

Impédance spectrale de matériaux cimentaires : résistivité et permittivité électriques

Hector GOMART¹ et Adrien BOUVET²

¹ Université de Cergy-Pontoise - Laboratoire de mécanique et de matériaux du génie civil L2MGC, 5 Mail Gay-Lussac, Neuville-sur-Oise 95031 Cergy-Pontoise cedex – hector.gomart@u-cergy.fr

² Université de Cergy-Pontoise - Laboratoire de mécanique et de matériaux du génie civil L2MGC, 5 Mail Gay-Lussac, Neuville-sur-Oise 95031 Cergy-Pontoise cedex – adrien.bouvet@u-cergy.fr

RÉSUMÉ. Une méthode de mesure « deux points » par impédance spectrale (10 Hz à 5 MHz) a été mise en place afin de déterminer les propriétés électriques de matériaux cimentaires. La résistivité et la permittivité des échantillons sont calculées en modélisant les spectres expérimentaux à l'aide de modèles électriques.

Afin de déterminer l'influence de la nature des matériaux (matrice cimentaire, granulats) et de leur structure poreuse, ces mesures ont été réalisées sur une large gamme de matériaux cimentaires : des pâtes de ciment, des mortiers et des bétons. Plusieurs rapports E/C ont été testés pour les pâtes de ciment et les mortiers. Pour les mortiers le sable a également été substitué par des billes de verre et du sable recyclé. Enfin pour les bétons, plusieurs ratios graviers sur sable (G/S) ont été évalués, ainsi que deux séries de bétons recyclés : l'une à base de graviers recyclés et l'autre de sable recyclé, à différents taux de substitution. Finalement les résultats montrent que la résistivité est largement influencée par la porosité des matériaux, et donc de l'eau présente dans les pores et la permittivité par les granulats.

ABSTRACT. A "two-point" measurement method using electrical spectral impedance (10 Hz to 5 MHz) has been implemented to determine the electrical properties of cementitious materials. The resistivity and permittivity are calculated by modelling the experimental spectra using electrical models. In order to determine the influence of the nature of the materials (cementitious matrix, aggregates) and their porous structure, these measurements were carried out on a wide range of cementitious materials: cement paste, mortars and concretes. Several W/C ratios have been tested for cement paste and mortars. For mortars, the sand has also been replaced by glass balls and recycled sand. For concretes, several gravel-to-sand ratios (G/S) were evaluated, as well as two series of recycled concretes: one based on recycled gravels and the other on recycled sand, at different substitution rates. Finally, the results show that resistivity is largely governed by the porosity of the materials, and therefore of the water present in the pores, and that permittivity by the aggregates.

MOTS-CLÉS : impédance spectrale, résistivité, permittivité, matériaux cimentaires, porosité.

KEY WORDS: spectral impedance, resistivity, permittivity, cementitious materials, porosity.

1. Introduction

La durabilité des matériaux cimentaires dépend essentiellement de leur microstructure. Ainsi plusieurs indicateurs permettent d'évaluer la durée de vie des matériaux, tels que la mesure de la porosité, de la diffusion des ions chlorures, mais aussi de la résistivité électrique. Il existe plusieurs méthodes pour mesurer cette dernière (méthodes deux, trois, quatre points, à différentes fréquences, etc.)

Dans un précédent article [BOU 17], des mesures unifréquentielles de la résistivité électrique ont été réalisées sur deux séries de bétons à base de granulats recyclés. Depuis, ces mesures ont été étendues à une étude spectrale, ce qui a permis grâce à des modèles électriques (i) de remonter à la mesure de la résistivité électrique de façon précise et (ii) de déterminer un nouveau paramètre caractéristique de l'aspect capacitif du matériau : la permittivité relative. Afin de tenter de déterminer l'influence de la microstructure (porosité) et des granulats, un grand nombre de matériaux cimentaires ont cette fois été confectionnés et testés. Dans une première partie, les différents matériaux sont présentés et le dispositif expérimental est décrit. Enfin les résultats de la résistivité

électrique et de la permittivité relative sont présentés et discutés en fonction de la microstructure (matrice cimentaire) et des constituants (granulats).

