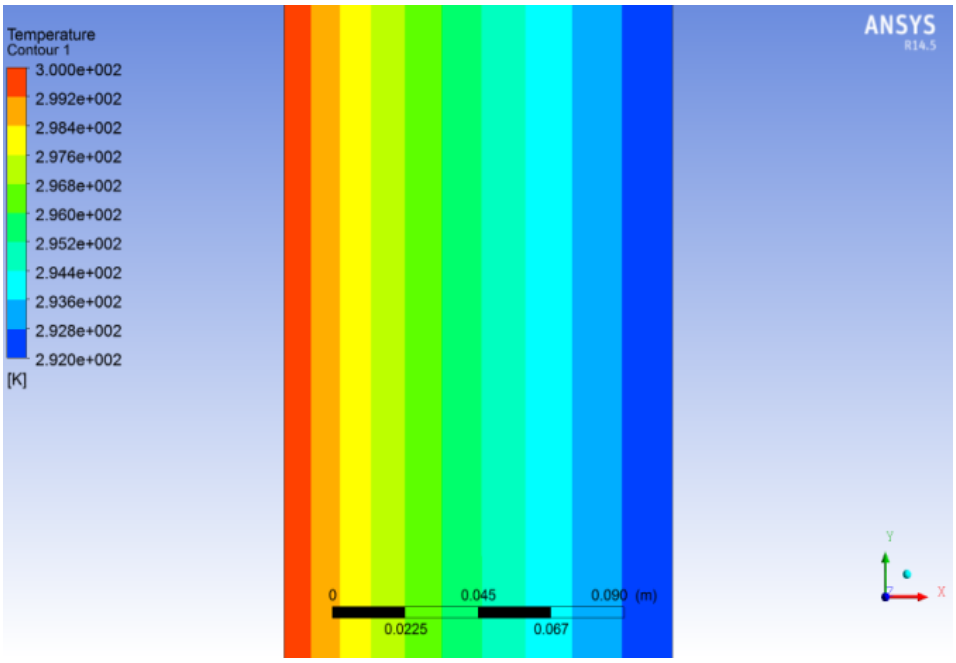



**Figure 5. 8 :** *Evolution de la température dans la paroi mix 3 (T_ext=f(t)).*

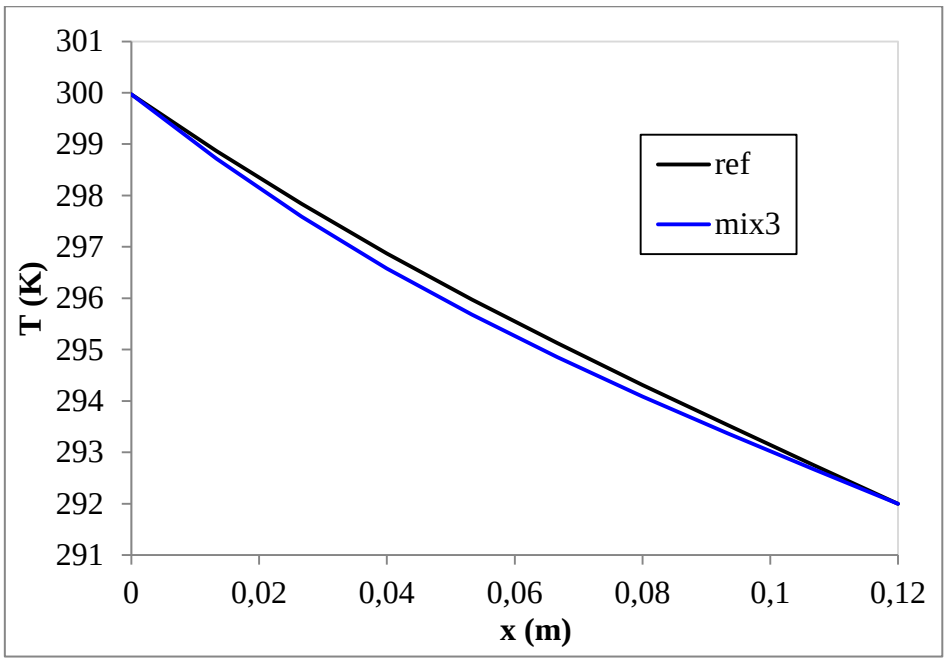



**Figure 5. 9 :** *Evolution de la température dans la paroi en fonction de la position x, ref (courbe noire), mix 3 (courbe bleue).*

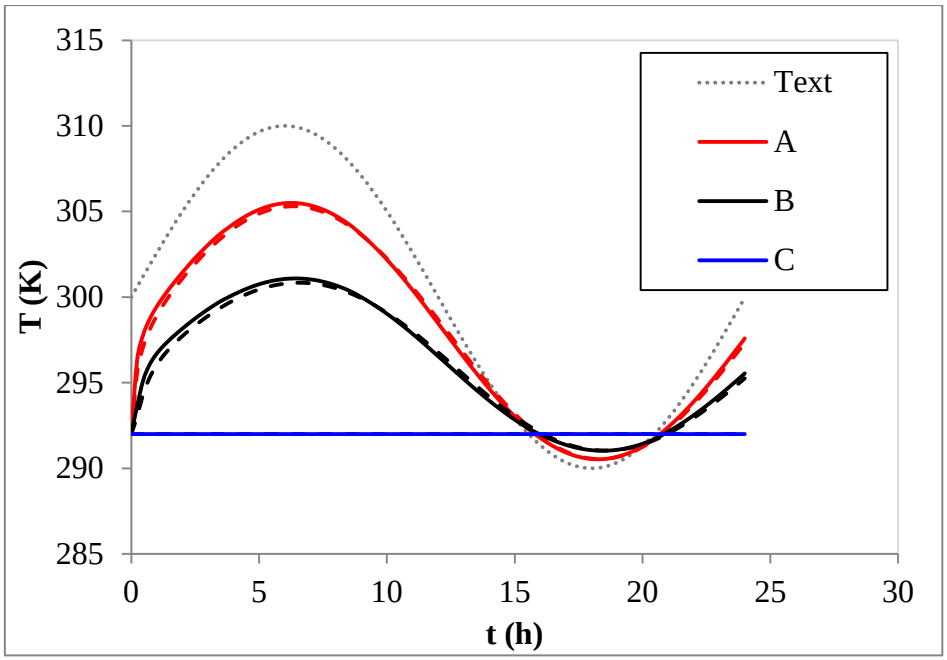



**Figure 5. 10 :** *Evolution de la température dans la paroi en A, B et C en fonction du temps t, ref (courbe continue), mix 3 (courbe discontinue).*

La différence entre la température de la paroi modifiée avec des MCP et la paroi de référence est presque négligeable dans le cas d'une température extérieure sinusoïdale. D'autre part, aucun déphasage n'a été détecté au niveau des températures aussi bien pour le cas 1 que 2.

#### *5.3.2.2. Convection naturelle*

*Cas 3 : Température extérieure sinusoïdale*

Pour traiter ce cas, nous avons considéré un coefficient d'échange thermique extérieur égal à 16 W/m$^2$.K et un coefficient d'échange thermique intérieur égal à 4 W/m$^2$.K. Ces valeurs sont compatibles avec les valeurs des coefficients d'échanges convectifs en mode naturel [13].

*(a)* *(b)*

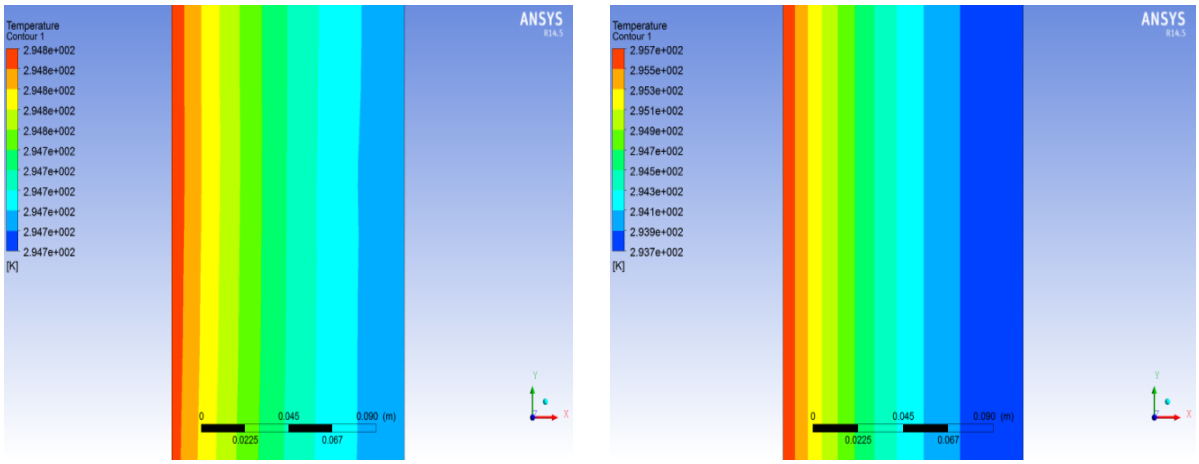



**Figure 5. 11 :** *Evolution de la température dans la paroi (a) ref (b) mix 3* ($\boldsymbol{T_{ext} = f(t)}$).

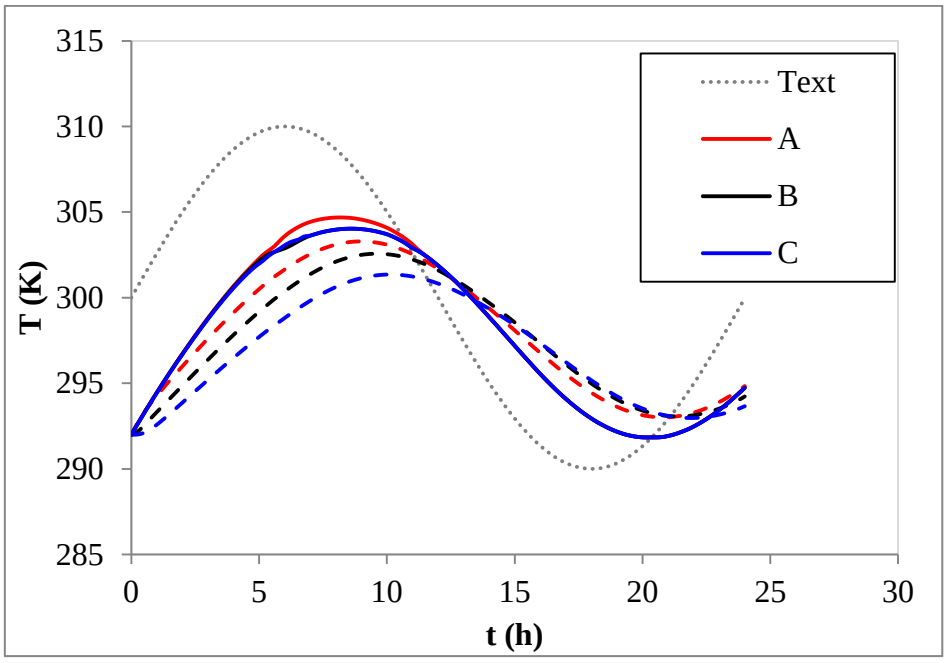



**Figure 5. 12 :** *Evolution de la température dans la paroi en A, B et C, ref (courbe continue), mix 3 (courbe discontinue) en fonction du temps t.*

La figure 5.12 montre l'évolution de la température en fonction de temps aux points A, B et C précédemment définis. On peut remarquer qu'au point x = e et après un temps de simulation de 5 h environ un écart de 4.3 K entre la température de la paroi de référence et la paroi en mix 3.

On peut aussi noter un déphasage de pics de température pour les différentes courbes par rapport à la courbe de référence. Ce déphasage est d'environ 1h 17min enregistré au niveau du point C.

#### *5.3.2.3. Condition mixte*

*Cas 4 : Température extérieure constante*

L'évolution de la température dans la paroi en mix 3 est présentée sur la figure 5.13 :

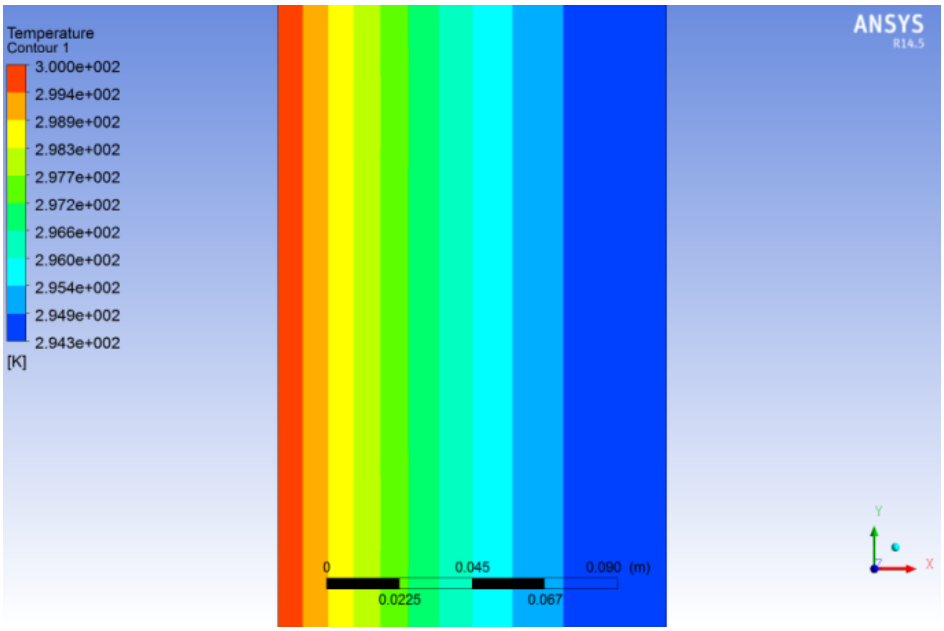



**Figure 5. 13 :** *Evolution de la température dans la paroi Mix3 (*$\boldsymbol{T_{ext} = 27°C}$*).*

La figure 5.14 illustre la diminution de la température au niveau de la paroi en Mix 3 en comparaison à la température de la paroi de référence. Cette chute est d'environ 1.1 K calculée en x = e.

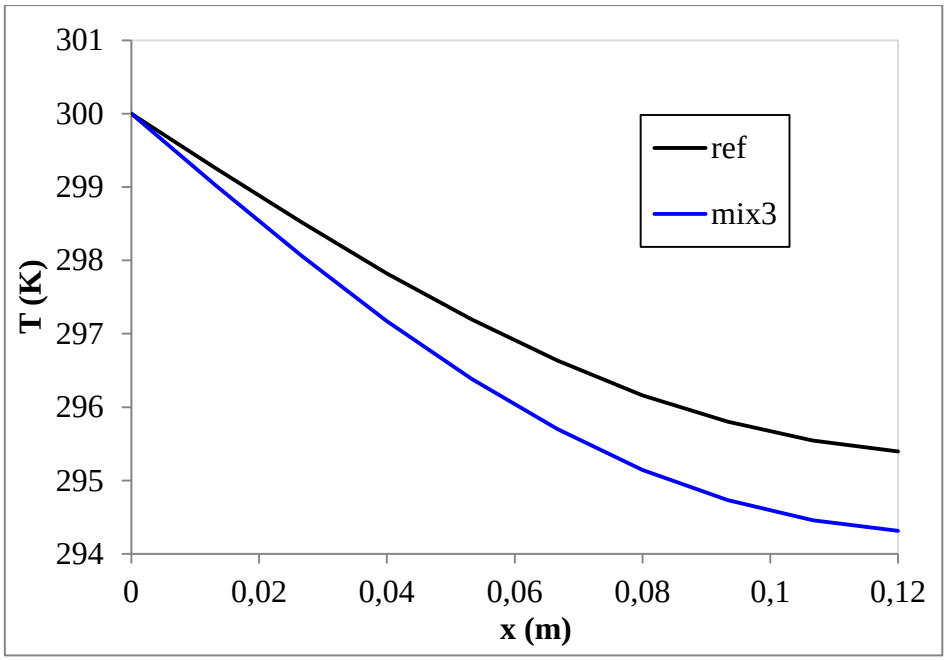



**Figure 5. 14 :** *Evolution de la température dans la paroi ref : courbe noire et Mix3 : courbe bleue) en fonction de la position x.*

L'évolution de la température dans les parois de référence et en $Mix_3$ aux points A, B et C est présentée sur la figure 5.15 :

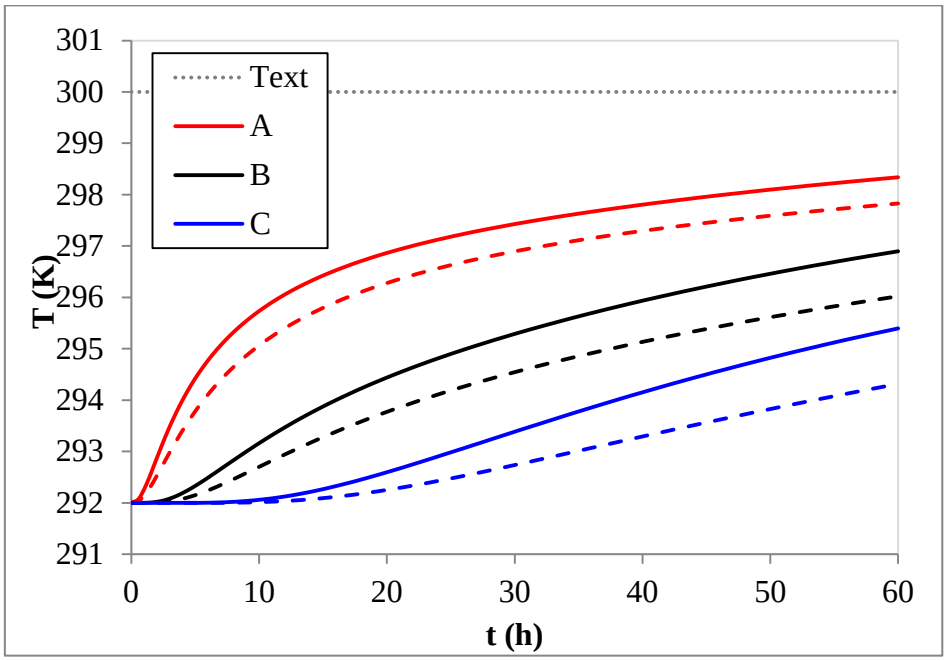



**Figure 5. 15 :** *Evolution de la température dans la paroi en A, B et C, ref (courbe continue), Mix 3 (courbe discontinue) en fonction du temps t.*

La figure 5.15 montre une diminution de la température de la paroi en mix 3 par rapport à la paroi de référence. Cette diminution est maximale au point C et est de l'ordre de 1.1 K.

*Cas 5 : Température extérieure sinusoïdale*

Les figures 5.17 et 5.18 montrent que la température de la paroi en mix 3 est inférieure à la température de la paroi de référence. En effet, une chute maximale de l'ordre de 2.5 K a été notée au point C après un temps de calcul de l'ordre de 2.6 h. Par ailleurs, un déphasage de l'ordre de 30 min a été enregistré entre l'apparition des pics de la paroi de référence et la paroi mix 3 au point C.

