



HAL
open science

Propriétés mécaniques et physico-chimiques de Bétons autoplaçants exposés à une température élevée

Hanaa Fares

► **To cite this version:**

Hanaa Fares. Propriétés mécaniques et physico-chimiques de Bétons autoplaçants exposés à une température élevée. Matériaux. Université de Cergy Pontoise, 2009. Français. NNT : . tel-00447159

HAL Id: tel-00447159

<https://theses.hal.science/tel-00447159>

Submitted on 14 Jan 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 pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de Cergy-Pontoise

Spécialité : Génie Civil

par :

Hanaa FARES

**Propriétés mécaniques et physico-chimiques
de bétons autoplaçants
exposés à une température élevée**

Soutenue le 07 Décembre 2009, devant le jury composé de MM :

M. Karim <i>AIT MOKHTAR</i>	Professeur des Universités	Université de La Rochelle	Rapporteur
M. Frédéric <i>SKOCZYLAS</i>	Professeur des Universités	Ecole Centrale de Lille	Rapporteur
M. Geert <i>DE SCHUTTER</i>	Professeur des Universités	Université de Gend (Belgique)	Examineur
M. Roberto <i>FELICETTI</i>	Professeur des Universités	Ecole Polytechnique de Milan (Italie)	Examineur
M. Christian <i>LA BORDERIE</i>	Professeur des Universités	Université de Pau et des Pays de l'Adour	Examineur
M. Pierre <i>PIMIENTA</i>	Ingénieur de Recherche	CSTB	Examineur
M. Albert <i>NOUMOWE</i>	Professeur des Universités	Université de Cergy-Pontoise	Directeur de thèse
M. Sébastien <i>REMOND</i>	Professeur des Universités	Ecole des mines de Douai	Co-directeur de thèse

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier chaleureusement les membres du jury. Monsieur Ait-Mokhtar et Monsieur Skoczylas ont accepté la lourde tâche d'effectuer le rapport de cette thèse, et je leur exprime ici toute ma gratitude. Je remercie également le Professeur De Schutter d'avoir assumé la présidence de ce jury. Un grand merci à messieurs Roberto Felicetti, Pierre Pimienta et Christian La Borderie d'avoir su me faire bénéficier de leur expérience sur ce sujet.

Je tiens également à dédier ce travail à Richard Cabrillac, mon directeur de thèse. Il a toujours su m'apporter ses conseils. Qu'il repose en paix.

Je voudrais également remercier Monsieur Albert Noumowé et Sébastien Rémond pour avoir toujours été présent durant ces trois années. Ce fut avec grand plaisir d'avoir pu discuter, expliquer ou concevoir de nouvelles approches. Merci pour votre patience et votre soutien.

Mes remerciements s'adressent de même à tous ceux qui m'ont aidé au cours de ces trois années dans le laboratoire : Prosper, Kanema, Zhi, Murhaf, Hana, Mohamed, Oussama, Ismail, Abdellah, Mathurin, Pascal, Valérie, Lilian et à l'ensemble des enseignants du département de Génie-Civil de l'Université de Cergy-Pontoise (Sophie, Anne-lise, Salima, Jean-Louis, Bruno, Norbert, Abdellak, Joel, Patrice, etc ...).

De plus, je tiens à remercier plus particulièrement Annelise Cousture, Norma Ancelin, Muriel Le Méhauté, Solenne Codet et Charlotte Engelaere. Merci pour vos conseils, votre soutien sans faille et d'avoir toujours cru en moi.

Je souhaite également joindre à ces remerciements Patrick Muller. Il a su me conseiller, m'épauler et m'orienter vers les bons choix durant ces dix dernières années. Du fond du coeur : MERCI.

Pour terminer, je tiens à remercier du tout mon coeur mes parents ainsi que mon frère et mes soeurs pour m'avoir soutenu, encouragé et supporté durant ces trois années. Je leur dédie ce mémoire.

