



HAL
open science

Étude du comportement mécanique du plâtre pris en relation avec sa microstructure

Sylvain Meille

► **To cite this version:**

Sylvain Meille. Étude du comportement mécanique du plâtre pris en relation avec sa microstructure. Matériaux. INSA de Lyon, 2001. Français. NNT: . tel-00477188

HAL Id: tel-00477188

<https://theses.hal.science/tel-00477188>

Submitted on 28 Apr 2010

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

présentée devant

L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES DE LYON

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR

FORMATION DOCTORALE : Microstructure et comportement mécanique et macroscopique des matériaux, « Génie des Matériaux »
ECOLE DOCTORALE : Ecole doctorale de Matériaux de Lyon

par

Sylvain MEILLE
(Ingénieur INSA)

**ETUDE DU COMPORTEMENT MECANIQUE DU PLATRE PRIS
EN RELATION AVEC SA MICROSTRUCTURE**

Soutenue le 4 mai 2001, devant la commission d'examen :

Jury :	G. FANTOZZI	INSA Lyon	Président
	M.SAADAoui	EMI Rabat Maroc	Rapporteur
	G. THOMAS	Ecole des Mines S ^t Etienne	Rapporteur
	T. BRETHeAU	Ecole Polytechnique Palaiseau	
	J.-P. CASPAR	Lafarge Plâtres Avignon	
	M. PIOTTE	LCR Lafarge S ^t Quentin Fallavier	
	P. REYNAUD	INSA Lyon	



0.

DEPARTEMENT DES ETUDES DOCTORALES

SOUTENANCE D'UNE THESE DE DOCTORAT (la soutenance est publique)

NOM : MEILLE

Prénoms : Sylvain, Dominique

Fonction : Chercheur

Laboratoire INSA : GEMPPM

Date et heure de soutenance : le 4 mai 2001 à 10h

Lieu : salle René Char

Titre de la thèse : **Etude du comportement mécanique du plâtre pris en relation avec sa microstructure**

Formation doctorale : Microstructure et comportement mécanique et macroscopique des matériaux – Génie des matériaux

Rapporteurs : M.SAADAOUI, G.THOMAS

Jury : T.BRETHEAU, J.-P. CASPAR, G.FANTOZZI,
M.PIOTTE, P.REYNAUD, M.SAADAOUI, G.THOMAS

RESUME :

Le plâtre pris est couramment utilisé en construction, sous forme d'enduits ou d'éléments préfabriqués. Ce travail a pour objectif d'étudier les propriétés mécaniques du plâtre pris et de les relier à ses caractéristiques microstructurales.

Le plâtre pris présente une microstructure complexe, formée d'un enchevêtrement de cristaux de gypse. La description de la microstructure est effectuée par un modèle numérique de placement de barres dans un volume. Le calcul des propriétés élastiques par la méthode des éléments finis sur ce modèle est en très bon accord avec les résultats expérimentaux.

La loi de comportement du plâtre pris à l'état sec est linéaire élastique, mais l'étude de la propagation de fissures met en évidence des mécanismes de dissipation d'énergie dans le matériau. Un modèle de propagation est développé, basé sur l'interaction de la fissure avec les différents éléments de la microstructure, permettant d'interpréter le comportement expérimental.

L'influence de l'eau sur le plâtre pris est considérée dans la dernière partie. Des essais originaux de frottement intérieur permettent de caractériser l'apparition de glissements entre cristaux de gypse, à l'origine de la non-linéarité du comportement mécanique du plâtre pris humide. La sensibilité de la déformation du matériau à la vitesse de sollicitation est établie et interprétée par un modèle de comportement des contacts intercrystallins.

à Sylvie,
à mes parents,
à ma famille,

REMERCIEMENTS

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué entre novembre 1997 et février 2001 conjointement au sein du Groupe d'Etudes de Métallurgie Physique et de Physique des Matériaux (GEMPPM) de l'INSA de Lyon, et du Service Plâtres du Laboratoire Central de Recherche du groupe Lafarge. Cette étude a été réalisée dans le cadre d'une convention CIFRE entre l'ANRT, le LCR Lafarge et l'INSA de Lyon. Le remercie ces trois partenaires pour m'avoir permis de mener à bien ce projet et de travailler à la fois en milieu universitaire et industriel.

J'exprime mes profonds remerciements à M. Gilbert FANTOZZI, responsable du Groupe Céramique du GEMPPM, pour m'avoir accueilli dans son équipe. Ses suggestions lors des réunions de travail ont toujours été très enrichissantes.

J'ai réalisé cette étude sous la direction de M. Pascal REYNAUD, chargé de recherche au CNRS, avec qui j'ai eu de nombreuses discussions instructives pendant toute la durée de la thèse et qui m'a laissé une grande autonomie dans l'organisation de ce travail.

Je tiens à adresser mes plus vifs remerciements à Malika SAADAOUI. Grâce à ses grandes connaissances des propriétés mécaniques et sa rigueur scientifique, elle m'a énormément apporté sur la conduite de projets de recherche.

Jean-Pierre CASPAR m'a accueilli au sein du Service Plâtres du LCR. Il a initié un programme d'étude du comportement mécanique du plâtre pris et il est à la base de ce travail. Martin PIOTTE a repris la direction de l'équipe Plâtres et m'a également accordé une grande confiance. Je tiens à les remercier pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse.

Ce travail n'aurait pas pu voir le jour sous sa forme actuelle sans l'apport de Frédéric PERONNET, ingénieur de recherche au LCR. Il m'a fait connaître le matériau plâtre et a toujours été disponible au quotidien pour m'assurer de très bonnes conditions de travail. Il est devenu un ami.

J'ai passé, au cours de cette thèse, 6 mois aux NIST (Etats-Unis) au cours desquels j'ai été en contact avec des personnes aux compétences et à la disponibilité remarquables. Je tiens à remercier ici M. Geoffrey FROHNSDORF pour m'avoir accueilli dans son équipe au sein du Building and Fire Research Laboratory.

Edward GARBOCZI a suivi mon travail au NIST avec la plus grande rigueur et la plus grande gentillesse. J'ai appris beaucoup sur la méthode des éléments finis et plus largement sur la conduite d'études de recherche au cours de mon séjour dans le Maryland.

Gérard THOMAS et Malika SAADAOUI ont accepté la tâche de rapporteur, je tiens à les en remercier. J'ai été également très honoré de la présence dans mon jury de Thierry BRETHEAU pour son expertise mécanique.

Un grand merci aussi aux personnes qui m'ont apporté leur aide au cours de discussions ou de « coups de mains », je pense à MM. Dominique ROUBY, Jérôme CHEVALLIER et Christian OLAGNON à l'INSA, Stéphane DUCERF (la rhéologie...) et Fabrice MARANDEAU au LCR, Dale BENTZ (cours de C++ en 5 minutes...) et Ken SNYDER (Linux guy) au NIST.

Ce travail s'est déroulé dans un très bon environnement, avec de très nombreux moments de rire et de joie. Je le dois à tous ceux avec qui j'ai été en contact (et ils sont nombreux...) :

A l'INSA, la « génération » de thésards avec Fabien, Greg, Marie..., les plus anciens Hugues, Antonio, Fred (sans lui, avec qui j'aurais parlé rugby, à part avec Stéphane ?) et les plus jeunes, Aurélien et Laurent. Aux « gens du sous-sol » également, les rois de la mécanique... : Guy (le café de 10 heures), Jacques, ainsi qu'à Antonia pour sa grande gentillesse.

Au LCR, tout l'équipe Plâtres, particulièrement Muriel, Marc, Fabienne, Marie-Christine, Robert, Daniel, Alain, Olivier, mais aussi les stagiaires : Stéphane, Chrystel.

Au NIST, Clarissa, Nicos, Mike, ainsi que les autres expatriés francophones : Jacques et sa petite famille, Franck, Bruno et Jean-Michel.

INTRODUCTION	5
CHAPITRE 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	7
<i>1-1 HISTORIQUE</i>	<i>8</i>
<i>1-2 LE SYSTÈME $\text{CaSO}_4 - \text{H}_2\text{O}$</i>	<i>8</i>
1-2.1 CRISTALLOGRAPHIE DU CRISTAL DE GYPSE.....	8
1-2.2 FORMATION DU PLÂTRE PRIS.....	11
1-2.3 LIAISON INTERCRISTALLINE DANS LE PLÂTRE PRIS	18
<i>1-3 COMPORTEMENT MÉCANIQUE DU PLÂTRE PRIS SEC</i>	<i>23</i>
1-3.1 CARACTÉRISATION INITIALE	23
1-3.2 COMPORTEMENT À LA RUPTURE DU PLÂTRE PRIS.....	26
1-3.3 COMPLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES.....	32
1-3.4 CONCLUSION.....	38
<i>1-4 COMPORTEMENT MÉCANIQUE DU PLÂTRE PRIS EN PRÉSENCE D'EAU.....</i>	<i>38</i>
1-4.1 LOI DE COMPORTEMENT.....	38
1-4.2 FLUAGE.....	42
1-4.3 ANALYSE DE L'EFFET DE L'EAU	47
1-4.4 INFLUENCE D'UNE PHASE LIQUIDE SUR LES PROPRIÉTÉS DE SOLIDES	53
1-5 CONCLUSION.....	54
CHAPITRE 2 : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	56
<i>2-1 MATÉRIAUX</i>	<i>57</i>
2-1.1 ELABORATION	57
2-1.2 NUANCE DE RÉFÉRENCE.....	57
2-1.3 ETUDE PARAMÉTRIQUE	58
<i>2-2 TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES</i>	<i>62</i>
2-2.1 PRÉPARATION DES ÉPROUVETTES	62
2-2.2 MODULES ÉLASTIQUES	62
2-2.3 CONTRAINTE À LA RUPTURE ET PROPAGATION DE FISSURES	63
2-2.4 FROTTEMENT INTÉRIEUR.....	66
CHAPITRE 3 : RELATION MICROSTRUCTURE -PROPRIETES MECANIQUES DU PLATRE SEC	73
<i>3-1 COMPORTEMENT MÉCANIQUE MACROSCOPIQUE</i>	<i>74</i>
3-1.1 NUANCE DE RÉFÉRENCE.....	74
3-1.2 INFLUENCE DE LA POROSITÉ.....	74
3-1.3 INFLUENCE DE LA CRISTALLISATION À POROSITÉ FIXÉE	76
<i>3-2 MODÉLISATION DE LA MICROSTRUCTURE ET DES PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUES.</i>	<i>78</i>
3-2.1 APPROCHE ANALYTIQUE	78

3-2.2 APPROCHE NUMÉRIQUE	84
3-3 CONCLUSION.....	109
CHAPITRE 4 : PROPAGATION DE FISSURES DANS LE PLATRE SEC	111
4-1 RÉSISTANCE À LA PROPAGATION DE FISSURES.....	112
4-1.1 COURBES DE CHARGEMENT ET ÉMISSION ACOUSTIQUE	112
4-1.2 COURBE K_R , INFLUENCE DE A/W	116
4-1.3 EFFET DE LA DENSITÉ.....	118
4-1.4 EFFET DE LA CRISTALLISATION	120
4-1.5 ESSAIS DE PROPAGATION DE FISSURES EN TRACTION COMPACTE	121
4-2 MÉCANISMES DE PROPAGATION DE FISSURES.....	122
4-2.1 FISSURATION SECONDAIRE.....	122
4-2.2 PONTAGE PAR CRISTAUX DE GYPSE.....	124
4-2.3 INTERACTION ENTRE LES DEUX MÉCANISMES	126
4-3 MODÈLE DE PROPAGATION DE FISSURES DANS LE PLÂTRE	129
4-3.1 PRINCIPE	129
4-3.2 QUANTIFICATION DU PONTAGE, EFFET DE LA MICROSTRUCTURE	132
4-4 CONCLUSION.....	133
CHAPITRE 5 : PROPRIETES MECANIKES DU PLATRE PRIS EN PRESENCE D'EAU	134
5-1 FROTTEMENT INTÉRIEUR – MÉCANISMES DISSIPATIFS	135
5-1.1 MÉTHODE DU PENDULE DE TORSION	135
5-1.2 MÉTHODE DE VIBRATION EN FLEXION.....	140
5-1.3 CORRÉLATION AVEC LE COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE	149
5-2 ETUDE DU COMPORTEMENT EN FLEXION	153
5-2.1 RÉSISTANCE ET FLÈCHE À LA RUPTURE	153
5-2.2 COURBE CHARGE - FLECHE	159
5-2.3 MODÉLISATION	162
5-3 CONCLUSION.....	171
CONCLUSION	173
BIBLIOGRAPHIE	176

INTRODUCTION

Le plâtre est un matériau très répandu, utilisé en enduits ou en éléments préfabriqués pour réaliser des cloisons légères, et de faible prix de revient. Toutefois, ses trop faibles propriétés mécaniques n'en font pas un matériau de structure à proprement parler. Cette caractéristique est peut être responsable du fait que peu de recherche ne soit consacrée à ce matériau, contrairement au ciment et au béton. Le plâtre est cependant un matériau très intéressant sur le plan scientifique : c'est un liant hydraulique, mais de structure nettement plus simple que celle du ciment, et pouvant servir de matériau modèle pour améliorer la compréhension du comportement des matériaux de construction.

Le mot plâtre est utilisé pour nommer deux produits différents : la **poudre de plâtre**, ou semihydrate, résultant de la cuisson industrielle de gypse extrait en carrière, et le **plâtre pris**, élaboré par le gâchage du semihydrate avec de l'eau. Dans ce mémoire, le mot plâtre se rapporte exclusivement au plâtre pris, qui a la même structure chimique que le gypse : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Les mécanismes d'hydratation du semihydrate en gypse ne seront pas étudiés en détail ici.

L'objectif de ce travail est de relier les propriétés mécaniques du plâtre pris à sa microstructure. Celle-ci est constituée d'un enchevêtrement de cristaux de gypse, avec des porosités de grande taille (supérieure à $100 \mu\text{m}$). Une grande variation des propriétés mécaniques du plâtre pris est enregistrée pour une porosité totale équivalente. L'arrangement des cristaux et la qualité des contacts sont des paramètres souvent présentés comme responsables de cette variation, mais sans que le rôle de la microstructure sur les propriétés du matériau ne soit complètement interprété.

De même, il est connu depuis longtemps que l'eau dégrade la cohésion du plâtre. En atmosphère humide, des éléments de plâtre peuvent se voiler sous l'action de leur propre poids. Actuellement, aucun consensus sur les causes de ce comportement n'a été établi. L'objectif de cette thèse est également de comprendre le mode d'action de l'eau sur les propriétés mécaniques du plâtre pris.

Dans un premier temps, il est nécessaire de faire le point sur les connaissances actuelles sur la microstructure du plâtre pris et sur ses propriétés mécaniques. Les hypothèses déjà publiées sur l'influence de l'eau sur le comportement mécanique sont exposées et analysées. Des études complémentaires sur d'autres matériaux pouvant intéresser ce travail sont également considérées.

Dans le deuxième chapitre sont présentées les différentes nuances de plâtres mises en œuvre dans cette étude, ainsi que les techniques expérimentales utilisées pour les caractériser.

Le chapitre 3 présente les propriétés mécaniques des différents plâtres testés. La corrélation entre la microstructure et les propriétés est étudiée par une modélisation numérique du matériau et le calcul de ses propriétés élastiques par la méthode des éléments finis.

Les propriétés de rupture du plâtre sec sont déterminées au chapitre 4, par des essais de flexion sur éprouvettes entaillées et de traction compacte. Un modèle de propagation de fissure est proposé, en tenant compte des interactions avec les différents éléments de la microstructure du matériau.

Au chapitre 5, l'influence de l'eau sur le comportement mécanique du plâtre pris est appréhendée en enregistrant la dissipation d'énergie par la méthode du frottement intérieur. Un modèle micromécanique du comportement des contacts entre cristaux est présenté pour interpréter les résultats expérimentaux.

CHAPITRE 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1-1 Historique

1-2 Le système $\text{CaSO}_4 - \text{H}_2\text{O}$

1-2.1 Cristallographie du cristal de gypse

1-2.2 Formation du plâtre pris

1-2.3 Liaison intercrystalline dans le plâtre pris

1-3 Comportement mécanique du plâtre pris sec

1-3.1 Caractérisation initiale

1-3.2 Comportement à la rupture du plâtre pris

1-3.3 Compléments bibliographiques

1-3.4 Conclusion

1-4 Comportement mécanique du plâtre pris en présence d'eau

1-4.1 Loi de comportement

1-4.2 Fluage

1-4.3 Analyse de l'effet de l'eau

1-4.4 Influence d'une phase liquide sur les propriétés de solides

1-5 Conclusion

Le plâtre est un matériau extrêmement commun, mais malgré une utilisation très répandue, il souffre d'un manque de connaissance : de faibles propriétés mécaniques associées à une trop grande sensibilité à l'eau interdisant l'utilisation en structure porteuse, ainsi qu'un faible prix de revient, ont limité les études sur son comportement.

Cependant, la simplicité de sa structure chimique fait que le plâtre peut être utilisé pour comprendre le comportement plus général des liants hydrauliques. La plupart des travaux sur le plâtre concernent la prise du matériau, gouvernant sa mise en œuvre. Le comportement mécanique final est peu considéré, même s'il est bien connu que la présence d'eau dégrade fortement les propriétés du plâtre pris.

Dans cette étude bibliographique, la description de la microstructure du plâtre pris, constituée d'un enchevêtrement de cristaux de gypse, est tout d'abord présentée en mettant l'accent sur les liaisons entre cristaux. L'étude développe ensuite les connaissances actuelles sur le comportement mécanique à l'état sec et à l'état humide. Des travaux portant sur d'autres matériaux, mais instructifs pour l'étude du plâtre, sont également présentés.

1-1 Historique

Le plâtre est un des plus vieux matériaux de construction utilisé par l'homme, avec la chaux et la terre cuite. Les premiers signes d'emploi de plâtre remontent à environ 9000 ans, sous forme de support pour fresques murales (fouilles en Anatolie). La faible température nécessaire à la production de poudre de plâtre et l'abondance de gypse naturel dans la nature expliquent cette ancienneté d'utilisation. L'un des premiers exemples d'utilisation du plâtre en construction est l'assemblage de blocs de pierre constituant la grande pyramide de Kéops.

Plus récemment, la généralisation de l'emploi du plâtre est liée à un édit de Louis XIV promulgué en 1667, imposant l'utilisation d'un enduit de plâtre dans les maisons à ossature de bois. Cet édit faisait suite à l'incendie de Londres l'année précédente, le plâtre étant déjà connu pour sa résistance au feu.

Actuellement, le plâtre est utilisé soit directement en enduits, ou bien en éléments préfabriqués, carreaux ou plaques (couche de plâtre entre deux cartons). C'est un matériau particulièrement adapté à une utilisation en intérieur, grâce à ses propriétés d'isolation thermique et acoustique et sa résistance au feu. La conductivité thermique d'un enduit de plâtre est de l'ordre de $0,26 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{°C}^{-1}$, contre 1,15 pour un enduit de ciment ou 50 pour de l'acier.

Ces propriétés s'expliquent par la très grande porosité du matériau (l'air est un excellent isolant) et par la présence d'eau de structure (environ 20%). Le plâtre dégage de l'eau en présence de chaleur, stabilisant ainsi la température murale à des valeurs inférieures à 200°C . Une couche de plâtre de 1 m^2 et de 10 mm d'épaisseur représente une réserve d'eau de 1,4 litres, qui vont se dégager et limiter la progression du feu, sans aucun dégagement de gaz toxiques ou de fumées.

1-2 Le système $\text{CaSO}_4 - \text{H}_2\text{O}$

1-2.1 Cristallographie du cristal de gypse

Le plâtre pris est constitué de cristaux de gypse totalement cristallisés. Le gypse se trouve dans la nature sous forme d'une roche sédimentaire compacte, avec une porosité totale de l'ordre de 10 à 15%. La formule chimique du plâtre pris est la même que celle du minerai de base, aux impuretés près : $\text{CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$. La microstructure est par contre très différente, au niveau de la morphologie des cristaux et du taux de porosité, variant de 30 à 60%.

Le cristal de gypse est de symétrie monoclinique, dont la maille a été décrite précisément [DeJong 38] [Cole 74]. Le groupe d'espace le plus couramment utilisé est $I2/a$, avec les paramètres de maille suivants :

$$\begin{aligned}
 a &= 0,57 \text{ nm} \\
 b &= 1,52 \text{ nm} \\
 c &= 0,65 \text{ nm} \\
 \beta &= 118^\circ 36'
 \end{aligned}$$

Le cristal est composé d'un empilement de couches d'ions calcium Ca^{2+} et sulfate SO_4^{2-} (de forme tétraédrique avec un atome de soufre au centre et des atomes d'oxygène aux sommets) séparées par des doubles couches d'eau. Cet empilement est perpendiculaire à l'axe \vec{b} . La projection de la structure dans la direction (001) rend bien compte de cette succession de couches (figure 1.1).

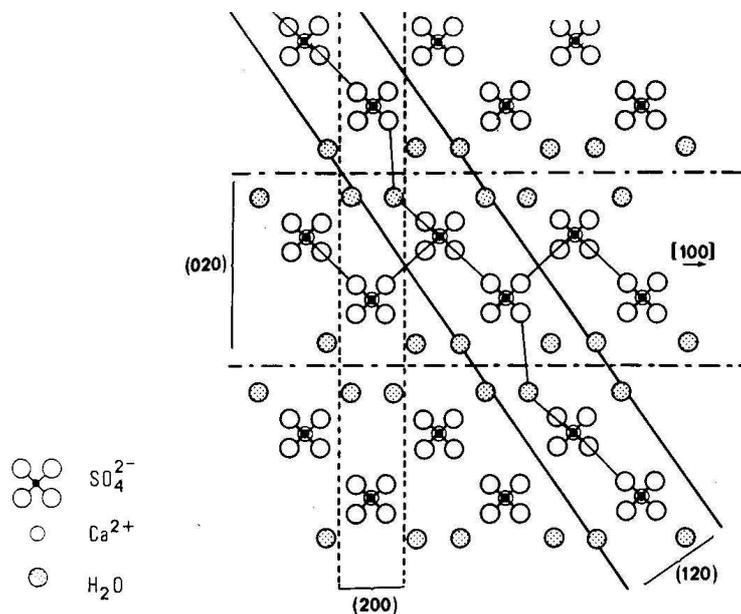


Figure 1.1 : Projection de la structure cristalline du gypse selon la direction (001) [Amat 86].

Les liaisons chimiques dans la structure sont les suivantes :

- liaisons ioniques dans les feuillets $\text{Ca}^{2+} / \text{SO}_4^{2-}$, dues aux différences de charges électriques, ce sont des liaisons fortes,
- liaisons hydrogènes entre les molécules d'eau et les atomes d'oxygène des ions sulfate, l'atome d'oxygène de la molécule d'eau étant relié à un ion calcium. Les liaisons développées sont moins fortes qu'entre les ions calcium et sulfate.

La morphologie et le faciès des cristaux dépendent de paramètres intrinsèques (liaisons entre atomes) et de paramètres externes relatifs au milieu de croissance (pH, sursaturation). Les faces les plus rencontrées dans le faciès sont celles dont la croissance est la plus lente. La théorie des PBC (Periodic Bond Chain) permet de déterminer les formes de croissance les plus probables à partir de la connaissance de la structure du cristal. Le principe de cette théorie est de repérer les chaînes ininterrompues de liaisons fortes dans une direction

crystallographique donnée. Cette étude a été menée dans le cas du gypse par Simon et Bienfait [Simo 65]. Ils ont ainsi montré que les faces (010), (120), (011) et (-111) possèdent deux chaînes de liaisons fortes. Elles vont croître le plus lentement et auront une extension maximale dans le faciès final. La morphologie la plus courante des cristaux de gypse est une aiguille élancée, dont la plus grande dimension est orientée selon l'axe \vec{c} (figure 1.2).

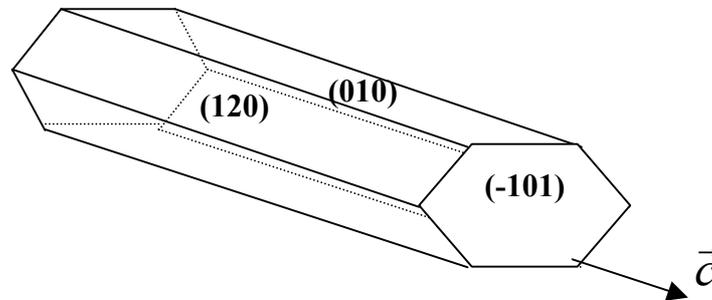


Figure 1.2 : Morphologie classique d'un cristal de gypse, avec les faces apparentes.

Les faces de type (010) possèdent en surface des molécules d'eau, celles de type (120) majoritairement des ions sulfates et celles de type (-101) des ions calcium, sulfates et des molécules d'eau. A partir des liaisons s'exerçant entre les différents ions et de la structure cristallographique des faces, Heijnen et Hartman [Heij 91] ont calculé les énergies de cohésion des faces du cristal de gypse (tableau 1.1). Ces énergies de cohésion représentent le travail à fournir pour séparer à l'infini deux plans du cristal.

Face	Energies cohésion (kJ.mol^{-1})
(010)	76
(120)	292
(-111)	472

Tableau 1.1 : Energies de cohésion des faces du cristal de gypse [Heij 91].

Le plan (010) est un plan de clivage facile, les liaisons hydrogène développées par les molécules d'eau en surface étant moins fortes que les liaisons ioniques. Oglesby a déterminé une énergie de clivage selon la face (010) du cristal de gypse de $0,36 \text{ J.m}^{-2}$ [Ogle 76]. Des mesures de contraintes de clivage en cisaillement sur un monocristal de gypse [Will 88] confirment la moins forte cohésion selon le plan (010) : des valeurs de 0,2 à 0,5 MPa pour le plan (010) sont enregistrées selon la direction d'application de la charge. Dans les autres plans étudiés (100) et (011), les contraintes sont supérieures de plus d'un ordre de grandeur (de 10 à 14 MPa).

1-2.2 Formation du plâtre pris

Le plâtre pris est obtenu en hydratant de la poudre de semihydrate ou hemihydrate (souvent appelée poudre de plâtre), elle même produite à partir de gypse extrait en carrière ou d'origine artificielle. Par exemple, les centrales thermiques sont une source importante de désulfogypse, obtenu à partir de l'épuration de gaz sulfurés. Le phosphogypse, issu de l'industrie des phosphates, est également couramment utilisé. Le cycle des sulfates de calcium dans l'eau est présenté dans la figure 1.3.

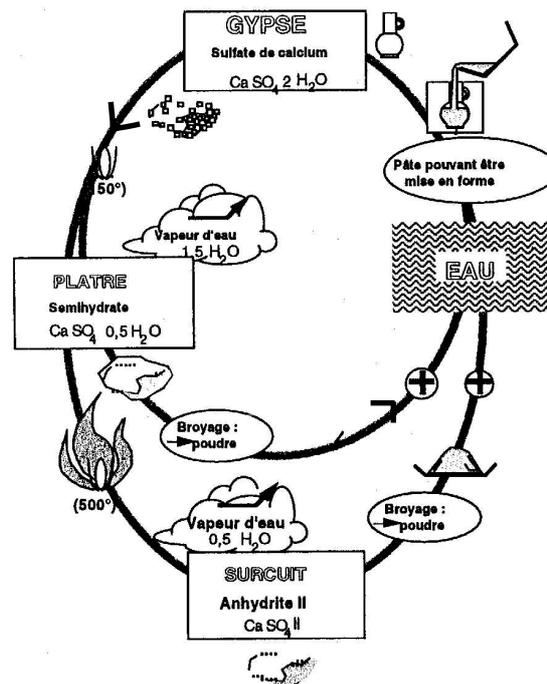


Figure 1.3 : Cycle des systèmes sulfates de calcium – eau.

Le gypse naturel ou artificiel est chauffé pour donner du semihydrate ou poudre de plâtre. Celle-ci est ensuite gâchée avec de l'eau pour former du plâtre pris de même formule chimique que le gypse de départ. Le rapport minimal entre la masse d'eau et la masse de poudre de plâtre (rapport E/P) nécessaire à l'hydratation est de 18,6% en masse ($E/P = 0,186$). Les plâtres sont habituellement gâchés à des rapports E/P plus élevés (typiquement égal à 0,8) pour obtenir une pâte fluide et facile à utiliser. Toutefois, plus la quantité d'eau utilisée pour le gâchage est importante, plus le matériau final est poreux, entraînant une diminution des propriétés mécaniques.

1-2.2.1 Le semihydrate

Le semihydrate a pour formule chimique brute : $\text{CaSO}_4,1/2\text{H}_2\text{O}$. Sa structure cristalline est très proche de celle du gypse, formée d'empilements de feuillets de $\text{Ca}^{2+}/\text{SO}_4^{2-}$ et de molécules d'eau [Bezo 91][Sipp 99]. Il est produit par la cuisson de gypse dans des fours

industriels, à une température variant entre 115°C et 140°C. Selon les conditions de pression de vapeur d'eau imposées, deux types de semihydrate sont formés :

- si la pression de vapeur d'eau est inférieure à 0,1 MPa (pression ambiante, dite « voie sèche »), l'eau est éliminée sous forme de vapeur. Le solide obtenu garde la morphologie du gypse de base, avec de nombreux pores causés par le départ de l'eau. Le semihydrate est dit de type β ,
- si la cuisson est réalisée en autoclave avec une pression de vapeur d'eau supérieure à 0,1 MPa (« voie humide »), le gypse est dissous et recristallise sous forme de cristaux compacts de semihydrate α . Le coût de revient de cette méthode est nettement plus élevé que la précédente.

La différence de structure des deux semihydrates a une influence très marquée sur leur faculté à interagir avec l'eau lors du gâchage : un semihydrate de type α est bien cristallisé et demande peu d'eau (E/P proche de 0,3), tandis qu'un semihydrate β se présente sous forme de cristaux très poreux, et n'est gâchable qu'à des rapports E/P supérieurs à 0,6. Les plâtres pris issus du gâchage de ces semihydrates seront très différents : plus denses pour le semihydrate α et plus poreux pour le β . C'est pourquoi le plâtre α est plutôt utilisé pour des applications dentaires ou de moulage, et le plâtre β dans la construction.

Lorsque la température de cuisson est supérieure à 150°C, la déshydratation plus poussée du gypse provoque la formation d'anhydrite III, de formule $\text{CaSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ avec x compris entre 0,06 et 0,11. Ce composé est très facilement réhydratable en présence d'eau ou en atmosphère humide. Il est souvent présent dans les semihydrates fabriqués industriellement. A plus haute température, les anhydrites II puis I, très difficilement réhydratables, sont formées.

1-2.2.2 Hydratation du semihydrate

La force motrice de la réaction d'hydratation du semihydrate est la différence de solubilité apparente entre le semihydrate et le gypse, différence présentée dans le diagramme des solubilités des sulfates de calcium dans l'eau entre 0 et 150°C (figure 1.4).

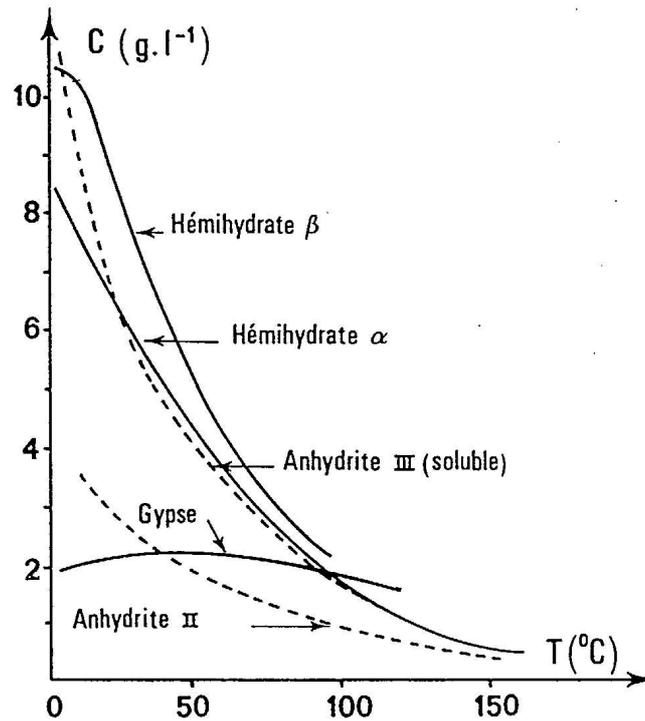


Figure 1.4 : Solubilité des sulfates de calcium.

Les valeurs de solubilité sont vraies pour le gypse (elles correspondent à l'équilibre thermodynamique), par contre pour le semihydrate, elles dépendent de la vitesse de solubilisation. En effet, la solubilité du semihydrate étant toujours supérieure à celle du gypse pour des températures inférieures à 100°C, les cristaux de semihydrate ne peuvent pas être en équilibre avec de l'eau. Le coefficient de sursaturation en gypse β est donné par l'équation :

$$\beta = \frac{a_{(Ca^{2+})} \cdot a_{(SO_4^{2-})}}{a_{(Ca^{2+})_{eq}} \cdot a_{(SO_4^{2-})_{eq}}} \quad (1.1)$$

avec : a activité des ions présents dans la solution,
 eq correspond à l'équilibre thermodynamique.

β doit être supérieur à 1 pour que la dissolution et la recristallisation soient possibles.

Plusieurs théories ont été développées pour décrire l'hydratation du semihydrate. La plus reconnue actuellement est la théorie de dissolution - recristallisation, avancée en premier par Le Chatelier [LeChat 83]. La dissolution du semihydrate de départ est complète (la solubilité du semihydrate dans l'eau à 20°C d'environ 8 g.l⁻¹), et le gypse cristallise à partir de la solution sursaturée (limite de solubilité du gypse dans l'eau à 20°C d'environ 2 g.l⁻¹). Ridge [Ridg 69] a proposé un modèle dans lequel le gypse apparaît à la surface du semihydrate initial et croît ensuite à partir de ces germes.

Selon la théorie colloïdale, des espèces intermédiaires du type $\text{CaSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ avec $x \geq 2$ entourent les grains de semihydrate sous la forme d'un gel [Hans 63]. Certaines études ont établi un compromis entre les deux théories [Trio 79], mais celle de dissolution – recristallisation est actuellement la plus reconnue.

Amathieu [Amat 86] a décrit, à l'aide de la conductimétrie, les principales étapes de l'hydratation dans le cas de solutions diluées ($E/P = 20$) :

- *dissolution rapide du semihydrate* (variable selon le degré de cristallinité du semihydrate et la température),
- *germination du gypse*, avec un délai d'apparition des premiers cristaux de 2 à 3 minutes selon la sursaturation du milieu. La germination est de type hétérogène (à la surface du semihydrate, sur des impuretés en solution et sur du gypse incuit...) et homogène (dans la solution),
- *croissance des cristaux de gypse* : la vitesse de croissance est élevée au départ (beaucoup de sites favorables), passe par un maximum, puis diminue lorsqu'il n'y a plus de semihydrate solide.

Le délai d'apparition des cristaux de gypse n'est pas observé dans les conditions habituelles de gâchage, car la cristallisation débute à partir des germes de gypse déjà présents dans la solution et de ceux qui se forment sur les sites les plus favorables des grains de semihydrate et se détachent de la surface.

Généralement, l'hydratation du semihydrate est complète, mais il est cependant possible dans des conditions de gâchage industrielles que des grains de semihydrate soient encore présents dans le plâtre pris.

Le semihydrate peut également être sensible à un vieillissement (éventement) lors de son stockage, particulièrement en milieu humide. Cela se traduit par une absorption d'eau sur les sites les plus réactifs, entraînant une diminution de la réactivité totale du semihydrate.

1-2.2.3 Paramètres modifiant l'hydratation

La température a une influence marquée sur l'hydratation suite à la variation de solubilité apparente du semihydrate entre 0 et 100°C (voir figure 1.4). Lorsque la température augmente, la sursaturation diminue, mais la mobilité des ions augmente. En mesurant la conductivité en cours de prise, Amathieu a montré que la cinétique d'hydratation est maximale à 35°C puis diminue pour de plus fortes températures. L'observation de microstructures de plâtres gâchés à 5°C, 20°C et 70°C laisse apparaître une différence très nette de la taille des cristaux : d'une moyenne de $10 \times 1 \times 1 \mu\text{m}^3$ à 5°C, les cristaux passent à $55 \times 10 \times 5 \mu\text{m}^3$ à 70°C [Dany 95]. Cette augmentation de volume est bien corrélée à la diminution de la capacité de germination à haute température.

L'ajout de gypse broyé permet d'augmenter le nombre de germes présents dans la solution, accélérant la cinétique de prise, et réduisant la taille des aiguilles de gypse. Le

broyage du semihydrate crée des défauts de surface qui augmentent la solubilité et favorisent la germination hétérogène du gypse. La cinétique de prise est également accélérée et les cristaux sont de plus petite taille.

Cependant, dans tous les cas présentés, le faciès des cristaux de gypse est le même : aiguilles assez élancées. Pour modifier la forme des cristaux, il est nécessaire d'utiliser des additifs. Ceux-ci peuvent agir de plusieurs manières sur la cristallisation : soit en modifiant la solubilité du semihydrate ou du gypse, soit en s'adsorbant sur les faces du cristal de gypse. L'effet des différents additifs dépend notamment de leur encombrement stérique et de leur affinité avec les faces cristallines, entraînant une modification de la cinétique de croissance et de la morphologie du cristal. Industriellement, des accélérateurs et des retardateurs sont utilisés pour contrôler le temps de prise. Les accélérateurs augmentent la vitesse de dissolution du semihydrate ou la vitesse de croissance du gypse sans trop influencer le faciès des cristaux. Les retardateurs peuvent former un complexe avec le semihydrate ralentissant sa dissolution, et se déposent sur les sites de croissance des cristaux. La forme finale peut varier énormément, d'une aiguille élancée à des cristaux tabulaires ou cubiques. La figure 1.5 présente différents faciès du cristal de gypse obtenus avec des retardateurs de prise.

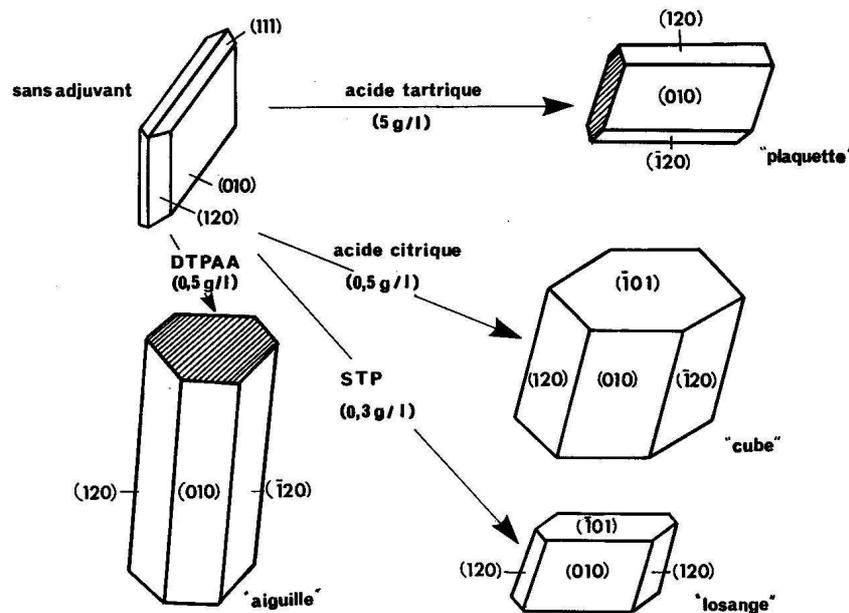


Figure 1.5 : Faciès cristallographie du gypse en présence d'adjuvants.

1-2.2.4 Formation de l'édifice cristallin, origine des propriétés mécaniques

Les aiguilles naissent et croissent dans la solution. Elles vont se rencontrer et créer une structure résistante. La formation de ce réseau est à l'origine des propriétés mécaniques que l'on cherche à caractériser. La variation volumique du plâtre lors de la prise apporte des renseignements sur la naissance du réseau solide. Une courbe habituellement obtenue est présentée dans la figure 1.6.

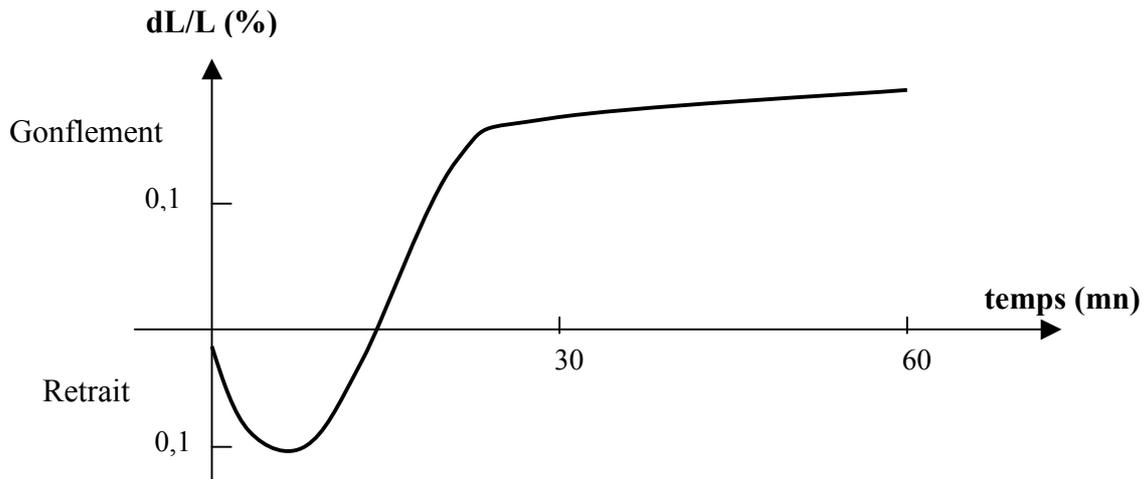


Figure 1.6 : Variation de volume du plâtre, d'après [Casp 96].

Une première phase de retrait est enregistrée car le volume de gypse est inférieur à la somme des volumes de semihydrate et d'eau nécessaires à sa formation. Les cristaux de gypse sont en contact par des forces de Van der Waals et des liaisons hydrogènes échangées avec l'eau contenue dans les pores. La phase de gonflement traduit la répulsion des cristaux qui continuent à croître. Une structure continue se forme, avec un enchevêtrement des cristaux et toujours les liaisons Van der Waals et hydrogènes. Un léger retrait est enregistré après hydratation complète, lors de l'évaporation de l'eau résiduelle dans les pores intercrystallins.

1-2.2.5 Microstructure finale du matériau

L'observation au microscope électronique à balayage (MEB) d'une microstructure de plâtre pris fait clairement apparaître la structure d'aiguilles de gypse enchevêtrées (voir figure 1.7 a). La taille moyenne des cristaux dans des conditions classiques de gâchage (23°C, sans adjuvant) est environ de $20 \times 2 \times 2 \mu\text{m}^3$. Les cristaux ne sont pas répartis de façon aléatoire : de nombreuses mâcles et des cristaux accolés latéralement en formant des faisceaux sont observés. Les contacts sont également variés : simple contact entre deux surfaces, ou assemblage de type tenon-mortaise avec une interpénétration des cristaux.

A un grossissement plus faible, des pores de tailles plus importantes sont observées, notamment des bulles parfaitement sphériques. Celles-ci sont dues à l'air entraîné lors du gâchage, ou bien sont présentes dans la poudre de départ. La surpression à l'intérieur de ces bulles modifie localement la cristallisation : une coque rigide de cristaux tapisse leur surface extérieure (figure 1.7 b).

a)



b)

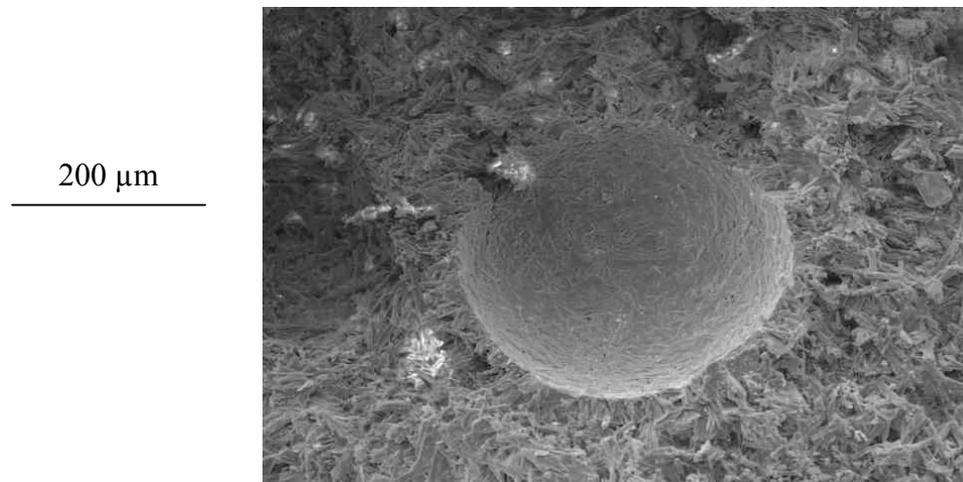


Figure 1.7 : Micrographies MEB du faciès de rupture de plâtre pris gâché à $E/P = 0,8$ à deux échelles différentes. a) enchevêtrement cristallin et b) bulle d'air.

Pour $E/P = 0,8$, généralement utilisé dans l'industrie, la porosité finale est proche de 55% en volume. Le rayon moyen de pores mesuré par porosimétrie au mercure est d'environ $3 \mu\text{m}$ et la surface spécifique $10^3 \text{ m}^2.\text{kg}^{-1}$. Ce chiffre peu élevé s'explique par la faible proportion de pores de taille inférieure au micron.

Les faciès de rupture d'échantillons de plâtre pris ne laissent jamais apparaître de cristaux cassés, mais toujours désenchevêtrés. Les contacts entre cristaux de gypse constituent le point faible de la microstructure et gouvernent le comportement à la rupture du matériau. L'étude des liaisons intercrystallines dans le plâtre pris apparaît donc comme primordiale pour caractériser les propriétés mécaniques macroscopiques.

1-2.3 Liaison intercrystalline dans le plâtre pris

1-2.3.1 Mesure des forces de contact entre deux cristaux de gypse

Des mesures directes de forces de contact entre deux cristaux de gypse ont été réalisées dans l'air et en solution aqueuse. Shchukin et Amelina [Shch 79] ont été les premiers à mener ces expériences. Ils ont suivi, à l'aide d'un galvanomètre, l'évolution de la force de contact entre deux cristaux de gypse se rapprochant jusqu'au contact. En faisant varier différents paramètres, comme la sursaturation de la solution, le temps de contact ou la force appliquée, la force nécessaire pour séparer les cristaux est enregistrée.

La principale conclusion de ce travail est la répartition des forces en deux catégories distinctes, une de contacts faibles dits de coagulation (de 1 à 100 nN) et une autre de contacts plus forts, dits de cristallisation (supérieure à 1 μ N). La probabilité de former des liaisons fortes dépend des paramètres étudiés, elle augmente lorsque la sursaturation de la solution, la durée ou la force de contact augmentent. L'influence des faces cristallines en contact a également été enregistrée et montre des disparités importantes sur la probabilité de former l'un ou l'autre type de contacts.

L'étude la plus récente a été réalisée en microscopie à force atomique (AFM) par Finot [Fino 98]. La microscopie à champ proche permet de connaître le potentiel de différentes surfaces, et a pu être appliquée à la mesure des forces d'interaction entre cristaux de gypse en collant un cristal de gypse à la pointe du microscope. La partie bibliographique de la thèse de Finot est un exposé très clair des différentes forces pouvant exister entre deux surfaces chargées. Les mesures différencient nettement les faces cristallines étudiées :

- la face (010) dont la surface est tapissée de molécules d'eau, est fortement réactive, avec un réarrangement de matière possible en présence d'eau liquide,
- la face (120) a une densité de charge importante, pouvant induire des liaisons fortes avec d'autres faces,
- les faces en bout de cristal (-101) ont une charge globalement neutre et de faibles interactions (de type Van der Waals) sont échangées avec les autres faces sauf celles chargées négativement.

Globalement, trois types de forces attractives ont été mises en évidence entre les cristaux de gypse :

- de Van der Waals, d'intensité assez faible,
- électrostatiques entre des surfaces de charges opposées, plus intenses,
- de capillarité lorsqu'un ménisque d'eau se forme entre la pointe du microscope et la face étudiée, et dont l'intensité peut dépasser celles des forces de Van der Waals.

Les **mesures dans l'air** font apparaître une grande différence de liaisons entre les faces considérées (tableau 1.2).

Forces (μN) entre faces	(010)	(120)	(-101)
(010)	0,4		
(120)	2,2	1,4	
(-101)	5,8	6,4	2

Tableau 1.2 : Forces de contact mesurées entre différentes faces de cristaux de gypse, en atmosphère sèche (20 % HR) [Fino 98].

Les interactions entre les différentes faces peuvent être classées suivant leur intensité :

$$(010) < (120) < (-101)$$

La différence est interprétée en terme de charge de surface :

- la face (010) est constituée de molécules d'eau facilement polarisables mais n'offrant que des liaisons hydrogène de faible intensité,
- la face (120) présente des groupes SO_4^{2-} en surface,
- la face (-101) des groupes SO_4^{2-} , Ca^{2+} et des molécules d'eau.

En faisant varier l'humidité relative de l'air, l'évolution des forces de contact est enregistrée (figure 1.8).

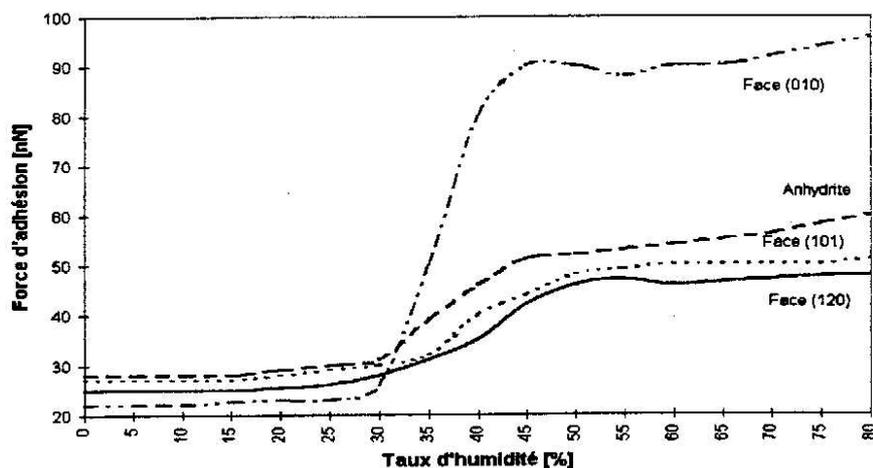


Figure 1.8 : Evolution des forces de contact entre les faces d'un cristal de gypse dans l'air, en fonction du taux d'humidité, 25°C [Fino 98].

L'augmentation de la force mesurée entre 35 et 50% HR est due à la formation d'un ménisque d'eau entre la pointe et la surface de l'échantillon. La face (010), plus plane, est plus sensible à cette capillarité, tandis que la face (120), plus rugueuse, l'est nettement moins.

Pour les **mesures réalisées en solution aqueuse**, il faut tenir compte de la création de charges de surface (adsorption d'ions sulfate créés par la dissolution du gypse). Les interactions entre les faces ont alors été classées dans l'ordre suivant :

$$(120) < (010) < (-101)$$

Trois types de liaisons sont enregistrées :

- de Van der Waals, essentiellement entre les faces (-101) peu réactives,
- de répulsion de double couche, liées à un arrangement dans la solution et à proximité de la surface du cristal de charges de signes opposées à celle de la surface,
- de corrélation ionique, à l'origine de la forte cohésion des faces (120) et à un degré moindre de l'interaction entre les faces (010).

Cette technique, nettement plus précise que l'appareil ingénieux de Shchukin, confirme l'influence de la sursaturation, de la durée et de la force de contact sur l'adhérence des cristaux de gypse. Cependant, les deux classes distinctes de forces de contact décrites par Shchukin ne sont pas retrouvées en AFM. Une grande dispersion de l'intensité des liaisons est enregistrée, mais aucune séparation nette en deux catégories n'est possible : toutes les forces mesurées en AFM sont des forces de surface. Finot conclut que ces forces sont responsables de la prise des liants hydrauliques. La prise ne serait qu'un phénomène d'adhésion, les forces d'interaction n'évoluant pas au cours de la prise, seule l'augmentation de l'aire de contact explique la croissance des propriétés mécaniques.

L'approche en AFM renseigne surtout sur l'importance de la dispersion des liaisons entre cristaux. Les difficultés de la technique (intensité des forces mesurées extrêmement faible) donnent des valeurs expérimentales à considérer avec précaution. De plus, les mesures ont été réalisées sur des cristaux isolés, non représentatifs de l'assemblage de cristaux dans du plâtre pris. Les mesures réalisées caractérisent l'adhérence libre des cristaux, qui peut être sensiblement différente de l'adhérence lors de la prise (sous contrainte). Cette hypothèse a été d'ailleurs confirmée par Finot, qui a mesuré une augmentation de la force de contact entre cristaux isolés avec le temps de contact.

1-2.3.2 Liaisons intercrystallines dans le plâtre pris

De nombreuses hypothèses ont été développées afin d'expliquer la tenue du plâtre pris. Une description rapide est proposée ci-dessous :

- l'existence de **forces chimiques type ionique ou covalente entre les cristaux de gypse** a été invoquée, mais ce type de liaison impliquerait une énergie de cohésion nettement supérieure à celle observée expérimentalement pour le plâtre. Les mesures en AFM confirment également l'absence de liaisons fortes entre cristaux,

- **la cristallisation de l'eau saturée en gypse lors du séchage**, renforçant les contacts entre cristaux, a été également invoquée pour expliquer la tenue mécanique du plâtre pris [Mura 74]. Gérard met en doute cette hypothèse en mesurant des duretés finales identiques entre deux plâtres séchés différemment, un en étuve (possibilité de déposer le gypse contenu dans l'eau interstitielle) et un par centrifugation (la solution saturée étant chassée, aucun dépôt de gypse n'est possible) [Géra 72],
- une autre hypothèse a été développée pour expliquer la cohésion des liants hydrauliques en général, en considérant des **fines couches d'eau entre cristaux**, dont l'épaisseur varie avec le taux d'humidité (15 Angströms à l'état sec, 100 Angströms à 95% HR) [Chapp 99]. L'épaisseur est fixée par la théorie DLVO (Derjaguin-Landau-Verwey-Overbeek) décrivant l'équilibre entre forces attractives et répulsives de type double couche, bien vérifiée pour des systèmes colloïdaux. Les surfaces des cristaux en contact sont supposées être très grandes et en contact fort. Les observations des faces des cristaux de gypse en AFM ont cependant montré l'existence d'une rugosité, et plus particulièrement la présence de « marches » de quelques centaines de nanomètres sur les faces (010).

L'AFM a permis de conclure que les forces responsables de la prise sont des forces de surface et non des forces iono-covalentes comme dans un réseau cristallin [Fino 98]. Van Damme [Van Damm 98] confirme que la prise des liants hydrauliques est un problème **d'adhésion assurée par des forces de surface**. Les forces plus faibles (Van der Waals et capillaires) peuvent jouer un rôle dans la cohésion, mais ne suffisent pas à elles seules à expliquer la tenue du matériau pris : des forces électrostatiques plus intenses sont présentes. La charge de surface génère une force d'attraction à courte distance dite de corrélation ionique permettant d'expliquer l'évolution des forces de contact en solution aqueuse enregistrée en AFM. Beaucoup de travail reste cependant à effectuer pour améliorer la connaissance de ces interactions.

En complément des forces d'adhésion présentées jusqu'à présent, une composante mécanique doit être prise en compte : le plâtre gonfle lors du gâchage, mais la prise l'en empêchant partiellement, des contraintes résiduelles naissent dans la structure. De plus, des ancrages mécaniques de type tenon-mortaise entre cristaux ont été observés dans le plâtre pris [Coqu 92] (voir figure 1.7 a).

Les contraintes internes dans les liants hydrauliques ont été caractérisées par Amelina et Schuchkin dans les années 70 [Amel 70]. Ces contraintes sont associées au décalage entre la fin de l'hydratation et l'augmentation de la résistance mécanique : en général, la croissance de la résistance se termine avant la fin complète de la cristallisation des derniers hydrates. Le développement d'une structure enchevêtrée va créer des contraintes internes, modifiant la solidité de la structure. Pour les étudier, l'élargissement des raies de diffraction en rayons X lié à la déformation que subissent les cristaux est enregistré [Amel 70]. L'étude de l'hydroxyde de magnésium et celle du plâtre pris a permis de trouver deux comportements différents lors

de la prise : dans l'hydroxyde de magnésium, les contraintes internes entraînent de faibles déformations tandis que dans le plâtre, des déformations plus importantes sont créées. La variation des résistances mécaniques en fonction de la pression exercée lors de la formation du matériau permet de voir que le plâtre se renforce nettement avec l'augmentation des contraintes internes (figure 1.9). Cela a été confirmé par Coquard qui a constaté qu'en milieu très dilué ($E/P = 20$), donc en réduisant les contraintes internes, les cristaux de gypse ne formaient pas de structure solide, mais un agglomérat d'aiguilles sans cohésion macroscopique [Coqu 92].

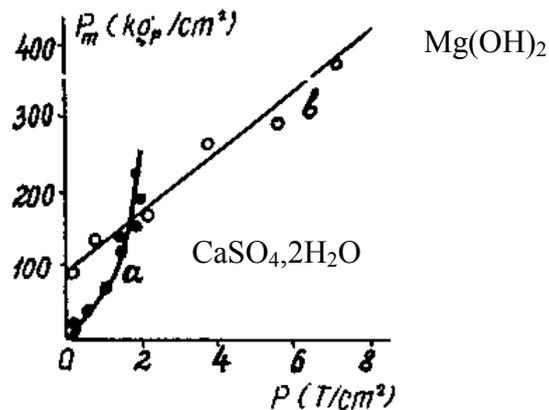


Figure 1.9 : Evolution de la résistance en compression P_m en fonction de la pression de compaction P [Amel 70] a) plâtre pris b) hydroxyde de magnésium.

En conclusion, la connaissance des liaisons à l'origine de la cohésion du plâtre pris est encore limitée. Deux composantes principales semblent intervenir dans les interactions intercrystallines :

- des forces de surface (corrélation ionique, électrostatiques, Van der Waals, capillaires) d'intensité variable et très sensible aux faces cristallines en contact,
- un ancrage mécanique lié en partie à l'enchevêtrement des cristaux et aux contraintes résiduelles qui renforcent la structure.

La part relative des différentes forces est extrêmement difficile à estimer, l'étude des propriétés du plâtre pris à l'état sec et humide, objectif de cette étude, permettra peut être d'apporter des éléments supplémentaires de compréhension.

1-3 Comportement mécanique du plâtre pris sec

1-3.1 Caractérisation initiale

Le plâtre pris est considéré à l'état sec lorsqu'il a subi un séchage en étuve à 45°C et environ 20% HR pendant plusieurs jours, jusqu'à obtenir un poids constant des éprouvettes. Il est très important de fixer un protocole de séchage car, comme il sera présenté dans la partie 1-4, l'humidité influence très nettement les propriétés mécaniques.

La loi de comportement du plâtre pris sec est traditionnellement enregistrée en flexion 3 ou 4 points. Le comportement obtenu est linéaire, avec une rupture brutale et fragile, quelle que soit la vitesse d'essai imposée. Les premières propriétés étudiées sont les plus facilement mesurables : dureté, module d'Young et contrainte à la rupture. Afin de les relier à la structure du matériau, le paramètre le plus simple et le plus couramment utilisé est la porosité totale. Elle est habituellement déterminée à partir des densités du gypse pur et du plâtre étudié ou en tenant compte de la masse minimale d'eau nécessaire à l'hydratation du semi-hydrate. Une relation entre les propriétés mécaniques et la porosité totale est alors déterminée.

1-3.1.1 Module d'Young

L'évolution du module d'Young avec la porosité totale a souvent été enregistrée pour les matériaux céramiques et les lois d'ajustement des données expérimentales sont du type :

$$\begin{aligned} E &= E_0(1 - hp) \\ E &= E_0e^{(-bp)} \text{ (Spriggs)} \end{aligned} \quad (1.2)$$

avec : E_0 module d'Young à porosité nulle,
 p porosité totale,
 h, A et b constantes.

Pour le plâtre pris, Soroka et Sereda [Soro 66] ont utilisé la relation de Spriggs et ont déterminé deux équations pour deux gammes de porosité distinctes (de 11 à 30% et de 49 à 70%). Les modules extrapolés à porosité nulle divergent et n'ont donc pas de sens physique. Phani [Phan 86] a utilisé une loi puissance du type : $E = E_0(1 - ap)^n$ pour ajuster les résultats expérimentaux, mais la valeur de l'exposant n n'est pas une constante pour le matériau. Coquard [Coqu 92], dans une étude en flexion 3 points, a également déterminé une loi de variation du module de type puissance valable pour une porosité comprise entre 25 et 75% :

$$E = 27(1 - 1,15p)^{1,84} \quad (1.3)$$

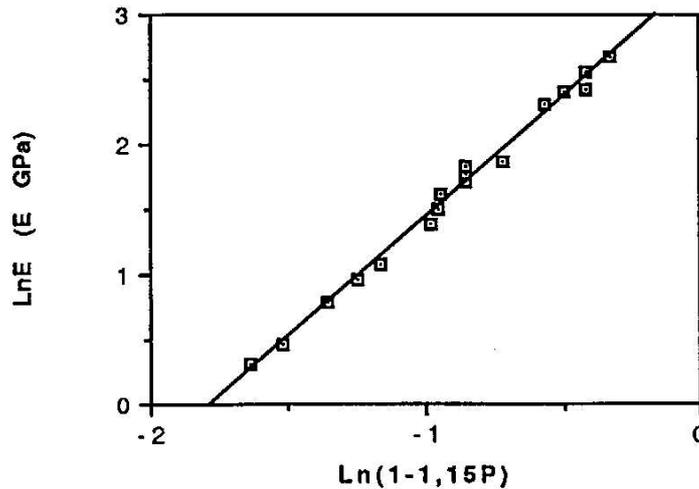


Figure 1.10 : Evolution du module d'Young du plâtre pris en fonction de la porosité, ajustement par une loi puissance [Coqu 92].

La corrélation avec les valeurs expérimentales est bonne, mais n'est valable que dans une gamme restreinte de porosité. Toutes les approches présentées ici ne sont pas satisfaisantes, car elles ne sont définies que dans une gamme de porosité donnée et font intervenir des constantes qui n'ont pas de sens physique. Il s'agit d'approches mathématiques pour simuler au mieux les valeurs expérimentales.

1-3.1.2 Dureté

La variation de la dureté du plâtre pris en fonction de sa porosité totale est très proche de celle du module d'Young [Soro 62], et les lois utilisées pour simuler l'évolution avec la porosité sont identiques, seules les constantes des équations changent. Une étude sur des plâtres gâchés à un même rapport $E/P = 1$, mais avec des cristallisations différentes (ajout de gypse broyé, broyage du semihydrate de départ, utilisation d'adjuvants) montre des variations de dureté à porosité identique [Amat 86]. Le paramètre de microstructure utilisé pour modéliser les résultats est le diamètre des pores le plus courant, obtenu en porosimétrie mercure :

$$D = D_0'' - k'' \phi \quad (1.4)$$

avec : ϕ diamètre le plus courant des pores,
 D dureté mesurée,
 D_0'' et k'' constantes.

Une corrélation entre les résultats expérimentaux et le diamètre le plus courant des pores est notée pour les plâtres non adjuvés, mais pas pour les plâtres adjuvés (figure 1.11).

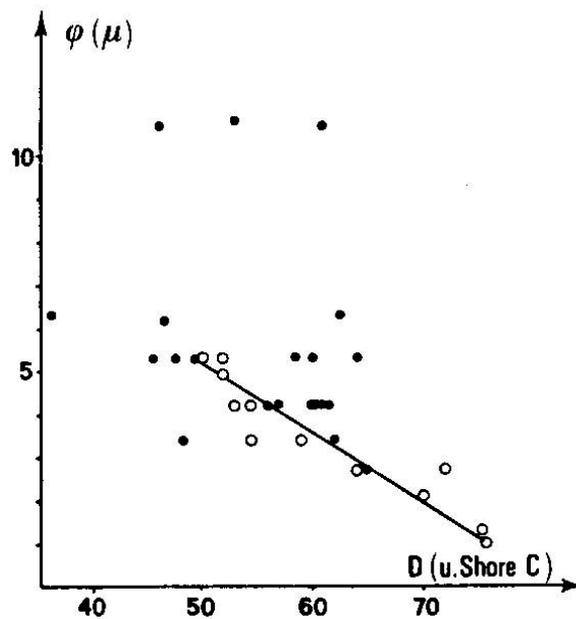


Figure 1.11 : Correspondance entre le diamètre des pores les plus courants (en μm) et la dureté Shore C pour des plâtres pris non adjuvants (o) et adjuvants (●) [Amat 86].

Amathieu conclut que des pores plus petits entraînent une rigidité plus importante, mais il s'agit seulement d'une corrélation empirique, vérifiée sur quelques nuances uniquement. Une description plus précise de la microstructure doit être effectuée pour comprendre les différences de propriétés observées.

Les approches précédentes ont surtout cherché à rapprocher les propriétés mécaniques de la microstructure à travers un paramètre simple, la porosité globale p . Les lois d'ajustement des données expérimentales sont souvent empiriques. Ainsi le point E_0 (module d'Young d'un plâtre pris supposé sans porosité) devrait être équivalent au module élastique du cristal de gypse. La microstructure très particulière du plâtre pris décrite précédemment (cristaux enchevêtrés, pores intercrystallins et bulles d'air entraîné) n'est pas prise en compte. L'influence primordiale des liaisons entre cristaux n'est également pas considérée ici.

L'importance de la relation microstructure - propriétés mécaniques a été clairement exposée par une commission de la RILEM (Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais sur les Matériaux et les constructions) de 1973 à 1980, présidée par Murat [Mura 74] [Mura 82]. Cette étude préliminaire fait le point sur les paramètres pouvant influencer sur le comportement macroscopique (forme et taille des cristaux, utilisation d'adjuvants, effet de l'humidité). Les conclusions laissent apparaître que les propriétés mécaniques sont meilleures quand les cristaux sont petits, et que les mâcles sont nuisibles à la résistance macroscopique. Ces hypothèses sont faites d'après des observations au MEB de différentes nuances de plâtre pris, et sont un point de départ pour une étude plus approfondie de l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques.

1-3.2 Comportement à la rupture du plâtre pris

L'étude des propriétés à la rupture permet de prendre en compte des paramètres microstructuraux, notamment les défauts responsables de la rupture du plâtre pris.

1-3.2.1 Contrainte à la rupture

Coquard a déterminé la contrainte à la rupture de plâtres gâchés à $E/P = 0,82$ en flexion 3 points, en utilisant trois géométries d'éprouvettes (voir tableau 1.3). Les valeurs obtenues sont dépendantes de la taille des éprouvettes, un volume plus important entraînant une diminution de la contrainte à la rupture.

Géométrie de l'éprouvette (cm ³)	Volume (cm ³)	Contrainte à la rupture (MPa)	Ecart-type (MPa)
4x1,2x1,5	9	4,5	0,66
6x1,5x3	27	3,85	0,44
10x1,5x5	75	3,65	0,38

Tableau 1.3 : Contraintes à la rupture (MPa) mesurées en flexion 3 points sur du plâtre pris gâché à $E/P = 0,82$ [Coqu 92].

Les valeurs mesurées sont faibles, le plâtre pris n'est pas très résistant mécaniquement. La dispersion sur les valeurs expérimentales, à taille donnée, est comprise entre 10 et 15%. Pour étudier cette dispersion, Coquard a appliqué la statistique de Weibull sur le plâtre sec [Weib 45]. Cette théorie suppose que le matériau contient des défauts répartis aléatoirement et dont la rupture entraîne celle de l'échantillon. La probabilité de rupture d'un échantillon en fonction de son volume et de la contrainte appliquée d'après la théorie de Weibull est donnée par :

$$P_f = 1 - \exp \left(- V \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \right) \quad (1.5)$$

avec : P_f probabilité de rupture à une contrainte σ ,
 m module de Weibull,
 V volume sollicité mécaniquement,
 σ contrainte appliquée à l'échantillon,
 σ_u contrainte seuil,
 σ_0 facteur de normalisation.

Le paramètre m traduit la dispersion des propriétés à la rupture : plus il est faible, plus le matériau présente une grande dispersion des contraintes à la rupture. Pour des céramiques, le paramètre m varie entre 10 et 30, et pour des métaux, il peut atteindre 100.

La figure 1.12 présente le tracé en échelle logarithmique de la probabilité de rupture pour un plâtre gâché à $E/P = 0,82$ en fonction de la contrainte appliquée. Le coefficient m est égal à 9, cette faible valeur confirmant la large dispersion des contraintes à la rupture. La statistique de Weibull semble bien s'appliquer au plâtre, des défauts présents dans la microstructure doivent entraîner la rupture du matériau.

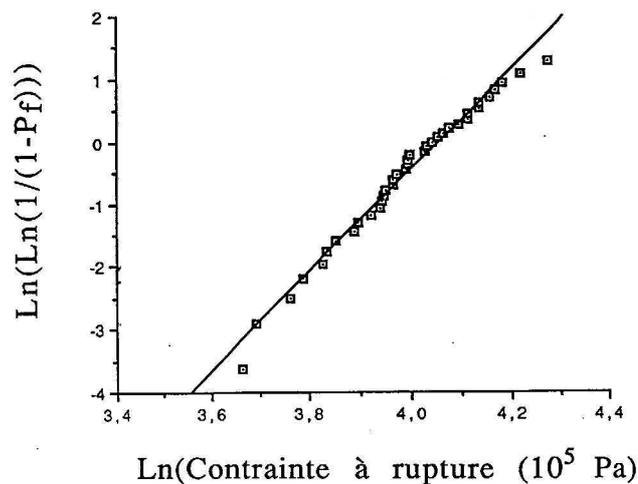


Figure 1.12 : Statistique de Weibull appliquée au plâtre sec, gâché à $E/P = 0,82$, éprouvettes $10 \times 1,5 \times 5 \text{ cm}^3$ [Coqu 92].

L'effet de taille enregistré sur les contraintes à la rupture peut également être interprété par la statistique de Weibull : plus une éprouvette est grande, plus la probabilité de trouver un défaut d'une taille donnée est importante. La contrainte à la rupture va donc diminuer pour de plus grands échantillons, ce qui est bien confirmé par les résultats expérimentaux (tableau 1.3).

Péronnet [Péro 94] a repris l'étude de la rupture du plâtre en flexion 4 points, le moment fléchissant étant constant entre les appuis supérieurs. Les résultats obtenus par cette méthode caractérisent mieux la rupture qu'en flexion 3 points. En effet, si la rupture se produit entre les appuis supérieurs, elle provient bien d'un défaut critique. Cet essai permet également une étude de la rupture par la statistique de Weibull. Les plâtres gâchés à partir de semihydrate β ($E/P = 0,8$) et α ($E/P = 0,4$) ont un module m égal à 10 et 9 respectivement, confirmant la valeur obtenue par Coquard. L'observation des faciès de rupture au MEB a permis d'observer à chaque fois au moins une bulle d'air de diamètre supérieur à $400 \mu\text{m}$ [Péro 96]. Ce défaut est le plus important dans la microstructure, et il apparaît comme responsable de la rupture du matériau.

Une autre étude a porté sur l'amorçage de fissure en compression dans le plâtre [Veik 93]. L'observation au MEB des échantillons au cours des essais permet également de constater que l'endommagement part des bulles d'air entraîné.

1-3.2.2 Ténacité

L'étude des contraintes à la rupture montre une dispersion importante liée au caractère statistique de la distribution des défauts dans le matériau. Afin de s'affranchir de cette dispersion, une entaille de géométrie connue est utilisée pour amorcer la fissure. Un paramètre simple permet alors de caractériser la résistance à la fissuration du matériau : la ténacité, facteur d'intensité de contraintes critique qui provoque la rupture du matériau. Cette valeur est théoriquement indépendante du volume de l'échantillon. Dans le cas d'une propagation de fissures dans le mode I en flexion, la ténacité se calcule avec la relation :

$$K_{IC} = \sigma_R \cdot \sqrt{\pi a} \cdot Y\left(\frac{a}{w}\right) \quad (1.6)$$

avec : a longueur de l'entaille,
w hauteur de l'éprouvette,
Y facteur de forme de l'éprouvette,
 σ_R contrainte à la rupture.

Les valeurs de ténacité déterminées par Coquard en flexion 3 points laissent apparaître un effet de la taille de l'éprouvette et de l'épaisseur de l'entaille (tableau 1.4).