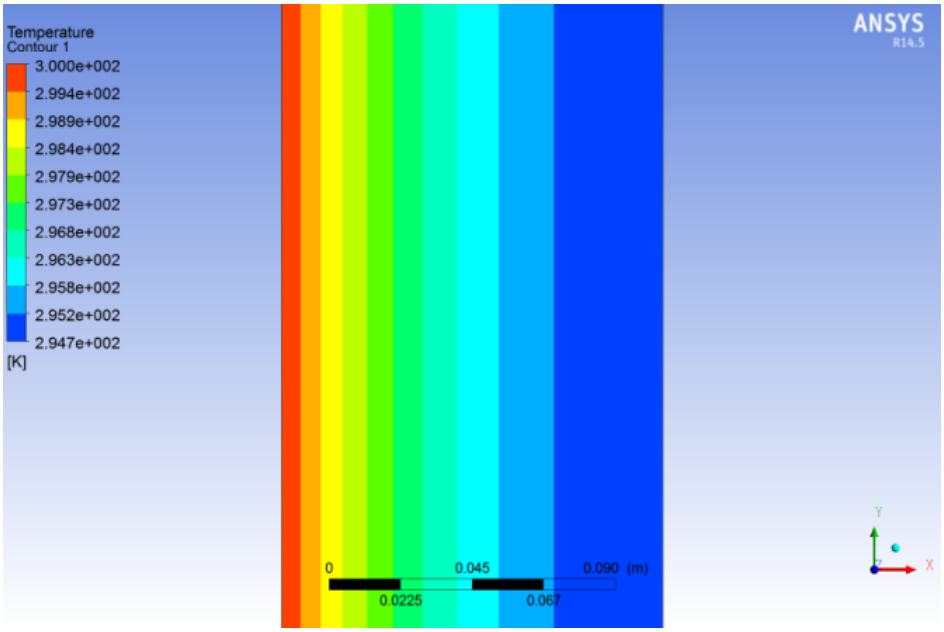



**Figure 5. 16 :** *Evolution de la température dans la paroi mix3 (*$\boldsymbol{T_{ext} = f(t)}$*).*

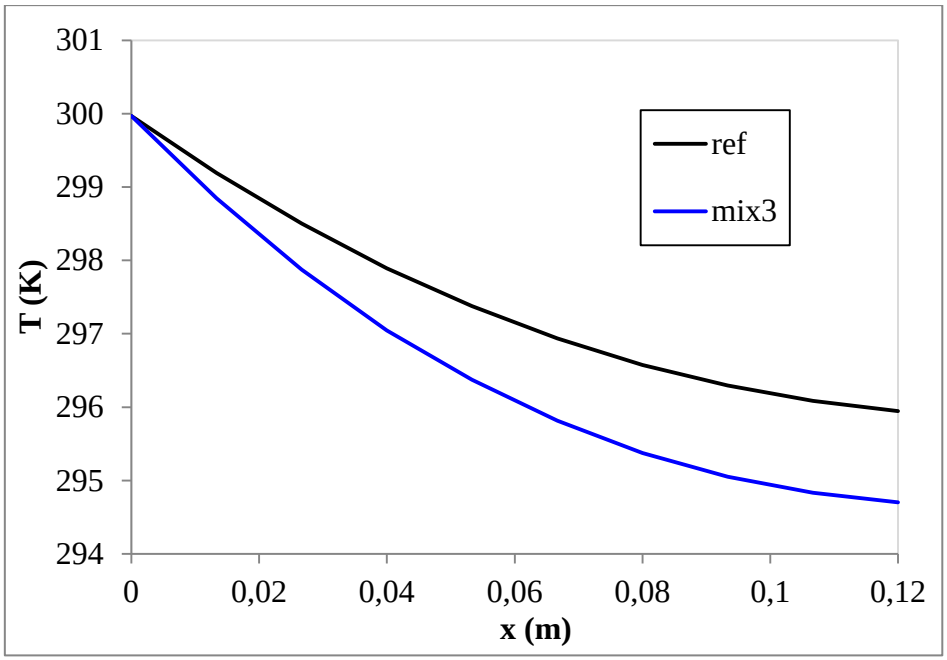



**Figure 5. 17 :** *Evolution de la température dans la paroi, ref (courbe noire), mix 3 (courbe bleue) en fonction de la position x.*

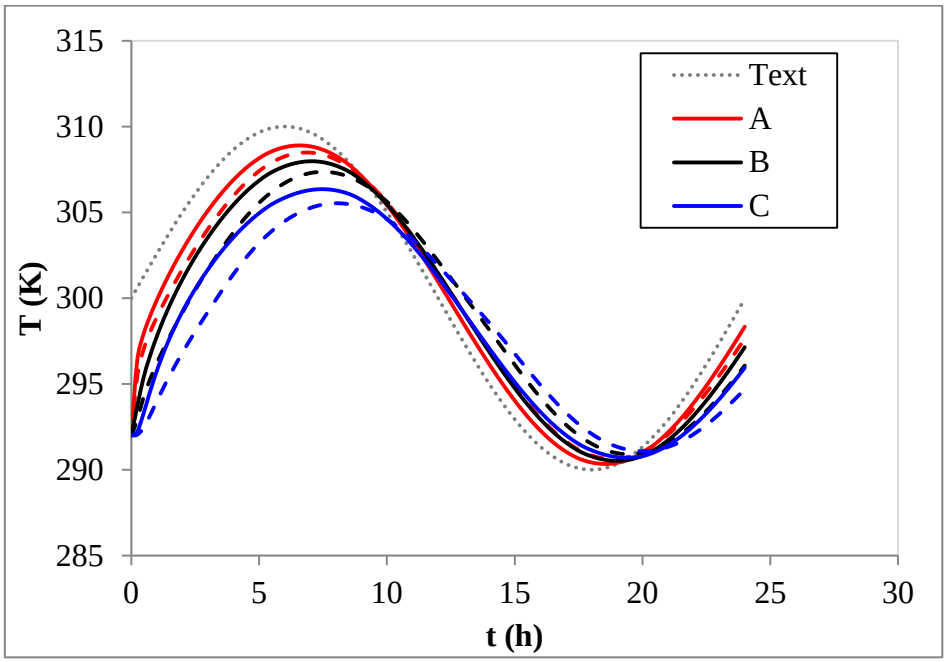



**Figure 5. 18 :** *Evolution de la température dans la paroi en A, B et C, ref (courbe continue), mix 3 (courbe discontinue) en fonction du temps t.*

#### *5.3.2.4. Conclusions*

Le transfert de chaleur de la paroi en béton mix 3 a été étudié en régime transitoire sous différents scénarios de sollicitations. Nous avons constaté que les conditions aux limites influencent les évolutions de température au sein de la paroi. La comparaison des résultats obtenus sur la paroi mix 3 avec la paroi de référence montre dans tous les cas une amélioration plus ou moins nette (en fonction du scénario imposé) de l'évolution de température le long de la paroi. Cette amélioration s'est traduite d'une part par une chute des températures dans la paroi et par le déphasage du pic thermique d'autre part. Par ailleurs, l'étude a montré que le maximum de chute et de déphasage de températures a été enregistré dans le cas 3 décrit par des conditions de convection naturelle. Les résultats ainsi trouvés sont cohérents avec ceux trouvés dans les recherches de Cabeza et al [22].

# 5.4. Influence de la distribution des MCP sur le transfert thermique

## 5.4.1. Cas d'étude

Afin d'étudier l'influence de la distribution des MCP sur le transfert thermique, une deuxième étude a été menée sur une paroi « bi-couche » constituée de deux matériaux distincts (béton et MCP) telle que la proportion des MCP dans le béton est de 3 % (même proportion que le mix 3). La position de la « couche » MCP est choisie variable dans la paroi afin de simuler le cas d'une éventuelle forte localisation des MCP au niveau de la paroi de béton, par exemple ou encore une éventuelle disposition constructive associant système MCP et paroi en béton. Ainsi, un balayage de cette position selon les directions x et y de la paroi a été effectué et sa réponse thermique a été enregistrée. Le cas 3 présenté précédemment sera considéré pour les simulations.

Les différentes positions de la paroi en MCP sont illustrées dans le tableau 5.4 :

**Tableau 5. 3.** *Différents cas étudiés pour déterminer l'influence de la position des MCP sur le transfert thermique.*

| Cas de figure | | | Modèle géométrique | Position de la paroi en MCP |
|---|---|---|---|---|
| **Paroi Bicouche** | ***Convection naturelle*** | *Cas 3* | T(x,0) = 292 K<br>**Béton** **MCP**<br>Position variable<br>x<br>0 e | ➢ X = 0<br>➢ X = e/2<br>➢ X =e<br>➢ Y = 0 et Y =H |

Rappelons que la conductivité thermique et la chaleur spécifique des MCP ont été mesurées en utilisant respectivement les techniques de Laser Flash et la DSC. Par ailleurs, les propriétés

thermiques du béton de référence ont été obtenues par la technique fil/plan chaud. Contrairement à la section précédente 5.3 où les résultats expérimentaux des propriétés apparentes du béton-MCP ont été introduits dans le modèle numérique, les propriétés de la paroi « bi-couche » ont été définies en introduisant dans le code de calcul Fluent les propriétés de chaque matériau (MCP et Béton) obtenues expérimentalement en fonction de la température (point par point).

## 5.4.2. Résultats et interprétation

### 5.4.2.1. Convection naturelle

*Variation selon la direction x :*

La figure 5.19 présente la distribution de températures le long de la paroi bicouche dans le cas où la couche en MCP est placée en x = 0, e/2 et e.

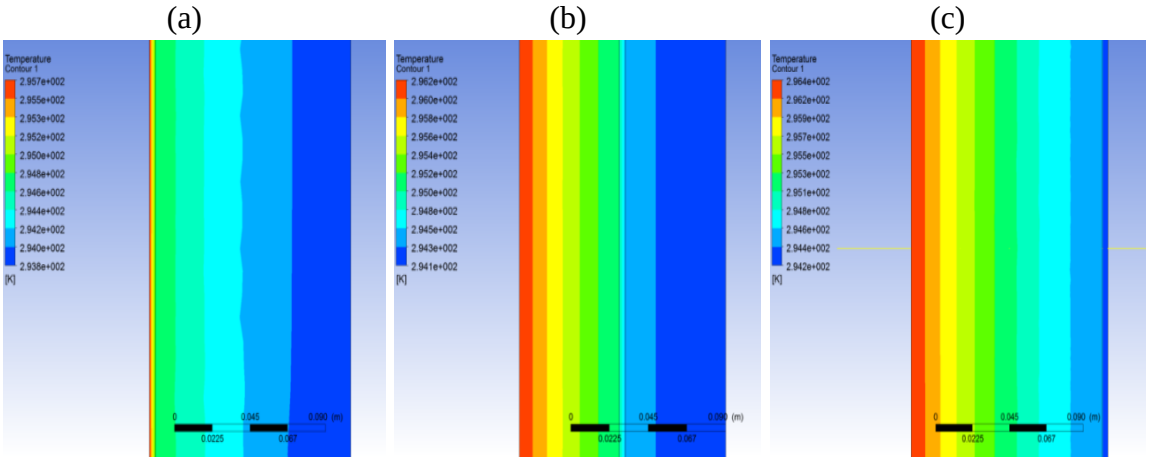



**Figure 5. 19 :** *Evolution de la température dans la paroi (a) Paroi MCP en x=0 (b) Paroi MCP en x =e/2 (c) Paroi MCP en x = e.*

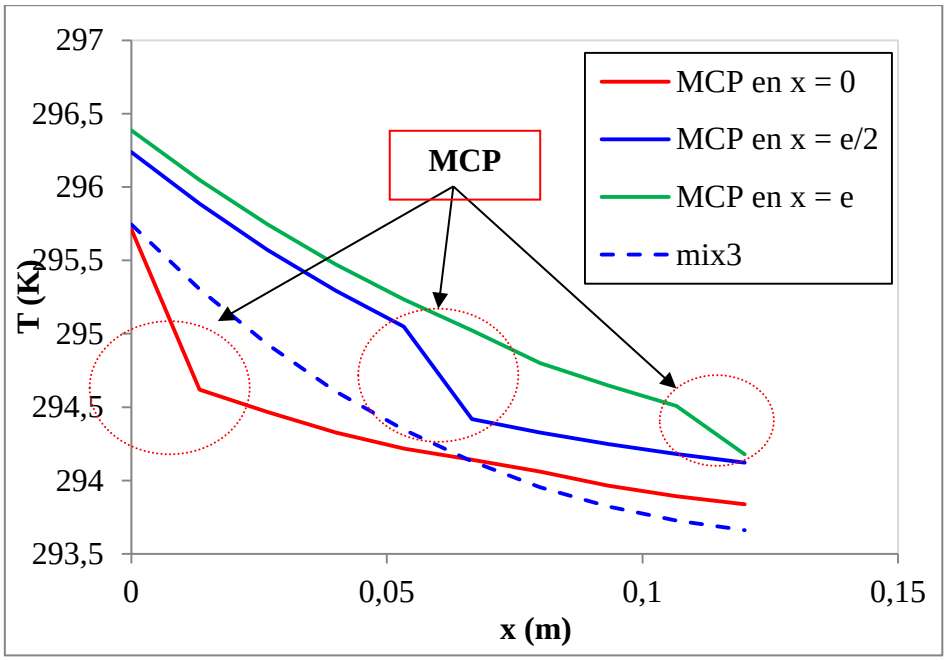
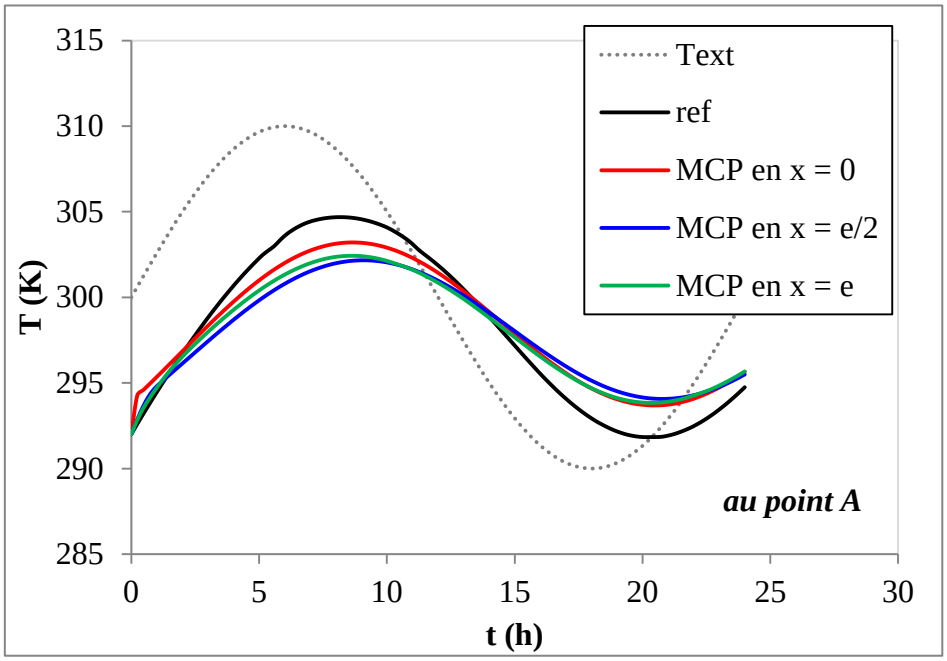



**Figure 5. 20 :** *Evolution de la température dans la paroi en fonction de la position de la couche MCP en x = 0 (courbe rouge); en x = e/2 (courbe continue bleue); en x = e (courbe verte) en comparaison avec la paroi de référence (courbe noire) et la paroi mix 3 (courbe en pointillé).*

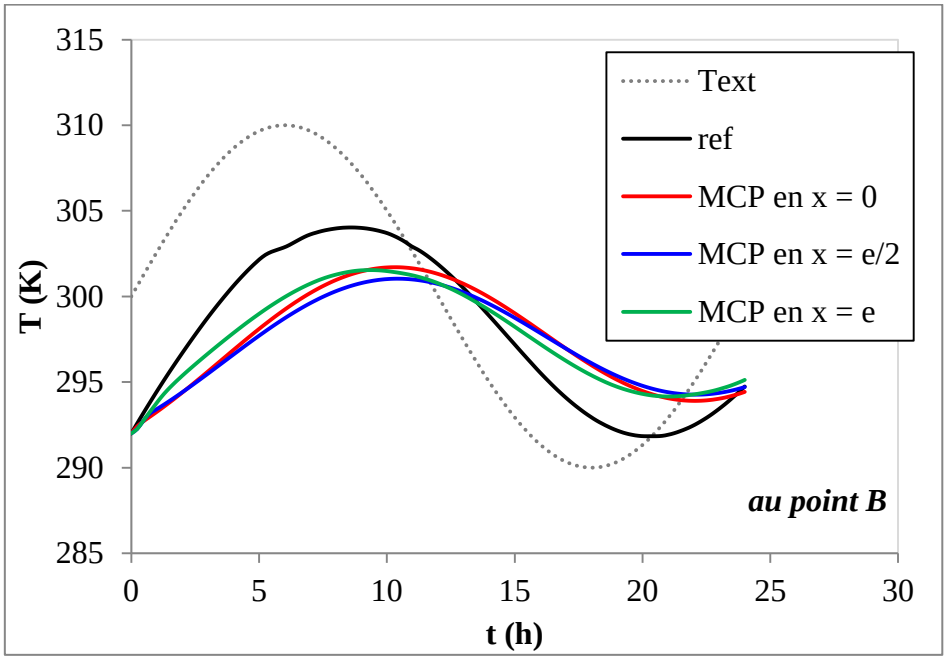
La position de la paroi en MCP a un impact sur la diffusion de la température à l'intérieur de la paroi bicouche comme le montre la figure 5.20 traduite par une discontinuité de la courbe de la température. Cette discontinuité est due d'une part aux conditions d'interface et à la différence des propriétés thermiques entre les 2 phases (béton et MCP) d'autre part. Plus clairement, en raison de la faible conductivité thermique des MCP en comparaison au béton, une chute de la température au niveau de la couche MCP traduite par une pente plus importante est notée pour les 3 cas de positions des MCP. Ce phénomène est absent dans le cas de la paroi en mix 3 pour laquelle la distribution des MCP dans le béton est supposée homogène. Par ailleurs, les différentes parois incorporant des MCP présentent dans tous les cas une température inférieure à celle de la paroi avec le béton de référence en x = e (point C).

La variation de la température des différentes parois bicouches en fonction du temps est présentée sur la figure 5.21 :

(a)


315
310
305
300
295
290
285
T (K)
0
5
10
15
20
25
30
t (h)
Text
ref
MCP en x = 0
MCP en x = e/2
MCP en x = e
au point A

(b)


315
310
305
300
295
290
285
T (K)
0
5
10
15
20
25
30
t (h)
Text
ref
MCP en x = 0
MCP en x = e/2
MCP en x = e
au point B

(c)

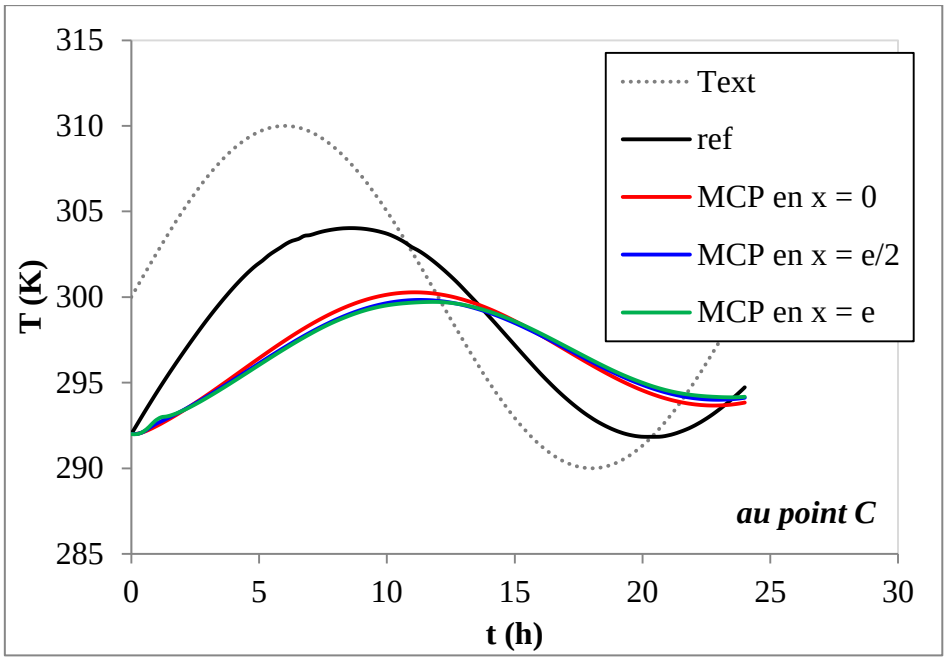



**Figure 5. 21 :** *Evolution de la température dans la paroi en fonction du temps de la paroi bicouche : couche MCP en x = 0 (courbe rouge) couche MCP en x = e/2 (courbe bleue) et couche MCP en x = e (courbe verte) en comparaison avec la paroi de référence (courbe noire) et la paroi mix 3 (courbe en pointillé) au point : (a) A, (b) B et (c) C.*

*Variation selon la direction y :*

Des simulations ont été réalisées en supposant la couche en MCP positionnées selon la direction y aux points de coordonnées (0, y1 = 0,105 m) et (0, y2 = 2,65 m). Ces deux points correspondent respectivement à la limite supérieure du sol et la limite inférieure du plafond (figure 5.22).

Un tel cas de figure nous permet d'étudier la pertinence d'une disposition constructive à base des MCP qui seraient incorporés dans le sol ou dans le plafond.