Table des matières

Remerciements	i
Table des matières	iii
Table des figures	vii
Liste des tableaux	xi
Résumé	1
Abstract	3
Glossaire	5
Introduction générale	7
Partie I Etude Bibliographique	11
1 Propriétés des Bétons autoplaçants	13
1.1 Généralités sur les BAP	14
1.1.1 Définition	14
1.1.2 Caractérisation des BAP à l'état frais	14
1.1.2.1 Essai d'étalement (Slump flow)	15
1.1.2.2 Essai de la boîte en L (Lbox)	16
1.1.2.3 Essai de stabilité au tamis	17
1.1.3 Influence des paramètres de formulation sur les propriétés à l'état frais	17
1.1.3.1 Rôle des adjuvants	17
1.1.3.2 Rôle des fines	19
1.1.3.3 Autres paramètres de formulation	20
1.2 Propriétés du béton durci	21
1.2.1 Propriétés mécaniques	21
1.2.1.1 Résistance à la compression	21
1.2.1.2 Module d'élasticité	23
1.2.1.3 Résistance à la traction	24
1.2.2 Propriétés physico-chimiques des BAP	24
1.2.2.1 Microstructure des BAP	24

2	Comportement des bétons à haute température	27
2.1	Les risques de feu	28
2.2	Actions thermiques et cycles thermiques	28
2.3	Évolution du béton soumis à de hautes températures	30
2.3.1	Évolution des propriétés des constituants d'un béton à haute température	30
2.3.1.1	Modification de la pâte de ciment	30
2.3.1.2	Évolution des granulats	31
2.3.1.3	Dégradation de l'interface pâte-granulats	33
2.3.2	Évolution des propriétés physico-chimiques	34
2.3.2.1	Variation de la porosité	34
2.3.2.2	Variation de la densité apparente	36
2.3.2.3	Évolution de la perméabilité des bétons	36
2.3.2.4	Perte de masse	38
2.3.3	Évolution des caractéristiques mécaniques avec la température	39
2.3.3.1	Résistance en compression	39
2.3.3.2	Résistance en traction	41
2.3.3.3	Module d'élasticité	43
2.3.3.4	Comparaison entre comportement à chaud et après refroidissement	44
2.4	Éclatement du béton	46
2.4.1	Phénomène d'éclatement	46
2.4.2	Mécanisme du phénomène d'écaillage	46
2.4.3	Moyens de prévention de l'écaillage	49
3	Cas des BAP soumis à de hautes températures	51
3.1	Etat de l'art des BAP à haute température	52
3.1.1	Résistance à la compression	52
3.1.2	Stabilité thermique	53
3.1.3	Propriétés physico-chimiques et thermiques	55
3.1.3.1	Propriétés thermiques	55
3.1.3.2	Propriétés physico-chimiques	57
3.2	Conclusions sur les BAP soumis à de hautes températures	62
4	Conclusion de la partie bibliographique	63
 Partie II Caractérisation mécanique et physique des BAP de granulats ordinaires à haute température		67
5	Méthodologie expérimentale	69
5.1	Les matériaux	70
5.1.1	Le ciment	70
5.1.2	Les additions minérales	70
5.1.3	Les adjuvants	71
5.1.4	Les granulats	71
5.2	Compositions retenues	73