Epaisseur de l'entaille (mm)	1	0,4	0,2	lame de rasoir (50 à 100 μm)
Ténacité mesurée (MPa.m ^{1/2})	0,17 ± 10%	0,15 ± 6%	0,14 ± 5%	0,13 ± 7%

Tableau 1.4 : Mesures de la ténacité en fonction de l'épaisseur d'entaille en flexion 3 points, plâtre pris gâché à $E/P = 0,8$ [Coqu 92].

Les entailles ne sont pas assez fines pour que la ténacité mesurée soit caractéristique du matériau. Une mesure de ténacité faiblement dépendante du volume des échantillons et de la profondeur d'entaille a été réalisée par Péronnet [Pero 94] : une entaille très fine, introduite avec une meule diamantée, permet une bonne reproductibilité des résultats, avec une valeur moyenne de 0,12 MPa.m^{1/2} pour un plâtre gâché à $E/P = 0,8$. Cette valeur est une des plus faibles de la littérature, par comparaison la ténacité de la glace est de 0,2 MPa.m^{1/2}, celle du verre de 0,7 MPa.m^{1/2}, et celle de l'alumine d'environ 3 MPa.m^{1/2}.

1-3.2.3 Propagation lente de fissures

Des ruptures différées à des contraintes inférieures à celles entraînant la rupture brutale peuvent être enregistrées lors de l'utilisation de matériaux, traduisant une croissance sous critique de fissures. Cet effet est traditionnellement interprété dans les céramiques par une corrosion sous-contrainte : l'action d'une contrainte mécanique et du milieu extérieur entraîne la destruction de liaisons en fond de fissures. Le comportement d'un matériau en propagation sous critique est caractérisé par un diagramme représentant l'évolution de la vitesse de propagation de fissures avec le facteur d'intensité de contraintes appliqué (diagramme $v-K_I$).

Maugis a développé une autre approche pour expliquer la propagation sous critique dans les verres et les céramiques, en se basant sur la présence de mécanismes dissipatifs en fond de fissure sensibles à la vitesse de propagation [Maug 85]. Le seuil du facteur d'intensité de contraintes K_{I0} , en dessous duquel aucune fissuration n'est possible, caractérise l'énergie de surface du matériau. Il a été notamment mis en évidence dans des céramiques techniques, comme l'alumine et la zircone [Chev 97] [Chev 00]. La relation entre K_{I0} et l'énergie de surface a été confirmée par Wan sur le clivage du mica [Wan 90].

Dans le cas du plâtre, Takatsu [Taka 81] a appliqué la technique de double torsion pour étudier la propagation lente de fissures et enregistrer un diagramme $v-K_I$ dans différentes atmosphères. Nous nous limitons pour l'instant aux résultats obtenus en atmosphère ambiante. Ces mesures sont effectuées par une méthode de relaxation : suivi de la diminution de charge liée à la propagation de fissures à déplacement imposé. Le diagramme $v-K_I$ pour des échantillons de plâtre pris sec est présenté dans la figure 1.13.

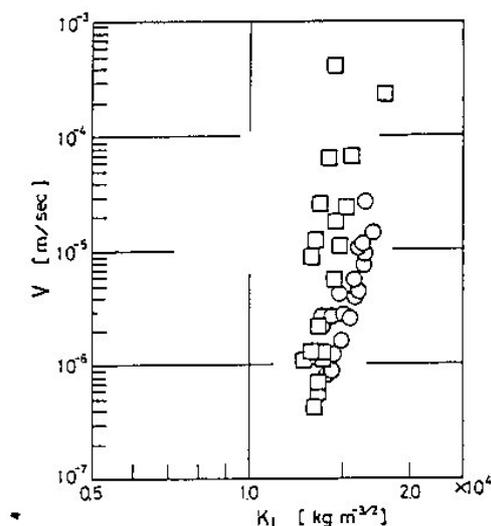


Figure 1.13 : Diagramme $v-K_I$ obtenu sur du plâtre pris en atmosphère ambiante, méthode de relaxation [Taka 81].

En appliquant une contrainte inférieure à celle entraînant la rupture brutale de l'échantillon, la vitesse de propagation de la fissure tirée du diagramme devient très faible. Il ne semble pas que le plâtre pris sec soit très sensible à une rupture différée.

Coquard a développé, à partir des résultats de Takatsu, une approche thermodynamique pour décrire la rupture du plâtre pris [Coqu 94]. En mécanique linéaire de la rupture, la ténacité est reliée au taux de restitution d'énergie G_{IC} par l'intermédiaire du module d'Young d'après la relation 1.7.

$$G_{IC} = \frac{K_{IC}^2}{E} \quad (1.7)$$

D'après l'approche énergétique de la rupture de Griffith [Griff 20], G_{IC} représente l'énergie consommée pour créer les surfaces de la fissure, soit $G_{IC} = 2\gamma_s$, avec γ_s énergie de surface du matériau. Coquard extrapole la valeur du facteur d'intensité de contraintes entraînant la propagation de fissures pour une très faible vitesse (en limitant ainsi les mécanismes de dissipation d'énergie). Une énergie de surface γ_s de 2 à 3 J.m⁻² est alors estimée pour un plâtre gâché à $E/P = 0,8$. Cette valeur est nettement trop élevée par rapport aux énergies de clivage du cristal de gypse (0,36 J.m⁻² pour la face (010), voir partie 1-2.1) pour être caractéristique du contact entre cristaux de gypse. En effet, si l'énergie de séparation des contacts est supérieure à celle du clivage du cristal, il devrait y avoir rupture de cristaux et non un déchaussement comme observé expérimentalement.

En observant la fissuration des éprouvettes utilisées pour mesurer la ténacité, de nombreuses ramifications apparaissent en surface (figure 1.14).

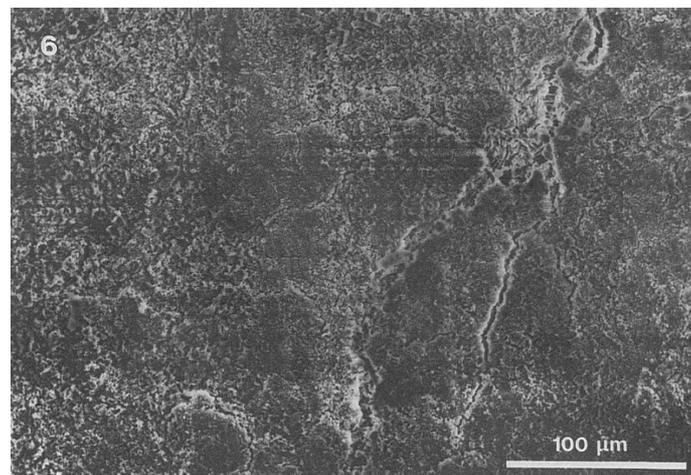


Figure 1.14 : Chemin de fissuration observé sur le côté d'éprouvettes SENB de plâtre pris [Coqu 94].

Coquard a estimé la longueur réelle de fissure en tenant compte de ces ramifications : elle est 1,6 fois plus élevée que si la fissure avait été parfaitement droite, comme supposé dans la théorie de Griffith. En considérant que ce facteur s'applique également dans la direction

normale à la direction de propagation, l'aire réelle fissurée est multipliée par $1,6^2$. L'énergie de surface est donc estimée à environ 1 J.m^{-2} . Cette valeur reste nettement supérieure à l'énergie de clivage du gypse dans le plan (010).

L'étude de la propagation sous-critique dans le plâtre pris réalisée par Saadaoui [Saad 00], également en double torsion, a prouvé que la méthode de relaxation n'est pas valable pour ce matériau. En effet, des mesures de relaxation sur des éprouvettes entaillées ou non ont donné des résultats proches. La diminution de charge peut être due à des réactions aux appuis des éprouvettes et non à un accroissement de fissure. Par conséquent, les valeurs obtenues par Takatsu sont à considérer avec une extrême précaution, et les analyses quantitatives dérivées de ces résultats également. La seule méthode envisageable pour déterminer le diagramme $v-K_I$ est de mesurer in-situ l'accroissement de la fissure lorsque l'échantillon est soumis à une charge constante. La mesure directe de la longueur de fissure est difficile suite au manque de contraste entre la fissure et l'éprouvette et à l'existence d'une zone endommagée. Un diagramme $v-K_I$ a cependant pu être déterminé (figure 1.15).

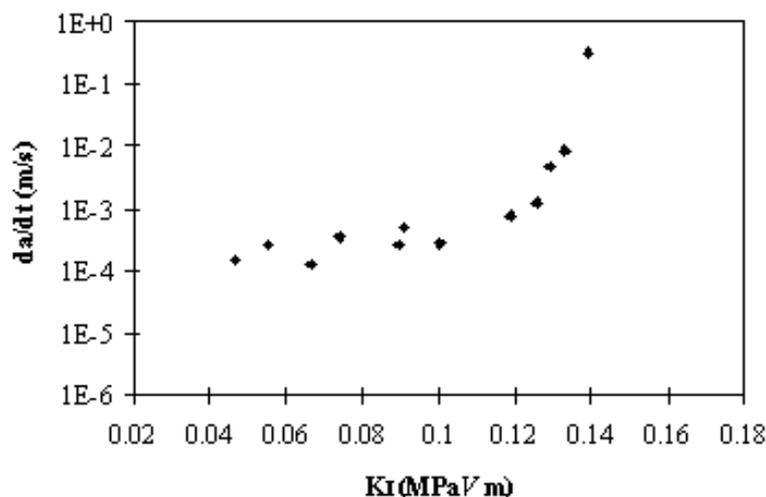


Figure 1.15 : Diagramme $v-K_I$ obtenu par la méthode de charge constante en double torsion sur du plâtre pris sec [Saad 00].

Le diagramme est très différent de celui obtenu en relaxation (figure 1.13) : les vitesses de propagation sont plus importantes et il ne semble pas exister de seuil au-dessous duquel aucune propagation de fissures n'est possible (une propagation est enregistrée même à 30% du facteur d'intensité de contraintes critique). L'approche de Coquard présentée précédemment se base donc sur une valeur de facteur d'intensité de contraintes trop élevée et son estimation de l'énergie de surface n'est pas valable.

La connaissance du diagramme $v-K_I$ permet cependant d'estimer l'énergie de surface entre deux cristaux de gypse en utilisant l'hypothèse de Maugis. Le facteur d'intensité de contraintes le plus faible entraînant une propagation de fissures a été estimé par Saadaoui à $0,05 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour un plâtre gâché à $E/P = 0,8$. En utilisant la relation 1.7 et avec un module

d'Young d'environ 5 GPa pour un plâtre gâché à $E/P = 0,8$, l'estimation de l'énergie de surface de deux cristaux de gypse dans le plâtre pris est de $0,25 \text{ J.m}^{-2}$. Cette valeur est à corréler à l'énergie de clivage du cristal de gypse dans le plan (010) déterminée par Oglesby égale à 360 mJ.m^{-2} (voir partie 1-2.1). L'énergie de contact des cristaux doit être inférieure à celle de clivage, car les cristaux clivés sont très rarement observés dans les faciès de rupture du plâtre pris. L'estimation paraît donc acceptable, mais il ne s'agit que d'un ordre de grandeur et en aucun cas d'une valeur précise. Aucun seuil de facteur d'intensité de contraintes n'a en effet été enregistrée en propagation sous critique et une étude plus poussée doit être menée pour affiner l'estimation de l'énergie de surface. Les mesures de contact réalisées en AFM ne permettent pas d'estimer une valeur de contrainte de contact pouvant être comparée à l'énergie de surface γ_s car la surface en contact entre la pointe et le substrat n'est pas connue avec une bonne précision.

En tout état de cause, la dispersion supposée des liaisons entre les cristaux limite l'importance de l'énergie de surface moyenne dans le plâtre pris, paramètre peu représentatif du matériau.

Il apparaît d'après l'étude bibliographique que, malgré un comportement macroscopique en apparence simple (linéaire élastique), le plâtre pris sec peut s'endommager sous faible charge. Cet aspect n'est pas pris en compte par une simple approche de mécanique linéaire de la rupture. La modélisation de la rupture par Coquard montre ainsi ses limites, car il devient extrêmement délicat de séparer la composante purement chimique de la rupture (énergie de surface) de la contribution totale mesurée.

Des matériaux dont le comportement mécanique est étudié depuis longtemps et qui présentent des mécanismes dissipateurs d'énergie peuvent apporter des renseignements supplémentaires, pouvant être utilisés pour l'étude du plâtre pris.

1-3.3 Compléments bibliographiques

Pour certaines géométries d'éprouvettes et conditions d'essais, il est possible de contrôler la propagation de fissures. Le comportement du matériau peut alors être caractérisé par une **courbe de résistance à la propagation de fissures**, variation de la résistance à la propagation R ou du facteur d'intensité de contraintes K_R en fonction de l'avancement de fissure.

1-3.3.1 Courbes de résistance à la propagation de fissures

La ténacité K_{IC} ou l'énergie de propagation de fissures G_{IC} caractérisent une rupture catastrophique. Il est donc difficile de relier ces valeurs à des paramètres descriptifs de la microstructure. Les courbes de résistance à la propagation de fissures traduisent l'énergie nécessaire à l'amorçage de la fissure et la résistance locale du matériau lors de la propagation. Les différents mécanismes actifs lors de la fissuration peuvent ainsi être caractérisés et reliés à

des paramètres microstructuraux. Un exemple typique de courbe K_R enregistrée sur une alumine est présenté dans la figure 1.16.

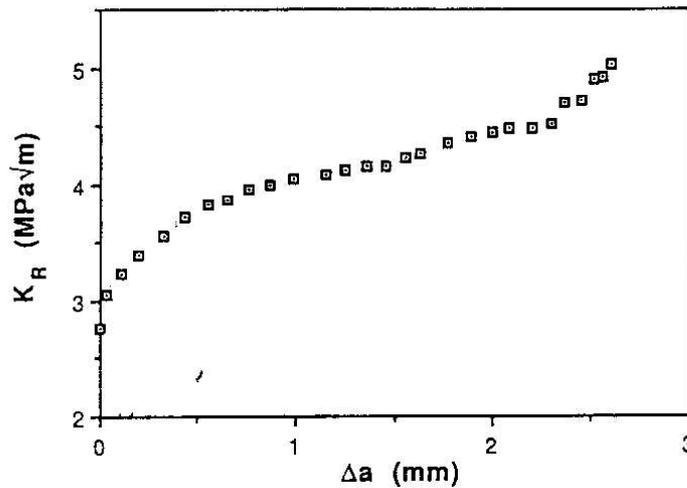


Figure 1.16 : Courbe K_R enregistrée sur l'alumine en flexion 3 points, $a/w = 0,5$ [Saad 91].

Le premier point de la courbe traduit le facteur d'intensité de contraintes nécessaire à l'amorçage de la fissure. L'augmentation de K_R quand la fissure se propage est lié à des mécanismes dissipant de l'énergie dans le matériau. Dans le cas de l'alumine, il s'agit principalement d'un pontage de la fissure par des grains.

Plusieurs mécanismes microstructuraux peuvent influencer la résistance à la fissuration. Ils sont principalement classés en trois catégories : le pontage, les mécanismes d'écrantage de la fissure et les interactions directes avec la microstructure [Saad 91]

- le pontage traduit le déchaussement de grains ou de fibres qui pontent les surfaces de la fissure (mécanismes actif en arrière du front de fissure),
- la microfissuration et la transformation de phase sont des mécanismes actifs au devant de la fissure (écrantage). La transformation de phase est un mécanisme spécifique aux matériaux à base de zircon et la microfissuration se produit lorsque le matériau présente des contraintes résiduelles de traction (fortes contraintes thermiques). Le plâtre pris, matériau élaboré à température ambiante et constitué d'une seule phase chimique, n'est pas particulièrement susceptible de présenter de tels mécanismes,
- les interactions de la fissure avec la microstructure peuvent être de plusieurs types : ancrage, si des particules très résistantes sont présentes dans le matériau, ou déviation de fissure, souvent liée à la présence de joints de grains. Le plâtre pris n'est là encore pas prédisposé à développer ce type de mécanismes.

Le plâtre pris présente une microstructure très particulière, faite d'un enchevêtrement aiguilles élancées et de défauts de grande taille (plusieurs centaines de microns), avec une porosité extrêmement élevée (de l'ordre de 50%, contre 15 à 20% maximum pour les matériaux céramiques ou composites classiques). La présence de pontage de fissure par les

aiguilles de gypse est fortement supposée dans le plâtre, mais les défauts macroscopiques comme les bulles d'air doivent également influencer la propagation des fissures.

1-3.3.2 Pontage

Le pontage traduit la consommation d'énergie liée aux frottements lors de la séparation des surfaces fissurées. Il peut être modélisé par des contraintes de compression, appelées contraintes de pontage, dans le sillage de la fissure (figure 1.17).

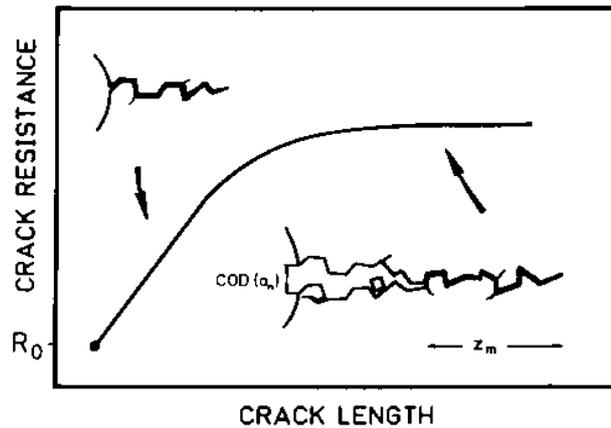


Figure 1.17 : Schématisation du pontage et influence sur la courbe de résistance à la propagation de fissures [Stein 90].

La zone active est celle où les particules pontent la fissure. Lors de la propagation, cette zone s'agrandit jusqu'à atteindre une taille critique, le pontage n'apporte alors plus de renforcement et la zone garde une taille constante.

Des modèles ont été développés pour estimer l'apport du pontage sur la résistance à la propagation de fissures. Mai et Lawn ont utilisé une approche en facteur d'intensité de contraintes [Mai 87] : le facteur d'intensité de contraintes appliqué à l'éprouvette K_{app} peut se décomposer en tête de fissure en une composante de force motrice de propagation K diminuée des effets de dissipation K_i :

$$K_{app} = K - K_i \quad (1.8)$$

La ténacité intrinsèque du matériau T_0 est égale à la force motrice de propagation K . La composante K_i peut s'exprimer en fonction des contraintes de pontage :

$$K_i = \int_0^a g(a, x) \cdot \sigma(x) dx \quad (1.9)$$

avec : x distance au front de fissure,
 a longueur de fissure,
 $g(a, x)$ fonction de Green,
 $\sigma(x)$ contraintes de pontage.

T_μ , le facteur d'intensité de contraintes relié à la microstructure est l'opposé de K_i . Le bilan en tête de fissure donne :

$$T = K_{app} = T_0 + T_\mu \quad (1.10)$$

La figure 1.18 représente la configuration des sites de pontage dans le modèle de Mai et Lawn.

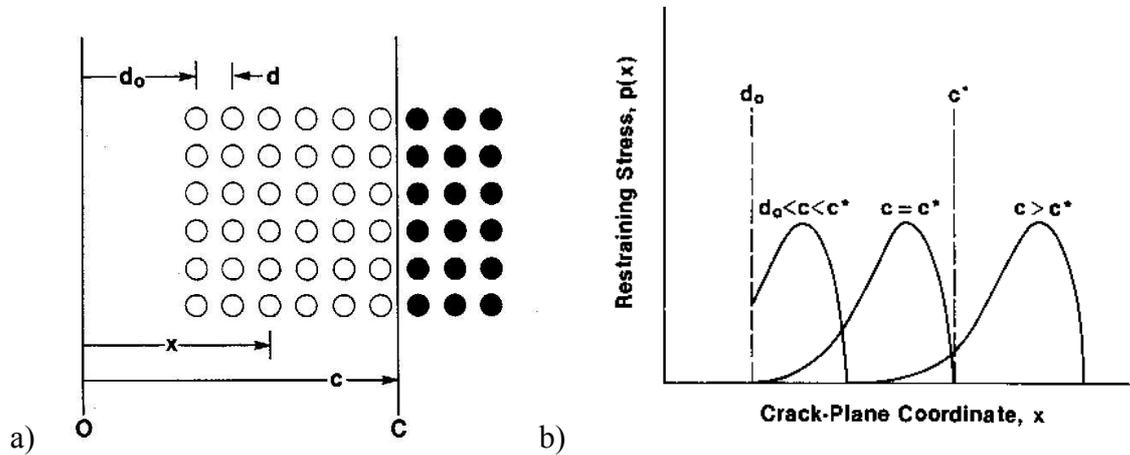


Figure 1.18 : Renforcement par pontage [Mai 87]

- a) configuration : les cercles représentent les sites actifs et les ronds noirs des sites potentiels,
 b) contraintes de pontage dans le sillage de la fissure.

Les sites d'interactions sont représentés par des cercles. Le pontage intervient à partir d'une distance d_0 sur une longueur maximale a^* . Au début de la propagation, la zone pontée n'a pas atteint sa longueur limite, mais une fois cette valeur atteinte, la taille de la zone de pontage reste constante (voir figure 1.17).

Le facteur T_μ est déterminé en explicitant les fonctions de Green et en connaissant la distribution des contraintes selon la distance au front de fissure x . La fonction $\sigma(x)$ peut être estimée de différentes manières :

- $\sigma(x) = \sigma$, les contraintes de compression sont constantes dans la zone pontée, c'est l'hypothèse de Dugdale [Dugd 60]. Cette hypothèse est très simplifiée, mais permet d'obtenir un ordre de grandeur des contraintes,
- une expression empirique plus proche du cas réel a été développée [Mai 87] (figure 1.19)

$$\sigma(u) = \sigma^* \left(1 - \frac{u}{u^*}\right)^n \quad (1.11)$$

avec : σ^* valeur maximale de la contrainte,

n exposant traduisant la partie décroissante de σ ($n=0$ revient à une approche de Dugdale, si n augmente, le pontage se concentre vers le fond de fissure),

u ouverture de fissure,

u^* ouverture de fissure à la fin de la zone pontée.

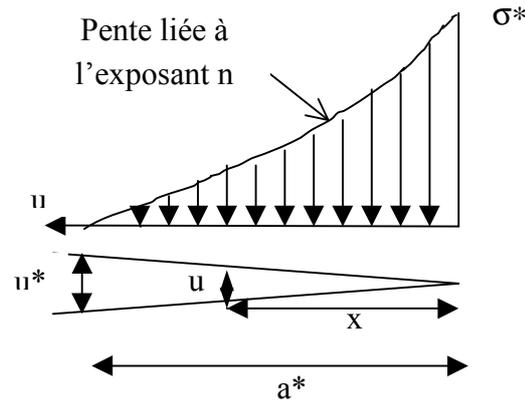


Figure 1.19 : Répartition des contraintes de pontage avec l'ouverture de fissure u , selon l'approche de Mai et Lawn [Mai 87]. x représente la distance au front de fissure, a^* la longueur maximale de la zone pontée

L'expression 1.11 ne se base pas sur des phénomènes physiques, mais tient mieux compte de la répartition réelle du pontage que l'hypothèse de Dugdale. La correspondance entre l'ouverture de fissure u et la distance au front de fissure x est donnée par l'expression classique d'Irwin – Barenblatt [Bare 62] :

$$u(a,x) = \sqrt{\frac{8}{\pi} \frac{T_0}{E}} (a-x)^{1/2} \quad (1.12)$$

La relation entre les contraintes de pontage et l'ouverture de fissure est primordiale car elle permet de déterminer des paramètres descriptifs de la qualité du pontage, pouvant être reliés à des éléments de la microstructure. En considérant l'hypothèse de Dugdale, le tracé de K_R en fonction de $\sqrt{\Delta a}$ (Δa accroissement de la fissure) permet de déterminer facilement la contrainte moyenne de pontage d'après la relation [Saka 88] :

$$K_R = K_0 + 4\sigma_p \sqrt{\frac{\Delta a}{2\pi}} \quad (1.13)$$

En suivant l'expression de Mai et Lawn, il suffit de connaître deux paramètres σ^* et n pour déterminer le relation $\sigma(u)$. Ces paramètres sont déterminés en calculant les contraintes de pontage en fonction de la distance au front de fissure d'après la relation 1.14 [Hsue 88].

$$\sigma(x) = \left(\frac{\pi x}{2}\right)^{1/2} \frac{d\Delta K}{dl} \quad \text{pour } x < a^* \quad (1.14)$$

Si x est supérieur à la longueur de la zone pontée, les contraintes de pontage sont nulles. La relation d'Irwin-Barenblatt permet de tracer les contraintes de pontage en fonction de l'ouverture de fissure et de caractériser les paramètres σ^* et n .

Une approche différente a été développée récemment sur des mortiers [Hu 91] [Hu 92a], puis appliquée à d'autres matériaux [Hu 92b]. Cette méthode se base sur la

modification de la complaisance avec le pontage : la différence entre la complaisance calculée théoriquement en utilisant la mécanique linéaire élastique de la rupture et la complaisance déterminée expérimentalement permet de remonter à la contribution du renforcement (figure 1.20).

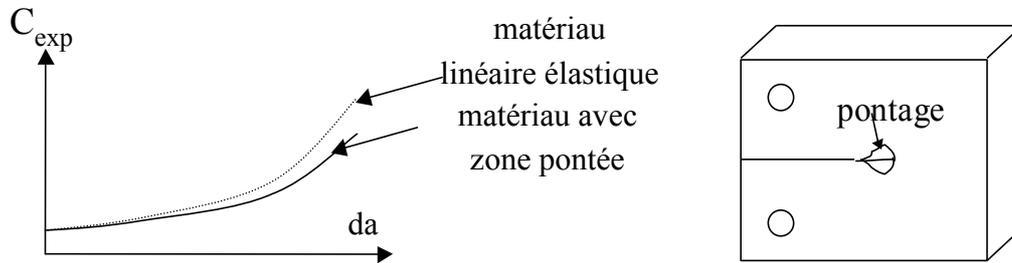


Figure 1.20 : Effet du pontage sur la complaisance mesurée.

Des études sur différents matériaux ont permis de déterminer des paramètres de pontage permettant une comparaison générale. Le tableau 1.5 rassemble la contrainte de pontage σ^* , l'exposant n , la taille de la zone pontée a^* et l'ouverture maximale de la fissure u^* pour des céramiques et des matériaux cimentaires.

Matériau	Référence	σ^* (MPa)	n	a^* (mm)	u^* (μm)
WC-Co (cermet)	[Pezz 99]	1200		0,08	0,4
SiC (cristaux $6 \times 0,7 \mu\text{m}$)	[Gilb 97]	90		1 à 2	0,8
Alumine (ϕ_{moy} grain $1 \mu\text{m}$)	[Lutz 92]	52	3,7	1,55	1
(ϕ_{moy} grain $16 \mu\text{m}$)		56	2,1	8	4
(ϕ_{moy} grain $25 \mu\text{m}$)		15	0,9	8	23
Ciment	[Cott 87]	8		5 à 10	1
Mortier (ϕ_{max} sable 4 mm)	[Hu 92]	3		10	21

Tableau 1.5 : Données expérimentales du pontage dans différents matériaux.

Certains paramètres peuvent être reliés à des caractéristiques microstructurales : Steinbrech a proposé une loi reliant l'ouverture maximale de la fissure à la taille des grains dans l'alumine [Stein 88].

Des essais de propagation contrôlée sur le plâtre pris permettront de décrire plus précisément le comportement à la fissuration du matériau et notamment les mécanismes dissipateurs d'énergie.

1-3.4 Conclusion

Cette partie bibliographique sur les propriétés mécaniques du plâtre pris à l'état sec permet de montrer que la relation microstructure – propriétés mécaniques n'est souvent approchée qu'au travers de la porosité totale, les caractéristiques de la microstructure n'étant que très rarement considérées. Pour prendre en compte les différents paramètres microstructuraux, il est nécessaire de développer une approche de modélisation, en considérant l'enchevêtrement des cristaux et la présence de défauts macroscopiques.

Une caractérisation précise des propriétés à la rupture du plâtre pris a été menée récemment [Pero 94][Pero 96][Saad 00]. Plusieurs conclusions intéressantes ont pu être établies, concernant le rôle d'amorceur de rupture des bulles et la présence de phénomènes dissipatifs dans le plâtre pris qui rendent son comportement mécanique plus complexe que sa loi de comportement macroscopique ne le laisse supposer.

L'étude des propriétés de rupture doit donc être poursuivie, notamment en propagation contrôlée de fissures. Cela doit permettre de déterminer des relations entre comportement mécanique et microstructure, et notamment de prendre en compte les propriétés des contacts entre cristaux.

1-4 Comportement mécanique du plâtre pris en présence d'eau

Après la détermination des propriétés du plâtre pris sec, il convient d'étudier l'effet de l'humidité. L'influence néfaste de l'eau sur les propriétés mécaniques du plâtre pris est bien connue : dans une atmosphère humide ou après une inondation, des plaques de plâtre installées au plafond d'une pièce se voilent sous leur propre poids.

1-4.1 Loi de comportement

Les lois de comportement du plâtre pris sec et saturé en eau sont connues depuis longtemps. Coquard [Coqu 92] les a déterminées en flexion 3 points, pour une vitesse de traverse de 1 mm.mn^{-1} . La figure 1.21 schématise les résultats obtenus.

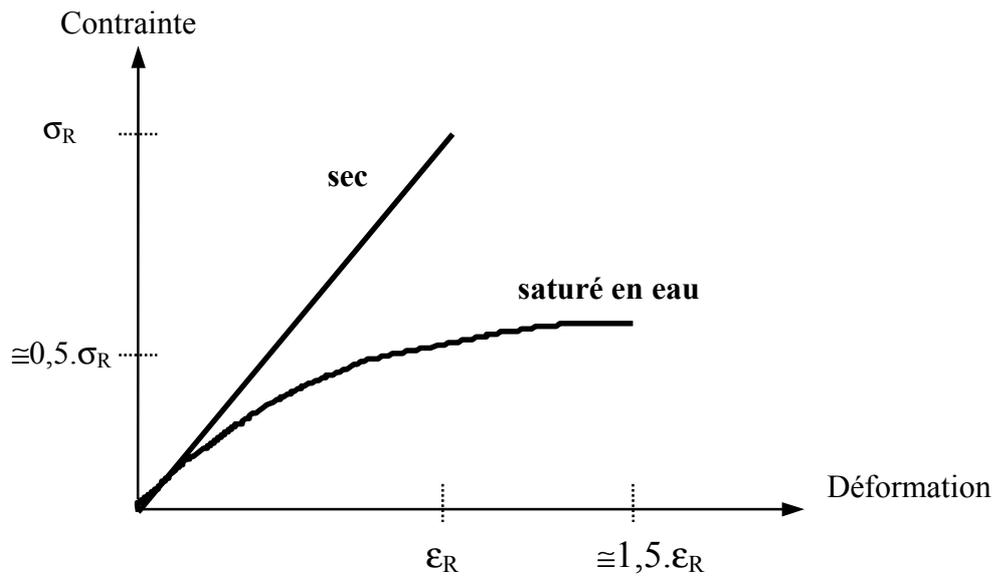


Figure 1.21 : Essai de flexion sur des éprouvettes de plâtre sèches et saturées en eau, vitesse de traverse 1 mm.mn^{-1} , d'après les résultats de Coquard.

La première constatation concerne la forme de la courbe contrainte – déformation : à l'état sec elle est linéaire, et devient fortement non-linéaire en présence d'eau. La contrainte à la rupture du plâtre pris saturé en eau est égale environ à la moitié de celle du plâtre pris sec, tandis que la déformation à la rupture augmente de 50 % par rapport à l'état sec à cette vitesse d'essai.

La non-linéarité du comportement du plâtre pris saturé en eau a été confirmée en flexion 4 points par Péronnet [Péro 94]. Des cycles de charge – décharge en cours d'essai ont été effectués sur du plâtre pris saturé en eau (figure 1.22).

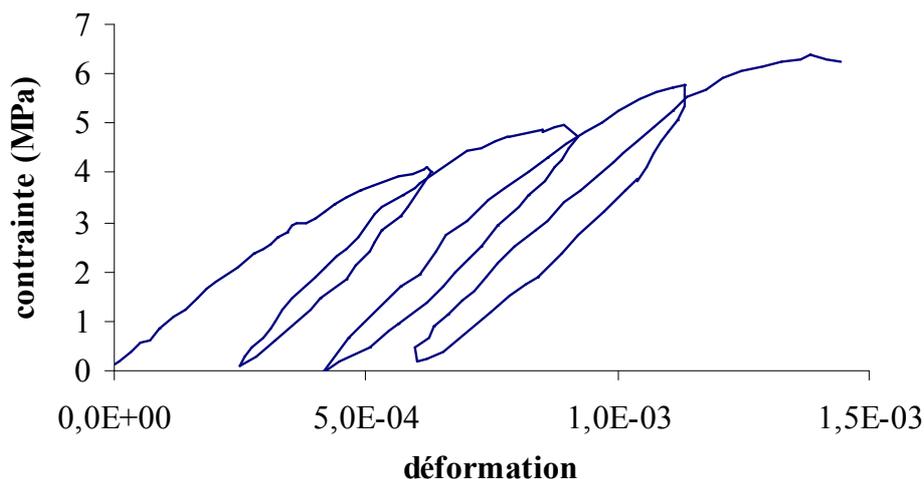


Figure 1.22 : Cycles de charge – décharge sur du plâtre pris gâché à $E/P = 0,8$ et saturé en eau, d'après Péronnet [Péro 94].

Une flèche résiduelle est observée après décharge de l'éprouvette, traduisant une déformation macroscopique du matériau. Les pentes des cycles de charge décharge sont identiques quels que soient les niveaux de charge, indiquant un endommagement généralisé dans l'échantillon, sans propagation de fissures.

La loi de comportement du plâtre pris est fortement modifiée par la masse d'eau reprise par le matériau. A une vitesse d'essai donnée, un plâtre pris sorti d'étuve présente un comportement linéaire élastique, tandis qu'un plâtre pris saturé en eau présente un endommagement important. Peu de matériaux montrent une telle différence de comportement, en faisant simplement varier la quantité d'eau absorbée.

Les résultats présentés jusqu'ici ne concernent que les plâtres pris secs ou saturés d'eau. **La quantité d'eau absorbée** par le matériau est un paramètre important pour repérer les modes d'actions de l'eau sur le comportement mécanique. L'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la reprise d'eau a été enregistrée initialement par Andrews [Andr 46], puis par d'autres auteurs [Coqu 92] [Bade 98].

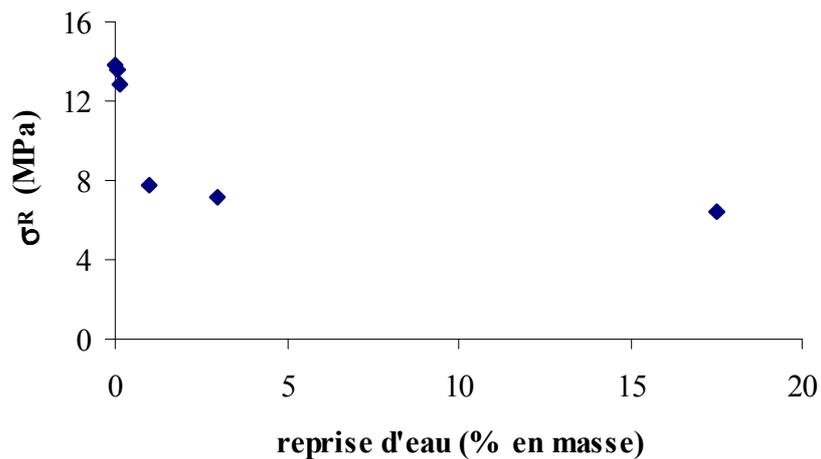


Figure 1.23 : Evolution de la contrainte à la rupture en compression d'un plâtre pris gâché à $E/P = 0,6$ en fonction de la masse d'eau absorbée, d'après Andrews [Andr 46].

Les toutes premières quantités d'eau absorbées agissent très défavorablement sur les propriétés mécaniques. Habituellement, une reprise d'eau de 2% en masse est considérée comme valeur limite au-delà de laquelle les propriétés sont stabilisées. La diminution de la contrainte à la rupture en flexion est proche de 60% entre l'état sec et saturé en eau.

Les lois de comportement en flexion 3 points à différents taux d'humidité relative ont été enregistrées par Badens [Bade 98] (figure 1.24).

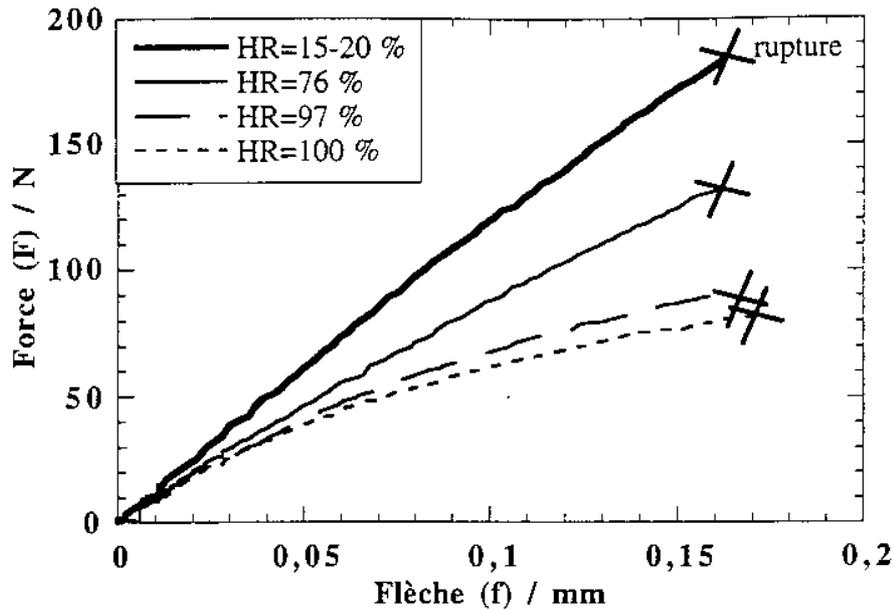


Figure 1.24 : Loi de comportement du plâtre pris à $E/P = 0,8$ dans différentes atmosphères, éprouvettes $160 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$ [Bade 98].

Il apparaît là aussi que les premières quantités d'eau absorbées conduisent à une forte diminution de la contrainte à la rupture, mais sans entraîner une non-linéarité importante de la loi de comportement, alors que pour des taux d'humidité relative plus élevés (97 %), la non-linéarité devient importante, la diminution de la résistance étant moins rapide.

Pour relier la masse d'eau adsorbée et le taux d'humidité relative, une isotherme d'adsorption a été enregistrée sur du plâtre pris gâché à $E/P = 0,8$ [Bade 98]. Cet essai consiste à enregistrer la prise de masse d'un échantillon placé dans une atmosphère d'humidité variable (figure 1.25).

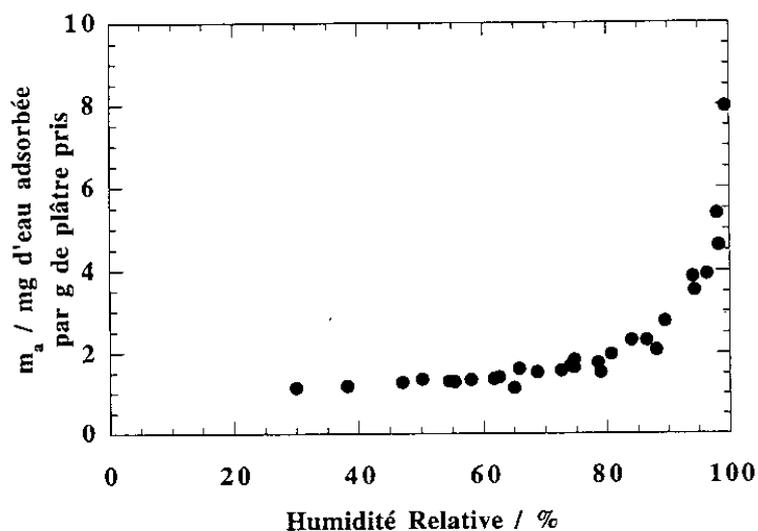


Figure 1.25 : Isotherme d'adsorption de plâtre pris gâché à $E/P = 0,8$ [Bade 98].

L'isotherme est représentative d'un matériau macroporeux selon la classification internationale [Sing 85]. Aucune hystérésis n'est observée, traduisant une absence d'absorption capillaire entre 10 et 97% HR. Toutefois, la gamme de pores balayée dans ce type d'essai est limitée à 50 nm maximum. Le plâtre pris, au vu de sa structure enchevêtrée, est sûrement sensible aux effets capillaires, mais pour des reprises d'eau plus importantes.

En utilisant cette isotherme pour interpréter les résultats des courbes force – déplacement (figure 1.24), il apparaît qu'une reprise d'eau de 0,8% en masse (correspondant à 97% HR) est suffisante pour faire diminuer les propriétés mécaniques du plâtre pris de moitié.

La variation du module d'Young E avec le taux d'humidité relative a été étudiée par Badens, en utilisant une méthode acoustique. Entre 12% et 97% HR, la diminution du module d'Young est de 7% environ, valeur identique pour des plâtres gâchés à $E/P = 0,6$ et $E/P = 0,8$. Cette diminution est parfaitement réversible après séchage des échantillons en étuve. Dans cette gamme d'humidité, la diminution de la contrainte à la rupture est d'environ 50%. L'effet de l'eau sur les propriétés élastiques et les propriétés à la rupture est donc sensiblement différent.

L'étude du plâtre pris **conservé dans l'eau** pendant de longues durées permet de quantifier l'importance et la cinétique des phénomènes de dissolution – précipitation du gypse. C'est également un moyen d'étude du « pourrissement » du plâtre. Ce phénomène est observé par les plâtriers : principalement dans les périodes humides, l'eau interstitielle ne s'évacue pas et le plâtre fraîchement appliqué perd de la résistance au bout de quelques jours.

Lelong a enregistré un gonflement sur des éprouvettes de plâtre pris après quelques mois de conservation dans l'eau [Lelo 77]. Les propriétés mécaniques ne sont pas modifiées durant les premières semaines d'apparition du gonflement mais diminuent ensuite. La modification à très long terme de la structure cristalline (grossissement des cristaux de gypse) semble responsable de ce comportement.

En conclusion, la dissolution des contacts entre cristaux et la modification du faciès cristallin semblent avoir une influence seulement à une échéance d'au minimum quelques jours sur les propriétés mécaniques.

1-4.2 Fluage

Les essais précédents ont montré l'importance de la non-linéarité du comportement lors d'essais de rupture, menés à vitesse élevée. Une autre méthode pour suivre l'endommagement d'un matériau est le suivi de sa déformation sous une charge constante : le fluage. Une courbe classique de fluage est présentée dans la figure 1.26.

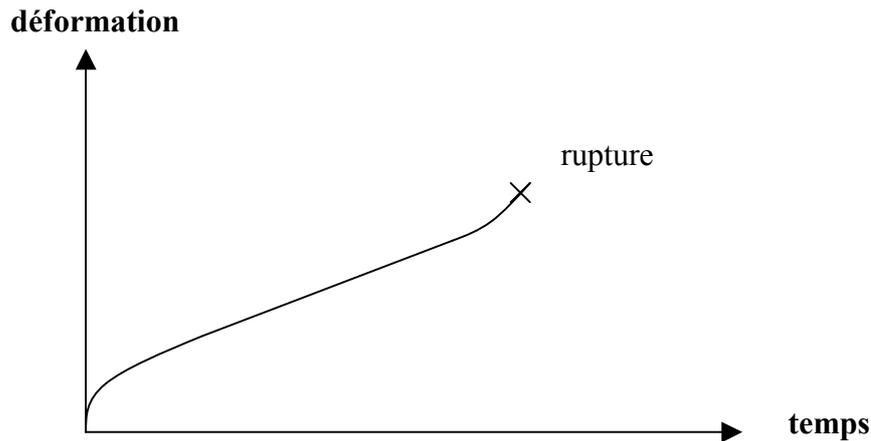


Figure 1.26 : Courbe schématique de fluage.

Si la vitesse de déformation est constante, elle peut s'écrire sous la forme [Garo 70] :

$$\dot{\epsilon} = A.(sh(\alpha.\sigma))^n \quad (1.15)$$

avec : A et α constante,
 σ contrainte appliquée,
 n constante (exposant de contrainte).

L'étude du fluage se déroule sur une longue période (plusieurs jours, voire plusieurs mois). Les phénomènes actifs dans ce type d'essai peuvent donc être différents de ceux opérant lors d'un essai mécanique habituel.

Cracker et Schiller [Crac 62] ont étudié le comportement d'un monocristal de gypse en flexion 3 points. Lorsque la charge est appliquée perpendiculairement au plan de clivage (010), le cristal se déforme macroscopiquement par un glissement dans les plans contenant de l'eau de structure. Par contre, dans une autre orientation, le cristal se casse sans qu'une déformation n'ait pu être observée, quelle que soit l'humidité lors de l'essai. Lors d'essais de fluage sur du plâtre pris, les mêmes auteurs ont observé une influence nette de l'humidité, contrairement aux essais sur monocristaux, prouvant l'importance primordiale des mécanismes intercrystallins sur le fluage du plâtre pris. Cette conclusion est désormais bien établie, elle permet d'écarter la déformation individuelle des cristaux comme mécanisme influant sur la déformation du plâtre pris.

Sattler [Satt 74] a étudié le fluage du plâtre pris humide en compression. La rupture différée du matériau a été observée pour des contraintes appliquées égales à seulement 10 à 15 % de la charge à la rupture statique. La densité est le paramètre de microstructure le plus influent sur le comportement, les matériaux plus denses étant moins sensibles au fluage. L'influence de la masse d'eau absorbée est également très nette : pour une reprise d'eau de 0,12 à 1 % en masse, la vitesse de fluage est multipliée par 25, et pour des reprises d'eau plus importantes, la vitesse est quasiment inchangée. Ce résultat confirme la tendance observée sur

la loi de comportement : les premières quantités d'eau absorbées sont les plus défavorables pour le comportement mécanique.

Badens a étudié le fluage du plâtre pris en flexion 3 points, à différents taux d'humidité relative. Seuls des taux supérieurs à 95% HR permettent d'enregistrer des déformations reproductibles sur des plaques de $250 \times 124 \times 15,6 \text{ mm}^3$ sous une contrainte de 28 kPa (figure 1.27).

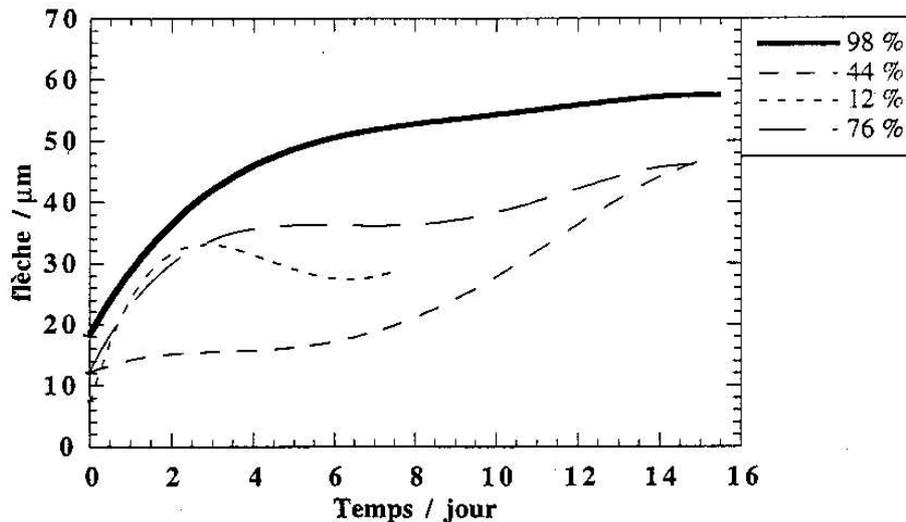


Figure 1.27 : Comportement en fluage à différentes humidités relatives de plâtre pris gâché à $E/P = 0,8$, éprouvettes $250 \times 124 \times 15,6 \text{ mm}^3$, contrainte appliquée 28 kPa [Bade 98].

L'étude réalisée à 97% HR en faisant varier la contrainte appliquée a permis de déterminer l'exposant de contrainte n de la relation 1.15, égal à 1. Cela traduit selon l'auteur la présence d'un mécanisme intercrystallin, pouvant être des glissements entre cristaux. La dispersion des enregistrements pour des taux d'humidité relative inférieurs à 95 % serait synonyme de glissements plus difficiles suite à la faible quantité d'eau absorbée.

En conclusion de ces études, le fluage du plâtre semble s'expliquer par différents mécanismes :

- des glissements intercrystallins favorisés par l'eau,
- la possibilité de dissolution – recristallisation au niveau des contacts, le gypse étant soluble dans l'eau (solubilité $2,6 \text{ g.l}^{-1}$ à température ambiante, valeur pouvant être différente dans les pores du matériau), avec transport de matière en présence d'eau liquide dans l'échantillon.

Une étude sur du gypse de carrière apporte beaucoup d'enseignements sur la connaissance du comportement au fluage du plâtre pris [Grig 40]. Les essais ont été effectués en compression sur des éprouvettes cylindriques. Pour étudier un éventuel effet lubrifiant, l'auteur a testé du gypse imprégné d'huile. Les déformations ont été identiques à celles de la roche sèche : quasiment nulles même après un mois de chargement. L'huile ne favorise pas la déformation du plâtre.

L'influence du processus de dissolution – recristallisation a été étudiée en testant la roche dans une solution diluée de HCl, qui induit un fluage nettement plus important que dans l'eau (voir figure 1.28), concordant avec une solubilité plus importante du gypse.

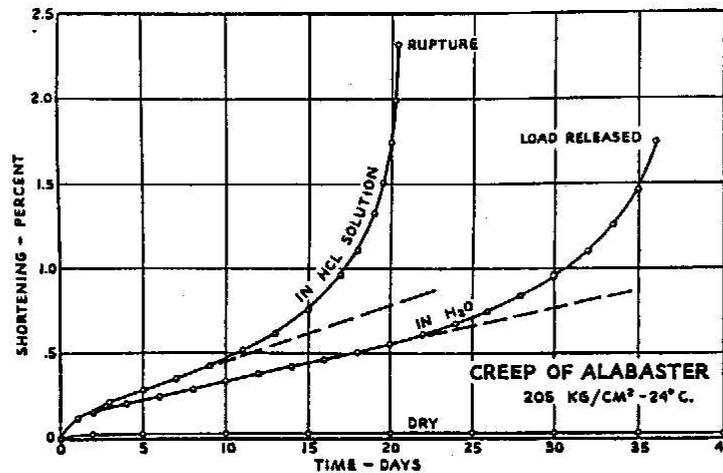


Figure 1.28 : Fluage en compression du gypse sec, saturé en eau et conservé dans une solution d'HCl [Grig 40].

Des mesures de fluage ont également été menées dans une solution de chlorure de calcium, avec une concentration de $16,9 \text{ g.l}^{-1}$. Malgré une diminution de la solubilité du gypse dans cette solution de 45 % par rapport à l'eau, une déformation plus importante des échantillons a été enregistrée. L'auteur fait remarquer que le paramètre influent sur la déformation est peut-être plus la mobilité ionique dans la phase liquide que la solubilité du gypse dans ce liquide. Le transport de matière peut expliquer que la déformation soit favorisée par la présence d'ions dans la solution.

En faisant varier la contrainte appliquée sur une éprouvette de plâtre pris saturée en eau (figure 1.29), une relation linéaire est enregistrée entre la contrainte et la vitesse de déformation dans la zone de vitesse de déformation constante. Une contrainte seuil au-dessous de laquelle il n'existe plus de rupture différée a été mise en évidence, et représente environ 20 % de la contrainte à rupture statique. Ce point est à rapprocher de la valeur minimale du facteur d'intensité de contraintes pour lequel une propagation de fissures est observée (voir partie 1-3.2.3). Le plâtre pris semble bien sensible à la rupture différée, à l'état sec ou humide. L'étude des courbes expérimentales permet de constater qu'à partir d'une certaine déformation (0,5 % en compression), l'endommagement s'accélère et conduit à la rupture du matériau.

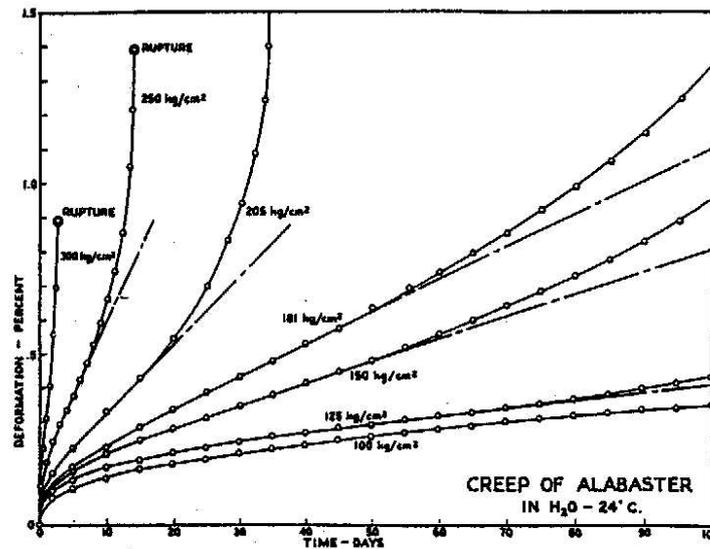


Figure 1.29 : Fluage en compression du gypse saturé en eau à différentes charges [Grig 40].

D'autres essais très complets ont été menés récemment sur des agglomérats de gypse, obtenus en compactant des cristaux à une pression de 3,9 MPa en atmosphère sèche [DeMeer 97]. Le compact ainsi obtenu présente une porosité de l'ordre de 45%. Des mesures de fluage ont été effectuées en compression uniaxiale dans différentes solutions (eau saturée ou non en gypse dissous, avec ajout de NaCl...), pour des systèmes ouverts (circulation possible du liquide) ou fermés.

Les agrégats secs ou imprégnés d'huile ne fluent quasiment pas. Pour les échantillons mouillés, le fluage est important, la déformation finale pouvant atteindre 16% après un mois d'essai environ sous une contrainte de 2,5 MPa.

L'observation des échantillons testés n'indique pas de dissolution importante des contacts. Les essais en système ouvert montrent une déformation nettement plus importante qu'en système fermé, tendant à confirmer l'importance de la solubilisation du gypse sur la déformation du matériau. Des essais avec des solutions contenant du NaCl dissous (solubilité du gypse de $7,7 \text{ g.l}^{-1}$ pour une concentration en NaCl de 1 mol.l^{-1}) indiquent également un accroissement de la déformation par rapport à de l'eau pure. L'influence de la solubilité n'est cependant pas si claire : alors que la solubilité du gypse augmente avec la concentration de NaCl jusqu'à des valeurs de 2 à 3 mol.l^{-1} , la déformation maximale est atteinte pour une concentration de NaCl de 1 mol.l^{-1} , puis diminue à plus fortes concentrations.

En reprenant les hypothèses décrites précédemment sur l'étude en fluage du plâtre pris, il apparaît que :

- l'huile ne lubrifie pas les contacts, il n'y a donc pas d'adsorption d'huile entre les cristaux. Cependant cette conclusion ne s'applique pas à l'eau, car la molécule d'eau étant très polaire, elle peut présenter une affinité particulière avec les cristaux de gypse et s'adsorber aux contacts,

- le rôle de la solubilité sur le fluage n'est pas clair. La présence d'ions dans la solution de mouillage paraît accélérer le fluage,
- la durée d'essai pour mesurer une influence de la dissolution du gypse sur le fluage est de quelques jours au minimum.

1-4.3 Analyse de l'effet de l'eau

1-4.3.1 Dissolution - recristallisation

Une des premières hypothèses sur l'effet de l'eau sur le plâtre pris a été développée par Murat [Mura 74]. Il cite une expérience dans laquelle du plâtre est séché naturellement ou bien est lavé à l'alcool après un jour d'hydratation. Les observations au MEB indiquent que des microcristallisations au niveau des contacts sont présentes pour le séchage à l'air, mais ont disparu après lavage à l'alcool. Dans le même temps, aucune amélioration des résistances mécaniques entre 1 et 7 jours d'hydratation n'est observée après lavage à l'alcool. Il semble que l'évaporation des dernières quantités d'eau au niveau des contacts puisse induire des microcristallisations renforçant le matériau en début de prise.

Cette hypothèse a souvent été reprise pour expliquer l'effet de l'eau sur le plâtre pris, la réversibilité du comportement étant expliquée par la recristallisation des microcristaux lors du séchage des éprouvettes. Cependant, de grandes réserves doivent être émises sur cette explication :

- Coquard a mené une expérience dans laquelle une éprouvette placée dans de l'eau saturée en gypse est séchée par percolation avec du pentanol pour éliminer l'eau de mouillage et éviter une précipitation. La dureté mesurée est identique à celle d'une éprouvette séchée dans les conditions habituelles [Coqu 92],
- les essais de fluage et de conservation du plâtre pris dans l'eau indiquent que les temps d'actions de la dissolution sont de quelques jours au minimum, n'expliquant pas la diminution instantanée des propriétés mécaniques du plâtre pris en présence d'eau (voir partie 1-4.2),
- une forte diminution des propriétés est enregistrée lorsque le plâtre pris est placé dans une atmosphère humide, avec une quantité d'eau absorbée extrêmement faible, de quelques couches moléculaires, limitant la possibilité d'une dissolution. Un réarrangement de matière est possible en surface des cristaux de gypse, il a été observé en AFM, mais pour des taux d'humidité provoquant la formation d'un ménisque d'eau entre la pointe du microscope et l'échantillon [Fino 98].

La diminution immédiate des propriétés lorsque le plâtre pris est placé en atmosphère humide ou dans de l'eau ne peut être interprétée par un phénomène de dissolution – recristallisation, d'autres hypothèses doivent être considérées.

1-4.3.2 Couches d'eau

Badens [Bade 99] a émis une autre hypothèse pour expliquer le comportement du plâtre pris en présence d'eau. L'isotherme d'adsorption indique une faible augmentation de la masse d'eau adsorbée entre 12 et 80 % HR, puis elle diverge à plus fortes humidités (figure 1.25). Cette augmentation est liée, d'après l'auteur, à une adsorption sur les surfaces libres des cristaux de gypse, mais également aux interfaces entre cristaux. L'influence de l'eau sur les propriétés mécaniques serait liée à une augmentation de l'épaisseur de la couche d'eau entre cristaux, dont la viscosité se rapprocherait alors de celle de l'eau libre. La tenue du plâtre pris à l'état saturé en eau serait assurée essentiellement par les liaisons de type tenon - mortaise.

La variation d'épaisseur de la couche d'eau expliquerait les variations dimensionnelles du plâtre pris à différents taux d'humidité. Des mesures de variations dimensionnelles sur le plâtre pris montrent que l'allongement est important jusqu'à 2% de reprise d'eau (environ $200 \mu\text{m.m}^{-1}$ à $E/P = 0,8$), mais devient très faible pour des reprises plus importantes [Kuhl 77]. Par ailleurs, les variations dimensionnelles peuvent s'expliquer par la modification de l'énergie de surface du matériau, sans faire intervenir de couche d'eau intercrystalline [Ferr 87]. Ce type de gonflement est connu sous le nom de gonflement de Bangham. En conclusion, la présence d'une couche d'eau intercrystalline n'est pas vérifiée avec certitude dans le plâtre pris en atmosphère humide ou à l'état saturé en eau.

1-4.3.3 Liaisons électrostatiques

L'étude de Kâto [Kâto 80] a permis d'émettre une autre hypothèse sur l'effet d'une phase liquide sur les propriétés mécaniques du plâtre pris. Le comportement du plâtre mouillé par des liquides d'énergies de surface différentes a été suivi lors d'essais de fluage en compression. Il apparaît que la diminution des propriétés mécaniques du plâtre pris est proportionnelle à la tension superficielle des liquides utilisés (figure 1.30).

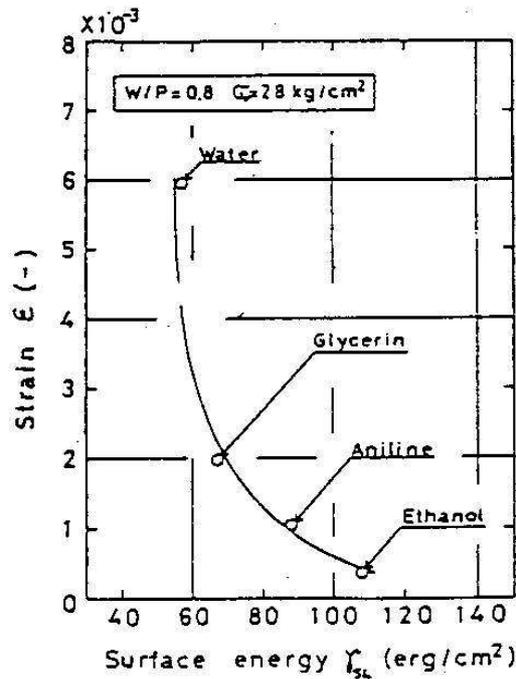


Figure 1.30 : Effet de γ_{SL} sur le taux de déformation en fluage du plâtre pris sous une contrainte de 2,7 MPa pendant 1 heure 30 [Kâto 80].

L'hypothèse développée par l'auteur réside dans la diminution d'énergie de surface au niveau des contacts entre cristaux. Il considère que la cohésion du plâtre pris est assurée par des liaisons de type Van der Waals, hypothèse infirmée par la suite [Coqu 92][Fino 98]. L'influence de liquides d'énergies de surface variables influe directement sur les liaisons de Van der Waals entre cristaux et explique la diminution des propriétés mécaniques.

Philippe Coquard [Coqu 92] a repris dans sa thèse l'idée de Kâto en testant du plâtre pris dans un mélange d'eau et d'éthanol (figure 1.31).

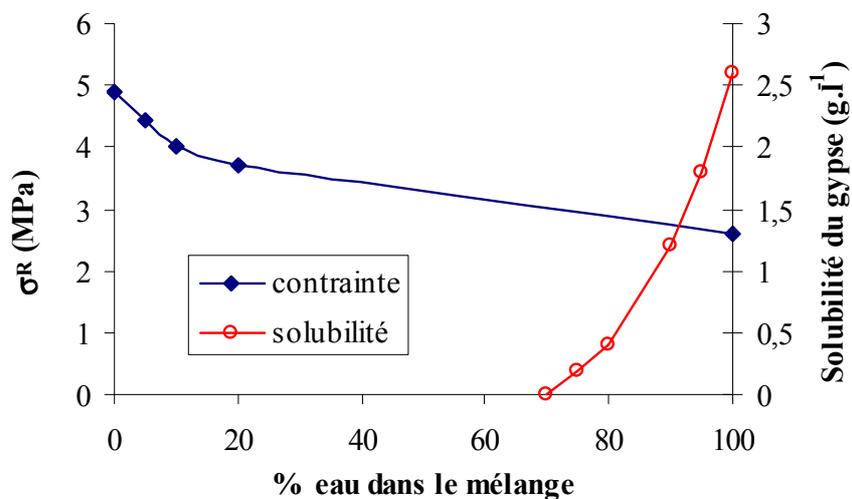


Figure 1.31 : Contrainte à la rupture d'éprouvettes de plâtre pris et solubilité du gypse dans un mélange d'eau et d'éthanol, d'après Coquard.

Le gypse n'étant pas soluble dans l'éthanol, la diminution de la contrainte à la rupture est bien corrélée à la variation d'énergie de surface du mélange. C'est ce paramètre qui gouverne la diminution de propriétés mécaniques observée immédiatement après adsorption d'eau par le plâtre pris.

Pour interpréter cette hypothèse, Coquard invoque l'effet Reh binder, également appelé effet de fragilisation, pouvant se résumer ainsi : **un liquide capable de diminuer l'énergie de surface d'un solide peut faire chuter sa résistance mécanique** [Rehb 72].

Le travail d'adhésion W entre deux cristaux 1 et 2 dans un liquide 3 (énergie à fournir pour séparer les cristaux) s'écrit :

$$W_{12/3} = W_{12} + W_{33} - W_{13} - W_{23} \quad (1.16)$$

L'équation de Dupré pour un solide 1 dans un liquide 3 s'écrit :

$$\gamma_{13} = \frac{1}{2}W_{11} + \frac{1}{2}W_{33} - W_{13} \quad (1.17)$$

avec : γ_{13} énergie interfaciale entre le solide 1 et le liquide 3.

En écrivant cette loi pour les solides 1 et 2, on obtient :

$$\gamma_{12/3} = \frac{1}{2}(\gamma_{13} + \gamma_{23} - \gamma_{12}) \quad (1.18)$$

Si un solide est mouillé par un liquide diminuant sa tension de surface, l'énergie de surface entre deux cristaux diminue également.

Pour suivre l'influence du milieu d'essai, le rapport des énergies de surface entre les milieux 1 et 2 est estimé :

$$\eta = \frac{\gamma_1}{\gamma_2} \quad (1.19)$$

Coquard a déterminé les variations d'énergie de surface pour estimer le rapport η pour le plâtre pris. Pour cela, il utilise le modèle de Maugis [Maug 85] qui implique que le taux de restitution d'énergie G d'un matériau dépend de la vitesse de propagation de fissures. La loi de propagation de fissures s'écrit alors :

$$G - 2\gamma_s = 2\gamma_s\phi(v) \quad (1.20)$$

avec : G taux de restitution d'énergie, force motrice de la propagation,

γ_s énergie de surface,

$\phi(v)$ relié aux pertes viscoélastiques en fond de fissure.

A partir des résultats de Takatsu [Taka 81], qui a montré que la vitesse de propagation de fissures conduisant à la rupture brutale du plâtre pris est identique quels que soient les milieux, Coquard a déduit que les pertes viscoélastiques sont constantes pour tous les milieux extérieurs, et en a tiré des lois d'évolution de l'énergie de surface dans ces différents milieux.

Il a trouvé une diminution de 75% de l'énergie de surface entre cristaux dans le plâtre pris entre l'état sec et saturé en eau. Une comparaison avec le rapport de fragilisation d'autres matériaux est présentée dans le tableau 1.6.

Nature du matériau	Référence	$\eta = \frac{\gamma_{humide}}{\gamma_{sec}}$	Conditions de calcul sec	Conditions de calcul humide
Mica	[Coqu 92]	0,15	azote	Dans l'eau
Hydroxyde de Magnésium	[Rehb 72]	0,3		Dans l'eau
Plâtre pris	[Coqu 92]	0,25	20% HR	Dans l'eau

Tableau 1.6 : Estimation du rapport de fragilisation pour différents matériaux.

Il a été montré dans ce chapitre (voir 1-3.2.3) que la méthode d'essai utilisée par Takatsu ne donne pas de valeurs utilisables. De plus, Coquard a utilisé des hypothèses difficilement acceptables comme l'extrapolation du facteur d'intensité de contraintes pour des vitesses de propagation très faibles. L'énergie de surface du plâtre pris ne peut donc pas être estimée précisément. Cette approche est cependant très intéressante, car elle apporte une explication à la diminution instantanée des propriétés mécaniques du plâtre en présence d'eau.

1-4.3.4 Application à l'étude des forces de contact

Dans la partie 1-2.3, une présentation des forces d'interaction entre cristaux de gypse a été proposée. Ces forces de contact sont la clé du comportement mécanique du plâtre pris, la rupture se faisant uniquement par déchaussement des cristaux. L'action de l'eau sur ces forces doit être évaluée afin de mieux cerner le mode d'action de l'eau sur le plâtre pris :

- le calcul des forces de Van der Waals entre cristaux de gypse a été réalisé. L'intensité de ces forces est divisée par 7 entre l'état sec et saturé en eau [Coqu 92][Fino 98],
- les forces de corrélation ionique sont également influencées par la présence d'eau, comme mesuré en AFM [Fino 98]. La variation des charges de surface en présence d'ions a été proposée comme mécanisme responsable de ce comportement,
- la composante mécanique (liaisons tenon - mortaises, contraintes résiduelles) ne semble pas être affectée à très court terme par la présence d'eau. Une conservation prolongée dans l'eau peut cependant modifier à long terme la morphologie des contacts et donc la composante mécanique de la cohésion du plâtre pris [Lelo 77].

L'absorption d'eau dans le plâtre pris entraîne une diminution des forces de contact entre cristaux. La contribution d'origine mécanique pouvant être considérée comme constante pour des temps de conservation dans l'eau inférieurs à quelques jours, la diminution doit

provenir de la contribution des forces électrostatiques, type Van Der Waals et de corrélation ionique.

Pour compléter cette étude bibliographique, il est important de noter les essais de Saadaoui [Saad 00] en propagation sous-critique de fissure sur des éprouvettes de plâtre pris saturé en eau (pour les essais sur éprouvettes sèches, voir partie 1-3.2.3). Le comportement humide étant nettement plus dissipatif qu'à l'état sec, la détermination du diagramme $v-K_I$ n'est pas applicable mais une comparaison a quand même été faite (figure 1.32).

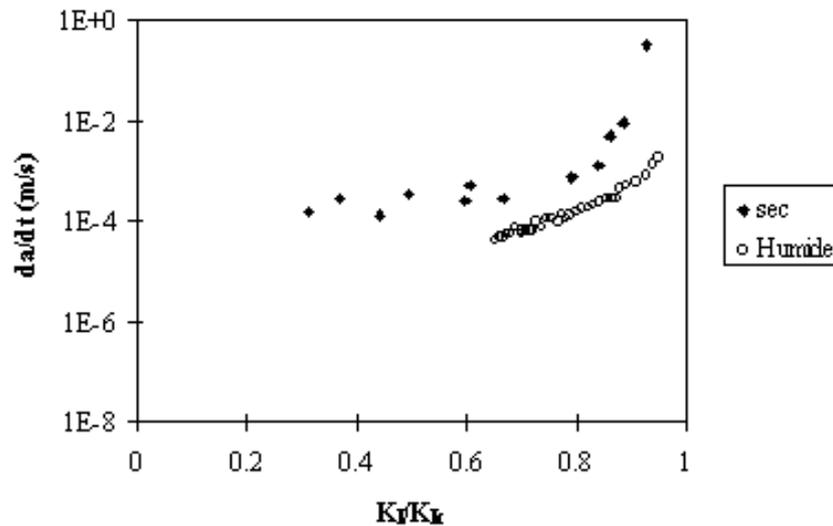


Figure 1.32 : Diagramme $v-K_I$ pour des plâtres sec et saturé en eau [Saad 00].

Un simple décalage des résultats vers des facteurs d'intensité de contrainte plus faibles a été enregistré entre l'état sec et humide. L'hypothèse développée est que les phénomènes dissipatifs dans le plâtre pris humide sont identiques à ceux mis en évidence en fond de fissure dans le plâtre pris sec, mais actifs dans une plus grande zone.

L'équation 1.20 du modèle de Maugis est alors intéressante à considérer :

$$G - 2\gamma_s = 2\gamma_s \phi(v) \quad (1.21)$$

Le terme de droite représente la dissipation d'énergie dans le matériau en fond de fissure (cette équation n'est valable que dans le cas où la dissipation est limitée au fond de fissure). L'influence du milieu extérieur sur la dissipation d'énergie est en partie représentée par γ_s . Un décalage des propriétés selon les différents milieux d'essais est ainsi interprétable comme une variation de l'énergie de surface du matériau.

La transition entre le plâtre pris sec et humide est lente, sans changement brutal de comportement en fonction de l'humidité, et le seuil d'endommagement en fluage sur du plâtre pris saturé en eau (20 % de la charge à la rupture) et en propagation sous critique sur du plâtre pris sec (K_{I0} inférieur à 30 % de la ténacité macroscopique) sont proches. Cela semble confirmer que les phénomènes actifs sont identiques entre l'état sec et humide. Ils sont

simplement localisés en fond de fissure à l'état sec, et répartis dans tout l'échantillon lorsque le plâtre pris est mouillé.

1-4.4 Influence d'une phase liquide sur les propriétés de solides

Beaucoup d'études ont porté sur la diminution des liaisons entre cristaux de gypse suite à l'absorption d'eau, même si des incertitudes existent quant au mode d'action de l'eau sur le plâtre pris. En revanche, l'interprétation de la non-linéarité du comportement du plâtre pris humide est très peu étudiée et des compléments d'études sont nécessaires.

Le fluage est un mécanisme agissant pour des sollicitations très longues et pouvant faire intervenir des mécanismes différents de ceux activés dans des essais mécaniques classiques (voir 1-4.2). D'autres matériaux que le plâtre pris peuvent présenter un fluage important à température ambiante, c'est le cas des solides ioniques de type NaCl ou KCl. Ces sels sont constitués de grains en contact comme dans le plâtre, mais de forme cubique, de côté 20 à 25 μm .

Les essais de fluage en compression uniaxiale et isostatique montrent un comportement du KCl identique dans le kérosène et en ambiance sèche, comme observé dans le plâtre pris [Phar 83]. La déformation augmente nettement lorsque le matériau est mouillé par de l'eau saturée en ions K^+ et Cl^- . Les essais avec un mélange d'eau et d'éthanol montrent une relation linéaire entre le taux de déformation et la solubilité du sel dans la solution. La solubilité du KCl dans l'eau est de 280 g.l^{-1} , valeur cent fois plus importante que celle du gypse. Les tests de compression triaxiale permettent de conclure que la composante déviatrice des contraintes contrôle le fluage, autrement dit, le cisaillement des grains.