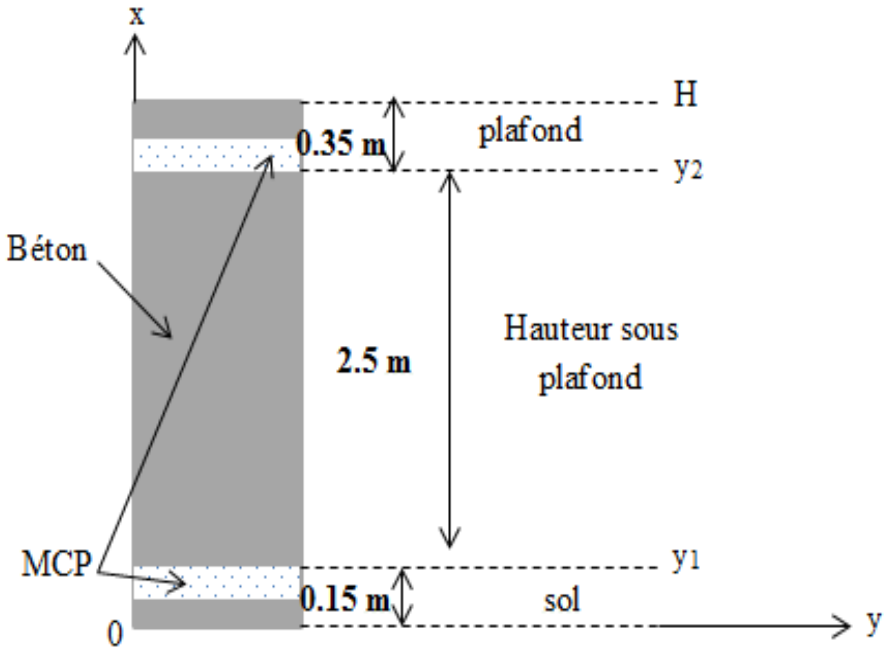
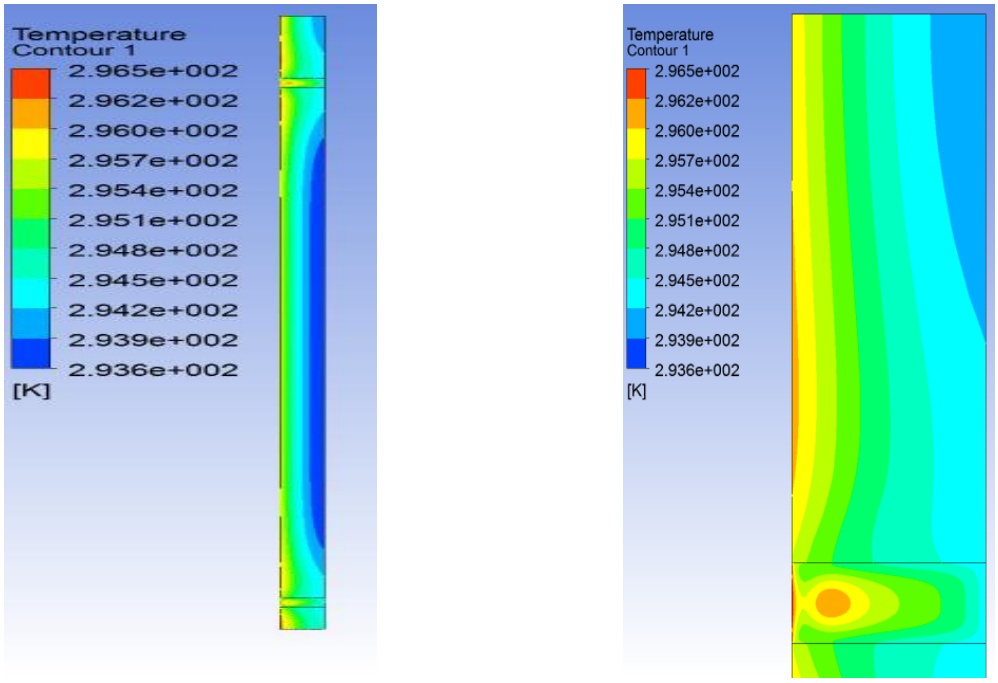



**Figure 5. 22 :** *Position des couches en MCP dans la paroi.*

La figure 5.23 montre que contrairement aux cas précédemment étudiés, la distribution de température n'est plus homogène dans la paroi.

(a) (b)




(c) (d)

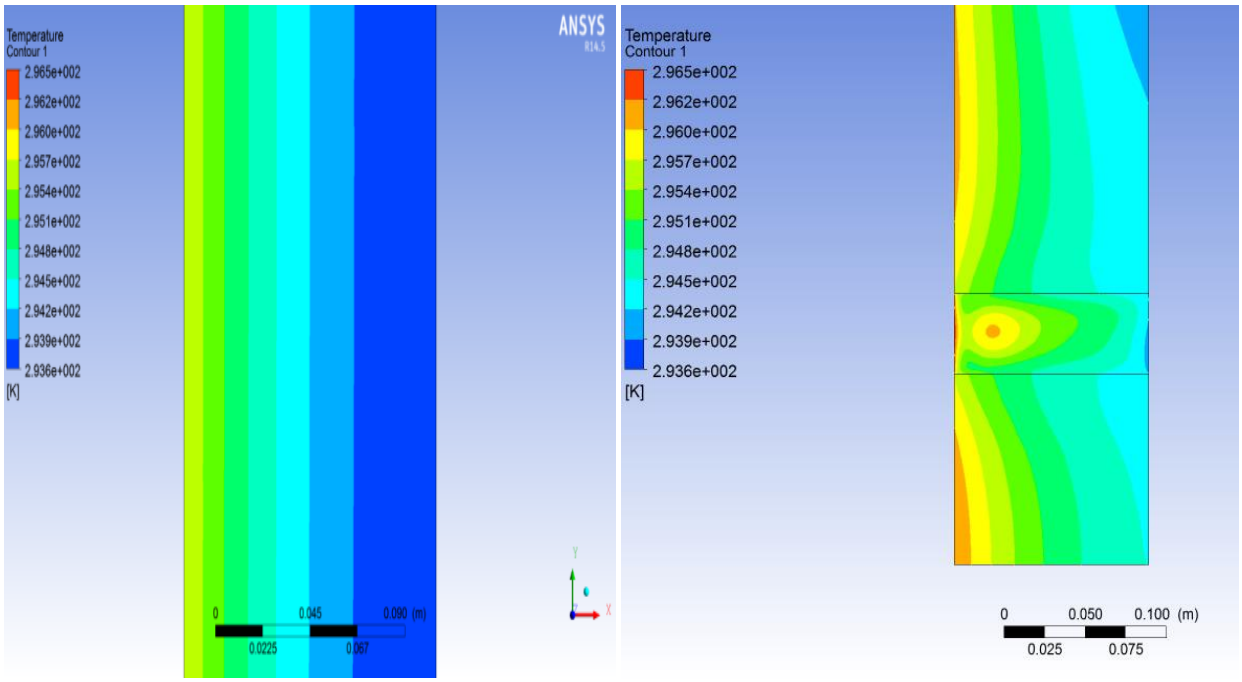



**Figure 5. 23 :** *Evolution de la température dans la paroi : (a) la paroi (b) en haut de la paroi (c) au centre de la paroi (d) en bas de la paroi.*

La variation de la température présentée sur la figure 5.24 montre que la température de la paroi bicouche évolue de la même manière que la température de la paroi mix 3.

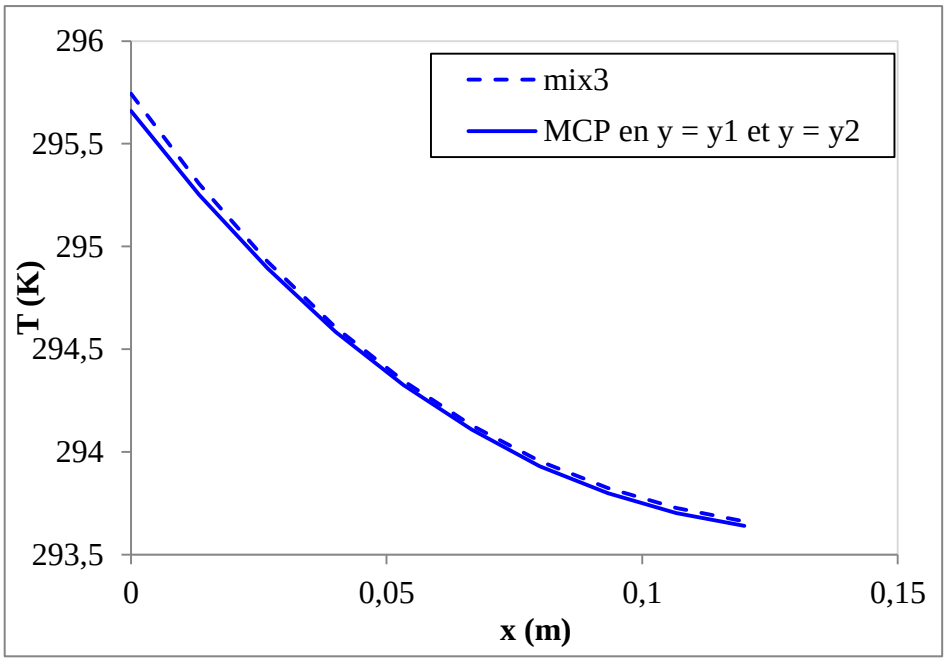



**Figure 5. 24 :** *Evolution de la température dans la paroi en fonction de la position de la paroi bicouche : couche MCP en y = y1 et y = y2 (courbe continue bleue) en comparaison avec la paroi de référence (courbe noire) et la paroi mix 3 (courbe en pointillé).*

## 5.5. Conclusion

Dans ce chapitre, une approche de modélisation et de simulation numérique a été considérée afin de caractériser le comportement thermique d'une paroi en béton-MCP et permettre ainsi de mieux comprendre l'effet de l'incorporation des MCP dans le béton à l'échelle macro. La méthode des volumes finis est mise à contribution pour la résolution du problème de transfert en régime transitoire en considérant différents cas de simulations qui seraient plus ou moins représentatives des conditions naturelles. Les résultats des mesures expérimentales relatives aux MCP et aux béton-MCP (en particulier le mix 3 et le béton ref) détaillés dans les chapitres 2 et 3 de ce mémoire ont été exploités dans le cadre de cette étude pour servir comme données d'entrée du modèle numérique.

Plusieurs simulations ont été menées sous différents scénarios afin d'étudier d'une part l'influence des conditions aux limites du problème sur la réponse thermique de la paroi et d'autre part la distribution des MCP dans la matrice constituant le béton sur le comportement effectif du béton-MCP. Nous avons constaté dans la plupart des cas une chute de la température ainsi qu'un déphasage non négligeable du pic dans le cas de la paroi en béton-MCP en comparaison avec la paroi de référence. Cet effet s'est avéré plus prononcé dans le cas d'une distribution homogène des MCP en considérant des conditions limites de convection naturelle (cas 3)

Par ailleurs, les résultats obtenus dans le cas d'une paroi « bicouche » montrent qu'une forte concentration des MCP sur la face extérieure de la paroi conduit à une chute de température plus importante laissant présager que les MCP (du fait de leur faible conductivité thermique par rapport au béton) ont joué le rôle d'une « barrière » ou « amortisseur » de température pour la paroi. En revanche, quelle que soit la position de la couche MCP dans la paroi, la température sur la face intérieure de celle-ci est plus faible dans le cas d'une paroi homogène en mix 3 avec une distribution uniforme des MCP. Ce résultat est intéressant dans le sens où l'objectif principal de l'utilisation des MCP est l'amélioration du confort thermique à l'intérieur de la pièce en limitant entre autres la température pendant les périodes de surchauffe.

# Conclusions et perspectives

Afin de garantir un confort thermique été comme hiver et de conserver les ressources naturelles, le recours à des matériaux innovants est primordial en particulier dans le cas d'utilisation des Matériaux à Changement de Phase (MCP). Bien que plusieurs études ont été menées afin d'étudier le comportement de ces matériaux, plusieurs verrous scientifiques et technologiques limitent leurs utilisation dans les matériaux de constructions notamment le béton. Ceci a donc motivé l'élaboration de ce projet de recherche par une étude expérimentale des MCP et des bétons-MCP reposant sur l'identification de leurs propriétés thermophysiques et mécaniques ainsi qu'une étude numérique reposant sur l'étude de transfert dans une paroi en béton-MCP.

Une étude bibliographique a été présentée dans le premier chapitre portant sur l'efficacité énergétique dans les bâtiments, des généralités sur les MCP et en particulier les précédentes études sur les MCP ainsi que les retours d'expérience de quelques réalisations. L'état de l'art a souligné l'importance et la nécessité de ce travail de recherche qui a pour objectif de mieux appréhender le comportement thermique et mécanique des MCP et des bétons-MCP à court et à long terme.

Le deuxième chapitre a été consacré à la présentation du programme expérimental pour caractériser les différentes propriétés physiques et thermiques des MCP utilisés dans cette thèse. En effet, plusieurs approches expérimentales tels que la DSC, le Laser Flash, l'ATG ont été utilisées. Ainsi, nous avons d'une part étudié l'effet des paramètres expérimentaux sur leurs propriétés thermiques et d'autre part, nous avons identifié l'effet de l'endommagement sur sa réponse thermique. Cette étude nous a permis de développer une nouvelle approche permettant de déterminer la chaleur spécifique des MCP tout en diminuant le temps expérimental nécessaire pour la mesure d'une telle propriété et d'identifier le bon couple masse/vitesse spécifique aux MCP étudiés.

Ces matériaux à l'état naturel et à l'état endommagé ont été par la suite incorporés dans le béton. Un deuxième programme expérimental détaillé dans le troisième chapitre a été réalisé afin d'analyser l'influence d'incorporation et de l'endommagement des MCP dans le béton. Des essais mécaniques et thermiques à court et à long terme ont été menés. Ces essais ont montré une chute de la résistance à la compression du béton et une amélioration de la

capacité de stockage de chaleur avec l'ajout des MCP avant et après application des cycles de vieillissement thermiques. Afin de chercher des solutions permettant de remédier à la chute de la résistance mécaniques des bétons-MCP, une étude de la chaleur d'hydratation des mortiers contenant des MCP par la méthode semi-adiabatique « Langavant » a été effectuée. Une nouvelle méthode de calcul de la chaleur d'hydratation en tenant compte la réponse thermique des MCP a été proposée. Les résultats obtenus ont démontré une chute de la chaleur dégagée par les mortiers MCP ainsi qu'un retard dans la cinétique d'hydratation avec l'ajout des MCP. Ceci pourrait être problématique pour le développement de la résistance mécanique de béton-MCP à 28 jours. En plus, la loi de Féret a été appliquée au cas des bétons-MCP afin d'évaluer qualitativement la chute de la résistance à la compression dû à l'ajout des MCP.

Afin de mieux étudier le problème à l'échelle microscopique des observations au microscope électronique à balayage ont été également réalisés. Ces derniers ont montré la présence des plusieurs pores et vides de tailles différentes induit par l'addition des MCP dans le béton.

Les deux programmes expérimentaux ont montré une dispersion non négligeable au niveau des résultats expérimentaux. Par ailleurs, plusieurs modèles d'homogénéisation ont été utilisés afin de prédire le comportement thermique des bétons-MCP mais en utilisant seulement les propriétés moyennées obtenus expérimentalement sans tenir en compte de la dispersion paramétrique éventuelle des propriétés thermiques. Une étude probabiliste paramétrique a donc été menée afin de définir les variables aléatoires du modèle et décrire leurs dispersions par des lois de probabilité rigoureusement construites selon le principe du maximum d'entropie. La méthode de Monte Carlo a été utilisée comme solveur stochastique du modèle probabiliste et sa convergence a été démontrée en termes de moyenne et d'écart-type. Cette étude a permis de définir une région de confiance de la chaleur spécifique des bétons-MCP dans laquelle se trouve la réponse déterministe donné par le modèle moyen.

Enfin, l'étude de transfert thermique a été réalisée en utilisant le logiciel « Fluent ». Cette étude a montré une chute de la température de la paroi modifiée avec des MCP par rapport à la paroi de référence ainsi qu'un déphasage important sur l'apparition du pic de température dans ce type de paroi. Toutefois, des améliorations pourraient être apportées sur les simulations numériques en les comparant à des mesures expérimentales d'une paroi en vrai grandeur.

Les résultats obtenus dans ce travail de recherche fournissent une base de données relative aux propriétés physiques, thermiques et mécaniques des MCP et des bétons-MCP. Cependant, plusieurs recherches peuvent être menées afin de poursuivre ce travail.

Tout d'abord, les paramètres qui peuvent influencer la résistance mécanique des bétons-MCP ont été détectés. Un programme expérimental peut être mis au point afin d'étudier le degré d'influence de chaque paramètre sur cette propriété telles la variation de volume et l'air occlus. L'utilisation d'autres méthodes de caractérisation autres que celles utilisées au cours de ce travail pourrait être envisagée. En effet, le réseau poreau pourrait influencer la résistance mécanique des bétons. Ainsi, l'utilisation par exemple du prosimètre par injection de mercure permet de déterminer qualitativement la taille des pores induits par les MCP dans le béton. L'apparition ou la disparition du composant dans le béton suite à l'ajout des MCP peut également influencer la résistance mécanique de béton. L'utilisation de la spectroscopie infrarouge permet d'apporter des réponses à cette question.

Ce béton-MCP devront aussi présenter des performances en adéquation avec le béton classique c'est pourquoi il conviendrait d'optimiser sa formulation et d'étudier sa tenue au feu et son comportement au gel dégel.

Pour mieux déterminer l'effet des bétons-MCP sur le confort thermique d'un bâtiment, il est nécessaire d'étudier numériquement et expérimentalement d'autres épaisseurs de parois, d'autres teneurs en MCP à incorporer dans le béton. On peut ainsi déterminer judicieusement la disposition (nombre, positions, etc) des parois en MCP dans le bâtiment. La construction d'une cellule test permettra de mieux appréhender l'apport réel de ces parois.

# Bibliographie

[1] Dessus. B, Humberset. S, Lopez. J, Magnin.G, Bertinat. P, Mohanty. B, et al. *L'efficacité énergétique à travers le monde sur le chemin de la transition*. Les cahiers de Global Chance, n°32 octobre 2012.

[2] Bernstein. L, Bosch. P, Canziani. O, Chen. Z, Christ. R, Davidson. O, Hare. W, Huq. S, Karoly. D, Kattsov. V, Kundzewicz. Z, Liu. J, Lohmann.U et al. Bilan 2007 des changements climatiques. Contribution des Groupoes de travail I, II et III au quatrième Rapport d'évaluation du Groupe d'expert intergouvernemental sur l'évolution du climat. GIEC, Genève, Suisse, 2008.

[3] Commission des communautés européennes. *Communication de la commission au conseil, au parlement européen, au comité économique et social européen et au comité des régions, Vaincre le changement climatique planétaire*. Bruxelles, 2005.

[4] Detrie. A. *Besoins et consommations d'énergie dans les bâtiments, synthèse bibliographique, étude de cas*. Rapport de stage, 2007. CSTB, Université de Savoie.

[5] TRAINREBUILD. *Former pour construire l'Europe : Rénover les bâtiments, formerr et améliorer les compétences et financer pour l'efficacité énergétique des bâtiments*. Guide de présentation. TRAINBUILD Project. [En ligne]. Consulté le 01 Septembre 2014. Disponible sur : http://trainrebuild.eu/wp-content/spfr/Guide%20de%20Presentation.pdf.

[6] Bouyer, J. *Modélisation et simulation des microclimats urbains, étude de l'impact de l'aménagement urbain sur les consommations énergétiques des bâtiments*. Thèse de doctorat, 2009. Université de Nantes, France.

[7] Canfin. P, Mercier. D, Dessus. B, Moisan. F, Osman. N, Henry. A, et al. *L'efficacité énergétique : dynamique dans les pays du Sud et réflexions sur la coopération Nord-Sud*. Conférence iD4D-l'efficacité énergétique : dynamique dans les pays du Sud et réflexions sur la coopération Nord-Sud, 5 avril 2013 à l'AFD.

[8] Christophe. J, Macary. M, Wurtz. E, Cassamassima. M, Sanna. D, Pierroux. D, Cremona. C, Buyle F. *Vers des bâtiments à énergie positive, Proposition de structuration des actions de recherche*. PREB4T, Juin 2009.

[9] P L 1442, *Projet de loi modifié par le SENAT, de programmation relatif à la mise en œuvre du Grenelle de l'environnement, 13ème lég, 2009*.

[10] groupe d'étude des marchés. *Guide relatif à l'efficacité énergétique dans les bâtiments : Application à un établissement scolaire*. V1.0. Mars 2013.

[11] Pemaco. *Le livre blanc de l'efficacité énergétique*. Schneider Electric. Février 2011.