5.3	Fabrication et conditionnement	74
5.3.1	Fabrication	74
5.3.2	Essais sur Bétons frais	75
5.3.3	Conditionnement	76
5.4	Traitement thermique	78
5.4.1	Cycle de température	78
5.4.2	Disposition dans le four	81
5.5	Essais macrostructuraux	81
5.5.1	Essai de compression - module d'élasticité	81
5.5.2	Essai de flexion	83
5.5.3	Mesure de la perte de Masse	84
5.5.4	Porosimétrie à l'eau	84
5.5.5	Perméabilité	86
6	Caractérisation mécanique et physique des bétons	91
6.1	Propriétés à température ambiante	92
6.2	Résistance en compression	93
6.3	Module d'élasticité	97
6.4	Résistance en traction par flexion	101
6.5	Perte de masse	104
6.6	Porosité à l'eau et Densité	107
6.6.1	Porosité à l'eau	107
6.6.2	Densité apparente	110
6.7	Perméabilité aux gaz	113
6.8	Stabilité thermique	118
7	Conclusions sur le comportement macrostructural	121
 Partie III Caractérisation physico-chimique des BAP de granulats ordinaires à haute température		123
8	Protocole expérimental	125
8.1	Observation au Microscope Electronique à Balayage	126
8.1.1	Principe du MEB	126
8.1.2	Préparation des échantillons	127
8.2	Analyse d'images	128
8.3	Analyse thermogravimétrique (ATG) et Analyse thermodifférentielle (ATD) .	129
8.4	Diffraction des rayons X	130
9	Etude de la microstructure et des caractéristiques physico-chimiques des bétons	133
9.1	Observations microscopiques	134
9.2	Analyse d'images	135
9.3	Analyse thermodifférentielle et thermogravimétrique	142
9.4	Diffraction des rayons X	145

10 Conclusions sur les caractéristiques physico-chimiques des BAP à haute température	149
Partie IV Caractérisation mécanique et physico-chimique des BAP de granulats légers à haute température	151
11 Caractérisation des BAP de granulats légers exposés à une température élevée	153
11.1 Objectif	154
11.2 Matériaux et formulations	154
11.3 Procédures expérimentales	156
11.3.1 Traitements thermiques	156
11.3.2 Caractérisation mécanique et physico-chimique des bétons de granulats légers	157
11.4 Comportement mécanique et physico-chimique des BAP GL	158
11.4.1 Essai suivant la courbe ISO-834	158
11.4.2 Résistances mécaniques résiduelles	161
11.4.2.1 Essai de chauffage lent	161
11.4.2.2 Résistance à la compression	162
11.4.2.3 Résistance à la flexion	163
11.4.3 Perte de masse	165
11.4.4 Porosimétrie et densité	166
11.4.4.1 Porosité à l'eau	166
11.4.4.2 Densité	167
11.4.5 Observations microscopiques et Analyse d'images	168
11.4.6 Analyses thermodifférentielles et thermogravimétriques	172
12 Conclusions - BAP de granulats légers à haute température	175
Conclusions et perspectives	177
Bibliographie	181

Table des figures

1.1	Dispositifs expérimentaux [140]	15
1.2	Schéma de principe de l'essai d'étalement	16
1.3	Schéma de principe l'essai de la boîte en L	16
1.4	Action des superplastifiants - Déflocculation des grains de ciment [18]	18
1.5	Influence de la qualité du superplastifiant sur l'étalement et la viscosité d'un béton [145]	18
1.6	Evolution de la résistance mécanique d'un BAP et d'un BV correspondant [59]	22
1.7	Résistance mécanique d'un béton vibré et de 2 BAP [122]	22
1.8	Comparaison des modules d'élasticité d'après les codes de construction de BAP et de bétons vibrés avec leurs valeurs expérimentales [130]	23
1.9	Distribution de la taille des pores de pâtes de ciment issues de BAP et de BV [20]	25
1.10	Coefficient de perméabilité à l'oxygène de trois BAP et de deux BV correspondants [169]	25
1.11	Volume poreux de l'ITZ [87]	26
2.1	Photos des conséquences des incendies (de gauche à droite) : Tunnel sous la Manche [98], Tour Windsor [43] et Tunnel du Mont Blanc [42]	28
2.2	Courbes d'échauffement de la température des gaz dans le volume considéré [44]	29
2.3	ATG d'une pâte de ciment soumise à de hautes températures [6]	30
2.4	Evolution de la quantité des phases de la pâte de ciment Portland au cours d'un traitement thermique [28]	31
2.5	Etude de la stabilité thermique et des transformations physico-chimiques de divers granulats en fonction de la température [51]	32
2.6	Déformations thermiques de bétons formulés avec différents granulats [124] .	33
2.7	Mécanismes liés aux incompatibilités pâte-granulat [35]	34
2.8	Porosité à l'eau et au mercure (MIP) [68]	34
2.9	Distributions des pores avec la température - à gauche BO - à droite BHP [113]	35
2.10	Densité apparente des bétons du Projet National BHP 2000 [68]	36
2.11	Perméabilité de mortiers en fonction de la température [161]	36
2.12	Evolution des perméabilités apparentes et intrinsèques d'un mortier [88] . . .	37
2.13	Perte de masse durant l'échauffement et vitesse de perte de masse en fonction de la température (Khoury - [78])	38
2.14	Perte de masse de mortiers déterminées durant l'échauffement de 20 à 600°C à la vitesse de 1°C/min. Les points indiquent la valeur de la teneur en eau obtenue par séchage à 105°C. [56]	38