2. Méthode expérimentale

1.1. Matériaux

Les spectres d'impédance ont été réalisés sur différents types de matériaux cimentaires : (i) des pâtes de ciment, (ii) des mortiers et (iii) des bétons naturels et (iv) recyclés. Au total 24 matériaux cimentaires ont été élaborés et testés.

- Pâtes de ciment : cinq pâtes de ciment ont été étudiées avec un rapport E/C variant de 0,3 à 0,7 par pas de 0,1 et notées PC3 à PC7. Les éprouvettes sont réalisées avec un ciment CEM I 52,5R CP2 et de l'eau potable du robinet.
- Mortiers : cinq mortiers ont également été élaborés à partir d'une formulation de référence avec un rapport $E/C = 0,5$ (600 kg de ciment et 1240,5 kg de sable naturel), noté M5S :
 - deux mortiers avec des rapports $E/C = 0,4$ (M4S) et 0,6 (M6S) ;
 - deux mortiers $E/C = 0,5$ en substituant en volume le sable naturel par des billes de verre (M5BV) et l'autre par du sable recyclé (M5SR).
- Bétons naturels : trois bétons à base de granulats naturels ont été formulés avec un rapport $E/C = 0,5$ en ne faisant varier que le rapport massique graviers sur sable $G/S = 1, 1,5$ et 2, notés respectivement BN1, BN1,5 et BN2. Les quantités sont indiquées dans le Tableau 1.
- Bétons recyclés : à partir d'un béton de référence BR0, dont la formulation est indiquée dans le Tableau 1, deux séries de bétons à base de granulats recyclés ont été étudiées : l'une en substituant les graviers naturels par des graviers recyclés (aux taux massiques suivants : 15 %, 30 %, 50 % 70 % et 100 %), l'autre en substituant le sable par du sable recyclé aux mêmes taux.

Tableau 1. Composition des bétons naturels BN1 à BN2 et du béton de référence BR0 pour les deux séries de bétons à base de granulats recyclés, d'après [TAH 16].

| | Rapport E/C | Ciment (kg/m ³) | Sable naturel 0/4 (kg/m ³) | Graviers 6,3/20 (kg/m ³) | Graviers 4/10 (kg/m ³) | Graviers 10/20 (kg/m ³) |
|-------|----------------|--------------------------------|---|---|---------------------------------------|--|
| BN1 | 0,5 | 350 | 866,4 | 866,4 | -- | -- |
| BN1,5 | 0,5 | 350 | 690,1 | 1035,2 | -- | -- |
| BN2 | 0,5 | 350 | 573,4 | 1146,9 | -- | -- |
| BR0 | 0,55 | 320 | 852,0 | -- | 325,0 | 696,0 |

Les propriétés physiques des granulats sont indiquées dans le Tableau 2.

Tableau 2. Propriétés physiques des granulats.

| | Classe granulaire d/D (mm) | Masse volumique réelle ρ (kg/m ³) | Coefficient d'absorption WA ₂₄ (%) |
|--|-------------------------------|---|--|
| Sable naturel | 0/4 | 2560 | 1,2 |
| Sable recyclé | 0/4 | 2145 | 9,1 |
| Billes de verre | 1/1,25 | 2600 | 0,0 |
| Graviers naturels | 6,3/20 | 2450 | 2,5 |
| Granulats des bétons recyclés [TAH 16] | | | |
| Sable naturel | 0/4 | 2625 | 0,9 |
| Sable recyclé | 0/4 | 2189 | 10,0 |
| Graviers naturels | 04/10 | 2720 | 0,5 |
| | 6,3/20 | 2710 | 0,4 |
| Graviers recyclés | 4/10 | 2297 | 5,1 |
| | 10/20 | 2239 | 5,7 |