Baykara et Pharr développent un modèle dans lequel l'eau forme des ménisques autour des zones de contact entre particules et non un film épais entre les grains (car la cohésion reste importante même en milieu aqueux). L'eau va permettre, par dissolution, de réduire la surface des contacts entre cristaux, et ainsi favoriser le glissement. L'étude de l'interface entre cristaux permet d'observer des canaux servant de voie d'accès pour les liquides [Bayk 91] (figure 1.33).

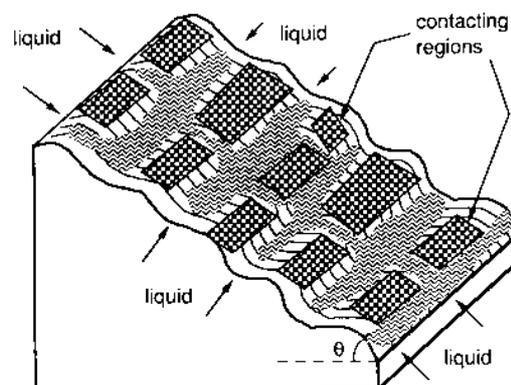


Figure 1.33 : Structure en "îlots" des contacts entre grains de KCl, [Bayk 91].

Après immersion dans l'eau, les canaux se sont élargis considérablement suite à la dissolution. La capacité à "couper" les interfaces dépend de la solubilité du solide dans le liquide mais également du degré de mouillabilité du solide par le liquide.

Des mesures d'angle de mouillage entre un cristal de gypse et de l'eau ont déjà été menées : Badens a mesuré un angle de 15° sur une face (010), Finot [Fino 98] a calculé un angle d'environ 60° pour les faces les plus présentes des cristaux de gypse. L'angle de mouillage entre l'eau et le cristal de gypse étant assez important, il ne semble pas confirmer l'hypothèse d'un mouillage parfait, mais ces résultats ne s'appliquent pas forcément aux contacts entre cristaux. Le mouillage du plâtre pris par l'eau n'est pas connu avec précision et, comme il a été précédemment expliqué (voir 1-4.3.2), la dilatation du plâtre pris avec l'adsorption d'eau ne permet également pas de conclure avec certitude à la présence d'un film d'eau entre les cristaux quand le plâtre pris est saturé en eau.

Les études sur les solides ioniques ne peuvent pas s'appliquer directement au cas du plâtre en raison des différences importantes de microstructure, de porosité et de solubilité dans l'eau. Des constatations importantes sur ces matériaux peuvent être cependant notées pour l'étude du comportement du plâtre pris :

- la structure des contacts est à considérer : des marches cristallines d'une hauteur de 200 nm environ ont été observées en AFM sur la face (010) du cristal de gypse. Le contact des cristaux doit sûrement présenter des aspérités et non des surfaces bien parallèles, favorisant ainsi la pénétration d'eau,
- les phénomènes de dissolution peuvent intervenir dans les essais de fluage, en dégradant la structure du matériau. Ils ne sont cependant pas responsables de l'apparition instantanée de la non-linéarité du comportement mécanique en présence d'eau.

1-5 Conclusion

L'étude bibliographique a mis en évidence le rôle primordial des contacts entre cristaux sur la tenue mécanique du plâtre pris. La liaison entre cristaux de gypse a deux composantes principales : des forces d'adhésion (électrostatiques, de Van der Waals et de corrélation ionique) et un ancrage mécanique.

Les propriétés mécaniques du plâtre pris sec sont décrites par des paramètres simples, peu représentatifs du comportement réel du matériau, et non reliables à des caractéristiques microstructurales. L'étude de la propagation de fissures peut permettre d'apporter des informations sur la relation entre microstructure et propriétés mécaniques, comme il a déjà été montré sur d'autres matériaux. Différentes nuances de plâtres pris seront caractérisées, en faisant varier notamment la porosité globale et la cristallisation à porosité fixée.

Le comportement mécanique du plâtre pris en atmosphère humide est encore peu connu. Les études précédemment publiées permettent cependant d'écarter les phénomènes de dissolution – recristallisation pour expliquer la diminution instantanée des propriétés mécaniques du plâtre pris en contact avec de l'eau. L'hypothèse la plus plausible est celle

d'une diminution de la composante électrostatique de la liaison inter cristalline. La non-linéarité du comportement du plâtre pris saturé en eau devra être caractérisée par une étude approfondie de la loi de comportement. Une mesure de la dissipation d'énergie par la technique du frottement intérieur sera également appliquée pour caractériser les mécanismes responsables de cette non-linéarité.

CHAPITRE 2 : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

2-1 Matériaux

2-1.1 Elaboration

2-1.2 Nuance de référence

2-1.3 Etude paramétrique

2-2 Techniques expérimentales

2-2.1 Préparation des éprouvettes

2-2.2 Modules élastiques

2-2.3 Contrainte à la rupture et propagation de fissures

2-2.4 Frottement intérieur

Dans ce chapitre, les différentes nuances de plâtre pris étudiées sont présentées. L'observation des microstructures est principalement réalisée au MEB, mais une technique a été mise au point pour élaborer des sections polies d'échantillons et ainsi observer les répartitions des phases solide et poreuse. Plusieurs paramètres microstructuraux sont considérés afin d'étudier leur influence sur les propriétés mécaniques.

Les méthodes de mesures des modules élastiques et des contraintes à la rupture (chapitre 3), les essais de propagation de fissures (chapitre 4) et de frottement intérieur (chapitre 5) sont présentés dans ce chapitre. Les spécificités du plâtre pris sont intégrées dans la mise au point de ces essais, dont certains sont originaux pour ce matériau.

2-1 Matériaux

Une nuance de référence a été choisie pour mettre au point les techniques expérimentales et déterminer précisément le comportement du matériau. Ensuite, une étude paramétrique a été réalisée. Il convient tout d'abord de présenter le mode opératoire de préparation des échantillons, identique pour toutes les nuances étudiées.

2-1.1 Elaboration

Le gâchage est réalisé avec de l'eau de ville. Une même quantité de semihydrate (800 g) est utilisée à chaque gâchée pour avoir la meilleure reproductibilité possible. Un mode opératoire précis pour mélanger la poudre et l'eau est suivi, car le malaxage influence fortement les propriétés finales du matériau :

- la poudre de semihydrate est versée dans l'eau en 30 secondes, en veillant à ne pas trop incorporer de bulles d'air,
- la pâte repose 1 minute afin que toute la poudre soit en contact avec l'eau,
- le mélange de la pâte est ensuite réalisé pendant 30 s en faisant 30 mouvements hélicoïdaux avec une cuillère,
- la pâte repose 30 s,
- le mélange est de nouveau effectué comme précédemment pendant 30 s.

La pâte repose ensuite environ 2 minutes supplémentaires dans le bol à gâcher pour qu'elle s'épaississe avant d'être versée dans des moules dont la géométrie dépend de l'essai réalisé. La pâte est ensuite arasée lorsqu'elle est suffisamment visqueuse, généralement vers 18 minutes pour la nuance de référence ($E/P = 0,8$). Le début de prise couteau, temps à partir duquel la pâte ne se referme plus après un trait de couteau à araser, est utilisé pour déterminer le temps d'arasage.

Les éprouvettes sont démoulées après environ 40 minutes, puis enfermées dans un sac plastique assurant une saturation en eau pendant une journée afin que l'hydratation soit complète. On s'affranchit ainsi du paramètre degré d'hydratation pourtant très important industriellement. Les éprouvettes sont ensuite séchées en étuve à 45°C pendant au moins deux jours pour éliminer toute l'eau interstitielle (poids constant des éprouvettes). Dans ces conditions de séchage, le gypse n'est pas stable thermodynamiquement, mais la cinétique de déshydratation est extrêmement lente et aucune formation de semihydrate n'est enregistrée avant plusieurs mois de conservation.

2-1.2 Nuance de référence

Le semihydrate utilisé pour le plâtre de référence est de type β , provenant de l'usine Meriel du groupe Lafarge, et commercialisé sous le nom de Sélecta. C'est un semihydrate pur

à 96%, avec des impuretés de gypse, calcite, quartz, et magnésie (voir annexe 1). Il est peu sensible à l'évènement, permettant une bonne reproductibilité sur les microstructures des plâtres pris de cette étude. Le gâchage est effectué à $E/P = 0,8$ (classique pour les semihydrates industriels).

L'observation des microstructures est réalisée au MEB sur des faciès de rupture ou des sections polies. Les faciès de rupture sont métallisés à l'or avant observation en électrons secondaires (contraste topographique). Une technique originale pour élaborer des sections polies en imprégnant le plâtre pris sous vide avec de la résine époxy a été mise au point [Magn 98]. Les échantillons sont ensuite métallisés au carbone. L'observation au MEB est dans ce cas réalisée en électrons rétrodiffusés (sensibles au numéro atomique) afin d'obtenir un meilleur contraste entre la résine et le gypse.

La microstructure obtenue après gâchage et séchage est présentée dans la figure 2-1. Les cristaux ont la forme d'aiguilles de taille moyenne $25 \times 3 \times 2 \mu\text{m}^3$. Un nombre important de « faisceaux » de cristaux accolés latéralement est observé. La répartition des cristaux est assez complexe et semble difficile à caractériser. L'observation de la section polie à un plus faible grossissement (figure 2.2) met clairement en évidence une grande hétérogénéité de la microstructure et l'enchevêtrement complexe de la phase solide et de la porosité dans le matériau. Deux types de pores sont notés : des pores intercrystallins à l'échelle du micron (porosité entre les cristaux), et des pores d'une taille supérieure à $50 \mu\text{m}$ environ (sphériques ou de forme plus complexe).

2-1.3 Etude paramétrique

2-1.3.1 Porosité

Le premier paramètre de microstructure étudié dans ce travail est la porosité du plâtre pris, en faisant varier le rapport E/P lors du gâchage. La détermination de la porosité est habituellement réalisée en comparant la masse volumique du plâtre à celle du gypse pur (2300 kg.m^{-3}). Avec un semihydrate de type β , le rapport E/P peut varier de 0,5 à 1,1. Pour obtenir des plâtres plus denses, il faut utiliser du semihydrate de type α , obtenu après cuisson du gypse en autoclave (voir partie 1-2.2.1). Dans ce cas, le rapport E/P varie d'environ 0,3 à 0,6. La porosité totale varie de 25% à 70% environ, une gamme extrêmement large, difficilement observable sur d'autres matériaux. La taille des cristaux ne varie pas avec la porosité du plâtre pris ou le type de semihydrate utilisé, seul leur nombre total est modifié.

L'observation d'une section polie de plâtre pris gâché à $E/P = 0,4$ à partir de semihydrate α permet de remarquer une structure comparable à une matrice plus dense (par rapport à un plâtre pris gâché à $E/P = 0,8$, voir figure 2.2) avec de nombreux défauts sphériques (figure 2.3). La distinction entre l'arrangement cristallin et les défauts de plus grandes tailles apparaît plus clairement que dans la nuance de référence. Lors de la gâchée, la pâte est moins fluide que pour un rapport $E/P = 0,8$, ce qui limite le débullage.

20 μm

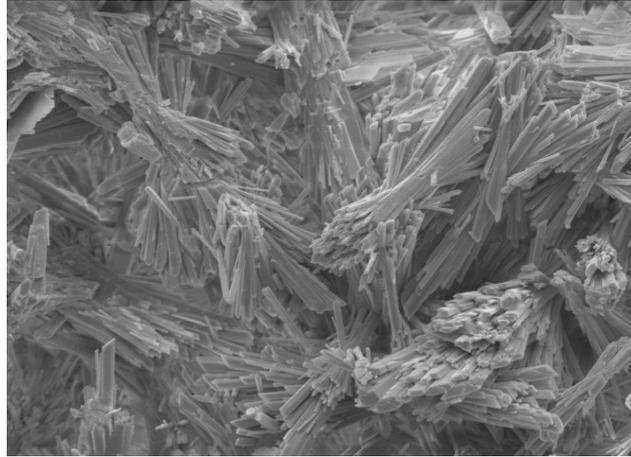


Figure 2.1 : Micrographie MEB d'un faciès de rupture de la nuance de référence, $E/P = 0,8$.

200 μm

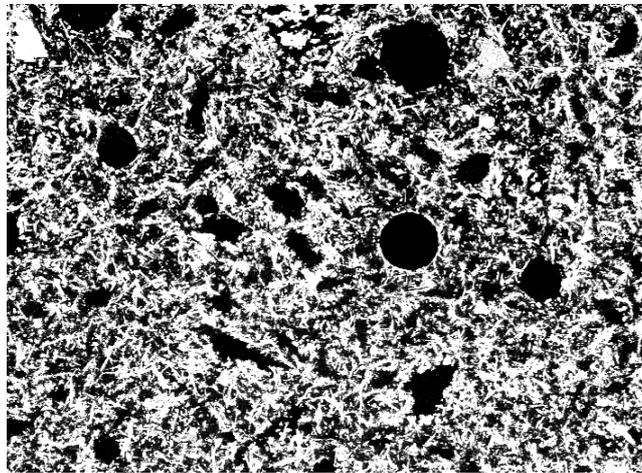


Figure 2.2 : Micrographie MEB d'une section polie de la nuance de référence, $E/P = 0,8$.

200 μm

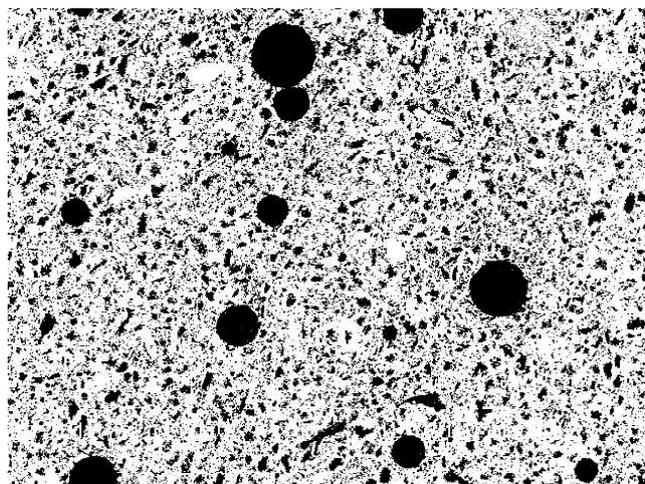


Figure 2.3 : Micrographie MEB d'une section polie de plâtre gâché à $E/P = 0,4$.

2-1.3.2 Cristallisation

Plusieurs cristallisations sont étudiées à densité identique ($E/P = 0,8$) :

- un ajout de gypse broyé ($63 \mu\text{m}$) à 0,025% par rapport à la masse de semihydrate diminue la taille des cristaux (figure 2.4), les dimensions moyennes sont de $10 \times 1,25 \times 0,75 \mu\text{m}^3$. Très peu de faisceaux sont visibles. La section polie de ce plâtre laisse apparaître de nombreuses bulles. Ces caractéristiques sont liées à la grande vitesse de prise, le gypse broyé permettant d'augmenter le nombre de germes de cristallisation,
- le gâchage à haute température conduit à des cristaux plus gros (suite à la diminution de la sursaturation en gypse, voir figure 1.4), de taille moyenne $54 \times 9,5 \times 5,5 \mu\text{m}^3$, souvent accolés en faisceaux (figure 2.5). La section polie montre une microstructure plus homogène à faible grossissement, avec peu de bulles. Cela est dû en partie à la vitesse plus lente de prise, permettant un meilleur débullage de la pâte,
- de l'acide citrique a été utilisé afin de modifier le faciès des cristaux de gypse. Une quantité de 0,25 % par rapport à la masse de semihydrate est suffisante pour obtenir des cristaux tabulaires (figure 2.6, comparer à la figure 1.5).

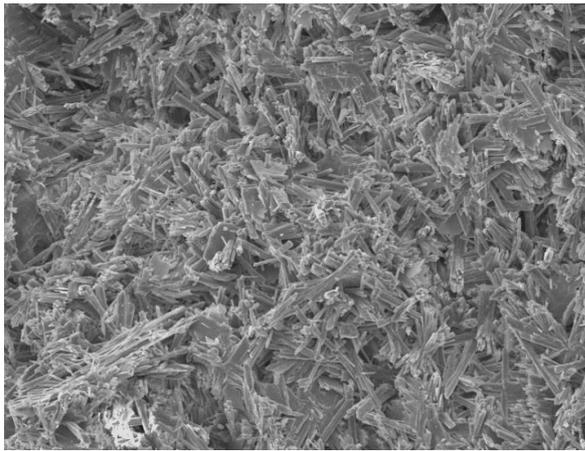
2-1.3.3 Récapitulatif

Toutes les nuances de plâtre pris utilisées dans cette étude sont présentées dans le tableau 2.1, avec leurs principales caractéristiques microstructurales.

Nuances	Conditions d'élaboration	Porosité (% volume)	Forme et taille des cristaux	Défauts macroscopiques
<i>Référence</i>	<i>Sh β, 23°C, E/P = 0,8</i>	55	<i>Aiguilles</i> <i>25 x 3 x 2 μm^3</i>	
E/P = 0,4	Sh α , 23°C	30	Idem référence	} Plus que la référence
E/P = 0,6	Sh α ou β , 23°C	48	Idem référence	
E/P = 1	Sh β , 23°C	63	Idem référence	
Gypse broyé	Sh β + 0,025 % gypse broyé, E/P = 0,8	55	Aiguilles $10 \times 1,25 \times 0,75 \mu\text{m}^3$	Plus que la référence
70°C	Sh β , 70°C, E/P = 0,8	55	Aiguilles $54 \times 9,5 \times 5,5 \mu\text{m}^3$	Moins que la référence
Acide citrique	Sh β + 0,25 % acide citrique, E/P = 0,8	55	Cristaux tabulaires $20 \times 20 \times 10 \mu\text{m}^3$	Moins que la référence

Tableau 2.1 : Récapitulatif des caractéristiques microstructurales des nuances de plâtre pris considérées dans cette étude. La nuance de référence est en italique, Sh signifie semihydrate.

50 μm



200 μm

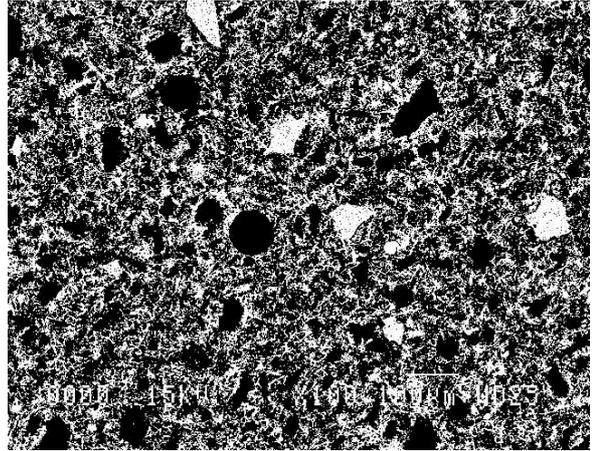
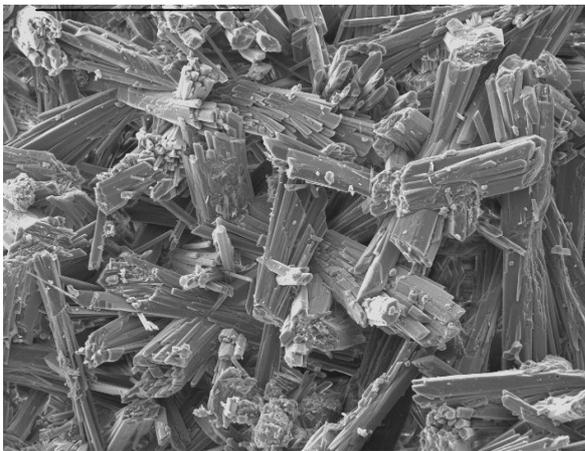


Figure 2.4 : Micrographies MEB du faciès de rupture et de la section polie d'un plâtre gâché à température ambiante avec 0,025 % de gypse broyé.

50 μm



200 μm

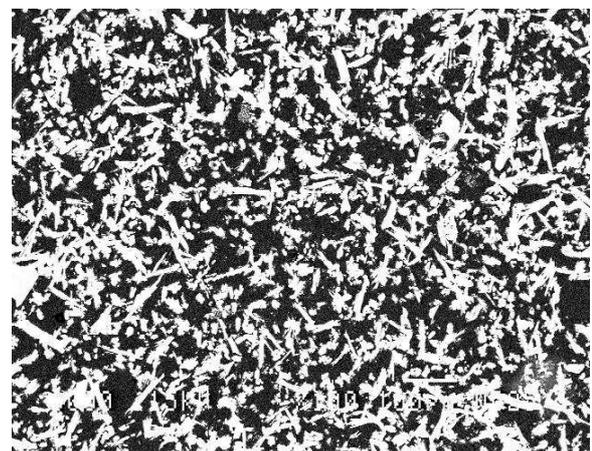


Figure 2.5 : Micrographies MEB du faciès de rupture et de la section polie d'un plâtre gâché à 70°C.

50 μm

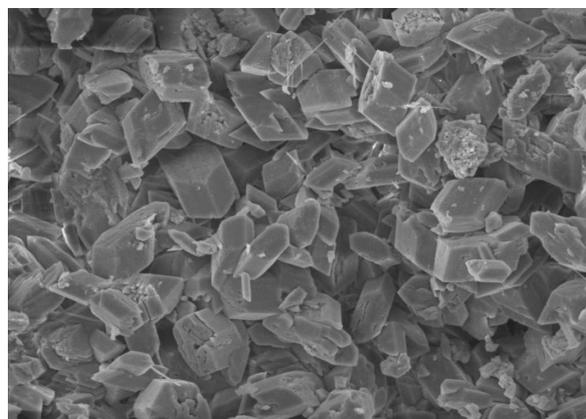


Figure 2.6 : Faciès de rupture d'un plâtre gâché à température ambiante avec 0,25 % en masse d'acide citrique.

2-2 Techniques expérimentales

2-2.1 Préparation des éprouvettes

La détermination des modules élastiques et des contraintes à la rupture du plâtre pris sec a été réalisée sur des éprouvettes parallélépipédiques de dimensions 180 x 20 x 20 mm³. Les essais de propagation de fissures ont été effectués sur des éprouvettes entaillées de dimensions 180 x 40 x 20 mm³. Les entailles ont été réalisées avec une lame de scie diamantée d'épaisseur 1 mm. Ensuite, une lame de rasoir a été utilisée pour affiner le fond d'entaille. L'épaisseur finale du fond d'entaille est de 50 à 100 µm environ. Le schéma d'une éprouvette utilisée en propagation de fissures est présenté dans la figure 2.7.

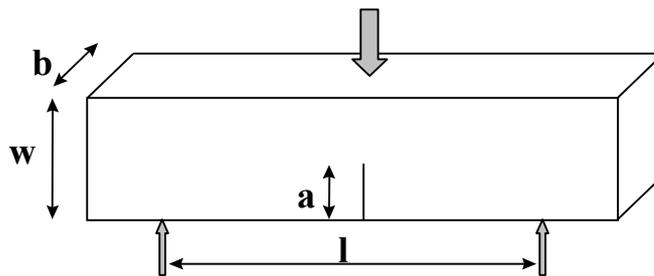


Figure 2.7 : Eprouvette de flexion entaillée utilisée en propagation de fissures.

La profondeur relative de l'entaille est représentée par le rapport a/w , variant dans cette étude entre 0,25 et 0,75.

2-2.2 Modules élastiques

Deux méthodes ont été utilisées pour déterminer le module d'Young E du plâtre pris, une méthode dynamique et une méthode statique :

- la mesure dynamique se base sur la progression d'ondes ultrasonores d'un émetteur vers un récepteur (capteurs piézoélectriques) en contact avec l'échantillon, et nécessite la connaissance des vitesses de propagation longitudinales et transversales des ondes dans l'échantillon. Les équations permettant de calculer le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν sont données par :

$$E = \frac{\rho(1+\nu)(1-2\nu)}{1-\nu} C_L^2 \quad (2.1)$$

$$\nu = \frac{2C_T^2 - C_L^2}{2(C_T^2 - C_L^2)} \quad (2.2)$$

avec : ρ masse volumique du matériau,

C_L et C_T vitesses longitudinale et transversale des ondes respectivement.

- la méthode statique consiste à mesurer la pente initiale de la courbe contrainte - déformation en flexion 4 points. La déformation entre les appuis supérieurs est uniforme et il est possible de déterminer une relation entre le module E et la flèche f de l'éprouvette :

$$E = \frac{(2l^2 + 2ll' - l'^2)(l - l')}{8b.w^3} \cdot \frac{F}{f} \quad (2.3)$$

avec : F force appliquée,
 l distance entre appuis inférieurs,
 l' distance entre appuis supérieurs,
 b épaisseur de l'éprouvette,
 w hauteur de l'éprouvette.

La machine d'essai utilisée est une presse Ibertest de capacité 10 kN, en asservissement de déplacement. La flèche de l'éprouvette est enregistrée par un capteur de déplacement LVDT Solartron de gamme de mesure ± 1 mm. Les essais sont réalisés à une vitesse de traverse de 1 mm.mn^{-1} . La distance entre appuis inférieurs est de 140 mm et entre appuis supérieurs de 40 mm. Les dimensions de l'éprouvette sont mesurées au niveau de la rupture après essai.

La faible tenue mécanique du plâtre pris peut entraîner un endommagement aux appuis (écrasement) lors d'un essai mécanique. Cet endommagement est souvent observé pour une charge de 10 N environ pour une éprouvette de $180 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$. La méthode statique est donc souvent moins précise pour déterminer les propriétés élastiques que la méthode ultrasonore qui ne crée pas d'endommagement.

2-2.3 Contrainte à la rupture et propagation de fissures

2-2.3.1 Flexion

Les contraintes à la rupture sont déterminées en flexion 4 points, en utilisant le même appareillage, les mêmes conditions d'essais et les mêmes éprouvettes que pour les modules élastiques. La contrainte est déterminée par la relation :

$$\sigma = \frac{3F(l - l')}{2b.w^2} \quad (2.4)$$

avec les mêmes notations que précédemment. La déformation est simplement donnée par :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} \quad (2.5)$$

Les essais de propagation de fissures sur des éprouvettes entaillées ont été réalisés en flexion 3 points sur une machine électro-mécanique Instron à contrôle par capteur de

déplacement. La distance entre appuis inférieurs est de 135 mm. La vitesse de déplacement du capteur de déplacement est choisie à $5 \mu\text{m.mn}^{-1}$ permettant un bon contrôle de la propagation, la fissure se propageant de l'entaille au fond de l'éprouvette en une heure environ. Les courbes K_R sont déterminées en calculant le facteur d'intensité de contrainte avec la relation :

$$K = \frac{3}{2} \cdot \frac{P.l}{b.w^2} \cdot \sqrt{a} \cdot Y \quad (2.6)$$

avec : P charge,

l distance entre appuis inférieurs,

e épaisseur de l'éprouvette,

h hauteur de l'éprouvette,

a longueur de la fissure,

Y facteur de forme de l'éprouvette.

Y est déterminé pour la flexion 3 points par la relation classique de Srawley [Sraw 76] :

$$Y(a) = \frac{1.99 - \frac{a}{w} \left(1 - \frac{a}{w}\right) \left(2.15 - 3.93 \frac{a}{w} + 2.7 \left(\frac{a}{w}\right)^2\right)}{\left(1 + 2 \frac{a}{w}\right) \left(1 - \frac{a}{w}\right)^{3/2}} \quad (2.7)$$

Une vidéocaméra est utilisée pour observer l'endommagement in-situ de l'éprouvette. Cependant, en raison du faible contraste des fissures sur les côtés de l'éprouvette, il est impossible de mesurer à chaque instant la longueur de fissure. En effet, il est très difficile d'avoir un bon état de surface des échantillons, le polissage entraînant un endommagement si le plâtre pris n'est pas imprégné de résine. La longueur de fissure est donc estimée par la méthode des complaisances, en utilisant la relation itérative de Tada [Tada 85] :

$$a_n = a_{n-1} + \frac{(w - a_{n-1})(C_n - C_{n-1})}{2 C_n} \quad (2.8)$$

avec : a_n longueur de fissure au cycle n, en supposant que des cycles de charge – décharge soient réalisés lors de l'essai,

C_n complaisance du matériau au cycle n.

Un dispositif de suivi d'émission acoustique a été utilisé afin de quantifier l'émission d'ondes élastiques émises par le matériau lors de la propagation de fissures (figure 2.8). Ce dispositif est constitué :

- d'un capteur piézo-électrique Brüel & Kjaer type 8313 (fréquence de résonance 200 kHz),
- d'un préamplificateur Brüel & Kjaer type 2637,
- d'un amplificateur Brüel & Kjaer type 2638 réglé sur 40 dB, en utilisant un filtre 200 kHz/ 2MHz,

- d'un compteur d'événements ($10V = 4096$ événements) fabriqué au laboratoire, possédant un seuil de détection réglable,
- d'un oscilloscope numérique à mémoire pour visualiser les signaux,
- d'une carte d'acquisition Euro Physical Acoustics couplée à un système d'analyse des signaux (logiciels MISTRAS et MI-TRA).

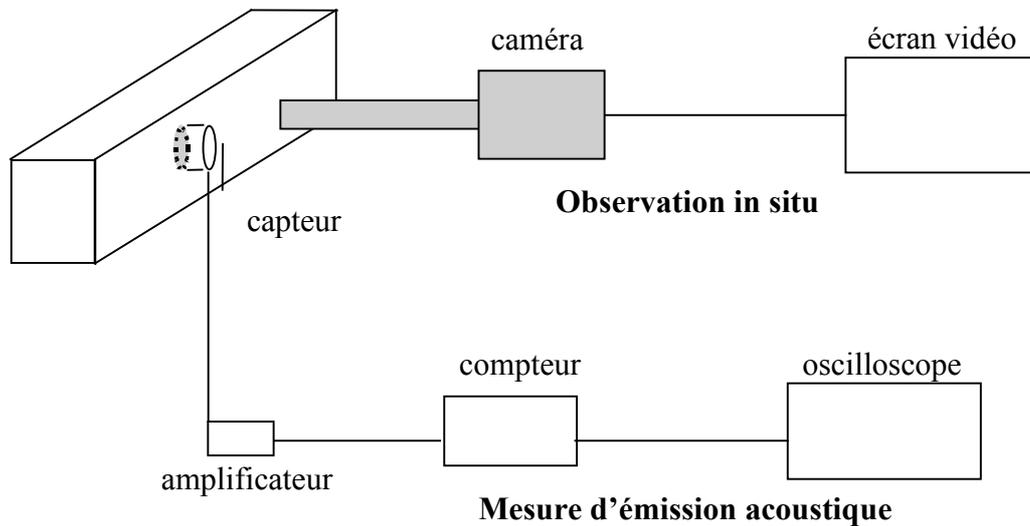


Figure 2.8 : Schéma d'acquisition d'émission acoustique et d'observation de la fissuration.

De la graisse silicone est placée sur le capteur afin de réaliser un couplage acoustique l'échantillon et le capteur piézoélectrique.

Des essais de flexion sur des éprouvettes $180 \times 40 \times 20 \text{ mm}^3$ non-entaillées ont été réalisés sur du plâtre saturé en eau (voir chapitre 5). Les conditions opératoires sont les mêmes qu'en propagation de fissures, la vitesse d'essai contrôlée par le déplacement du capteur LVDT varie entre $2 \mu\text{m.mn}^{-1}$ et 1 mm.mn^{-1} .

2-2.3.2 Traction compacte

La propagation de fissures dans le plâtre pris a également été étudiée en traction compacte (figure 2.9). Cette méthode permet l'obtention d'une mode d'ouverture de fissure proche du mode I (ouverture de fissure). Il n'y a pas d'interférences avec un appui comme en flexion 3 points. Les éprouvettes ont pour dimensions : $100 \times 100 \times 25 \text{ mm}^3$ et sont entaillées de la même manière que les éprouvettes de flexion. Les essais ont été réalisés sur la presse Ibertest en asservissement de déplacement. L'ouverture de fissure est mesurée directement par un extensomètre à couteaux. Les essais sont réalisés classiquement à une vitesse de traverse de $100 \mu\text{m.mn}^{-1}$.

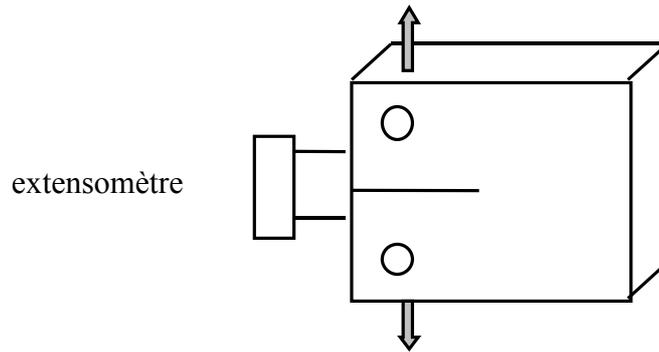


Figure 2.9 : Essais de traction compacte.

Le facteur d'intensité de contrainte est calculé avec la relation :

$$K = \frac{P_r}{bw^2} \cdot \sqrt{a} \cdot Y \quad (2.9)$$

avec les mêmes notations qu'en flexion, Y étant déterminé pour la traction compacte par [Sraw 76] :

$$Y(a) = \frac{\sqrt{\frac{a}{w}} \left(2 + \frac{a}{w} \right) \left(0.886 + 4.64 \frac{a}{w} - 13.32 \left(\frac{a}{w} \right)^2 + 14.72 \left(\frac{a}{w} \right)^3 - 5.6 \left(\frac{a}{w} \right)^4 \right)}{\left(1 - \frac{a}{w} \right)^{3/2}} \quad (2.10)$$

2-2.4 Frottement intérieur

Une technique classique pour étudier des mécanismes dissipatifs d'énergie est l'étude des pertes mécaniques. Ces pertes mécaniques, ou frottement intérieur, représentent le décalage entre la sollicitation et la réponse du matériau, traduisant la dissipation d'énergie.

Les sources de frottement intérieur sont des mouvements de défauts dans le solide. Selon l'amplitude de la sollicitation cyclique appliquée, différents défauts seront sollicités :

- pour une déformation très faible, des mouvements de défauts ponctuels,
- à des taux de déformation plus élevés, des mouvements de dislocations,
- pour des sollicitations plus fortes, des glissements entre cristaux.

Le principe de la mesure du frottement intérieur est la détermination de l'angle de déphasage φ entre la sollicitation et la réponse du matériau (ou plus généralement la tangente de cet angle, $\tan \varphi$). Une sollicitation cyclique est souvent utilisée, il s'agit d'un essai mécanique classique, mais limité à une faible gamme de déformation.

2-2.4.1 Mesures à basses fréquences, pendule de torsion inversé

Cette technique autorise une variation de la déformation de l'éprouvette dans une large gamme. Le pendule de torsion a été développé par le GEMPPM de l'INSA de Lyon [Etie 82] et est commercialisé par la société Métravib.

Une éprouvette parallélépipédique est serrée en ses extrémités par deux mors, l'un fixe (relié au bâti de la machine) et l'autre mobile, relié à une tige maintenue verticale (voir figure 2.10). Sur cette tige, se trouvent un miroir et deux barreaux de fer doux. Ces barreaux vont permettre la torsion cyclique de la tige sous l'action d'un champ de Helmholtz créé par des bobines magnétiques. Le courant dans les bobines est directement relié à l'effort donné à l'éprouvette. Le moment appliqué est donné par la relation :

$$M = \Gamma \cdot i \cdot m \quad (2.11)$$

avec : Γ constante,
 i courant des bobines,
 m moment magnétique de l'aimant.

La détermination du frottement intérieur est basée sur la méthode optique de Pogendorff : une lampe envoie un signal lumineux en direction du miroir fixé à la tige mobile. Ce signal est réfléchi sur deux photodiodes montées en soustraction. Lorsque l'échantillon va osciller, la lumière va se déplacer vers l'une puis l'autre des photodiodes et créer une tension sinusoïdale reliée à la déformation angulaire θ de l'échantillon (figure 2.11). Le calcul de la raideur est alors effectué avec la relation :

$$K = \frac{M^*}{\theta^*} = f \cdot G^* \quad (2.11)$$

avec : G^* module complexe de l'échantillon,
 f facteur de forme de l'échantillon, donné pour un échantillon parallélépipédique par :

$$f = \beta \frac{e^3 l}{L} \quad (2.12)$$

avec : L longueur,
 l largeur,
 e épaisseur,
 β fonction de e/l .

Connaissant M , θ et f , il est possible de déterminer G^* , module complexe, qui permet de connaître le module de cisaillement réel G_0 et $\tan \varphi$, car $\arg(G^*) = \varphi$.

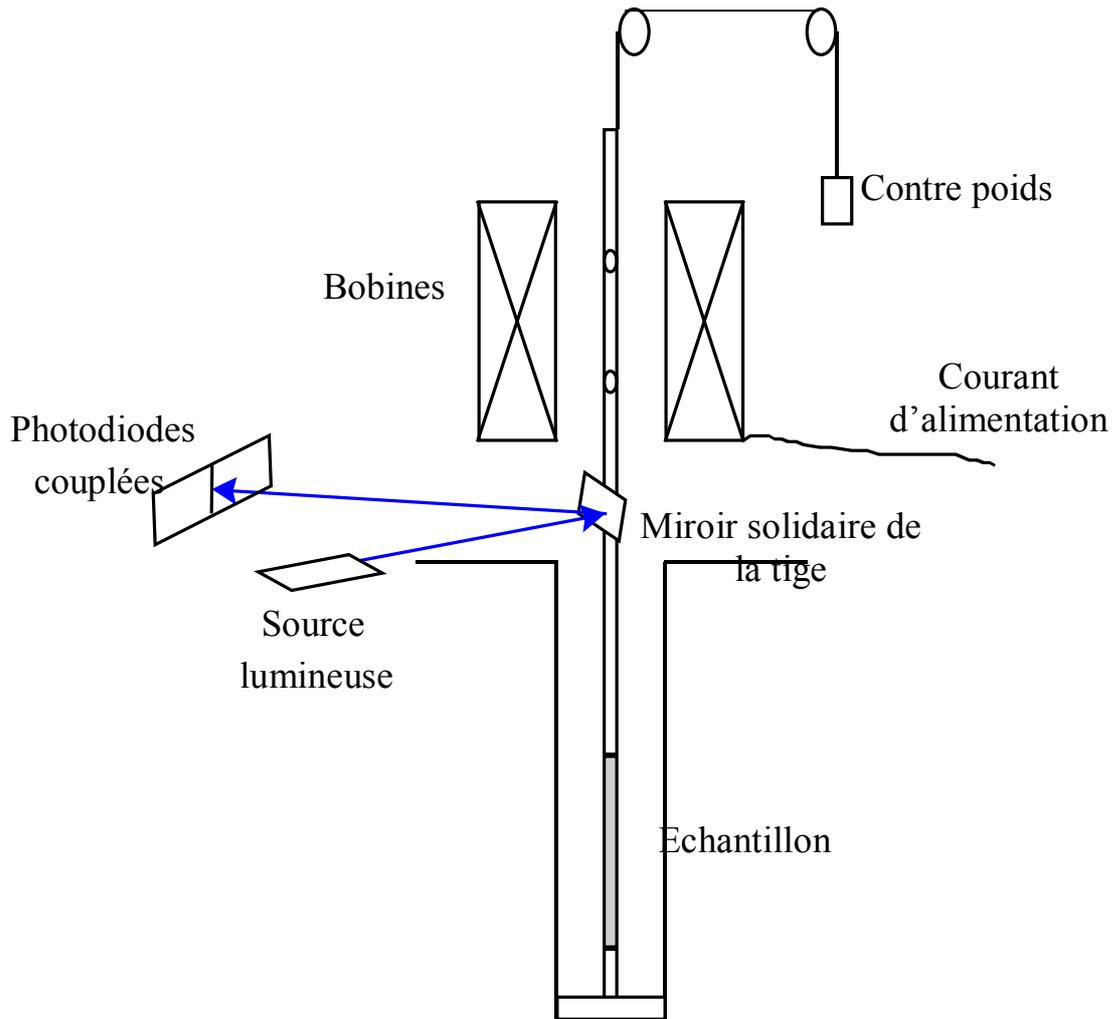


Figure 2.10 : Pendule de torsion, montage mécanique.

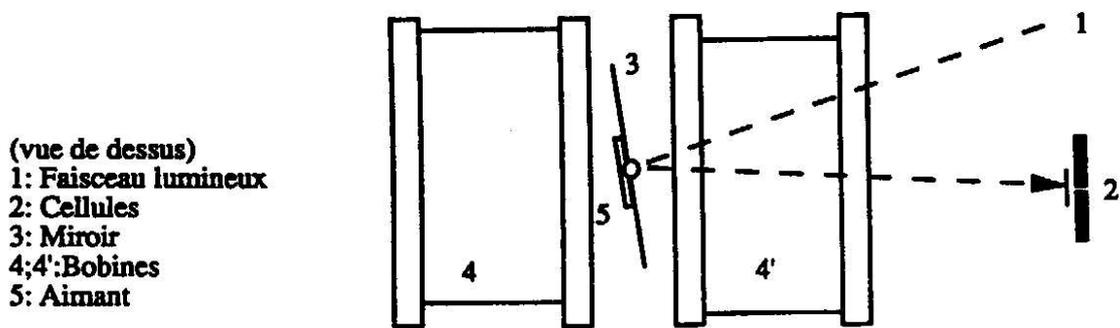


Figure 2.11 : Pendule de torsion, méthode de mesure de la déformation [Etié 82].

Plusieurs géométries d'éprouvettes ont été testées, avec une épaisseur constante de 2 mm. Il est apparu que la largeur et la longueur n'influaient que très légèrement sur les résultats, il semble toutefois intéressant de ne pas dépasser une longueur de 40 mm pour limiter les effets de serrage. Finalement, la géométrie retenue pour l'étude est une éprouvette avec une section centrale réduite afin de limiter les effets de mors. Elle est obtenue par moulage, sans aucun usinage ultérieur pouvant endommager le matériau.

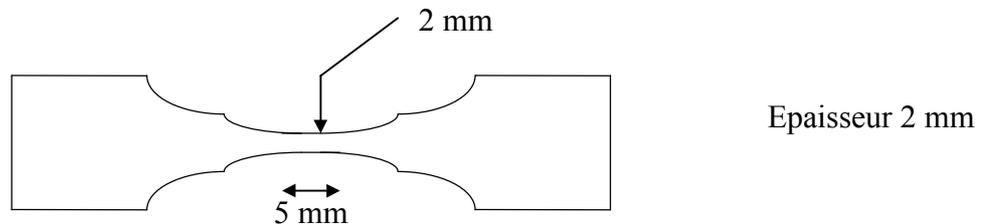


Figure 2.12 : Eprouvette à section réduite.

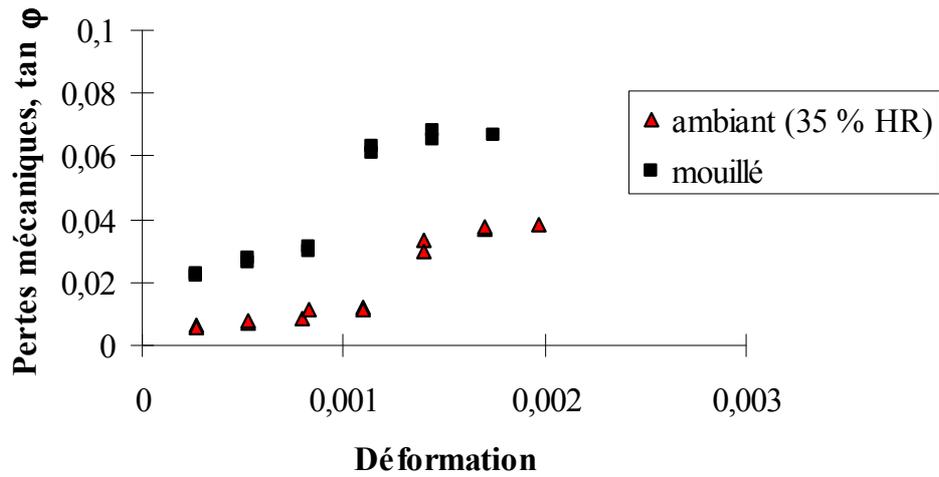
La technique de frottement intérieur est originale pour le plâtre pris. La fragilité de ce matériau nécessite une mise au point de la mesure, notamment de l'influence de la force de serrage, pour déterminer des valeurs caractéristiques du matériau. Les essais sur le pendule de torsion sont très délicats à mettre au point, car le serrage est le principal problème inhérent à l'étude du plâtre (une simple pression peut endommager l'éprouvette, augmentant énormément les valeurs de frottement intérieur). Cette difficulté expérimentale est impossible à éliminer car un renfort de l'éprouvette rendrait l'exploitation des résultats très difficile. Par contre, l'étude expérimentale nous a permis de repérer les conséquences de l'endommagement des mors et donc d'éviter de le prendre en compte (voir figure 2.13).

La figure 2.13 présente l'évolution du frottement intérieur mesuré au pendule de torsion, en fonction de l'amplitude de la sollicitation :

- dans le premier cas, un saut de frottement interne est enregistré en montée ou en descente de chargement, en milieu sec ou humide (a),
- la deuxième figure représente l'évolution du frottement interne après plusieurs montages et démontages de la même éprouvette dans une atmosphère de 35% HR. Le saut apparaît après plusieurs montages, traduisant un endommagement de la zone serrée par les mors (b).

Un dispositif de serrage permettant de régler la force de serrage par une vis a été mis au point (figure 2.14). Un serrage optimum permet d'enregistrer un minimum de pertes mécaniques : le jeu de serrage est réduit et aucun endommagement de l'éprouvette n'est produit, ces deux phénomènes entraînant une augmentation des pertes enregistrées.

a)



b)

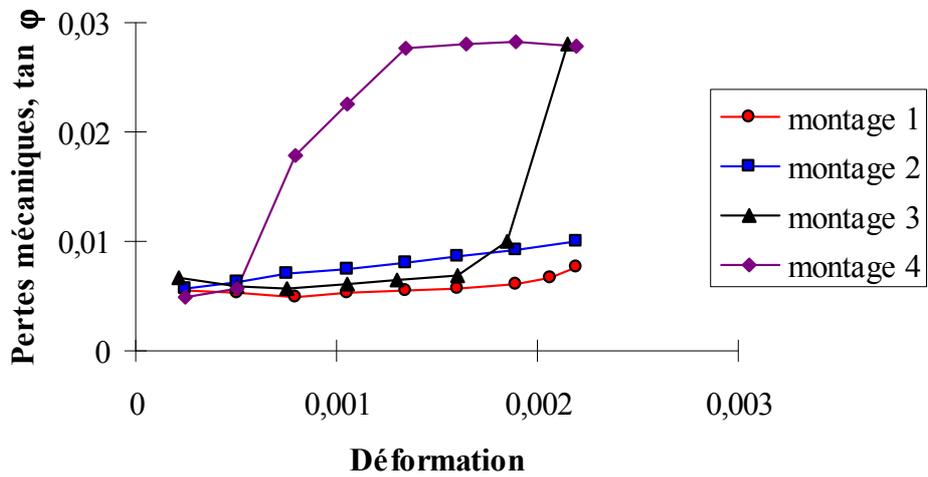


Figure 2.13 : Effet de l'endommagement des mors.

- a) mesures avec saut de pertes mécaniques en ambiance sèche et humide
 b) influence de plusieurs montages et démontages d'une même éprouvette.

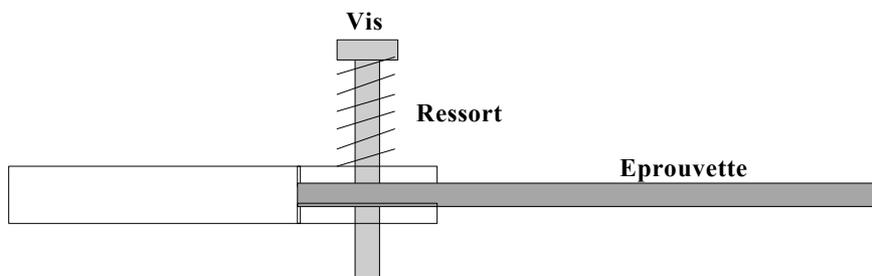


Figure 2.14 : Système de serrage des éprouvettes utilisé.

2-2.4.2 Mesure à moyennes fréquences

L'autre méthode expérimentale utilisée dans cette étude consiste à faire vibrer un échantillon en flexion transversale à sa fréquence de résonance. Celle-ci est souvent de l'ordre du kilohertz pour les éprouvettes utilisées. Elle est parfaitement complémentaire de la technique précédente, et a été également mise au point au laboratoire GEMPPM. Elle est similaire à l'anélasticimètre utilisé par Fantozzi [Fant 71]. Le principe de l'appareil de mesure est présenté dans la figure 2.15. Les échantillons sont de dimensions $40 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$ et sont élaborés en versant de la pâte de plâtre sur une plaque de verre et en passant un applicateur à peinture pour obtenir une couche de plâtre d'épaisseur 1 mm environ. Ils sont ensuite découpés à la taille voulue à l'aide d'une lame de rasoir.

L'échantillon est fixé par deux fils de tungstène aux nœuds de vibration transversale. La sollicitation est fournie par une différence de potentiel entre un capteur et l'éprouvette, qui constituent un condensateur plan. Afin que l'échantillon réponde à cette sollicitation, sa partie supérieure est métallisée avec de la laque d'argent. Une large gamme de fréquence est balayée (de quelques Hertz au Mégahertz) jusqu'à ce que la fréquence de résonance de l'échantillon soit atteinte (pic de résonance). Cette fréquence peut être estimée à partir de la relation 2.13.

$$f = \left(\frac{E}{0,946\rho T} \right)^{1/2} \cdot \frac{b^2}{L} \quad (2.13)$$

avec : E module d'Young,
 ρ densité,
 T facteur de forme de l'éprouvette,
 b épaisseur de l'éprouvette,
 L longueur de l'éprouvette.

La détermination du frottement intérieur utilise un signal à haute fréquence (50 MHz) généré par un oscillateur, servant d'onde porteuse pour moduler le signal émis par la vibration de l'échantillon. Le signal passe alors dans un démodulateur et peut être amplifié et filtré. A partir de la fréquence de résonance, de la largeur du pic à mi-hauteur, $\tan \varphi$ et E peuvent être connus en utilisant la relation 2.13 et en considérant que :

$$\tan \varphi = \frac{\Delta f}{\sqrt{3}f} \quad (2.14)$$

avec : Δf largeur à mi-hauteur du pic de résonance.

L'avantage de cette technique est sa très grande précision. Les effets de serrage de l'éprouvette sont très réduits car l'échantillon est maintenu par des fils dont la tension est facilement contrôlée par des ressorts. Les autres paramètres réglables sont principalement la tension continue appliquée entre le capteur et l'échantillon et la tension alternative de

sollicitation. Ces paramètres font varier l'amplitude du pic lors du balayage en fréquence, mais ils n'influent que très faiblement sur les valeurs de module et de frottement intérieur.

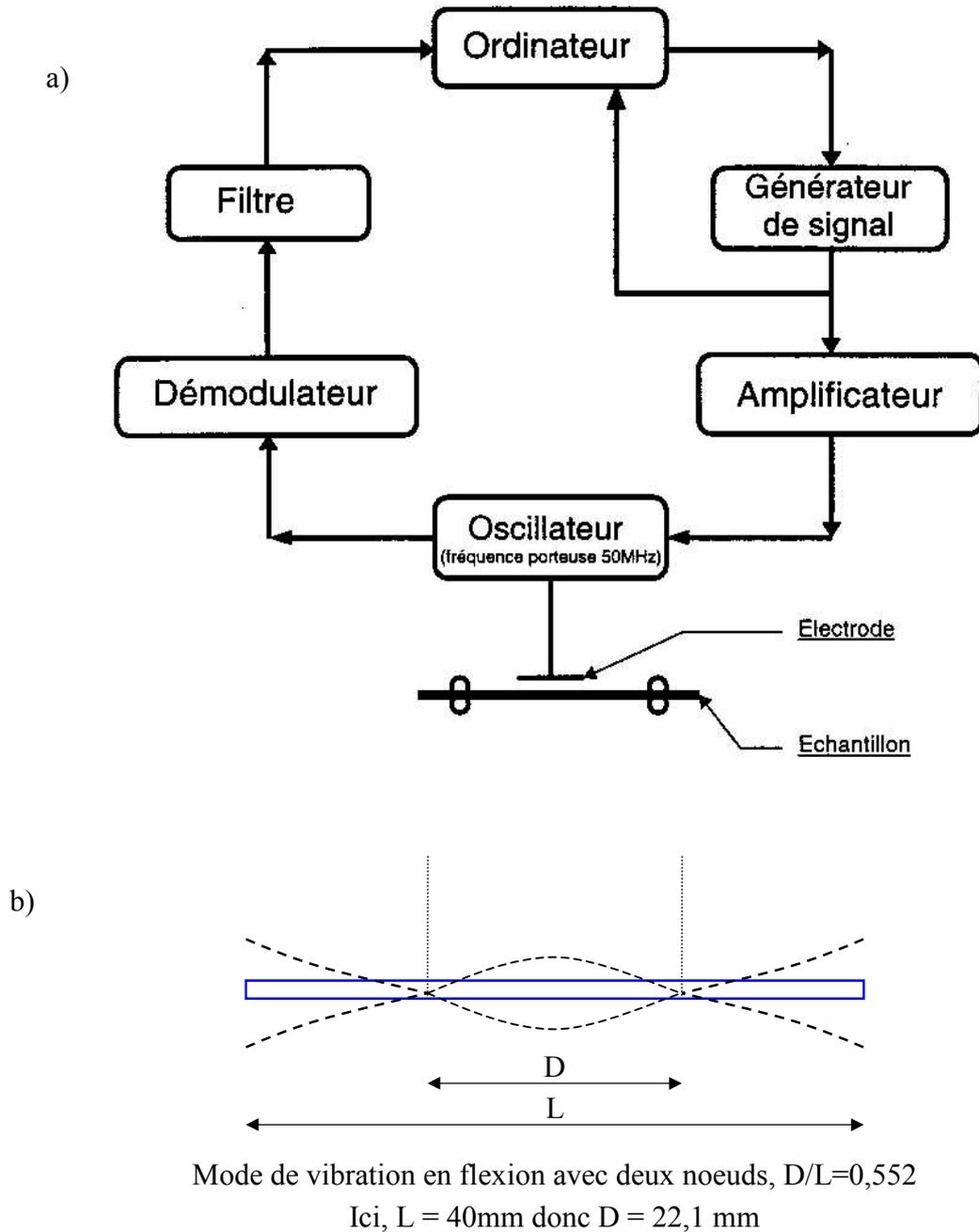


Figure 2.15 : Schéma de principe de l'essai à moyenne fréquence (a) et vibration de l'échantillon (b).

CHAPITRE 3 : RELATION MICROSTRUCTURE - PROPRIETES MECANIQUES DU PLATRE PRIS SEC

3-1 Comportement mécanique macroscopique

3-1.1 Nuance de référence

3-1.2 Influence de la porosité

3-1.3 Influence de la cristallisation à porosité fixée

3-2 Modélisation de la microstructure et des propriétés élastiques

3-2.1 Approche analytique

3-2.2 Approche numérique

3-3 Conclusion

Ce chapitre traite des caractéristiques mécaniques macroscopiques mesurées expérimentalement sur les différentes nuances de plâtre pris étudiées (voir chapitre 2). De très grandes variations de propriétés sont enregistrées en fonction de la porosité et, à porosité identique, en fonction de la cristallisation.

La caractérisation de la microstructure n'est actuellement pas assez poussée pour expliquer les différences expérimentales. Une première approche de modélisation analytique du plâtre pris est présentée, mais reste trop limitée pour expliquer l'influence de la porosité sur les propriétés mécaniques et les différences de comportement à porosité donnée. Une approche numérique, totalement novatrice dans le domaine du plâtre, est utilisée pour décrire la microstructure et calculer les propriétés élastiques à l'aide d'un modèle d'éléments finis. La corrélation avec les résultats expérimentaux est très bonne en fonction de la porosité et de la cristallisation.

La méthode des éléments finis permet également de montrer la très grande hétérogénéité du champ de contrainte dans la microstructure, ce qui va influencer les propriétés à la rupture (chapitre 4). Les modèles numériques permettent également d'apporter des informations sur l'étude des propriétés mécaniques du plâtre humide, qui constituera le dernier chapitre de cette thèse (chapitre 5).

3-1 Comportement mécanique macroscopique

3-1.1 Nuance de référence

Une courbe charge – déflexion d'un essai de flexion 4 points, en condition ambiante (23°C et 50 % HR) sur la nuance de référence est présentée dans la figure 3.1.

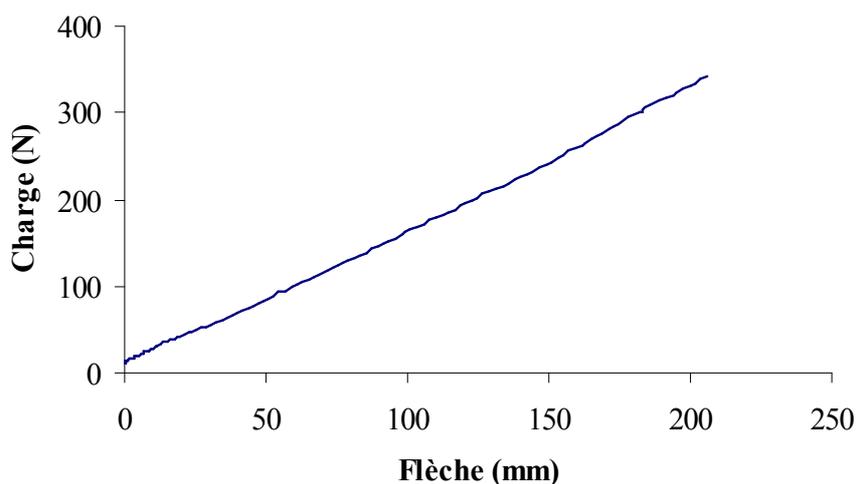


Figure 3.1 : Loi de comportement de la nuance de référence en flexion 4 points, éprouvettes $180 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$, vitesse de traverse 1 mm.mn^{-1} .

Le module d'Young calculé à partir de ce type d'essai (méthode statique) est de 3,7 GPa (dispersion de 10 % environ). La contrainte à la rupture moyenne est de 3,2 MPa, avec une dispersion sur les résultats de 10 % également.

Le module d'Young déterminé par ultrasons sur les mêmes éprouvettes est de 5,0 GPa (dispersion 5%). Une valeur supérieure à la méthode statique était attendue, car aucun endommagement de l'éprouvette n'est créée avec la méthode dynamique (voir chapitre 2). Ceci confirme que cette méthode est plus précise que la méthode statique pour déterminer les propriétés élastiques.

3-1.2 Influence de la porosité

L'évolution du module d'Young, déterminé par les méthodes statique et dynamique, en fonction de la porosité est présentée dans la figure 3.2, pour des plâtres gâchés à E/P variant de 0,4 à 1.

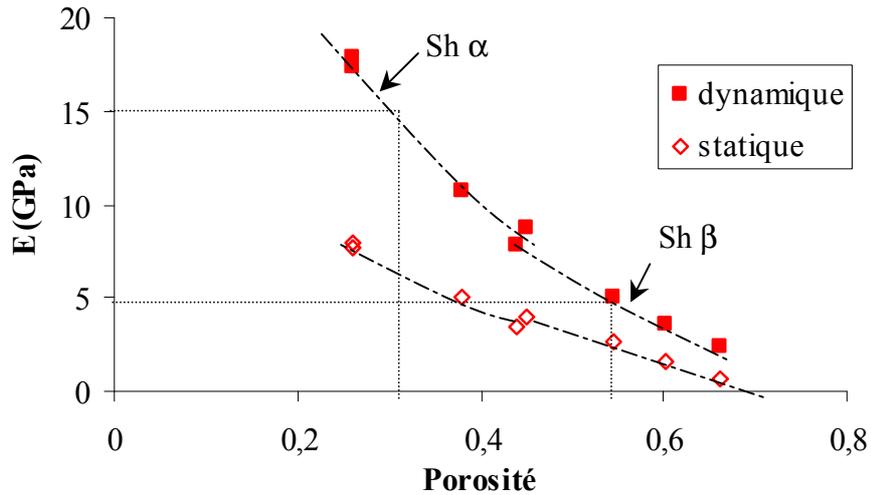


Figure 3.2 : Evolution du module E déterminé par méthode statique et dynamique pour des plâtres pris de différentes porosités. Sh signifie semihydrate.

Une diminution rapide du module d'Young avec la porosité totale est enregistrée. Un plâtre gâché à $E/P = 0,4$ à partir de semihydrate α (porosité totale 30 %) présente un module trois fois plus important qu'un plâtre gâché à $E/P = 0,8$ à partir de semihydrate β (nuance de référence, porosité totale 55 %, voir les droites en pointillées sur la figure 3.2). Une légère différence de propriétés est observée pour les plâtres gâchés à $E/P = 0,6$ (45 % de porosité environ) à partir de semihydrates α et β . Les contraintes à la rupture pour ces mêmes nuances sont présentées dans la figure 3.3.

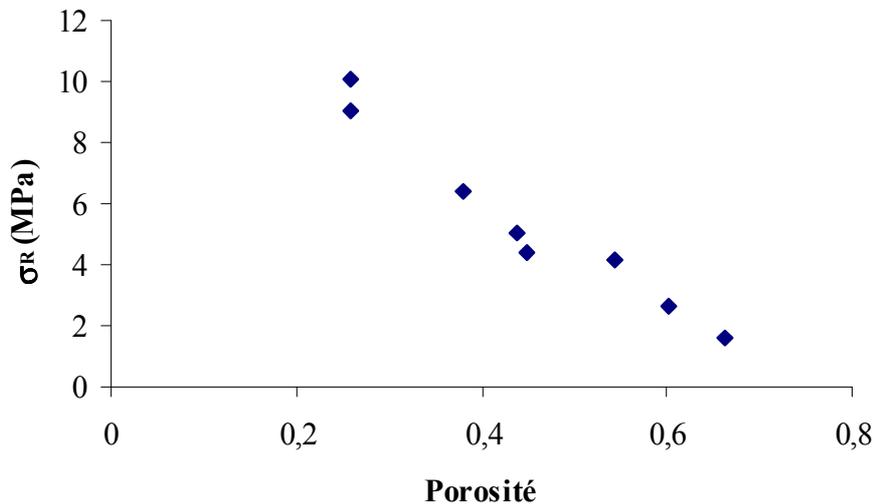


Figure 3.3 : Evolution de la contrainte à la rupture σ_R en flexion 4 points pour des plâtres pris de différentes porosités.

L'évolution est sensiblement la même que pour les modules élastiques. La porosité est le paramètre de microstructure le plus influent sur les propriétés mécaniques.

3-1.3 Influence de la cristallisation à porosité fixée

Les trois nuances, de référence, avec ajout de gypse broyé, et gâchée à 70°C sont comparées suivant leur module d'Young et leur contrainte à la rupture (dispersion 10 % pour les deux paramètres) dans la figure 3.4. Les nuances sont classées selon une taille croissante de cristaux (longueur des cristaux avec ajout de gypse broyé : 10 μm , nuance de référence : 20 μm , et gâché à 70°C : 55 μm).

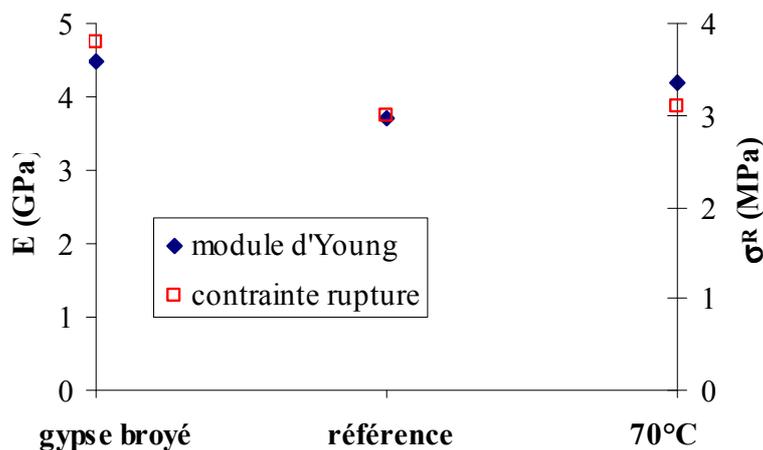


Figure 3.4 : Evolution du module d'Young et de la contrainte à la rupture en flexion 4 points pour des plâtres gâchés à $E/P = 0,8$. Echelle arbitraire en abscisse.

A porosité identique, des variations nettes des propriétés mécaniques sont observées, avec des écarts de plus de 20 % selon les conditions de gâchage. Ces résultats confirment ceux de Dany [Dany 95], qui avait également observé cette courbe avec un minimum lorsque les nuances sont classées avec une taille de cristaux croissante. Ce résultat s'oppose à l'hypothèse très répandue et citée notamment par Murat [Mura 74] que des petits cristaux améliorent les propriétés mécaniques. La réalité est plus complexe et une description de l'enchevêtrement des cristaux, de la répartition des pores macroscopiques et des liaisons intercrystallines est nécessaire pour différencier les microstructures.

Le plâtre gâché avec un ajout d'acide citrique (retardateur de prise classique dans l'industrie) est étudié séparément et comparé à la nuance de référence. Les valeurs expérimentales du module E et de σ_R sont présentées dans le tableau 3.1.

	E (GPa)	σ_R (MPa)
Nuance de référence	3,7 <i>0,4</i>	3 <i>0,3</i>
0,25 % d'acide citrique	1,3 <i>0,3</i>	1 <i>0,2</i>

Tableau 3.1 : Module d'Young (méthode statique) et contrainte à la rupture pour la nuance de référence et pour un ajout d'acide citrique, à $E/P = 0,8$. L'écart type est noté en italique.

Une diminution très nette des propriétés est enregistrée par rapport à la nuance de référence. Ce résultat est connu depuis longtemps : l'acide citrique est néfaste à la tenue mécanique du plâtre pris, l'augmentation de sa concentration dégradant encore plus le matériau. Ce comportement est relié à la modification du faciès des cristaux, dont le facteur de forme diminue avec la concentration d'adjuvant, limitant ainsi l'enchevêtrement.

Une étude sur l'assemblage d'ellipses en 3D [Garb 95] a permis de remarquer que le facteur de forme des ellipses influence énormément sur le seuil de percolation (voir figure 3.5a). Un système constitué d'ellipses très élancées va percoler à de faibles fractions de solide. Cela implique **qu'à une porosité donnée, en considérant une liaison identique, un matériau avec des aiguilles très fines aura des propriétés mécaniques plus élevées qu'un matériau constitué d'aiguilles moins élancées** (figure 3.5b).

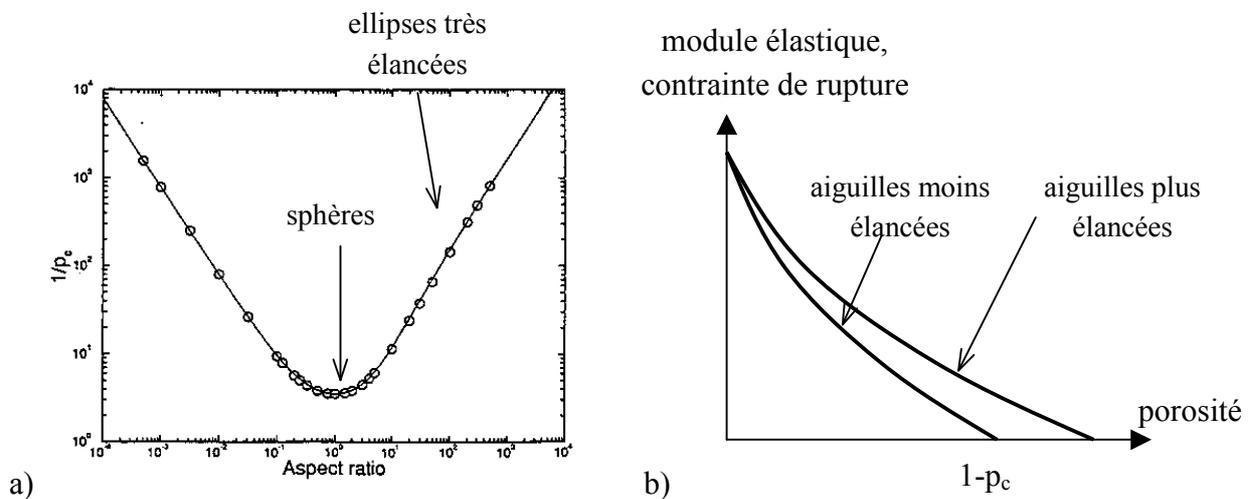


Figure 3.5 : a) influence du facteur de forme d'ellipses sur la fraction volumique de solide au seuil de percolation (p_c) en 3D [Garb 95] et b) conséquence sur l'évolution des propriétés d'un enchevêtrement d'aiguilles de facteurs de forme différents en fonction de la porosité.

L'application de cette conclusion au cas de l'acide citrique est évidente : les cristaux de gypse étant moins élancés que dans de conditions normales de gâchage, les propriétés mécaniques seront plus faibles. Le seuil de percolation est d'environ 9% de phase solide pour des ellipses de facteur de forme 10 (comme pour les cristaux de la nuance de référence). Le seuil de percolation est d'environ 28% avec un facteur de forme de 2 (proche de celui des cristaux de la nuance gâchée avec acide citrique). Il est également possible que l'acide citrique se dépose aux interfaces et modifie la liaison intercrystalline, provoquant une diminution supplémentaire des propriétés mécaniques.

3-2 Modélisation de la microstructure et des propriétés élastiques

Les différences de tenue mécanique entre nuances de plâtre pris sont connues depuis longtemps [Soro 68] et certains paramètres simples, comme le facteur de forme des cristaux peuvent expliquer les différences de comportement. Toutefois, la prise en compte de tous les éléments de la microstructure n'a jamais encore été effectuée.

3-2.1 Approche analytique

3-2.1.1 Evolution des modules élastiques avec la porosité

Les descriptions de l'évolution du module d'Young avec la porosité du plâtre pris disponibles dans la littérature sont des courbes de tendance, ajustant au mieux les résultats expérimentaux (voir partie 1-3.1). Le module extrapolé à porosité nulle (paramètre E_0 dans les équations 1.2) est très variable selon les études et ne correspond pas aux propriétés élastiques du monocristal de gypse.

Les propriétés élastiques du cristal de gypse sont pourtant connues avec précision, elles ont été déterminées par une méthode ultrasonore par Haussühl [Haus 60]. Le gypse étant un cristal monoclinique, treize composantes indépendantes sont nécessaires pour décrire entièrement son tenseur élastique C_{ijkl} , permettant de connaître la totalité des propriétés élastiques.

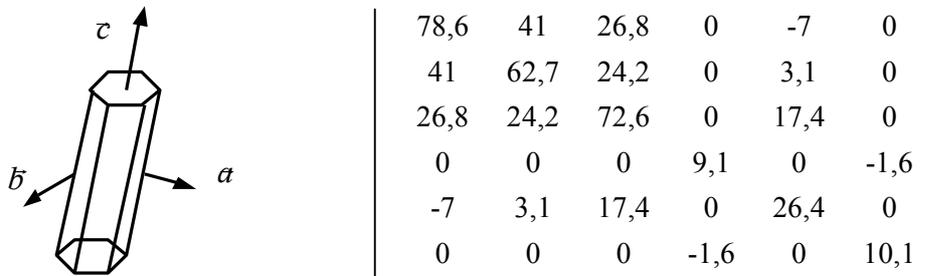


Figure 3.6 : Tenseur élastique C_{ijkl} du cristal de gypse (GPa) dans la maille de DeJong et Bouman [Haus 60].

L'homogénéisation des propriétés d'un monocristal pour estimer les propriétés d'un polycristal isotrope sans porosité est décrite par de nombreux auteurs [Watt 80][Torq 91]. Les approches par bornes sont dans ce cas couramment utilisées. Nous resterons ici toujours dans le cadre de l'élasticité linéaire et isotrope, deux composantes indépendantes sont alors nécessaires pour décrire toutes les propriétés élastiques.

Watt a calculé les bornes de Voigt et Reuss et celles d'Hashin – Strikman pour les modules de compressibilité K et de cisaillement G du gypse [Watt 80]. Le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν sont reliés à K et à G en élasticité isotrope d'après les relations :

$$K = \frac{E}{3(1-2\nu)} \quad (3.1)$$

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (3.2)$$

Le tableau 3.2 présente les bornes des modules élastiques d'un polycristal de gypse sans porosité.

