

Vers des matériaux cimentaires multifonctionnels pour les planchers chauffants intégrés : impact de l'incorporation de noir de carbone

Imane BEKRINE, Syed-Yasir ALAM

Nantes Université, Ecole Centrale Nantes, CNRS, Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique (GeM), UMR 6183, F-44000 Nantes, France

RESUME Cette étude explore la fonctionnalisation des matériaux cimentaires par incorporation de noir de carbone (NC) en vue d'applications de chauffage intégré. Six formulations, contenant de 0% à 12% de NC, ont été analysées. Les résultats montrent une diminution progressive des résistances mécaniques et du module élastique avec l'augmentation du NC. Parallèlement, un seuil de percolation électrique est identifié entre 4% et 8% de NC, au-delà duquel la résistivité chute fortement. À 8% de NC, un compromis optimal est atteint, combinant performances mécaniques satisfaisantes et formation d'un réseau conducteur efficace, permettant un chauffage par effet Joule.

Mots-clefs matériaux cimentaires, noir de carbone, performance mécanique, effet Joule

I. INTRODUCTION

Le développement de matériaux cimentaires conducteurs ouvre des perspectives prometteuses pour des applications innovantes telles que les systèmes de chauffage intégré ou le dégivrage de structures. Traditionnellement isolants, les matériaux cimentaires peuvent néanmoins devenir conducteurs par l'incorporation de charges fonctionnelles, permettant d'exploiter l'effet Joule pour générer de la chaleur. Parmi les nombreux additifs carbonés disponibles, le noir de carbone (NC) apparaît comme une solution intéressante, à la fois économique, facilement disponible et efficace pour améliorer la conductivité électrique des matrices cimentaires. Toutefois, l'introduction de NC modifie également les propriétés mécaniques des matériaux. En effet, si de faibles teneurs peuvent avoir un effet de comblement bénéfique, des teneurs plus élevées tendent à fragiliser la matrice en raison d'une dispersion imparfaite ou d'une augmentation de la porosité. Un autre enjeu majeur réside dans l'identification du seuil de percolation électrique, correspondant à la teneur minimale en NC nécessaire pour former un réseau conducteur continu.

Cette étude propose d'analyser conjointement les performances mécaniques et électriques de pâtes cimentaires enrichies en NC, afin d'identifier un dosage optimal permettant de concilier bonne conductivité électrique et maintien des performances mécaniques, conditions indispensables pour le développement de matériaux cimentaires auto-chauffants fiables et durables.

II. MATERIAUX ET METHODES

Les composites cimentaires sont fabriqués en utilisant un CEM I 52,5 N, ayant une densité de $3,17 \text{ g/cm}^3$ et une surface spécifique (Blaine) de $4133 \text{ cm}^2/\text{g}$. Sa composition chimique est indiquée dans le **TABLEAU 1**. Le noir de carbone utilisé dans notre étude est un ENSACO 250G, dont l'indice d'absorption DBP (phtalate de dibutyle) est de $188 \text{ ml}/100\text{g}$, sa résistivité électrique est de $6,1 \Omega \cdot \text{cm}$ et sa surface spécifique (BET) est de $64,9 \text{ m}^2/\text{g}$. Il a été choisi pour avoir un indice d'absorption élevé du DBP (phtalate de dibutyle) afin d'obtenir des performances électriques et thermiques maximales, comme le suggèrent (Nalon et al., 2020). En effet, le DBP est une mesure normalisée qui caractérise la structure et la porosité des particules carbonées. Un indice DBP élevé reflète une structure poreuse développée et un degré élevé d'agrégation des particules, propriétés essentielles pour évaluer l'efficacité des additifs carbonés. Un superplastifiant polycarboxylate est ajouté aux pâtes incorporant du NC pour permettre leur bonne maniabilité et leur dispersion dans le mélange, avec une quantité allant jusqu'à 5% de la masse du liant, de façon à obtenir une consistance identique pour toutes les pâtes. La quantité de NC par rapport à la masse totale du liant varie entre 0 et 12 %. Le rapport eau/liant des pâtes est maintenu constant à 0,8. Elles sont appelées PNCx (P pour pâte, NC pour noir de carbone), où x indique la quantité de noir de carbone utilisée (en %m). La procédure de malaxage a été optimisée afin de garantir une bonne dispersion du NC dans le mélange, facteur essentiel à l'établissement de réseaux conducteurs.

Des échantillons prismatiques de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ sont fabriqués et décoffrés après 24 heures de durcissement dans une chambre humide. Tous les essais sont effectués à l'âge de 21 jours, conformément aux prescriptions de l'avis technique 13/15-1283_V1 relatif aux chapes fluides à base de ciment, qui impose cette échéance comme référence pour l'évaluation des performances.

TABLEAU 1. Composition chimique du ciment employé (% massique).