[12] LEITFADEN. *Concepts énergétique, environnementaux et de santé, concept énergétique*. [En ligne]. Page consultée le 14/11/2013. Disponible sur : http://www.crtib.lu/Leitfaden/content/FR/112/C541/ .

[13] Ahmad, M. *Nouveaux composants actifs pour la gestion énergétique de l'enveloppe légère des bâtiments*. Thèse de doctorat, 2004. Université Joseph FOURIER, Grenoble, France.

[14] Hongois, S. *Stockage de chaleur inter-saisonnier par voie thermochimique pour le chauffage solaire de la maison individuelle*. Thèse de doctorat, 2011. INSA de Lyon, France.

[15] Jacquin, P. C, Bertrand. J F. *Le stockage massif de l'énergie. Panorama 2013*. [En ligne]. Consulté le 13 Mars 2014. Disponible sur : http://08-VF-Panorama-2013-Le-stockage-massif-de-l-energie.pdf.

[16] Laghzaoui. A, Peerhossaini. D. *Stockage de chaleur : Energie solaire et autres applications*. Etude bibliographique, 2010. Ecole des mines de Douai.

[17] Odru, P (2013). *Le stockage de l'énergie*. 2e édition, Broché.

[18] Akrouche, A. *Etude du stockage et déstockage d'énergie dans un matériau à changement de phase*. Mémoire de Magister, 2011. Université M'Hamed Bougara, Boumerdes. Ecole des mines de Nantes, France.

[19] ENERZINE. *Le bâtiment responsable de 25% des émissions de CO2*. [En ligne]. Disponible sur : http://www.enerzine.com/14/1417+Le. (Page consultée le 06/06/2013).

[20] Zalba, B. *Review on thermal energy storage with phase change materials, heat transfer analysis and applications*. Applied Thermal Engineering 23, 2003, p.251-283.

[21] Pasupathy, A. *Phase change material-based building architecture for thermal management in residential and commercial establishments*. Renewable and Sustainable Energy Reviews 12, 2008, p.39-64.

[22] Cabeza, L.F. Castellon, C. Nogues, M. Medrano, M. Leppers, R. Zubillaga, O. *Use of microencapsulated PCM in concrete walls for energy savings*. Energy and buildings 39 (2007) 113-119.

[23] Drissi S, Eddhahak-Ouni A, Care´ S, Colin J, Neji J. *Investigation expérimentale et modélisation multi-échelle des propriétés thermiques des bétons incorporant des Matériaux à Changement de Phase*. 31èmes rencontres universitaires de l'AUGC, Cachan, 29–31 Mai.

[24] M.Hunger, A.G.Entrop, I.Mandilaras, H.J.H.Brouwers, M.Founti, *The behavior of self-compacting concrete containing micro-encapsulated Phase Change Materials.* Cement and Concrete Composites, vol. 31, pp. 731-743, 2009.

[25] Meshgin P, Xi Y. *Effect of phase-change materials on properties of concrete*. ACI Mater J. 2012;109:71–80.

[26] Drissi, S. *Etude des performances thermiques des parois en béton modifié avec des matériaux à changement de phase*. Rapport des fins d'étude. 2012. Ecole spéciale des travaux Publics (ESTP), France, Université de Cergy Pontoise (UCP), France et l'Ecole Nationale d'Ingénieur de Tunis (ENIT), Tunis.

[27] Mehling H, Ebert HP, Schossig P. *Development of standards for materials testing and quality control of PCM*. 7th IIR Conference on Phase Change Materials and Slurries for Refrigeration and Air Conditioning 2006.

[28] Günther. E, Hiebler. S, Mehling. H, Redlich. R. *Enthalpy of Phase Change Materials as a Function of Temperature : Required Accuracy and suitable Measurement Methods*. Int J thermophys (2009) 30: 1257-1269.

[29] Maïqual. *Fiche technique méthode d'optimisation énergétique des bâtiments d'activités*. Novembre 2009.

[30] Legrand.P, Benoit. J P, Briançon. S, Fattal. E, Fessi. H, Passirani. C. *Sphéroïdes et formes vectorisées*. Maloine. Pharmacie Galénique : Formulation et Technologie pharmaceutique, Maloine, pp.221-250, 2007. <hal-00385473>.

[31] Gharssallaoui. A, Roudaut. G, Chambin. O, Voilley.A, Saurel.R. *Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients* : An overview. Food research international, 2007.

[32] Dubey. R, Shami. T C, Bhasker. R. *Microencapsulation Technology and Application*. Defence Science Journal, Vol. 59, No. 1, January 2009, pp. 82-95.

[33] Zhao. C Y, Zhang. G.H, *Review on microencapsulated phase change materials (MEPCMs): Fabrication, characterization and applications*, Renewable and Sustainable Energy Reviews 15 (2011) 3813-3832.

[34] Abedin. R. *Effect of Process mixing on the size distribution and mean diameter of the thiol-triacrylate microcapsules*. Thèse de doctorat, 2014. Université d'etat de Louisiane.

[35] Farid. M M, khudhair A M, Razack S A K, Al Hallaj. S, *A review on phase change energy storage : materials and applications*. Energy Conversion et Management 45 (2004) 1597-1615.

[36] Romero, J. F. R. Silva, M. L. S. Paredes, P.S, Lucas, M. A. D. Bareto, M. L. T. *Procédé de micro encapsulation de matériaux à changement de phase, microcapsules ainsi obtenus et utilisations de ces microcapsules*. IPC Subclass, C08F, 2007.

[37] Mondal. S, *Phase Change Materials for smart textiles- An overview*. Applied thermal Engineering 28 (2008) 1536-1550.

[38] BELOUADEH. C, *Contribution à l'élaboration des matériaux à changement de phase par microencapsulation (Application au textile)*. Master académique, 2012. Université Kasdi Merbah Ourgla.

[39] Pendyala. S. *Macroencapsulation of phase change materials for thermal energy storage*. Thèse de doctorat, 2012. Université Scholar Commons, Florida.

[40] Vandamme. T, Poncelet. D, Subra-Paternault. P. *Microencapsulation des sciences aux technologies*. Lavoisier, 2007.

[41] *BASF, We create chemistry*. [En ligne]. Disponible sur : http://www.basf.fr/ecp2/France/fr/ (page consultée 01 Janvier 2014).

[42] Wetterwald. M J, Salagnac. J L, Chevalier. J L, Guion. J, Sylvain. J D. *Application au bâtiment du stockage de chaleur par matériaux à changement de phase*. Cahiers du centre scientifique et technique du bâtiment 1904, CSTB, 1983.

[43] Mehling. H, Cabeza. L F. *Heat and cold storage with PCM, an up to date introduction into basics and applications*. Springers 2008.

[44] *Phase Change Materials-latent heat storage for interior climate control*. [En ligne]. Disponible sur : http://www.energiforumdanmark.dk/fileadmin/pr__sentationer/Phase_Change_Material_-_Micronal_-_with_notes.pdf. (Page consultée le 01/04/2013).

[45] N'diaye, M. Pascaretti-Grizont, F. Massin, P. Baslét, M.F. Chappard, D. *Water Absorption of Poly(methyl methacrylate) Measured by vertical Interfernce Microscopy*. Langmuir 28, 2012, p.11609-11614.

[46] Wang, Y. Shi, H. Xia, T. D, Zhang, T. Feng, H.X. *Fabrication and performances of microencapsulated paraffin composites with polythymethacrylate shell based on ultraviolet irridiation-initiated*. Materials Chemistry and Physics, 135, (2012), p 181-187.

[47] Hawlader, M.N.A. Uddin, M.S. Khin, M.M. *Microencapsulated PCM thermal-energy storage system*. AppliedEnergy 74, 2003 p.195-202.

[48] Hawlader. M N A, Uddin. M S, Zhu. H J. *Encapsulated phase change materials for thermal energy storage : experiments and simulation*. International Journal of Energy Research, 2002. 26 : 159-171.

[49] Castell. A, Medrano, M. Roca, J. Cabeza, L.F. *Experimental study of PCM in Mediterranean buildings*. Disponible sur: http://intraweb.stockton.edu/eyos/energy_studies/content/docs/effstock09/Session_3_1_Efficient_Soultions_using_short_term_TES/3.pdf.

[50] Entrope, A.G. Brouwers, H.J.H. Reinders, A.H.M.E. *Experimental research on the use of Phase Change Materials to store solar energy in concrete floors and to save energy in Dutch houses*. Solar Energy 85 (2011) 1007-1020.

[51] Entrope, A.G. *Experimental research on the use of micro-encapsulated Phase Change Materials to come to passive solar energy concepts*. The 3rd CIB International Conference on Smart and Sustainable Built Environment (SASBE2009), June 15-19, 2009, Delft.

[52] Zhang. Y, Chen. Z, Wang. Q, Wu. Q ; *Melting in an Enclosure with Discrete Heating at a Constant Rate*. [En ligne]. Page consultée le 13-09-2014 Disponible sur : http://web.missouri.edu/~zhangyu/Pubs/10_discrete_exp.pdf.

[53] *L'automobile centrale de l'énergie*. [En ligne]. consultée le 30-08-2014, disponible sur http://www.usinenouvelle.com/article/l-automobile-centrale-d-energie.N194319.

[54] Cocu. X, Nicaise. D, Rachidi.S. *The use of phase change materials to delay pavement freezing*. [En ligne]. Disponible sur : http://www.brrc.be/pdf/15/IP4_Cocu_EF.pdf.

[55] DupontTM Energain®, Energy saving thermal mass system, 2007.

[56] DuPontEnergain. *Isolation dynamique des combles*. [En ligne]. Disponible sur : http://energain.fr/Energain/fr_FR/uses_apps/dynamic_loft_insulation.html. (Page consultée le 26/06/2013).

[57] *Phase Change Materials-latent heat storage for interior climate control*. [En ligne]. Disponible sur : http://www.energiforumdanmark.dk/fileadmin/pr__sentationer/Phase_Change_Material_-_Micronal_-_with_notes.pdf. (Page consultée le 01/04/2013).

[58] ENERZINE. *Le bâtiment responsable de 25% des émissions de $CO_2$*. [En ligne]. Disponible sur : http://www.enerzine.com/14/1417+Le. (Page consultée le 06/06/2013).

[59] Sidler O. 2003, *Diviser par 4 la consommation d'énergie des bâtiments : mythe ou réalité?* Enertech, [En ligne]. Disponible sur : http://www.prohabitat.ch/upload/ecohabitat/editor/pdf/diviser_par_4%20la%20consommation%20denergie.pdf. (Page consultée le 06/06/2013).

[60] ADEME. *Les bâtiments à basses consommation*. [En ligne]. Disponible sur : http://www.ademe.fr/bretagne/actions_phares/batiments_basse_conso/. (Page consultée le 06/06/2013).

[61] Kuzinik. F, Virgone. J, Noel. J, reisdorf. R. *Compréhension des effets de l'inertie thermique : cas des parois contenant des matériaux à changement de phase (MCP)*, augc2006. [En ligne]. (2006). http://www.jnlog.com/pdf/augc2006.pdf [page consulté le 16septembre 2012].

[62] Kuzinik. F, Virgone. J, Johannes. K. *In-situ study of thermal comfort enhancement in a renovated building equipped with phase change material wallboard*. Renewable Energy 36, 2011, p.1458-1462.

[63] Castellon. C, Medrano. M, Roca. J, Nogues. M, Castell. A, Cabeza. L.F. *Use of Microencapsulated Phase Change Materials in Building Applications*. Buildings X, 2007.

[64] Helmut. E, Stetiu. C. *Thermal performance of phase change wallboard for residential cooling application*, LBL-38320, UC-1600, (April 1997). [En ligne].Disponible sur :

http://www.jnlog.com/pdf/augc2006.pdf.(Page consulté le 19septembre 2012)

[65] Soares. N, Costa. J J, Gaspar. A R, Santos. P. *Review of passive PCM latent heat thermal energy storage systems towards buildings' energy efficiency*. Energy and buildings 59 (2013) 82-103.

[66] A. Eddhahak, S. Drissi, J. Neji, S. Care. *Effect of Phase Change Materials on the hydration reaction and kinetic of PCM-mortars*. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, vol. 117, 2014, p.537-547.

2013.

[67] Eddhahak A, Drissi S, Colin J, Neji J. *Analysis by differential scanning calorimetry of concrete modified with microencapsulated phase change materials*. Renewable and Sustainable Energy Conference 2012.

[68] Eddhahak. A, Drissi. S, Colin. J, Neji. J, Care. S. *Experimental and multi-scale analysis of the thermal properties of Portland cement concretes embedded with microencapsulated phase change materials (PCMs).* Appl Therm Eng. 2013; 64 : 32–9.

[69] Aggoun S., Beji H., Bennacer R., Duval R. *Compromis entre le stockage d'énergie et la résistance mécanique des matériaux de construction : incorporation de paraffine*. 4ème Journées Maghrébines d'Etudes de Génie-Mécanique, 28-30 Nov. 1999, Canstantine.

[70] Hawes D.W., Banu D, Feldman D. *The stability of phase change materials in concret*. Solar Energy Materials and Solar Cells, vol. 27, 1992, p.103-118.

[71] Pomianowski. W, Heiselberg. P, Jensen. R L, Cheng. R, Zhang. Y. *A new experimental method to determine specific heat capacity of inhomogeneous concrete material with incorporated microencapsulated-PCM*. Cement and Concrete Research 55 (2014) 22-34.

[72] Zhu FR, Zhang L, Zeng JL, Zhu L, Zhen Z, Zu XY, Zhu XY, Li RH, Xiao ZL, Cao Z. *Prepartion and thermal properties of palmitic acid/polyaniline/copper nanowires form-stable phase change materials*. J Therm Anal Calorim. 2014;115(2):1133–41.

[73] Meng X, Zhang H, Sun L, Xu F, Jiao Q, Zhao Z, Zhang J, Zhou H, Sawada Y, Liu Y. *Preparation and thermal properties of fatty acids/CNTs composite as shapestablized phase change materials*. J Therm Anal Calorim. 2014;111(1) : 377–84.

[74] Kao H, Li M, Lv X, Tan J. *Preparation and thermal properties of expanded graphite/paraffin/organic montmorillonite composite phase change material*. J Therm Anal Calorim. 2014;107(1): 299–303.

[75] Eddhahak A, Colin J, Bruneau D. *On an experimental innovative setup for the macro scale thermal analysis of materials: application to the phase change material (PCM) wallboards*. Energy Build. 2013;64:231–8.

[76] Arce P, Castellon C, Castell A, Cabeza LF. *Use of microencapsulated PCM in buildings and the effect of adding awnings*. Energy Build. 2012;44:88–93.

[77] AP. Nomiya. *Restaurant transporant sur le toit du Palais de tokyo, s'habille de matériaux à changement de phase*. Disponible sur : http://www.lemoniteur.fr/179-innovation-produits/article/actualite/684305-nomiya-restaurant-transparent-sur-le-toit-du-palais-de-tokyo-s-habille-de-materiaux-a-changement-de. Page consultée le 01-03-2012.

[78] C. Barreneche, A.Solé, L. Miró, I. Martorell, A. Inès Fernández, L.F. Cabeza, *Study on differential scanning calorimetry analysis with two operation modes and organic and inorganic phase change material (PCM)*. Thermochimica Acta 553 ( 2013) 23-26.

[79] Protocole Malvern-Francais-2008, *Protocole Distribution de tailles de particules par diffraction laser (Malvern Master Sizer)*. [En ligne]. Page consultée le 30 Janvier 2015. Disponible sur : http://ltp.epfl.ch/files/content/sites/ltp/files/shared/protocols/Malvern_F.pdf.

[80] CRITT. Matériaux ALSACE. Granulométrie laser. FGV1. 26 09 06. [En ligne]. Page consultée le 30 Janvier 2015. Disponible sur : http://www.critt.fr/dbimages/document/fichier/81/Grala-site-ok.pdf.

[81] Jacquelin. M. *Etude de la mise en suspension de particule par chute de poudre*. Thèse de doctorat, 2007. Université Paris XII-Val de marne.

[82] Drissi. S, Eddhahak. A, Caré. S, Neji. J, *Thermal analysis by DSC of phase change materials, study of the damage effect*. Journal of building engineering, 2015.

[83] Achchaq. F, Djellab. K, Marmoret. L, Beji. H, *Analyse thermogravimétrique appliquée aux matériaux isolants fibreux*. [En ligne]. Page consulté le 25 Janvier 2015. Disponible sur : http://www.sft.asso.fr/Local/sft/dir/user-3775/documents/actes/congres_2008/239.pdf.

[84] Borderia Fernandez. L, *Investigation des propriétés thermiques et mécaniques du béton incorporant des matériaux à changement de phase (MCP)*. Rapport de stage de TFE, 2011. Ecole Spéciale des Travaux Publics, France.

[85] Netzsch. *LFA 457 MicroFlasch® pour la détermination de la diffusivité et de la conductivité thermique, Technologie de pointe pour les propriétés thermophysiques*. [En ligne]. Consultée le 01 janvier 2015. Disponible sur : http://www.netzsch-thermal-analysis.com/fr/produits-solutions/diffusivite-conductivite-thermiques/lfa-457-microflash.html.

[86] K.H. Illers. *The determination of the melting point of the crystalline polymer by Calorimetry (DSC),* European Polymer Journal 10 (1974) 911-916.

[87] DREUX G. (1970). *Guide pratique du béton*. Collection de l'ITBTP, Paris.

[88] Barakat, A. Cours matx. [en ligne]. Univ Sultan Moulay Slimane. Disponible sur : http://www.fstbm.ac.ma/newfstv08/support/cours_matx.pdf (Page consultée le 04 Mai 2015).

[89] *Les bétons courants*. Cimbéton. [Collection technique Cimbéton, CT-G11]. Tome2. pp.49-56.

[90] Achour, T. *Etude de l'influence de la nature des granulats sur les propriétés des bétons hydrauliques : cas des granulats calcaires tunisiens*. Thèse de doctorat, 2007. Université Tunis el Manar : Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis, Tunisie.

[91] ETSHER. *Les matériaux de construction*. [En ligne]. Disponible sur : http://fr.scribd.com/doc/27932889/22/IV-1-Methode-simplifiee-pour-la-composition-de-beton-d%E2%80%99usage-courant. (Page consultée le 26/11/2013).

[92] AFNOR. *Essais pour béton frais*. Partie 1 : essai d'affaissement. NF EN 12350-2, 2012

[93] Filali, M. *Conductivité thermique apparente des milieux granulaires soumis à des contraintes mécaniques : modélisation et mesures*. Thèse de doctorat, 2006. Institut National Polytechnique de Toulouse, France.

[94] *Métrologie instationnaire*. [En ligne]. Disponible sur : http://www.trefle.u-bordeaux1.fr/thermocinetique/mots_cles/metrologie.htm. (Page consulté le 29/07/2013).

[95] Vergone. M, Lepers. S, Kuzinik. F, Reisdorf. R, Quenard. D, Hebert. S, Johannes. K, Noel. J, Rouchon. G, Covalet. D, Barthel. L, Palmo Del Barrio. E, Dauvergne. J.L, Cacers. G,

Lopez. J. *Intégration des matériaux à changement de phase dans le bâtiment*, disponible sur : www.chantier.net/prebat/tab/0094.pdf.

[96] De Larrard. F. 1999. *Structures granulaires et formulation des bétons*. Ouvrages d'art OA 34, LCPC.

[97] Boukli Hacene. S.M.A, Ghomari. F, Schoefs. F, Khelidj. A, *Etude expérimentale et statistique de l'influence del'affaissement et de l'air occlus sur la résistance à la compression des bétons*. Lebanese Science Journal, Vol. 10, No. 2, 2009.

[98] Bouklihacene. S. M. E. A. *Contribution à l'étude de la résistance caractéristique des bétons de la région de Tlemcen*. Thèse de doctorat, 2009. Université ABOU BEKR BELKAID-TLEMCEN.

[99] Gauthier, S. *Caractérisation thermique de la matière par la méthode 3ω. Electronics*. Thèse de doctorat, 2012. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

[100] Cavalcanti, F. C. *Caractérisation thermique de produits de l'état liquide à l'état solide*. Thèse de doctorat, 2006. Institut Nationale des Sciences Appliquées de Lyon.

[101] Soize, C. *A comprehensive overview of a non-parametric probabilistic appraoch of model uncertainties for predictive models in structural dynamics*. Jounrnal of Sound and Vibration for Special Issue on Uncertainties in Structural Dynamics, 288, 3 (2005).

[102] Sakji, M.S. *Modélisation probabiliste et validation expérimentale du transfert thermique et du comportement thermomécanique avec endommagement d'une plaque multicouche carton plâtre carton soumise au feu*. Thèse de doctorat, 2006, université Marne La Valléé, France.