Bornes	K (GPa)	G (GPa)	E (GPa)	ν
Reuss	41,2	13,1	35,5	0,36
Hashin–Strikman inférieure	42,2	14,4	38,8	0,35
Hashin–Strikman supérieure	43,1	15,6	41,8	0,34
Voigt	44,2	17,3	45,9	0,33
<i>Moyenne Voigt-Reuss-Hill</i>	<i>42,7</i>	<i>15,2</i>	<i>40,8</i>	<i>0,34</i>

Tableau 3.2 : Estimation des propriétés élastiques d'un assemblage de cristaux de gypse sans porosité, approche par bornes [Watt 80].

La moyenne de Voigt-Reuss-Hill (moyenne arithmétique des bornes de Voigt et Reuss) est comprise dans les bornes d'Hashin–Strikman, elle est utilisée comme valeur moyenne d'un polycristal de gypse à porosité nulle. Afin de modéliser la décroissance du module d'Young du plâtre pris lorsque la porosité augmente, une loi représentant l'influence de la porosité doit être déterminée. L'approche par bornes n'est dans ce cas plus intéressante (borne inférieure proche de zéro) et il est nécessaire d'utiliser une approche d'homogénéisation.

Une des caractéristiques du plâtre pris est sa très forte porosité, pouvant varier dans une très large gamme (de 20% à 70%). Les modèles d'homogénéisation décrits dans la littérature sont généralement appliqués pour des taux inférieurs à 40%. Un modèle développé par Ramakrishnan pour de plus fortes porosités décrit l'évolution des modules par la relation 3.3 [Rama 90].

$$\frac{M_e}{M_0} = \frac{(1-p)^2}{(1+\kappa_M \cdot p)} \quad (3.3)$$

avec : κ_M coefficient variable selon le module élastique considéré. Pour le module d'Young :

$$K_E = 2 - 3\nu_0 \quad (3.4)$$

Le coefficient de Poisson suit la loi :

$$v_e = \frac{1}{4} \cdot \frac{(4v_0 + 3p - 7v_0p)}{(1 + 2p - 3v_0p)} \quad (3.5)$$

En prenant comme valeur de E_0 et de v_0 , les moyennes de Voigt-Reuss-Hill du gypse (tableau 3.2), il est possible de suivre l'évolution du module d'Young en fonction de la porosité et de comparer le modèle aux valeurs expérimentales (figure 3.7).

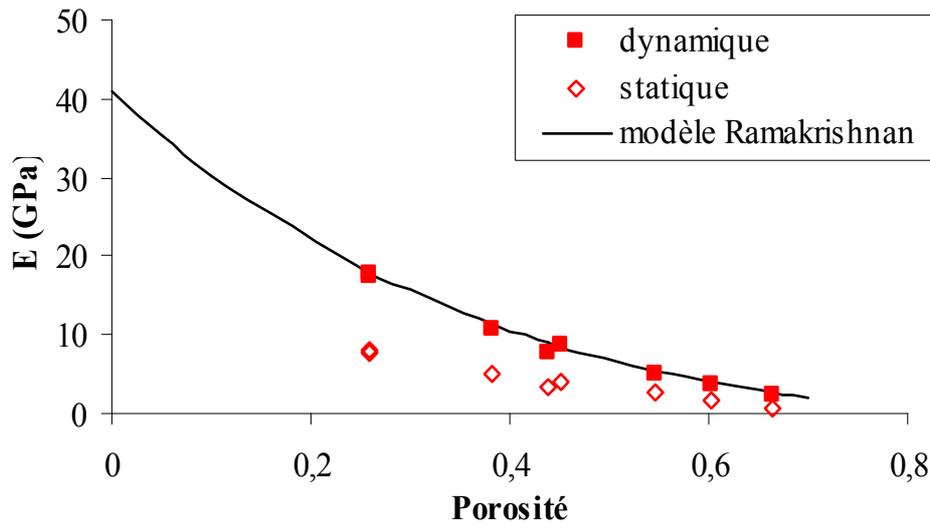


Figure 3.7 : Evolution du module d'Young E du plâtre en fonction de la porosité, estimation par la méthode de Ramakrishnan [Rama 90].

La correspondance est très bonne, particulièrement avec les modules déterminés par mesure dynamique, et ce sur la totalité de la gamme de porosité testée. La relation 3.6 représente assez fidèlement la courbe modèle :

$$\frac{E}{E_0} = \frac{(1-p)^2}{1+p} \quad (3.6)$$

La description des propriétés élastiques du plâtre pris en fonction de la densité a été très nettement améliorée par rapport aux modèles précédents, valables uniquement pour une gamme de porosité (voir 1-3.1.1). Ici, la valeur à porosité nulle a un sens physique, elle est bien caractéristique du cristal de gypse. Par contre, le modèle de Ramakrishnan, représente la microstructure par un assemblage de motifs élémentaires constitué d'une coque et d'un renfort. Dans l'application au plâtre pris, la coque est formée de gypse et le renfort est un pore. Cette représentation n'est pas du tout caractéristique du matériau où les phases solides et poreuses s'enchevêtrent et percolent toutes les deux en 3D.

Un autre inconvénient de cette méthode est de ne tenir compte que de la porosité totale. Ce paramètre n'est pas suffisant pour expliquer la dépendance de E avec la cristallisation à densité fixée, d'autres paramètres descriptifs de la microstructure du matériau doivent être considérés.

3-2.1.2 Description du matériau par un modèle booléen

Les contacts entre cristaux de gypse ont été identifiés comme gouvernant le comportement à la rupture (rupture par déchaussement des cristaux). L'aire totale de contact par unité de volume apparent peut s'écrire :

$$A_{totale} = A.N_v \quad (3.7)$$

avec : N_v nombre de contacts par unité de volume,
 A aire moyenne des contacts.

L'estimation de ces deux paramètres est possible en modélisant le matériau :

- la stéréologie permet de connaître, à partir de réseaux formés de cristaux d'une forme donnée, l'aire moyenne des contacts entre ces cristaux [Unde 70],
- un modèle de reconstruction de microstructure (type morphologie mathématique [Serr 82]) peut donner une valeur approchée du nombre de contacts par unité de volume.

Le nombre de contacts par unité de volume a déjà été estimé pour le plâtre pris [Conj 84], en utilisant un modèle booléen [Mile 76]. Le principe du modèle est d'implémenter au hasard des points dans un volume puis d'associer à ces points un cristal de forme rectangulaire, orienté aléatoirement et pouvant librement se superposer (figure 3.8).

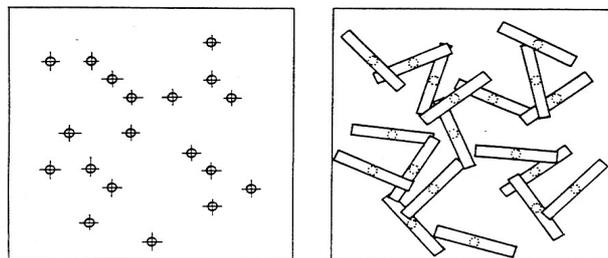


Figure 3.8 : Cristaux de gypse répartis selon un modèle booléen en 2D.

Le nombre théorique de contacts par unité de volume apparent est donné par :

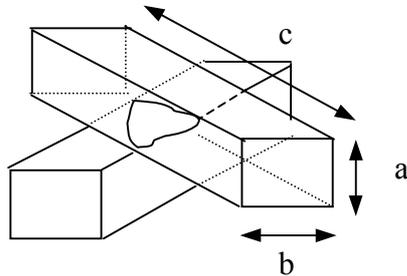
$$N_v = p.\theta \left[1 - \frac{\theta}{2}(a + b + c)(ab + ac + bc) + \frac{\pi\theta^2}{48}(ab + ac + bc)^3 \right] \quad (3.8)$$

avec : a, b et c longueur, largeur et épaisseur des cristaux,
 p porosité,
 θ défini par :

$$\theta = \frac{\log(1/p)}{abc} \quad (3.9)$$

En considérant le plâtre pris comme un empilement aléatoire

d'objets de géométrie donnée, l'aire moyenne des contacts peut être estimée grâce à la stéréologie [Unde 70]. La taille des cristaux est de $25 \times 3 \times 2 \mu\text{m}^3$ (nuance de référence), le cristal est simulé par un parallélépipède rectangle. L'aire A de contact est d'environ $10 \mu\text{m}^2$ pour cette géométrie.



Aire de contact :

$$\frac{2a.b.c}{a+b+c} \quad (3.10)$$

Figure 3.9 : Exemple de contact entre cristaux parallélépipédiques.
Estimation de l'aire de contact [Unde 70]

L'influence de la porosité des plâtres pris (partie 3-1.2) est décrite par le paramètre N_V , le nombre de contacts de cristaux par unité de volume. Les cristaux de gypse des plâtres gâchés à partir de semihydrates α et β ayant une morphologie proche, l'aire de contact entre cristaux est considérée comme constante dans les gammes de porosité étudiées ici. L'évolution de N_V avec la porosité p est représentée dans la figure 3.10, pour des cristaux de dimensions $25 \times 2,5 \times 2,5 \mu\text{m}^3$. Pour des porosités très faibles, les conditions de contact entre cristaux sont modifiées et l'équation 3.8 n'est plus valable.

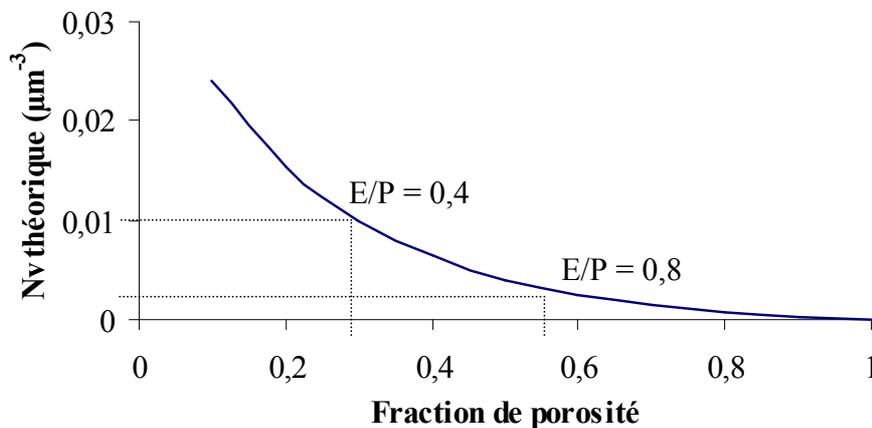


Figure 3.10 : Effet de la porosité sur le nombre de contacts par unité de volume du modèle booléen 3D.

L'évolution générale du nombre de contacts par unité de volume avec la porosité est proche de celle du module d'Young ou de la contrainte à la rupture (figure 1.23). Un facteur 3 sur la densité de cristaux est retrouvé entre les nuances gâchées à E/P égal à 0,4 et 0,8 (droites en pointillés), comme pour le module d'Young et la contrainte à la rupture. La description du plâtre pris par un modèle booléen simple permet donc de suivre l'évolution des propriétés mécaniques avec la porosité totale.

L'influence de la cristallisation à porosité identique (partie 3-1.3) est décrite par l'aire totale de contact A_{totale} (voir équation 3.7). Le calcul de cette aire totale de contact a été appliqué aux nuances gâchées à $E/P = 0,8$ dans différentes conditions. Les résultats sont présentés dans le tableau 3.3, avec les dimensions moyennes des cristaux de gypse pour les trois nuances (les paramètres géométriques sont tirés du chapitre 2).

Nuances	Longueur (μm)	Largeur (μm)	Epaisseur (μm)	A (μm^2)	N_V (μm^{-3})	A_{totale} (μm^{-1})
0,025% gypse broyé	10	1,25	0,75	2	0,12	0,24
23°C référence	25	3	2	10	0,015	0,15
70°C	54	9,5	5,5	100	0,0005	0,05

Tableau 3.3 : Estimation de l'aire totale des contacts, pour les nuances de cristallisations différentes gâchées à $E/P = 0,8$. Modèle booléen constitué de cristaux parallélépipédiques.

Il n'apparaît pas d'évolution avec un minimum avec une taille croissante de cristaux pour le produit $A \cdot N_V$ comme le donnent les essais mécaniques (figure 3.4). En réalité, les incertitudes sur le calcul de l'aire moyenne de contact et sur l'estimation du nombre moyen de contacts par unité de volume (une variation de $1 \mu\text{m}$ sur l'épaisseur ou la largeur des cristaux peut jouer d'un facteur 2 sur la valeur de A_{totale}) rendent toute interprétation impossible. Les cristaux ne sont pas de forme parallélépipédique, ce qui limite la validité de l'approche utilisée. De plus, l'observation des faciès de rupture au MEB permet de remarquer que le matériau est souvent constitué d'amas de cristaux (figure 2.1), plutôt que d'aiguilles enchevêtrées comme dans un modèle booléen. L'hypothèse d'une répartition aléatoire des cristaux, utilisée dans ce modèle, ne correspond donc pas vraiment à la microstructure réelle du plâtre pris.

Une amélioration de la description de la microstructure a été effectuée par Monnaie [Monn 99]. Il a étudié les trois nuances présentant des cristallisations différentes à porosité identique (référence, ajout de gypse broyé, gâché à haute température). Cette dernière microstructure semble être décrite par un modèle booléen simple, suite à sa meilleure homogénéité (voir figure 2.5). Pour les autres nuances, le motif élémentaire est plus complexe qu'un simple parallélépipède rectangle. Des motifs de forme parallélépipédique, mais de tailles variables, ont été utilisés, permettant de décrire la nuance de référence, mais pas la nuance avec ajout de gypse broyé. La morphologie mathématique ne permet pas de représenter facilement la microstructure du plâtre pris. Il paraît notamment nécessaire de trouver des paramètres décrivant mathématiquement l'enchevêtrement des cristaux, comme la fonction de corrélation qui représente la probabilité de trouver deux points espacés d'une distance donnée dans une même phase. Une description plus précise des fonctions de corrélation et de leurs applications sur des matériaux hétérogènes est présentée en annexe 2.

3-2.2 Approche numérique

3-2.2.1 Notions préliminaires

Une approche numérique de modélisation a été appliquée au plâtre pris afin d'améliorer la description du matériau par rapport aux approches analytiques (partie 3-2.1). Le travail développé dans cette partie a été réalisé pendant 6 mois de détachement au National Institute of Science and Technology (NIST), Etats-Unis. Une publication présente les principaux résultats de ce travail [Meil 01a]. Les logiciels utilisés permettent de déterminer des propriétés élastiques de modèles 2D ou 3D par la méthode des éléments finis, en appliquant une déformation aux bords de modèles représentatifs d'une microstructure donnée.

Les modèles sont des images digitales, constituées de pixels. Les coordonnées des pixels sont connues, ainsi que la phase associée à chacun. Les images numériques les plus simples sont celles obtenues au MEB. Les images des sections polies sont, par exemple, constituées de pixels blancs représentant le gypse et de pixels noirs représentant la porosité (figure 2.2). Dans ce cas, connaissant le module élastique de la phase solide, il est possible de déterminer les propriétés élastiques du matériau à partir de l'image par la méthode des éléments finis, en considérant chaque pixel comme un élément de maillage. Pour utiliser les logiciels, il est nécessaire de connaître le principe général de la méthode des éléments finis et de son application à des images numériques. L'annexe 3 est un aperçu du manuel d'utilisation des programmes, accessible sur le site <http://ciks.cbt.nist.gov/garboczi> [Garb 98].

La connaissance des propriétés élastiques du cristal de gypse est nécessaire pour utiliser le logiciel d'éléments finis. Le tenseur élastique du cristal de gypse est anisotrope (figure 3.6), mais pour simuler des contacts entre cristaux, il est plus simple de faire l'hypothèse d'un tenseur isotrope, car l'orientation cristalline dans les zones de contact est très difficile à connaître.

L'approche numérique permet de moyenniser le tenseur élastique différemment d'une approche par bornes. L'opération est réalisée sur la méthode de Johnson et Wenk [John 86] : le tenseur C_{ijkl} est multiplié par des matrices de rotation autour des angles d'Euler ϕ_1 , ϕ_2 et Φ , puis on intègre ces angles pour décrire l'espace 3D. Le tenseur élastique isotrope ainsi déterminé ne contient que deux composantes indépendantes, les modules de compressibilité et de cisaillement :

$$\begin{cases} K = 44,2 \text{ GPa} \\ G = 17,2 \text{ GPa} \end{cases}$$

ou, en considérant le module d'Young et le coefficient de Poisson :

$$\begin{cases} E = 45,7 \text{ GPa} \\ \nu = 0,33 \end{cases}$$

Les valeurs déterminées correspondent aux bornes de Voigt (voir tableau 3.2). Elles seront utilisées pour les calculs de ce chapitre.

Les premiers modèles de la microstructure du plâtre pris développés dans ce travail sont en 2D. Il est donc nécessaire de connaître les propriétés élastiques dans ce cas là. Si le tenseur élastique est considéré comme isotrope, les modules en 2D sont déterminés directement à partir de ceux en 3D. Pour cela il est nécessaire de faire des hypothèses, en se plaçant en contraintes ou en déformation planes. Au départ, l'hypothèse des *déformations planes* ($\epsilon_{zz} = 0$) est retenue, car représentative d'éléments épais, comme les échantillons de plâtre pris. Les relations entre 2D et 3D dans ce cas sont données par [Thor 92][Eisc 93] :

$$k = K + \frac{G}{3} \quad (3.11)$$

$$g = G \quad (3.12)$$

avec : k et g modules de compressibilité et de cisaillement en 2D,
K et G modules de compressibilité et de cisaillement en 3D.

Avec les modules 3D mesurés précédemment, les modules en 2D déformations planes sont donnés par :

$$\begin{cases} k = 50,3 \text{ GPa} \\ g = 17,2 \text{ GPa} \end{cases} \quad \begin{cases} E = 51,3 \text{ GPa} \\ \nu = 0,49 \end{cases}$$

Le cas des *contraintes planes* ($\sigma_{zz} = 0$) n'est utilisé qu'à la fin de ce chapitre :

$$k = \frac{9KG}{3K + 4G} \quad (3.13)$$

$$g = G \quad (3.14)$$

(mêmes conventions que pour les déformations planes)

Les modules en 2D contraintes planes sont données par :

$$\begin{cases} k = 34 \text{ GPa} \\ g = 17,2 \text{ GPa} \end{cases} \quad \begin{cases} E = 45,7 \text{ GPa} \\ \nu = 0,33 \end{cases}$$

Dans le cas où le tenseur d'élasticité du gypse est considéré comme anisotrope, les propriétés 2D sont déterminées à partir du tenseur 3D homogénéisé autour de l'axe \vec{c} (orienté selon la longueur des cristaux). L'orientation du cristal dans le repère considéré va alors modifier son tenseur élastique.

3-2.2.2 Modèle de particules en contact

Afin d'appréhender le problème de particules en contact, problème clé dans l'étude des propriétés du plâtre pris, il est intéressant de travailler sur des assemblages de quelques particules, en faisant varier des paramètres très simples comme la fraction de superposition ou l'angle entre les particules. Le travail a été mené sur des ellipses ayant un facteur de forme égal à 3 (figure 3.11). Les pixels gris foncés représentent la porosité, gris clair la phase solide non superposée et blancs la phase solide superposée.

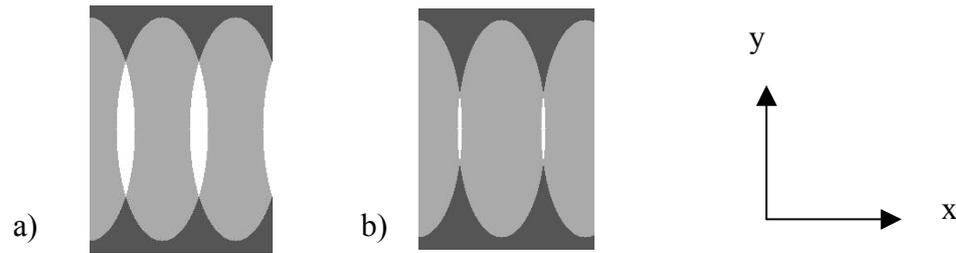


Figure 3.11 : Alignements d'ellipses verticales, grand axe et petit axe respectivement 135 et 45 pixels. La distance entre les centres des ellipses est de 60 pixels (a) et 80 pixels (b).

Des conditions périodiques sont appliquées aux bords de l'image : le pixel du côté droit de l'image est relié à celui situé du côté gauche, à la même ordonnée (voir annexe 3). Le modèle d'éléments finis est utilisé en appliquant une déformation dans la direction horizontale (composantes du tenseur déformation ϵ_{ij} toutes nulles excepté ϵ_{xx}). Le paramètre de sortie du modèle est le tenseur des contraintes σ_{ij} , dont seule la composante en xx est non nulle dans cet exemple, car la phase solide n'est pas connectée dans la direction verticale. Comme la déformation appliquée est choisie par simplicité égale à 1, cette composante σ_{xx} représente la première composante C_{11} du tenseur élastique C_{ijkl} (les unités sont celles utilisées pour le tenseur élastique du matériau).

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & 0 \\ C_{12} & C_{22} & 0 \\ 0 & 0 & C_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \epsilon_{xx}=1 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \quad (3.15)$$

La figure 3.12 présente l'évolution relative de C_{11} en fonction de la fraction de superposition ($C_{11\text{relatif}}=1$ correspond à un système à 100% de superposition, soit une barre de hauteur $2b$). Le module élastique des ellipses est celui du gypse, valeurs 2D isotrope en déformations planes ($E = 51,3$ GPa et $\nu = 0,49$).

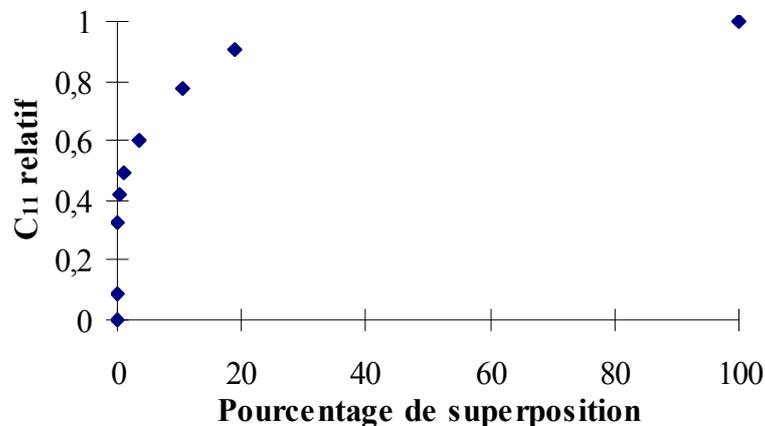


Figure 3.12 : Evolution relative de la rigidité de l'alignement d'ellipses en fonction du pourcentage de superposition de deux particules adjacentes.

Ces calculs montrent que pour de faibles fractions de contact, la composante C_{11} du tenseur d'élasticité reste élevée. Les particules en contact latéral forment donc un ensemble rigide.

L'étude de l'anisotropie peut être menée dans ce cas car les ellipses ont la même orientation. L'image a de la figure 3.11 conduit à des paramètres C_{11} de 26,1 et 30,1 GPa en utilisant des tenseurs isotropes ou anisotrope pour le gypse (différence de 15%). L'influence de l'anisotropie du cristal de gypse sur la valeur de C_{11} est sensible, mais l'approximation de l'isotropie est suffisante pour comparer deux configurations. **Dans la suite du travail (en 2D et 3D), les propriétés du cristal de gypse seront toujours considérées comme isotropes.**

Compte tenu de la microstructure du plâtre pris, l'angle de contact entre ellipses est un paramètre à étudier impérativement. Considérons l'assemblage présenté dans la figure 3.13.

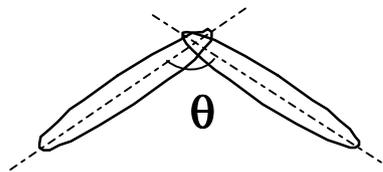


Figure 3.13 : Assemblage de deux ellipses avec un angle de contact variable.

La variation de l'angle θ permet de décrire toutes les configurations allant d'ellipses horizontales à verticales. Pour comparer des assemblages différents, la fraction surfacique de superposition doit rester la même. L'évolution de la composante C_{11} du système est présentée dans le tableau 3.4 pour un angle θ compris entre 0 et 180° et à fraction de contacts constante.

Angle de contact θ (°)	0 vertical	45	90 angle droit	135	180 horizontal
C_{11} (GPa)	11	7	2	3	26

Tableau 3.4 : Paramètre C_{11} de deux ellipses en contact selon un angle variable, fraction de superposition 30 %.

De très grandes variations sont enregistrées selon la configuration : pour des angles θ de 90 et 180°, le rapport des composantes C_{11} du tenseur d'élasticité est supérieur à 10. Cela explique la grande diversité de rigidité locale dans le plâtre pris, sans même prendre en compte une éventuelle distribution de la liaison entre cristaux. Les faisceaux de cristaux (assemblage avec $\theta = 0^\circ$) sont très difficiles à séparer, par contre les contacts avec $\theta = 90^\circ$ sont bien moins résistants. Le cliché MEB d'un faciès de rupture (voir figure 2.1) illustre la diversité des contacts dans une microstructure réelle, et donc la grande variation de rigidité dans le matériau.

3-2.2.3 Modèles de description de la microstructure du plâtre pris : approche 2D

La première question qui se pose pour modéliser la microstructure du plâtre pris est celle de la forme du motif représentant les cristaux de gypse. Ceux-ci ont plutôt la forme d'aiguilles, avec une section irrégulière. Il paraît plus naturel de modéliser les cristaux de gypse par des parallélépipèdes de section carrée que par des ellipses. Les images de travail en 2D font classiquement 200 x 200 pixels et il a été choisi une échelle de travail de un pixel égal à un micron. Cela permet d'estimer une taille de barres de 21 x 3 pixels pour représenter un cristal de gypse.

L'approche de travail choisie est d'utiliser tout d'abord des modèles simples puis d'affiner la description pour se rapprocher de la microstructure du plâtre pris.

La construction du **modèle le plus simple de barres en 2D** consiste à déterminer aléatoirement les coordonnées du centre et l'orientation (ici uniquement horizontale ou verticale). La figure 3.14 représente une image de 200x200 pixels, avec 800 barres (figure 3.14). La fraction de pores (pixels noirs) est de 28%, la fraction de contacts (pixels blancs) de 35%. Les pixels gris représentent la phase solide non superposée. Les propriétés élastiques associées aux pixels blancs et gris sont les mêmes et sont celles du gypse en 2D déformations planes.

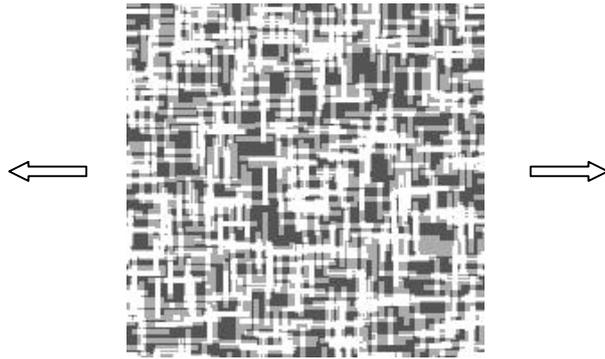


Figure 3.14 : Assemblage aléatoire de 800 barres de 21 x 3 pixels.

Le modèle d'éléments finis est utilisé en appliquant une déformation de traction dans la direction horizontale (valeur unité). En modifiant le nombre de barres, il est possible de décrire l'évolution de la fraction de contacts et du paramètre C_{11} du système avec la porosité (figure 3.15).

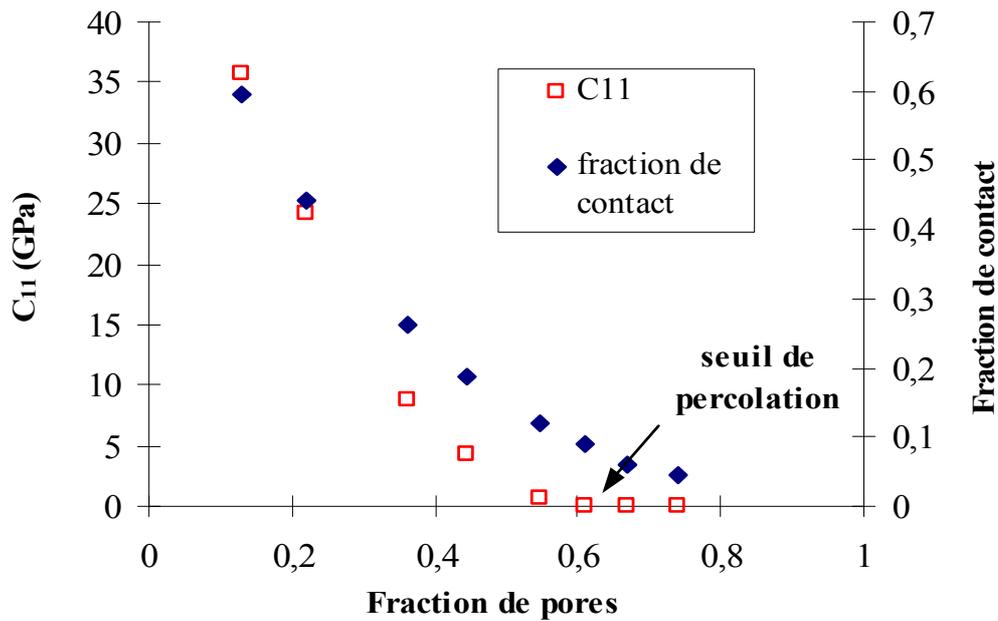


Figure 3.15 : Modèle de barres librement superposables, évolution de la fraction de contacts et du paramètre C_{11} du modèle en fonction de la fraction de pores.

La fraction de contacts augmente régulièrement avec le nombre de barres (diminution de la porosité). L'évolution de C_{11} est sensiblement différente : il existe un seuil de percolation (à 40% de phase solide donc 60% de porosité pour ce modèle) au-delà duquel la phase solide n'est plus connectée macroscopiquement lorsque la porosité augmente. Même s'il existe des contacts entre barres, l'absence de connexion de la phase solide de part et d'autre de l'image explique que le système ne présente aucune rigidité macroscopique.

En appliquant une déformation dans les directions horizontale, verticale et en cisaillement, il est possible de déterminer complètement le tenseur C_{ijkl} et de connaître les modules élastiques effectifs du modèle. Il est nécessaire pour cela d'utiliser des relations d'homogénéisation, tenant compte de la symétrie du système (voir annexe 3, partie A3-3). Dans le modèle de la figure 3.14 (de symétrie cubique), les composantes du tenseur d'élasticité sont :

$$\begin{aligned} C_{11} &= 14,6 \text{ GPa} \\ C_{12} &= 2,46 \text{ GPa} \\ C_{44} &= 2,87 \text{ GPa} \end{aligned}$$

Les modules élastiques dérivés sont :

$$\begin{cases} K = 8,5 \text{ GPa} \\ G = 4,5 \text{ GPa} \end{cases} \quad \begin{cases} E = 11,7 \text{ GPa} \\ \nu = 0,31 \end{cases}$$

Lors de l'utilisation du modèle d'éléments finis sur des images digitales, il est nécessaire de tenir compte de trois sources possibles d'erreurs (voir annexe 3) :

- **la variation statistique** est liée à la génération des coordonnées et de l'orientation des barres par des nombres aléatoires. Différentes réalisations du modèle avec un même nombre de barres sont créées. La variation des paramètres élastiques est inférieure à quelques pourcents pour toutes les microstructures étudiées,
- **l'effet de taille** correspond au rapport entre la taille de l'image et celle des objets. Les images mesurent 200 x 200 pixels et la dimension maximale des barres est de 21 pixels. Le rapport entre les deux est de l'ordre de 10, ce qui rend négligeable la dispersion liée à l'hétérogénéité de la microstructure,
- **la résolution** représente la finesse du maillage du modèle d'éléments finis. Dans une image 200 x 200, chaque barre comprend 21 x 3 pixels. En grossissant le système, par exemple une image 400 x 400 pixels avec des barres de 42 x 6 pixels, le maillage pour représenter un même élément sera plus fin, améliorant ainsi la précision du calcul.

La figure 3.16 présente l'influence de la taille du système sur la rigidité estimée par éléments finis (images de travail 200 x 200, 400 x 400 et 1000 x 1000 pixels). L'axe des abscisses représente l'inverse de la taille des images.

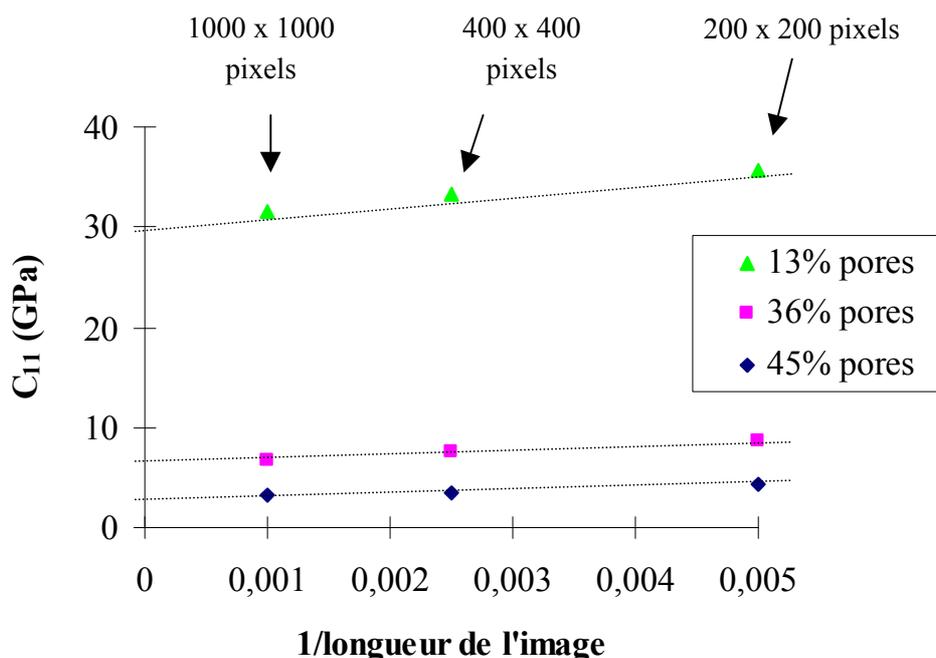


Figure 3.16 : Influence de la résolution de l'image sur le paramètre C_{11} calculé pour des modèles de barres à différentes porosités.

La résolution influence assez nettement les résultats obtenus : pour de petites images la méthode de calcul surestime les propriétés élastiques. A porosité donnée, une relation linéaire entre la rigidité calculée et l'inverse de la longueur des images est enregistrée, ce comportement ayant déjà été observé dans d'autres études [Robe 00]. La variation des paramètres élastiques en fonction de la taille des images peut donc être représentée par l'équation 3.16.

$$P_{EF} = P_0 + aM^{-1} \quad (3.16)$$

avec : P_0 valeur du paramètre extrapolé pour un système de taille infinie,
 P_{EF} valeur du paramètre calculé avec les éléments finis sur l'image de taille $M \times M$,
 a constante,
 M taille en pixels des images de travail.

Pour comparer des résultats obtenus par éléments finis aux valeurs expérimentales mesurées sur des échantillons de matériau, il est possible d'extrapoler pour un système de taille infinie les valeurs calculées à une taille d'image donnée. L'influence de la résolution sur les propriétés calculées peut ainsi être considérablement réduite.

L'**anisotropie** est une source d'erreur peu souvent prise en compte. Elle traduit la différence de comportement lorsque la déformation est appliquée dans différentes directions. Dans un modèle parfaitement isotrope les directions sont toutes équivalentes, dans un modèle de symétrie cubique (comme celui de la figure 3.14), seules les directions horizontales et verticales sont équivalentes.

Le tableau 3.5 présente les dispersions enregistrées sur les modules d'Young à différentes porosités, en appliquant une déformation dans la direction horizontale puis verticale, sur le modèle de barres présenté dans la figure 3.14.

Nombre de barres	Porosité (%)	E (GPa)	Dispersion (%) sur E
2000	13,1	32,6	± 2
1500	22	21,4	± 3
1000	36,4	10	± 8
600	54,7	0,5	± 11

Tableau 3.5 : Dispersion liée à l'anisotropie entre la direction horizontale et verticale selon la porosité. Modèle de barres horizontales et verticales.

L'incertitude relative sur les valeurs obtenues par le modèle d'éléments finis est plus importante lorsque le matériau est poreux. Ce résultat a déjà été établi dans des études précédentes [Pout 96] [Robe 00].

Une estimation générale de l'incertitude du modèle d'éléments finis est difficile, car elle est liée au système étudié. L'incertitude est plus importante lorsque la porosité est élevée : une dispersion de 5% pour de faibles porosités et de 10% pour des porosités élevées est une estimation admissible, sans tenir compte des effets de résolution.

Dans le modèle précédent, les barres représentant les cristaux de gypse pouvaient librement s'interpénétrer, ce qui ne correspond pas à la situation réelle du plâtre pris : des

ancrages mécaniques de type tenon – mortaise sont observés, mais ne constituent qu’une faible proportion des contacts. Pour simuler plus précisément la microstructure réelle, **les conditions de contact entre barres doivent être modifiées.**

Le modèle Hard Core – Soft Shell (noyau dur, coquille souple), déjà utilisé pour des sphères [Bent 99], consiste à placer tout d’abord des barres non superposables (de dimensions 19 x 1 pixels) et dans un second temps d’utiliser les coordonnées du centre et l’orientation de chacune des barres pour placer des barres légèrement plus grandes pouvant se superposer librement (dimensions 21 x 3 pixels, équivalentes au premier modèle). Cette méthode permet de changer la répartition des zones de contact entre cristaux (figure 3.17).

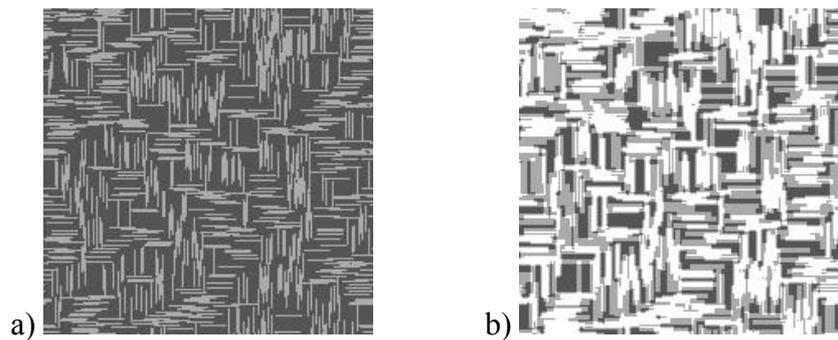


Figure 3.17 : Modèle Hard Core – Soft Shell. a) barres impénétrables (19x1 pixels) dont les coordonnées et orientations sont utilisées pour l’image b) (barres 21x3 pixels).

La principale différence avec le modèle précédent (figure 3.14) réside dans l’arrangement des cristaux qui ont ici tendance à former des faisceaux (groupe de cristaux accolés latéralement). Cette configuration est très couramment observée dans les plâtres pris réels (voir figure 2.1).

Pour décrire plus précisément la microstructure du plâtre pris, les barres peuvent également être orientées aléatoirement, et non plus uniquement horizontalement et verticalement. Les conditions de superposition des barres (librement superposables ou utilisation du placement Hard Core – Soft Shell) conduisent à deux nouveaux modèles (figure 3.18).

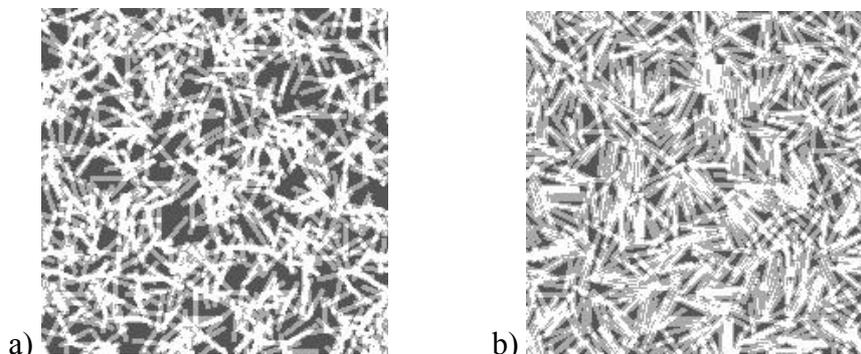


Figure 3.18 : Modèles de barres avec orientation aléatoire, 800 barres dans chaque cas : a) barres librement superposables et b) modèle Hard Core – Soft Shell.

La comparaison des différents modèles est réalisée en terme de fraction de contacts (rapport de l'aire des contacts sur l'aire totale) en fonction de la porosité totale (figure 3.19).

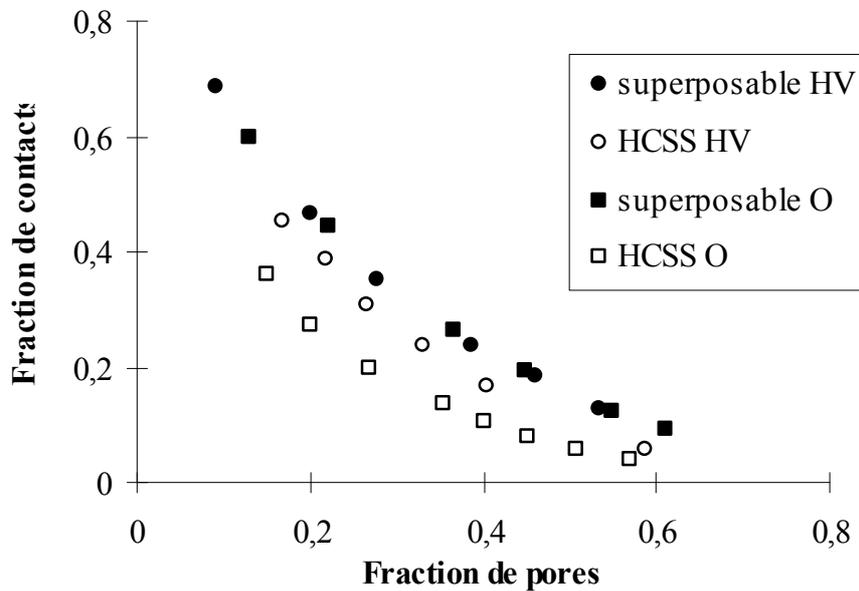
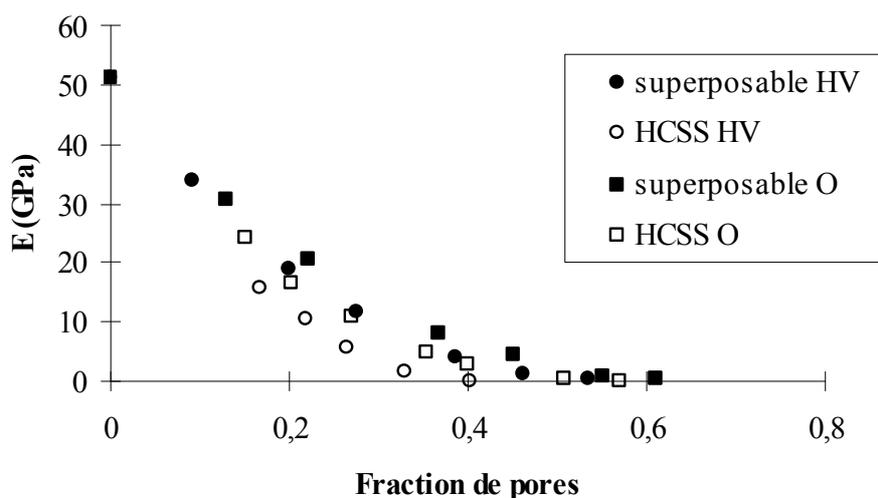
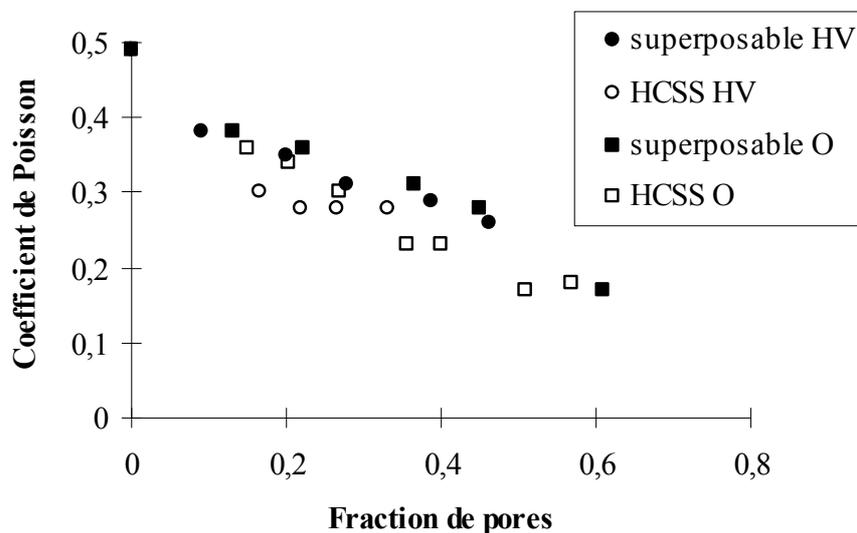


Figure 3.19 : Fraction de contacts en fonction de la fraction de porosité, modèles 2D, HV signifie barres uniquement horizontales et verticales, O barres dans toutes les orientations possibles et HCSS Hard Core Soft Shell.

La fraction de contacts peut varier très nettement selon l'arrangement des cristaux, les modèles Hard Core Soft Shell ayant une fraction de contacts plus faible à porosité identique que les modèles à libre superposition des barres. Les deux modèles avec libre superposition ont des fractions de contact équivalentes. L'évolution du module d'Young et du coefficient de Poisson avec la porosité pour les quatre modèles est présentée dans la figure 3.20. Pour calculer les modules élastiques, il est nécessaire de tenir compte de la symétrie du système, cubique pour les modèles avec barres horizontales et verticales, isotrope pour les modèles avec barres orientées aléatoirement.



a)



b)

Figure 3.20 : Evolution du module d'Young (a) et du coefficient de Poisson (b) avec la porosité, modèles 2D. HV signifie barres uniquement horizontales et verticales, O toutes les orientations sont possibles et HCSS Hard Core Soft Shell.

L'évolution du module d'Young avec la porosité laisse apparaître des différences de rigidité à porosité donnée, les deux modèles HCSS étant moins rigides que ceux avec libre superposition des barres. La libre orientation des barres permet d'augmenter légèrement le module d'Young des modèles par rapport à une orientation uniquement horizontale ou verticale. La comparaison avec la figure 3.19 permet de mettre en évidence que la quantité de contacts joue un rôle primordial dans la rigidité de la structure, mais ce seul paramètre n'explique pas la différence entre les deux modèles HCSS.

Ce résultat est à rapprocher de celui obtenu en faisant varier l'angle de contact entre ellipses : même à fraction de contacts équivalente, des variations considérables de module

élastique sont enregistrées, liées notamment à la forme des contacts et à leur orientation par rapport à la déformation appliquée. De légères différences dans la microstructure d'un matériau peuvent engendrer des écarts très importants sur les modules élastiques, notamment à de fortes porosités. Les seuils de percolation des modèles sont également différents (voir la fraction de pores pour laquelle le module E est nul dans la figure 3.20 a), la présence dans certains modèles de faisceaux moins élancés qu'une barre isolée peut expliquer les différences observées (voir figure 3.5).

Le coefficient de Poisson tend vers une valeur proche de 0,2 en se rapprochant du seuil de percolation. Ce paramètre est moins facile à rapprocher de la microstructure que le module d'Young qui traduit la rigidité du système.

Les quatre modèles étudiés en 2D étant légèrement différents, il convient de caractériser la dispersion des résultats pour chaque microstructure. L'anisotropie dans les directions x ou y est équivalente quels que soient les modèles considérés. L'effet de résolution est lui aussi reproductible, simplement légèrement plus faible pour le modèle HCSS avec barres horizontales et verticales.

3-2.2.4 Comparaison à la microstructure réelle de plâtre pris

Pour comparer ces premiers modèles avec une microstructure réelle de plâtre pris, le calcul par la méthode des éléments finis sur des sections polies est très intéressant, car il permet de comparer des systèmes 2D entre eux.

Une image MEB d'une section polie de plâtre pris (figure 2.2) permet de distinguer facilement la phase solide de la porosité. L'image est binarisée pour ne présenter que des pixels blancs (représentant la phase solide) et noirs (la porosité). Les modules élastiques de la phase solide sont les mêmes que dans les modèles précédents. Deux grossissements sont considérés dans cette étude : 50 et 200. Une déformation de traction est appliquée horizontalement. Il est possible grâce au modèle d'éléments finis, de tracer des images de la répartition des contraintes dans la microstructure (les couleurs n'apportant qu'une indication qualitative du niveau de contrainte, le rouge représentant les contraintes maximales) (figure 3.21 et 3.22).

L'hétérogénéité des contraintes est très marquée dans les deux images : des fractions importantes de phase solide ne sont pas sollicitées et de fines bandes de matière supportent la quasi-totalité des contraintes, particulièrement dans le cas du grossissement 200. Ces informations sont utiles pour l'étude du comportement à la rupture (chapitre 4) : le plâtre pris n'apparaît pas du tout comme un matériau homogène. Ainsi, si une fissure doit se propager, il est probable que le chemin de fissuration ne sera pas rectiligne.

Pour comparer la rigidité des modèles 2D et des sections polies, des images de plâtres gâchés à différents rapports E/P (variant de 0,33 à 1,15 avec des semihydrates α et β) ont été étudiées. Le coefficient C_{11} des images de grossissement 200 est présentée dans la figure 3.23.

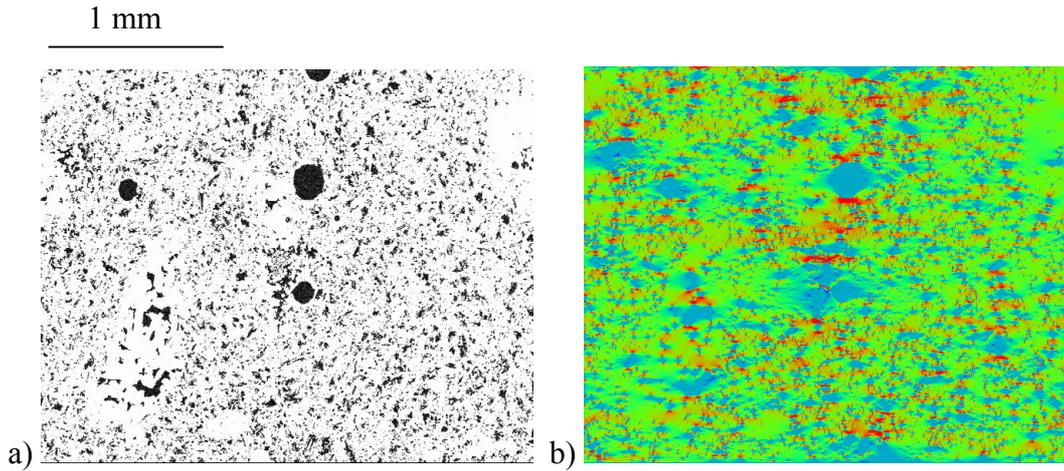


Figure 3.21 : a) Micrographie MEB d'une section polie de plâtre, grossissement 50, b) répartition des contraintes lorsqu'une déformation est appliquée horizontalement.

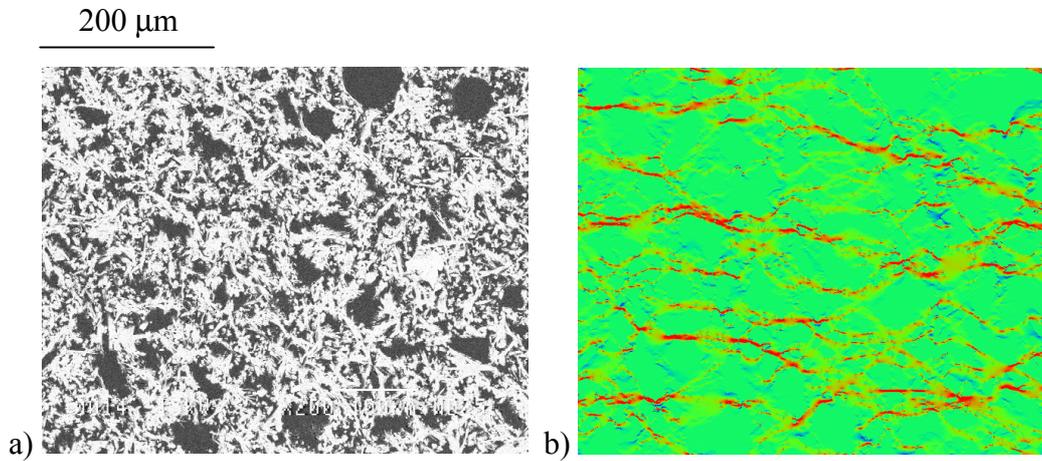


Figure 3.22 : a) Micrographie MEB d'une section polie de plâtre, grossissement 200, b) répartition des contraintes lorsqu'une déformation est appliquée horizontalement.

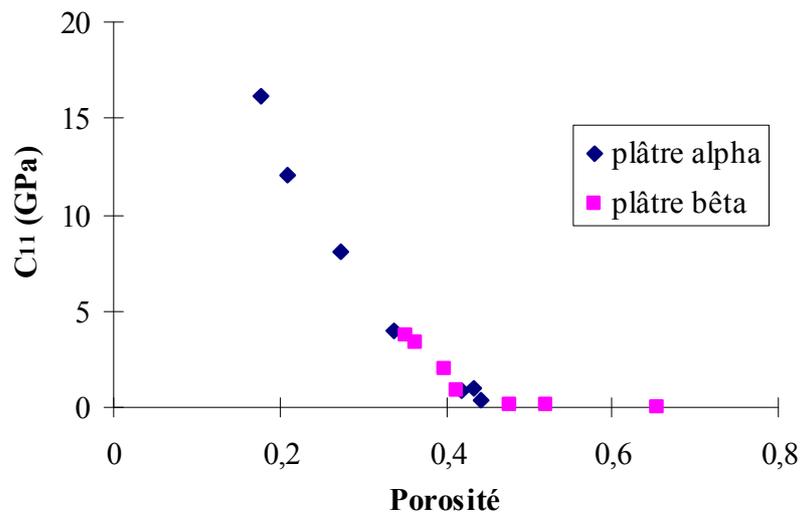


Figure 3.23 : Composante C_{11} du plâtre pris, calculée à partir de sections polies de grossissement 200.

Pour un grossissement de 200, un pixel correspond à $0,9 \mu\text{m}$ et pour un grossissement de 50, un pixel correspond à $3,7 \mu\text{m}$ [Monn 99]. Pour le plâtre gâché à température ambiante, dont les cristaux ont une largeur moyenne de $2 \mu\text{m}$, le grossissement de 50 n'est pas assez important pour tenir compte de l'agencement des cristaux. Par contre, ce grossissement est intéressant pour étudier l'effet de défauts macroscopiques (bulles d'air), qui génèrent des concentrations de contraintes à une échelle plus importante que les assemblages de cristaux (figure 3.21).

Le reste de cette étude va se concentrer sur les images prises à grossissement 200, car l'échelle de longueur est pratiquement la même que dans les modèles d'implémentation de barres ($1 \text{ pixel} \approx 1 \mu\text{m}$), ce qui permet de s'affranchir de l'influence de la résolution lors de la comparaison. La figure 3.24 présente l'évolution de la composante C_{11} du tenseur d'élasticité avec la porosité pour les modèles et les sections polies.

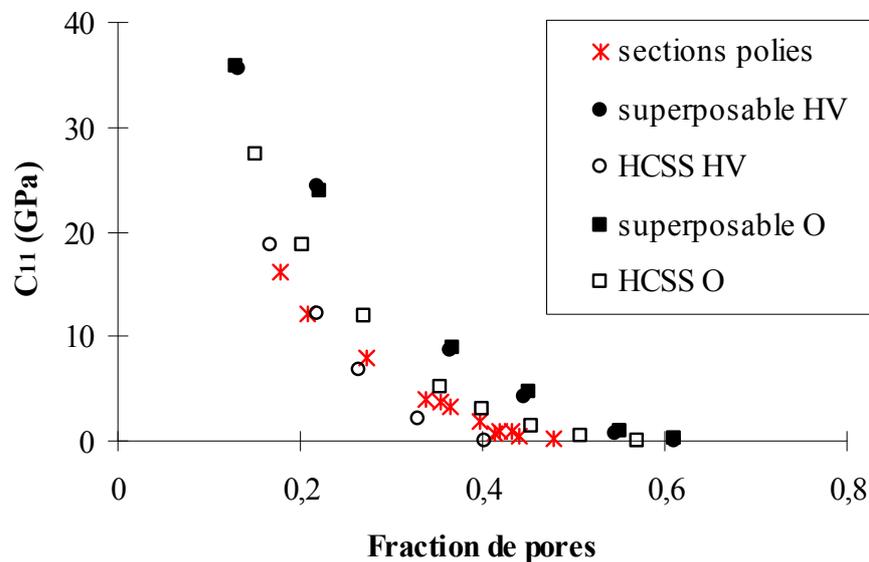


Figure 3.24 : Comparaison de la composante C_{11} calculée sur des sections polies et sur les différents modèles 2D.

Le modèle qui se rapproche le plus des sections polies est le modèle Hard Core Soft Shell, particulièrement avec des barres uniquement horizontales et verticales. La microstructure développée dans ce cas présente des faisceaux de cristaux (figure 3.17), souvent observés au MEB sur des microstructure réelles. Il est possible de supposer que si les cristaux de gypse pouvaient s'interpénétrer librement (uniquement des liaisons type tenon-mortaise), les propriétés du matériau formé seraient proches de celles des modèles représentés par des symboles pleins sur la figure 3.24 : la rigidité serait extrêmement améliorée à porosité identique.

La comparaison des sections polies et des images du modèle HCSS HV laisse apparaître une grande différence : l'hétérogénéité de la microstructure réelle, et notamment les défauts macroscopiques, n'est pas suffisamment prise en compte dans les modèles (figure 3.25).

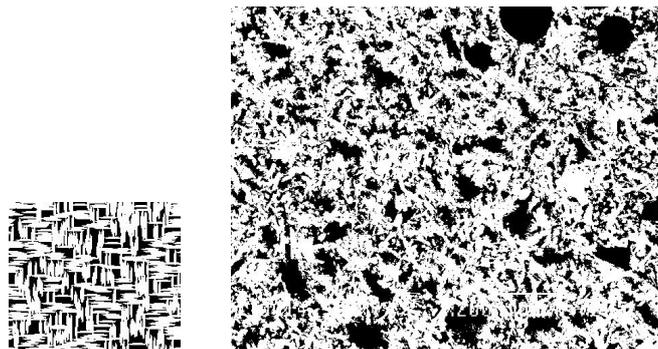


Figure 3.25 : Microstructure du modèle HCVS HV (200 x 200 pixels) et section polie de plâtre pris (640 x 512). La porosité des deux images est identique (36 %).

Les modèles 2D ont donc été affinés, en prenant notamment en compte les bulles très présentes dans la microstructure du plâtre pris.

3-2.2.5 Compléments de l'étude 2D

Il est possible d'ajouter des défauts macroscopiques sur une microstructure modélisée pour se rapprocher des sections polies de plâtres réels. L'influence du type de porosité (intercristalline ou macroscopique) sur le module d'élasticité du matériau peut ainsi être enregistrée. La figure 3.26 traduit la diminution du paramètre C_{11} en augmentant, à partir d'un modèle donné, la porosité intercristalline ou bien la porosité macroscopique en ajoutant des cercles simulant des défauts de taille plus importante.

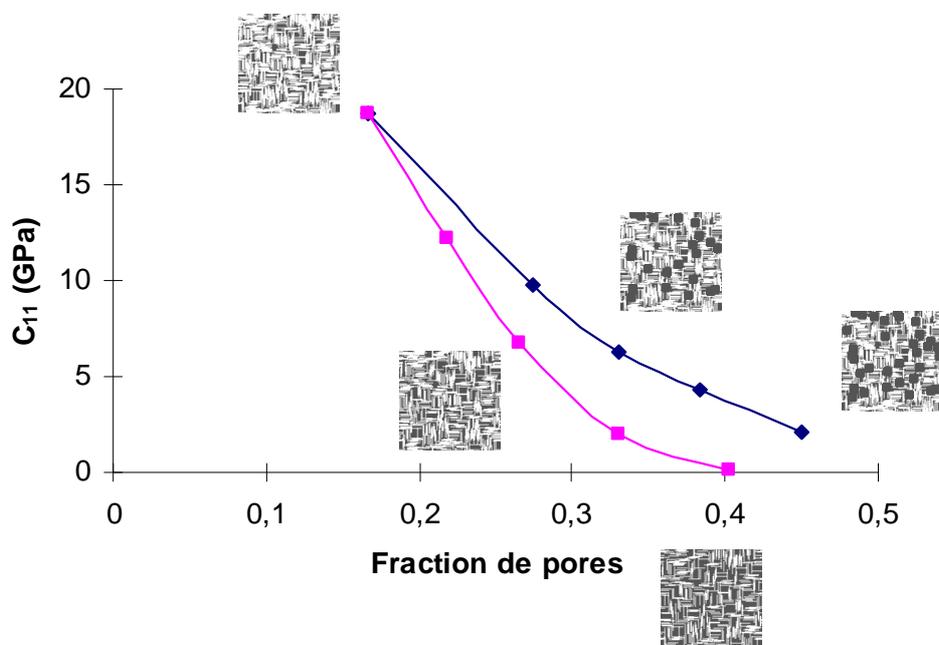


Figure 3.26 : Influence de la porosité intercristalline (symboles carrés) et de la porosité macroscopique (cercles de rayon 7 pixels, symboles losanges) sur la diminution de C_{11} .

La diminution de C_{11} calculée est nettement plus importante lorsque la porosité est uniquement sous forme intercrystalline. Cela peut s'interpréter par l'effet du facteur de forme : les pores les plus allongés sont plus défavorables pour les propriétés mécaniques que les cercles, de facteur de forme 1 (voir figure 3.5 a et b).

L'utilisation de programmes informatiques pour développer les microstructures permet de modifier facilement de nombreux paramètres, par exemple les **propriétés élastiques de la zone de contact entre cristaux** (figure 3.27). Cela peut permettre par exemple de simuler une zone de contact plus proche de la réalité (pour le moment, les cristaux sont considérés comme soudés) ou bien une diminution des liaisons suite à l'absorption d'eau (voir chapitre 5).

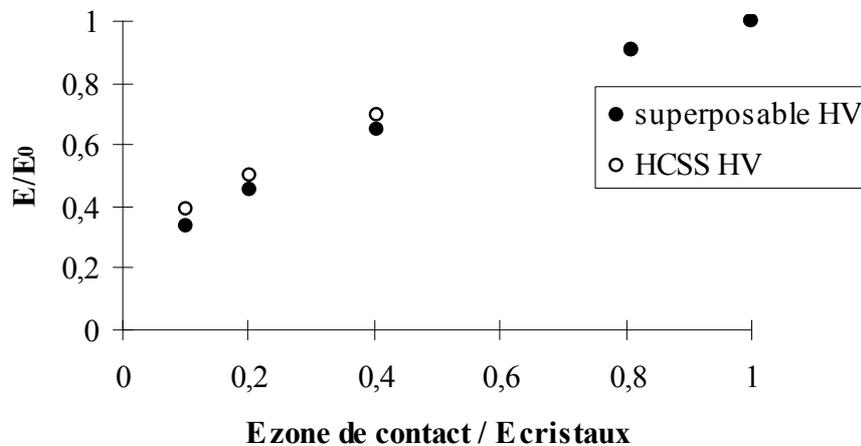


Figure 3.27 : Evolution relative du module d'Young en fonction de la diminution des propriétés de la zone de contact entre cristaux. E_0 correspond au cas où les cristaux sont considérés comme soudés.

Dans les deux modèles (barres horizontales et verticales uniquement), l'évolution des propriétés est très proche, malgré une distribution différente des contacts. Une diminution de moitié des propriétés élastiques des contacts par rapport à celles des cristaux ne provoque qu'une diminution de 25% environ du module élastique effectif. Ce résultat permet une comparaison avec des valeurs expérimentales : la diminution du module d'Young est nettement plus faible que celle observée pour la contrainte à la rupture (environ 15% de diminution entre l'état sec et saturé en eau pour E [Bade 98] et 50% pour σ_R).

Les modules élastiques semblent donc moins sensibles aux forces de contact entre aiguilles que les paramètres de rupture, qui traduisent directement la séparation des cristaux et donc la liaison intercrystalline. Le modèle prend bien en compte cette caractéristique expérimentale, si on considère que la diminution de moitié des propriétés élastiques des contacts entraîne une diminution de moitié de la contrainte à la rupture.

3-2.2.6 Amélioration de la description de la microstructure : approche 3D

L'approche 2D a apporté de très nombreux résultats avec des modèles simples. La souplesse d'utilisation des modèles a permis de quantifier l'influence des paramètres difficilement accessibles par une approche analytique. Cependant, le plâtre étant un matériau à très forte porosité, la description de la microstructure en 2D est forcément limitée. Il paraît donc très intéressant de simuler des microstructures 3D, qui pourront alors être directement comparées à la microstructure sur le plâtre pris.

En 2D, quatre modèles distincts avaient été utilisés. Suite aux plus longs temps de calculs en 3D, seuls trois modèles seront étudiés, le modèle Hard Core Soft Shell de barres orientées aléatoirement n'étant pas traité. Pour les autres modèles, les conditions de placement des barres sont identiques à celles pour l'étude 2D, les barres horizontales et verticales étant remplacées par des barres dans les trois directions principales (x, y et z) et les barres orientées aléatoirement dans le plan par des barres orientées aléatoirement dans le volume. La taille des images est de 100 x 100 x 100 pixels (généralement utilisée pour les études en 3D), celle des barres de 21 x 3 x 3 pixels. L'effet de taille reste faible.

L'image de la structure du modèle de barres totalement superposables orientées dans les directions principales est présentée dans la figure 3.28.

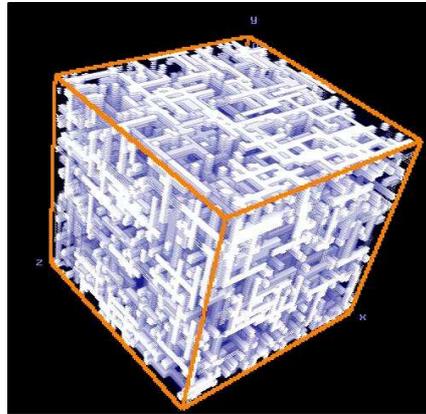


Figure 3.28 : Modèle de barres totalement superposables orientées selon les directions principales, vue 3D.

Les calculs par éléments finis sont directement effectués sur les modèles 3D, en utilisant les modules élastiques 3D du cristal de gypse considéré isotrope. L'évolution du module d'Young et du coefficient de Poisson avec la porosité pour le modèle présenté dans la figure 3.28 est présentée dans la figure 3.29.

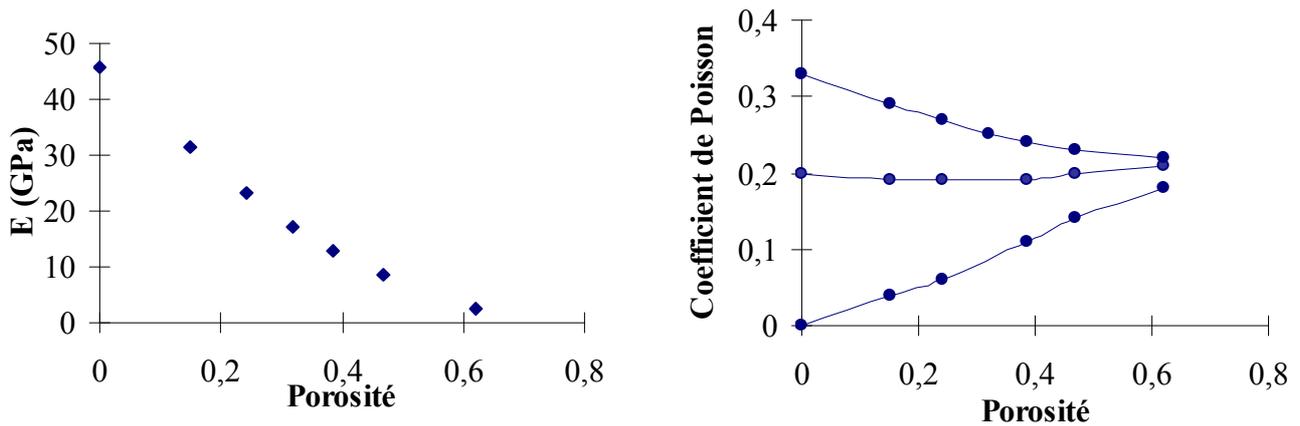


Figure 3.29 : Evolution du module d'Young et du coefficient de Poisson avec la porosité pour un modèle de barres dans les directions principales et totalement superposables.

Le module d'Young décroît avec la porosité, mais le seuil de percolation est sensiblement plus élevé qu'en 2D (fraction de porosité au seuil de percolation 0,7 contre 0,5 environ). Le coefficient de Poisson tend vers 0,2 – 0,25 à fortes porosités. Différentes valeurs initiales ont été utilisées pour le coefficient de Poisson : la valeur calculée à partir des données du cristal de gypse (0,33) et deux autres valeurs arbitraires (0,2 et 0) qui permettent simplement de remarquer la convergence de ν vers 0,2 – 0,25 aux fortes porosités, quelles que soient les valeurs de départ. Cette constatation a déjà été remarquée sur d'autres matériaux poreux [Robe 00].

Les deux autres modèles utilisés en 3D (Hard Core Soft Shell pour les barres orientées dans les directions principales ou barres librement superposables orientées aléatoirement) sont présentés dans la figure 3.30.

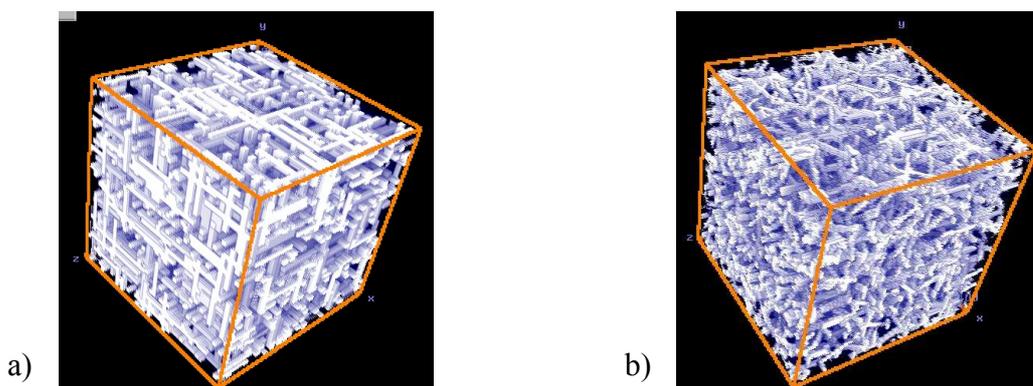


Figure 3.30 : Modèle de barres orientées selon les directions principales, a) Hard Core Soft Shell et b) barres librement superposables et orientées aléatoirement.

Le module d'Young et le coefficient de Poisson des trois modèles sont enregistrés en fonction du taux de porosité, pour des systèmes de taille 100 x 100 x 100 pixels (figure 3.31).

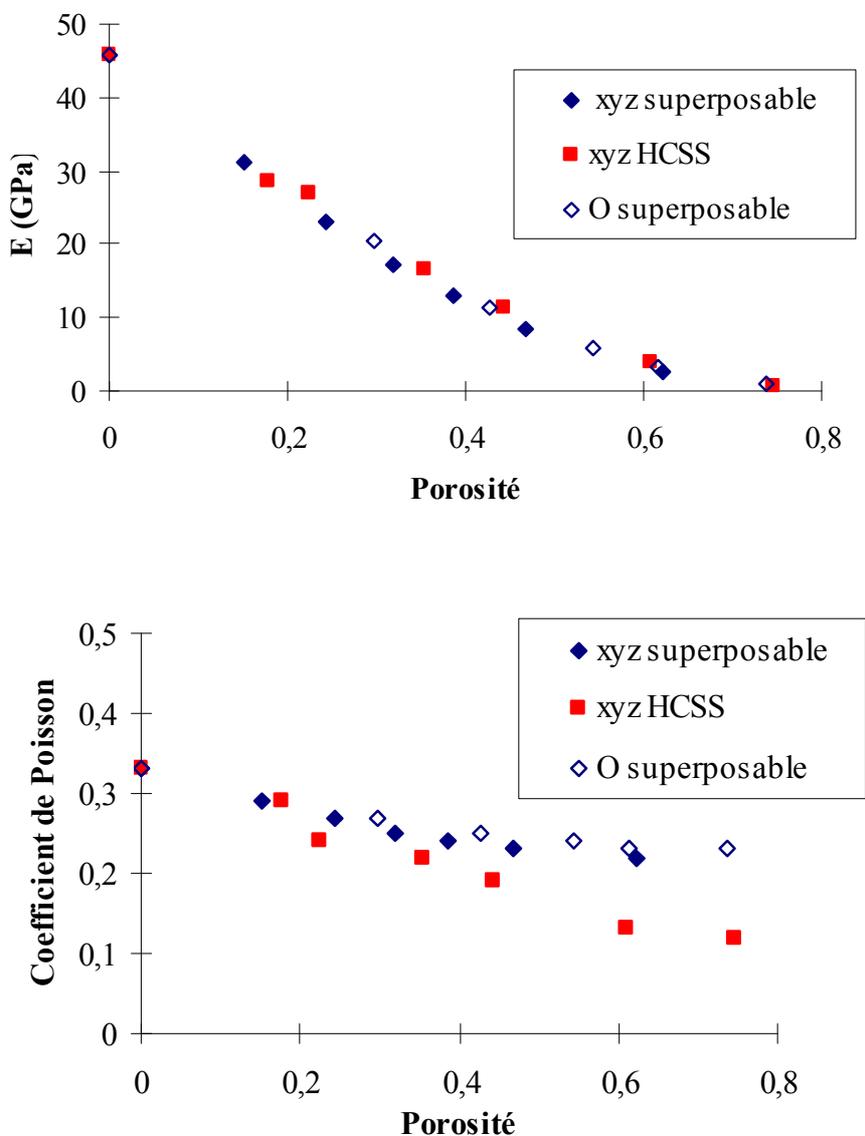


Figure 3.31 : Evolution du module d'Young et du coefficient de Poisson pour les trois modèles utilisés dans l'étude 3D. xyz signifie les trois directions principales de l'espace, O orientation aléatoire et HCSS Hard Core Soft Shell.