2.15	Différents résultats de résistance à la compression obtenue d'après différents auteurs.	40
2.16	Résistance à la compression à chaud	41
2.17	Différents résultats de résistance à la traction obtenue comme ci-dessous.	42
2.18	Différents types d'essais pour déterminer la résistance à la traction [10]	43
2.19	Evolution du module d'élasticité [10]	44
2.20	Risque d'éclatement dans les bétons en fonction de la teneur en eau et de l'effort exercé [118]	48
2.21	Principales raisons d'apparition de l'écaillage : a) dilatation thermique empêchée d'après Bazant [13] et b) pressions internes d'après Anderberg [7]	48
3.1	Eclatement explosif des BAP durant un feu ISO 834 [111]	54
3.2	Conductivité thermique des BAP [69]. Le saut observé est dû au changement de capteur de diamètre 9.719 mm Kapton au capteur de diamètre 6.631 mm Mica	56
3.3	Diffusivité thermique des BAP [69]	56
3.4	Chaleur spécifique des BAP [69]. Le saut observé est dû au changement de capteur de diamètre 9.719 mm Kapton au capteur de diamètre 6.631 mm Mica	57
3.5	Conductivité thermique des BO (à gauche) et BHP (à droite) [69]	57
3.6	ATG et ATD [166]	58
3.7	Perméabilité normalisée par rapport à 200°C [91]	60
3.8	Perméabilité normalisée par rapport aux bétons sans FPP [91]	61
5.1	Analyse granulométrique des granulats utilisés	72
5.2	Temps de malaxage	74
5.3	Essai d'étalement	75
5.4	Essai de la boîte en L	75
5.5	Essai de stabilité au tamis	76
5.6	Présentation des conditions de conservation des différentes éprouvettes	78
5.7	Four utilisé pour les traitements thermiques	78
5.8	Cycles de chauffage-refroidissement	79
5.9	Dispositif d'acquisition	80
5.10	Disposition des éprouvettes dans le four (Vue de dessus) et éprouvettes dans le four	81
5.11	Presse hydraulique utilisée	82
5.12	Eprouvette mise en place sur la presse hydraulique pour déterminer la résistance à la compression et le module d'élasticité	83
5.13	Eprouvette mise en place dans la presse hydraulique pour déterminer la résistance en traction par flexion 4 points	84
5.14	Echantillons utilisés pour la détermination de la porosité à l'eau	85
5.15	Perméamètre à charge constante : Perméamètre CEMBUREAU	87
5.16	Découpage des éprouvettes pour les essais de perméabilité	87
6.1	Variation de la résistance résiduelle en compression	94
6.2	Courbe contrainte - déformation du BAP 40	98
6.3	Variation du module d'élasticité résiduel en fonction de la température	99