Matériau	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl ⁻	S ²⁻	LOI
CEM I	20,4	4,4	2,3	64,0	3,9	2,9	0,66	0,15	0,02	<0,02	1,2

Le module d'élasticité dynamique des pâtes est mesuré sur trois prismes de dimensions $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$, par propagation d'ondes ultrasonores. Les mêmes échantillons sont ensuite divisés en 2 et testés en compression selon la norme NF EN 196-1.

La résistivité électrique des différentes formulations est mesurée par les deux méthodes 2 points et 4 points, en utilisant des échantillons de dimensions $4 \times 4 \times 1 \text{ cm}^3$ dans le premier cas, et de $4 \times 4 \times 5 \text{ cm}^3$ dans le deuxième cas, où des électrodes de cuivre sont incorporés à l'état frais. Ces mêmes échantillons sont utilisés pour mesurer l'effet Joule, où 2 électrodes sont utilisées afin d'appliquer une tension donnée pendant 30 min, et la variation de température est capturée par un caméra thermique. Les tensions appliquées varient de 5 V à 30 V.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

A. Effet du noir de carbone sur la performance mécanique des pâtes

L'impact de l'incorporation de noir de carbone dans la matrice cimentaire sur leur performance mécanique est exploré. La **FIGURE 1** présente la résistance à la compression et la **FIGURE 2** le module élastique dynamique à 21 jours (f_{c21}) des composites contenant différents pourcentages de NC. Une tendance similaire des deux propriétés peut être observée, avec une baisse systématique

à mesure que la teneur en NC augmente, ce qui est conforme à certains résultats rapportés dans la littérature (Abolhasani et al., 2022; Lima et al., 2021). L'échantillon de référence présente la résistance à la compression et le module élastique les plus élevés, environ 21 MPa et 11 GPa respectivement, alors que les pâtes incorporant du NC présentent une réduction progressive. Par exemple, l'échantillon contenant 2% de NC conserve des propriétés relativement élevées, mais une baisse significative est observée au-delà de 4% d'incorporation de noir de carbone. Cette réduction pourrait être attribuée à la diminution de la quantité de ciment, remplacée par le noir de carbone. Elle pourrait également être la conséquence d'une cohésion plus faible et d'une résistance au frottement plus faible au sein de la matrice cimentaire en raison de la forme sphérique du noir de carbone. La **FIGURE 1** illustre également la relation linéaire entre f_{c21} et la teneur en NC, montrant une corrélation négative avec un coefficient de régression relativement fort de 0,87. Au fur et à mesure que la teneur en noir de carbone augmente, la résistance à la compression diminue systématiquement.

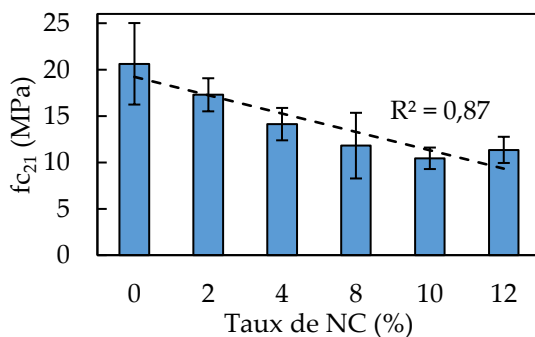


FIGURE 1. Evolution de la résistance à la compression des pâtes à l'âge de 21 jours en fonction de la teneur en noir de carbone.

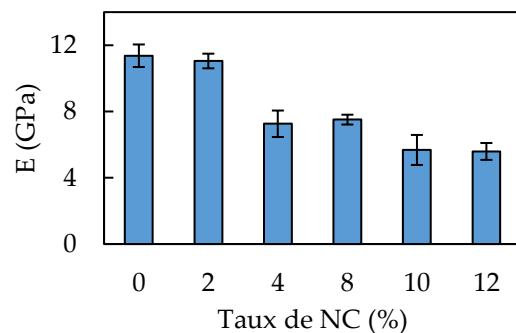


FIGURE 2. Evolution du module élastique dynamique des pâtes à l'âge de 21 jours en fonction de la teneur en noir de carbone.

B. Effet du noir de carbone sur la performance électrique des pâtes

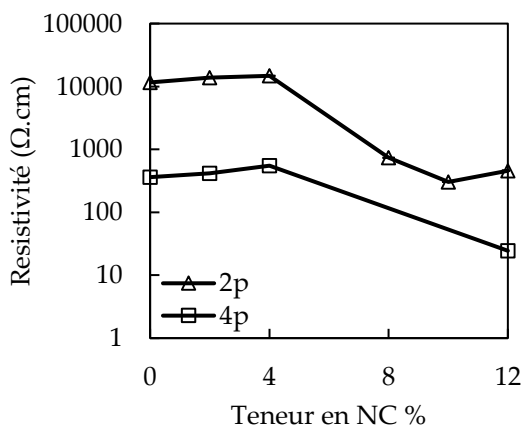


FIGURE 3. Variation de la résistivité électrique des pâtes en fonction du taux de NC à 21 jours, en utilisant les méthodes 2p et 4p.