Contrairement à l'étude 2D (figure 3.20), l'évolution du module d'Young ne laisse apparaître aucune différence nette entre les modèles. Le coefficient de Poisson permet lui de différencier le modèle HCSS des autres modèles. La comparaison des résultats en 2D et 3D est présentée en considérant des coupes dans les modèles 3D (figure 3.32).

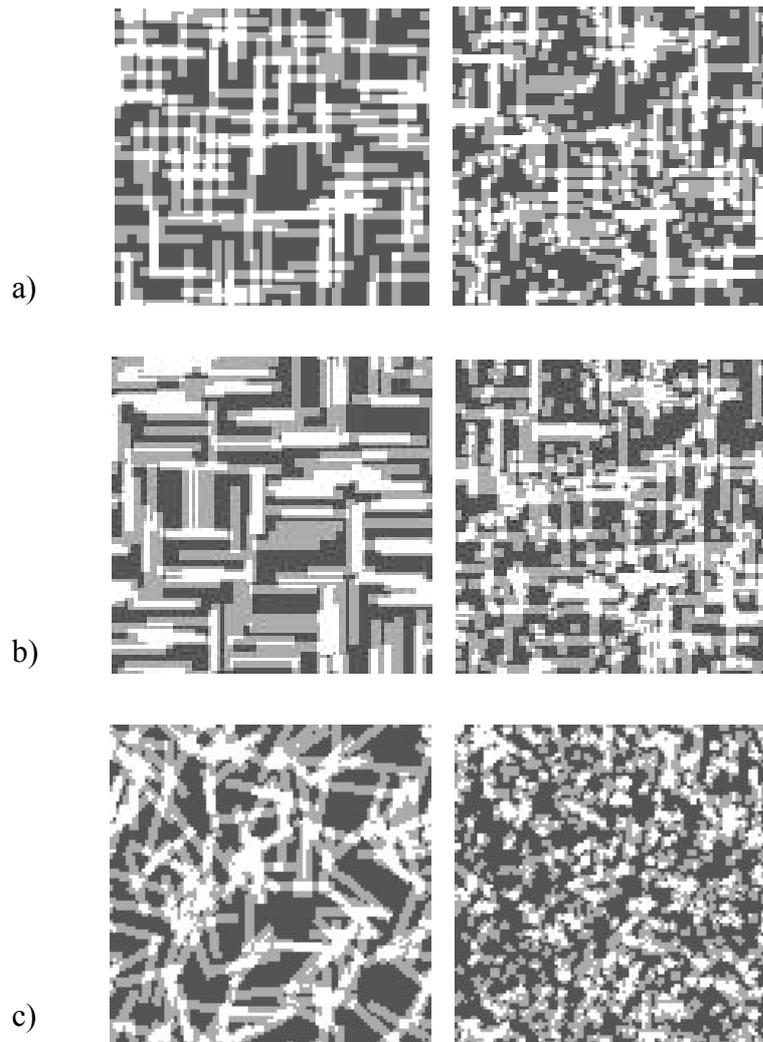


Figure 3.32 : Comparaison de modèles 2D directs (à gauche) et de coupes de modèles 3D (à droite). Modèle de barres dans les directions principales, totalement superposables (a) et placement Hard Core Soft Shell (b) et modèle de barres orientées aléatoirement (c).

Les coupes des modèles 3D permettent de prendre en compte les sections de cristaux non orientés dans le plan de travail. Par rapport au modèle 2D direct, à porosité identique, une partie de la phase solide n'apportera pas de rigidité à la structure, et le module élastique sera légèrement diminué.

La différence la plus nette entre l'étude 2D et 3D concerne le modèle HCSS, qui se distinguait le plus des deux autres en 2D (figure 3.20). En observant les microstructures, il apparaît que la principale caractéristique du modèle HCSS en 2D (présence de cristaux accolés) ne se retrouve pas en 3D. Lors du placement des noyaux impénétrables (première phase de construction de la microstructure), la présence de cristaux dans trois dimensions empêche l'agglomération de barres accolées latéralement. Les trois microstructures développées en 3D sont proches les unes des autres et possèdent donc des modules élastiques équivalents.

Dans cette étude, il est possible de calculer des propriétés élastiques sur des modèles 3D et sur des coupes de ces modèles, en utilisant les hypothèses de déformations et de contraintes planes. Il aurait été intéressant de déduire directement des modules à partir des modules 3D à différentes porosités, mais dans le cas d'un matériau hétérogène les relations de passage ne sont pas connues [Eish 93]. Le calcul sur les coupes des modèles est effectué directement en 2D, en considérant les modules élastiques 2D du cristal de gypse isotrope, en déformation et contrainte planes (figure 3.33).

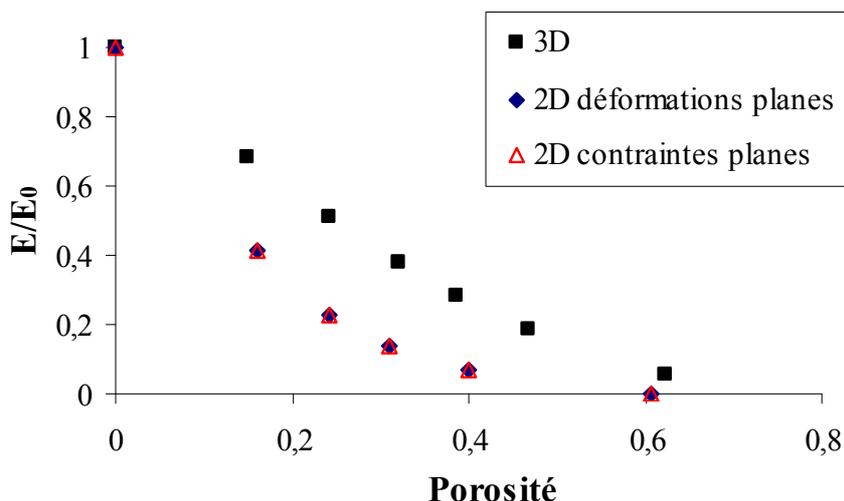


Figure 3.33 : Evolution relative du module d'Young pour des modèles 3D et des coupes de ces modèles. Les propriétés du cristal de gypse sont respectivement les valeurs 3D et 2D (déformations planes et contraintes planes).

Les hypothèses de contraintes et déformations planes conduisent à des comportements proches. Par contre, le comportement entre 2D et 3D est sensiblement différent : le seuil de percolation est très différent, ainsi que la décroissance du module E avec la porosité. Les modèles 2D sont moins rigides que les modèles 3D à porosité identique, la phase solide étant moins bien connectée (une phase solide non connectée en 2D peut l'être en 3D à porosité équivalente).

Comme en 2D, l'effet de résolution est étudié avec des images de tailles différentes. En 3D, il n'est pas envisageable pour des raisons de temps de calcul de travailler avec des images trop grandes, donc seulement deux tailles d'images seront utilisées : 100^3 et 200^3 pixels.

L'évolution du module d'Young avec l'inverse de la taille du système est linéaire comme en 2D (voir figure 3.10). La différence entre la valeur calculée sur les systèmes 100^3 pixels et la valeur extrapolée pour une taille infiniment grande varie avec la porosité et doit donc être estimée pour chaque point. Les valeurs de E calculées sur les images 100^3 pixels et extrapolées pour une taille infinie sont présentées dans la figure 3.34 en fonction de la porosité.

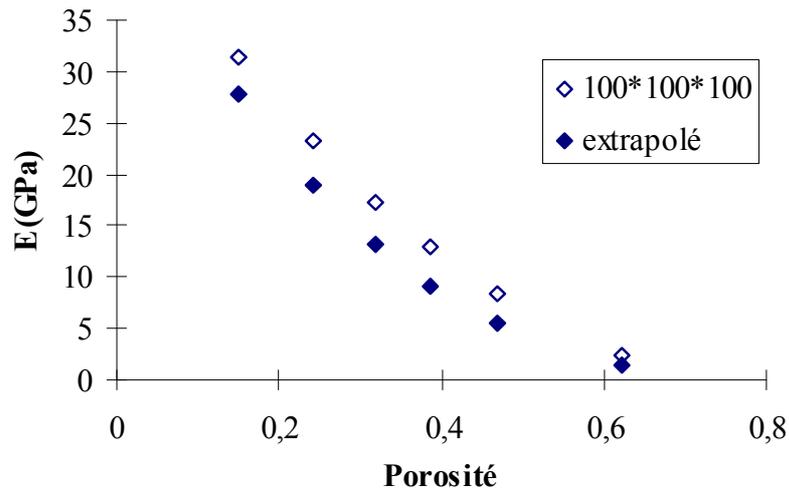


Figure 3.34 : Evolution du module E avec la porosité pour un système 100^3 pixels et valeur extrapolée pour un système de taille infinie.

Les valeurs extrapolées à taille infinie peuvent être utilisées pour une **comparaison avec des résultats expérimentaux**, l'effet de résolution étant quasiment éliminé. Les valeurs de modules d'Young déterminées lors de la thèse sont considérées (figure 3.35).

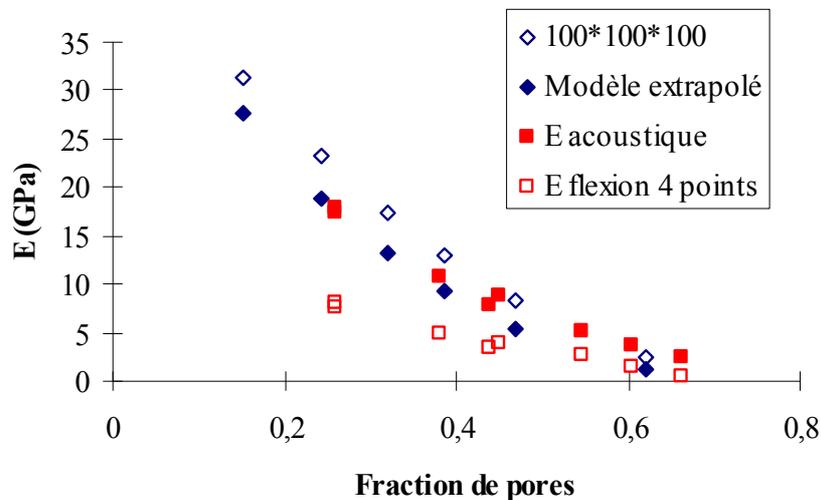


Figure 3.35 : Comparaison des modules déterminés à partir du modèle de barres superposables HV, extrapolés pour une taille infinie et des modules mesurés expérimentalement dans cette étude (voir figure 3.2).

La figure 3.35 permet de remarquer que les modules déterminés par méthode dynamique se corrélaient très bien avec les valeurs extrapolées des modèles, bien que ceux-ci soient assez simples en comparaison de la microstructure réelle du plâtre pris : pas de prise en compte d'hétérogénéités, barres librement superposables.... Sans la correction de l'effet de résolution,

la correspondance avec les valeurs expérimentales aurait été moins bonne, surtout aux fortes densités.

Après l'étude de l'influence de la porosité sur les propriétés mécaniques du plâtre pris, il apparaît que l'approche de modélisation numérique est très prometteuse. Il serait intéressant de l'utiliser sur des nuances qui présentent des différences de propriétés mécaniques à porosité identique, jamais interprétées jusque là (partie 3-1.3).

3-2.2.7 Technique de reconstruction 2D – 3D

La température de gâchage et l'ajout de gypse broyé (voir figures 2.4 et 2.5) modifient notamment la taille des cristaux et entraînent des variations de propriétés assez importantes à porosité fixée (figure 3.4). Un modèle d'implémentation de barres dans un volume ne permet pas de reproduire une microstructure réelle en tenant compte de toute sa complexité. En effet, si les tailles de cristaux sont modifiées, mais la porosité et les conditions de placement des cristaux restent identiques, aucune différence sur les propriétés mécaniques calculées ne sera enregistrée. La méthode numérique offre une approche nouvelle de travail : utiliser des images MEB de sections polies en calculant directement les propriétés élastiques sur ces images et ainsi prendre en compte toute la complexité de la microstructure (morphologie, porosité, défauts macroscopiques, agglomérats...).

Cependant, dans les sections polies de la figure 3.36, la phase solide est peu connectée (proche du seuil de percolation en 2D). Les calculs réalisés sur ces images donnent des modules élastiques très faibles, non utilisables pour une comparaison. Il serait intéressant de passer en 3D pour pouvoir différencier les trois microstructures, la phase solide étant bien connectée en 3D à cette porosité.

Pour cela, une technique de reconstruction 2D-3D est utilisée. La fonction de corrélation de la phase solide (probabilité de trouver deux points dans une même phase, voir annexe 2) est calculée à partir d'une section polie, et traduit l'enchevêtrement de la structure. Une image 3D de bruit est filtrée avec la fonction de corrélation et permet de créer un modèle 3D contenant des informations sur la section polie [Garb 99]. Cette méthode se rapproche de la stéréologie (utiliser des images 2D légèrement décalées pour construire une image 3D). Cette méthode a été appliquée aux trois sections polies observées à un grossissement identique de 200, la fraction de phase solide de la structure finale choisie égale à 0,42 (58% de porosité, proche de celle obtenue à un E/P = 0,8). Les modèles 3D correspondants sont présentés sous les sections polies (figure 3.36 b).

Pour étudier l'arrangement cristallin dans les différentes microstructures et éliminer la différence de taille des cristaux, des sections polies observées à différents grossissements sont également considérées (figure 3.37).

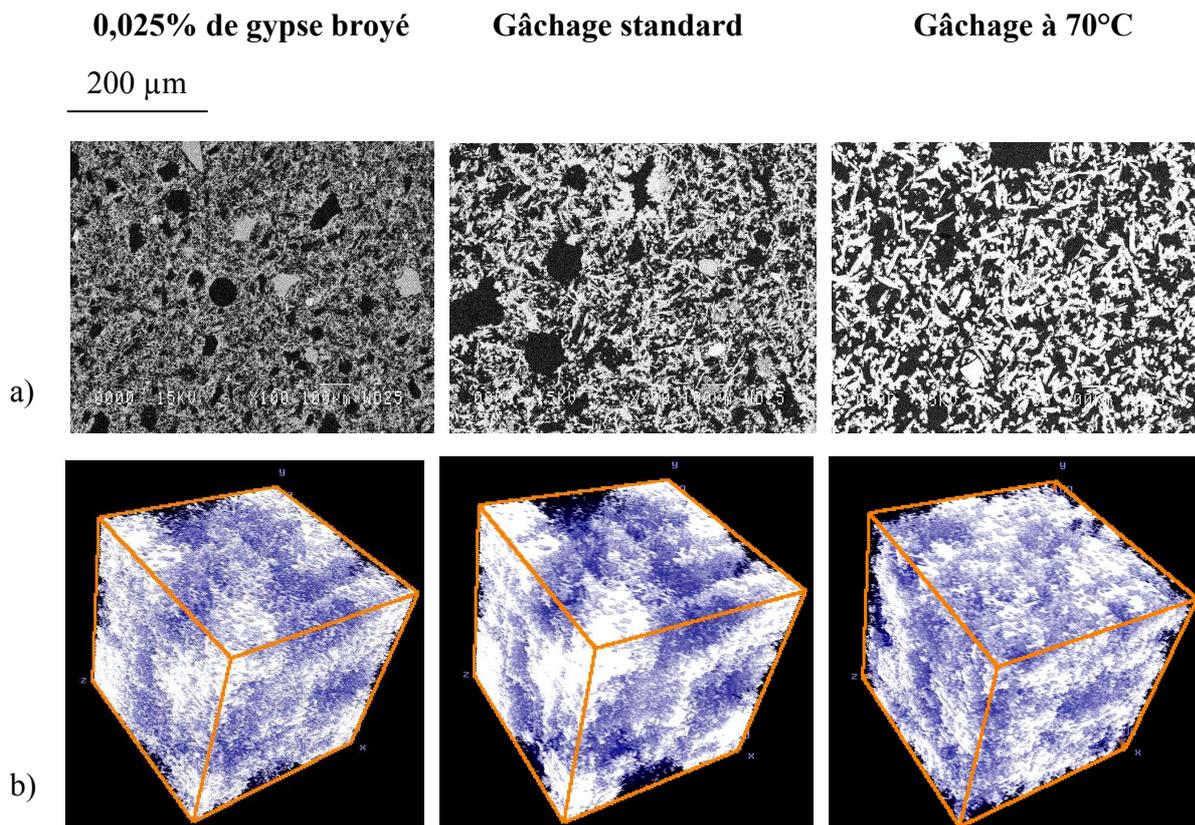


Figure 3.36 : a) sections polies observées au MEB grossissement 200, plâtres gâchés à $E/P = 0,8$, b) modèles 3D obtenus après reconstruction, 58% de porosité.

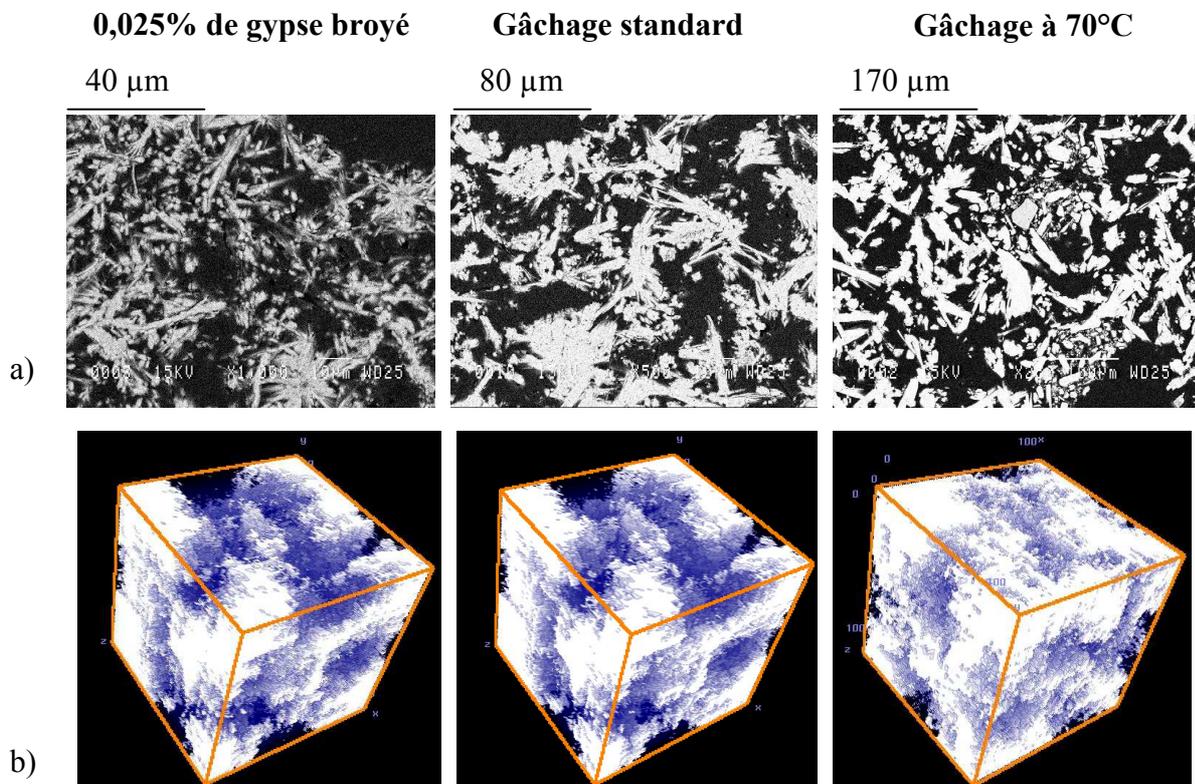


Figure 3.37 : a) sections polies observées au MEB, grossissement variable selon la microstructure, b) modèles 3D obtenus après reconstruction, 58% de porosité.

Les modules d'Young calculés sur les modèles 3D sont présentés dans la figure 3.38, pour les trois microstructures considérées (la dispersion est enregistrée sur trois sections polies pour chaque point).

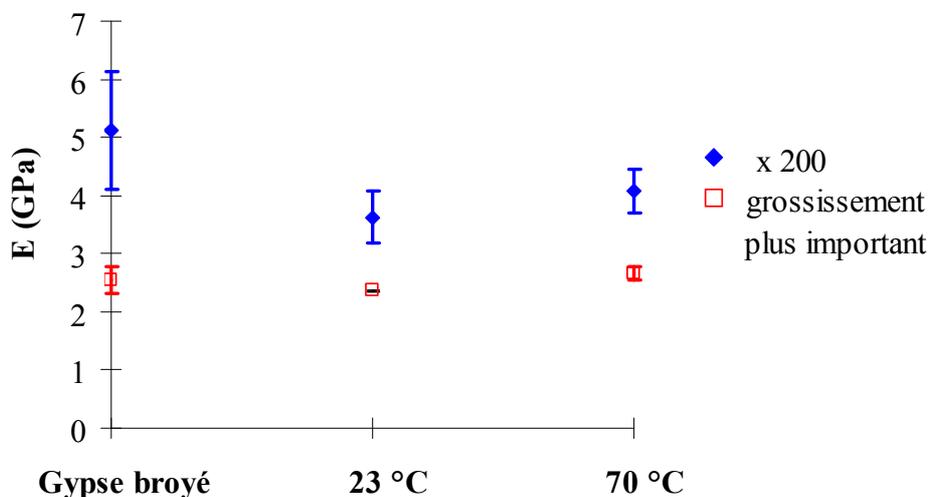


Figure 3.38 : Modules d'Young déterminés à partir des modèles 3D obtenus après reconstruction, 58% de porosité.

A grossissement identique, des différences notables de modules d'Young sont enregistrées et une évolution avec un minimum en fonction d'une taille croissante des cristaux est observée, malgré une dispersion importante. Ce comportement est à rapprocher des résultats expérimentaux obtenus sur ces plâtres (figure 3.4 et tableau 3.6).

Condition de gâchage (E/P = 0,8)	0,025 % de gypse broyé	Référence	Gâché à 70°C
E (GPa) expérimental en flexion	4,5 <i>±10%</i>	3,7 <i>±10%</i>	4,2 <i>±10%</i>
E (GPa) calculé par éléments finis	5,1 <i>±20%</i>	3,6 <i>±15%</i>	4,1 <i>±15%</i>

Tableau 3.6 : Module d'Young des nuances gâchées à E/P = 0,8, valeurs expérimentales et calculées par la méthode des éléments finis, dispersion indiquée en italique.

La comparaison des modules des systèmes à grossissements plus importants (figure 3.37) ne montre que peu de dispersion et un comportement quasiment identique pour les trois structures. Cela tend à prouver que l'arrangement cristallin seul ne permet pas d'expliquer les différences mesurées expérimentalement et retrouvées sur les modèles à plus faible grossissement (figure 3.36). Ces derniers modèles, qui prennent en compte l'hétérogénéité de la microstructure à une échelle plus grande, permettent de retrouver les résultats expérimentaux.

Il est important de noter que, dans cette étude, aucune variation de la liaison intercrystalline n'a été prise en compte. Même si une dispersion des contacts entre cristaux est supposée dans le plâtre pris, une approche globale de la microstructure suffit pour expliquer les différences enregistrées expérimentalement et pour estimer précisément le module d'Young (tableau 3.6).

L'interprétation des différences de propriétés élastiques peut être envisagée suite aux travaux sur les porosités intercrystallines et macroscopiques (voir partie 3-2.2.5). Il a été remarqué que la porosité macroscopique est moins néfaste que la porosité intercrystalline sur les modules élastiques. En observant les sections polies à un grossissement identique (figure 3.36 a), le plâtre avec ajout de gypse broyé présente une structure de type matrice avec des pores macroscopiques bien définis. Son module élastique est plus élevé que les deux autres microstructures qui présentent une porosité intercrystalline plus importante à porosité totale équivalente.

Les deux nuances gâchées à 23 et 70°C ont une microstructure proche, mais en les comparant, la nuance gâchée à haute température paraît plus homogène. Cette hypothèse est clairement apparente sur les modèles 3D reconstruits (figure 3.36 b, à droite) et a été confirmée par Monnaie [Monn 99]. Une structure plus homogène conduit à une meilleure répartition des contraintes dans la microstructure, une fraction plus élevée de la phase solide supportant la charge appliquée, et entraîne des propriétés élastiques plus importantes.

L'application de l'approche numérique à la comparaison de ces trois microstructures a apporté des renseignements très utiles sur la compréhension des différences de propriétés encore jamais interprétées [Dany 95] [Monn 99]. Il apparaît nécessaire de prendre en compte l'arrangement cristallin (de quelques microns à 100 μm), mais également l'hétérogénéité de la microstructure à une échelle de longueur plus importante (de 100 μm à 1 mm), pour interpréter le comportement des différentes nuances.

3-3 Conclusion

La caractérisation mécanique des nuances de plâtre pris décrites dans le chapitre 2 a montré de grandes disparités, même à porosité identique, confirmant l'importance de la microstructure sur la tenue du matériau. La décroissance des propriétés élastiques avec la porosité a été estimée par un modèle de comportement développé pour de fortes porosités, et en utilisant comme valeur à porosité nulle le module moyen du cristal de gypse. Cette approche améliore considérablement les études précédemment publiées, mais ne permet pas de prendre en compte la microstructure du matériau.

Une description analytique de la microstructure du plâtre pris a été présentée, se basant sur des modèles de description de matériaux particuliers. Une quantification de la densité et de l'aire moyenne des contacts peut être effectuée, mais cette description n'est pas assez

précise pour expliquer toutes les différences de propriétés mécaniques mesurées expérimentalement.

Une approche numérique, avec estimation des propriétés élastiques par la méthode des éléments finis, a été appliquée pour la première fois au plâtre pris. Des modèles très simples d'assemblage de particules ont permis de remarquer la grande dispersion de la rigidité locale dans le plâtre pris, sans prendre en compte la distribution de liaison intercrystalline. L'implémentation de barres dans des images 2D a également permis de mesurer l'importance des conditions de contact entre cristaux, les faisceaux apparaissant comme défavorables à la tenue mécanique.

Les modèles 3D permettent de comparer les propriétés élastiques calculées aux résultats expérimentaux. L'influence de la porosité totale sur les propriétés élastiques du plâtre est bien simulée par les modèles. Les plâtres pris présentant des différences de propriétés élastiques à porosité identique, sont également différenciés en accord avec les résultats expérimentaux.

La modélisation numérique est bien adaptée à l'étude du plâtre pris, matériau modèle pour ce type d'approche car constitué principalement d'un motif élémentaire répété dans l'espace. Le comportement mécanique est appréhendé en fonction de la microstructure globale du matériau, ce qu'il aurait été nettement plus difficile à obtenir avec une méthode analytique. Les résultats se sont concentrés sur les propriétés élastiques, mais ont permis de confirmer des hypothèses émises en propagation de fissures (forte hétérogénéité des contraintes et possibilité de propagation sous faible sollicitation) ou sur l'absorption d'eau (diminution du module élastique nettement plus faible que celle de la contrainte à la rupture). Des études plus précises sur le comportement à la rupture et de l'influence de l'humidité doivent désormais être réalisées.

CHAPITRE 4 : PROPAGATION DE FISSURES DANS LE PLÂTRE PRIS SEC

4-1 Résistance à la propagation de fissures

4-1.1 Courbes de chargement et émission acoustique

4-1.2 Courbes K_R , influence de a/w

4-1.3 Effet de la densité des plâtres

4-1.4 Effet de la cristallisation

4-1.5 Essai de propagation de fissures en traction compacte

4-2 Mécanismes de propagation de fissures

4-2.1 Fissuration secondaire

4-2.2 Pontage par des cristaux de gypse

4-2.3 Interaction entre les deux mécanismes

4-3 Modèle de propagation de fissures dans le plâtre pris

4-2.1 Principe

4-2.2 Quantification du pontage, effet de la microstructure

4-4 Conclusion

Dans ce chapitre sont présentés des résultats de propagation de fissures dans le plâtre pris sec. Les essais ont été réalisés en flexion sur des éprouvettes entaillées, en observant la fissuration in-situ. La propagation est saccadée, avec des accélérations soudaines correspondant à des diminutions de charge à déplacement constant. Un modèle qualitatif de la fissuration dans le plâtre pris est développé, prenant en compte les différents éléments de la microstructure. Deux mécanismes sont principalement invoqués : **le pontage de la fissure** par les cristaux de gypse et **une fissuration secondaire** liée à l'hétérogénéité de la microstructure et à la faible intensité des liaisons entre cristaux.

Dans ce chapitre, les essais sont menés à 23°C et 50 % HR sur du plâtre pris sec (séché plusieurs jours à l'étuve à 45°C jusqu'à un poids constant des éprouvettes).

4-1 Résistance à la propagation de fissures

4-1.1 Courbes de chargement et émission acoustique

4-1.1.1 Courbes de chargement

La figure 4.1 présente une courbe de comportement (charge – déflexion d'une éprouvette) avec suivi de l'émission acoustique, lors d'un essai de rupture contrôlée en chargement monotone sur la nuance de référence. L'éprouvette est de type SENB testée en flexion 3 points, avec une profondeur relative d'entaille $a/w = 0,4$. L'enregistrement d'émission acoustique représente le nombre d'événements cumulés en fonction de la déflexion. Pour éviter d'enregistrer des signaux provenant d'un endommagement aux appuis, deux capteurs d'émission acoustique sont utilisés : l'un placé près de la fissure et l'autre au-dessus d'un des appuis inférieurs (voir figure 2.7). Les signaux enregistrés par le second capteur sont soustraits aux événements enregistrés près de la fissure.

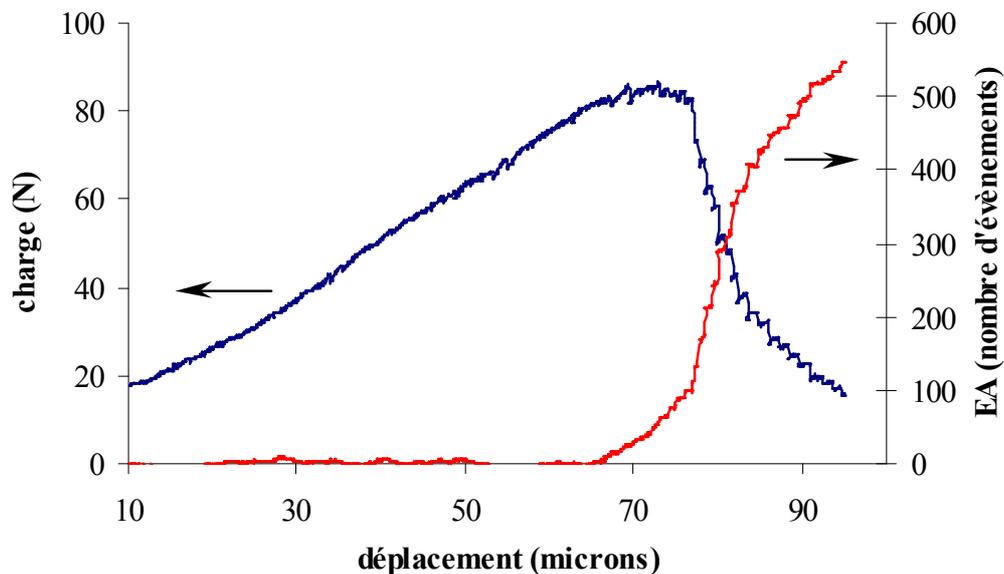


Figure 4.1 : Courbe charge – déflexion de la nuance de référence en flexion 3 points, vitesse de déflexion $5 \mu\text{m.mn}^{-1}$, $a/w = 0,4$.

Le comportement du matériau est tout d'abord quasiment linéaire, avec très peu d'événements d'émission acoustique. Ensuite, un léger décrochement de la courbe charge – déflexion est enregistré, avec une augmentation du nombre d'événements. Ce décrochement peut être associé à l'amorçage de la fissure, même si l'observation in-situ ne permet pas toujours de visualiser cette propagation suite au très faible contraste des fissures (voir partie 2-2.3.1).

Lors de la propagation, une succession de décrochements de charge à déplacement constant est enregistrée, chacun étant associé à une augmentation brutale de l'enregistrement d'événements d'émission acoustique. Le suivi par vidéo caméra de la propagation de fissure permet de relier les décrochements de charge à une accélération soudaine de la fissure. La propagation de fissure dans le plâtre pris est saccadée, avec une succession de propagations brutales et très lentes.

La courbe charge – déflexion a été enregistrée pour différentes profondeurs relatives d'entaille sur la nuance de référence (figure 4.2).

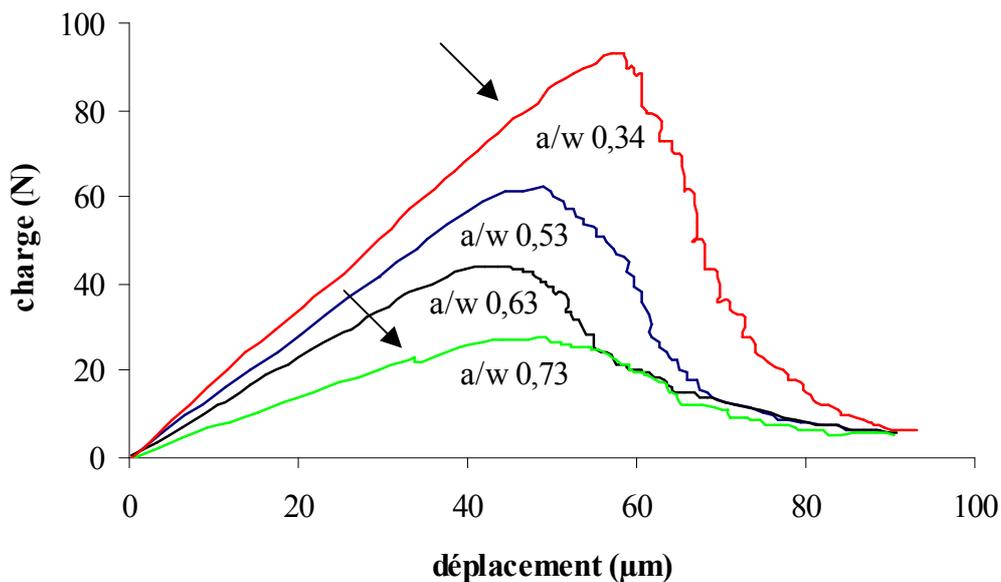


Figure 4.2 : Courbes charge – déflexion de la nuance de référence à différents a/w . Les décrochements de charge correspondants à l'amorçage de fissure sont indiqués par des flèches.

Les sauts de charge se retrouvent dans tous les essais, mais sont nettement plus prononcés pour de faibles profondeurs d'entailles (grand ligament d'éprouvette).

L'observation du faciès de rupture d'une éprouvette a permis de remarquer deux bulles de grandes tailles (figure 4.3 a). La courbe de comportement correspondante (figure 4.3 b) présente deux décrochements de charge très nets. La distance entre les bulles et la pointe de l'entaille est estimée à partir de la courbe charge - déplacement par la méthode des complaisances et correspond à la longueur réelle entre les défauts et l'entaille mesurée sur l'échantillon. Il semble que lorsque la fissure traverse les bulles, elle accélère brutalement et est accompagnée d'une diminution de la charge supportée par l'éprouvette.

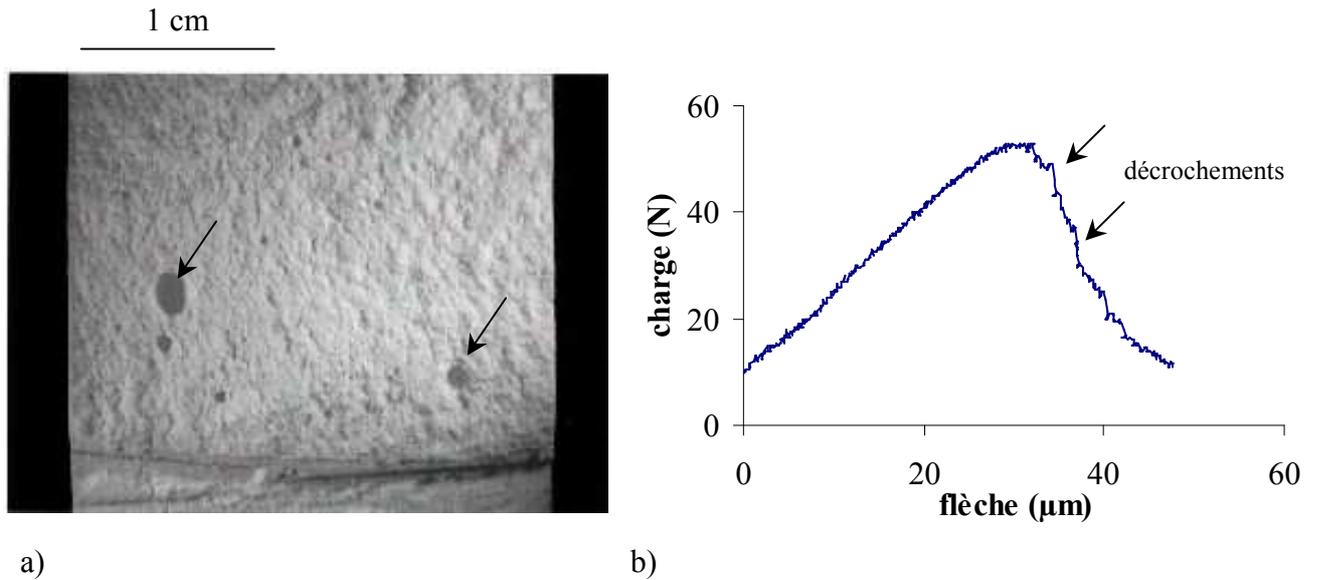


Figure 4.3 : a) Faciès de rupture d'une éprouvette SENB (entaille en bas de l'image). Deux bulles (indiquées par des flèches) sont apparentes dans le ligament de l'éprouvette
 b) Courbe de comportement correspondante, $a/w = 0,5$, vitesse $5 \mu\text{m.mn}^{-1}$.

Un plâtre gâché à haute température (70°C) présente une microstructure plus homogène que la nuance de référence, avec notamment moins de bulles (voir figure 2.5). La courbe de comportement présente également nettement moins de décrochements que la nuance de référence à conditions d'essai identiques (figure 4.4, à comparer à la figure 4.1).

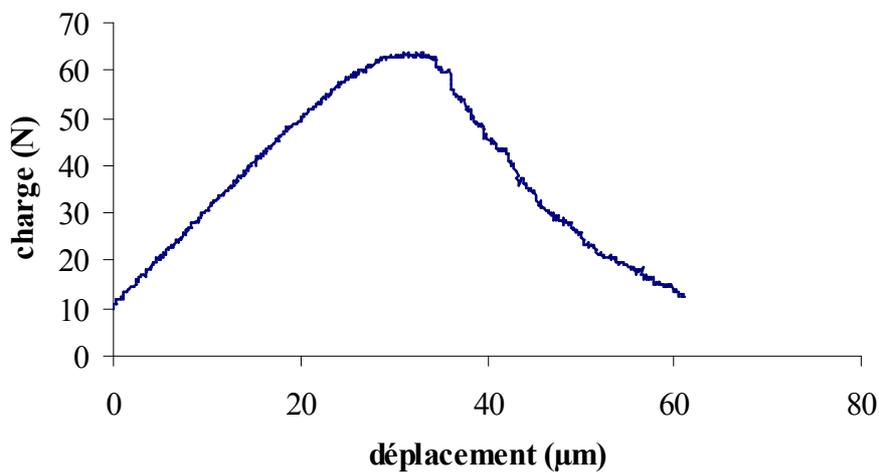


Figure 4.4 : Courbe de comportement d'une éprouvette gâchée à 70°C , $a/w = 0,5$, vitesse $5 \mu\text{m.mn}^{-1}$.

Le lien entre l'hétérogénéité de la microstructure et la présence de décrochements dans la courbe charge – déflexion apparaît clairement dans les deux figures 4.3 et 4.4.

4-1.1.2 Emission acoustique

Comme il apparaît dans la figure 4.1, l'enregistrement de l'émission acoustique lors de la propagation de fissures est bien corrélée à l'évolution de la courbe charge – flèche. Il est possible de définir quatre zones pour les différentes étapes de la fissuration (figure 4.5).

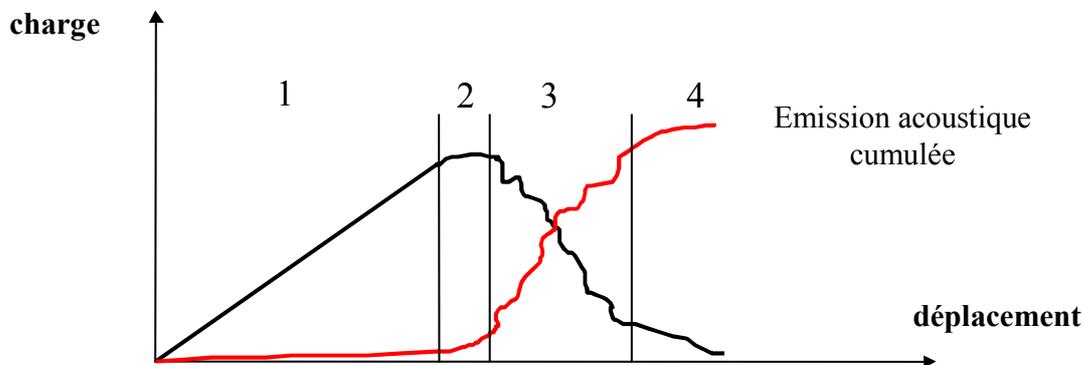


Figure 4.5 : Interprétation des essais d'émission acoustique : zones distinctes.

- *zone 1* : partie linéaire en charge – déplacement, sans endommagement notable. Les quelques événements d'émission acoustique correspondent à du bruit ou à la mise en place de l'éprouvette,
- *zone 2* : début de non-linéarité du comportement avec une augmentation du nombre de signaux enregistrés, confirmant que l'endommagement débute dès le début de la non-linéarité,
- *zone 3* : décrochements nets dans la courbe charge – déplacement, se traduisant par des sauts d'émission acoustique. Entre les décrochements, peu d'activité est enregistrée,
- *zone 4* : les décrochements sont plus faibles et le nombre d'événements enregistrés diminue fortement.

Les signaux sont généralement de faible énergie, sauf ceux correspondant aux décrochements de charge. La répartition entre le nombre et l'amplitude des événements dans les zones 1, 2 et 3 est représentée dans la figure 4.6.

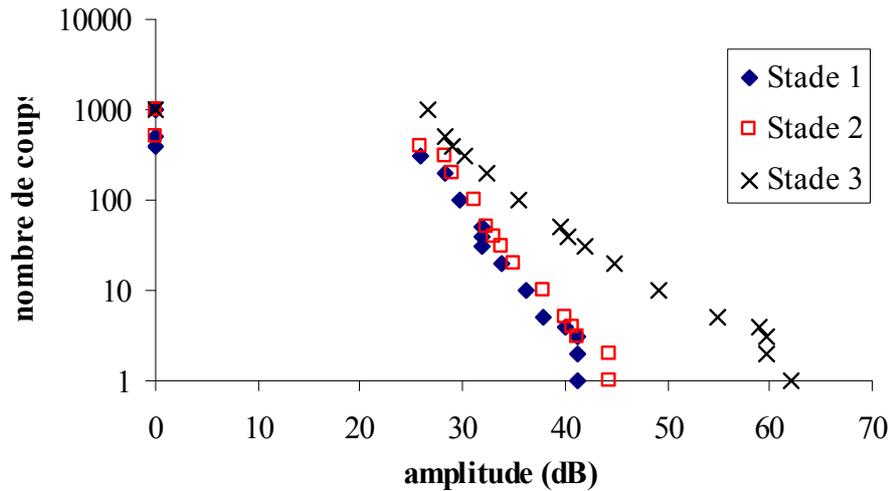


Figure 4.6 : Diagramme nombre de coups – amplitude des événements d’émission acoustique lors d’un essai de propagation de fissure en flexion.

L’amplitude des événements est la même dans les zones 1 et 2. Dans la zone 3, quelques signaux de très forte amplitude (60 dB) sont notés, ainsi qu’une émission plus intense de signaux de faible amplitude (3,5 coups par seconde en moyenne contre 0,5 pour les zones 1 et 2), pouvant représenter l’écho des signaux de forte amplitude sur les côtés de l’éprouvette.

L’évolution du nombre de coups avec l’amplitude lors de la fissuration est décrite classiquement par la relation :

$$\log N = a - b.Amplitude(dB) \quad (4.1)$$

avec : N nombre de coups,
a et b constantes.

Lorsque la propagation de la fissure est rapide, la valeur de b (pente du diagramme coups – amplitude) diminue, traduisant un nombre élevé d’événements de forte amplitude [Aué 98]. Ce comportement se retrouve dans le plâtre : la zone 3 est représentative d’une propagation rapide de la fissure et la pente correspondante du diagramme coups – amplitude est plus faible que pour les deux premières zones.

4-1.2 Courbe K_R , influence de a/w

L’utilisation des courbes de résistance à la propagation de fissures permet d’identifier les mécanismes actifs lors de la fissuration (voir partie 1-3.3.1). La courbe de résistance à la propagation de fissures dans le plâtre pris est déterminée en considérant que la fissure est amorcée dès le début de non – linéarité du comportement. L’évolution de K_R avec l’accroissement de la fissure pour une profondeur initiale d’entaille $a/w = 0,53$ est présentée dans la figure 4.7.

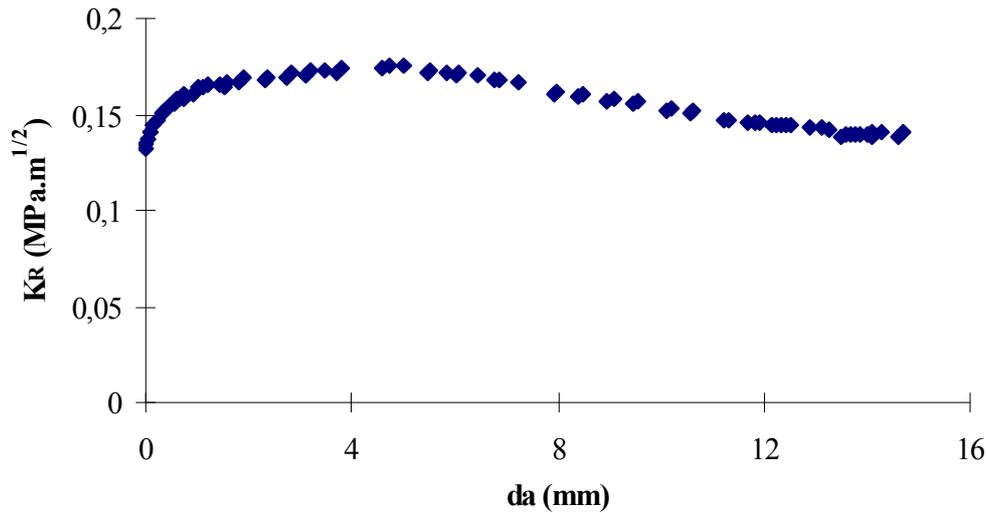


Figure 4.7 : Courbe K_R de la nuance de référence, $a/w = 0,53$.

A partir d'une valeur initiale de $0,13 \text{ MPa.m}^{1/2}$ environ, K_R croît régulièrement jusqu'à une valeur plateau de $0,17 \text{ MPa.m}^{1/2}$ atteinte après une propagation de fissure de 3 à 4 mm. Une décroissance de K_R est ensuite enregistrée pour une grande longueur de fissure. La dispersion sur les mesures est estimée à environ 10 %. Les courbes K_R enregistrées pour différentes profondeurs relatives d'entailles sont présentées dans la figure 4.8.

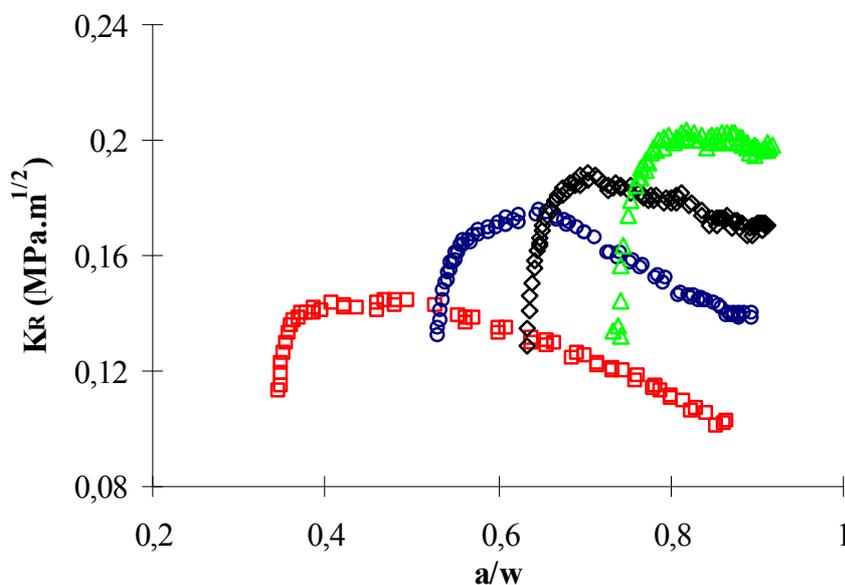


Figure 4.8 : Courbes K_R de la nuance de référence pour différents rapports a/w .

La profondeur relative d'entaille influence nettement sur les courbes K_R . Le facteur d'intensité de contrainte d'amorçage de la fissure K_0 ($\cong 0,13 \text{ MPa.m}^{1/2}$) est constant, mais la valeur maximale K_{\max} augmente avec a/w . Le tableau 4.1 présente les paramètres K_0 , K_{\max} et le gain lors de la propagation $\Delta K = K_{\max} - K_0$ pour différents rapports a/w .

a/w	K_0 (MPa.m ^{1/2})	K_{max} (MPa.m ^{1/2})	ΔK (MPa.m ^{1/2})
0,34	0,11	0,145	0,035
0,53	0,13	0,17	0,04
0,63	0,125	0,185	0,06
0,73	0,13	0,2	0,07

Tableau 4.1 : Evolution des paramètres de la courbe K_R avec la profondeur relative d'entaille pour la nuance de référence.

L'influence de la profondeur relative d'entaille sur les courbes de résistance à la propagation de fissures est discutée dans une partie suivante (voir 4-2.3).

4-1.3 Effet de la densité

La courbe de comportement du plâtre gâché à E/P = 0,4 à partir de semihydrate α (plus dense que la référence) montre beaucoup plus de décrochements de charge que celle de la nuance de référence (figure 4.9).

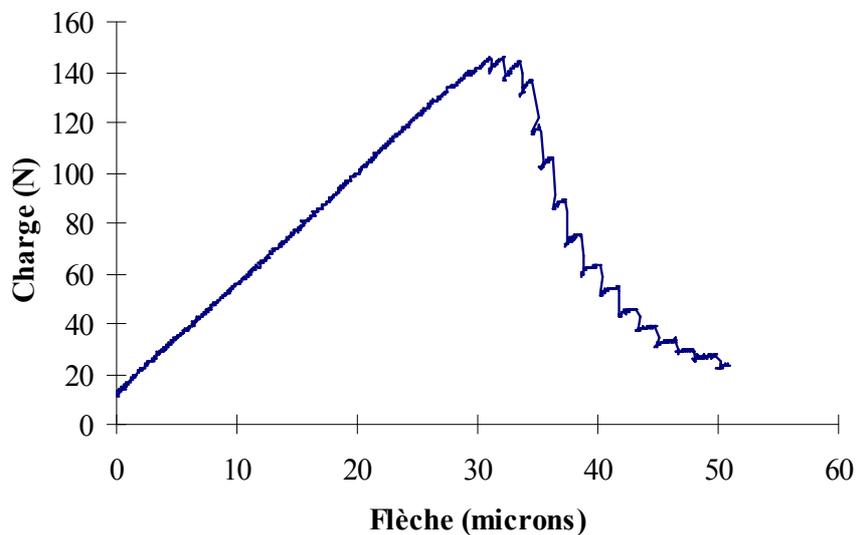


Figure 4.9 : Courbe charge - déflexion du plâtre α gâché à E/P = 0,4, a/w = 0,5 et vitesse d'essai 5 $\mu\text{m.mn}^{-1}$.

La comparaison des sections polies de plâtres gâchés à E/P = 0,4 et E/P = 0,8 (figures 2.2 et 2.3) montre une différence nette : la nuance la plus dense présente nettement plus de bulles. Les variations locales de densité sont accentuées par rapport à la nuance de référence, provoquant ainsi plus de décrochements de charge lorsque la fissure traverse le matériau.

Du plâtre gâché à $E/P = 0,6$ et $E/P = 1$ à partir de semihydrate β a également été testé, ce qui a permis de mesurer l'influence de la porosité sur la résistance à la fissuration. Les courbes K_R des différentes nuances sont présentées dans la figure 4.10.

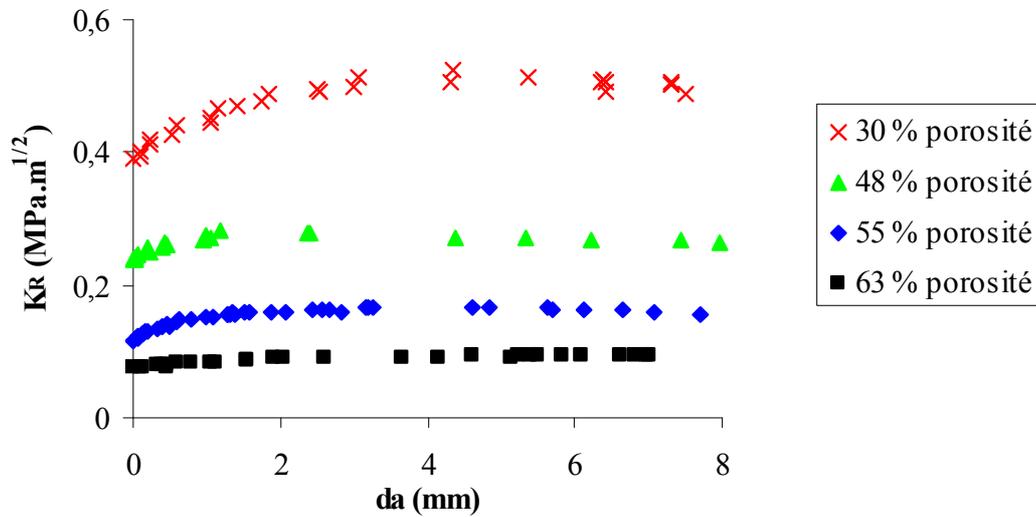


Figure 4.10 : Courbe K_R pour des plâtres de différentes porosités, $a/w = 0,5$ et vitesse d'essai $5 \mu\text{m}\cdot\text{mn}^{-1}$.

Les paramètres de la courbe K_R sont présentés dans le tableau 4.2 (dispersion moyenne pour les facteurs d'intensité de contrainte 10 %).

E/P	Porosité (%)	K_0 ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	K_{max} ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	ΔK ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)
0,4	30	0,35	0,5	0,15
0,6	48	0,22	0,28	0,06
0,8	55	0,11	0,15	0,04
1	63	0,08	0,09	0,01

Tableau 4.2 : Paramètres de résistance à la fissuration du plâtre en fonction de sa porosité, $a/w = 0,5$ et vitesse d'essai $5 \mu\text{m}\cdot\text{mn}^{-1}$.

L'influence de la densité est très nette sur les paramètres de résistance à la fissuration : pour un plâtre pris avec 30 % de porosité, les valeurs de K_0 et de ΔK sont multipliées environ par trois par rapport à un plâtre pris avec 55 % de porosité testé dans des conditions identiques. Ce facteur est le même que pour le module d'Young et la contrainte à la rupture (voir partie 3-1.2). L'influence de la densité sur les propriétés mécaniques semble identique quelles que soient les propriétés considérées.

4-1.4 Effet de la cristallisation à porosité fixée

Pour les essais réalisés, les décrochements de charge lors de la propagation de fissures apparaissent comme dépendants de la microstructure (partie 4-1.1.1). La nuance gâchée à 70°C est plus homogène (figure 2.5) et présente moins de décrochements que la nuance de référence (figure 4.4), au contraire du plâtre avec ajout de gypse broyé, dont la microstructure laisse apparaître de nombreuses bulles (figure 2.4). Les caractéristiques à la fissuration K_0 , ΔK et K_{\max} pour les trois microstructures sont regroupées dans le tableau 4.3.

Conditions de gâchage	Caractéristiques microstructurales	K_0 (MPa.m ^{1/2})	K_{\max} (MPa.m ^{1/2})	ΔK (MPa.m ^{1/2})
0,025 % de gypse broyé	Petits cristaux, bulles d'air nombreuses	0,12	0,17	0,05
Référence		0,11	0,15	0,04
70°C	Gros cristaux, moins de bulles	0,105	0,17	0,065

Tableau 4.3 : Effet des conditions de gâchage et de la cristallisation sur les caractéristiques à la fissuration du plâtre pris, $E/P = 0,8$, $a/w = 0,5$ et vitesse $5 \mu\text{m.mn}^{-1}$. Dispersion 10 %.

Les caractéristiques à la fissuration suivent une évolution avec la cristallisation comparable à celle du module d'Young et des contraintes à la rupture (chapitre 3). Toutefois, la présence d'un minimum de propriétés en fonction d'une taille de cristaux croissante n'est pas nettement marquée, compte tenu de la dispersion des valeurs expérimentales.

La nuance gâchée avec 0,25 % d'acide citrique (cristaux tabulaires, voir figure 2.6) a également été testée. La résistance à la fissuration est très faible, comme toutes les autres propriétés mécaniques déjà étudiées sur cette nuance (partie 3-1.3).

Nuance	K_0 (MPa.m ^{1/2})	K_{\max} (MPa.m ^{1/2})	ΔK (MPa.m ^{1/2})
Référence	0,11	0,15	0,04
0,25 % d'acide citrique	0,04	0,055	0,015

Tableau 4.4 : Effet de l'acide citrique sur les caractéristiques à la fissuration du plâtre pris, $a/w = 0,5$ et vitesse d'essai $5 \mu\text{m.mn}^{-1}$.

Le rapport entre les propriétés de la nuance gâchée avec 0,25 % d'acide citrique et la nuance de référence est d'environ 3, identique à celui enregistré sur le module d'Young et la contrainte à la rupture (voir tableau 3.1).

4-1.5 Essais de propagation de fissures en traction compacte

L'influence de la profondeur relative de la fissure sur les propriétés de fissuration pourrait être liée en flexion 3 points à une interaction avec l'appui situé sur le dessus de l'éprouvette (voir figure 2.7). Une autre technique, la traction compacte, a été utilisée pour déterminer le comportement à la fissuration du plâtre pris sans influence possible d'un appui (voir figure 2.9). Les mesures effectuées sur la nuance de référence sur des éprouvettes $100 \times 100 \times 25 \text{ mm}^3$ sont présentées dans la figure 4.11.

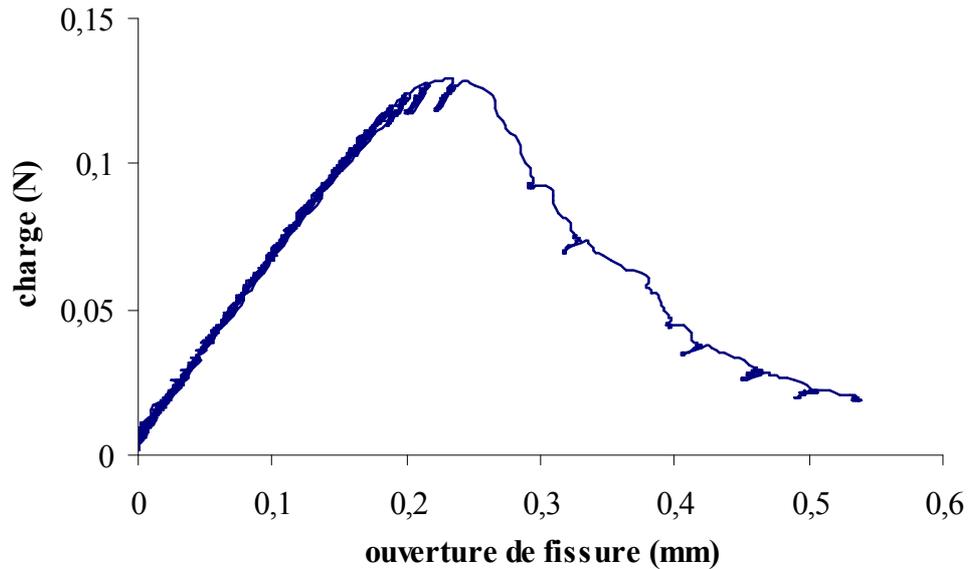


Figure 4.11 : Essai CT sur des éprouvettes de la nuance de référence, $a/w = 0,5$, vitesse d'essai $100 \mu\text{m.mn}^{-1}$.

Les décrochements de charge notés en flexion 3 points sont présents, ils sont donc bien caractéristiques du matériau. L'influence de la profondeur relative d'entaille sur les paramètres des courbes K_R est présentée dans le tableau 4.5.

a/w	K_0 (MPa.m ^{1/2})	K_{\max} (MPa.m ^{1/2})	ΔK (MPa.m ^{1/2})
0,37	0,12	0,14	0,02
0,45	0,12	0,15	0,03
0,7	0,115	0,17	0,055

Tableau 4.5 : Evolution des paramètres de la courbe K_R avec la profondeur relative d'entaille, essais en traction compacte sur la nuance de référence.

Les valeurs sont plus dispersées qu'en flexion, car le contrôle de la propagation est moins bon sur la presse utilisée pour les essais de traction compacte. Mais globalement, le paramètre ΔK augmente avec la profondeur relative d'entaille a/w , confirmant les résultats de flexion.

4-2 Mécanismes de propagation de fissures

4-2.1 Fissuration secondaire

4-2.1.1 Observation de la fissuration

En flexion 3 points, la visualisation de la fissuration à la vidéo caméra permet d'observer des fissures secondaires, créées au-delà de la fissure principale, et qui coalescent avec elle, entraînant une accélération brutale. La propagation de fissures est schématisée sur la figure 4.12.

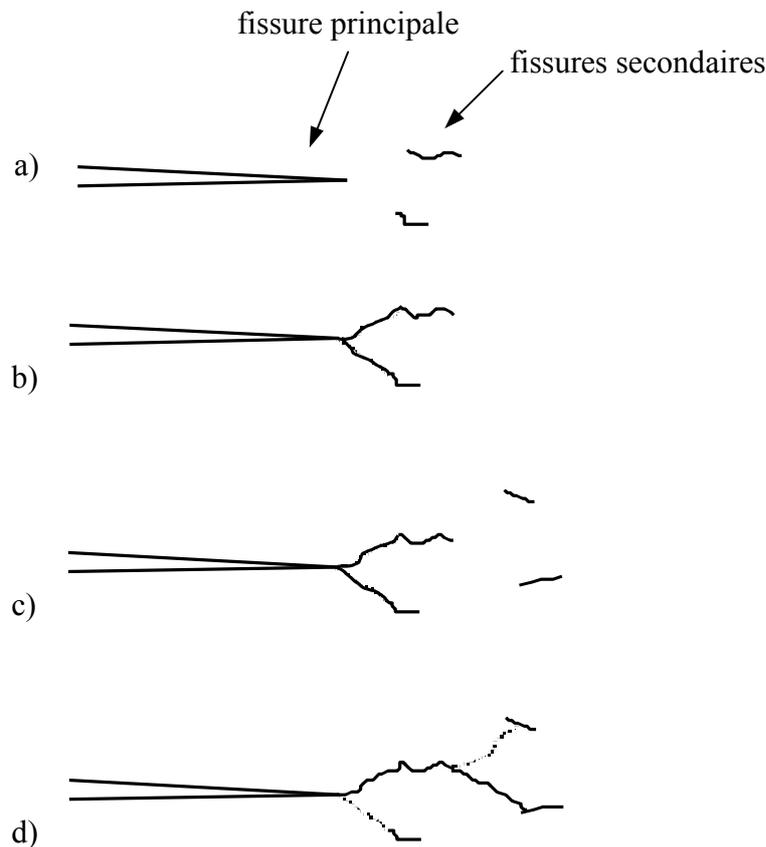


Figure 4.12 : Schématisation de la propagation de fissures dans le plâtre pris.

- à la pointe de l'entaille, des fissures sont amorcées dans les points faibles de la microstructure : porosités ou zones de plus faible résistance, figure 4.12 (a),
- l'interaction de ces fissures secondaires avec la pointe de l'entaille entraîne l'amorçage d'une fissure principale, correspondant au premier décrochement de charge de la courbe

charge – déflexion. C'est le « pop-in », repéré par une flèche dans la figure 4.2 (b). Ensuite la fissure se propage plus lentement, figure 4.12 (b),

- l'augmentation de la concentration de contraintes provoque l'amorçage de nouvelles fissures aux points faibles de la microstructure, figure 4.12 (c),
- l'interaction avec la fissure principale provoque une nouvelle accélération brutale, figure 4.12 (d).

Une fois la fissure propagée, des ramifications sont observées en surface des échantillons (figure 4.13).



Figure 4.13 : Ramification de la fissure (les ramifications sont surlignées pour les faire apparaître plus clairement).

Les cycles de propagation décrits dans la figure 4.12 sont répétés jusqu'à atteindre la face arrière de l'éprouvette. Les étapes de la propagation sont identiques à celles observées en double torsion [Saad 00], mais la visualisation est plus délicate en flexion. Les éprouvettes de double torsion étaient moulées sur une plaque de verre et présentaient un meilleur état de surface, le ligament était également plus important, favorisant l'observation des fissures secondaires.

4-2.1.2 Origine de la fissuration secondaire

L'observation précise de la fissuration (voir figure 4.12) met en évidence des fissures secondaires créées en avant de la fissure principale et qui interagissent avec celle-ci. La présence de ces fissures est liée à l'hétérogénéité de la microstructure : présence de bulles, de pores élancés qui agissent comme concentrateurs de contraintes (voir figure 4.3). L'étude bibliographique a également mis en évidence une distribution des liaisons entre deux cristaux de gypse isolés, supposée exister dans le plâtre pris. La modélisation de la microstructure du plâtre pris et le calcul des propriétés élastiques (chapitre 3) ont permis de mettre en évidence une variation importante de la rigidité locale du matériau, sans même tenir compte de la dispersion des liaisons. En ajoutant que le champ de contraintes dans un matériau extrêmement poreux et hétérogène comme le plâtre pris est très complexe (figure 4.14), l'amorçage de fissures à partir des points faibles distribués dans une large zone autour de la

fissure principale semble logique. La couleur ne donne qu'une indication relative de l'intensité des contraintes, les régions de sollicitations maximales sont en rouge.

200 μm

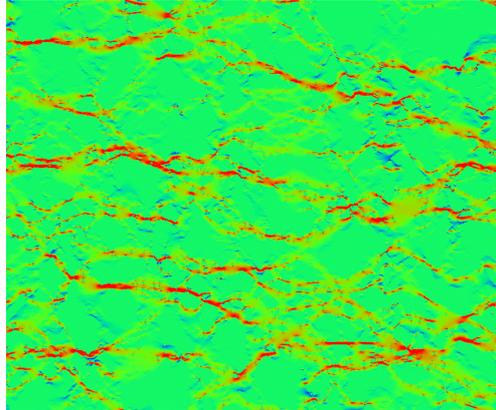


Figure 4.14 : Répartition des contraintes dans une section polie de plâtre pris lors d'une déformation de traction est appliquée horizontalement (voir figure 3.22).

Les résultats de propagation sous-critique [Saad 00] (voir partie 1-3.2.3) confirment également l'endommagement du plâtre pris sous très faible charge (facteur d'intensité de contrainte égal à 30 % de la ténacité macroscopique).

4-2.2 Pontage par cristaux de gypse

La microstructure du plâtre pris (enchevêtrement d'aiguilles élancées) permet d'envisager un pontage de la fissure par des cristaux de gypse. Nous avons tenté de mettre ce mécanisme en évidence d'une part par observation directe du cheminement de fissure, et d'autre part par application de la méthode de réentaillage.

4-2.2.1 Observation du pontage au MEB

La contribution du pontage au renforcement observé dans le plâtre a été confirmée par des observations au MEB. La figure 4.15 montre une fissure secondaire pontée par un cristal de gypse.

5 μm

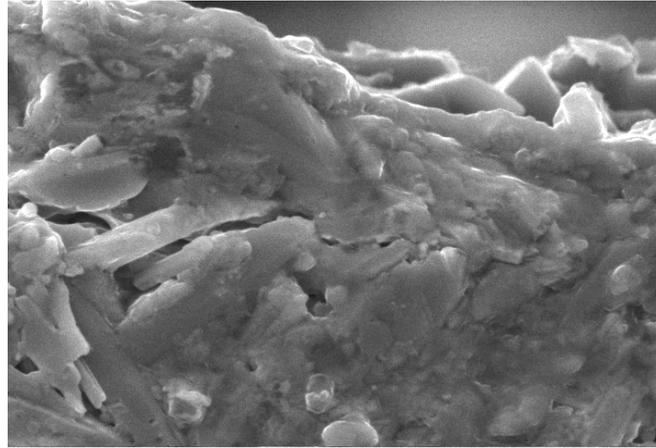


Figure 4.15 : Micrographie au MEB d'une fissure secondaire pontée par une aiguille de gypse.

L'observation directe au MEB de cristaux de gypse pontant une fissure est très délicate : des essais mécaniques dans le microscope sont possibles, mais la taille des éprouvettes rend le contrôle de la propagation de fissures très difficile à obtenir. Le cliché ci-dessus a été réalisé en observant des ramifications secondaires autour de la zone de rupture finale d'une éprouvette testée en flexion. Le pontage ne se limite cependant pas à cette zone, mais serait un phénomène général en présence de fissures.

4-2.2.2 Application de la méthode de réentaillage

Des méthodes indirectes sont également utilisées pour affiner la description du comportement à la fissuration du plâtre pris. La mesure des courbes K_R en flexion, après réentaillage de la zone déjà fissurée, permet de caractériser les mécanismes de renforcement en avant et en arrière de la fissure [Lutz 92]. Une fissure est propagée jusqu'à une certaine longueur, déterminée par la méthode des complaisances. Ensuite, l'échantillon est démonté et réentaillé jusqu'à une longueur donnée, puis l'échantillon est de nouveau testé. Le réentaillage est effectué à l'aide d'une lame de rasoir, en essayant de limiter au maximum l'endommagement.

Dans la figure 4.16, une première propagation de 8 mm environ est effectuée, puis un réentaillage sur 3 mm. Une courbe K_R plane est observée à un facteur d'intensité de contrainte plus faible que la première propagation.