6.4	Variation de la résistance résiduelle à la traction par flexion en fonction de la température	102
6.5	Variation de la perte de masse en fonction de la température	105
6.6	Variation de la porosité en fonction de la température	108
6.7	Variation de la densité avec la température	111
6.8	Variation de la perméabilité avec la température	114
6.9	Variation relative de la perméabilité avec la température	114
6.10	Variation de la résistance résiduelle relative en compression et en traction par flexion en fonction de la perméabilité intrinsèque pour l'ensemble des bétons testés	116
6.11	Comparaison de perméabilités intrinsèques issus de différents modèles avec la perméabilité intrinsèque résiduelle mesurée sur les bétons testés	118
6.12	Eprouvettes avant et après chauffage	119
6.13	Eprouvettes reconstituées après éclatement	119
8.1	Ensemble des radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau et l'échantillon.	126
8.2	Moule utilisé et échantillon observé	127
8.3	Principe de fonctionnement d'une thermobalance [11]	129
9.1	Micrographies du BAP 40 après exposition à différentes températures	134
9.2	Micrographies pour l'analyse d'image (a) et images représentant la porosité issue de l'analyse d'image (b) du BAP 40	136
9.3	Evolution de la porosité à l'eau et de la porosité obtenue par analyse d'image (AI) en fonction de la température d'exposition	137
9.4	Micrographies utilisées pour l'analyse d'image (a) et images représentant les phases les plus claires (ici en noir) (b) pour le BAP 40 aux différentes températures	138
9.5	Evolution de la fraction surfacique des zones les plus claires en fonction de la température	139
9.6	Analyse thermodifférentielle sur des échantillons non chauffés.	142
9.7	Analyses thermodifférentielles pour les différents cycles de température.	143
9.8	Analyse thermogravimétrique sur le BAP 40.	144
9.9	Diffractogrammes du BAP 40	146
9.10	Zoom sur les modifications cristallographiques pour les raies comprises entre 25 et 35°	147
9.11	Comparaison des DRX des BAP 40 et BV 40 des échantillons non chauffés et chauffés à 600°C.	147
11.1	Courbes de montée en température (Chauffage lent à 1°C/min jusqu'à 400°C, 500°C et Feu ISO-834)	157
11.2	Disposition des échantillons dans le four	158
11.3	Eprouvettes avant et après l'essai suivant la courbe ISO-834 pour tous les bétons testés.	159
11.4	Images après reconstitution des échantillons chauffés	160
11.5	Evolution des températures en surface des échantillons	161
11.6	Eprouvettes dans le four avant et après traitement thermique.	162

11.7	Résistance à la compression avant chauffage et résistance résiduelle après chauffage à 1°C/min jusqu'à 400°C.	163
11.8	Variation de la perte de masse selon la formulation	165
11.9	Variation de la porosité des bétons étudiés avec la température	166
11.10	Variation de la densité avec la température	167
11.11	Micrographie du béton LW-4 en fonction de la température	168
11.12	Images issues de l'analyse d'image réalisée sur les micrographies du béton LW-4 de la figure 11.11.	169
11.13	Evolution de la porosité des bétons étudiés obtenue par Analyse d'image (AI) en fonction de la température.	170
11.14	Images obtenues au MEB avant et après traitement thermique à 400 et 600°C des bétons LW-4 et NW-1.	171
11.15	Courbes d'ATD des échantillons avant traitement thermique	172
11.16	Courbes d'ATG des échantillons des bétons étudiés avant traitement thermique	173
11.17	Courbes d'ATD des échantillons des bétons étudiés après traitement thermique	173

Liste des tableaux

3.3	Stabilité thermique des BAP étudiés [111]	54
3.5	Evolution de la porosité [119]	58
3.7	Evolution de la porosité [91]	59
3.9	Evolution de la perméabilité de BAP [91]	59
5.1	Compositions minéralogiques et principales caractéristiques physiques des ciments employés données par les fournisseurs (σ'_{c28} : Résistance moyenne en compression à 28 jours, sur éprouvettes prismatiques $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ selon EN 196-1)	70
5.2	Caractéristiques physico-chimiques des fillers calcaires employés.	71
5.3	Caractéristiques physico-chimiques des granulats	72
5.4	Compositions des bétons étudiés	73
5.5	Caractéristiques à l'état frais des 3 bétons testés	77
6.1	Propriétés mécaniques initiales à 90 jours et comparaison avec le PN B@P	92
6.2	Résistance à la compression	93
6.3	Module d'élasticité	97
6.4	Résistance à la traction par flexion	101
6.5	Perte de masse	104
6.6	Porosité à l'eau	107
6.7	Densité apparente	110
6.8	Perméabilité intrinsèque	113
6.9	Coefficient de Klinkenberg b^*	116
11.1	Formulations des bétons réalisées aux Etats-Unis.	155
11.2	Résumé des formulations	156
11.3	Résumé des essais de chauffage réalisés	156
11.4	Résumé des observations (Chauffage de type incendie ISO-834)	159