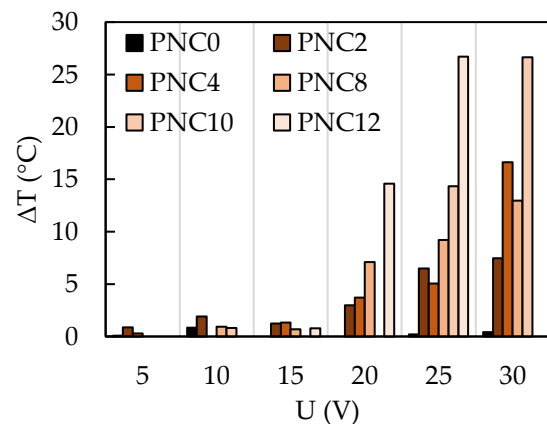


FIGURE 4. Variation de la température pendant 30 minutes d'application de la tension sur les pâtes incorporant différents taux de NC.

La résistivité électrique des composites ciment-NC a été mesurée et les résultats sont présentés dans la **FIGURE 3**. Lorsque la teneur en NC augmente de 0% à environ 4%, la résistivité augmente, atteignant un pic à 4%. Cela peut être dû à la perturbation de la matrice cimentaire par le NC à faibles concentrations, entravant le transport des électrons. Cependant, cette augmentation reste dans le même ordre de grandeur (10^5 avec la méthode des 2 points et 10^2 avec la méthode des 4 points). Au-delà de 4% de NC, une chute drastique de la résistivité est observée, particulièrement entre 4% et 8%, où elle diminue de deux ordres de grandeur avec la méthode 2p, indiquant la formation d'un réseau de percolation. Après 8% de NC, la résistivité se stabilise à des valeurs très faibles, suggérant l'établissement d'un réseau conducteur interconnecté permettant un transport efficace des électrons. Cette tendance confirme le phénomène du seuil de percolation, observé également par d'autres études (Dong et al., 2019; Lima et al., 2021).

La **FIGURE 4** montre la variation de température (ΔT) des composites sous tensions croissantes. À faibles tensions (5V, 10V, 15V), l'augmentation de la température est minimale pour tous les échantillons, indiquant une dissipation de puissance insuffisante pour un échauffement Joule significatif. Cependant, au-delà de 15V, la température augmente de manière plus marquée, surtout pour les pâtes à plus forte teneur en NC (PNC8, PNC10, PNC12), suggérant que le seuil de percolation du réseau conducteur est atteint, permettant une génération efficace de chaleur par effet Joule et confirmant les résultats des mesures de résistivité.

IV. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Dans cette étude, nous avons étudié l'impact de l'incorporation de noir de carbone sur les propriétés mécaniques et le comportement électrique des composites cimentaires. Une analyse croisée complète de ces aspects est fournie pour une large gamme de charges de noir de carbone : 0, 2, 4, 8, 10, 12 %m, soulignant l'équilibre entre l'évolution microstructurale, la performance mécanique et les propriétés fonctionnelles. Une baisse générale des résistances à la compression et des modules élastiques est observée avec l'augmentation de la teneur en noir de carbone. Un seuil de percolation est identifié entre 4% et 8% de noir de carbone, au-delà duquel la résistivité chute drastiquement, indiquant la formation d'un réseau conducteur interconnecté. Ces résultats sont confirmés par des expériences de chauffage par effet Joule, où l'on observe une dissipation efficace de la chaleur à des teneurs en noir de carbone plus élevées à partir de 8% de NC. Ces résultats démontrent le potentiel des pâtes de ciment modifiées par du noir de carbone pour les applications d'auto-chauffage, où un équilibre optimal entre la conductivité et l'intégrité structurelle doit être pris en compte pour maximiser l'efficacité.

REFERENCES

- Abolhasani, A., Pachenari, A., Mohammad Razavian, S., Mahdi Abolhasani, M., 2022. Towards new generation of electrode-free conductive cement composites utilizing nano carbon black. *Construction and Building Materials* 323, 126576. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.126576>
- Dong, W., Li, W., Shen, L., Sheng, D., 2019. Piezoresistive behaviours of carbon black cement-based sensors with layer-distributed conductive rubber fibres. *Materials & Design* 182, 108012. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108012>
- Lima, G.E.S.D., Nalon, G.H., Santos, R.F., Ribeiro, J.C.L., Carvalho, J.M.F.D., Pedroti, L.G., Araújo, E.N.D.D., 2021. Microstructural Investigation of the Effects of Carbon Black Nanoparticles

on Hydration Mechanisms, Mechanical and Piezoresistive Properties of Cement Mortars. *Mat. Res.* 24, e20200539. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2020-0539>

Nalon, G.H., Ribeiro, J.C.L., Araújo, E.N.D.D., Pedroti, L.G., Carvalho, J.M.F.D., Santos, R.F., Aparecido-Ferreira, A., 2020. Effects of different kinds of carbon black nanoparticles on the piezoresistive and mechanical properties of cement-based composites. *Journal of Building Engineering* 32, 101724. <https://doi.org/10.1016/j.job.2020.101724>