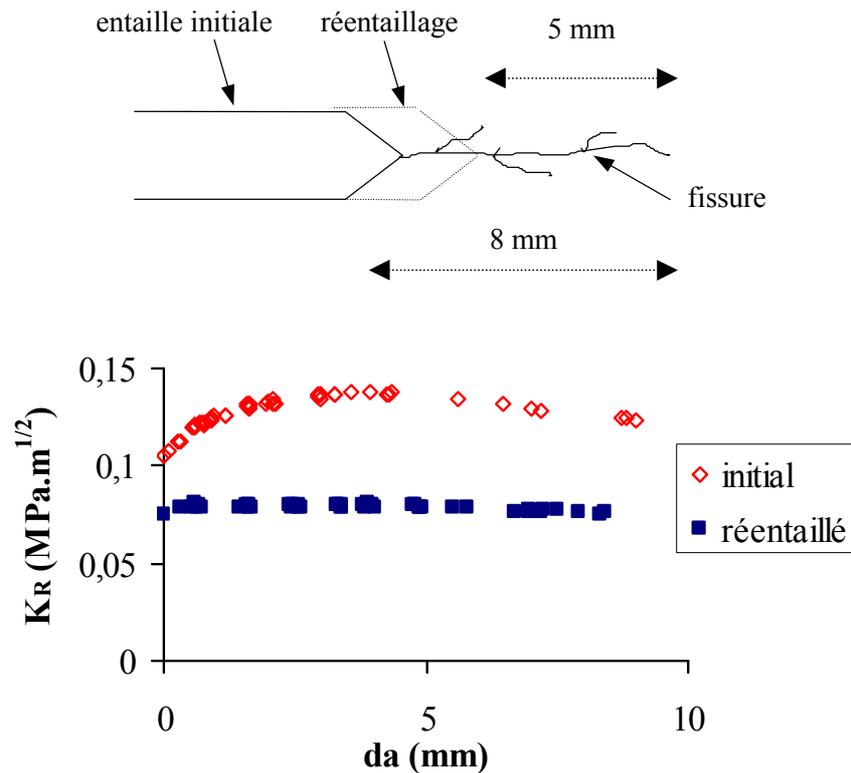


Figure 4.16 : Réentaillage de la fissure s'arrêtant à 5 mm du front de fissure.
 Courbe K_R initiale et après réentaillage, a/w initial = 0,4.

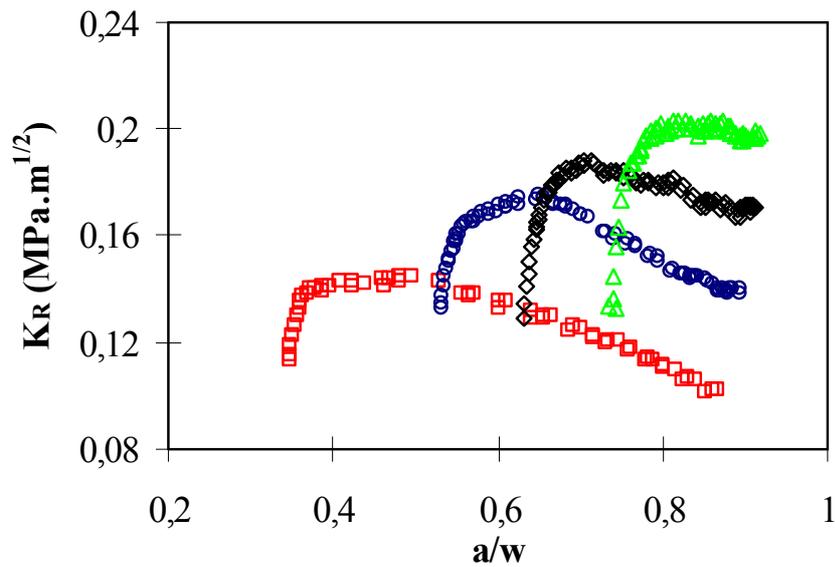
La zone de pontage étant déjà développée et n'étant pas éliminée par le réentaillage, aucun gain de résistance n'est enregistré dans la deuxième courbe K_R . La diminution du facteur d'intensité de contrainte pour l'essai après réentaillage peut s'expliquer par une sous-estimation de la longueur de la fissure par la méthode des complaisances. Celle-ci n'est valable que pour un matériau peu dissipatif avec une seule fissure qui se propage, elle ne permet pas de prendre en compte la fissuration secondaire. De plus, une propagation de la fissure est possible lors du réentaillage.

En conclusion, la part primordiale du pontage dans la zone croissante des courbes K_R est confirmée par cet essai. La diminution du facteur d'intensité de contrainte observée expérimentalement peut être en partie liée à une mauvaise estimation de la longueur de la fissure, mais semble également traduire des interactions à l'arrière du front de fissure, comme la fissuration secondaire, déjà mise en évidence dans le plâtre pris (partie 4-2.1).

4-2.3 Interaction entre les deux mécanismes

L'existence de deux mécanismes actifs dans le plâtre pris lors de la propagation de fissures a été établie. L'influence de la profondeur relative d'entaille sur les courbes K_R (figure 4.8) n'est pas observée sur les matériaux avec un pontage pur. Ainsi, dans l'alumine, les courbes K_R sont quasiment identiques quel que soit le rapport a/w .

a)



b)

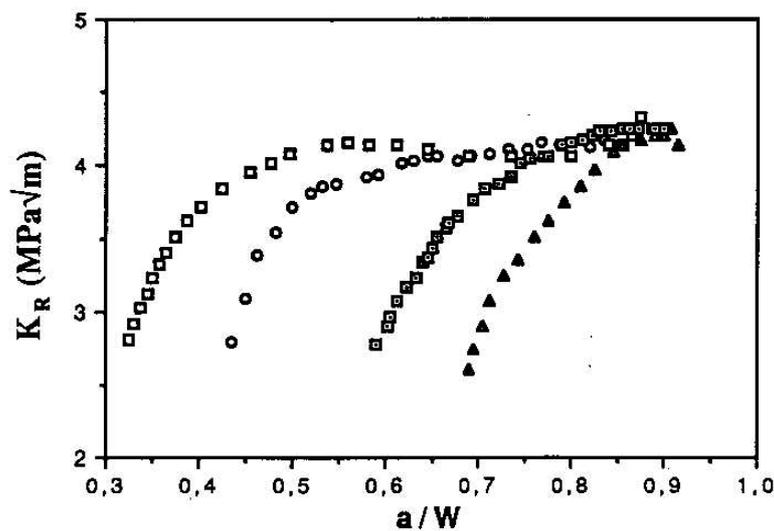


Figure 4.17 : Courbes K_R dans le plâtre pris (a) et l'alumine (b) [Saad 91] à différentes profondeurs relatives d'entailles.

La propagation de fissures dans l'alumine est régulière et le renforcement est totalement assuré par un pontage par grains. La partie croissante de la courbe K_R correspond au développement de la zone pontée, qui atteint une taille stationnaire pour un accroissement de fissure au delà duquel la résistance à la propagation de fissure devient constante (plateau de la courbe K_R).

Dans le cas du plâtre pris, le pontage ne se développe pas entièrement car il est détruit par l'ouverture brutale de la fissure lors de sa coalescence avec des fissures secondaires. L'influence de la profondeur relative d'entaille sur les courbes K_R semble être liée à la probabilité d'ouverture et de propagation de ces fissures. L'état de contrainte non uniforme

dans les éprouvettes de flexion pourrait expliquer les différences de comportement observées expérimentalement.

L'étude de la répartition des contraintes dans les éprouvettes de flexion entaillée a été simulée par le logiciel d'éléments finis RDM[®] (développé par Y. Debard, IUT Le Mans). Les contraintes dans le ligament sont de traction vers l'entaille et de compression à l'arrière de l'éprouvette, avec une fibre neutre au milieu du ligament. Les simulations pour différents rapports a/w avec les charges expérimentales pour amorcer la fissure donnent la même contrainte en tête d'entaille σ_0 égale à 2 kPa. L'état des contraintes dans le ligament est modélisé sur la figure 4.18 pour différentes profondeurs d'entaille.

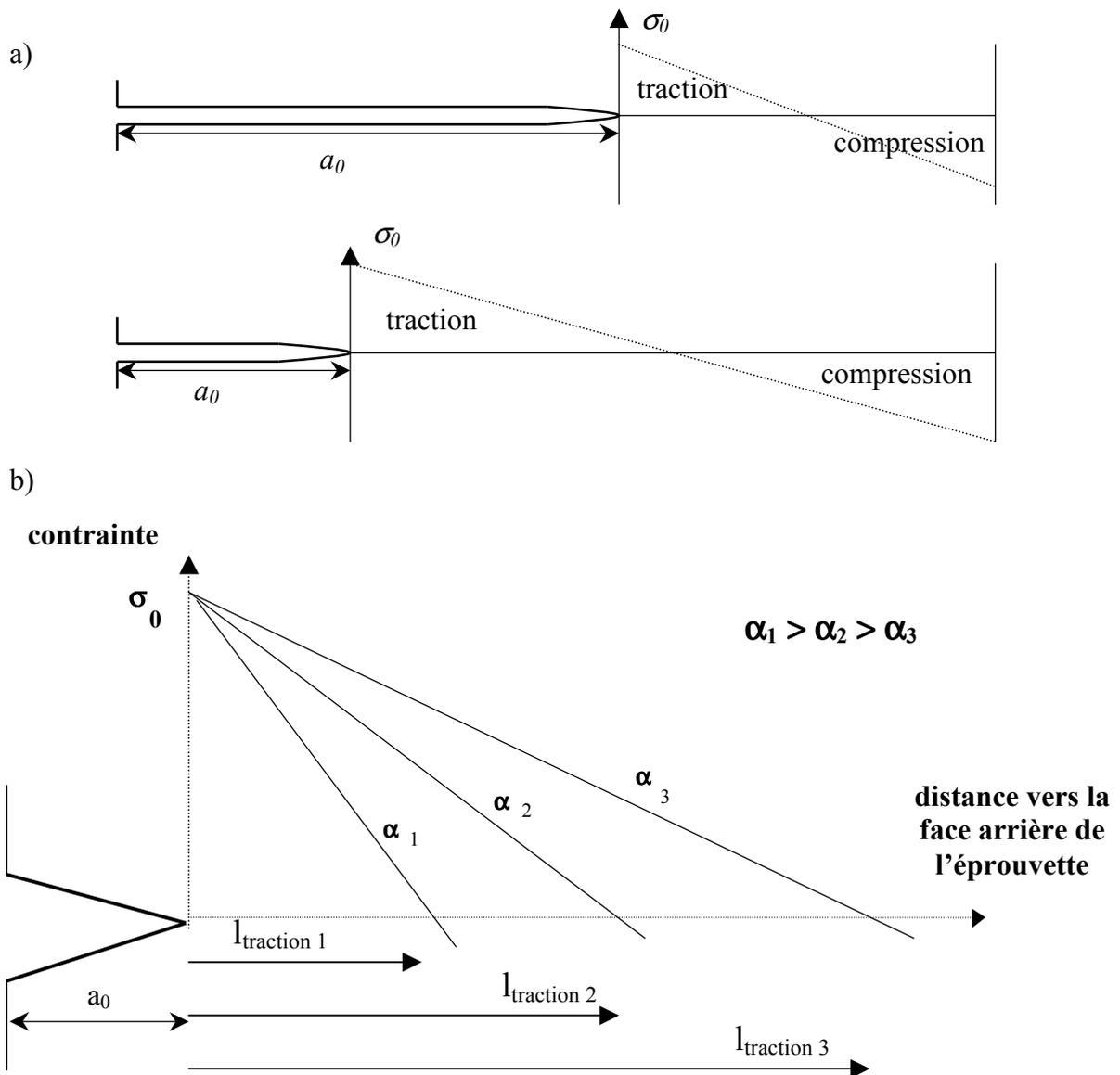


Figure 4.18 : Répartition des contraintes dans le ligament d'une éprouvette SENB pour différents rapports $\alpha = a/w$. a) schéma de deux éprouvettes b) représentation en fonction de la distance vers la face arrière de l'éprouvette.

La longueur du ligament en traction l_{traction} diminue lorsque la profondeur d'entaille augmente. Les contraintes de traction facilitant l'amorçage et l'ouverture des fissures, **la probabilité de former et de propager des fissures secondaires est d'autant plus élevée que la zone en tension est étendue** (a/w faibles), ce qui est compatible avec les résultats expérimentaux (plus de sauts de charge pour des a/w faibles, voir figure 4.2).

Dans le tableau 4.6 sont reportées les valeurs de l'accroissement de fissure avant le plateau de la courbe K_R , Δa^* , déterminées pour différentes profondeurs relatives d'entailles, a/w , à partir de la figure 4.8.

a/w	0,34	0,53	0,63	0,73
Δa^* (mm)	0,6	1,15	1,6	2,3

Tableau 4.6 : Evolution de l'accroissement de fissure avant le plateau de la courbe K_R , Δa^* , en fonction de a/w , nuance de référence, d'après les résultats de la figure 4.8.

L'augmentation de Δa^* avec a/w va bien dans le sens d'une interaction entre les deux mécanismes (pontage et fissuration secondaire) qui contrebalance l'effet du renforcement observé au début de la propagation de fissure. Pour les ligaments importants (a/w faible), la probabilité de coalescence de la fissure principale avec des fissures secondaires est plus grande. L'ouverture brutale de la fissure qui en résulte empêche le développement de la zone pontée et par la suite limite le renforcement.

Le plateau de la courbe K_R observé dans le cas du plâtre pris permet de supposer qu'un équilibre est atteint entre les mécanismes favorisant le renforcement (le pontage et la fissuration secondaire) et ceux qui le diminuent (coalescence de fissures conduisant à une destruction du pontage). Ce point, ainsi que l'interaction des mécanismes évoquée ci-dessus, nécessite néanmoins une étude plus poussée, en s'assurant que l'écart entre la longueur de fissure réelle et celle estimée par la méthode des complaisances ne soit pas trop important. Par ailleurs, les effets de bord ne peuvent être ignorés étant donné l'étendue des zones endommagées.

4-3 Modèle de propagation de fissures dans le plâtre pris

4-3.1 Principe

Une approche en terme de facteurs d'intensité de contrainte est utilisée pour décrire la propagation de fissures. Le facteur d'intensité de contrainte appliqué peut s'écrire avec l'équation 4.2.

$$K_{app} = K_R = K_0 + \Delta K \quad (4.2)$$

avec : K_0 facteur d'intensité de contrainte à l'amorçage de fissure,
 ΔK variation de facteur d'intensité de contrainte lors de la propagation.

Le pontage a une contribution positive sur le facteur ΔK : l'énergie nécessaire pour désenchevêtrer les cristaux diminue l'énergie disponible pour faire avancer la fissure. La création de fissures secondaires consomme également de l'énergie, augmentant ainsi le facteur ΔK . Ces fissures vont interagir avec la fissure principale, avec une diminution de charge à déplacement constant, traduisant une diminution de la résistance du matériau. L'accélération brutale de la propagation qui en résulte est supposée détruire le pontage. Ces deux contributions sont négatives sur le terme ΔK .

La contribution de chaque mécanisme à la résistance à la propagation de fissures est extrêmement délicate à estimer. Toutefois, un modèle qualitatif de propagation peut être proposé, se basant sur une compétition entre les mécanismes augmentant la résistance à la propagation de fissures (pontage, création des fissures) et diminuant la résistance à la propagation de fissures (interaction entre fissures principale et secondaires, destruction du pontage) (figure 4.19).

- une fissure principale est pontée par des cristaux de gypse (a), avec des discontinuités dans la zone de pontage compte tenu de la porosité importante du matériau. Parallèlement à cela, des fissures secondaires sont amorcées dans les endroits les moins résistants autour de la fissure principale (b et c),
- coalescence de la fissure principale avec des fissures secondaires, entraînant une ouverture brutale de la fissure qui détruit le pontage (d),
- nouveau front de fissure avec ramification. La fissure est pontée par les cristaux de gypse et des fissures secondaires sont amorcées (voir étape a).

Les étapes décrites ci-dessus se reproduisent de manière périodique, un équilibre entre le pontage et la coalescence avec les fissures secondaires est atteint et correspond au plateau de la courbe K_R .

Le modèle de propagation de fissures est développé en 2D, alors que la différence entre 2D et 3D pour de fortes porosités est très nette (voir chapitre 3). La microstructure du plâtre pris est très hétérogène, le front de fissure n'est sûrement pas droit et le pontage discontinu (densité de cristaux variable dans l'échantillon, porosité élevée).

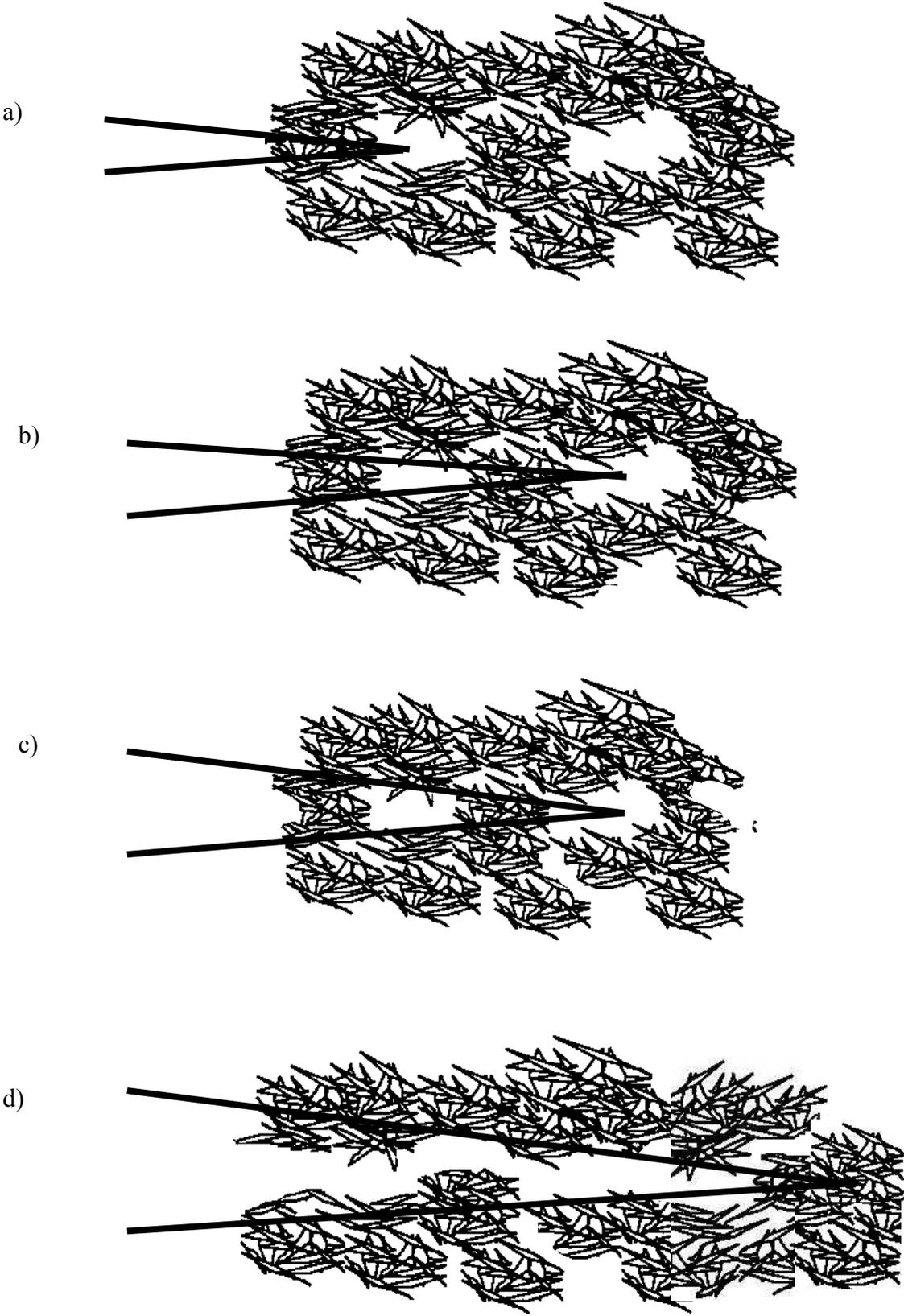


Figure 4.19 : Modèle de propagation de fissures dans le plâtre pris.

4-3.2 Quantification du pontage, effet de la microstructure

Malgré une difficulté évidente pour quantifier la contribution des mécanismes actifs dans la fissuration du plâtre pris, une estimation même grossière des contraintes de pontage permettrait de différencier les nuances testées en propagation de fissures (effet de la microstructure). Pour mieux caractériser le pontage, il est nécessaire de connaître la distribution des contraintes avec l'ouverture de la fissure. Cette fonction $\sigma(u)$ est une caractéristique intrinsèque du matériau, ce qui n'est pas le cas d'une courbe K_R , sensible à la géométrie de l'éprouvette et aux conditions d'essai.

Plusieurs techniques de mesure des contraintes de pontage ont été présentées dans la partie 1-3.3.2. La méthode la plus simple est de considérer une contrainte constante dans la zone pontée (hypothèse de Dugdale). Dans ce cas, le tracé de K_R en fonction de \sqrt{da} permet de déterminer facilement la contrainte moyenne de pontage d'après la relation [Saka 88] :

$$K_R = K_0 + 4\sigma_p \sqrt{\frac{da}{2\pi}} \quad (4.3)$$

Une amélioration de la description de la courbe $\sigma(u)$ est de considérer une évolution de la forme [Mai 87] :

$$\sigma(u) = \sigma^* \left(1 - \frac{u}{u^*}\right)^n \quad (4.4)$$

Pour les essais de propagation de fissures réalisés en flexion 3 points sur les trois nuances de cristallisations différentes gâchées à $E/P = 0,8$, les valeurs de σ_{Dugdale} , σ^* et n pour les différentes nuances préparées à $E/P = 0,8$ sont données par :

Conditions de gâchage	Caractéristiques microstructurales	σ_{Dugdale} (MPa)	σ^* (MPa)	n
Gypse broyé	Petits cristaux, nombreuses bulles d'air	0,75	0,9	0,3
Référence		0,55	0,7	0,45
70°C	Gros cristaux, peu de bulles d'air	0,9	1,1	0,35

Tableau 4.7 : Détermination des contraintes de pontage selon l'hypothèse de Dugdale et modèle de Mai et Lawn, à partir des essais en flexion entaillée, pour des plâtres gâchés à $E/P = 0,8$ dans des conditions différentes.

Le paramètre σ^* , déterminé avec la méthode de Hu (partie 1-3.3.2) à partir des essais de traction compacte, suit la même évolution avec les différentes microstructures que la contrainte moyenne calculée à partir de l'hypothèse de Dugdale. Le fait que le coefficient n

soit faible signifie que le pontage est peu efficace : une valeur élevée (2 à 3) indique un pontage localisé près du fond de fissure, avec souvent une forte intensité. Cette conclusion était tout à fait attendue pour le plâtre pris, matériau peu résistant mécaniquement. La comparaison avec les valeurs mesurées sur d'autres matériaux (voir tableau 1.4) confirme cette faible tenue mécanique.

4-4 Conclusion

Une approche nouvelle du comportement à la fissuration du plâtre pris a été développée et fera l'objet d'une publication [Meil 01b]. Un comportement très original, lié aux spécificités de la microstructure du plâtre, a été décrit et interprété. L'étude menée ici pourrait servir à d'autres matériaux poreux ou très hétérogènes.

Le plâtre sec, matériau dont le comportement mécanique est à priori simple, ne suit pas complètement les hypothèses de la mécanique linéaire élastique de la rupture. L'étude de la propagation de fissures a permis de mettre en évidence des mécanismes dissipatifs d'énergie et notamment une zone endommagée de taille importante (plusieurs millimètres). Ainsi, la notion de ténacité (valeur précise de facteur d'intensité de contrainte entraînant la rupture brutale du matériau) ne décrit pas la réalité de l'endommagement.

L'approche de courbe de résistance à la propagation de fissures, ainsi que des observations in-situ de la fissuration ont permis d'identifier les mécanismes actifs dans le matériau :

- pontage de la fissure par des cristaux de gypse,
- amorçage de fissures secondaires au devant de la fissure principale, et qui coalescent avec elle.

La présence de fissures secondaires est interprétée en considérant la microstructure du plâtre pris : les faibles contacts entre cristaux conduisent à une grande dispersion de tenue mécanique locale, et la forte porosité du matériau implique une répartition très hétérogène des contraintes, favorisant l'amorçage des fissures dans une large zone et sous une faible charge appliquée.

L'amorçage et la propagation de fissures sous très faibles contraintes mettent en doute l'existence d'un domaine de sécurité dans l'utilisation d'éléments de plâtre.

CHAPITRE 5 : PROPRIETES MECANIQUES DU PLATRE PRIS EN PRESENCE D'EAU

5-1 Frottement intérieur – mécanismes dissipatifs

5-1.1 Méthode du pendule de torsion

5-1.2 Méthode de vibration en flexion

5-1.3 Corrélation avec le comportement macroscopique

5-2 Etude du comportement en flexion

5-2.1 Résistance et flèche à la rupture

5-2.2 Loi de comportement

5-2.3 Modélisation

5-3 Conclusion

La partie bibliographique a permis de montrer que le comportement mécanique du plâtre pris saturé en eau est très différent de celui du plâtre pris sec. Dans ce chapitre, des résultats originaux de frottement intérieur à taux d'humidité et amplitude de sollicitation variables sont présentés.

Deux mécanismes d'action de l'eau sont mis en évidence : la **diminution de la liaison intercrystalline** et l'apparition de **glissements entre cristaux**. Ils se confirment sur la loi de comportement du plâtre pris saturé en eau en flexion. Une influence très nette de la vitesse de sollicitation sur la déformation à la rupture est mise en évidence, confirmant ainsi le rôle des glissements. Le comportement macroscopique peut alors être approché par un modèle rhéologique simple, traduisant le caractère viscoélastique du plâtre humide.

Le module élastique diminue légèrement lors de l'absorption d'eau par le plâtre pris, dans une proportion bien moindre que la contrainte à la rupture, confirmant le résultat obtenu en modélisation numérique (chapitre 3). Le passage du comportement de l'état sec vers le comportement à l'état humide apparaît continu : l'intensité moyenne de la liaison intercrystalline diminue progressivement lorsque la quantité d'eau absorbée augmente.

L'influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques du plâtre pris est importante à étudier, car, comme il a été présenté dans la partie 1-4, une variation même faible du taux d'humidité peut grandement influencer le comportement du matériau. Cet effet de l'eau est donc sensible dans tous les essais sur le plâtre pris, même en condition ambiante.

5-1 Frottement intérieur – mécanismes dissipatifs

Le frottement intérieur correspond à la dissipation d'énergie liée à des mécanismes microstructuraux (cassure de liaisons, déplacements de matière, transport d'une phase liquide dans le matériau..., voir partie 2-2.4).

Cette technique a été appliquée pour la première fois au plâtre pris dans le but de caractériser les mécanismes de dissipation d'énergie actifs dans le matériau et d'étudier l'influence de l'eau sur ces mécanismes.

5-1.1 Méthode du pendule de torsion

La fréquence de sollicitation est de 1 Hz pour tous les essais réalisés au pendule de torsion, la déformation maximale est de $8 \cdot 10^{-3}$ environ. L'endommagement de l'éprouvette lors de sa mise en place peut être repéré sur les courbes expérimentales (voir 2-2.4), ce qui permet de s'affranchir de cet effet.

5-1.1.1 Effet de l'humidité sur les pertes mécaniques

Cette étude est réalisée en faisant largement varier les conditions d'humidité. Pour cela, des essais ont été menés dans les conditions suivantes :

- sous vide de 10^{-2} MPa qui permet d'éliminer toute l'eau dans l'échantillon, sans déshydrater le gypse,
- en condition ambiante (environ 35 % HR, mesure avec un hygromètre de sensibilité ± 5 % HR),
- en saturant l'échantillon en eau. L'eau a été saturée en gypse dissous pour limiter les éventuels effets de dissolution du gypse. Les mors ne sont pas mouillés pour ne pas influencer le serrage de l'échantillon.

Les valeurs expérimentales pour les trois conditions d'essai en fonction de la déformation appliquée à l'échantillon sont présentées dans la figure 5.1.

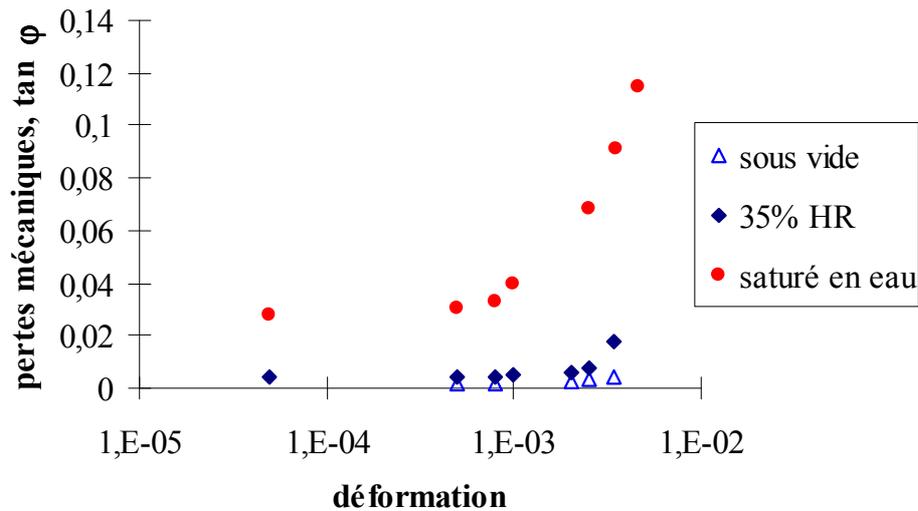


Figure 5.1 : Evolution du frottement intérieur en fonction de la déformation et du taux d'humidité pour la nuance de référence. Pendule de torsion.

Les mesures sont reproductibles, avec toutefois une dispersion assez élevée (30 %), mais ne remettant pas en cause l'évolution observée.

En condition ambiante, une valeur de pertes mécaniques de $5 \cdot 10^{-3}$ est enregistrée pour de faibles déformations. A partir d'un seuil de déformation proche de $2 \cdot 10^{-3}$, le frottement intérieur augmente avec la sollicitation. Les taux de frottement interne ne sont pas très élevés : un frottement intérieur de $5 \cdot 10^{-3}$ correspond à 0,5% d'énergie dissipée par rapport à l'énergie fournie au système. Certains polymères peuvent présenter des taux supérieurs à 10 %.

Les valeurs mesurées sous vide sont quasiment constantes avec le taux de déformation dans la gamme testée. Pour un plâtre pris saturé en eau, une hausse importante des pertes mécaniques est enregistrée. L'influence du taux de déformation est également modifiée : l'augmentation des pertes à partir d'une valeur seuil est accentuée, cette valeur seuil étant elle-même reliée au taux d'humidité.

Les résultats obtenus montrent l'extrême sensibilité des mécanismes de dissipation d'énergie à l'humidité. Un autre point remarquable est la réversibilité des mesures : au cours d'un cycle de sollicitation (augmentation de la déformation puis retour au niveau initial), les pertes mécaniques à déformation donnée sont identiques. De la même manière, les échantillons mouillés puis séchés retrouvent leur comportement initial. Les mécanismes de dissipation d'énergie sont réversibles et créent peu de déformation résiduelle.

Des éprouvettes mouillées par de l'éthanol ont été testées pour comparer l'influence de ce solvant à celle de l'eau sur les propriétés du plâtre pris, et voir ainsi la validité de l'hypothèse de Kato sur l'influence de la tension superficielle des liquides (partie 1-4.3, figure 1.30). Les pertes mécaniques enregistrées sur des échantillons saturés d'éthanol sont présentées dans la figure 5.2.

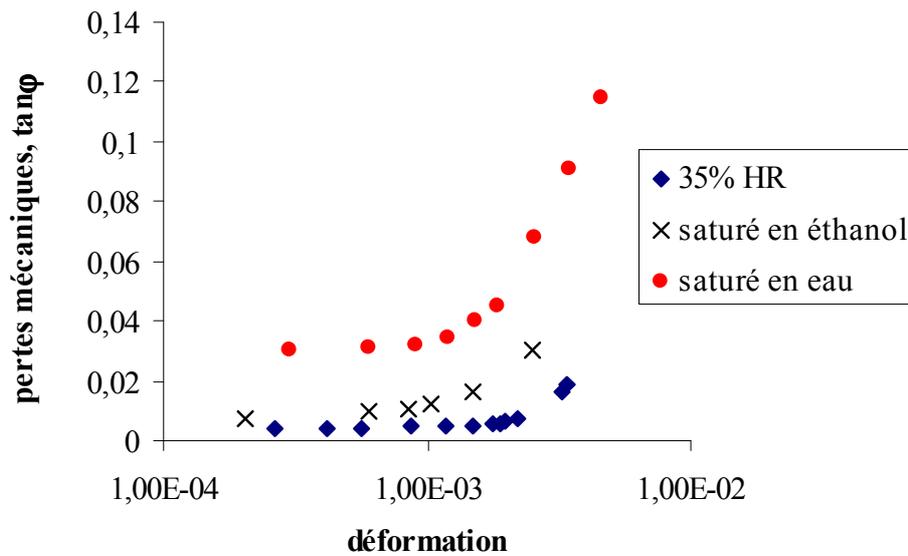


Figure 5.2 : Effet de l'éthanol sur les pertes mécaniques de la nuance de référence. Les résultats pour des éprouvettes en condition ambiante et saturées en eau sont présentés pour comparaison.

L'effet de l'éthanol est d'augmenter les pertes mécaniques par rapport à l'état sec, mais dans une proportion moindre que la saturation en eau. Il convient de signaler que l'éthanol pouvant absorber de l'eau, les résultats sont à considérer avec prudence. Ce résultat semble toutefois confirmer l'importance de la tension superficielle d'un liquide sur les propriétés du plâtre pris conservé dans ce liquide : plus la tension superficielle est élevée, plus la diminution des propriétés est importante (voir partie 1-4.3).

5-1.1.2 Mécanismes dissipatifs – comparaison avec d'autres matériaux

Le mécanisme potentiel pour expliquer la dissipation d'énergie dans le plâtre pris est le glissement entre cristaux de gypse. La réversibilité des pertes mécaniques avec l'amplitude de sollicitation est compatible avec cette hypothèse.

Pour interpréter les résultats expérimentaux, on peut faire le parallèle avec des travaux sur d'autres matériaux. Mavko [Mavk 79] a étudié l'influence de la déformation appliquée sur les pertes mécaniques de différentes roches, dans des conditions d'essais proches de celles du pendule de torsion utilisé dans ce travail. L'évolution du frottement intérieur Q^{-1} ($Q^{-1} = \varphi$, avec φ angle de déphasage) avec la déformation est présentée dans la figure 5.3.

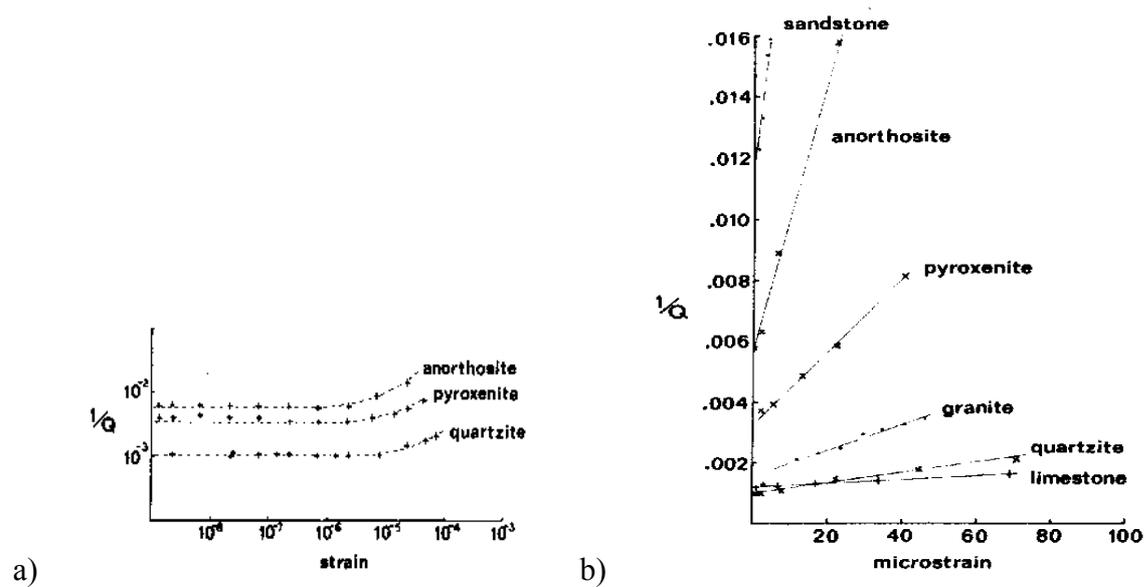


Figure 5.3 : a) transition entre des pertes indépendantes de la sollicitation et le régime de dépendance, échelle de déformation logarithmique, b) dépendance entre Q^{-1} et ϵ pour six différentes roches, échelle linéaire en déformation [Mavk 79].

Une dépendance linéaire entre les pertes et l'amplitude de la sollicitation est notée à partir d'une déformation seuil (figure 5.3 b). En dessous de cette valeur, les pertes sont constantes et indépendantes de l'amplitude de la sollicitation. Ce résultat est à corrélérer à celui observé sur du plâtre pris (figure 5.1).

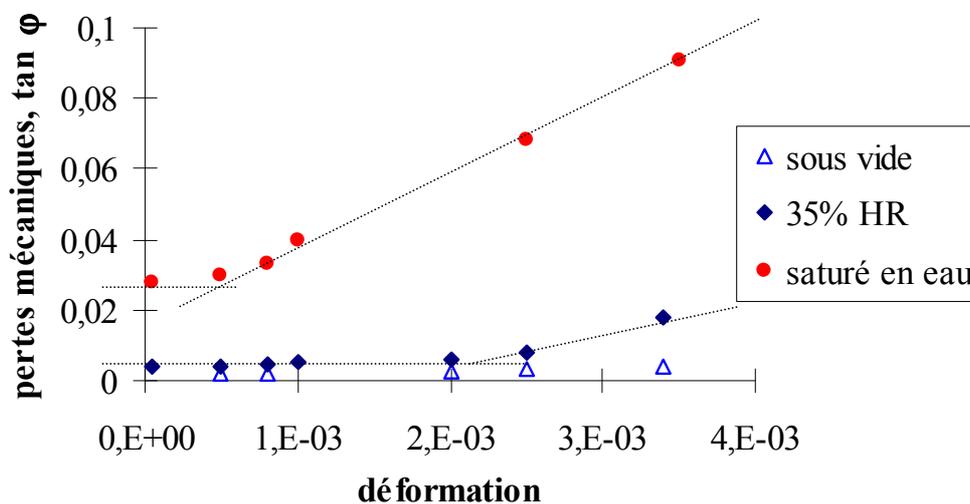


Figure 5.4 : Evolution de $\tan \phi$ avec l'amplitude de la sollicitation, nuance de référence, échelle linéaire en déformation.

Il apparaît une transition entre un état pour lequel les pertes mécaniques sont indépendantes de la déformation et un état dans lequel les pertes augmentent avec la déformation. Même si l'évolution linéaire avec la sollicitation n'a pas pu être vérifiée pour des déformations plus

élevées (le pendule de torsion ne permettant pas de solliciter les échantillons à plus forte amplitude), l'analogie avec les résultats sur les roches apparaît clairement.

Pour interpréter les résultats présentés dans la figure 5.3, Mavko utilise un modèle de sphères en contact développé par Mindlin [Mind 49]. L'approche est basée sur la théorie de Hertz sur des sphères en contact, en considérant la possibilité d'un glissement relatif entre les sphères. Une description plus précise de ce modèle est donnée en annexe 4. La principale conclusion est l'existence d'une proportionnalité entre le frottement intérieur et l'amplitude de sollicitation en présence de glissement. Ce résultat a été généralisé aux matériaux granulaires [Mavk 79]. La conclusion principale de l'étude de Mavko est que **la transition entre des pertes indépendantes de la déformation puis linéairement dépendantes est liée à l'apparition de glissements dans le matériau**. Cette hypothèse semble particulièrement adaptée au plâtre, dont le comportement au pendule de torsion est proche de celui des roches testées par Mavko (figure 5.4). Les pertes sont de plus réversibles en déformation et en humidité, ce qui est compatible avec un glissement de surfaces.

Un semihydrate α gâché à $E/P = 0,4$ (porosité du plâtre pris d'environ 30 % contre 55 % pour la nuance de référence) a été testé au pendule de torsion. Les résultats expérimentaux sont présentés dans la figure 5.5, en condition ambiante (35 % HR) et sur du plâtre pris totalement saturé en eau.

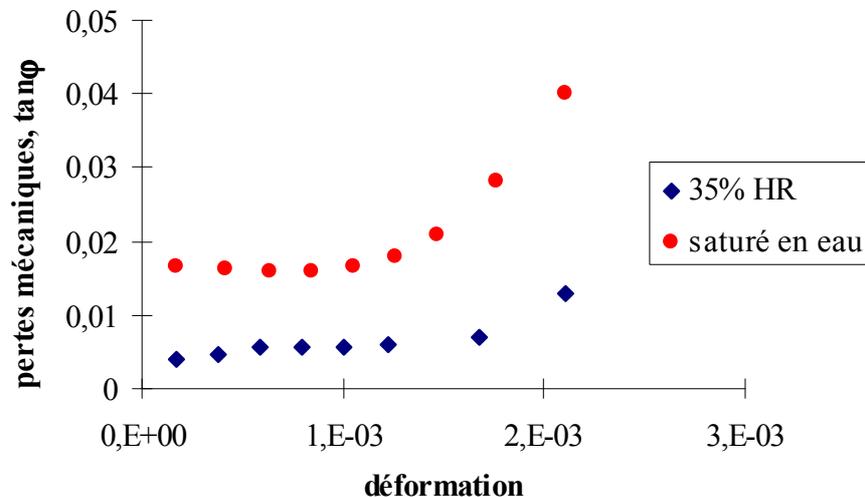


Figure 5.5 : Evolution des pertes mécaniques avec l'amplitude de la sollicitation, plâtre pris gâché à $E/P = 0,4$.

Les pertes mécaniques sont légèrement plus faibles que celles obtenues sur la nuance de référence (voir figure 5.1). Cependant, en tenant compte de la dispersion importante des résultats (30 %), la densité du plâtre pris ne semble pas influencer fortement les pertes mécaniques. Celles ci ne semblent pas caractéristiques, à taux de déformation et conditions d'essais identiques, à la densité du matériau, donc au nombre de contacts entre cristaux.

En conclusion, les résultats tirés des essais au pendule de torsion se sont avérés très riches dans l'étude de l'interaction eau – plâtre pris : les glissements entre cristaux, souvent invoqués pour expliquer la non-linéarité du plâtre pris à l'état humide, ont pu être caractérisés. Cette technique n'apparaît cependant pas assez sensible pour enregistrer précisément l'influence de l'humidité ou de la microstructure des nuances testées.

5-1.2 Méthode de vibration en flexion

La technique de vibration en flexion est complémentaire de celle du pendule de torsion : la déformation appliquée est proche de 10^{-6} , valeur nettement inférieure à celle du pendule, et l'absence de serrage important de l'éprouvette permet une meilleure précision sur les mesures de pertes mécaniques et de module d'Young (partie 2-2.4.2).

5-1.2.1 Comportement typique

En condition ambiante (20°C , 35 % HR), les résultats sont très reproductibles et donnent une valeur de frottement intérieur de $3,5 \cdot 10^{-3}$, avec un écart-type de $0,2 \cdot 10^{-3}$. Une comparaison avec les valeurs obtenues au pendule de torsion dans les mêmes conditions de température et d'humidité est effectuée, même si les conditions d'essai sont différentes entre les deux techniques : la fréquence de sollicitation est de 1 Hz au pendule de torsion et proche de 1 kHz en flexion, la déformation appliquée à l'échantillon n'est pas la même (essais de torsion et de flexion). Pour les comparer, les valeurs obtenues en flexion sont extrapolées à une très faible déformation par rapport à celles du pendule de torsion (figure 5.6).

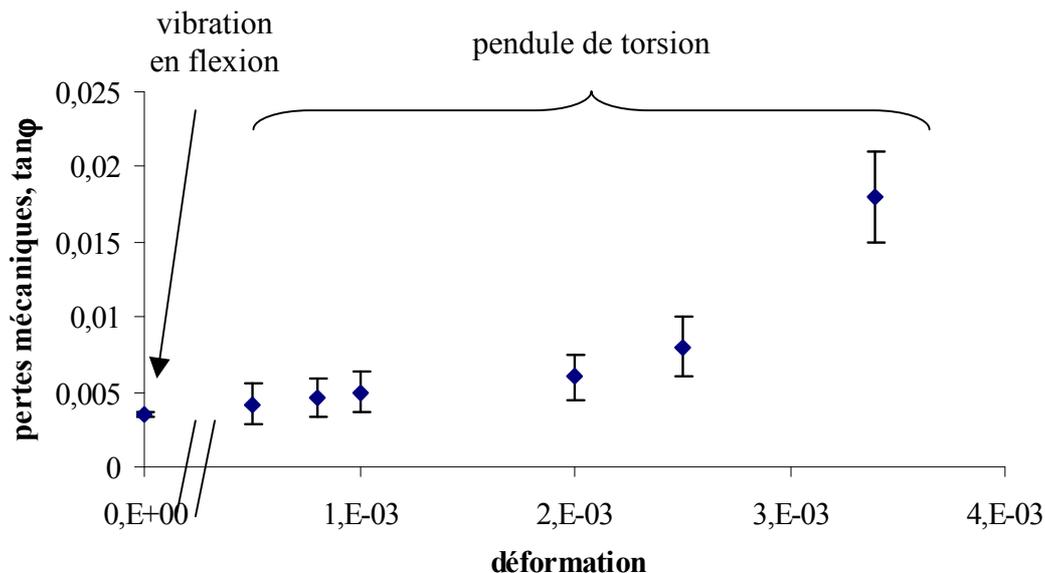


Figure 5.6 : Evolution du frottement intérieur avec la déformation, nuance de référence, 35 % HR. Mesures au pendule de torsion présentées en figure 5.1 et comparaison avec la valeur obtenue en vibration en flexion.

La valeur obtenue en flexion est quasiment identique à celles du pendule à faible déformation, avec un écart type nettement réduit. En dessous d'une valeur seuil, les pertes mécaniques sont quasiment constantes quelle que soit l'amplitude de la sollicitation. Selon l'analyse de Mavko, cela traduirait l'absence de glissements, d'autres mécanismes expliquant la dissipation d'énergie dans le matériau pour de faibles déformations.

L'influence du taux d'humidité est étudiée comme pour le pendule avec des essais sous vide léger (10^{-2} MPa, considéré comme état sec), en condition ambiante (35% HR) et en utilisant des atmosphères confinées (enceinte avec un réservoir d'eau sous l'échantillon). Les mesures des taux d'humidité sont réalisées à l'aide d'un hygromètre de sensibilité $\pm 5\%$ HR. Le temps de stabilisation pour des atmosphères confinées est d'environ une journée. L'évolution du module d'Young et des pertes mécaniques est présentée dans la figure 5.7. Les résultats sont présentés dans la figure 5.8 en fonction de la masse d'eau absorbée (plutôt que de l'humidité relative), en utilisant l'isotherme d'adsorption présentée en figure 1.25.

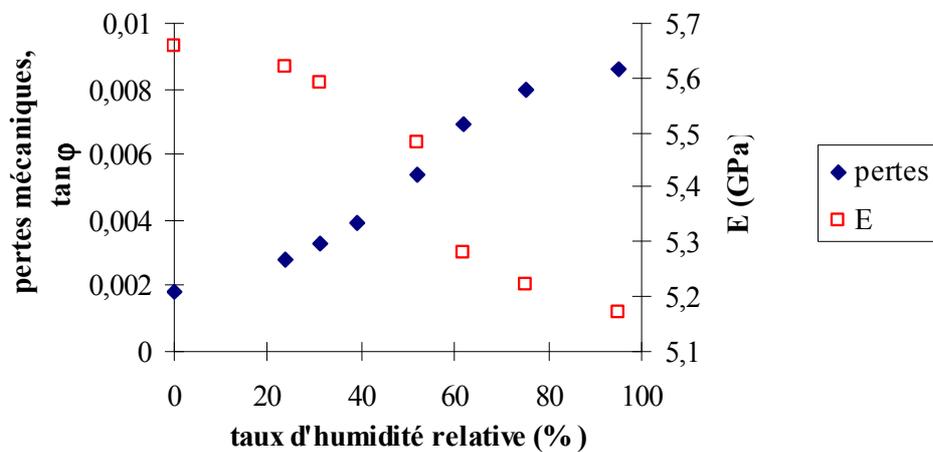


Figure 5.7 : Evolution des pertes mécaniques et du module d'Young en fonction du taux d'humidité relative. Méthode de vibration d'une éprouvette en flexion, nuance de référence.

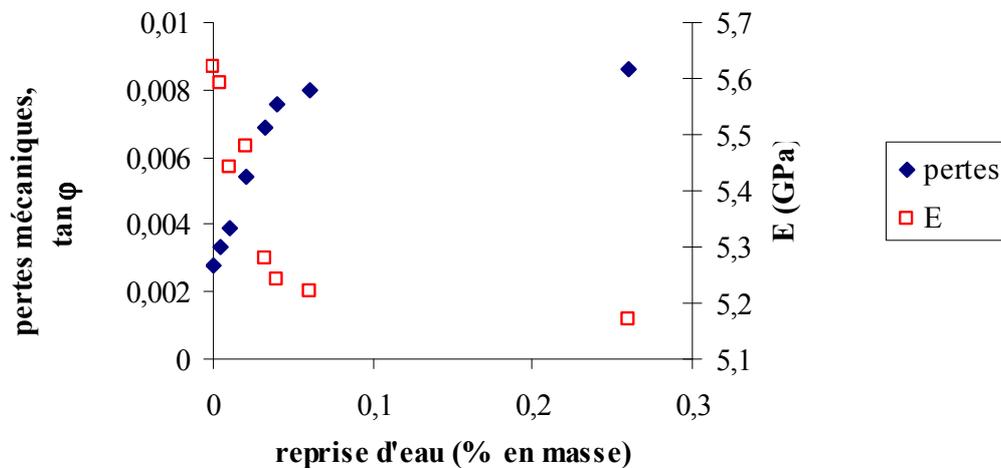


Figure 5.8 : Evolution des pertes mécaniques et du module d'Young en fonction de la masse d'eau absorbée.

L'évolution des pertes mécaniques est presque linéaire avec le taux d'humidité relative, mais en fonction de la reprise d'eau, les premières quantités d'eau absorbées apparaissent très influentes sur la dissipation, une absorption supplémentaire ayant un effet moins marqué. L'importance des premières quantités d'eau n'est pas surprenante, elle a déjà été établie pour la diminution des contraintes à la rupture (voir partie 1-4.1).

Le module d'Young est par contre moins sensible à la reprise d'eau (environ 8 % de diminution entre 0 et 95 % d'humidité relative). Ce résultat peut être comparé à celui obtenu par Badens (voir partie 1-4.1) : une diminution du module d'Young de 7 % a été enregistrée entre 12 % et 97 % HR. La correspondance entre ces deux résultats est très bonne et confirme la faible sensibilité des modules élastiques à la reprise d'eau, contrairement aux paramètres de rupture et aux pertes mécaniques.

La principale hypothèse pour expliquer la dissipation d'énergie dans le matériau est le mouvement de la phase liquide absorbée. En effet, avec cette technique expérimentale, la déformation appliquée est extrêmement faible et les glissements ne semblent pas être actifs. Titmann [Titm 80], en étudiant l'amortissement créé par différents liquides sur des roches à très faible déformation, a mis en évidence une proportionnalité entre les pertes mécaniques et les paramètres suivants :

- le nombre de sites actifs sur lesquels le liquide peut s'adsorber,
- la masse de liquide absorbée,
- la diminution de la liaison intergranulaire liée à l'adsorption.

L'hypothèse de Titmann semble bien s'appliquer au plâtre pris : l'augmentation de pertes pour les toutes premières quantités d'eau pouvant s'interpréter comme une diminution des liaisons intercrystallines. Cette hypothèse doit tout de même être confirmée par des essais complémentaires.

5-1.2.2 Suivi du séchage du plâtre

Après avoir saturé une éprouvette d'eau, l'évolution du module et des pertes mécaniques est enregistrée lors du séchage en condition ambiante. Une courbe typique est présentée dans la figure 5.9, le temps 0 correspondant à l'état de saturation en eau.

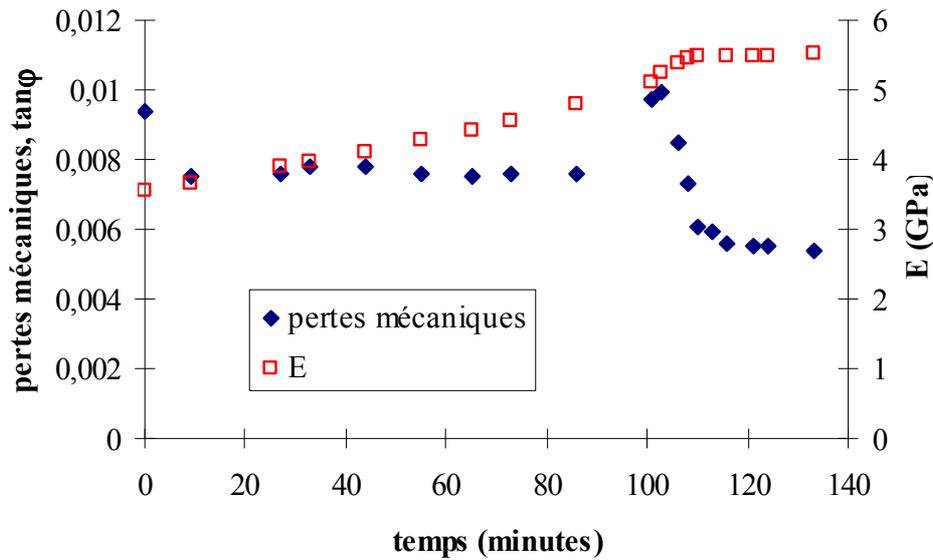


Figure 5.9 : Evolution du frottement intérieur et du module d'Young lors du séchage (à partir du temps 0) de la nuance de référence saturée avec de l'eau saturée en gypse dissous.

L'évolution du module d'Young avec le temps de séchage est régulière, contrairement aux pertes mécaniques. La courbe de frottement intérieur présente tout d'abord une diminution rapide puis un long plateau, suivi d'un pic très marqué et d'une décroissance extrêmement rapide jusqu'à la valeur ambiante. Cette évolution n'a pas été enregistrée lors de la montée en humidité, réalisée jusqu'à des valeurs de 95 % HR au maximum. La durée du plateau est fonction de nombreux paramètres : quantité d'eau absorbée, humidité ambiante... Si on utilise de l'eau distillée ou saturée en gypse pour mouiller l'éprouvette, l'enregistrement sera le même. En mouillant l'échantillon avec de l'éthanol, le même type de courbe est enregistré, mais la durée du plateau est réduite, ce qui traduit une évaporation plus rapide de l'éthanol que celle de l'eau.

Ces résultats confirment que les dernières quantités d'eau qui s'évaporent sont les plus influentes sur les pertes mécaniques, mais ils laissent également apparaître un comportement particulier en désorption, avec un pic de dissipation juste avant le retour à l'état ambiant.

5-1.2.3 Etude de l'effet de dissolution

La technique de vibration en flexion permettant d'obtenir des valeurs précises de pertes mécaniques, nous l'avons utilisée pour étudier l'effet de la dissolution du gypse conservé dans l'eau. L'étude bibliographique a montré que l'influence d'un processus de dissolution était sensible après au moins quelques jours de conservation dans l'eau. Ici, des échantillons de la nuance de référence ont été conservés dans 30 ml d'eau saturée en gypse dissous pendant 2 jours. Les résultats en terme de pertes mécaniques sont présentés dans la figure 5.10, la dispersion sur les résultats est de 5 % environ.

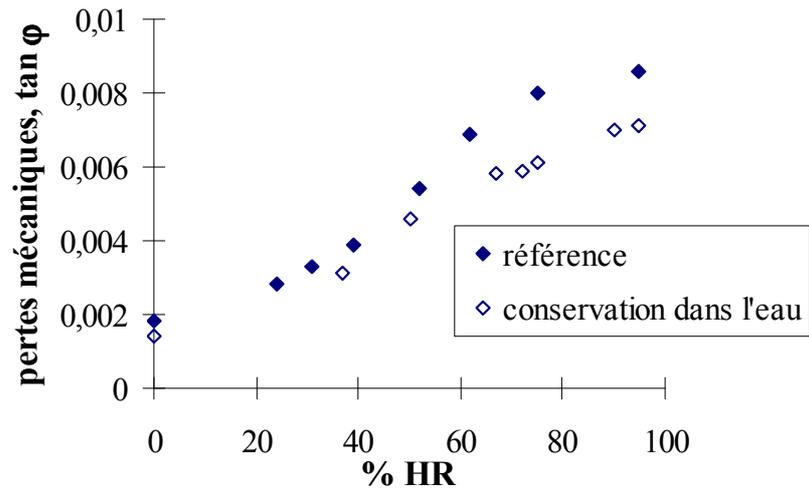


Figure 5.10 : Evolution du frottement intérieur en fonction du taux d'humidité. Nuance de référence conservée dans 30 ml d'eau initialement saturée en gypse dissous pendant 2 jours.

Les valeurs de pertes mécaniques mesurées sous vide et à taux d'humidité ambiante sont équivalentes à celles obtenues sur du plâtre frais en tenant compte de la dispersion, mais une diminution est enregistrée à plus fort taux d'humidité. Les éprouvettes conservées dans l'eau sont observées au MEB.

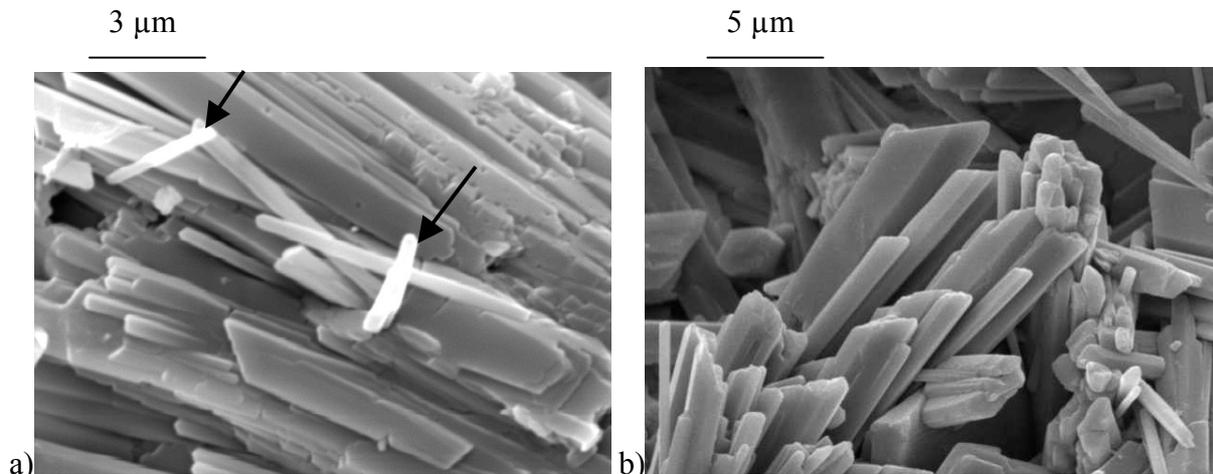


Figure 5.11 : Micrographie d'un échantillon conservé dans l'eau saturée en gypse dissous pendant deux jours (a) et d'un plâtre pris fraîchement gâché (b).

La présence de petits cristaux de gypse (voir flèches, figure 5.11 a) est notée par rapport à un plâtre pris fraîchement gâché. Ils sont répartis aléatoirement dans l'échantillon et ne semblent pas être fortement liés à la structure cristalline initiale. Leur apport en terme de renforcement mécanique semble faible ou nul. Le transport de matière dans le plâtre pris conservé dans l'eau est confirmé par ces essais, mais il ne semble pas engendrer de transformation radicale du matériau et de ses propriétés pour quelques jours de conservation. Ce résultat confirme les conclusions de l'étude bibliographique (voir partie 1-4.1).

L'influence de la dissolution sur les pertes mécaniques à forte humidité (figure 5.10) peut être liée à une évolution des sites d'adsorption du liquide (dissolution des zones les moins ordonnées). La quantité d'eau adsorbée par le matériau dans les mêmes conditions serait alors plus faible que dans le plâtre frais.

5-1.2.4 Corrélation comportement - microstructure

Un semihydrate α gâché à $E/P = 0,4$ est testé en flexion à différents taux d'humidité relative. L'évolution du frottement intérieur est présentée dans la figure 5.12 (dispersion inférieure à 5 %).

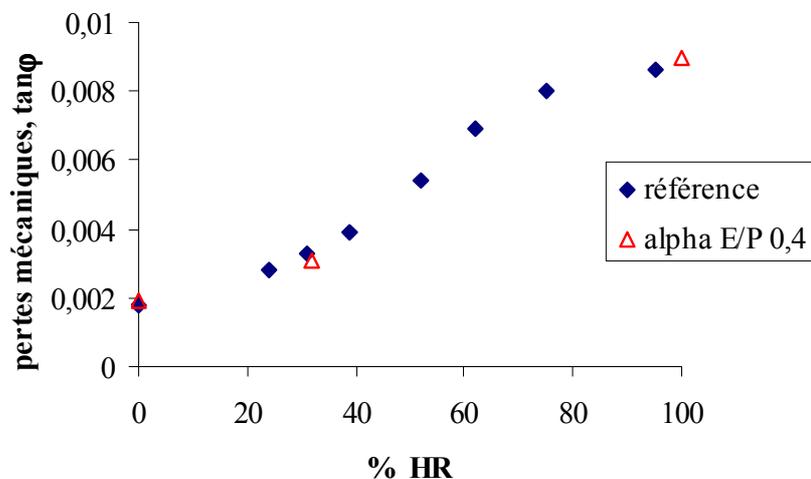


Figure 5.12 : Pertes mécaniques d'un plâtre gâché à $E/P = 0,4$ (porosité 30 % en volume), comparaison avec la nuance de référence (porosité 55 % en volume).

Aucune différence nette n'est enregistrée avec la nuance de référence. A déformation appliquée identique, les deux nuances présentent une dissipation d'énergie équivalente, confirmant les résultats obtenus au pendule de torsion (figure 5.6).

Les nuances gâchées à $E/P = 0,8$ dans différentes conditions (ajout de gypse broyé, à haute température, voir partie 2-1) ont également été testées en flexion. Les résultats expérimentaux laissent apparaître de faibles différences avec la nuance de référence, compte tenu des écarts types (indiqués en italique, tableau 5.1).

Conditions de gâchage	Caractéristiques microstructurales	E (GPa)	Tan ϕ ($\times 10^3$) Vide	Tan ϕ ($\times 10^3$) 50% HR	Tan ϕ ($\times 10^3$) saturé en eau
Gypse broyé	Petits cristaux, nombreuses bulles	5,55 <i>0,35</i>	1,4 <i>0,2</i>	4,2 <i>0,25</i>	7,3 <i>0,25</i>
Référence		5,4 <i>0,6</i>	1,6 <i>0,2</i>	5,0 <i>0,4</i>	7,7 <i>0,7</i>
Gâché à 70°C	Gros cristaux, peu de bulles d'air	5,7 <i>1,3</i>	1,9 <i>0,1</i>	4,3 <i>0,2</i>	8,1 <i>1,2</i>

Tableau 5.1 : Valeurs de pertes mécaniques enregistrées sur des nuances de plâtres gâchées à $E/P = 0,8$, mais avec des cristallisations différentes (écarts type indiqués en italique).

Le module d'Young mesuré avec cette technique permet de retrouver une évolution avec la microstructure proche de celle enregistrée par une méthode ultrasonore (voir partie 3-1.3), le minimum de propriétés étant inférieur à l'écart type des mesures. L'évolution des pertes mécaniques paraît difficilement corrélable à la microstructure de chaque nuance.

La nuance gâchée avec 0,025 % d'acide citrique se singularise légèrement de toutes les autres nuances testées (figure 5.13).

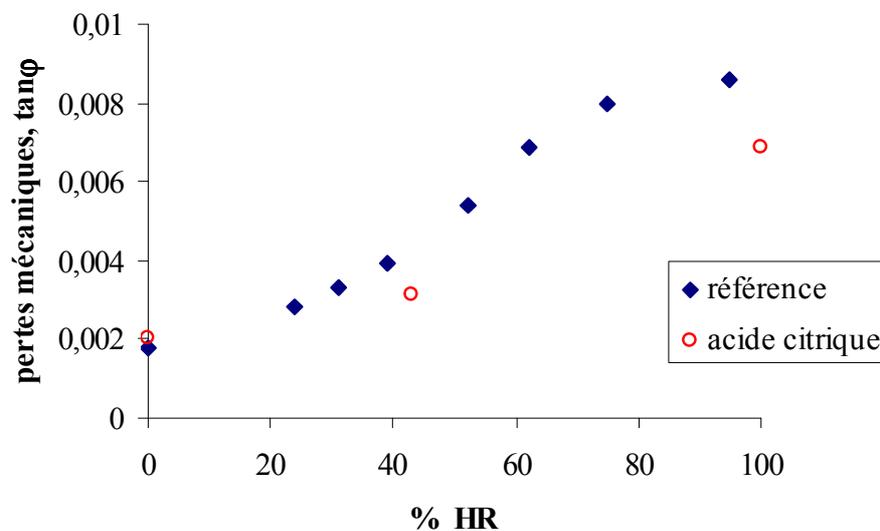


Figure 5.13 : Evolution du frottement intérieur en fonction du taux d'humidité d'un plâtre gâché à $E/P = 0,8$ avec 0,025% d'acide citrique. Comparaison avec la nuance de référence, dispersion de 5 %.

La valeur sous vide (correspondant à 0 % HR sur la figure) est proche de celle de la nuance de référence, mais l'effet de l'humidité sur les pertes mécaniques est moins marqué. La différence de microstructure (cristaux moins élancés avec l'ajout d'acide citrique), peut modifier la quantité d'eau absorbée par le plâtre et donc les pertes mécaniques, selon l'hypothèse du modèle de Titman (5-1.2.1). La diminution de liaison avec l'absorption d'eau

peut également être affectée par la présence d'adjuvants aux points de contacts entre cristaux. Il est délicat de déterminer la cause exacte des différences de dissipation d'énergie entre la nuance de référence et celle avec ajout d'acide citrique.

5-1.2.5 Comparaison avec d'autres matériaux

D'autres études ont porté sur le suivi des pertes mécaniques avec l'humidité. Les matériaux testés sont principalement des céramiques poreuses ou des roches [Murp 84][Lepa 98]. Les techniques de mesures utilisées reposent sur le principe de la résonance d'un barreau en flexion, tout comme la technique appliquée au plâtre pris dans ce travail.

La craie présente un comportement semblable à celui du plâtre, les pertes mécaniques sont très sensibles aux premières quantités d'eau adsorbées et un pic de dissipation est enregistré lors du séchage (figure 5.14).

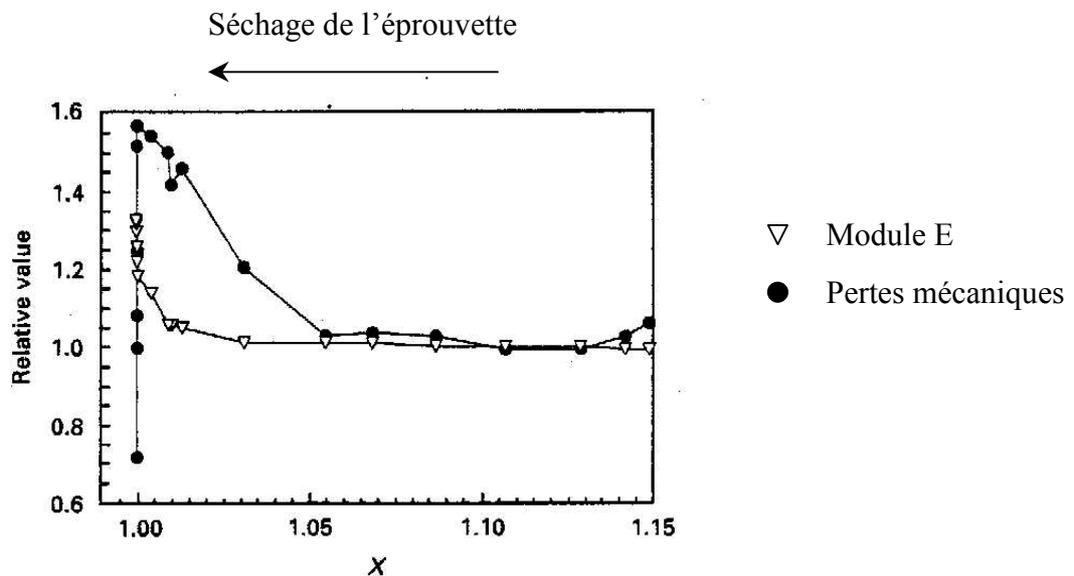


Figure 5.14 : Evolution relative du module d'Young et des pertes mécaniques lors du séchage de craie. X est la masse relative des éprouvettes (1 correspond à l'état sec) [Lepa 98].

D'autres matériaux (comme le verre) ne présentent pas de pic de dissipation en désorption. L'interaction eau – pertes mécaniques est très sensible à la microstructure et au type de liaison développée dans le matériau. Pour expliquer la présence d'un pic de dissipation, Lepage avance l'hypothèse d'une hystérésis de mouillage au cours d'un cycle d'adsorption - désorption (figure 5.15). L'adsorption d'eau se traduit par la formation de couches de molécules d'eau, tandis que les effets de capillarité se font sentir seulement lors de la désorption.



Figure 5.15 : Hystérésis de mouillage de surfaces [Lepa 98].

Les pertes mécaniques en flexion traduisent l'état de la phase liquide dans le matériau : la présence de ménisques modifie l'état de la phase liquide donc les pertes mécaniques. La diminution initiale des pertes lors du séchage (voir figure 5.9) peut correspondre à l'apparition de ménisques (et de forces capillaires) qui gênent les mouvements de la phase liquide. Ensuite, la valeur du plateau traduit la présence d'une phase liquide avec des ménisques. Le pic correspondrait alors à la disparition des forces capillaires, donc à une plus grande mobilité des molécules d'eau juste avant leur évaporation.

Lorsque le degré d'humidité avant séchage est proche de 95 % HR, ce qui ne suffit pas à créer des ménisques (voir partie 1-4.1), le pic de dissipation en désorption n'est pas visible. Par contre lors du séchage d'une éprouvette saturée d'eau, des ménisques vont apparaître et un pic de pertes est enregistré. L'hypothèse de l'influence des forces capillaires est donc plausible dans le plâtre pris.

La présence d'une hystérésis de mouillage peut s'expliquer par la structure de la phase poreuse dans le matériau [Yanu 89]. Des pores de type « bouteille d'encre » sont observés dans les structures connectées, avec de larges cavités et des goulots étroits contrôlant le transport de liquide dans le matériau. L'hystérésis d'adsorption – désorption entre le remplissage et la vidange des pores est liée à la présence de forces capillaires. Cette différence de comportement entre absorption et désorption est souvent observée en porométrie mercure.

La corrélation entre l'organisation de la phase poreuse et la présence d'un pic de dissipation en désorption a été établie expérimentalement sur le plâtre pris : aucun pic n'a été enregistré sur du plâtre gâché à 70°C. L'observation de la section polie de cette nuance (figure 2.5) laisse apparaître un matériau plus homogène que la nuance de référence. Le plâtre gâché avec 0,025% de gypse broyé présente par contre un pic de pertes en désorption et sa microstructure est très hétérogène avec une porosité séparée entre pores intercrystallins (de l'ordre du micron) et des pores macroscopiques (supérieurs à 50 µm) (voir figure 2.4).

Murphy a développé une autre hypothèse pour expliquer la présence d'un pic de dissipation lors du séchage, liée à un mouvement de liquide dans un milieu poreux [Murp 86]. Le schéma explicatif de cette hypothèse est présenté dans la figure 5.16.

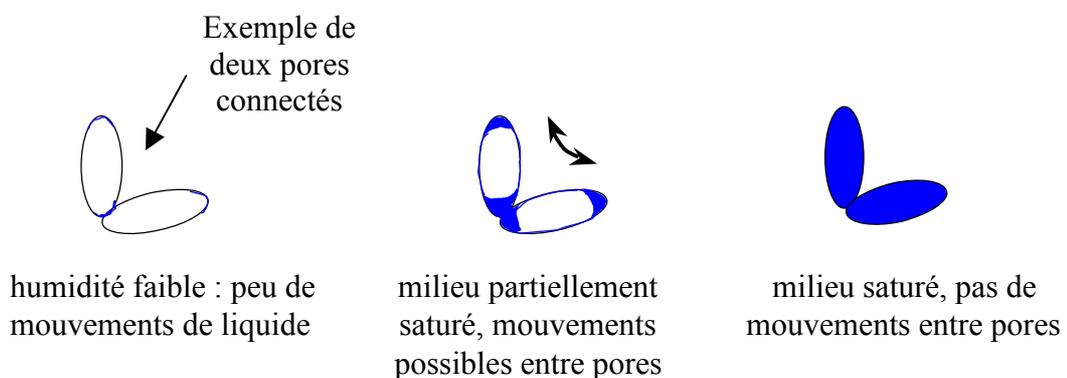


Figure 5.16 : Modèle de flux de liquide dans un matériau poreux, d'après Murphy.