1.2. Protocole expérimental

La mesure de spectroscopie d'impédance entre 10 Hz et 5 MHz est réalisée sur des éprouvettes cylindriques (4×10 cm) saturées en eau, grâce à une méthode « 2 points ». Le dispositif est constitué d'un générateur de fonction d'ondes (Keysight 33250A) et d'un oscilloscope (Keysight DSOX2024A), comme indiqué à la Figure 1a. Le courant alternatif sinusoïdal de tension 10 V est injecté dans les éprouvettes par l'intermédiaire d'électrodes métalliques. Des éponges humides, contenant $0,127 \text{ g/cm}^2$ d'eau potable du robinet, assurent l'interface entre l'électrode et l'éprouvette. Le contact est assuré par une masse qui surmonte le système (cf. Figure 1b). L'eau de stockage, maintenue à 20 ± 2 °C est changée quotidiennement afin d'assurer la même composition de la solution. Pour chaque fréquence, l'impédance complexe est calculée grâce à un montage pont diviseur de tension à l'aide d'une résistance de mesure R_1 égale à 100Ω , selon la relation :

$$\tilde{Z} = \frac{R_1 \times U_2}{U_1} \times e^{j\varphi_{u/i}}, \quad [1]$$

où U_1 est la tension aux bornes de R_1 et U_2 celle aux bornes de l'ensemble R_1 et de l'impédance Z du matériau associés en série. Le déphasage $\varphi_{u/i}$ est déduit du décalage temporel mesuré à l'oscilloscope. Le spectre d'impédance ainsi obtenu (cf. Figure 1c) est ajusté par une méthode des moindres carrés, à l'aide d'un modèle de composants électriques [CHR 92] constitué de résistances et de capacités. À partir de ces modèles, des valeurs de la résistance R et de la capacité C sont obtenues. À partir des dimensions des éprouvettes, la résistivité ρ et la permittivité relative ε_r sont calculées selon les relations suivantes :

$$\rho = R \times \frac{S}{l} \text{ et } \varepsilon_r = \frac{1}{\varepsilon_0} \times C \times \frac{l}{S}, \quad [2]$$

où ε_0 est la permittivité du vide ($8,85 \times 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$), l la hauteur et S la section des éprouvettes.

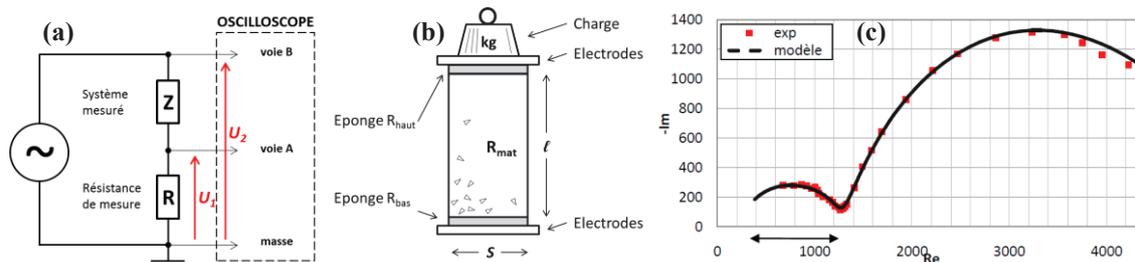


Figure 1. (a) Schéma électrique du montage. (b) Représentation de l'éprouvette et des électrodes de mesure. (c) Représentation de Nyquist du spectre d'impédance d'une pâte de ciment de rapport E/C = 0,5 (PC5). La courbe continue correspond à la modélisation.

3. Résultats - Propriétés électriques

La porosité et la résistance à la compression des matériaux sont donnés dans le Tableau 3. La résistivité électrique des matériaux cimentaires saturés en fonction de leur porosité est représentée à la Figure 2a. On constate que pour les bétons, de faible porosité, la résistivité varie entre 45 et 75 $\Omega.m$. Celle-ci décroît pour les mortiers, puis les pâtes de ciment pour tendre vers 10 $\Omega.m$ pour la plus poreuse (PC7), en suivant une loi de puissance décrite par Archie [ARC 42]. L'ensemble des points est compris dans un intervalle de ± 30 %.

La permittivité relative en fonction de la porosité est également représentée à la Figure 2b. L'ensemble des points suit une évolution « linéaire » entre 50 pour les bétons et 500 pour la pâte de ciment PC7.