[103] Do, T. T. *Analyse expérimentale et modélisation du comportement non linéaire thermomécanique de cloison en plaques carton-plâtre-carton, vissées et soumises à des charges thermiques et mécaniques*. Thèse de doctorat, 2011. Université Paris-EST.

[104] Soize, C. *Probabilités et modélisation des incertitudes, éléments de base et concept fondamentaux*. Mai 2004.

[105] Bontempi, G. *Modélisation et simulation INFO-F-305*. [en ligne]. Disponible sur : http://WWW.ulb;ac;be/di/map/gbonte/modism/simul.pdf (Page consultée le 01 Janvier 2015).

[106] Anglaret, E. Cours MASC15. [en ligne]. Univ-montp 2. Disponible sur : http://www.coulomb.univ-montp2.fr/perso/eric.anglaret/polytech/coursMASC15-080513.pdf (Page consultée le 04 Mai 2015).

[107] Malvern Instruments. *Rapport d'analyses suite à la démonstartion du Mastersizer 3000*. Application Report. 2014. www.malvern.com/contact.

[108] PERRON, S. *Résolution avec la méthode des volumes finis dirigés de l'équation de la chaleur pour des problèmes diphasiques en 1D et 2D*. Mémoire de la Maîtrise en Ingénierie, 1998. Université du Québec à Chicoutimi.

[109] DuPont, ZAE Bayern Allemagne, Institut Fraunhofer Allemagne. [En ligne]. Disponible sur http://energain.fr/Energain/fr_FR/services/glossary_of_terms.html (page consultée le 12 Janvier 2013).

[110] Martin, B. *Elaboration de solveurs volumes finis 2D/3D pour résoudre le problème de l'élasticité linéaire*. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, France. Disponible sur : http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/84/72/57/PDF/Martin2012.pdf.

[111] Stoukov, A. *Introduction à la mécanique des fluides numérique : Méthode ''Volumes Finis''*. Disponible sur : http://hmf.enseeiht.fr/coursenligne/stoukov/vf.pdf.

[112] Bricard. A, Gobin. D. *Transfert de chaleur avec changement d'état solide-liquide*. Technique de l'ingénieur. [En ligne]. Disponible sur : http://197.14.51.10:81/pmb/collections/Techniques%20de%20lingenieur/itcd2/be/Be2/be8240.pdf. (Page consultée le 30 Mai 2015).

[113] Karim. L, Bontemps. A, Grados. A, Royon. L. *Amélioration du confort thermique par intégration de Matériau à Changement de Phase (MCP) dans les planchers/plafonds de bâtiment à structure légère*. JITH 2013.

[114] Chataigner, Y. *Modélisation du transfert thermique dans un remblai sur pergélisol et élaborations de stratégies pour faire face aux changements climatique*. Mémoire pour l'obtention du grade maître en sciences, 2008. Université Laval Québec.

[115] Vidalain, G. *Modélisation des phénomènes convectifs lors du changement de phase solide-liquide par utilisation de l'équation de diffusion de la chaleur et d'une forme modifiée de la conductivité*. Maîtrise en génie mécanique, 2007. Université Laval, Canada.

[116] Gosselin, L. *Analyse et modélisation de la formation d'un banc solide dans un bain de scorie liquide*. Mémoire de maîtrise des sciences appliquée, 2001. Université de Sherbrooke.

[117] Kadri, E H. Aggoun, S. Bennacer, R. Bouvet, A. *Stockage de l'énergie dans les matériaux de construction*. 4ème Journée Maghrébines d'Etudes de Génie-Mécanique, 28-30 Nov. 1999, Constantine.

[118] Jannot, Y. *Transferts thermiques*. Support du cours. Ecole des mines Nancy. 2002.

[119] Doumenc. F. *Eléments de thermodynamique et thermique*. Version 1.2. Université Pierre et Marie Curie (Paris VI)- Module LA 200, 2009.

[120] DO D.P. *Application des approches d'homogénéisation à l'étude des propriétés thermo-hydro-mécaniques des roches*. Application aux argilites, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Géologie de Nancy, 2008.

[121] Naitaili, B. *Elaboration, caractérisation et modélisation de matériaux poreux : Influence de la structure poreuse sur la conductivité thermique effective*, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, 2005.

[122] Yinping, Z. YI, J. YI, J. *A simple method, the T-history method, of determining the heat of fusion, specific heat and thermal conductivity of phase change materials*. Measurement Science and Technology, 1999, vol. 10, n° 3, p 201-205.

[123] Vlasov, V. V, Puchkov, NP, Fedorov, NP, Shatalov, Y. *An automatic instrument for measuring thermophysical properties during a change of state*. Heat Transfer, 1983, vol.14, n° 6, p 48-54.

[124] Delaunay, D. Carre, P. *Mesure de la conductivité thermique et d'enthalpie de fusion de matériaux à changement de phase de type paraffines*. Journée d'étude de la Société Française des Thermiciens (SFT) sur la Mesure des Caractéristiques Thermophysiques, Paris, 1981.

[125] Fernandéz, L. *Investigation des Propriétés Thermiques et Mécaniques du béton incorporant des matériaux à changement de phase (MCP)*. Rapport de stage, ESTP/IRC 2010-2011.

[126] *Le béton* : *connaissance du matériau*. [En ligne]. Cours matériaux. Ujf-grenoble. Disponible sur : http://iut-tice.ujf-grenoble.fr/tice-espaces/GC/materiaux/mtx3/CoursMateriaux/5.1.pdf. Page consultée le 15 Juillet 2015.

[127] Rosa. M, Raybaudi. M, Jonathan. M M. *Polysaccharides as Carriers and Protectors of Additives and Bioactive Compunds in Foods*. [En ligne]. Page consultée le 01 Janvier 2015. Disponible sur : http://cdn.intechopen.com/pdfs-wm/40583.pdf.

[128] Dierkens. M. *Mesures rhéologiques et modélisation de matériaux en cours de prise*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005.

[129] KHELIFA. M.R. *Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants*. Thèse de doctorat, Université d'Orléans et Université de Constantine, 2009.

# Annexe – niveau 1

***Techniques de micro encapsulation les plus utilisés [127]***

| Methods | Process steps | Morphology | Load (%) | Particle size (µm) |
|---|---|---|---|---|
| Spray-drying | Disperse or dissolve active in aqueous coating solution<br>Atomize<br>Dehydrate | Matrix | 5-50 | 10-400 |
| Fluid bed coating | Fluidize active powder<br>Spray Coating<br>Dehydrate or cool | Reservoir | 5-50 | 5-5000 |
| Spray-chilling/cooling | Disperse or dissolve active in heated lipid solution<br>Atomize<br>Cool | Matrix | 10-20 | 20-200 |
| Melt injection | Melt the coating<br>Disperse or dissolve active in the coating<br>Extrude through filter<br>Cooling and dehydrating | Matrix | 5-20 | 200-2000 |
| Emulsification | Dissolve active and emulsifiers in water or oil phase<br>Mix oil and water phases under shear | Matrix | 1-100 | 0.2-5000 |
| Preparation of emulsions with multilayers | Prepare o/w emulsions with lipophilie active in oil phase and ionic emulsifiers<br>Mix with aqueous solution containing oppositely charged poly-electrolytes<br>Remove excess of free poly-electrolyte (option)<br>Repeat Steps 2 and 3 | Reservoir | 1-90 | 0.2-5000 |
| Coacervation | Prepare o/w emulsions with lipophilie active in oil phase<br>Mix under turbulent conditions<br>Induce three immiscible phases<br>Cool<br>Crosslink (optionally) | Reservoir | 40-90 | 10-800 |
| Preparation of microspheres via extrusion or dropping | Dissolve or disperse active in alginate solution<br>Drop into gelling bath | Matrix | 20-50 | 200-5000 |
| Preparation of microspheres via emulsification | Emulsify water with biopolymer in oil phase | Matrix | 20-50 | 10-1000 |
| Co-extrusion | Dissolve or disperse active in oil<br>Prepare aqueous or fat coating<br>Use an concentric nozzle and press simultaneously the oil phase through the inner nozzle and the water phase through the outer one<br>Drop into gelling or cooling bath | Reservoir | 70-90 | 150-8000 |
| Encapsulation by rapid expansion of supercritical solution (RESS) | Create a dispersion of active and dissolved or swollen shell material in supercritical fluid<br>Release the fluid to precipitate the shell onto the active | Matrix | 20-50 | 10-400 |
| Freeze or vacuum drying | Dissolve or disperse agent and carrier material in water<br>Freeze the sample<br>Drying under low pressure<br>Grinding (option) | Matrix | Various | 20-5000 |
| Preparation of nanoparticles | Various methods | Various | various | 0.1-1 |

# Annexe – niveau 2

## ***Fiches techniques***

- **MCP Micronal DS 5038 X**

Provisional Technical Information

# Micronal® DS 5038 X

Polymer Dispersions for Construction

BASF
The Chemical Company

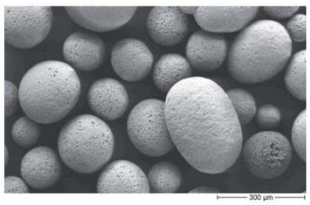
### Characteristic/Chemie

Dry powder version of a paraffin wax mixture encapsulated in highly cross-linked polymethylmethacrylate, free of formaldehyde

### Technical Data

| | |
|---|---|
| Physical form | Powder |
| Particle size | ca. 50 – 300 µm |
| Bulk density | ca. 300 – 400 kg/m³ |
| Melting point | ca. 25 °C |
| Enthalpy of fusion | ca. 100 kJ/kg |
| Thermal capacity (integral, 10 – 30 °C) | ca. 142 kJ/kg |
| Other features | Low-dusting |

The exact specifications can be found in the specification data sheet.



Electron micrograph of Micronal DS 5038 X. The powder particles consist of agglomerated microcapsules.

Climate Control
MICRONAL® PCM
by BASF

### Areas of application

Micronal DS 5038 X is a microencapsulated phase-change material with a high thermal capacity that is used to store latent heat. It is the spray-dried version of Micronal DS 5039 X, which is supplied as an aqueous dispersion. It consists of microscopic polymer spheres with a core made from highly refined paraffin wax.

Micronal DS 5038 X can be incorporated in products such as conventional, thick-layer plaster, plasterboard, fillers, floor screeds and concrete, etc., based on hydraulic and non-hydraulic binders. It can also be incorporated in wood products such as MDF and OSB and in coatings such as acrylic paints in order to increase their thermal capacity. It stores the latent heat that is absorbed when the wax in the microcapsules changes phase from solid to liquid, and the heat is released again when the wax solidifies.

An advantage of the special microencapsulation process that is used to manufacture Micronal DS 5038 X is that the product is free of formaldehyde.

In interior applications, the aim is to keep the room temperature stable at 25 °C for a large part of the year in order to improve comfort and to reduce peak demand for cooling and heating.

Micronal DS 5038 X can be employed passively or in combination with an active cooling system. Phase-change materials are a useful element of climate control concepts, because they make it possible to store energy at the time that it becomes available and then release it later when it is in demand. This enables energy to be managed more efficiently in processes such as geothermal cooling systems. Water or air can be used as the heat transfer medium when the process is reversed at night. The maximum loads on cooling systems can be reduced, which makes technical building services more energy-efficient. Ideally, active air conditioning can be dispensed with completely.

### Notes on application I

It is essential that customers perform their own tests when products based on Micronal DS 5038 X are being manufactured and processed, because the compatibility of the various ingredients with each other, the curing behavior of hydraulic binders, their adhesion on different substrates and their material properties, etc., depend on numerous different factors that we are unable to cover exhaustively in our own tests.

Micronal DS 5038 X is supplied in bags with a net weight of 30 kg. As a protective measure, the powder is virtually dust-free. The usual precautions must be taken when working with products in powder form.

For transport and storage the product is subject on the regulations of class 4.2, packing group II.

## Notes on application II

The following points need to be taken into account when cementitious formulations and plaster-based products are being developed.

- Micronal phase-change materials cause more water to be required.
- Plasticizers can be used to counteract the thickening effect.
- Micronal phase-change materials cause little delay to curing, but an accelerator may be added if necessary.
- A defoamer can be added if Micronal causes more air to be entrained.
- Micronal phase-change materials can be considered as consisting of filler particles with a diameter of 2–20 µm. It may be helpful to reduce the proportion of fines in the mix.
- The agglomerated secondary particles in the powder can break down again under shear and through the action of water. The resulting increase in the internal surface area may make it necessary to add more water to the mix.

The following formula can be used to calculate the overall thermal capacity independently of the carrier matrix.

$Q_{PCM} = m_{PCM} \times \Delta H$

$Q_{Matrix} = m_{Matrix} \times c_p \times \Delta T$

$Q_{Total} = Q_{PCM} + Q_{Matrix}$

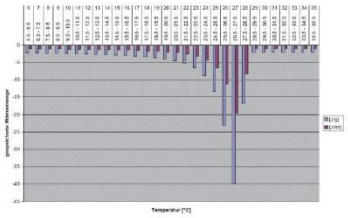
$\Delta H$ = 100 kJ/kg = 28 Wh/kg
$c_p$ = Specific heat capacity of the matrix
m = Mass fraction of PCM or matrix
$\Delta T$ = Change in temperature

The desired results can usually be obtained by adding Micronal DS 5038 X to cementitious products at a rate of approx. 15 % v/v and to plaster-based products at a rate of approx. 25 % v/v. Higher levels of addition mostly cause rheology problems and/or a decrease in strength.

A great advantage of the microencapsulation process is that the paraffin wax is enclosed in a sealed, durable polymer shell. This effectively prevents emissions and leakage over the working temperature range. The capsules are exposed to varying levels of thermal stress when they are processed, and this can cause the paraffin wax to shrink and may even destroy the capsules completely. It is not possible to set an exact upper temperature limit, because this depends on factors such as the manufacturing process, the length of time it is exposed to heat and the ambient pressure, etc. The maximum temperature can only be determined in practical trials, but Micronal DS 5038 X cannot usually be employed at temperatures greater than 140 °C.

Micronal DS 5038 X is intended for use as a diffuse storage medium for heat in building products that are employed at or around room temperature. We do not recommend pumping it as a heat transfer fluid in circulating systems or using it as a concentrated coolant in large heat sinks.

There is no simple formula for calculating the increase in comfort, i. e. the time in which the temperature stays below 26 °C, and the savings in energy that can be achieved by reducing peak demand for heating and cooling. Each building has to be assessed individually, and dynamic building simulation needs to be used in order to make a realistic estimate of the results that can be achieved. The simulation program "PCMexpress" is available free of charge at **www.micronal.de**. Customers using the typical simulation programs that are available on the market must take the transient behavior of building products that contain phase-change materials into account when they are making their own calculations. If the software does not have a special module for phase-change materials, the variable specific heat capacity ($c_p$) needs to be adapted to the temperature.



Typical values for the enthalpy of fusion of a phase-change building product with the RAL certification mark

BASF SE
Regional Business Adhesives and
Construction Polymers Europe
67056 Ludwigshafen, Germany

The data contained in this publication are based on our current knowledge and experience. They do not constitute the agreed contractual quality of the product and, in view of the many factors that may affect processing and application of our products, do not relieve processors from carrying out their own investigations and tests. The agreed contractual quality of the product at the time of transfer of risk is based solely on the data in the specification data sheet. Any descriptions, drawings, photographs, data, proportions, weights, etc. given in this publication may change without prior information. It is the responsibility of the recipient of our product to ensure that any proprietary rights and existing laws and legislation are observed.

Edition: February 2012 TI/ED 338 e

This data sheet will be rendered invalid if it is superseded by a later version.

® = Registered trademark of BASF SE

www.basf.de/dispersions

# Annexe – niveau 3

## 1- Détermination de la formulation de Béton par la méthode de Deux Gorisse

### a- Hypothèses

***Caractéristique du béton*** :

Résistance moyenne à 28jours du béton : $f_{c_{28}} = 30\ MPa$

Affaissement au cône d'Abrams : $A \in [5 - 9]$

***Caractéristique des granulats :***

Classe des granulats : courant

Diamètre du plus gros granulat : 12 mm

Coefficient granulaire : G' = 0.45

***Masse volumique des granulats***

Gravier : 2660 Kg/m$^3$

Sable : 2660 Kg/m$^3$

### b- Détermination des quantités optimales des matériaux de construction

***Rapport E/C :***

$\sigma'_{28} = 34.5 \rightarrow$ E/C = 0.454

***Dosage en Ciment et en eau :***

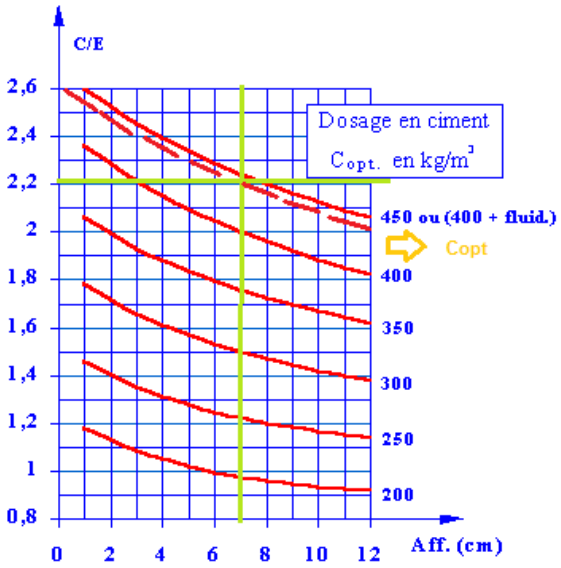



**Fig 1.** *Détermination de la quantité optimale de ciment $C_{opt}$*

$C_{opt} = 445$ Kg/m$^3$

$C_{min} = 346.1$ Kg/m$^3$

} C = 346.15 Kg/m$^3$ → E = 157.15 Kg/m$^3$

***Correction à apporter sur $C_{eff}$ et E :***

**Tableau 1.** *Dosage en eau et en ciment après correction*

| | C (kg/m$^3$) | E (kg/m$^3$) |
|---|---|---|
| **correction** | 13.8 | 6.3 |
| **Quantité** | 360 | 163.4 |

***Détermination de la composition granulaire :***

Afin de déterminer la composition granulaire, il faut tracer la droite brisé de DREUX. Les coordonnés de point de brisure (X, Y) sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau 2.** *Coordonnés de point de brisure*

| | |
|---|---|
| **X** | 6 |
| **K** | 1.6 |
| **Ks** | 0 |
| **Kp** | 7 |
| **K'** | 8.6 |
| **Y** | 54.7 |

Par la suite, en traçant la ligne de partage, on en déduit les pourcentages des granulats en volume absolu.

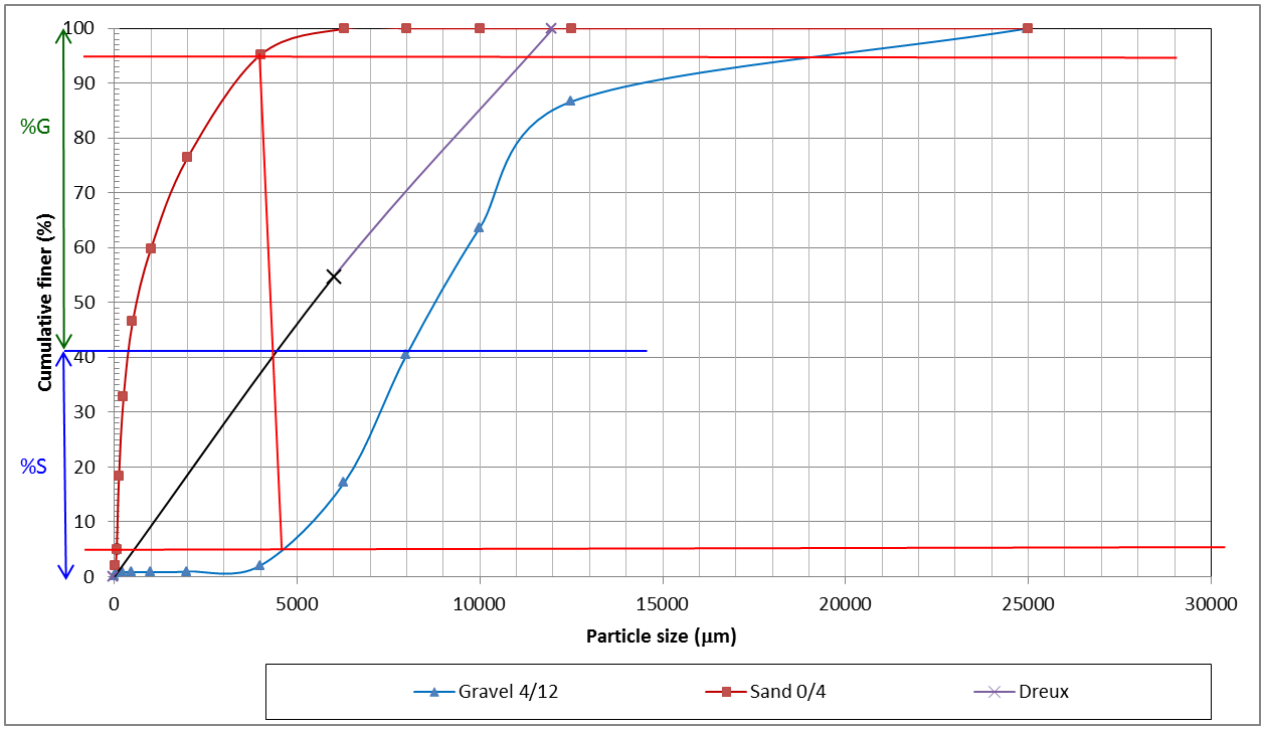



**Figure 2.** *Détermination des pourcentages en volumes absolus de gravier et de sable*

**Gravier = 59% ; Sable = 41%**

***Détermination en volume absolu :***

Calculant le volume total absolu des granulats V, On peut alors calculer les volumes de sable et de gravier pour définir à la fin la formulation théorique de béton.