11.5	Résistance à la compression avant et après traitement thermique à 1°C/min jusqu'à 400°C.	162
11.6	Résistance à la flexion avant et après traitement thermique à 1°C/min jusqu'à 500°C.	164
11.7	Perte de masse des bétons étudiés	165
11.8	Porosité des bétons étudiés	166
11.9	Densité des bétons étudiés	167
11.10	Porosité des bétons étudiés obtenue par analyse d'image.	169

Résumé

L'utilisation des Bétons autoplacants (BAP) s'est considérablement développée au cours des dernières années et une attention grandissante est portée à l'étude de leurs propriétés mécaniques à l'état durci. Les spécificités de formulation de ces bétons (volume de pâte important, dosage élevé en additions minérales, rapport G/S (Gravillons/Sable) proche de 1, ...) liées à leurs exigences de mise en oeuvre pourraient modifier leur comportement mécanique à l'état durci, comparativement aux bétons traditionnels vibrés. Le comportement des BAP à haute température doit en particulier être évalué.

Les matériaux testés sont 3 bétons de résistance courante dont 2 BAP et un BV. La particularité des BAP est le volume de pâte important. Des essais mécaniques (résistance à la compression, à la traction par flexion 4 points et mesure du module d'élasticité) ont été réalisés. Parallèlement à cela, la détermination de la porosité à l'eau, de la densité apparente, de la perte de masse ainsi que de la perméabilité aux gaz ont été étudiées. De plus, des observations microscopiques couplées à des analyses d'image et des analyses thermiques aident à préciser les causes physico-chimiques des phénomènes macroscopiques observés.

Les résultats expérimentaux montrent des comportements significatifs entre les BAP et BV. Les essais de résistance à la compression ont permis de distinguer un gain de résistance entre 150 et 300°C. Ce gain est expliqué par une réhydratation de la matrice cimentaire due à la migration de l'eau à travers les pores pour les BAP, mais aussi à de meilleures propriétés liantes des hydrates formés. La réhydratation concerne les éléments anhydres de la pâte de ciment.

Parallèlement à cette étude, un travail en collaboration avec l'Université d'Alabama concernant le comportement à haute température des bétons autoplacants de granulats légers a été réalisé. Cette étude a permis de caractériser les propriétés mécaniques et les propriétés physico-chimiques de BAP de granulats légers (fabriqués à l'Université d'Alabama (USA)).

Pour cela, des éprouvettes prismatiques et cylindriques ont subi deux traitements thermiques différents : un chauffage de type incendie ISO-834 et un chauffage lent à 1°C/min. A travers cette étude, les BAP GN ont présenté une meilleure stabilité thermique à un incendie ISO-834. En ce qui concerne les propriétés physico-chimiques, nous avons constaté une similitude des comportements entre BAP GL et BAP GN du point de vue de la porosité, densité, analyses thermiques. Néanmoins, une diminution de la porosité est observée à 400°C. Elle peut être attribuée à un retrait des éprouvettes causant une diminution de volume. D'un point de vue mécanique, les BAP GL présentent une meilleure résistance résiduelle à la compression et à la flexion que le BAP GN. Donc, l'utilisation de GL améliore le comportement mécanique résiduel.