Lorsque le milieu est saturé en eau ou quand la quantité de phase liquide est trop faible aucun mouvement de liquide n'existe. Par contre, pour des états intermédiaires, un flux de liquide est possible à travers le réseau poreux, provoquant une augmentation des pertes mécaniques. Le passage de l'état totalement saturé en eau à l'état sec conduit à un pic de dissipation d'énergie.

Les hypothèses développées pour expliquer la présence du pic de dissipation lors du séchage sont intéressantes et se basent sur des phénomènes simples. Il est cependant difficile de s'assurer de la validité de ces hypothèses, le séchage des éprouvettes n'étant pas uniforme et pouvant influencer également les résultats expérimentaux.

5-1.3 Corrélation avec le comportement macroscopique

Les deux techniques de mesure du frottement intérieur utilisées dans cette étude sont parfaitement complémentaires et ont permis d'affiner la connaissance de l'interaction eau – plâtre pris : le comportement non linéaire du plâtre mouillé est attribué à **l'apparition généralisée de glissements entre cristaux de gypse**.

Une corrélation entre le frottement intérieur et la loi de comportement macroscopique est possible : les essais sur éprouvettes humides avec des cycles de charge - décharge (voir figure 1.22) sont assimilables à des mesures de frottement intérieur. En effet, les boucles de charge - décharge permettent de caractériser la dissipation d'énergie (figure 5.17).

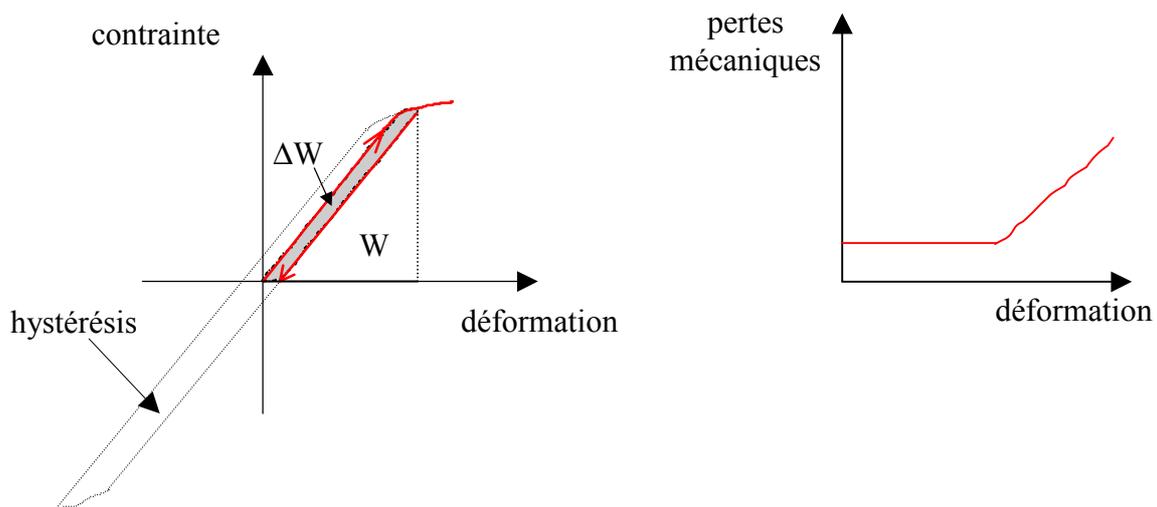


Figure 5.17 : Correspondance entre un chargement cyclique en flexion (à gauche) et frottement intérieur (pendule de torsion, à droite) sur du plâtre saturé en eau.

Les pertes mécaniques dans un essai de chargement cyclique en flexion sur du plâtre saturé en eau (égales à $\frac{\Delta W}{W}$, fraction d'énergie dissipée, donc similaire à des pertes mécaniques, $\tan \varphi = \frac{\Delta W}{2\pi W}$) sont calculées en fonction de la déformation appliquée à l'éprouvette et comparées aux résultats obtenus au pendule de torsion (figure 5.18).

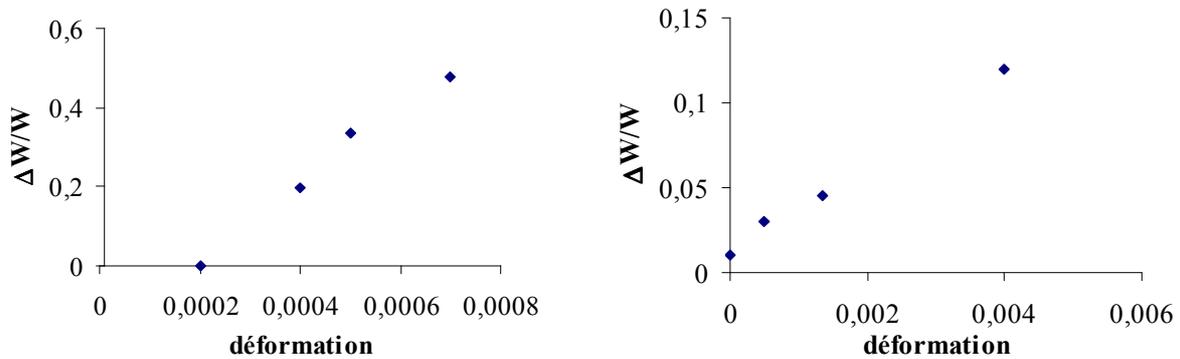


Figure 5.18 : Evolution de la dissipation d'énergie avec le taux de déformation, plâtre saturé en eau en chargement cyclique en flexion (à gauche) et au pendule de torsion (à droite).

Les pertes calculées à partir de l'aire des cycles de charge – décharge d'un essai de flexion macroscopique varient également linéairement avec la déformation, traduisant la présence des glissements à de fortes déformations. Les glissements seraient donc à l'origine de la non-linéarité du comportement du plâtre pris humide. Les valeurs de déformation et des pertes mécaniques sont très différentes entre les essais de flexion et le pendule de torsion, mais ces deux essais ne sont pas comparables quantitativement (type de sollicitation et niveaux de chargement différents).

L'approche de mécanique des contacts apparaît comme très intéressante pour comprendre le comportement du plâtre pris humide (voir 5-1.1.2). A la suite de l'approche de Hertz, une amélioration de la description du contact entre deux sphères a été réalisée par Johnson en intégrant l'influence des forces de Van der Waals (théorie JKR) [John 71]. Un modèle permettant d'estimer le module élastique d'un matériau constitué de sphères en contact selon la théorie JKR a notamment été développé [Murp 84]. Une description plus précise du modèle est donnée en annexe 4, partie 4. Le modèle de Murphy prévoit une diminution du module élastique de 30% entre 0 et 100% d'humidité relative pour des matériaux granulaires avec des contacts vérifiant la théorie de JKR (figure 5.19).

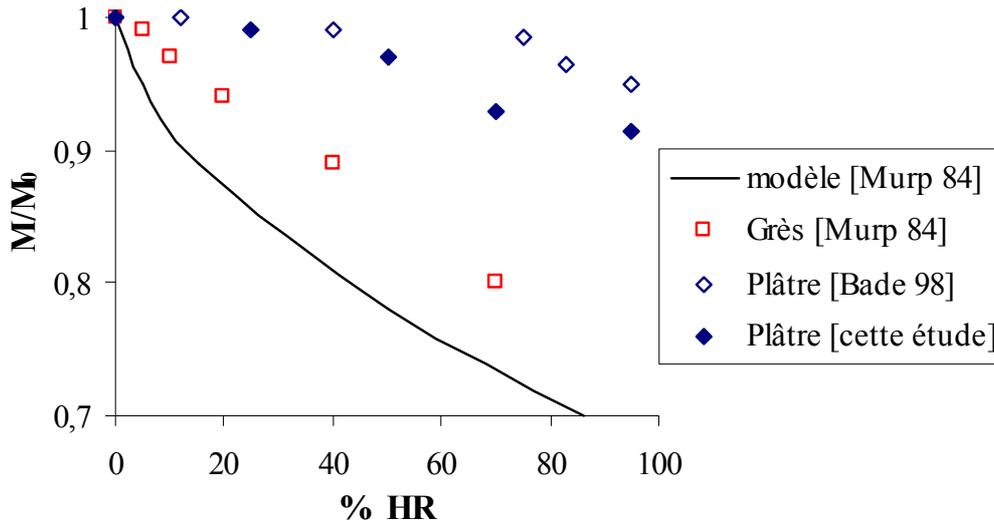


Figure 5.19 : Evolution relative des modules élastiques mesurés par méthode dynamique avec le taux d'humidité relative, modèle de Murphy et mesures sur du grès et du plâtre pris. La dispersion sur les modules élastiques est de 13 % pour Badens et de 10 % dans cette étude.

L'écart entre le modèle et les valeurs expérimentales est plus marqué sur le plâtre pris que sur le grès. Le modèle est trop simple pour simuler le plâtre pris, en comparaison notamment à l'approche numérique (voir partie 3-2.2.5). Le modèle permet cependant de confirmer que la cohésion du plâtre n'est pas constituée uniquement de forces de type Van der Waals. Une part de la cohésion est assurée par des liaisons type mécanique (ancrage, contraintes internes) qui ne sont pas sensibles à l'humidité extérieure, au moins pour des temps limités de conservation dans l'eau.

Toutes les mesures de frottement intérieur effectuées sur différentes nuances de plâtre ont donné des résultats proches. Seule la nuance avec acide citrique montre une influence plus faible de l'humidité sur les pertes mécaniques en flexion à moyenne fréquence (figure 5.13).

Pour analyser ces résultats, il convient de noter que dans les essais de frottement intérieur, c'est une déformation qui est appliquée aux échantillons. Les différences de propriétés entre les nuances sont habituellement observées sur les modules élastiques et les contraintes à la rupture (chapitre 3). En comparant deux lois de comportement en flexion sur deux semihydrates α et β gâchés à $E/P = 0,4$ et $E/P = 0,8$, la déformation à la rupture apparaît similaire pour les deux nuances, malgré une grande différence de porosité (environ 30 % pour $E/P = 0,4$ contre 55 % pour $E/P = 0,8$).

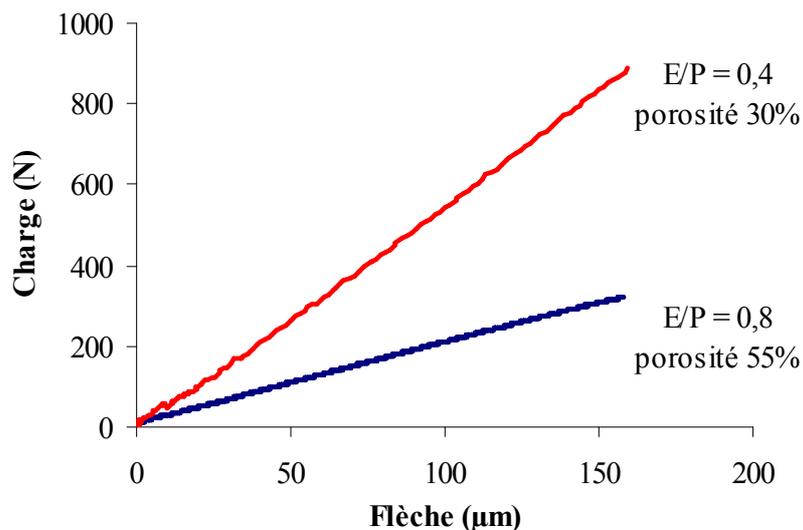


Figure 5.20 : Lois de comportement en flexion 4 points de plâtres pris gâchés à $E/P = 0,4$ et $E/P = 0,8$.

Ce résultat confirme le travail de Péronnet [Péro 94]. La nuance la plus dense va supporter une contrainte plus élevée que la nuance de référence avant rupture, par contre, la rupture va s'amorcer à la même déformation globale. Les mesures de frottement intérieur, réalisées à une déformation donnée, ne sont pas sensibles à la densité des plâtres pris (voir partie 5-1.1.2), les différences de pertes mécaniques entre nuances caractérisent plus la qualité des contacts intercrystallins (notamment leur facilité à glisser) que le nombre total de contacts.

Ainsi, les nuances présentant des cristallisations différentes à $E/P = 0,8$, qui présentent des taux de pertes mécaniques proches, semblent développer des contacts de même qualité. Ce point rejoint la conclusion du chapitre 3, la répartition des phases solide et poreuse expliquant la différence de comportement à densité donnée, sans variation de la liaison intercrystalline.

L'ajout d'acide citrique peut par contre modifier la qualité de la liaison (adsorption en surface des cristaux et particulièrement aux contacts), qui se traduit par une légère modification des pertes mécaniques sous vide.

5-2 Etude du comportement en flexion

Après les renseignements obtenus en frottement intérieur, et notamment le parallèle avec les essais de chargement cyclique en flexion, il est intéressant d'affiner la connaissance du comportement mécanique macroscopique du plâtre pris en présence d'eau.

5-2.1 Résistance et flèche à la rupture

Les mesures sont réalisées en flexion 4 points sur des éprouvettes totalement saturées en eau.

5-2.1.1 Influence du temps de saturation en eau

Dans un premier temps, le temps de conservation dans l'eau nécessaire à la saturation des plâtres pris testés doit être déterminé. Pour cela, des éprouvettes de dimensions 160 x 40 x 20 mm³ sont conservées dans l'eau de ville jusqu'à 2 heures avant d'être testées. Les contraintes et les flèches à la rupture déterminées par des essais de flexion 4 points à 1 mm.mn⁻¹ sont présentées dans le tableau 5.2, l'écart type est indiqué en italique.

Temps de conservation dans l'eau	Contrainte à la rupture (MPa)	Flèche à la rupture (μm)
10 minutes	1,42 <i>0,12</i>	215 <i>14</i>
30 minutes	1,18 <i>0,15</i>	224 <i>29</i>
2 heures	1,13 <i>0,13</i>	200 <i>34</i>

Tableau 5.2 : Contrainte et flèche à la rupture de la nuance de référence pour différents temps de conservation dans l'eau claire, flexion 4 points, vitesse 1 mm.mn⁻¹.

Au bout de 10 minutes de conservation, il est possible de remarquer des bulles d'air qui remontent à la surface de l'eau. En considérant l'évolution des contraintes à la rupture, l'échantillon n'est pas encore totalement saturé en eau. Par contre, à partir de 30 minutes de conservation, un seuil de propriétés est atteint, la diminution des contraintes entre 30 minutes et 2h de conservation étant inférieure à l'écart type des mesures. La variation des flèches à la rupture ne paraît pas représentative, les écarts-types étant particulièrement importants.

Le suivi de la reprise d'eau par le plâtre gâché à E/P = 0,4 à partir de semihydrate α a été mené. Comme la porosité est nettement plus faible que celle de la nuance standard, la reprise d'eau est plus lente et reste notable jusqu'à 2 heures de conservation. La comparaison entre des éprouvettes testées à 1 mm.mn⁻¹ après 30 minutes et 2 heures de conservation montre bien l'influence de la reprise d'eau sur les contraintes à la rupture (tableau 5.3).

Temps de conservation dans l'eau	Contrainte à la rupture (MPa)	Flèche à la rupture (μm)
30 minutes	4,33 <i>0,07</i>	229 <i>13</i>
2 heures	3,97 <i>0,03</i>	212 <i>19</i>

Tableau 5.3 : Contrainte et flèche à la rupture de plâtre gâché à $E/P = 0,4$ pour deux temps de conservation dans l'eau de ville. Les écarts types sont indiqués en italique.

Pour étudier l'influence de la microstructure, un temps de conservation dans l'eau est fixé pour assurer la saturation des éprouvettes : au moins 2 heures à $E/P = 0,4$ et 30 minutes à $E/P = 0,8$ (avec des différences notables selon la cristallisation, un plâtre gâché à 70°C étant plus perméable que du plâtre gâché avec du gypse broyé).

5-2.1.2 Effet de dissolution

Afin d'étudier l'influence éventuelle de la dissolution du gypse, des éprouvettes ont été conservées dans l'eau pendant plusieurs jours. Trois solutions ont été préparées, elles sont régulièrement changées au cours de l'étude :

- eau de ville (solubilité du gypse : $2,6 \text{ g.l}^{-1}$),
- eau saturée en gypse dissous (ajout de gypse broyé laissé en équilibre au moins 2 jours, dans le but de limiter la solubilisation des éprouvettes),
- eau avec 1 mol.l^{-1} de NaCl (solubilité du gypse d'environ $7,7 \text{ g.l}^{-1}$).

La mesure de masse d'eau reprise renseigne sur l'imprégnation du plâtre pris et sur les processus de dissolution et de précipitation. L'évolution de la masse des éprouvettes pour les premières heures de mise en solution est présentée dans la figure 5.21 (l'eau en excès sur les surfaces des éprouvettes est éliminée avant la pesée).

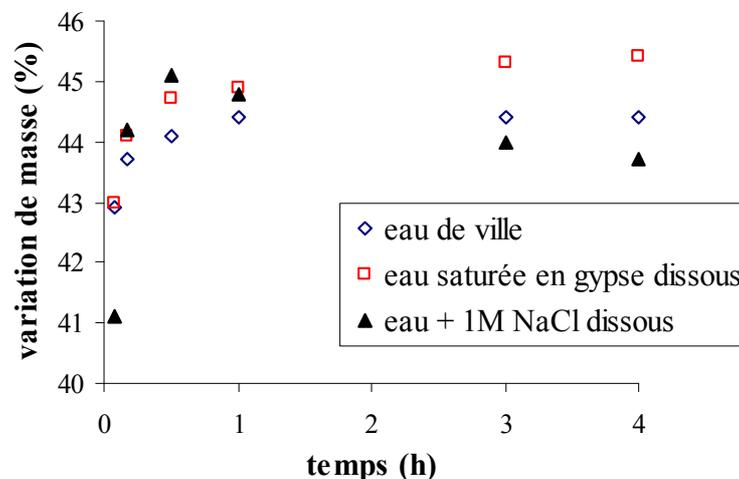


Figure 5.21 : Variation de masse (en % par rapport à la sortie d'étuve) de plâtre pris gâché à $E/P = 0,8$ dans différentes solutions.

Une augmentation rapide de la masse des éprouvettes est tout d'abord observée, correspondant à l'imprégnation de la porosité de l'échantillon par l'eau. Ensuite une diminution de masse est enregistrée, particulièrement pour la solution contenant du NaCl dissous. Cette diminution est corrélée avec la solubilité du gypse dans l'eau de conservation et correspond à sa mise en solution.

Les éprouvettes ont ensuite été testées en flexion 4 points à 1 mm.mn^{-1} afin de déterminer les caractéristiques à la rupture. Le tableau 5.4 regroupe les contraintes et les flèches à la rupture mesurées.

Temps de conservation	Eau de ville		Eau saturée en gypse dissous		Eau + 1M NaCl dissous	
	σ (MPa)	f (μm)	σ (MPa)	f (μm)	σ (MPa)	f (μm)
1h	1,2 <i>0,1</i>	196 <i>18</i>	1,1 <i>0,1</i>	203 <i>23</i>	1,2 <i>0,1</i>	195 <i>20</i>
120 h (5 jours)	1,1 <i>0,1</i>	224 <i>39</i>	1,2 <i>0,1</i>	193 <i>20</i>	0,9 <i>0,1</i>	221 <i>16</i>
500 h (3 semaines)	1,1 <i>0,1</i>	250 <i>20</i>	1,2 <i>0,1</i>	220 <i>30</i>	0,8 <i>0,1</i>	300 <i>17</i>

Tableau 5.4 : Contrainte et flèche à la rupture d'éprouvettes conservées dans différentes solutions aqueuses. Essais de flexion 4 points à une vitesse de 1 mm.mn^{-1} .

Les écarts types sont indiqués en italique.

Seules les éprouvettes conservées dans l'eau avec NaCl dissous ont subi une détérioration notable des propriétés mécaniques. Les éprouvettes laissées dans l'eau claire ou saturée en gypse dissous montrent une dégradation superficielle (surface rugueuse au toucher) mais sans diminution des propriétés mécaniques. L'évolution des flèches à la rupture est également intéressante : même quand aucune diminution des contraintes à la rupture n'est enregistrée (eau de ville et saturée en gypse dissous), les flèches à la rupture augmentent avec le temps de conservation dans l'eau, traduisant une augmentation des glissements entre cristaux.

L'observation des faciès de rupture au MEB pour les trois temps de conservation n'a montré aucune différence nette entre l'eau claire et l'eau avec NaCl dissous, les cristaux ayant un faciès tout à fait comparable à ceux d'une éprouvette fraîchement gâchée. Par contre, les cristaux de gypse des éprouvettes conservées dans l'eau salée sont très abîmés, les pointes et les côtés des cristaux ont été en partie solubilisés (figure 5.22).

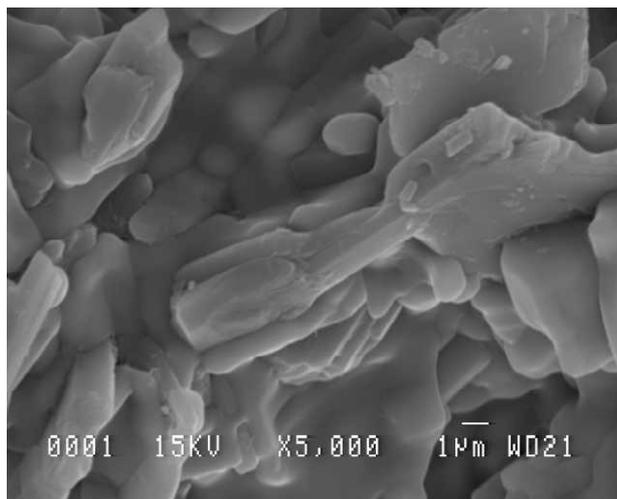
4 μm 

Figure 5.22 : Micrographie MEB de plâtre conservé dans l'eau avec 1 M NaCl dissous.
Un film de NaCl apparaît sur la figure.

La solubilité du gypse dans la solution permet d'expliquer l'influence de la solution avec du NaCl dissous, mais pas celle de l'eau claire. Celle-ci aurait dû conduire à une diminution des propriétés mécaniques plus forte que celle de l'eau saturée en gypse dissous si la solubilité était le seul paramètre considéré. La mobilité des ions dans la solution, favorisée par la présence d'espèces dissoutes et accélérant les processus de dissolution du gypse, semble être un paramètre important pour expliquer l'évolution des propriétés du plâtre pris conservé dans une solution (hypothèse de Griggs, voir partie 1-4.2).

L'augmentation des flèches à la rupture paraît être corrélée à une solubilisation des zones les moins ordonnées (aspérités...) favorisant le glissement relatif des surfaces, avec une augmentation de la flèche à la rupture.

En conclusion, ces essais confirment les hypothèses développées après l'analyse de la bibliographie : l'effet de dissolution est bien négligeable pour de faibles temps de conservation. La diminution des pertes mécaniques enregistrée aux fortes humidités après conservation dans l'eau (figure 5.10) n'a pas de conséquences sur le comportement mécanique macroscopique du plâtre pris.

5-2.1.3 Effet de la densité

L'influence de la densité sur les propriétés à la rupture du plâtre pris est mesurée sur des éprouvettes saturées en eau. La présence de glissements intercrystallins ayant été mise en évidence (partie 5-1.3), l'influence de la vitesse de sollicitation sur ces glissements a été étudiée. Deux vitesses d'essai ont été choisies : une rapide de 1 mm.mn^{-1} et une lente de $10 \text{ } \mu\text{m.mn}^{-1}$, suffisamment faible par rapport à la précédente et ne nécessitant pas un temps d'essai trop important (environ 45 minutes avant rupture).

Des éprouvettes ont été préparées à différents rapports E/P à partir de semihydrates α et β dans le but de faire varier la densité. Le tableau 5.5 présente les résultats obtenus en flexion 4 points (contrainte et flèche à la rupture), pour des éprouvettes sèches et saturées en eau, testées à vitesse rapide et à vitesse lente.

Conditions de gâchage	Porosité (%)	Sec		Saturé en eau Rapide		Saturé en eau Lent	
		σ (MPa)	f (μm)	σ (MPa)	f (μm)	σ (MPa)	f (μm)
Sh α E/P = 0,4	30	8,88 <i>0,8</i>	167 <i>16</i>	3,97 <i>0,03</i>	212 <i>19</i>	2,83 <i>0,24</i>	344 <i>41</i>
Sh α E/P = 0,6	46	5,48 <i>0,18</i>	176 <i>14</i>	2,63 <i>0,05</i>	250 <i>22</i>	1,89 <i>0,09</i>	406 <i>16</i>
Sh β E/P = 0,6	48	4,33 <i>0,15</i>	167 <i>17</i>	2,0 <i>0,3</i>	163 <i>28</i>	1,8 <i>0,1</i>	249 <i>25</i>
Sh β Référence E/P = 0,8	55	2,97 <i>0,2</i>	203 <i>24</i>	1,18 <i>0,1</i>	202 <i>25</i>	1,07 <i>0,14</i>	230 <i>33</i>
Sh β E/P = 1	63	1,8 <i>0,2</i>	210 <i>23</i>	0,78 <i>0,06</i>	221 <i>22</i>	0,63 <i>0,06</i>	221 <i>16</i>

Tableau 5.5 : Contrainte et flèche à la rupture de plâtres pris de différentes porosités, à l'état sec et saturé en eau. La vitesse rapide est de 1 mm.mn^{-1} , la vitesse lente de $10 \mu\text{m.mn}^{-1}$.
Sh signifie semihydrate, les écarts types sont notés en italique.

L'évolution des contraintes à la rupture avec la porosité du plâtre pris est connue et se retrouve aussi bien sur les plâtres pris secs que sur les plâtres pris saturés en eau. Le nombre de contacts entre cristaux étant plus élevé dans un plâtre plus dense, la contrainte à la rupture est plus importante. La diminution de contrainte à la rupture entre l'état sec et saturé en eau est équivalente pour toutes les nuances, elle est d'environ 55 % (comparaison entre les essais réalisés à 1 mm.mn^{-1}).

La flèche à la rupture à l'état sec représente le matériau sans glissements. Ceux-ci sont caractérisés par la différence de flèche entre état sec et saturé en eau et entre essais à différentes vitesses sur du plâtre saturé en eau. Pour les nuances testées, la flèche à l'état sec est plus élevée lorsque la densité diminue. **Les structures plus denses ont plus de points de contacts qui contraignent le système et l'empêchent de se déformer.** Les flèches mesurées lors des essais à l'état saturé en eau indiquent qu'à une vitesse d'essai de 1 mm.mn^{-1} , les nuances à base de semihydrate β se déforment peu macroscopiquement (la flèche est la même qu'à l'état sec), au contraire des nuances à base de semihydrate α . Cette constatation se confirme à vitesse lente où les nuances α gâchées à E/P = 0,4 et E/P = 0,6 peuvent subir une flèche de 400 μm avant rupture, contre 250 μm maximum pour des plâtres à base de semihydrate β . La différence de comportement entre les deux nuances sera étudiée plus en détail dans la partie 5-2.2.

5-2.1.4 Effet de la cristallisation

Les trois nuances préparées sans adjuvants à E/P = 0,8 (l'ajout de gypse broyé conduisant à de plus petits cristaux que la référence, le gâchage à haute température à de plus gros cristaux) sont testées dans les mêmes conditions que précédemment, les contraintes et les flèches à la rupture sont présentées dans le tableau 5.6.

Conditions d'essai :	Sec		Saturé en eau Rapide (1 mm.mn ⁻¹)		Saturé en eau Lent (10 µm.mn ⁻¹)	
	σ (MPa)	f (µm)	σ (MPa)	f (µm)	σ (MPa)	f (µm)
+ 0,025 % gypse broyé	4,1 <i>0,3</i>	198 <i>9</i>	1,6 <i>0,1</i>	242 <i>33</i>	1,1 <i>0,05</i>	292 <i>45</i>
<i>Nuance de référence</i>	2,9 <i>0,2</i>	203 <i>24</i>	1,2 <i>0,1</i>	202 <i>25</i>	1,1 <i>0,15</i>	230 <i>33</i>
Gâché à 70°C	2,6 <i>0,15</i>	158 <i>22</i>	1,4 <i>0,05</i>	220 <i>22</i>	1,3 <i>0,1</i>	254 <i>29</i>

Tableau 5.6 : Contrainte et flèche à la rupture sur des plâtres de densité identique mais de cristallisations différentes. Les écarts types sont indiqués en italique.

Les contraintes à la rupture à l'état sec sont plus élevées avec l'ajout de gypse broyé, mais la courbe avec un minimum avec une taille croissante des cristaux n'est pas retrouvée pour ces éprouvettes (partie 3-1.3). La différence entre la nuance de référence et celle avec de gros cristaux (gâchée à 70°C) peut être masquée par un autre phénomène (densité, décantation lors du gâchage). L'évolution des contraintes à la rupture pour des plâtres pris saturés en eau est légèrement différente selon les microstructures : la nuance avec de gros cristaux voit ses propriétés diminuer de façon moins marquée que les autres nuances.

Le tableau 5.7 présente l'évolution des paramètres de rupture de plâtres préparés à différentes concentrations d'acide citrique.

Conditions d'essai :	Sec		Saturé en eau Rapide (1 mm.mn ⁻¹)		Saturé en eau Lent (10 µm.mn ⁻¹)	
	σ (MPa)	f (µm)	σ (MPa)	f (µm)	σ (MPa)	f (µm)
<i>Paramètres</i>						
Bêta 0,8 standard	2,97 <i>0,2</i>	203 <i>24</i>	1,18 <i>0,1</i>	202 <i>25</i>	1,07 <i>0,14</i>	230 <i>33</i>
+ 0,01 % a. citrique	2,3 <i>0,2</i>	190 <i>15</i>	1,1 <i>0,1</i>	220 <i>30</i>	0,8 <i>0,2</i>	240 <i>45</i>
+ 0,05 % a. citrique	1,6 <i>0,2</i>	158 <i>25</i>	0,7 <i>0,15</i>	220 <i>20</i>	0,7 <i>0,1</i>	230 <i>29</i>

Tableau 5.7 : Contrainte et flèche à la rupture sur le plâtre pris de référence et avec ajout d'acide citrique. Les écarts types sont indiqués en italique.

L'incorporation d'acide citrique entraîne une diminution de la contrainte à la rupture et une augmentation des flèches à la rupture. La diminution des contraintes à la rupture a déjà été interprétée par l'éclatement des cristaux (voir chapitre 3-1.3), l'augmentation de la déformation peut être liée à un moins bon enchevêtrement (moins de points fixes qui contraignent le système) et à la présence d'ajouts au niveau des contacts, qui favorisent le glissement.

L'influence de paramètres microstructuraux sur la déformation du plâtre pris saturé en eau (parties 5-2.1.3 et 5-2.1.4) confirme l'hypothèse de glissements entre cristaux de gypse. Ces glissements sont plus ou moins faciles selon la porosité, la taille des cristaux et surtout la qualité de la liaison intercrystalline.

5-2.2 Loi de comportement

La caractérisation de la loi de comportement du plâtre pris est effectuée en flexion 4 points sur la nuance de référence à une vitesse de 1 mm.mn^{-1} . L'influence de la quantité d'eau absorbée est étudiée sur des éprouvettes à 15% HR (sortie d'étuve), 60% HR et totalement saturées en eau (figure 5.23).

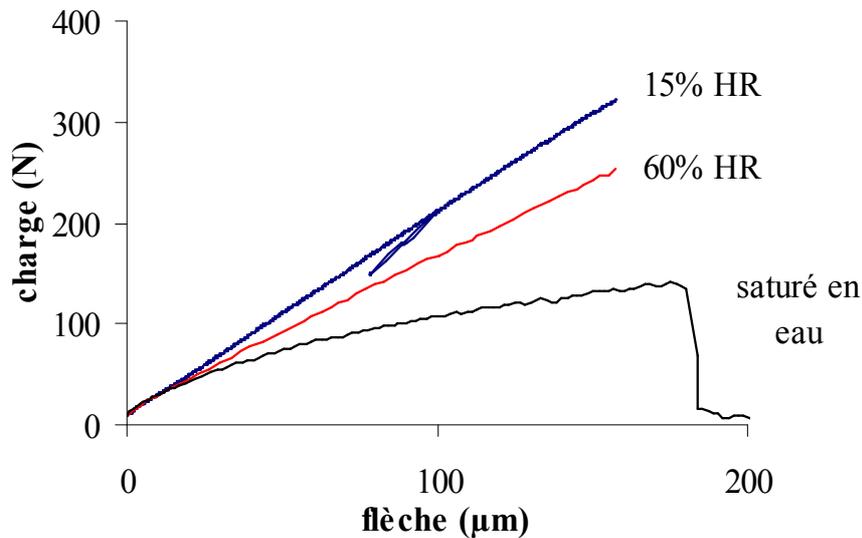


Figure 5.23 : Plâtre pris de référence testé à différents taux d'humidité, vitesse d'essai 1 mm.mn^{-1} .

Il apparaît que les toutes premières quantités d'eau absorbées sont très préjudiciables à la contrainte à la rupture du plâtre pris (entre 15 et 60% HR, la reprise d'eau est inférieure à 0,05% en masse). Par contre, le comportement est toujours linéaire à 60% HR, la non-linéarité apparaissant pour des reprises d'eau plus importantes. Ces résultats sont en très bon accord avec ceux obtenus par Badens (voir figure 1.24).

Nous nous sommes ensuite concentrés sur l'état totalement saturé en eau, en faisant varier la vitesse d'essai entre $2 \mu\text{m.mn}^{-1}$ et 1mm.mn^{-1} (figure 5.24). Les éprouvettes testées à vitesse lente sont remouillées en cours d'essai pour assurer la saturation en eau.

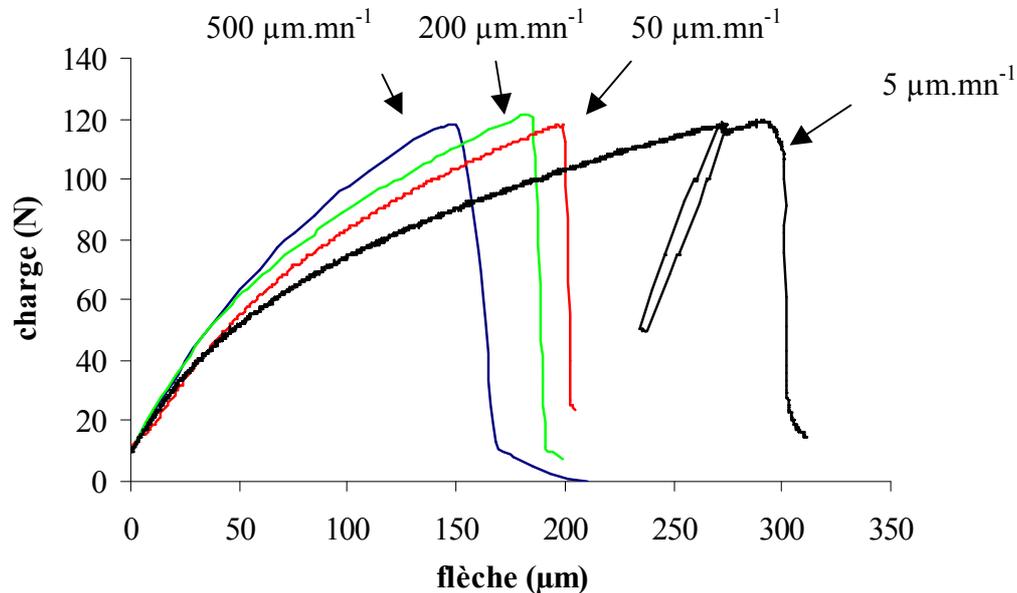


Figure 5.24: Loi de comportement à différentes vitesses de plâtres pris saturés en eau.

La charge à la rupture n'est que très légèrement dépendante de la vitesse d'essai, simplement un peu plus élevée pour de fortes vitesses. Par contre, la déformation à la rupture peut varier dans des gammes importantes, l'éprouvette se déformant plus si la vitesse d'essai est faible. La déformation irréversible peut être importante : supérieure à $200 \mu\text{m}$ avant la rupture à une vitesse de $5 \mu\text{m.mn}^{-1}$ (voir le cycle de charge – décharge dans la figure 5.24).

L'influence de la vitesse de déformation est très importante et n'est pas causée par des processus de transport de matière pour les durées d'essais de cette étude (jusqu'à deux heures). Ce comportement est à corréliser avec la présence de glissements, sensibles à la vitesse d'essai.

L'influence de la microstructure du plâtre pris sur la loi de comportement a été ensuite étudiée. Les courbes charge – flèche mesurées à $10 \mu\text{m.mn}^{-1}$ sur des plâtres gâchés à $E/P = 0,6$ à partir de semihydrates α et β sont présentées dans la figure 5.25.

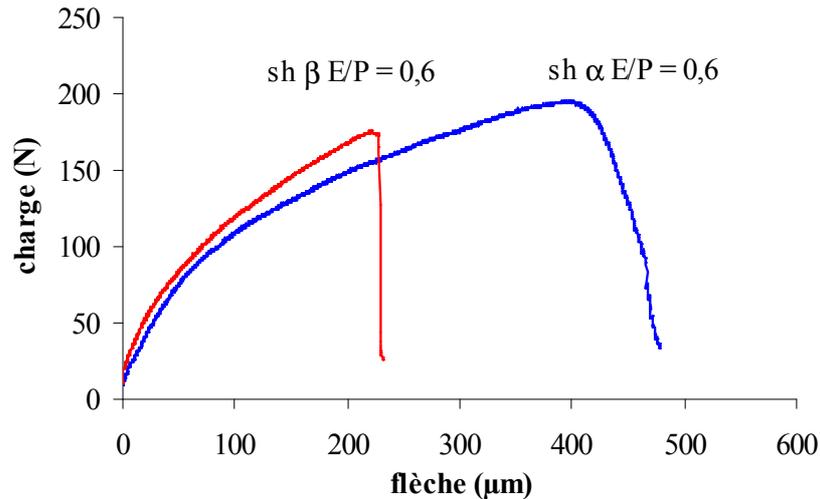


Figure 5.25 : Courbes charge – flèche de plâtres pris saturés en eau, gâchés à $E/P = 0,6$, à partir de semihydrates α et β , vitesse d'essai $10 \mu\text{m}/\text{mn}$.

L'observation des courbes expérimentales permet de remarquer que les comportements des deux nuances sont identiques jusqu'à une certaine charge, ensuite la nuance α semble permettre une déformation plus importante que la nuance β avant rupture, ce qui confirme bien les résultats présentés dans la partie 5-2.1.3. Les écarts ne sont pas uniquement liés à la faible différence de densité entre les nuances (1,21 pour la nuance α contre 1,16 pour la nuance β). La présence de bulles en plus grand nombre dans la nuance β à porosité totale identique (pâte plus visqueuse qu'avec un semihydrate moins demandeur en eau) peut expliquer que la rupture s'amorce à une contrainte plus faible et que le matériau ne se déforme pas autant que la nuance α avant rupture.

Les courbes charge – déflexion à faible vitesse d'essai pour les trois nuances de même porosité mais de conditions d'élaboration différentes sont présentées dans la figure 5.26.

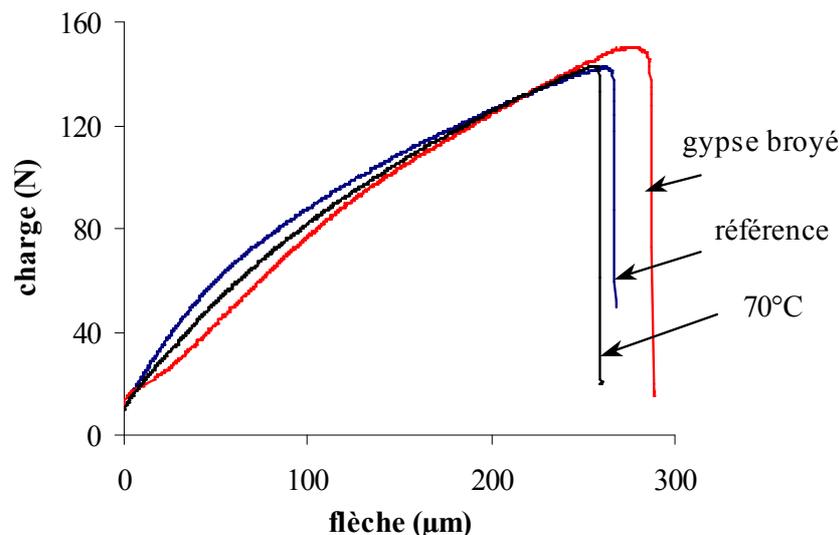


Figure 5.26 : Loi de comportement de plâtres saturés d'eau de même porosité globale, mais avec des conditions d'élaboration différentes.

Malgré de légères différences sur les paramètres de rupture (tableau 5.6), les trois nuances présentent des comportements semblables, notamment concernant la capacité de déformation. Cela pourrait confirmer que la qualité de la liaison intercrystalline est équivalente entre ces trois nuances, l'enchevêtrement de la phase solide expliquant les différences de propriétés observées sur les modules élastiques et les contraintes à la rupture. Cette conclusion rappelle les résultats de modélisation numérique (chapitre 3) et de frottement intérieur, qui n'avaient pas laissé paraître de différences importantes de liaison intercrystalline entre les nuances (partie 5-1.2.4).

Les lois de comportement enregistrées sur des plâtres gâchés avec un ajout d'acide citrique sont présentées dans la figure 5.27.

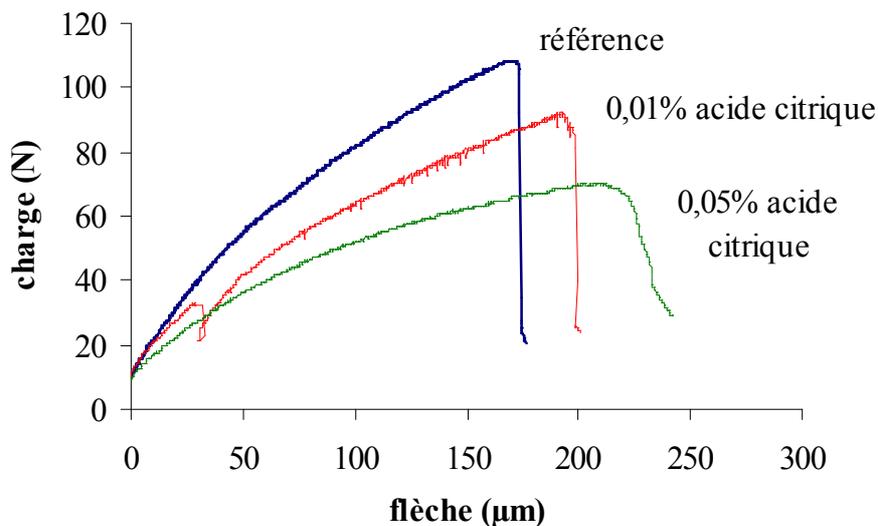


Figure 5.27 : Courbes charge – flèche pour des plâtres pris saturés en eau, gâchés à $E/P = 0,8$ avec ajout d'acide citrique.

L'influence de l'acide citrique sur la loi de comportement confirme bien les conclusions tirées de l'étude des paramètres à la rupture (voir tableau 5.7 et partie 5-2.1.4) : la diminution du facteur de forme des cristaux et la possible incorporation d'ajout aux contacts entre cristaux peuvent expliquer la diminution des propriétés mécaniques observée expérimentalement.

5-2.3 Modélisation

5-2.3.1 Modèle du comportement des contacts

L'état de surface des cristaux de gypse présente vraisemblablement des aspérités (voir partie 1-4.4 et figure 1.33). Leur présence a été confirmée par l'étude en microscopie à champ proche [Fino 98] : des marches cristallines de 200 nm de hauteur ont notamment été observées sur la face (010), pourtant la moins rugueuse du cristal de gypse. Le contact entre cristaux de gypse ne peut pas être schématisé par deux surfaces parallèles en contact plan, mais par des zones en contact et des porosités servant de voie d'accès au milieu extérieur.

L'observation d'un faciès de rupture d'une éprouvette de plâtre pris de référence saturée en eau confirme cette hypothèse (figure 5.28).

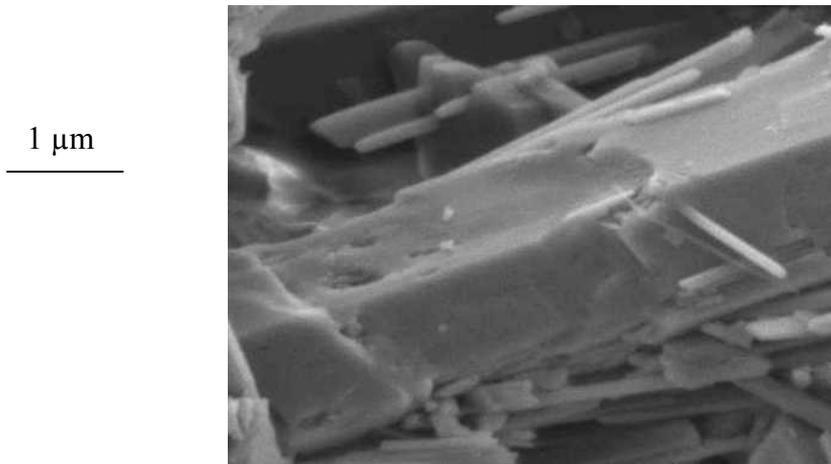
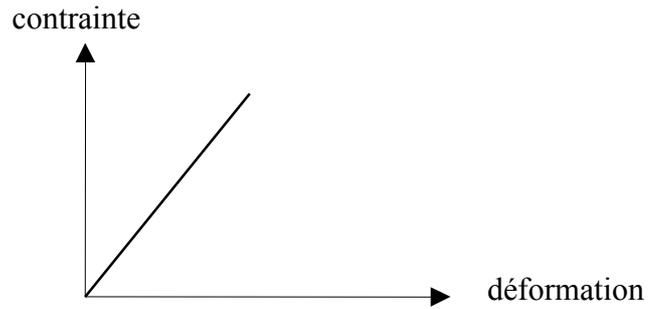
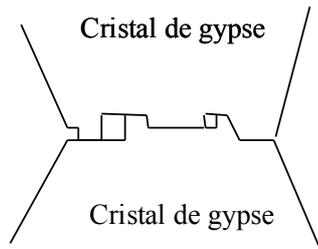


Figure 5.28 : Micrographie MEB du faciès de rupture d'une éprouvette saturée en eau. Un contact déchaussé entre deux cristaux de gypse est observé.

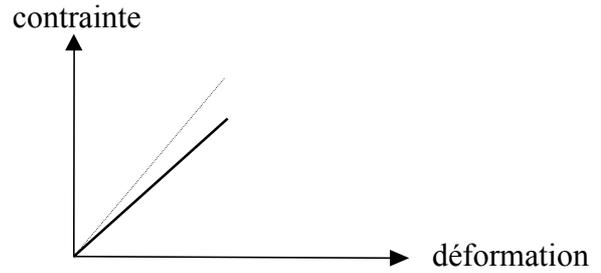
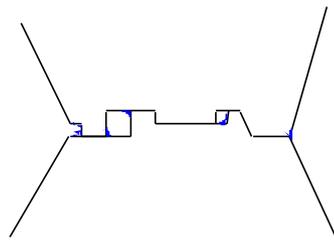
L'influence de la quantité d'eau absorbée au niveau des contacts peut être modélisée pour les vitesses d'essai se situant dans la gamme des essais de flexion de cette étude (supérieurs à $1 \mu\text{m.mn}^{-1}$), en utilisant les conclusions de la partie bibliographique 1-4 et les considérations sur l'aspect de surface des cristaux de gypse (voir la figure 5.29).

Il est intéressant de rappeler les conclusions de la partie bibliographique sur l'action de l'eau sur le plâtre pris (voir partie 1-4.3) : un parallélisme entre le comportement du plâtre pris à l'état sec et en présence d'eau a été observé. En double torsion, un simple décalage des diagrammes $v-K_I$ à l'état sec ou saturé en eau, sans changement radical de la forme du diagramme, a été observé [Saad 00]. Le facteur d'intensité de contrainte pour lequel on n'observe plus d'endommagement est comparable à la contrainte de fluage pour laquelle aucune rupture différée n'est enregistrée [Grig 40], soit environ 20 % de la valeur correspondant à la rupture statique.

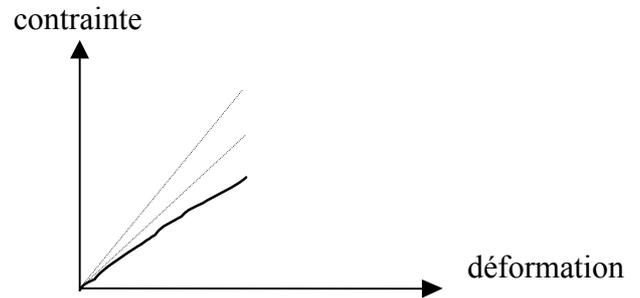
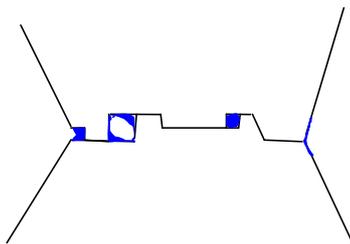
Ces constatations expérimentales indiquent que **le comportement mécanique du plâtre pris sec ou en présence d'eau fait intervenir de mêmes mécanismes**. Il est ainsi envisageable qu'une non-linéarité du comportement (présence de glissements) soit sensible même en condition ambiante pour des sollicitations prolongées. Ainsi, une déformation irréversible de plâtre pris à 50 % HR a pu être enregistrée lors d'essais de fluage [Bade 98]. Il semble exister une équivalence temps – humidité pour le comportement mécanique du plâtre pris, similaire à l'équivalence temps – température observée sur les phénomènes thermiquement activés. Les taux d'humidité indiqués dans la figure 5.29 ne sont donc valables que dans la gamme de vitesses d'essais utilisés dans cette partie (essais de flexion entre $2 \mu\text{m.mn}^{-1}$ et 1mm.mn^{-1}).



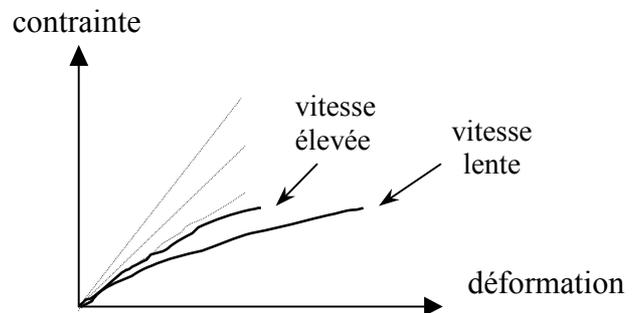
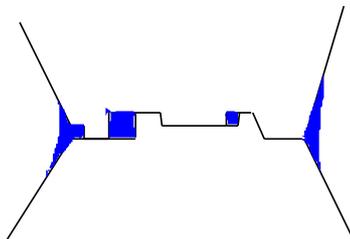
Ambiance sèche (\cong 20% HR) : peu d'eau absorbée, comportement linéaire élastique.



Ambiance humide (50 à 70% HR) : eau absorbée en faible quantité, comportement linéaire élastique mais diminution de la qualité de la liaison intercrystalline.



Humidité entre 80 et 100% HR : environ 0,5 à 0,8% d'eau absorbée en masse, diminution des liaisons et apparition d'une non-linéarité du comportement (glissements).



Quantité d'eau absorbée supérieure à 1 % : l'eau recouvre les cristaux et forme des ménisques aux contacts. Liaisons diminuées par l'eau (valeur minimale atteinte) et présence de glissements avec une influence nette de la vitesse d'essai sur la déformation à la rupture.

Figure 5.29 : Hypothèse d'interaction eau - plâtre, influence sur la loi de comportement.

La sensibilité de la déformation du matériau à la vitesse de sollicitation est un autre point important à aborder dans les modèles des contacts entre cristaux de gypse. La différence de flèche à la rupture selon la vitesse de sollicitation peut être très importante : deux fois plus élevée pour une diminution de la vitesse de $500 \mu\text{m.mn}^{-1}$ à $5 \mu\text{m.mn}^{-1}$ (figure 5.24). D'après les conclusions précédentes, cette différence est liée à un glissement plus important entre cristaux à vitesse lente.

La sensibilité des glissements entre surfaces avec la vitesse de déformation est connue depuis longtemps [Pers 98]. Des composites modèles monofilamentaires ont notamment été utilisés pour caractériser le glissement des fibres dans une matrice de Pyrex [Roub 99 et 01]. Des essais d'indentation instrumentée permettent de suivre la force nécessaire pour extraire la fibre. La rugosité entre les surfaces limite le glissement relatif, mais ces aspérités sont sensibles à l'usure quand le glissement est réalisé sur de grandes distances. Un effet de vitesse a également été enregistré lors de l'extraction de fibre (figure 5.30).

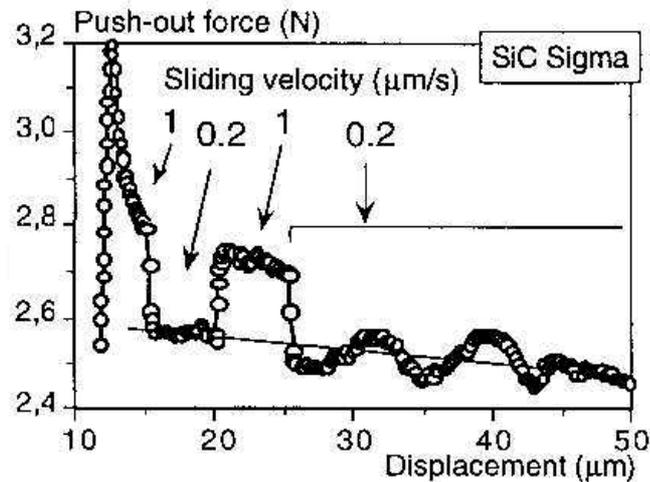


Figure 5.30 : Influence de la vitesse sur la charge d'indentation. Composite monofilamentaire, composé d'une fibre de carbure de silicium dans une matrice de Pyrex [Roub 01].

La diminution générale de la force appliquée avec la quantité de glissement représente l'usure des aspérités lors du glissement. Lorsque la vitesse d'indentation diminue, une diminution de la charge nécessaire pour extraire la fibre est enregistrée et inversement, une augmentation de charge est observée quand la vitesse augmente.

Il convient de rappeler que le glissement d'une fibre dans un composite est très différent d'un glissement relatif entre cristaux de gypse : une forte contrainte radiale existe entre la fibre et la matrice, liée aux contraintes thermiques générées lors du refroidissement depuis la température d'élaboration (dans ce cas 800°C). Dans le plâtre pris, les contacts entre cristaux sont faibles et autorisent des glissements plus importants. L'influence de la vitesse de sollicitation est cependant notée dans les deux systèmes et se traduit par un glissement plus facile à plus faible vitesse de sollicitation.

Cet effet de vitesse est observé sur un grand nombre de matériaux [Roub 01]. Il est relié à différents mécanismes sensibles à des effets cinétiques : le fluage (à haute température) et la propagation sous critique de fissure pour les verres et céramiques, le déplacement des dislocations dans les métaux, et le déplacement des chaînes dans les polymères. Pour le plâtre pris, les effets de propagation sous critique et de fluage ont été observés expérimentalement (voir chapitre 1). L'influence de la vitesse de sollicitation sur la déformation du plâtre pris en présence d'eau peut s'expliquer par une accommodation (sensible à des effets cinétiques) des aspérités des surfaces en contact, qui contrôlent le glissement.

5-2.3.2 Modèle rhéologique

Pour modéliser le comportement mécanique du plâtre pris à différentes vitesses de sollicitation, un modèle rhéologique semble bien adapté : la contribution élastique du matériau est représentée par un ressort, la contribution sensible à la vitesse par un amortisseur de viscosité η . Le comportement du matériau est dans ce cas supposé viscoélastique, sans aucune contribution plastique. La réversibilité des mesures de frottement intérieur avec l'amplitude de la sollicitation et le taux d'humidité confirment que la contribution plastique est faible dans ces conditions d'essais.

Le modèle de Zener est un assemblage de deux ressorts et d'un amortisseur, classiquement utilisé pour décrire les solides anélastiques [Novi 72]. C'est un modèle très simple, pouvant servir comme première approche de modélisation du comportement macroscopique plâtre pris saturé en eau.

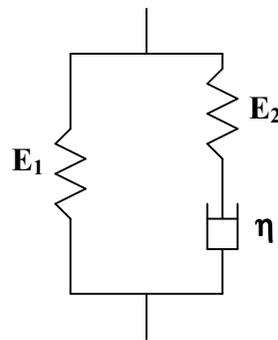


Figure 5.31 : Modèle rhéologique de Zener.

L'équation générale du modèle est donnée par :

$$\dot{\varepsilon} \left(1 + \frac{E_1}{E_2} \right) + \varepsilon \left(\frac{E_1}{\eta} \right) = \frac{\dot{\sigma}}{E_2} + \frac{\sigma}{\eta} \quad (5.1)$$

Les essais de flexion sont effectués à vitesse de déformation fixée, donc : $\varepsilon = \dot{\varepsilon} t$ avec $\dot{\varepsilon}$ vitesse d'essai. L'équation générale du modèle devient :

$$\frac{\dot{\sigma}}{E_2} + \frac{\sigma}{\eta} = \dot{\varepsilon} \left(1 + \frac{E_1}{E_2} + \frac{E_1}{\eta} t \right) \quad (5.2)$$

La résolution donne l'évolution de la contrainte avec le temps :

$$\sigma(t) = \dot{\varepsilon}E_1t + \dot{\varepsilon}\eta \left(1 - e^{-\frac{E_2}{\eta}t} \right) \quad (5.3)$$

soit, en utilisant la relation $\varepsilon = \dot{\varepsilon}t$:

$$\sigma(\varepsilon) = E_1\varepsilon + \eta \left(1 - e^{-\frac{E_2}{\eta} \frac{\varepsilon}{\dot{\varepsilon}}} \right) \quad (5.4)$$

En considérant les courbes expérimentales en contrainte - déformation, il est possible de remonter aux paramètres E_1 , E_2 et η . Le module initial du plâtre pris (tangente à l'origine) est donné par le montage en parallèle des deux ressorts :

$$E_{initial} = E_1 + E_2 \quad (5.5)$$

Pour une très grande déformation, le comportement sera décrit par le module E_1 .

Pour appliquer ce modèle au plâtre pris saturé en eau, les courbes expérimentales de charge - déflexion (figure 5.24) sont tracées en contrainte - déformation en utilisant les équations pour la flexion 4 points :

$$\varepsilon = \frac{12f.h}{3l^2 + 2l.l' - l'^2} \quad (5.6)$$

$$\sigma = \frac{3P.(l-l')}{2e.h^2} \quad (5.7)$$

avec : l et l' distances entre appuis inférieurs et supérieurs respectivement,
 e épaisseur de l'éprouvette,
 h hauteur de l'éprouvette,
 f flèche à la rupture,
 P charge à la rupture.

La relation permettant le calcul de la déformation ne devrait pas s'appliquer dans le cas du plâtre pris saturé en eau, suite à la non-linéarité du comportement dans ce cas. Cette relation sera tout de même utilisée en première approximation sur les courbes données en figure 5.24, les paramètres tirés du modèle rhéologique servant uniquement à une étude comparative entre les vitesses d'essai. Les courbes expérimentales sont ajustées à une loi du type (à comparer à l'équation 5.4) :

$$\sigma = a.\varepsilon + b(1 - e^{-c.\varepsilon}) \quad (5.8)$$

L'estimation des coefficients a , b et c est réalisée avec le logiciel Curvexpert[®]. Les paramètres E_1 , E_2 et η pour la nuance de référence sont donnés pour différentes vitesses d'essai dans le tableau 5.8.

Vitesse essai	E_1 (GPa)	E_2 (GPa)	η (Pa.s)
2 $\mu\text{m}/\text{mn}$	0,028	0,252	$3,5 \cdot 10^{13}$
50 $\mu\text{m}/\text{mn}$	0,42	1,86	$1,3 \cdot 10^{11}$
200 $\mu\text{m}/\text{mn}$	0,56	2,26	$2,8 \cdot 10^{10}$
1 mm/mn	0,73	3,51	$5,8 \cdot 10^9$
5 mm/mn	0,77	4,21	$9,6 \cdot 10^8$

Tableau 5.8 : Paramètres du modèle de Zener pour des essais de flexion à différentes vitesses.

La vitesse de sollicitation influe énormément sur les paramètres caractéristiques du modèle de Zener : quand la vitesse de sollicitation diminue, la rigidité diminue (paramètres E_1 et E_2) et la contribution dissipative augmente (paramètre η).

Ce résultat peut s'interpréter par une différence de comportement des contacts : certains sont élastiques (sans glissement) et d'autres dissipatifs (glissement plus facile). La contribution dissipative est fortement sensible à la vitesse de sollicitation : du plâtre pris saturé en eau testé à très grande vitesse aurait un comportement linéaire (tous les contacts élastiques) et à l'autre extrême, des essais sur le même plâtre pris saturé en eau à très faible vitesse peuvent conduire à des déformations macroscopiques importantes (la majorité des contacts autorisent le glissement entre cristaux). La proportion de contacts autorisant le glissement augmente lorsque la vitesse des essais diminue.

Dans un essai de fluage, la contrainte appliquée est constante, on peut donc écrire : $\dot{\sigma} = 0$ et $\sigma = \sigma_0$. La déformation est alors donnée à partir de l'équation 5.1 par :

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E_1} \left(1 - \frac{E_2}{E_1 + E_2} e^{-\frac{E_1 E_2 t}{\eta(E_1 + E_2)}} \right) \quad (5.9)$$

La mesure de la flèche initiale permet de connaître le point $\varepsilon(0)$, en supposant une déformation élastique. Combiné avec l'ajustement de la loi de fluage par une fonction du type : $\varepsilon(t) = a(1 - b.e^{-c.t})$, il est possible de déterminer les paramètres E_1 , E_2 et η du modèle.

La courbe de fluage présentée dans la figure 5.32 a été obtenue sur une éprouvette de plâtre de dimensions $250 \times 124 \times 15,6 \text{ mm}^3$ testée en flexion 3 points, à 97% HR et sous une contrainte de 28kPa [Bade 98].

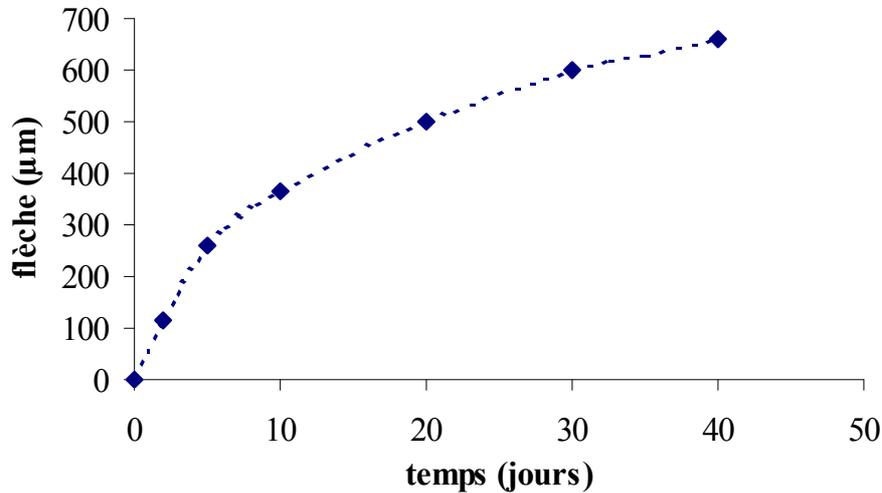


Figure 5.32: Courbe de fluage en flexion 3 points sur une éprouvette de plâtre pris ($E/P = 0,8$) à 97 % HR et avec une contrainte appliquée de 28kPa, d'après Badens. La flèche initiale (déformation élastique) n'est pas considérée dans la figure.

Les paramètres déterminés pour cet essai sont donnés dans le tableau 5.9, en calculant la déformation de l'éprouvette avec la relation 5.6.

E_1 (GPa)	E_2 (GPa)	η (Pa.s)
0,028	0,252	$3,5 \cdot 10^{13}$

Tableau 5.9 : Paramètres du modèle de Zener pour l'essai de fluage décrit dans la figure 5.33.

Ces points peuvent être comparés à ceux du tableau 5.8, obtenus en flexion à différentes vitesses de sollicitation. Il faut cependant noter que les conditions d'essais ne sont pas les mêmes entre les essais de flexion de cette thèse et l'essai de fluage de Badens (la vitesse de déformation dans un essai de fluage n'est pas constante, les essais de flexion ont été réalisés sur des éprouvettes saturées en eau, l'essai de fluage de Badens à 97% HR). Pour comparaison, les paramètres déterminés à partir de l'essai de fluage sont considérés à vitesse de déformation très faible (figure 5.33).

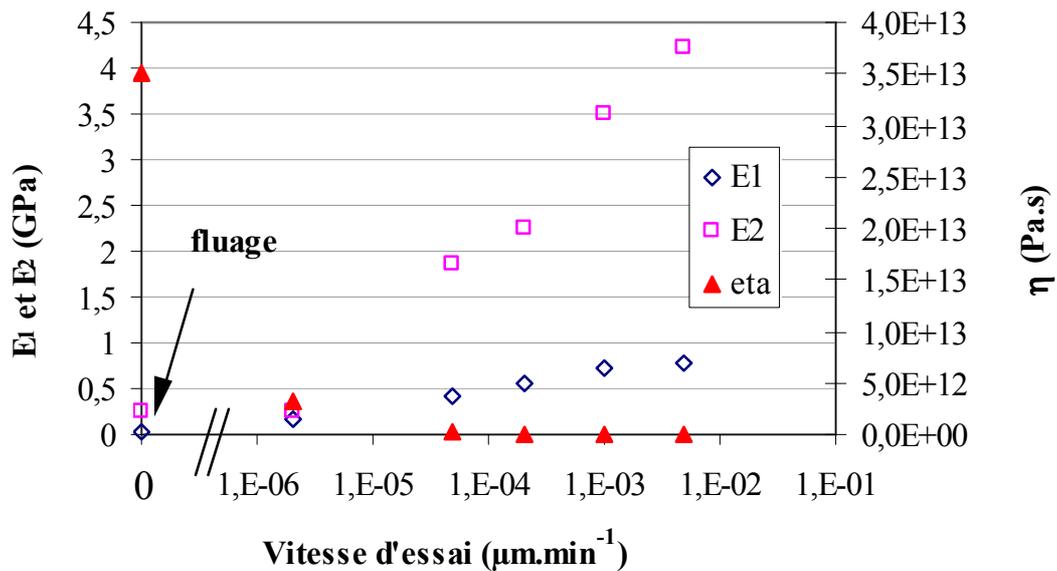


Figure 5.33 : Paramètres du modèle de Zener du plâtre pris saturé en eau en flexion à vitesse variable, voir figure 5.31, et fluage, voir tableau 5.9.

La contribution dissipative augmente lorsque la vitesse de l'essai diminue, ce qui vérifie bien l'hypothèse d'un comportement élastique ou dissipatif des contacts, la vitesse de sollicitation modifiant la proportion de contacts ayant un comportement donné.

Cette hypothèse est en bon accord avec l'étude des liaisons entre cristaux de gypse (partie 1-2.3) : les mesures de Shchukin [Shch 79] ont notamment classé les forces de contacts en deux catégories selon leur intensité. Les mesures en microscopie à force atomique, sans retrouver ces deux catégories de comportement, ont montré la grande dispersion de liaisons [Fino 98]. L'influence de l'absorption d'eau sera également très variable selon le type de forces de contact. Ces considérations peuvent expliquer que des contacts de faible intensité et sensibles à l'action de l'eau autorisent un glissement, au contraire des contacts très forts qui vont rester élastiques. De même, l'état de surface des zones de contact va influencer le comportement : les glissements sont plus probables sur des surfaces planes que rugueuses.

Les différences d'état de surface, comme la dispersion supposée des liaisons entre cristaux, peuvent expliquer la sensibilité de la déformation à la vitesse d'essai observée sur le plâtre pris saturé en eau.

5-3 Conclusion

Ce chapitre a porté sur l'étude du comportement mécanique macroscopique du plâtre pris en présence d'eau : soit en atmosphère humide, soit totalement saturé en eau. Le comportement de la nuance de référence a été modélisé en utilisant deux approches :

- **une approche micromécanique** : les résultats de frottement intérieur couplés à une étude en mécanique des contacts permettent de montrer que l'absorption d'eau influe sur la rigidité des contacts (diminution du module) et permet le glissement relatif des cristaux,
- **une approche macroscopique** : la loi de comportement du plâtre pris saturé en eau est fortement sensible à la vitesse de sollicitation. Ce comportement est simulé par un modèle rhéologique simple, traduisant les contributions élastiques et dissipatives des contacts. La proportion relative de ces deux contributions explique la dépendance de la loi de comportement du plâtre avec la vitesse de sollicitation. En extrapolant à de très faibles vitesses d'essai, le comportement se rapproche de celui enregistré en fluage.

Le glissement relatif entre cristaux est le principal mécanisme responsable de la non-linéarité du plâtre pris humide ou saturé en eau pour des temps de conservation se limitant à quelques heures. La dissolution du gypse dans l'eau affecte des propriétés du plâtre pris à une échéance plus longue (au moins quelques jours). La présence d'ions dans la solution de conservation accélère la dégradation du matériau, ce paramètre semblant aussi important que la solubilité du gypse dans la solution.

La corrélation du comportement à la microstructure a permis de confirmer l'influence bénéfique de la densité sur les propriétés mécaniques du plâtre pris. La modification de la taille des cristaux à densité donnée n'a, par contre, pas conduit à des différences significatives de comportement, ce qui semble confirmer que la liaison intercrystalline est quasiment identique, comme il avait été supposé avec le modèle numérique (chapitre 3). L'ajout d'acide citrique, entraînant une diminution de l'éclatement des cristaux de gypse, est toujours défavorable aux propriétés mécaniques et semble favoriser des glissements intercrystallins.

Un modèle de comportement mécanique des contacts a été développé :

- la reprise d'eau se traduit tout d'abord par une diminution des liaisons intercrystallines, surtout la composante électrostatique. L'effet de l'apparition des glissements sur la loi de comportement n'est sensible qu'une fois les contacts suffisamment affaiblis pour les vitesses d'essai utilisées dans cette étude (supérieures à $1 \mu\text{m.mn}^{-1}$). L'eau ne transforme pas radicalement le comportement du matériau, mais intensifie et favorise les mécanismes non-linéaires, en diminuant la proportion de contacts élastiques et en augmentant la proportion de contacts glissants. La modification du comportement mécanique du plâtre pris en présence d'eau est continue et régulière,

- l'influence de la vitesse de sollicitation sur la déformation du plâtre pris est interprétée en considérant l'état de surface rugueux des cristaux de gypse. Le contact entre cristaux de gypse n'est pas un contact parfait entre deux surfaces parallèles, il est réalisé par l'intermédiaire d'aspérités. Une déformation locale aux points de contact contrôlant le glissement peut expliquer la sensibilité de la déformation macroscopique du matériau à la vitesse de sollicitation. Les glissements sont possibles même à de faibles taux d'humidité, en considérant des durées de sollicitations importantes.

Cette étude des propriétés mécaniques du plâtre pris en présence d'eau est importante, car le fluage d'éléments préfabriqués de plâtre pris est courant dans les utilisations industrielles. Une étude en fluage direct sur des éprouvettes serait une perspective intéressante de ce travail. L'étude des moyens de lutter contre la déformation du plâtre pris humide peut également être engagée à partir de la connaissance du mode d'action de l'eau sur le plâtre pris.

CONCLUSION

Le sujet de cette thèse est l'étude de la relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques du plâtre pris, en tenant compte de l'influence de l'humidité. L'étude de la bibliographie a permis d'établir que les contacts entre cristaux de gypse sont les points faibles de la microstructure et qu'ils gouvernent la tenue mécanique du matériau. La liaison entre les cristaux est assurée par différentes composantes, principalement des forces d'adhésion (électrostatique, de corrélation ionique et de Van der Waals) et un ancrage mécanique (enchevêtrement des cristaux et contraintes résiduelles suite aux variations dimensionnelles lors de la prise). La liaison intercrystalline est supposée présenter de grandes différences d'intensité selon les faces cristallines en contact.

La diminution des propriétés mécaniques du plâtre pris en contact avec de l'eau est liée à un écrantage des forces d'adhésion entre cristaux. Les processus de dissolution et recristallisation ne semblent pas être responsables de la diminution immédiate des propriétés du matériau en présence d'eau, mais ils peuvent cependant influencer le comportement du matériau après au moins quelques jours de conservation dans l'eau.

La caractérisation mécanique des différentes nuances de plâtre pris à l'état sec met en évidence une grande variation des propriétés avec la porosité, mais également en fonction de la cristallisation à porosité fixée. Le comportement du plâtre pris sec semble linéaire élastique, avec une rupture de type fragile. La corrélation des propriétés mécaniques avec la microstructure est limitée par le manque de paramètres descriptifs du matériau, notamment de l'enchevêtrement des cristaux de gypse (formation de faisceaux, d'amas, de macles...). Une description précise du matériau est développée, en utilisant une approche de modélisation de la microstructure, nécessaire pour prendre en compte le caractère très hétérogène du plâtre pris.