**Tableau 3.** *Formulation théorique de béton*

| | **Ciment** | **Eau** | **Sable** | **Gravier** |
|---|---|---|---|---|
| **m (kg)** | 360 | 163 | 726 | 1045 |

## c- Formulation des bétons, correction par approche expérimentale

Il faut essentiellement tester et corriger la formulation de béton obtenue par des essais de laboratoire avant d'être validée. Ces tests en laboratoire permettent d'ajuster le dosage en eau et en ciment. Les corrections à apporter sont les suivants :

### 1ière correction : correction sur le dosage en eau

Il faut tout d'abord, tester la maniabilité de béton formulé par l'essai d'affaissement au cône. La quantité d'eau sera alors ajustée grâce à la valeur obtenue et en utilisant la figure 3.

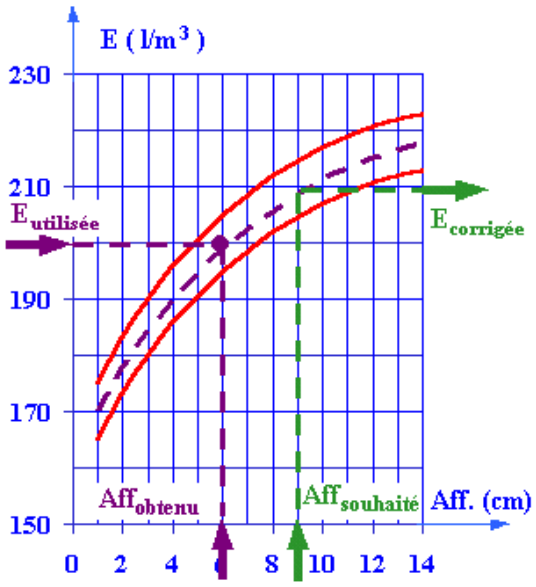



**Figure 3.** *Correction de la quantité d'eau en fonction de l'affaissement de béton*

### 2ième correction : correction sur la quantité des granulats

Après l'ajustement de la quantité d'eau, il faut ajuster également les quantités des granulats. Cette étape sera effectuée grâce à la valeur obtenue lors de la mesure de la masse volumique réelle du béton formulé après la correction de la quantité d'eau.

# 2- *Fiches techniques*

- **Ciment CEM II/A-V 32,5 R**

Holcim France

## FICHE TECHNIQUE

## Fabriqué à ALTKIRCH

Mise à jour du 16/02/2012

## Ciment Portland aux cendres volantes

| | | |
|---|---|---|
| *NF EN 197-1/A1* | CEM II/A-V 32,5 R | 14/05/2001 |
| | N° de certificat : 0333-CPD-2604 | |
| ***CE+NF*** | **CEM II/A-V 32,5 R CE PM-CP2 NF** | **08/12/1978** |
| *NF P15-317* | Ciments pour travaux à la mer | PM |
| *NF P15-318* | Ciments à teneur en sulfures limitée pour béton précontraint | CP2 |

Disponibilités : Vrac

## COMPOSITION DÉCLARÉE (en %)

| Constituant | | Régulateur de prise | |
|---|---|---|---|
| Clinker (K) | 84 | Gypse | 2,0 |
| Laitier de haut-fourneau (S) | _ | Anhydrite | _ |
| Schiste calciné (T) | _ | Autre sulfate de calcium | 2,0 |
| Sulfate de calcium (Cs) | _ | | |
| Pouzzolanes naturelles (P) | _ | **Additif** | |
| Cendres volantes siliceuses (V | 13 | Agent de mouture | _ |
| Cendres volantes calciques (W) | _ | Sulfate ferreux | 0,450 |
| Calcaires (L ou LL) | _ | | |
| Constituants secondaires | 3 | | |

## RESISTANCES A LA COMPRESSION (en MPa)

| 1 jour | 2 jours | 7 jours | 28 jours |
|---|---|---|---|
| _ | 21 | 37 | 48 |

## CARACTÉRISATION PHYSIQUE

| Sur poudre | | Sur pâte pure | | Sur mortier | |
|---|---|---|---|---|---|
| Masse volumique (en g/cm$^3$) | 3,03 | Besoin en eau (en %) | 26 | Chal. hydr. 41h (en J/g) | _ |
| Surface massique (en cm$^2$/g) | 3250 | Stabilité (en mm) | 0,5 | | |
| Indice de clarté | 61,5 | Début de prise (en min) | 210 | | |

## CARACTÉRISATION CHIMIQUE

| PAF | INS | $SiO_2$ | $Al_2O_3$ | $Fe_2O_3$ | CaO | MgO | $SO_3$ | $K_2O$ | $Na_2O$ | $S^{=}$ | $Cl^-$ | $CO_2$ | $CaO_{libre}$ | $Na_2O$ éq actif |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 2,8 | 9,2 | 22,7 | 6,7 | 4,1 | 57,3 | 1,4 | 2,7 | 1,05 | 0,17 | 0,00 | 0,02 | 2,1 | 0,5 | 0,64 |

Composition potentielle du clinker : C3A 7,6 C3S 63 C4AF 11

Usine de fabrication afaq ISO 9001 ISO 14001 ISO14001 ISO9001

La reproduction partielle ou intégrale de ce document est interdite sans accord préalable de notre part.
Les résultats faisant l'objet du présent document sont basés sur des valeurs moyennes et sont donnés à titre purement indicatif. Etant susceptibles de varier dans les limites autorisées par les normes correspondantes, ils ne sauraient engager la responsabilité de Holcim France ou Holcim Belgique.

- **Sable (0/4)**

Carrières du Boulonnais
Tél : 03.21.99.67.00
Fax : 03.21.99.67.10

**S.A.S. CARRIERES DU BOULONNAIS**
62250 FERQUES
R.C. CALAIS B 541 750 550 - APE 142A

# Fiche Technique Produit

SABLE lavé 0/4 mm à 7 % de fines (SL0704)

| | |
|---|---|
| Référence normative | NF P 18-545,article 10<br>Code : A |
| Nature Pétrographique | Calcaire viséen dur compact |
| Utilisation | Granulats pour bétons hydrauliques |

AFNOR CERTIFICATION
11, rue Francis de Pressensé
93571 LA PLAINE ST DENIS Cedex

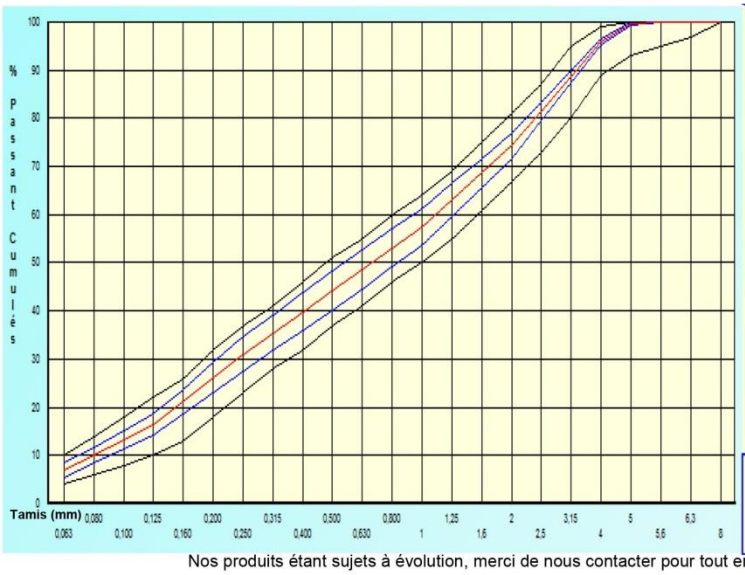
## Spécifications contractuelles :

| | 2D | 1.4D | D | 2 | 1 | 0,5 | 0,25 | 0,125 | f | FM | MB |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Tamis (mm) | 8 | 5,6 | 4 | 2 | 1 | 0,500 | 0,250 | 0,125 | 0,063 | | |
| Vss | | | 99.0 | | 64.0 | | 37.0 | | 10.0 | 3.15 | 1.50 |
| Vsi | 100.0 | 95.0 | 89.0 | | 50.0 | | 23.0 | | 4.0 | 2.55 | |
| Vss + U | | | 100.0 | | 68.0 | | 41.0 | | 12.0 | 3.30 | 2.00 |
| Vsi - U | | 94.0 | 87.0 | | 46.0 | | 19.0 | | 2.0 | 2.40 | |
| Sf max | | | | | 4.24 | | 4.24 | | | 0.180 | |

**Résultats :** Granularité et propreté : Période du 26/01/12 au 26/07/12 (6 mois)
Autres caractéristiques : Période du 26/01/12 au 26/07/12 (6 mois)

| | 2D | 1.4D | D | 2 | 1 | 0,5 | 0,25 | 0,125 | f | FM | MB |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Tamis (mm) | 8 | 5,6 | 4 | 2 | 1 | 0,500 | 0,250 | 0,125 | 0,063 | | |
| maxi | | | 97.0 | | 65.2 | | 38.0 | | 11.9 | 3.10 | 0.70 |
| Xf+1,25 Sf | | | 96.6 | | 61.3 | | 34.6 | | 8.4 | 2.97 | 0.47 |
| moyenne Xf | **100.0** | **100.0** | **95.8** | **74.3** | **57.4** | **44.3** | **31.1** | **16.4** | **7.0** | **2.81** | **0.34** |
| Xf - 1,25 Sf | 100.0 | 100.0 | 95.1 | | 53.5 | | 27.5 | | 5.5 | 2.65 | |
| mini | 100.0 | 100.0 | 94.0 | | 49.8 | | 25.3 | | 5.0 | 2.49 | |
| Ecart type Sf | 0.00 | 0.00 | 0.59 | 2.14 | 3.14 | 3.26 | 2.84 | 1.71 | 1.19 | 0.130 | 0.110 |
| nb. valeurs | 59 | 59 | 59 | 59 | 59 | 59 | 59 | 59 | 59 | 59 | 59 |

**Fuseau de régularité** **de fabrication** **Moyenne de fabrication**




Autres Caractéristiques

| | Valeur | Dernier Essai |
|---|---|---|
| WA24 | 0,5 % | 26/06/12 |
| S total | 0,09 % | 13/01/12 |
| Cl- | <0,0002% | 13/01/12 |
| Na2O équi. | 21,8mg/kg | 13/01/12 |
| MVR | 2,67 t/m3 | 26/06/12 |
| A R | NR | 13/01/12 |
| PO | Négatif | 13/01/12 |
| ImP | Néant | 23/07/12 |
| SO3 | 0,06 % | 13/01/12 |

Date et visa du responsable contrôle qualité
30/07/12
Fiche n° : 1189

Nos produits étant sujets à évolution, merci de nous contacter pour tout engagement ou durée de validité

- **Gravier (4/12)**

Carrières du Boulonnais

Tél : 03.21.99.67.00
Fax : 03.21.99.67.10

**S.A.S. CARRIERES DU BOULONNAIS**
62250 FERQUES
R.C. CALAIS B 541 750 550 - APE 142A

# Fiche Technique Produit

## GRAVILLON lavé 4/12 mm (GL0412)

| | |
|---|---|
| Référence normative | NF P 18-545, Article 10<br>Code : A |
| Nature Pétrographique | Calcaire viséen dur compact |
| Utilisation | Granulats pour bétons hydrauliques |

AFNOR CERTIFICATION
11, rue Francis de Pressensé
93571 LA PLAINE ST DENIS Cedex

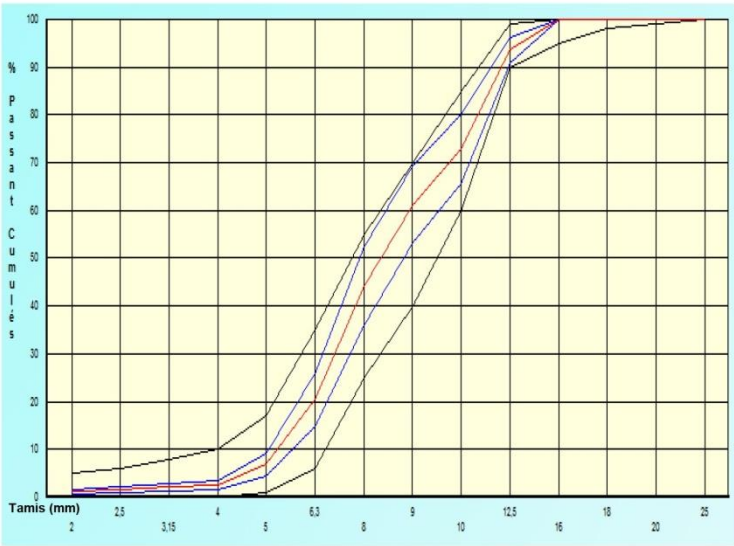
### Spécifications contractuelles :

| | 2D | 1.4D | D | D/1,4 | d | d/2 | f | FI | LA |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Tamis (mm) | 25 | 18 | 12,5 | 9 | 4 | 2 | | | |
| Vss | | | 99.0 | 70.0 | 10.0 | 5.0 | 4.00 | 20 | 30 |
| Vsi | 100.0 | 98.0 | 90.0 | 40.0 | | | | | |
| Vss + U | | | 100.0 | 76.0 | 15.0 | 6.0 | 4.30 | 24 | 33 |
| Vsi - U | | 97.0 | 85.0 | 34.0 | | | | | |
| Sf max | | | | 9.09 | | | | | |

**Résultats :** Granularité et propreté : Période du 05/05/12 au 05/11/12 (6 mois)
Autres caractéristiques : Période du 05/11/10 au 05/11/12 (24 mois)

| | 2D | 1.4D | D | D/1,4 | d | d/2 | f | FI | LA |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Tamis (mm) | 25 | 18 | 12,5 | 9 | 4 | 2 | | | |
| maxi | | | 97.0 | 74.5 | 4.3 | 2.4 | 1.33 | 14 | 26 |
| Xf+1,25 Sf | | | 96.2 | 69.4 | 3.4 | 1.7 | 0.81 | | 25.2 |
| moyenne Xf | **100.0** | **100.0** | **93.6** | **61.3** | **2.4** | **1.1** | **0.54** | **12.8** | **23.7** |
| Xf - 1,25 Sf | 100.0 | 100.0 | 91.0 | 53.3 | | | | | |
| mini | 100.0 | 100.0 | 87.0 | 42.4 | | | | | |
| Ecart type Sf | 0.00 | 0.00 | 2.08 | 6.46 | 0.79 | 0.42 | 0.220 | | 1.20 |
| nb. valeurs | 51 | 51 | 51 | 51 | 51 | 51 | 51 | 10 | 24 |

**Fuseau de régularité** **de fabrication** **Moyenne de fabrication**




Autres Caractéristiques

| | Valeur | Dernier Essai |
|---|---|---|
| MVR | 2,67 t/m3 | 03/09/12 |
| WA24 | 0,7 % | 03/09/12 |
| Na2O équi. | 5,6 mg/kg | 16/01/12 |
| S total | 0,03 % | 16/01/12 |
| Cl- | <0,0002% | 16/01/12 |
| MBF | 1,9 g/kg | 11/10/12 |
| ImP | Néant | 25/10/12 |
| A R | NR | 16/01/12 |

Sensibilité au gel-dégel: GA.
Boulettes d'argile : Néant (25/10/2012)
Présence éventuelle de nodules ferreux.

Date et visa du responsable contrôle qualité
05/11/12
Fiche n°: 1238

Nos produits étant sujets à évolution, merci de nous contacter pour tout engagement ou durée de validité

***Propriétés thermiques des bétons-MCP DAM après vieillissement***

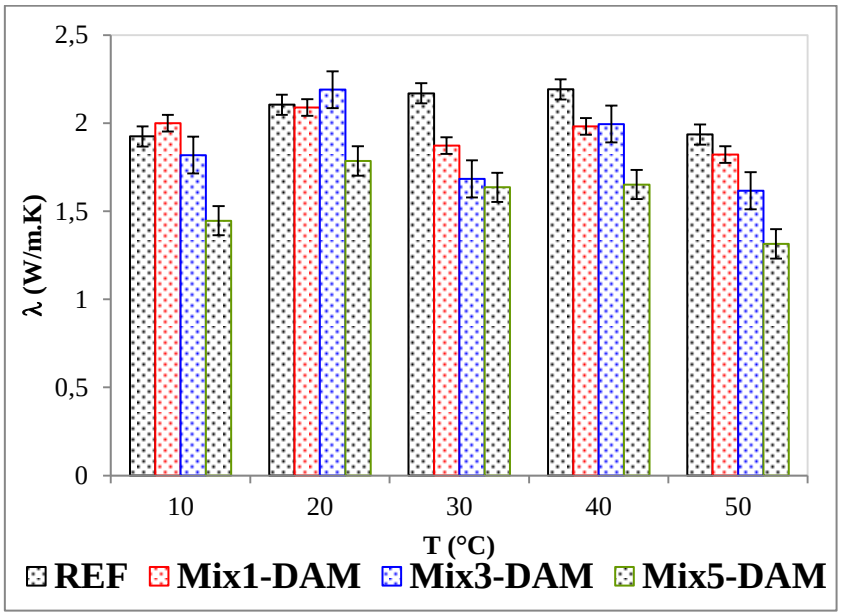



**Figure 1.** *Conductivité thermique des bétons-DAM mesurées après vieillissement.*

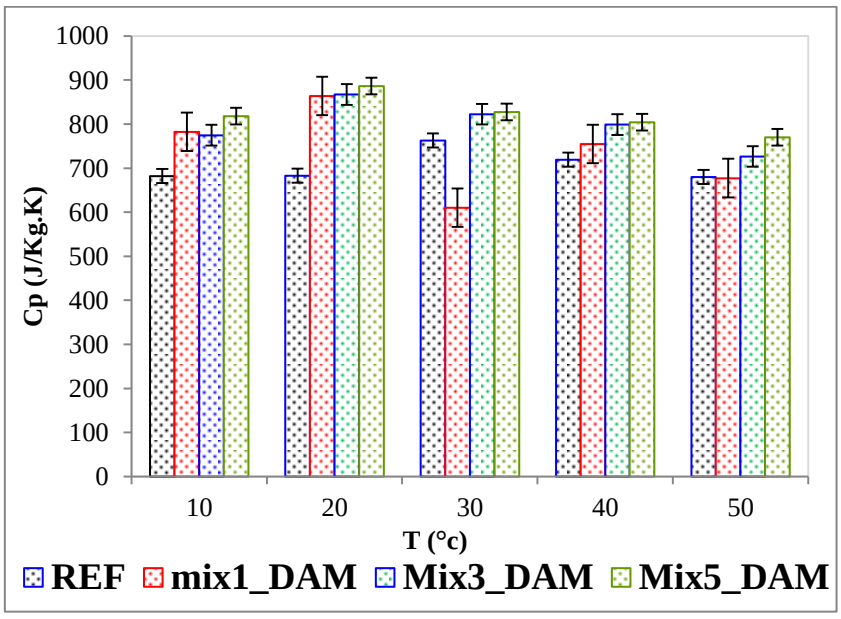



**Figure 2.** *Chaleur spécifique des bétons-DAM mesurées après vieillissement.*

# Annexe – niveau 4

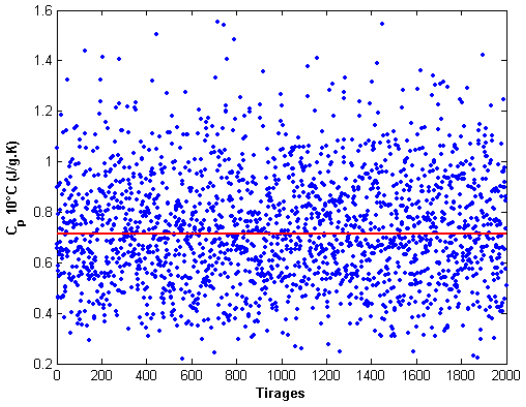
***Construction des lois de probabilité de la chaleur spécifique de béton mix1 et mix5 à T =10 °C et 30 °C***