Tableau 3. Porosité et résistance à la compression R_c à 28 jours des matériaux. Les propriétés des bétons recyclés sont données dans [TAH 16].

| Matériaux | | Porosité | R_c (MPa) |
|-----------------|-----|----------|-------------|
| Pâtes de ciment | PC3 | 29,2% | 65,3 |
| | PC4 | 34,0% | 50,2 |
| | PC5 | 41,1% | 39,0 |

| | | | |
|-----------------|-------|-------|------|
| | PC6 | 46,1% | 24,6 |
| | PC7 | 48,2% | 26,8 |
| Mortiers | M5S | 18,0% | 64,7 |
| | M4S | 23,5% | 51,0 |
| | M6S | 27,8% | 31,3 |
| | M5BV | 22,5% | 27,1 |
| | M5SR | 27,5% | 44,3 |
| Bétons naturels | BN1 | 15,2% | 42,9 |
| | BN1,5 | 14,3% | 41,6 |
| | BN2 | 13,8% | 40,9 |

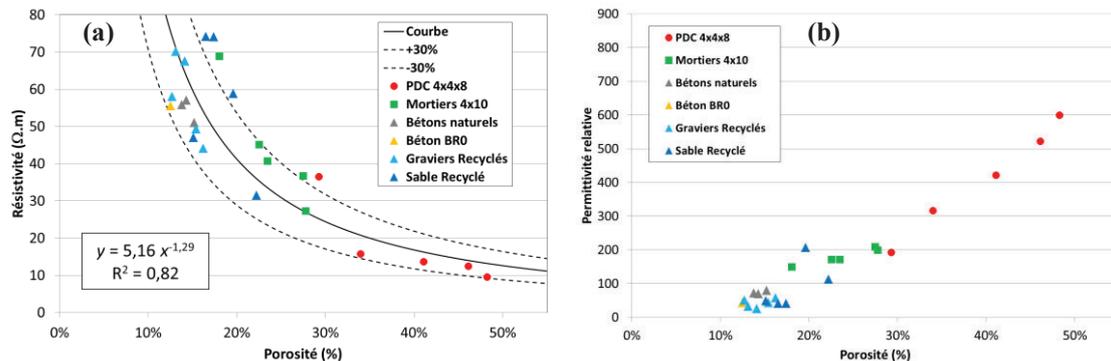


Figure 2. (a) Résistivité des matériaux cimentaires en fonction de leur porosité. La courbe continue correspond à la courbe de tendance y et les courbes en pointillés à $y \pm 30\%$ de la fonction. (b) Permittivité relative en fonction de la porosité.

4. Conclusions

Les spectres d'impédance ont été mesurés dans la gamme spectrale 10 Hz – 5 MHz, sur un ensemble de matériaux cimentaires : (i) des pâtes de ciment, (ii) des mortiers et (iii) des bétons. Afin de discriminer l'influence de la matrice cimentaire et des granulats, les rapports E/C ont été modifiés et des granulats de différentes natures ont été utilisés (granulats naturels et recyclés, billes de verre). Les résultats montrent que :

- La résistivité électrique décroît en fonction de la porosité des matériaux selon une loi de puissance, bien décrite par la loi d'Archie.
- Elle semble principalement influencée par la quantité d'eau contenue dans les matériaux et est donc particulièrement sensible à la microstructure (pores contenus dans la matrice cimentaire et les granulats).
- La permittivité relative montre un accroissement linéaire avec la porosité.
- La permittivité relative diminue en fonction de la classe des matériaux cimentaires, c'est-à-dire lorsqu'on ajoute des granulats.

5. Bibliographie

- [ARC 42] ARCHIE G., « The electrical resistivity log as an aid in determining some reservoir characteristics », *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, vol. 146, 1942, p. 54-62.
- [BOU 17] BOUVET A., GOMART H., THAI M.V., « La résistivité électrique : un indicateur de la durabilité des bétons recyclés ? », Acte des 35^e Rencontres Universitaires de Génie Civil, Nantes, 22-25 mai 2017.
- [CHR 92] CHRISTENSEN B. J., MASON T. O., JENNINGS H. M., « Influence of Silica Fume on the Early Hydration of Portland Cements Using Impedance Spectroscopy », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 75, n° 4, 1992, p. 939-945.
- [TAH 16] TAHAR Z., Optimisation des caractéristiques rhéologiques, mécaniques et thermiques des bétons à base de granulats recyclés avec différents couples ciment/adjurant, Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, 2016.