Un modèle analytique de répartition aléatoire de cristaux (modèle booléen) permet de suivre l'influence de la porosité sur les propriétés mécaniques, mais n'est pas assez précis pour interpréter les différences mesurées à porosité identique. Une approche numérique, basée sur la reconstruction de la microstructure et le calcul des propriétés élastiques par la méthode des éléments finis, permet de retrouver le comportement mesuré sur tous les plâtres testés. Il apparaît qu'au moins deux échelles doivent être considérées pour décrire la microstructure du plâtre pris :

- l'échelle des cristaux (autour du micron), caractérisant la taille et forme des cristaux, la qualité des contacts,
- une échelle supérieure (environ 100 microns), traduisant l'enchevêtrement des cristaux et la présence de défauts macroscopiques.

Le modèle numérique permet également de remarquer que l'hétérogénéité de la microstructure génère de très fortes concentrations de contraintes lorsque le matériau est sollicité mécaniquement. Ce champ de contraintes très complexe, associé à la dispersion supposée de la liaison entre cristaux, explique l'endommagement sous de très faibles sollicitations observé dans des études précédentes [Saad 00].

L'observation de la fissuration d'éprouvettes entaillées montre une propagation saccadée de la fissure, avec des cycles de propagation brutale et très lente, et une zone endommagée de plusieurs millimètres au devant de la fissure. Des décrochements de charge à déplacement constant sont enregistrés sur la courbe de comportement pour chaque accélération de la fissure. Le comportement mécanique du plâtre pris sec n'apparaît donc pas comme simplement linéaire élastique, des phénomènes dissipatifs d'énergie sont actifs dans le matériau. Deux principaux mécanismes sont à considérer : l'interaction de la fissure principale avec des fissures secondaires ou de larges porosités, et le pontage de la fissure par les cristaux de gypse. La présence d'une fissuration secondaire s'explique par l'hétérogénéité du champ de contraintes dans la microstructure, des fissures secondaires pouvant être amorcées loin du front de fissure principal.

Un modèle de propagation de fissure est présenté, résultant de la compétition entre les mécanismes augmentant la résistance à la propagation de fissures (pontage par les cristaux de gypse, formation de fissures secondaires) et les mécanismes diminuant la résistance à la propagation de fissure (interaction entre fissures principale et secondaires, destruction du pontage). Une forte sensibilité des courbes de résistance à la propagation de fissure à la profondeur relative d'entaille est également notée expérimentalement. La considération de la répartition des contraintes dans le ligament des éprouvettes permet de remarquer l'importance des contraintes de traction sur la formation de fissures secondaires et d'interpréter l'influence expérimentale de la profondeur d'entaille.

Le comportement mécanique du plâtre pris est très sensible à l'humidité : la loi de comportement, linéaire à l'état sec, devient fortement non-linéaire en présence d'eau, avec une diminution de moitié des paramètres de rupture entre l'état sec et totalement saturé en eau. Le module d'Young diminue dans les mêmes conditions de 15% seulement. Cette différence de comportement a été retrouvée avec le modèle numérique. Les paramètres de rupture sont directement reliés aux propriétés des contacts, car la rupture se fait par désenchevêtrement des cristaux. Les propriétés élastiques du plâtre pris sont par contre plus fonction des propriétés élastiques du monocristal de gypse que de la qualité des contacts.

La dissipation d'énergie dans le matériau est suivie par la technique du frottement intérieur, appliquée pour la première fois au plâtre, en faisant varier le taux d'humidité relative. Une forte augmentation des pertes mécaniques est notée avec la masse d'eau absorbée et l'amplitude de la sollicitation. Une analyse en mécanique des contacts permet de

repérer l'apparition de glissements entre cristaux de gypse à partir d'une déformation seuil, ces glissements étant responsables de la non-linéarité du comportement mécanique du plâtre pris humide.

Des essais de flexion sur du plâtre pris saturé en eau mettent en évidence une influence de la vitesse de sollicitation sur la déformation à la rupture : la déformation est plus importante quand la vitesse de sollicitation est faible.

Un modèle micromécanique du comportement des contacts entre cristaux de gypse est présenté, permettant d'interpréter l'influence de la quantité d'eau absorbée et de la vitesse de sollicitation sur le comportement du matériau. L'eau a pour effet de diminuer la liaison intercrystalline, favorisant ainsi le glissement relatif entre cristaux. Les surfaces en contact semblent rugueuses, expliquant la sensibilité de la déformation à la vitesse de sollicitation par un fluage des aspérités qui contrôlent le glissement relatif des surfaces.

Un modèle rhéologique permet de retracer les courbes obtenues expérimentalement sur le comportement mécanique macroscopique du matériau. Les contacts présentent des comportements élastiques ou dissipatifs, la proportion de chaque type de comportement variant avec la vitesse de sollicitation.

En conclusion, l'absorption d'eau par le plâtre pris va simplement diminuer la qualité de la liaison entre cristaux et favoriser les glissements. On peut supposer que du plâtre pris sorti d'étuve (peu d'eau absorbée) et sollicité à vitesse très lente sera également sensible aux glissements intercrystallins et ne présentera pas un comportement parfaitement linéaire.

En perspectives, l'amélioration de la relation entre microstructure et propriétés mécaniques du plâtre pris passe par une meilleure description du matériau. La connaissance de la liaison entre cristaux de gypse dans le plâtre pris, et non sur des cristaux isolés, n'est notamment pas encore assez détaillée. L'étude des ajouts modifiant le faciès cristallin et susceptibles de se déposer aux contacts, doit également être considérée. Ces paramètres pourront être utilisés dans le modèle numérique afin de quantifier leur influence sur les propriétés élastiques.

Concernant les propriétés à la rupture, le suivi de la propagation sous critique nécessite des études complémentaires, notamment sous de faibles charges, pour caractériser la tenue du matériau sur de longues durées. Toutefois, le manque de contraste des fissures en observation in-situ gêne considérablement l'étude de la fissuration dans le plâtre pris.

L'influence de l'eau sur le comportement mécanique doit également être étudiée plus précisément, les essais de fluage étant particulièrement adaptés pour repérer des déformations même à faible taux d'humidité relative. Ces essais permettraient de compléter le modèle rhéologique présenté dans cette étude, et de confirmer que les mécanismes actifs dans le plâtre pris sec ou saturé en eau sont les mêmes.

BIBLIOGRAPHIE

- [Amat 86] **AMATHIEU L.**, *Influence d'adjuvants organiques sur la texture cristalline du plâtre pris*. Thèse de doctorat, Université d'Aix-Marseille, 1986. 185 p.
- [Amel 70] **AMELINA E., KONTOROVICH S., SHCHUKIN E., REHBINDER A.**, Etude expérimentale des contraintes internes dans les processus de formation de la structure du gypse. *VIIIème congrès Eurogypsum, Lucerne, 1970. Revue des matériaux de construction, 1970, n°673, p.278-281.*
- [Andr 46] **ANDREWS H.**, The effect of water contents on the strength of calcium sulfate plaster products. *J^{al} of the Society of Chemical Industry, 1946, vol 5, p.125-28.*
- [Aué 98] **AUE J., DE HOSSON J.**, A study of the mechanical properties of highly porous ceramics using acoustic emission. *J^{al} of Material Science, 1998, vol 33, n°22, p.5455-62.*
- [Bade 97] **BADENS E.**, *Etude de l'adsorption de l'eau sur les cristaux de gypse et de son influence sur les propriétés mécaniques de plâtre pris pur et additivé*. Thèse de doctorat, Université d'Aix-Marseille, 1997. 110 p.
- [Bade 99] **BADENS E., VEESLER S., BOISTELLE R., CHATAIN D.**, Relation between Young's modulus of set plaster and complete wetting of grain boundaries by water. *Colloids and interface science, 1999, vol 156, n°1-3, p.373-379.*
- [Bare 62] **BARENBLATT G.**, The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture. *Adv. Appl. Mech., 1962, vol 7, p.55-129.*
- [Bayk 91] **BAYKARA T., PHARR G.**, Effects of liquid phases on intrinsic interfacial sliding of alkali halide crystals. *Acta Metallurgica Materiala, 1991, vol 39, n°6, p.1141-1150.*
- [Bent 99] **BENTZ D., GARBOCZI E., SNYDER K.**, *A Hard Core Soft Shell microstructural model for studying percolation and transport in three-dimensional composite media*. Gaithersburg (USA) : NIST, 1999. 51 p. Internal Report n°6265.
- [Bezo 91] **BEZOU C.**, *Etudes des caractéristiques cristallographiques, thermodynamiques et microstructurales des produits de déshydratation du gypse*. Thèse de doctorat, Université de Bourgogne, 1991 132 p.

- [Casp 96] **CASPAR J.P., DANY C., AMATHIEU L., REYNAUD P., FANTOZZI G.**, Influence de la microstructure du plâtre pris sur ses propriétés mécaniques. *XXIème Congrès Eurogypsum, Versailles, France, 4-6 juin 1996*. 20 p.
- [Chap 99] **CHAPPUIS J.**, A model for a better understanding of the cohesion of hardened hydraulic materials. *Colloids and Surface, 1999, vol 156, n°1-3, p.223-241*.
- [Chev 97] **CHEVALIER J., OLAGNON C., FANTOZZI G.**, Subcritical crack growth and thresholds in a 3Y-TZP ceramic. *Ceramics International, 1997, vol , p.263-65*.
- [Chev 00] **CHEVALIER J., DE AZA A., FANTOZZI G., SCHEHL M., TORRECILIAS R.**, Extending lifetime of ceramic orthopaedic implants. *Adv. Mater., 2000, vol 12, p.1619-1621*.
- [Conj 86] **CONJEAUD M.**, *Influence de la texture des plâtres sur leurs caractéristiques mécaniques*. Lyon (France) : Lafarge LCR, 1986. 40 p. Rapport interne.
- [Coqu 92] **COQUARD P.**, *Résistance mécanique des plâtres secs et humides*. Thèse de doctorat, Université Aix-Marseille, 1992. 100 p.
- [Coqu 94] **COQUARD P., BARRIAC P.**, A thermodynamical approach to the brittle fracture of dry plaster. *J^{al} of Material Science, 1994, vol 31, n° 17, p.4573-4580*.
- [Cole 74] **COLE W., LANCUCKI C.**, A refinement of the Crystal Structure of Gypsum $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. *Acta crystallographia, 1974, vol B30, p.921-929*.
- [Cott 87] **COTTERELL B., MAI Y.**, Crack growth resistance curve and size effect in the fracture of cement paste. *J^{al} of Material Science, 1987, vol 22, p. 2734-38*.
- [Crac 62] **CRACKER W., SCHILLER K.**, Plastic deformation of gypsum. *Physics and Chemistry of Earth, 1962, vol 193, n°2, p. 33-37*.
- [Dany 95] **DANY C.**, *Etude de l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques du plâtre sec*. Lyon INSA, 1995. 65 p. Rapport DEA, Génie Physique des Matériaux.
- [DeJong 38] **DE JONG W., BOUMAN J.**, *Zeitschrift für Kristallographie, 1938, vol 100, p. 275*.
- [DeMeer 97] **DE MEER S., SPIERS C.**, Uniaxial compression of wet gypsum aggregates, *J^{al} of Geophysical Research, 1997, vol 102, n°B1, p.875-891*.

- [Digb 81] **DIGBY P.**, The effective elastic moduli of porous granular rocks. *J^{al} of applied mechanics*, 1981, vol 48, p.803-808.
- [Duff 57] **DUFFY J., MINDLIN R.**, Stress-Strain relations and vibrations of a granular medium. *J^{al} of applied mechanics*, 1957, n°12, p.585-593.
- [Dudg 60] **DUGDALE D.**, Yielding of steel sheets containing slits. *J^{al} of Mech. Phys. Solids*, 1960, vol 8, p.100-108.
- [Eisc 93] **EISCHEN J.W., TORQUATO S.**, Determining elastic behaviour of composites by the boundary element method. *J^{al} of Applied Physics*, 1993, vol 74, n°1, p.159-70.
- [Etie 82] **ETIENNE S., CAVAILLE J.Y., PEREZ J., POINT R., SALVIA M.**, Automatic system for analysis of micromechanical properties. *Rev. Sci. Instrum.*, 1982, vol 53, n°8, p.1261-66.
- [Ferr 87] **FERRARIS C., WITTMANN F.**, Shrinkage mechanisms of hardened cement paste. *Cement and Concrete Research*, 1987, vol 17, p.453-464.
- [Fino 98] **FINOT E.**, *Mesure des forces intercrystallines à l'origine de la prise du plâtre par microscopie à force atomique*. Thèse de doctorat, Université de Bourgogne, 1998. 214 p.
- [Garb 95] **GARBOCZI E., SNYDER K., DOUGLAS J., THORPE M.**, Geometrical percolation threshold of overlapping ellipsoids. *Physical Review E*, 1995, vol 52, p.819-28.
- [Garb 98] **GARBOCZI E.**, Finite Element and Finite Difference Programs for Computing the Linear Electric and Elastic Properties of Digital Images of Random Materials, Gaithersburg (USA) : NIST, 1998. 204 p. Internal Report n°6269.
- [Garb 99] **GARBOCZI E., MARTYS N., BENTZ D.**, Digital images and computer modelling, *In: Experimental methods for porous media*, Ed Wong, New York : Academic Press, 1999. Disponible à l'adresse : <http://ckis.cbt.nist.gov/garbocz/>
- [Garo 70] **GAROFALO F.**, Déformation et rupture en fluage. *Dunot : Paris*, 1970. 256 p.
- [Gera 72] **GERARD J.-Y.**, Etude du comportement du plâtre pris conservé dans l'eau. *Thèse Université de Caen*, 1972, 80 p.
- [Gilb 97] **GILBERT C., CAO J., DE JONGHE L., RITCHIE R.**, Crack growth resistance-curve behaviour in SiC : small versus long cracks. *Journal of the American Ceramic Society*, 1997, vol 80, n°9, p. 2253-61.

- [Grig 40] **GRIGGS D.**, Experimental flow of rock under conditions favoring recrystallization. *Bulletin of the Geological Society of America*, 1940, vol 51, n°7, p.1001-22.
- [Grif 21] **GRIFFITH A.**, The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil. Trans. Roy. Soc.*, 1921, A221, p.163-197.
- [Hans 63] **HANSEN W.C.**, Setting and Hardening of Gypsum plaster. *Materials Research and Standards*, 1963, vol 3, n°5, p.359-363.
- [Haus 60] **HAUSSÜHL S.**, Elastische und thermoelastische Eigenschaften von $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Gips). *Zeitschrift für Kristallographie*, 1960, vol 122, p.311-14.
- [Heij 91] **HEIJMAN W., HARTMAN P.**, Structural morphology of gypsum, brushite and pharmacolite. *Journal of cristal growth*, 1991, vol 108, p.290-300.
- [Hu 91] **HU X., WITTMANN F.**, An analytical method to determine the bridging stress transfered within the fracture process zone I. General theory. *Cement and concrete research*, 1991, vol 21, p.1118-28.
- [Hu 92a] **HU X., WITTMANN F.**, An analitical method to determine the bridging stress transfered within the fracture process zone II. Application to mortar. *Cement and concrete research*, 1992, vol 22, p.559-70.
- [Hu 92b] **HU X., MAI Y.**, General method for determination of crack-interface bridging stresses. *Journal of Material Science*, 1992, vol 27, p.3502-10.
- [Hsue 88] **HSUEH C., BECHER P.**, Evaluation of bridging stresses from R-Curve behavior of non-transforming ceramics. *Communications of the American Ceramic Society*, 1988, vol 71, n°5, p.C-234-C-237.
- [John 71] **JOHNSON K.L., KENDALL K., ROBERTS A.D.**, Surface enregy and tyhe contact of elastic solids. *Proc. Roy. Soc. London*, 1971, vol A324, p.301-313.
- [John 86] **JOHNSON G.C., WENK H.R.**, Elastic properties of polycrystals with trigonal and orthorhombic specimen symmetry. *J^{al} of Applied Physics*, 1986, vol 60, n°11, p.3868-75.
- [Kâto 80] **KATO Y., MATSUI M., UMEYA K.**, Influence of surface energy on the mechanical properties of hardened gypsum. *Gypsum and lime*, 1980, n°166, p.3-9.
- [Kuhl 77] **KUHLMANN J., LUDWIG U.**, Properties of plaster containing anhydrite II. *Colloque RILEM Sulfates de Calcium et dérivés, StRemy-les-Chevreauses*, 1977, p.383-96.

- [LeChat 83] **LE CHATELIER H.**, Recherches expérimentales sur la constitution des mortiers hydrauliques. *Comptes Rendus Académie des Sciences de Paris*, 1883, vol 96, n°11, p.715.
- [Lelo 77] **LELONG B.**, Effets à long terme de l'influence de l'eau liquide sur les propriétés mécaniques des plâtres pris. *Colloque RILEM Sulfates de Calcium et dérivés, St Rémy-lès-Chevreuses*, 1977, p.371-382 .
- [Lepa 98] **LEPAGE J., MENAUCOURT J.**, Water induced anelasticity of porous media. *Journal of Material Science*, 1998, vol 33, p. 2905-17.
- [Lewr 94] **LEWRY A.J., WILLIAMSON J.**, The setting of gypsum plaster, Part II : The development of microstructure and strength. *Journal of Material Science*, 1994, vol 29, p.5524-28.
- [Lutz 92] **LUTZ E., HU X., SWAIN M.**, Crack tip bridging stresses in alumina and duplex ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 1992, vol 9, p.133-142.
- [Magn 98] **MAGNANI C.**, *Caractérisation microstructurale des plâtres par analyse d'image*. Lyon : INSA, 1998. 59 p. Projet de Fin d'Etudes, Génie Physique des Matériaux.
- [Mai 87] **MAI Y., LAWN B.**, Crack-interface grain bridging as a fracture resistance mechanism in ceramics : II, theoretical fracture model. *Journal of the American Ceramic Society*, 1987, vol 70, n°4, p.289-94.
- [Maug 85] **MAUGIS D.**, Review : subcritical crack growth, surface energy, fracture toughness, stick-slip and embrittlement. *Journal of Material Science*, 1985, vol 20, p.3041-73.
- [Mavk 79] **MAVKO G.**, Frictional attenuation : an inherent amplitude dependence. *J^{al} of Geophysical Research*, 1979, vol 84,n°B9, p.4769-75.
- [Meil 01a] **MEILLE S., GARBOCZI E.**, Linear Elastic Properties of 2-D and 3-D Models of Porous Materials Made From Elongated Objects. *Submitted to publication in Mod. α Simul. in Mat. Sci. Eng., 2001*.
- [Meil 01b] **MEILLE S., SAADAoui M., REYNAUD P., FANTOZZI G.**, Effet of notch length on the propagation of cracks in heterogeneous materials. *In preparation, 2001*.
- [Mile 76] **MILES R.**, Estimating aggregate and overall characteristics from thick sections by transmission microscopy. *Journal of Microscopy*, 1976, vol 107, n°3, p.227-33.

- [Mind 49] **MINDLIN R.**, Compliance of elastic bodies in contact. *J^{al} of Applied Mechanics*, 1949, n°9, p.259-68.
- [Mind 53] **MINDLIN R., DERESIEWICZ H.**, Elastic spheres in contact under varying oblique forces. *J^{al} of Applied Mechanics*, 1953, n°9, p.327-44.
- [Monn 99] **MONNAIE P.**, *Amélioration de la résistance du plâtre par contrôle de la microstructure*. Lyon Lafarge LCR - Ecole des Mines Paris - Ecole Polytechnique Palaiseau, 1999. 50 p. Rapport de stage.
- [Mura 74] **MURAT M., PUSZTASZERI L., GREMION M.**, Corrélation texture cristalline-propriétés mécaniques de plâtres durcis, étude préliminaire. *Matériaux et Construction*, 1974, vol 8, n°47, p.377-385.
- [Mura 82] **MURAT M.**, Rapport final d'activité de la commission 23-GP de la RILEM. *Matériaux et construction*, 1982, vol 15, n°85, p.39-62.
- [Murp 84] **MURPHY W., WINKLER K., KLEINBERG R.**, Frame modulus reduction in sedimentary rocks the effect of adsorption on grain contacts. *Geophysical Research Letters*, 1984, vol 1, n°9, p.805-08.
- [Murp 86] **MURPHY W., WINKLER K., KLEINBERG R.**, Acoustic relaxation in sedimentary rocks : dependance on grain contacts and fluid saturation. *Geophysics*, 1986, vol 51, n°3, p.757-66.
- [Nowi 72] **NOWICK A., BERRY B.**, Anelastic relaxation in crystalline solids, *NewYork and London : Academic Press*, 1972. 677 p.
- [Ogle 76] **OGLESBY M., GUTSHALL P., PHILLIPS J.**, Cleavage surface energy of selenite. *American Mineralogist*, 1976, vol 61, p.295-98.
- [Pero 94] **PERONNET F.**, *Caractérisation du comportement mécanique des plâtres*. Lyon : INSA, 1994. 52 p. Rapport de stage Génie Physique des Matériaux.
- [Pero 96] **PERONNET F.**, *Etude du comportement à la rupture et des mécanismes de propagation de fissures dans les plâtres secs*. Lyon : INSA, 1996. 65 p. Rapport de DEA, Génie Physique des Matériaux.
- [Pezz 99] **PEZZOTTI G.**, Analysis of near-tip crack bridging in WC-Co cermets. *J^{al} of European Ceramic Society*, 1999, vol 19, n°1, p.119-123.

- [Pers 98] **PERSSON B.**, Sliding friction : physical principles and applications, *Berlin : Springer, 1998. 461 p.*
- [Phan 86] **PHANI K.**, Young's modulus-porosity relation in gypsum systems. *American Ceramic Society Bulletin, 1986, vol 65, n°12, p.1584-86.*
- [Phar 83] **PHARR G., ASHBY M.**, On creep enhanced by a liquid phase. *Acta Metall. Mater., 1983, vol 31, p.129.*
- [Pout 96] **POUTET J., MANZONI D., HAGE-CHEHADE F., JACQUI C.J., BOUTECA M.J., THOVERT J.-F., ADLER P.**, The effective properties of random porous media. *J^{al} of Mechanics and Physics of Solids, 1996, vol 44, n° 10, p.1587-1620.*
- [Rama 90] **RAMAKRISHNAN N., ARUNACHALAM V.**, Effective elastic moduli of porous solids. *J^{al} of Material Science, 1990, vol 25, p.3930-37.*
- [Rehb 72] **REHBINDER P., SHCHUKIN E.**, In : Davidson Ed : *Progress and surface science, vol 3, London : Pergamon Press, 1972, 276 p. p.97-188.*
- [Ridg 72] **RIDGE M., KING G., MOLONY B.**, Reconsideration of a theory of the steeing of gypsum plaster. *J^{al} Applied Chem. Biotechnol., 1972, vol 22, p.1065-75.*
- [Robe 00] **ROBERTS A., GARBOCZI E.**, Elastic properties of model porous ceramics. *J^{al} of American Ceramic Society, 2000, vol 83, n°12, p. 3041-48..*
- [Roub 99] **ROUBY D., CHEROUALI H.**, Role of roughness in fibre/matrix interface behaviour. *Key Engineering Materials, 1999, vol 164-165, p.379-384.*
- [Roub 01] **ROUBY D.**, Quelques aspects tribologiques sous-jacents à la micromécanique des interfaces dans les composites à fibre et matrice céramique. In : *Colloque national MECAMAT, 28 janvier – 1^{er} février 2001, Aussois. 4p.*
- [Saad 91] **SAADAOUI M.**, *Etude de la résistance à la propagation de fissures dans des céramiques monolithiques de type alumine et zircone.* Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1991. 170 p.
- [Saad 00] **SAADAOUI M., REYNAUD P., FANTOZZI G., PERONNET F., CASPAR J.P.**, Slow crack growth study of plaster using the double torsion technique. *Ceramics International, 2000, vol 126, n°4, p.435-39.*

- [Saka 88] **SAKAÏ M., YOSHIMURA J., GOTO Y., INAGAKI M.**, R-curve behavior of a polycrystalline graphite, microcracking and grain bridging in the wake region. *Journal of the American Ceramic Society*, 1988, vol 71, n°8, p.609-16
- [Satt 74] **SATTLER H.**, Elastic and plastic deformations of plaster units under compressive stress. *Materials and structures*, 1974, vol 7, n°39, p.159-68.
- [Satt 75] **SATTLER H.**, Comportement à la déformation de matériaux de construction en plâtre sous l'effet de forces extérieures. *Baustoffindustrie*, 1975, vol B1, n°2, p.13-17.
- [Serr 82] **SERRA J.**, Image analysis and mathematical morphology, London : Academic Press, 1982. 610 p.
- [Simo 65] **SIMON B., BIENFAIT M.**, Structure et mécanisme de croissance du gypse. *Acta crystallographia*, 1965, vol 19, p.750-756.
- [Sing 85] **SING K., EVERETT D., HAUL R., MOSCOU L., PIEROTTI R., ROUQUEROL J., SIEMIENIEWSKA T.**, Reporting physisorption data for gaz/solid systems. *Pure and Applied Chemistry*, 1985, vol 57, n°4, p.603-19.
- [Sipp 99] **SIPPLE E.-M.**, *Réarrangements structuraux et modifications microstructurales associés aux transformations de phases dans le système $\text{CaSO}_4-2\text{H}_2\text{O}$* . Thèse de doctorat, Université de Bourgogne, 1999, 140 p.
- [Shch 79] **SHCHUKIN E., AMELINA E.**, Contact interaction in disperse systems. *Advances in Colloid and Interface Science*, 1979, vol 11, p.235-287.
- [Shch 89] **SHCHUKIN E., AMELINA E., KONTOROVICH S.**, Formation of contacts between particles and developpement of internal stresses during hydration processes. In : *Skalny J., Mindess S., Materials Science of Concrete vol III*, Westerville : American Ceramic Society, 1989. p.1-35.
- [Shim 88] **SHIMIZU S., WAKAMATSU M., HATTORI T., TAKEUCHI N., NAKAMURA S.**, The influence of consistency on the bending strength, Weibull parameter and water absorption of hardened gypsum bodies. *Gypsum & Lime*, 1988, n° 213, p.3-9.
- [Soro 68] **SOROKA I., SEREDA P.**, Interrelation of hardness, modulus of elasticity and porosity in various gypsum systems. *Journal of the American Ceramic Society*, 1968, vol 51, n°6, p.337-340.

- [Sraw 76] **SRAWLEY J.**, Wide range stress intensity factor expressions for ASTM E 399 standard fracture toughness specimens. *International Journal of Fracture*, 1976, vol 12, p.475-476.
- [Ste1 88] **STEINBRECH R.W., DEUERLER F., REICHL A., SCHAARWACHTER W.**, Correlation of crack opening displacement and crack resistance curve of alumina. *In: Science of Ceramics vol 14, Proc. of the 14th Internat. Conference of Ceramics in Canterbury, UK 7th – 9th September 1987.* p.659-664.
- [Ste1 90] **STEINBRECH R.W., REICHL A., SCHAARWACHTER W.**, R curve behavior of long cracks in alumina. *Journal of the American Ceramic Society*, 1990, vol 73, n°7, p.2009-15.
- [Tada 85] **TADA H., IRWIN P., PARIS G.**, The stress analysis of cracks handbook. *S^tLouis (USA) : Del Research Corp., 1985.* 115 p.
- [Taka 81] **TAKATSU M., SHIMOMURA K., TAKAHASHI I., ONO T.**, Facteur d'intensité de contrainte et vitesse de propagation des fissures dans les gypses durcis, *Gypsum and lime (en jap.)*, 1981, n°173, p.149-55.
- [Thor 92] **THORPE M.F., JASIUK I.**, New results in the theory of elasticity for two dimensional composites. *Proc. Roy. Soc. London*, 1992, vol A438, p. 531-544.
- [Titm 80] **TITMAN B., CLARK V., RICHARDSON J.**, Possible mechanism for seismic attenuation in rocks containing small amounts of volatiles. *J^{al} of Geophysical Research*, 1980, vol 85, n°B10, p.5199-208.
- [Torq 91] **TORQUATO S.**, Random heterogeneous media : microstructure and improved bounds of effective properties. *Appl. Mech. Rev.*, 1991, vol 44, n°2, p.37-76.
- [Trio 76] **TRIOIER M., GUILLOT G.**, Hydratation du sulfate de calcium hémihydraté, *Cement and Concrete Research*, 1976, vol 6, n° 2, p.507-514.
- [Unde 70] **UNDERWOOD E.**, Quantitative Stereology. *Reading : Addison-Wesley*, 1970. 200 p.
- [VanDamm 98] **VAN DAMME H., PELLENC R., DELVILLE A.**, La physique des liaisons entre hydrates et les moyens d'agir au niveau moléculaire. *Journée technique de l'industrie cimentière, Dijon, 21 janvier 1998.*
- [Veik 93] **VEIKINIS G., ASHBY M.F., BEAUMONT P.W.R.**, Plaster of Paris as a model material for brittle porous solid. *Journal of Material Science*, 1993, vol 28, p.3221-27.

[Wan 90] **WAN K., LAWN B.**, Surface forces at crack interfaces in mica in the presence of capillary condensation. *Acta Metall. Mater.*, 1990, vol 38,n°11, p.2073-83.

[Watt 80] **WATT J.P.**, Hashin-Strikman bounds on the effective elastic moduli of polycrystals with monoclinic symmetry. *J^{al} of Applied Physics*, 1980, vol 51, n° 3, p.1520-24.

[Weib 45] **WEIBULL W.**, A statistical distribution function of wide applicability. *Journal of applied mechanics*, 1951, vol 9, p.293-297.

[Will 88] **WILLIAMS S.**, The shear strength of gypsum single crystals on three cleavage planes. *Tectonophysics*, 1988, vol 148, p.163-173.

[Yanu 89] **YANUKA M.**, Percolation processes and porous media III : prediction of the capillary hysteresis loop from geometrical and topological information of pore space. *Journal of Colloids and Interface Science*, 1989, vol 127, n°1, p.48-58.

ANNEXES

ANNEXE 1 : SEMIHYDRATE SELECTA

ANNEXE 2 : FONCTIONS DE CORRELATION

ANNEXE 3 : METHODE DES ELEMENTS FINIS APPLIQUEE AUX IMAGES DIGITALES

ANNEXE 4 : MECANIQUE DES CONTACTS APPLIQUEE AUX MATERIAUX GRANULAIRES

ANNEXE 1 : SEMIHYDRATE SELECTA

Ce semihydrate provient de l'usine Lafarge de Mériel (région parisienne), il est utilisé pour élaborer toutes les nuances de plâtre pris à partir de semihydrate β de ce travail.

Composition chimique :

Semihydrate $\text{CaSO}_4, 1/2\text{H}_2\text{O}$	96 %
Calcite CaCO_3	2,5 %
Quartz SiO_2	1 %
Gypse $\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$	0,3 %
Magnésite SiO_4Mg	0,2 %

Masse volumique :

$$\rho = 1000 \text{ kg.m}^{-3}$$

Diamètre moyen des particules (mesuré au granulomètre laser) :

Dans l'air	$d = 13 \mu\text{m}$
Délité dans l'eau	$d = 9 \mu\text{m}$

ANNEXE 2 : FONCTIONS DE CORRELATION

A2-1 Principe

Les fonctions de corrélation sont des outils très adaptés à l'étude des milieux multiphasés, notamment pour décrire la répartition des différentes phases. Ces fonctions sont ainsi souvent utilisées pour estimer les propriétés élastiques de matériaux hétérogènes.

Elles sont classées par ordre (lié à la précision de la description) :

- *premier ordre* : probabilité de trouver un point dans une phase donnée. C'est une mesure de la fraction de la phase choisie,
- *second ordre* : probabilité d'avoir deux points dans une même phase, fonction de la distance r entre les deux points. C'est la notion de covariance utilisée en morphologie mathématique [Serr 82],
- *ordre n supérieur à 2* : probabilité d'avoir n points dans une même phase.

L'expression mathématique de la fonction de corrélation d'ordre 1 s'écrit :

$$S_1 = \phi = \langle f(i, j) \rangle = \frac{1}{A} \sum_{i,j} f(i, j) \quad (\text{A2.1})$$

avec : i et j coordonnées des pixels de l'image, i variant de 1 à M , j de 1 à N ,

$A = M \times N$ (nombre de pixels de l'image),

ϕ fraction volumique de pores (ou de solide),

$f(i,j)$ fonction valant 1 si le point (i,j) est une porosité (ou un élément solide),

0 si le point (i,j) est dans le solide (ou dans un pore).

La porosité et le solide sont symétriques dans l'expression des fonctions de corrélation pour un milieu poreux monophasé.

Pour le deuxième ordre, l'expression est indépendante de la position des deux pixels, et n'est fonction que de la distance r entre les deux :

$$S_2(x, y) = \langle f(i, j) f(i + x, j + y) \rangle \quad (\text{A2.2})$$

- pour $r = 0$, $S_2 = \phi$,
- si r est assez petit, le point de coordonnées $(i+x, j+y)$ aura une probabilité plus grande que la moyenne d'être du même type que le point de coordonnées (i, j) ,
- quand $r \rightarrow \infty$, il n'existe plus de corrélation entre les deux points et $S_2 = \phi^2$.

Pour une image de taille (MxN), la fonction devient :

$$S_2(x,y) = \frac{\sum_{i=1}^{M-x} \sum_{j=1}^{N-y} f(i,j)f(i+x,j+y)}{(M-x)(N-y)} \quad (\text{A2.3})$$

En coordonnées polaires, l'expression de S_2 est :

$$S_2(r) = \frac{1}{2r+1} \sum_{l=0}^{2r} S(r, \frac{\pi l}{4r}) \quad (\text{A2.4})$$

La fonction de corrélation en coordonnées polaires d'un assemblage de sphères pouvant librement s'interpénétrer peut se représenter sous la forme donnée en figure A2.1.



Figure A2.1 : Fonction de corrélation du deuxième ordre de sphères librement superposables et image correspondante.

Pour des sphères impénétrables, la fonction de corrélation est sensiblement différente (figure A2.2).



Figure A2.2 : Fonction de corrélation du deuxième ordre de sphères impénétrables et image correspondante.

La courbe en pointillés est identique pour les deux figures, elle permet de remarquer les différences de fonction de corrélation selon l'arrangement des sphères.

A2-2 Application aux matériaux poreux

Des exemples précis d'utilisation des fonctions de corrélation pour décrire des matériaux poreux existent dans la littérature, notamment sur des roches [Berr 86] (figure A2.3).

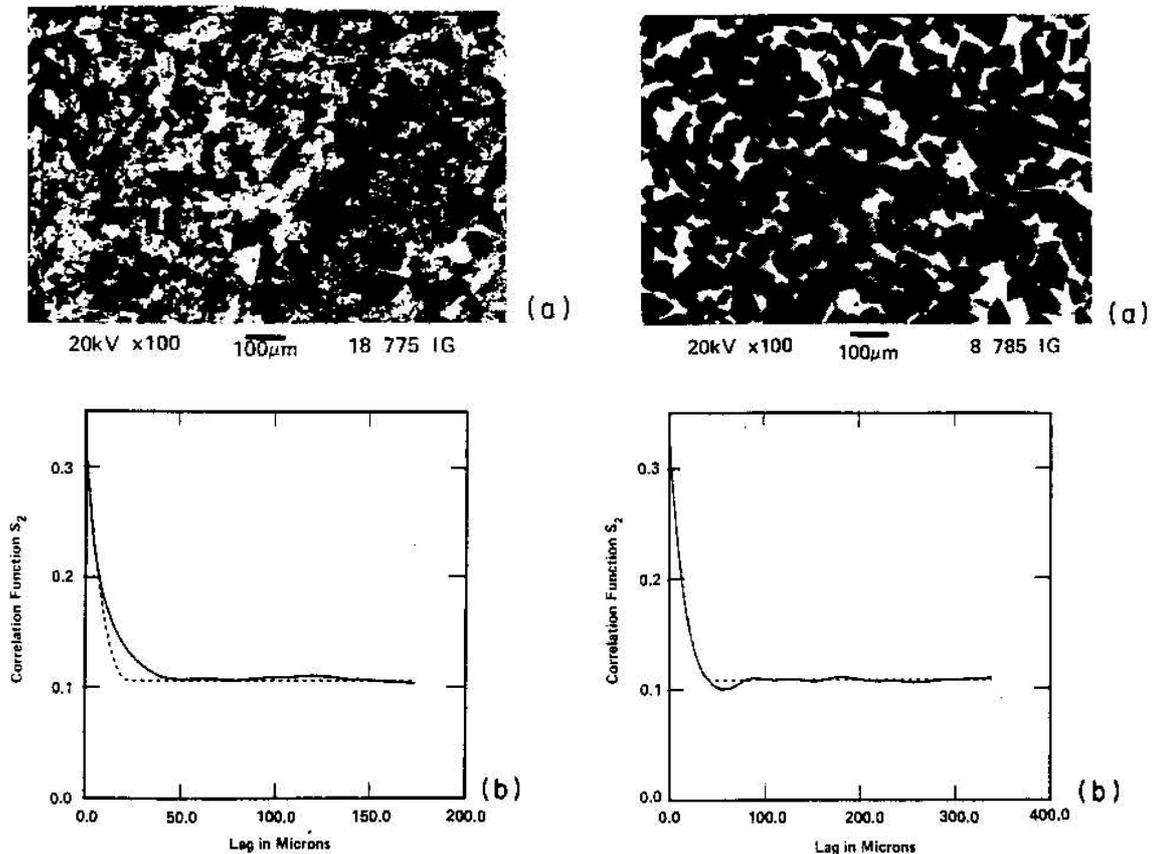


Figure A2.3 : Application des fonctions de corrélation du deuxième ordre à l'étude de grès [Berr 86].

La courbe en pointillés est reproduite pour les deux échantillons, elle permet de constater que la fonction S_2 peut différencier ces deux microstructures, tout comme le système de sphères des figures A2.1 et A2.2.

A2-3 Application au plâtre

Des fonctions de corrélation du second ordre sur des sections polies de plâtre ont été calculées sur les images MEB des sections polies. La fonction de corrélation du deuxième ordre S_2 à partir de la section polie de la nuance de référence est présentée dans la figure A2.4.

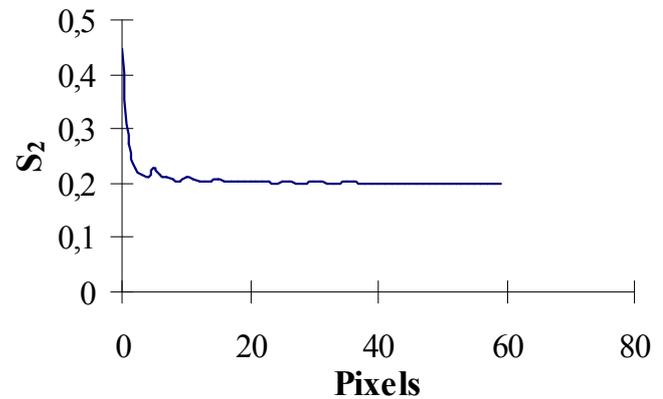
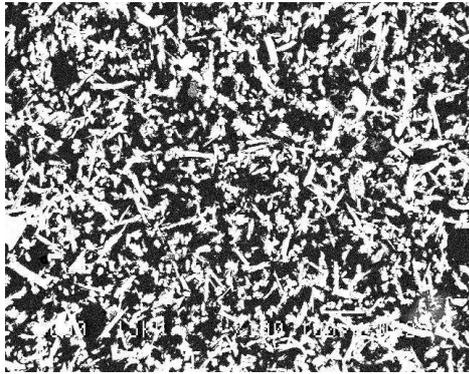
200 μm 

Figure A2.4 : Application des fonctions de corrélation à la nuance de référence.

Les semihydrates gâchés à E/P 0,8, avec ajout de gypse broyé et à haute température (voir chapitre 2) sont également étudiés au même grossissement (figures A2.5 et A2.6).

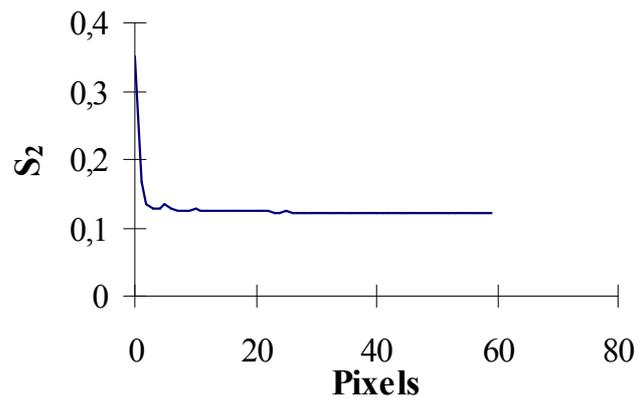
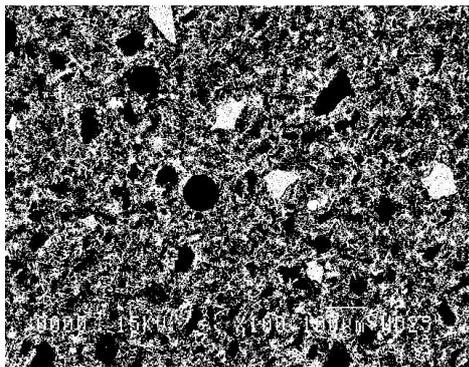


Figure A2.5 : Application des fonctions de corrélation au plâtre pris avec 0,025 % de gypse broyé.

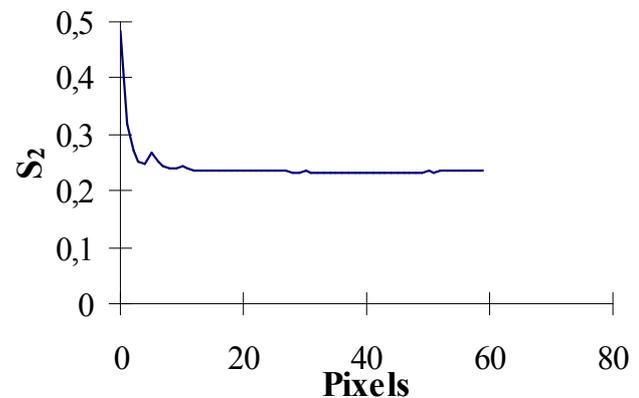
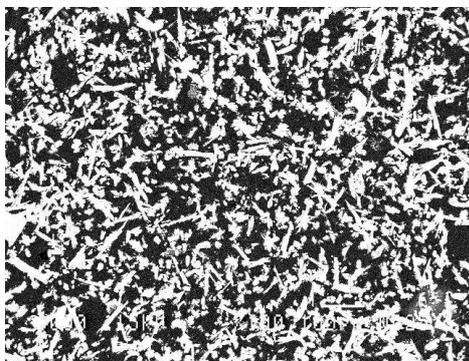


Figure A2.6 : Application des fonctions de corrélation au plâtre pris gâché à 70°C.

Les sections polies ne présentent pas toutes la même fraction de phase solide (valeur de S_2 pour $r = 0$). L'évolution avec la distance entre les points traduit l'enchevêtrement de la phase solide, elle est légèrement différente selon les trois microstructures. Ces fonctions S_2 servent de base à la reconstruction de modèles 3D à partir d'images 2D, utilisée au chapitre 3.

A2-4 Bibliographie

[Berry 86] **BERRYMAN J., BLAIR S.**, Use of digital image analysis to estimate fluid permeability of porous materials : application of two-point correlation fonction. *J^{al} of Applied Physics*, 1986, vol 60, n°6, p.1930-38.

[Serr 82] **SERRA J.**, Image analysis and mathematical morphology, *London : Academic Press*,1982. 610 p.

ANNEXE 3 : METHODE DES ELEMENTS FINIS APPLIQUEE AUX IMAGES DIGITALES

A3-1 Images digitales

Une image digitale est une image 2D ou 3D composée de motifs élémentaires, les pixels (figure A3.1).

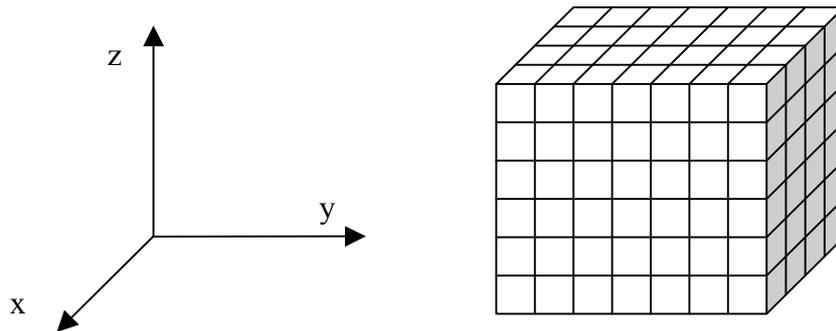


Figure A3.1 : Image digitale en 3D, les pixels sont des cubes, motifs élémentaires de l'image.

Chaque pixel est repéré par un paramètre d'indexation, fonction de ses coordonnées dans le repère (x,y,z). Dans les logiciels utilisés dans cette étude, ce paramètre est donné par :

$$m = nx.ny.(k - 1) + nx.(j - 1) + i \quad (\text{A3.1})$$

avec : n_x, n_y, n_z taille de l'image en pixels selon les directions x, y et z respectivement, i, j, k indices variant de 1 à n_x, n_y et n_z respectivement.

A3-2 Principe de la méthode d'éléments finis

La méthode des éléments finis se base sur l'existence d'un principe variationnel pour les problèmes d'élasticité linéaire : l'énergie totale emmagasinée dans le matériau est minimisée lorsque l'on fait varier un paramètre, le plus couramment le champ de déplacement. En pratique, quand un système est sollicité mécaniquement (déformation appliquée), son énergie élastique est décrite par la relation suivante :

$$E = \frac{1}{2} \int \boldsymbol{\varepsilon}_{ij} C_{ijkl} \boldsymbol{\varepsilon}_{kl} dr^3 \quad (\text{A3.2})$$

avec : $\boldsymbol{\varepsilon}_{ij}$ tenseur déformation,
 C_{ijkl} tenseur d'élasticité,
 dr élément de volume.

Il n'y a pas d'étape de maillage dans ce modèle, les éléments de maillage étant les pixels de l'image. L'énergie totale du système est la somme de l'énergie de chaque pixel. Il est donc nécessaire de se focaliser sur le calcul de l'énergie d'un pixel pour appliquer la méthode des éléments finis.

A3-2.1 Calcul de l'énergie d'un pixel

Chaque nœud appartenant à huit pixels en 3D et à quatre en 2D, il va intervenir dans le calcul de l'énergie de plusieurs pixels : une numérotation des pixels et de leurs nœuds est donc nécessaire. L'identification des pixels est effectuée avec le paramètre m (équation A3.1). Le schéma d'un pixel est donné dans la figure A3.2.

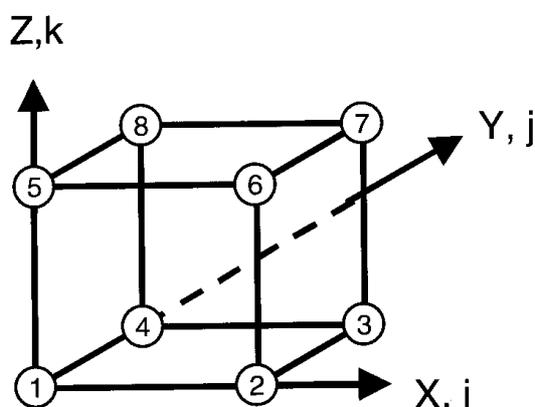


Figure A3.2 : Schéma d'un pixel cubique avec numérotation des nœuds [Garb 98].

La numérotation des nœuds voisins d'un nœud du pixel m se fait avec un tableau d'identification local, qui repère tous les nœuds voisins en fonction de leur position par rapport au nœud considéré.

Considérons un pixel **sur le bord de l'image** ($i=n_x$, $j<n_y$ et $k<n_z$). Pour déterminer l'énergie du pixel, le programme va utiliser les valeurs de ses nœuds voisins, dont certains seront hors de l'image. Les pixels de coordonnées $i=n_x+1$ sont considérés comme équivalents aux pixels de coordonnées $i=1$, mais avec une différence de déformation appliquée : il existe un décalage de coordonnée de n_x entre les deux pixels, donc une différence de $-\epsilon_{xx} * n_x$ pour la déformation appliquée, avec ϵ_{xx} composante de la déformation appliquée dans la direction x . Pour tous les pixels situés aux bords de l'image, les déplacements nodaux utilisés dans l'expression de l'énergie se présentent sous la forme :

$$u_r = U_r + \delta_r \quad (\text{A3.3})$$

avec : r variant de 1 à 8 (indice des nœuds),

u déplacement nodal,

U déplacement donné par l'indexation locale,

δ corrige les valeurs de déplacement (décalage en déformation appliquée).

Le tenseur déformation est symétrique et contient 6 composantes indépendantes en 3D. Les déplacements à l'intérieur de chaque pixel $u_p(x,y,z)$ sont calculés à partir des déplacements des nœuds $u_{r,q}$, en utilisant une fonction d'interpolation linéaire N :

$$u_p(x,y,z) = N_{p,rp}(x,y,z).u_{r,q} \quad (\text{A3.4})$$

avec : r,q indices décrivant les positions des nœuds des pixels,
 $u_p(x,y,z)$ déplacement à l'intérieur d'un pixel.

Les déformations s'écrivent :

$$\varepsilon_{pp} = \frac{\partial u_p}{\partial x_p} \quad (\text{A3.5})$$

$$\varepsilon_{pq} = \frac{\partial u_p}{\partial x_q} + \frac{\partial u_q}{\partial x_p} \quad (\text{A3.6})$$

A partir de ces relations, il est possible de déterminer l'énergie élastique d'un pixel et de connaître sa déformation et sa contrainte moyenne en utilisant la relation (A3.2) et en connaissant le tenseur d'élasticité C_{ijkl} associé au pixel.

A3-2.2 Calcul de l'énergie totale du système

L'énergie totale du système est la somme des énergies de chaque pixel, c'est une forme quadratique en fonction des déplacements. Toutefois, le décalage de déformation appliquée pour les pixels situés sur les bords de l'image (équation A3.3) fait apparaître des termes linéaire (b) et constant (C) avec les déplacements :

$$E = \frac{1}{2} u.A.u + b.u + C \quad (\text{A3.7})$$

avec : A matrice composée des matrices de rigidité pour tous les pixels,
 b vecteur constant et C constante déterminés à partir des conditions aux limites.

Le gradient de l'énergie du système par rapport aux déplacements $\frac{\partial E}{\partial u}$ est déterminé et minimisé. Lorsque le gradient d'énergie est presque nul, l'énergie élastique est à un extremum, correspondant à la situation stable du système. La connaissance des déplacements nodaux permet de connaître toutes les propriétés élastiques du système (paramètres macroscopiques comme concentrations locales de contraintes).

Autre méthode envisageable, les différences finies

Peu d'études sur la modélisation des propriétés élastiques de matériaux poreux ont été publiées. Des résultats ont cependant été obtenus en utilisant la méthode des différences finies

[Pout 96]. La différence principale avec la méthode des éléments finis réside dans l'appréhension des problèmes de conditions aux frontières. Dans le cas de matériaux poreux, les zones en contact avec les pores ne transmettent pas de contraintes dans la direction normale à la frontière, cette condition peut s'écrire aisément avec des équations de différences finies. Le développement de la méthode ne sera toutefois pas précisé d'avantage ici.

A3-2.3 Validité du modèle d'éléments finis

Le modèle a trois principales sources d'erreur : l'effet de taille (le système doit être suffisamment grand pour être représentatif du matériau), la résolution de l'image (finesse du maillage) et la variation statistique (les systèmes considérés sont construits à partir de nombres aléatoires, différentes réalisations du même modèle peuvent présenter des variations de propriétés). D'autres phénomènes sont à prendre en compte, notamment la résolution de l'image qui modifie la représentation des particules. Ainsi, des ellipses ou des cercles sont représentées par des pixels, carrés en 2D et cubiques en 3D.

Ces sources d'erreur ont été quantifiées dans les études précédentes [Robe 00] et se sont avérées faibles pour des images de taille suffisante (environ 100 pixels de côté pour une représentation 3D), en gardant un rapport d'au moins 5 entre la longueur de l'image et la taille des plus gros objets du modèle. Une étude globale de toutes les sources d'erreur ou de dispersion doit cependant être effectuée lors de l'utilisation du modèle.

De nombreux systèmes simples dont la solution analytique est connue ont été testés par le modèle d'éléments finis avec une très bonne corrélation avec les valeurs exactes [Garb 98]. La détermination de la conductivité intrinsèque d'une particule a par exemple été réalisée avec un modèle d'éléments finis appliqué à des problèmes électriques. Une sphère est placée au centre d'une matrice, la mesure de la conductivité du système permet de remonter à la conductivité intrinsèque de la sphère. La figure A3.3 représente l'évolution de la conductivité intrinsèque en fonction du rapport de conductivité entre la sphère et la matrice [Garb 96]. Une bonne corrélation est observée entre les valeurs obtenues par les modèles et la solution analytique.

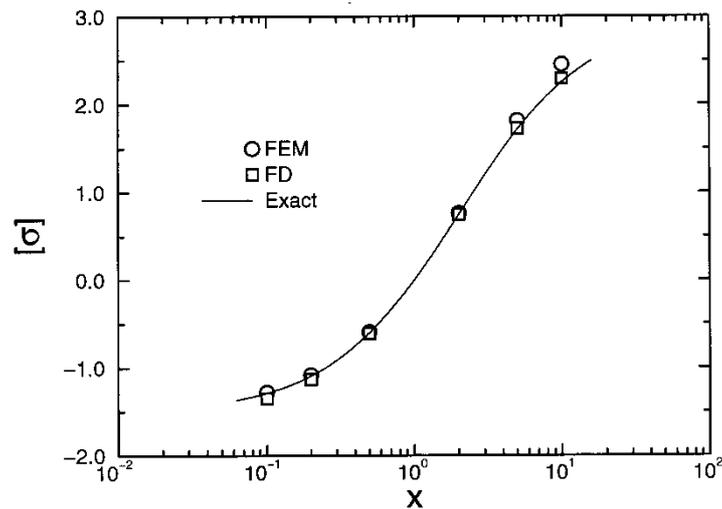


Figure A3.3 : Conductivité d'un système 40^3 pixels avec une sphère de diamètre 15 pixels au centre, en fonction du rapport x de conductivité entre la sphère et la matrice. FEM signifie éléments finis, FD différences finies et le trait plein, la valeur analytique exacte [Garb 96].

A3-3 Homogénéisation des modèles

Le plâtre pris est modélisé dans cette étude par des barres représentant des cristaux de gypse (voir chapitre 3). Plusieurs configurations sont possibles, selon l'orientation des barres (voir figure A3.4).

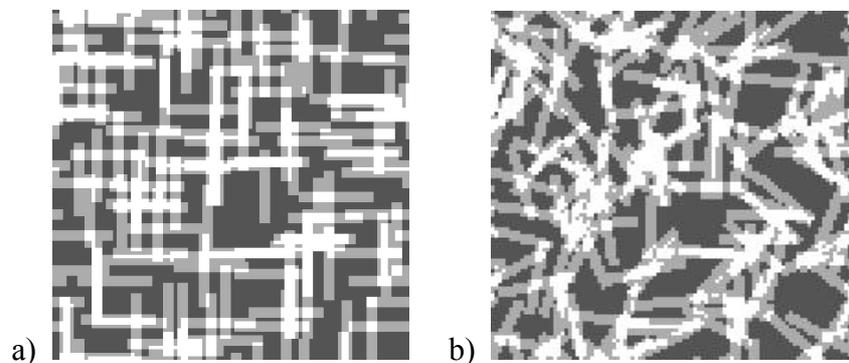


Figure A3.4 : Modèles de microstructure de plâtre pris. a) barres uniquement horizontales et verticales et b) barres orientées dans toutes les directions.

Le modèle ne comportant que des barres horizontales ou verticales (à gauche) est de **symétrie cubique**. Les relations utilisées pour homogénéiser le système et déterminer les modules à partir des composantes du tenseur d'élasticité sont données par [Meil 01] :

en 2D

$$K=1/2(C_{11}+C_{12}) \quad (A3.8)$$

$$G=1/4(C_{11}-C_{12}+2C_{44})$$

en 3D

$$\begin{aligned} K &= 1/3(C_{11} + 2C_{12}) & (A3.9) \\ G &= 1/5(C_{11} - C_{12} + 3C_{44}) \end{aligned}$$

Pour les modèles dans lesquels les barres n'ont pas d'orientation privilégiée (figure 4 à droite), les modèles sont directement **isotropes** et les relations précédentes deviennent [Meil 01] :

en 2D

$$\begin{aligned} K &= 1/2(C_{11} + C_{12}) & (A3.10) \\ G &= 1/2(C_{11} - C_{12}) \end{aligned}$$

en 3D

$$\begin{aligned} K &= 1/3(C_{11} + 2C_{12}) & (A3.11) \\ G &= 1/2(C_{11} - C_{12}) \end{aligned}$$

A3-4 Bibliographie

[Garb 96] **GARBOCZI E., DOUGLAS J.**, Intrinsic conductivity of objects having arbitrary shape and conductivity. *Physical Review E*, 1996, vol 52, p.6169-80.

[Garb 98] **GARBOCZI E.**, *Finite element and finite difference programs for computing the linear electric and elastic properties of digital images of random materials*. Gaithersburg (USA) : NIST, 1998. 204 p. Internal Report n°6269.

[Meil 01] **MEILLE S., GARBOCZI E.**, Linear elastic properties of 2-D and 3-D models of porous materials made from elongated objects. *Submitted to publication in Mod. α Simul. in Mat. Sci. Eng.*, 2001.

[Pout 96] **POUTET J., MANZONI D., HAGE-CHEHADE F., JACQUI C.J., BOUTECA M.J., THOVERT J.-F., ADLER P.**, The effective properties of random porous media. *J^{al} of Mechanics and Physics of Solids*, 1996, vol 44, n° 10, p.1587-1620.

[Robe 00] **ROBERTS A., GARBOCZI E.**, Elastic properties of model porous ceramics. *J^{al} of American Ceramic Society*, 2000, vol 83, n°12, p.3041-48.

ANNEXE 4 : MECANIQUE DES CONTACTS APPLIQUEE AUX MATERIAUX GRANULAIRES

A4-1 Principe

L'étude de matériaux granulaires doit prendre en compte la qualité des contacts entre les éléments constitutifs du matériau. Les modèles développés dans la littérature portent principalement sur des assemblages de sphères rigides avec, dans un premier temps, l'étude du contact entre deux sphères.

A4-2 Etude du contact entre deux sphères

Les principaux travaux ont été menés par Mindlin [Mind 49][Mind 53], en se basant sur la théorie de Hertz du contact entre solides.

Si on considère un assemblage décrit dans la figure A4.1, avec une pression normale à la surface de contact, la théorie de Hertz implique que l'aire de contact entre les sphères est un cercle dont le rayon peut être exprimé en fonction de la pression, du rayon des sphères et des propriétés élastiques du matériau.

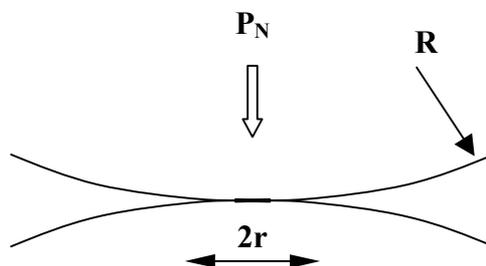


Figure A4.1 : Contact de Hertz.

Le rayon de contact r est donné par :

$$r = \sqrt{\frac{3(1-\nu^2).P_N.R}{4E}} \quad (\text{A4.1})$$

avec : R rayon des sphères,
 P_N force normale au contact,
 E module d'Young ,
 ν coefficient de Poisson.

Mindlin a déterminé la distribution des contraintes tangentielles quand le contact entre deux sphères est soumis à une force normale P_N et à une force tangentielle P_T [Mind 49]. Si

les glissements ne sont pas possibles, les contraintes tangentielles X_T selon l'axe x tendent vers une valeur très élevée pour $\rho = r$ (voir figure A4.2, courbe sans glissements) :

$$X_T = \frac{P_T}{2\pi r} \cdot \frac{1}{\sqrt{(r^2 - \rho^2)}} \quad (\text{A4.2})$$

avec : ρ distance du centre du contact,
 r rayon de contact,
 P_T force tangentielle.

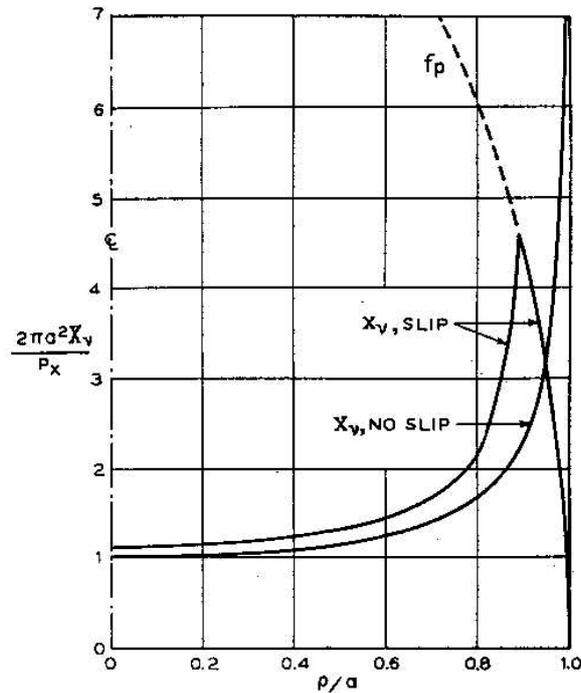


Figure A4.2 : Distribution des contraintes tangentielles dues à une force tangentielle P_x sur un contact circulaire avec $P_T/(\mu \cdot P_N) = 0,3$, (glissements SLIP et sans glissements NO SLIP). Dans la figure, a représente r .

Le glissement est défini par une valeur limite des contraintes tangentielles qui ne peuvent dépasser le produit de la contrainte normale par le coefficient de frottement μ (loi de Coulomb) :

$$\tau = \mu \cdot P_N \quad (\text{A4.3})$$

En utilisant la théorie de Hertz et la loi de Coulomb, si on considère que le glissement opère dans un anneau situé entre le bord de la zone de contact r et un rayon intérieur r' , les contraintes tangentielles sont données par :

$$X_T = \frac{3\mu P_N}{2\pi r^2} \sqrt{\left(1 - \frac{\rho^2}{r^2}\right)} \quad \text{pour } r' < \rho < r \quad (\text{A4.4})$$

Dans le cercle de rayon r' , les contraintes tangentielles sont modifiées par rapport à l'expression A4.2 et s'expriment par :

$$X_T = \frac{3\mu P_N}{2\pi r^2} \sqrt{\left(1 - \frac{\rho^2}{r^2}\right)} - \frac{3\mu P_N r'}{2\pi r^3} \sqrt{\left(1 - \frac{\rho^2}{r'^2}\right)} \quad \text{pour } r < r' \quad (\text{A4.5})$$

Les variations de X_T sont données dans la figure A4.2 (courbe avec glissements). La valeur de r' est déterminée par :

$$r' = r \left(1 - \frac{P_T}{\mu P_N}\right) \quad (\text{A4.6})$$

A partir de cette approche, Mindlin et Deresiewicz [Mind 53] ont suivi l'influence de diverses conditions de chargement. En particulier, *si la charge normale est constante et la force tangentielle périodique*, l'énergie dissipée lors d'un cycle (aire de l'hystérésis de la courbe charge tangentielle P_T ou T - déplacement δ , voir figure A4.3) est égale à :

$$\Delta W = \frac{(2 - \nu) P_{T \max}^3}{36 G r \mu P_N} \quad (\text{A4.7})$$

L'énergie dissipée est proportionnelle au cube de l'amplitude de la sollicitation.

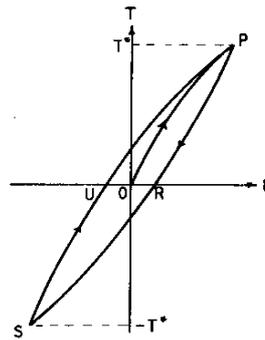


FIG. 5

Figure A4.3 : Comportement d'un contact dans le cas d'une force normale constante et d'une force tangentielle périodique (P_T varie entre T^* et $-T^*$), δ est le déplacement induit.

A partir de cette expression, le frottement intérieur (rapport entre énergie dissipée et énergie élastique apportée au matériau) en présence de glissements entre les sphères peut être estimé :

$$Q^{-1} = \frac{\Delta W}{2\pi W} = \frac{1}{9} \left(\frac{P_{T \max}}{\mu P_N} \right) \quad (\text{A4.8})$$

avec : P_T charge appliquée variable,
 P_N charge normale fixe,
 μ coefficient de frottement.

Le frottement intérieur de deux sphères en contact avec glissement est proportionnel à l'amplitude de la sollicitation.

A4-3 Application aux matériaux granulaires

L'approche théorique de Mindlin a été utilisée par Mavko [Mavk 79] pour décrire les pertes mécaniques en fonction de l'amplitude de la sollicitation dans différents matériaux sédimentaires. Le frottement intérieur pour un assemblage de sphères fait intervenir en plus de l'expression précédente, le type de sollicitation au niveau d'un contact :

$$Q^{-1} = \frac{2}{9} \left(\frac{P_{T \max}}{\mu P_N} \right) f \quad (\text{A4.9})$$

avec : f facteur dépendant de l'orientation du contact avec la force de sollicitation

- cisaillement pur, $f = 1$,
- chargement oblique, $f < 1$,
- chargement normal, $f = 0$.

L'expression est très proche de la précédente. Seul un facteur représentant la répartition aléatoire des contacts est ajouté. La correspondance entre résultats expérimentaux et l'approche théorique s'avère satisfaisante (voir figure 5.3).

A4-4 Etude des propriétés élastiques d'un assemblage de sphères en contact

A partir de l'étude des contacts dans les matériaux granulaires, il est possible de *relier les propriétés des contacts aux propriétés élastiques macroscopiques*. Une première approche a été développée dans le cas d'un assemblage type cubique faces centrées [Duff 57] et le cas plus général d'un assemblage aléatoire de sphères a été traité par Digby [Digb 81]. Cette dernière étude est intéressante car le milieu macroscopique est considéré comme isotrope et son élasticité peut donc être caractérisé par les deux constantes de Lamé, λ et μ .

Digby définit deux rayons de contact : un rayon b correspondant à une liaison initiale entre particules (pouvant être due à la cémentation, au frittage...) et un rayon a , lié à la pression hydrostatique appliquée ($a \geq b$), défini par la théorie de Hertz. Le rayon b ne dépend pas de la pression imposée. En supposant un nombre de points de contact C sur la surface des sphères de rayon R et la densité d du matériau, les coefficients de Lamé sont donnés par les relations suivantes :

$$\lambda = \frac{G.C}{5\pi d R} \left(\frac{a}{1-\nu} - \frac{2b}{2-\nu} \right) \quad (\text{A4.10})$$

$$\mu = \frac{G.C}{5\pi d R} \left(\frac{2a}{1-\nu} + \frac{6b}{2-\nu} \right) \quad (\text{A4.11})$$

avec : a et b rayons de contact,
 d densité du matériau,
 R rayon des sphères,
 C nombre de points de contact pour une sphère,
 G module de cisaillement des sphères,
 ν coefficient de Poisson.

Murphy et Winkler [Murp 84] ont modifié l'approche précédente en tenant compte de l'énergie de surface sur l'estimation du rayon de contact a. Pour cela, ils ont utilisé les résultats de Johnson, Kendall et Roberts [John 74] sur le contact entre sphères, qui affine les résultats de Hertz. Les expressions des rigidités des contacts sont les mêmes, mais la valeur du rayon de contact r est augmentée du fait de l'action des forces de Van der Waals :

$$a_{Hertz} = \frac{3(1-\nu)RP_N}{8G} \quad (A4.12)$$

$$a_{JKR} = \frac{3(1-\nu)R}{8G} \left(P_N + 6\gamma\pi R + \sqrt{12\gamma\pi RP_N + (6\gamma\pi R)^2} \right) \quad (A4.13)$$

Les rigidités normales et tangentielles des contacts sont données par les relations :

$$k_N = \frac{2Ga}{1-\nu} \quad (A4.14)$$

$$k_T = \frac{4Ga}{2-\nu} \quad (A4.15)$$

Lors de l'absorption d'eau la valeur de γ va changer ainsi que la qualité des contacts. La loi de Gibbs permet une bonne description de l'évolution de γ avec la pression partielle de vapeur d'eau P [Bent 98] :

$$\Delta\gamma = \frac{-RT}{v_m} \int_{P_0}^P e.d \ln\left(\frac{P}{P_0}\right) \quad (A4.16)$$

avec : P_0 pression de vapeur d'eau pour une surface plane en conditions standard,
 R constante des gaz parfaits,
 T température absolue,
 v_m volume molaire,
 e épaisseur d'eau adsorbée.

Il est alors possible de suivre l'évolution des modules élastiques en fonction de la pression partielle d'eau en utilisant le modèle de Digby (équations A4.10 et A4.11). Les modules de compressibilité et de cisaillement sont donnés par :

$$K = \frac{3(1-\phi)\psi}{20\pi R} \left(k_N + \frac{2}{3}k_T \right) \quad (A4.17)$$

$$G = \frac{(1-\phi)\psi}{20\pi R} \left(k_N + \frac{3}{2} k_T \right) \quad (\text{A4.18})$$

avec : ϕ porosité,
 ψ nombre de contacts par grain (nombre de coordination),
 k_N et k_T rigidités normales et tangentielles des contacts,
 R rayon des sphères.

La figure A4.4 présente l'évolution du module de cisaillement normalisé avec le taux d'humidité relative suivant le modèle de Digby et les résultats expérimentaux obtenus sur un grès.

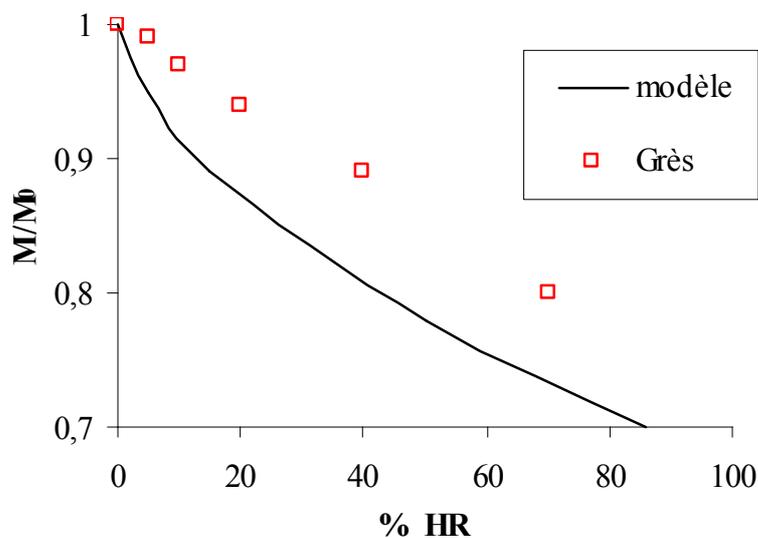


Figure A4.4 : Evolution de G/G_0 avec le taux d'humidité, modèle de Digby et valeurs expérimentales sur un grès [Murp 84].

La surestimation de la diminution du module avec le taux d'humidité relative peut être liée à l'existence de liaisons intergranulaires non affectées par la diminution de l'énergie de surface.

A4-5 Bibliographie

[Bent 98] **BENTZ D., GARBOCZI E., QUENARD D.**, Modelling Drying Shrinkage in Reconstructed Porous Materials : Application to Porous Vycor Glass. *Mod. and Sim. in Mater. Eng. and Sci.*, 1998, vol 6, p. 211-236.

[Digb 81] **DIGBY P.**, The effective elastic moduli of porous granular rocks. *J^{al} of applied mechanics*, 1981, vol 48, p.803-808.

[Duff 57] **DUFFY J., MINDLIN R.**, Stress-Strain relations and vibrations of a granular medium. *J^{al} of applied mechanics*, 1957, n°12, p.585-593.

[John 71] **JOHNSON K., KENDALL K., ROBERTS A.**, Surface energy and the contact of elastic solids. *J^{al} of Applied Physics*, 1971, vol A424, p.3868-75.

[Mavk 79] **MAVKO G.**, Frictional attenuation : an inherent amplitude dependance. *J^{al} of Geophysical Research*, 1979, vol 84,n°B9, p.4769-75.

[Mind 49] **MINDLIN R.**, Compliance of elastic bodies in contact. *J^{al} of Applied Mechanics*, 1949, n°9, p.259-68.

[Mind 53] **MINDLIN R., DERESIEWICZ H.**, Elastic spheres in contact under varying oblique forces. *J^{al} of Applied Mechanics*, 1953, n°9, p.327-44.

[Murp 84] **MURPHY W., WINKLER K., KLEINBERG R.**, Frame modulus reduction in sedimentary rocks the effect of adsorption on grain contacts. *Geophysical Research Letters*, 1984, vol 1, n°9, p.805-08.