Les figures 1 et 2 présentent respectivement la réponse finale en termes de chaleur spécifique des bétons $mix_1$ et $mix_5$ avant et après vieillis ainsi que la simulation Monte Carlo :

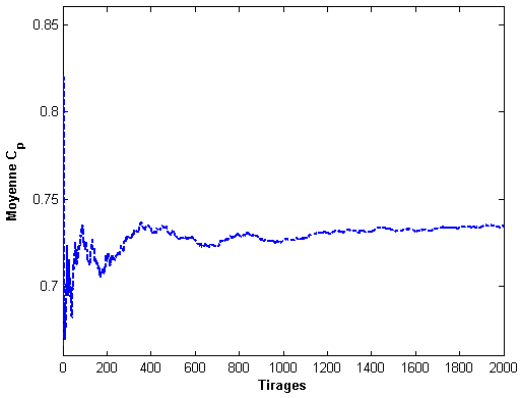
*Avant vieillissement*

***$mix_1$, T = 10 °C***

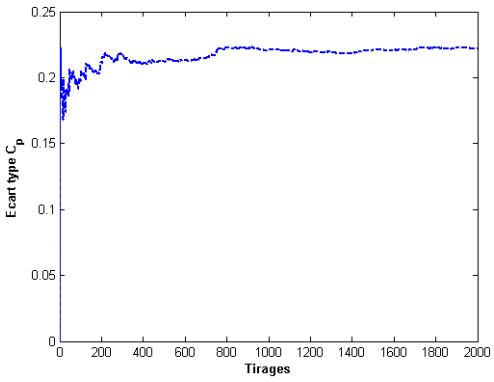
(a)




(b)

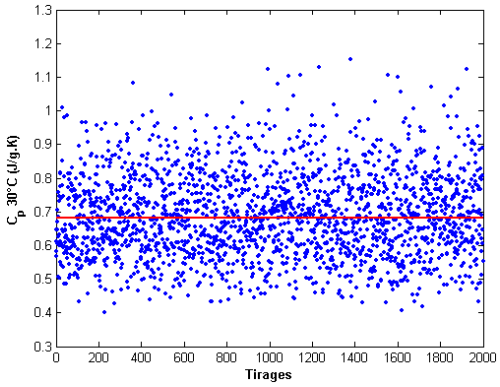



(c)

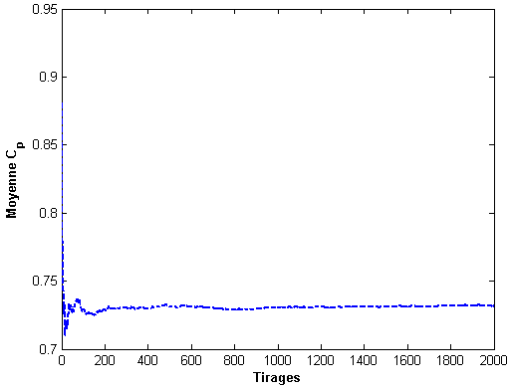


## ***mix$_1$, T = 30 °C***

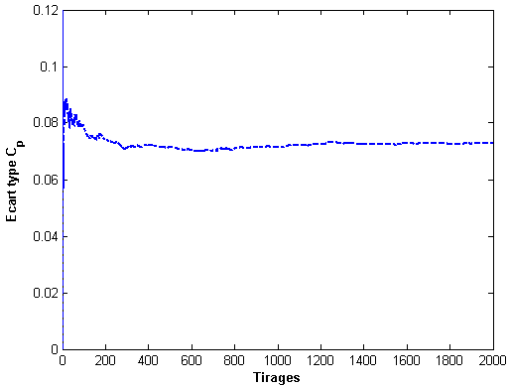
(a)




(b)

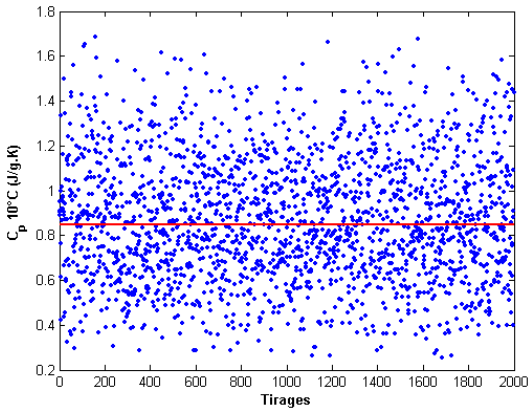



(c)

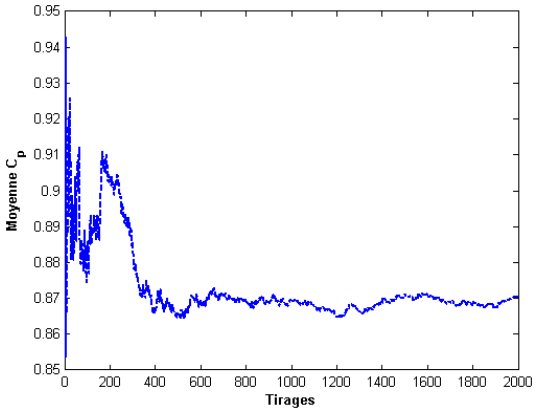



## ***mix$_5$, T =10 °C***

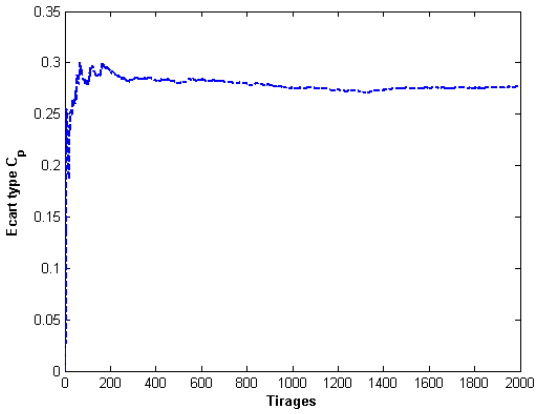
(a)




(b)

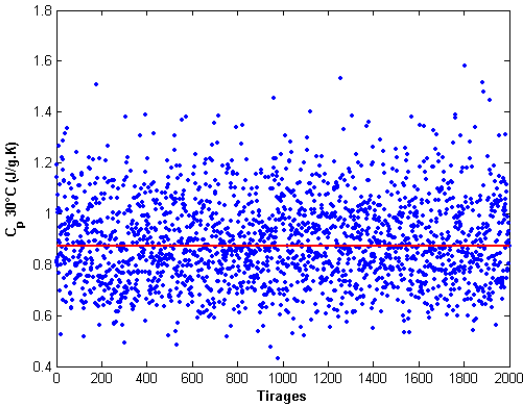


(c)

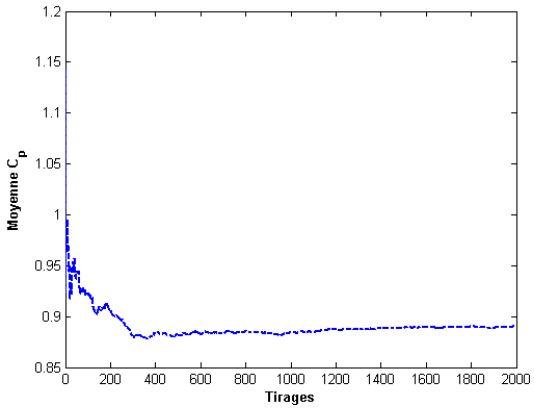



***mix$_5$, T = 30 °C***

(a)




(b)




(c)

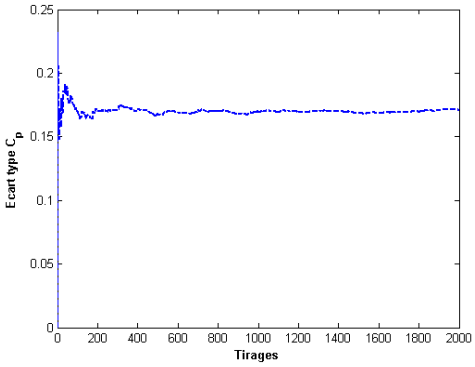
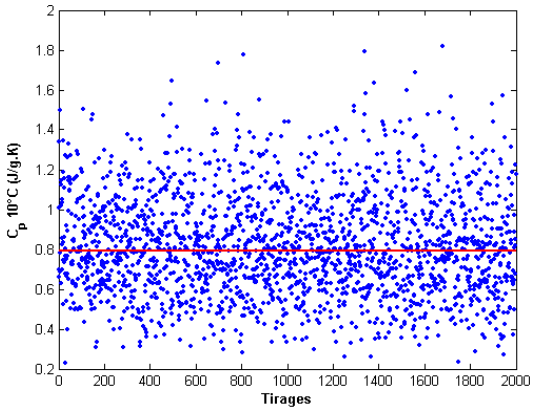



**Figure. 1 :** *Différentes réalisations aléatoire selon la pdf ((a)) et simulation Monte Carlo ( (b) et (c)) de la chaleur spécifique des bétons mix$_1$ et mix$_5$ avant vieillissement à T = 10 °C et T = 30 °C.*

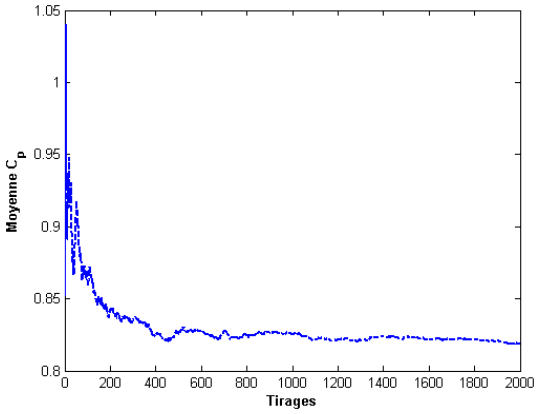
*Après vieillissement*

## ***mix$_1$, T = 10 °C***

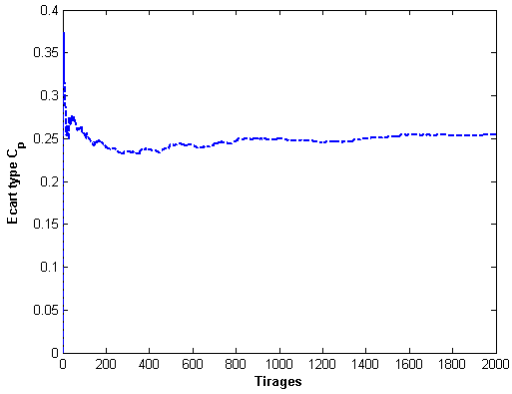
(a)




(b)

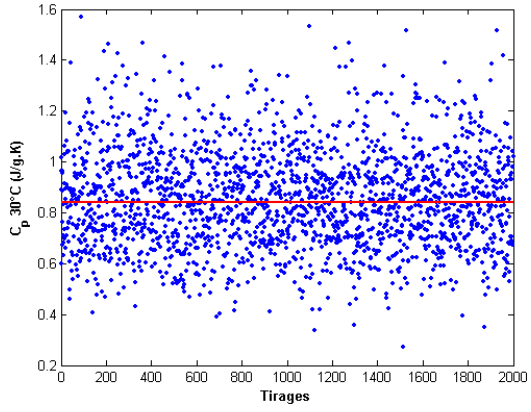



(c)

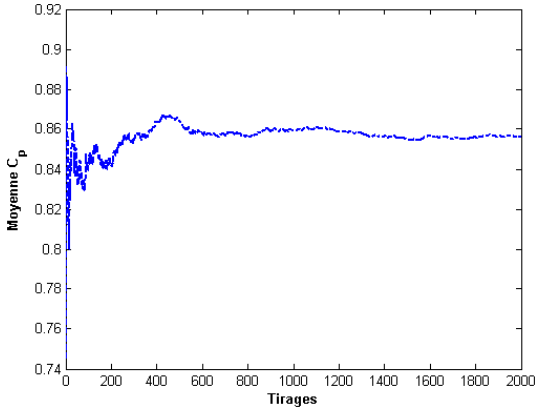



## ***mix$_1$, T = 30 °C***

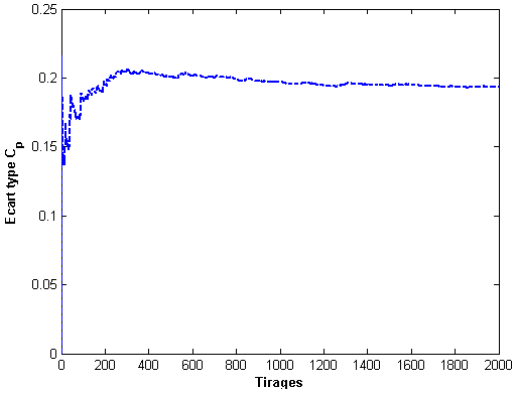
(a)




(b)

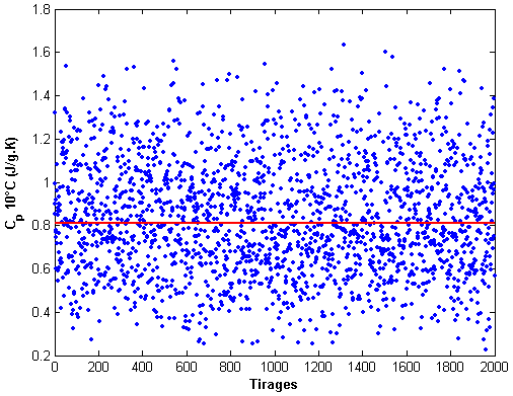


(c)

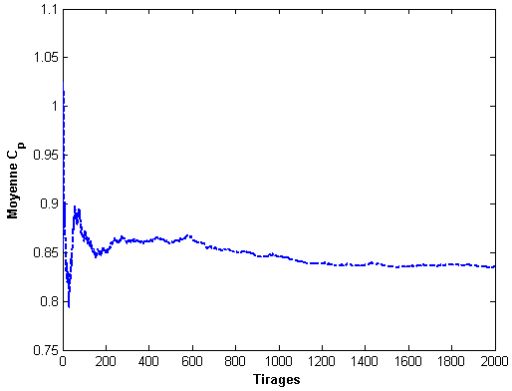



***mix$_5$, T =10 °C***

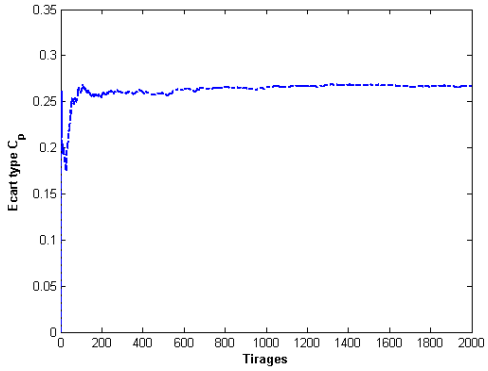
(a)




(b)




(c)



***mix$_5$, T = 30 °C***

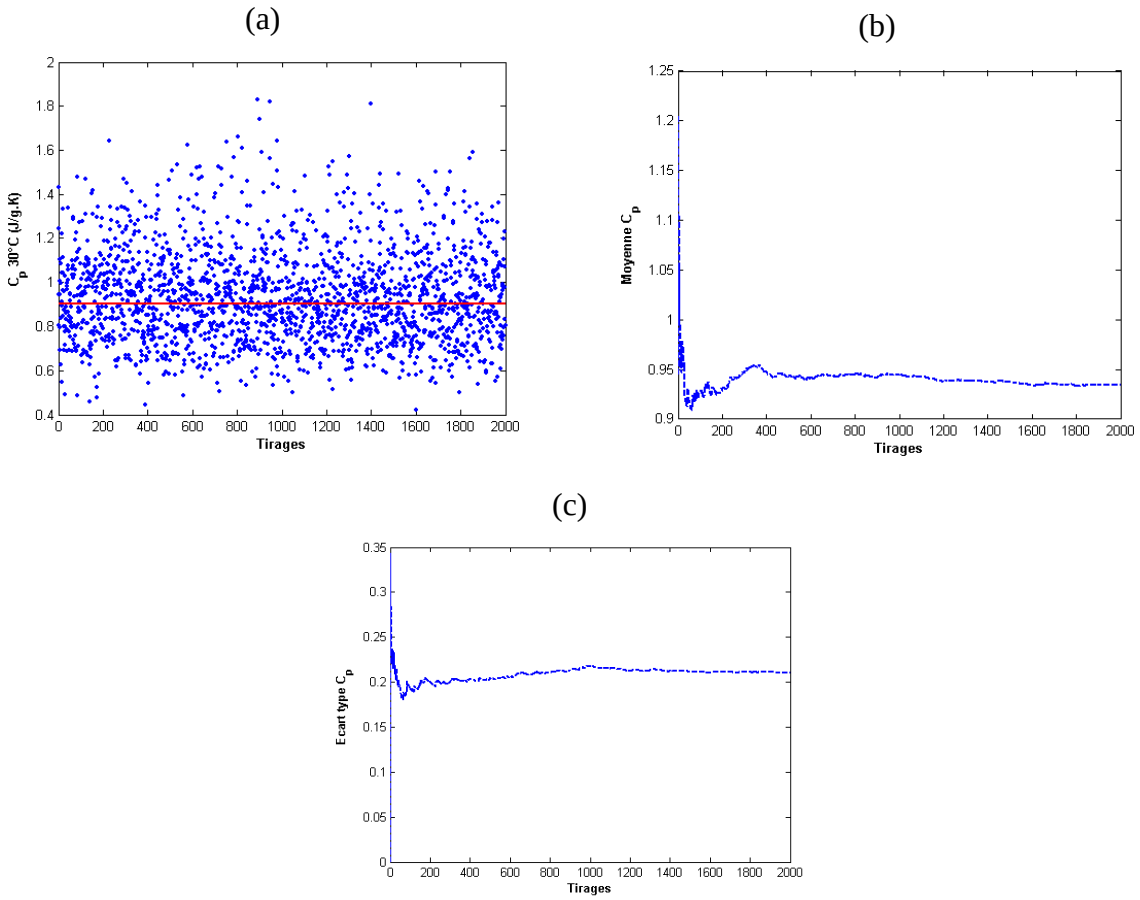



**Figure. 2 :** *Différentes réalisations aléatoire selon la pdf ((a)) et simulation Monte Carlo ( (b) et (c)) de la chaleur spécifique des bétons mix$_1$ et mix$_5$ après vieillissement à T = 10 °C et T = 30 °C.*

# Table des illustrations

**Figure 1. 1 :** *Bilan énergétique de secteur de bâtiment, Bepos : bâtiment à énergie positive, BBC : bâtiment basse consommation (groupe d'étude des marchés, 2013 [10]).* ..... 8

**Figure 1. 2 :** *Les différents systèmes de stockage de l'énergie (Ponsot Jacquin. C, 2013 [15]).* ..... 11

**Figure 1. 3 :** *Les différentes techniques de stockage de l'énergie thermique (Akrouche, A. 2011, [18]).* ..... 12

**Figure 1. 4 :** *Différents types de stockage souterrain par chaleur sensible (Hongois. S, 2011 [14]).* . 13

**Figure 1. 5 :** *Différents projets utilisant le stockage par chaleur sensible [14, 15].* ..... 14

**Figure 1. 6 :** *Relation Température/Enthalpie (Laghzaoui. A, 2010 [16]).* ..... 15

**Figure 1. 7 :** *Différents types des MCP (Akrouche. A, 2011 [18]).* ..... 18

**Figure 1. 8 :** *Exemple des MCP macro-encapsulés : conditionnement en nodule, en balle inoxydable, en sac plastique et en briquettes plastiques [18, 31].* ..... 20

**Figure 1. 9 :** *Exemple des MCP micro-encapsulés : à l'état poudre et à l'état liquide (BASF [41]).* 21

**Figure 1. 10 :** *Structure de microparticules : (a) Microsphère (b) microcapsule (Legrand. P, 2007 [30]).* ..... 21

**Figure 1. 11 :** *Les différentes morphologies des Microcapsules (Gharssallaoui. A, 2007 [31]).* ..... 22

**Figure 1. 12 :** *Procédé de micro encapsulation de BASF (energie forum denmark [44]).* ..... 25

**Figure 1. 13 :** *Séchage par pulvérisation de BASF (energie forum denmark [44]).* ..... 25

**Figure 1. 14 :** *Les MCP(BASF) issus du procédé de micro-encapsulation (a) à l'état liquide, (b) à l'état poudre (energie forum denmark [44]).* ..... 26

**Figure 1. 15 :** *Dispositif expérimental utilisé pour les essais de cycles thermiques (Hawalder, 2003 [47]).* ..... 27

**Figure 1. 16 :** *Propriétés thermophysiques des MCP après applications des cycles thermiques déterminées expérimentalement en utilisant le microscope électronique à balayage (a) et la DSC (b) (Hawalder, 2002 [48]).* ..... 28

**Figure 1. 17 :** *Equivalence thermique de quelques parois d'épaisseurs différentes en fonction de leurs matériaux constitutifs (BASF [41]).* ..... 29

**Figure 1. 18 :** *Plaque Energain commercialisé par Dupont de Nemours (DupontTM Energain [55]).* ..... 31

**Figure 1. 19 :** *Produits BASF, (a) smartboard (b) béton cellulaire (c) Micronal liquide et solide (BASF [41]).* ..... 32

**Figure 1. 20 :** *Maison 3 litres de Basf (BASF [41]).* ..... 34

**Figure 1. 21 :** *Quelques réalisations de bâtiments par BASF en utilisant des MCP (BASF [41]).*..... 35

**Figure 1. 22 :** *Lycée de Diekirch à Luxembourg (BASF [41]).* ..... 36

**Figure 1. 23 :** *Palais de Tokyo à Paris (Nomiya [77])*. ..... 36

**Figure 1. 24 :** *(a) Energie stockée/déstockée en fonction de l'épaisseur des MCP (b) Energie stockée par une plaque avec MCP et par une plaque sans MCP (Kuznik et al, [61]).*..... 38

**Figure 1. 25 :** *Bâtiment HELIOS (Kuznik et al, [62]).* ..... 39

**Figure 1. 26 :** *(a) Résultat numérique (b) Résultat expérimental (Kuznik et al, [62]).* ..... 39

**Figure 1. 27 :** *Cellules tests (Castellon et al, [63]).* ..... 40

**Figure 1. 28 :** *Comparaison entre la température extérieure et la température du mur West de la cellule-MCP (castellon et al, [63]).* ..... 41

**Figure 1. 29 :** *Réduction de la température par un mur double cloison un mur double cloison modifié avec des MCP et un mur simple modifié avec des MCP (Helmut et al, [64]).*..... 42

**Figure 1. 30 :** *Cellules tests en brique ordinaire. (a) : cellule témoin. (b) : cellule test (PU) en utilisant un isolant. (c) : cellule test (PU-RT27) modifié avec des MCP (Castell et al, [49]).* ..... 42

**Figure 1. 31 :** *Cellules-tests (Enrope et al, [50,51]).* ..... 44

**Figure 1. 32 :** *Effet de la masse et de la cinétique de chauffe sur les résultats DSC [27, 28].* ..... 46

**Figure 2. 1 :** *Procédure d'endommagement des MCP* ..... 55

**Figure 2. 2 :** *Principe de mesure (Anglaret, [106])*..... 56

**Figure 2. 3 :** *Echantillonneur voie sèche-AERO (Malvern instrument, [107]).* ..... 57

**Figure 2. 4 :** *Schéma de principe de la microscopie à balayage [26]*..... 58

**Figure 2. 5 :** *Dispositif expérimental utilisé pour filtrer les MCP*..... 60

**Figure 2. 6 :** *Dispositif expérimental l'ATG (METTLER, TGA/SDTA 851®).* ..... 61

**Figure 2. 7 :** *Schéma descriptif de la DSC [26].* ..... 62

**Figure 2. 8 :** *Programme d'essai DSC (1 : segment endothermique, 2 : segment exothermique) [67].* ..... 64

**Figure 2. 9 :** *Signal DSC en mode endothermique (courbe continue) et en mode exothermique (courbe discontinue).* ..... 64

**Figure 2. 10 :** *Principe de mesure de la chaleur spécifique [26].* ..... 65

**Figure 2. 11 :** *Principe de mesure de la diffusivité thermique (NETZSCH, [85]).*..... 66

**Figure 2. 12 :** *Exemple de signal enregistré par LFA (NETZSCH, [85]).* ..... 67

**Figure 2. 13 :** *Image MEB des MCP-NAT avec différents grandissements.*..... 69

**Figure 2. 14 :** *Observation microscopique des MCP-DAM à différents grandissements.*..... 70

**Figure 2. 15 :** *Courbe granulométrique des MCP-NAT (courbe rouge) et des MCP-DAM (courbe bleue).*..... 71

**Figure 2. 16 :** *Masse volumique absolue des MCP en fonction de la masse de l'échantillon.* ..... 71

**Figure 2. 17 :** *Coefficient d'absorption d'eau en fonction de la masse des MCP-NAT (cercle rouge) et des MCP-DAM (triangle bleu).*..... 72

**Figure 2. 18 :** *Thermographe des MCP.*..... 74

**Figure 2. 19 :** *DSC : flux dégagé par les MCP.*..... 75

**Figure 2. 20 :** *Evolution de la température de pic des MCP-NAT et des MCP-DAM en fonction de la cinétique de chauffe, m = 12mg.* ..... 76

**Figure 2. 21 :** *Evolution des flux de chaleur des MCP-NAT en fonction de la cinétique de chauffe, à T = 10 °C (cercle noir) et à T = 50 °C (triangle rouge), m =12mg.*..... 78

**Figure 2. 22 :** *Evolution de la chaleur spécifique des MCP en fonction de la température mesurée par la DSC, ($\beta$ = 0,5 K/min, m =12 mg).*..... 79

**Figure 2. 23 :** *Evolution de la chaleur spécifique en mode endothermique des MCP-Nat en fonction de la température mesurée par la DSC, m =12 mg.*..... 80

**Figure 2. 24 :** *Evolution de la chaleur spécifique en mode endothermique des MCP-Nat en fonction de la température mesurée par la DSC, $\beta$ = 0.5 K/min.* ..... 82

**Figure 2. 25 :** *Diffusivité thermique des MCP-NAT.* ..... 83

**Figure 2. 26 :** *Conductivité thermique des MCP-NAT.* ..... 84

**Figure 2. 27 :** *Evolution de la chaleur spécifique des MCP-DAM (courbe bleue) en fonction de la température en comparaison avec la chaleur spécifique des MCP-NAT (courbe rouge).*..... 85

**Figure 3. 1 :** *Boites à mortiers de Langavant.*..... 92

**Figure 3. 2 :** *Mesure de la conductivité thermique des bétons-MCP par la technique de fil chaud [68].* ..... 96

**Figure 3. 3 :** *Détermination de la conductivité thermique par la technique de fil chaud [94].* ..... 97

**Figure 3. 4 :** *Détermination de l'effusivité thermique par la technique plan chaud [94].* ..... 98

**Figure 3.5 :** *Température dégagée par les mortiers-MCP lors de l'hydratation de ciment au cours du temps mesuré par l'essai Langavant [66].* ..... 100

**Figure 3.6 :** *Méthode de calcul de la chaleur spécifique des MCP (ligne discontinue : limites d'intégration) [66].* ..... 101

**Figure 3.7 :** *Chaleurs d'hydratation des différents mortiers étudiés [66].* ..... 102

**Figure 3.8 :** *Chaleurs d'hydratation des mélanges ref, mix3-NAT et mix3-DAM [66].*..... 103

**Figure 3. 9 :** *Microstructures des bétons étudiés : ref et bétons-NAT à 28 jours.*..... 105

**Figure 3.10 :** *Résultats d'affaissement des bétons-NAT et DAM pour les différents mélanges.* ..... 106

**Figure 3. 11 :** *Résistance à la compression des bétons-NAT mesurée expérimentalement à différentes échéances.* ..... 107

**Figure 3.12 :** *Résistance à la compression des bétons-DAM mesurées expérimentalement à différentes échéances.* ..... 108

**Figure 3.13 :** *La moyenne de différence de volume d'air occlus $V_a$-$V_{ref}$_moy en fonction du volume des MCP : bétons-NAT (cercle) béton-DAM (triangle).*..... 110

**Figure 3.14 :** *Résistance à la compression des bétons étudiés déterminées en utilisant la loi de Féret en fonction des résistances à la compression mesurées expérimentalement à différentes échéances.* 111

**Figure 3. 15 :** *Conductivité thermique des bétons-NAT mesurées (a) avant vieillissement (b) après vieillissement.* ..... 113

**Figure 3. 16 :** *Chaleur spécifique des bétons-NAT mesurées (a) avant vieillissement (b) après vieillissement.* ..... 114

**Figure 3.17 :** *Propriétés thermiques des bétons-DAM mesurée avant vieillissement : (a) conductivité thermique, (b) chaleur spécifique.*..... 115

**Figure 4. 1 :** *Modèles série (Droite) et parallèle (Gauche).*..... 122

**Figure 4. 2 :** *Evolution de la conductivité thermique et calculée par les modèles de Voigt et Reuss, Mori et Tanaka et le schéma dilué en fonction de la teneur en MCP du béton-NAT et DAM (Haut : T= 10 °C, Bas : T = 30 °C).*..... 126

**Figure 4. 3 :** *Illustration de la méthode inverse des tirages aléatoires selon la loi de proba $F_X$.* ..... 134

**Figure 4. 4 :** *pdf (haut à gauche), fonctions de répartition (haut à droite) et différentes réalisations aléatoires selon la pdf (bas) de : (a) la masse volumique, (b) l'effusivité thermique, (c) la conductivité thermique du béton de référence avant vieillissement à T =10 °C.* ..... 136

**Figure 4. 5 :** *Différentes réalisations aléatoire selon la pdf ((a)) et simulation Monte Carlo ( (b) et (c)) de la chaleur spécifique des bétons de référence et des bétons mix 3 avant vieilissement à T = 10 °C et T = 30 °C.*..... 139

**Figure 4. 6 :** *Distribution de la probabilité de la chaleur spécifique (Cas du béton ref avant vieillissement, T = 10 °C).*..... 140

**Figure 4. 7 :** *Différentes réalisations aléatoire selon la pdf ((a)) et simulation Monte Carlo ( (b) et (c)) de la chaleur spécifique de bétons de référence et des bétons mix 3 après vieillissement à T = 10 °C et T = 30 °C.*..... 143

**Figure 4. 8 :** *Chaleur spécifique des différents bétons-NAT étudiés calculée théoriquement en comparaison avec le modèle micro-macro et les régions de confiance : (a)avant vieillissement, (b) après vieillissement.* ..... 144

**Figure 5. 1 :** *Modèle géométrique avec conditions aux limites.* ..... 156

**Figure 5. 2 :** *Maillage de la paroi.* ..... 157

**Figure 5. 3 :** *Transfert de chaleur par conduction à travers un mur simple [118].* ..... 158

**Figure 5. 4 :** *Comparaison du modèle numérique et la solution analytique (a : Différents maillages 100, 625, 2500, 10000, 22500 et 250000 éléments, $\Delta t$ = 1 s, b : Différents pas de temps : 10s, 5s, 1s et 0.1 s, $\Delta x$ = e/10 ).* ..... 160

**Figure 5. 5 :** *Evolution de la température dans la paroi mix 3 (T_ext=300 K).*..... 163

**Figure 5. 6 :** *Evolution de la température dans la paroi en fonction de la position x (ref : courbe noire, mix 3 : courbe bleue).* ..... 163

**Figure 5. 7 :** *Evolution de la température dans la paroi en A, B et C en fonction du temps t, ref (courbe continue), mix 3 (courbe discontinue).*..... 164

**Figure 5. 8 :** *Evolution de la température dans la paroi mix 3 (T_ext=f(t)).* ..... 165

**Figure 5. 9 :** *Evolution de la température dans la paroi en fonction de la position x, ref (courbe noire), mix 3 (courbe bleue).* ..... 165

**Figure 5. 10 :** *Evolution de la température dans la paroi en A, B et C en fonction du temps t, ref (courbe continue), mix 3 (courbe discontinue).*..... 166

**Figure 5. 11 :** *Evolution de la température dans la paroi (a) ref (b) mix 3 (*$\boldsymbol{Text = f(t)}$*).* ..... 167

**Figure 5. 12 :** *Evolution de la température dans la paroi en A, B et C, ref (courbe continue), mix 3 (courbe discontinue) en fonction du temps t.*..... 167

**Figure 5. 13 :** *Evolution de la température dans la paroi Mix3 (*$\boldsymbol{Text = 27°C}$*).*..... 168

**Figure 5. 14 :** *Evolution de la température dans la paroi ref : courbe noire et Mix3 : courbe bleue) en fonction de la position x.* ..... 169

**Figure 5. 15 :** *Evolution de la température dans la paroi en A, B et C, ref (courbe continue), Mix 3 (courbe discontinue) en fonction du temps t.*..... 169

**Figure 5. 16 :** *Evolution de la température dans la paroi mix3 (*$\boldsymbol{Text = f(t)}$*).*..... 170

**Figure 5. 17 :** *Evolution de la température dans la paroi, ref (courbe noire), mix 3 (courbe bleue) en fonction de la position x.* ..... 171

**Figure 5. 18 :** *Evolution de la température dans la paroi en A, B et C, ref (courbe continue), mix 3 (courbe discontinue) en fonction du temps t.*..... 171

**Figure 5. 19 :** *Evolution de la température dans la paroi (a) Paroi MCP en x=0 (b) Paroi MCP en x =e/2 (c) Paroi MCP en x = e.* ..... 174

**Figure 5. 20 :** *Evolution de la température dans la paroi en fonction de la position de la couche MCP en x = 0 (courbe rouge); en x = e/2 (courbe continue bleue); en x = e (courbe verte) en comparaison avec la paroi de référence (courbe noire) et la paroi mix 3 (courbe en pointillé).*..... 175

**Figure 5. 21 :** *Evolution de la température dans la paroi en fonction du temps de la paroi bicouche : couche MCP en x = 0 (courbe rouge) couche MCP en x = e/2 (courbe bleue) et couche MCP en x = e (courbe verte) en comparaison avec la paroi de référence (courbe noire) et la paroi mix 3 (courbe en pointillé) au point : (a) A, (b) B et (c) C.*..... 177

**Figure 5. 22 :** *Position des couches en MCP dans la paroi.* ..... 178

**Figure 5. 23 :** *Evolution de la température dans la paroi : (a) la paroi (b) en haut de la paroi (c) au centre de la paroi (d) en bas de la paroi.*..... 179

**Figure 5. 24 :** *Evolution de la température dans la paroi en fonction de la position de la paroi bicouche : couche MCP en y = y1 et y = y2 (courbe continue bleue) en comparaison avec la paroi de référence (courbe noire) et la paroi mix 3 (courbe en pointillé).*..... 179

# Table des tableaux

**Tableau 1.1.** *Propriétés thermo-physiques de quelques matériaux utilisés pour le stockage de l'énergie par chaleur sensible (Laghzaoui. A, 2010 [16])* ..... 13

**Tableau 1.2.** *Propriétés thermophysiques de quelques cires paraffiniques (Akrouche. A, 2007* ..... 24

**Tableau 1.3.** *MCP commercialisés* ..... 32

**Tableau 2. 1.** *Caractéristiques thermophysiques des MCP fournies par le constructeur.* ..... 54

**Tableau 2. 2.** *Chaleur spécifique et enthalpie de transformation des MCP-NAT (m= 12mg)* ..... 80

**Tableau 2. 3.** *Chaleur spécifique enregistrée à 10 °C et à 50 °C et enthalpie de transformation des MCP-NAT (m= 12mg) en comparaison avec la méthode approchée.* ..... 81

**Tableau 2. 4.** *Chaleur spécifique et enthalpie de transformation des MCP-NAT (β= 0.5 K/min)* ..... 82

**Tableau 2. 5.** *Chaleur spécifique des MCP-NAT en comparaison avec les MC- DAM (V= 0.5 K/min et m= 12mg)* ..... 85

**Tableau3.1.** *Formulation du béton de référence selon la méthode de Dreux-Gorisse* ..... 90

**Tableau.3. 2.** *Formulation du béton de référence après correction* ..... 90

**Tableau.3. 3.** *Formulation du mortier de référence* ..... 91

**Tableau.3. 4.** *Chaleurs spécifiques équivalentes* ..... 101

**Tableau.4. 1.** *Rappel des données expérimentales de la conductivité thermique* ..... 125

**Tableau.4. 2.** *Rappel de l'information utilisable pour l'approche stochastique (Cas des bétons-MCP avant vieillissement)* ..... 133

**Tableau.4. 3.** *Rappel de l'information utilisable pour l'approche stochastique (cas des bétons-MCP après vieillissement)* ..... 133

**Tableau.4. 4.** *Les régions de confiance déterminée des bétons non vieillis étudiés* ..... 140

**Tableau.4. 5.** *Les régions de confiance déterminée des bétons vieillis étudiés* ..... 143

**Tableau 5. 1.** *Les différents cas de simulation* ..... 161

**Tableau 5. 2.** *Coordonnées des points de mesures* ..... 162

**Tableau 5. 3.** *Différents cas étudiés pour déterminer l'influence de la position des MCP sur le transfert thermique.* ..... 173

## Résumé

A l'heure actuelle, les nouvelles contraintes de la réglementation thermique en vigueur ne cessent de s'adapter au contexte économique global pour lequel la recherche d'une efficacité énergétique dans le bâtiment est devenue incontournable. Pour répondre à ces défis, des Matériaux intelligents à Changement de Phase (MCP) ont fait leur apparition sur le marché de la construction. Grâce à leur capacité de stockage de l'énergie, les MCP sont de plus en plus associés aux matériaux de construction classiques (béton, plâtre, etc.) afin d'améliorer leur inertie thermique et apporter un meilleur confort aux usagers. Pour ce faire, les propriétés thermophysiques intrinsèques aux MCP doivent être suffisamment maitrisées afin de pouvoir contrôler les propriétés du produit composite final. Dans ce contexte, cette thèse est une contribution ayant pour objectif de développer des méthodologies spécifiques pour une meilleure caractérisation des MCP et des béton-MCP. Une panoplie d'approches expérimentales a été présentée pour l'identification des propriétés thermophysiques des MCP et pour identifier l'effet d'incorporation et de l'endommagement de ces matériaux sur les propriétés thermiques et mécaniques de béton. Plusieurs modèles d'homogénéisation ont été utilisés afin de prédire le comportement thermique des bétons-MCP en utilisant les propriétés thermiques moyennées obtenues expérimentalement. Une étude probabiliste paramétrique a été menée afin de prendre en compte les incertitudes liées à la dispersion aléatoire des mesures expérimentales de propriétés thermiques du béton-MCP. Les résultats issus des essais expérimentaux ont été intégrés dans le cadre d'une étude numérique par la Méthode des Volumes finis (MVF) afin d'étudier le mécanisme de transfert de chaleur à travers une paroi en béton-MCP.


**Mots clés :** MCP, béton-MCP, caractérisation, homogénéisation, incertitudes, probabiliste, transfert de chaleur.

**Development of new concrete "energy accumulator", Experimental, probabilistic investigation and numerical study of its thermal behaviour**


## Abstract

The thermal policies have been kept to fit the new economic in a global context particularly in terms of buildings energy efficiency. To meet these challenges, different technologies have been used such as the Phase Change Materials (PCMs) which have the ability to store and release energy. PCMs are generally used with conventional building materials in order to improve their thermal inertia and provide better comfort to users. To enhance the properties of the final composite, the PCMs thermo-physical properties must be sufficiently controlled. In this context, this thesis is a contribution aimed to develop specific methodologies for better characterization of PCM and PCM-concrete. Different experimental approaches will be presented for the identification of PCMs thermophysical properties and to identify the effect of the incorporation and the damage of these materials on the thermal and mechanical properties of concrete. A multiscale modelling considering the average of experimental thermal properties was applied to predict the thermal behaviour of PCMs-concrete. A probabilistic study of experimental uncertainties will be also conducted to assess the level of confidence of the impact of PCM on the thermodynamic properties of PCM-concrete. A numerical study was conducted using experimental data to study the heat transfer through a PCM-concrete wall.


**Keywords:** PCM, PCM-concrete, characterization, multiscale modelling, uncertainties, probabilistic, heat transfer