Mots-clé : Béton autoplacant, Haute température, Propriétés mécaniques, Propriétés physico-chimiques, MEB, Analyse thermique

Abstract

The use of Self-consolidating concrete (SCC) has considerably developed during the last years and a growing attention has been brought to the study of its mechanical properties at hardened state. The mixture proportions of SCC (large paste volume, high content of mineral admixtures, coarse to fine aggregates ratio close to 1, ...) in relation with its placing conditions could modify its mechanical behaviour, comparatively to traditional vibrated concrete. The behaviour of SCC subjected to high temperature has in particular to be evaluated.

The materials tested are 3 concretes which 2 SCC and a TC (Traditional concrete). The characteristic of SCC is the important volume. Mechanical tests (Compressive strength, flexural strength and modulus of elasticity) were realized. Alongside that, the water porosity, apparent density, loss of mass as well as gas permeability allowed having additional parameters to characterize the behavior. But, microscopic observations coupled with images analyses and thermal analyses help to have a vision more physical and chemical of the behavior.

The experimental results show significant behaviors between the SCC and TC. The compressive strength allowed distinguishing an increase in compressive strength between 150 and 300°C. This increase is explained by a rehydration of the cement paste due to water migration through the pores for the SCC, and also by the creation of stronger hydrates. The rehydration concerned the anhydrous elements of the cement paste.

Alongside this study, a work in collaboration with the University of Alabama concerning the behavior at high temperature of lightweight self-compacting concrete (LW-SCC). This study allowed characterizing the mechanical properties and the physico-chemical properties of lightweight self-compacting concrete (made in University of Alabama (USA)).

For that, prismatic and cylindrical specimens underwent two different thermal treatments : a fire ISO-834 and a slow heating to 1°C/min. Through this study, the LW-SCC presented a better thermal stability to a fire ISO-834. About physico-chemical properties, we noted a behavior similarity between LW-SCC and SCC in water porosity, density, thermal analyses. Nevertheless, a decrease in porosity is observed at 400°C. It can be attributed to a shrinkage due to a decrease in volume. About mechanical properties, LW-SCC present a better residual compressive and residual flexural strength than SCC. Therefore, lightweight aggregates improves the residual mechanical behavior.

KeyWords : *Self-compacting concrete, High temperature, Mechanical Properties, Physico-chemical properties, SEM, Thermal analysis*

Glossaire

Notations cimentaires pour l'ensemble du document

A	: Al_2O_3	C	: CaO	S	: SiO_2
F	: Fe_2O_3	\bar{C}	: CO_2	\bar{S}	: SO_3
H	: H_2O	M	: MgO	K	: K_2O
T	: TiO_2	P	: P_2O_5	N	: Na_2O

Notation et Abréviation :

BAP	Béton auto-plaçant
BHP	Béton à Hautes Performances
BO	Béton ordinaire
BV	Béton vibré
BTHP	Béton à Très Hautes Performances
CaO	Chaux libre
$CaCO_3$	Carbonate de Calcium ou Calcaire
$Ca(OH)_2$	Portlandite
CO_2	Dioxyde de Carbone
C-S-H	Silicate de Calcium hydraté
E/C	Rapport massique Eau sur Ciment
E/L	Rapport massique Eau sur Liant (Ciment + additions minérales)
FC	Fillers Calcaires
E	Module d'élasticité
$f_c(T)$	Résistance mécanique moyenne à la compression à la température T
$f_t(T)$	Résistance mécanique moyenne à la traction à la température T
$f_f(T)$	Résistance mécanique moyenne à la flexion à la température T
BAP 40	Béton autoplaçant de résistance en compression moy. théorique de 40 MPa
BAP 25	Béton autoplaçant de résistance en compression moy. théorique de 25 MPa
BV 40	Béton vibré de résistance en compression moy. théorique de 40 MPa
LW-1	Béton autoplaçant de granulats légers Composition N°1
LW-2	Béton autoplaçant de granulats légers Composition N°2
LW-3	Béton autoplaçant de granulats légers Composition N°3
LW-4	Béton autoplaçant de granulats légers Composition N°4
NW-1	Béton autoplaçant de granulats normaux Composition N°1

SC	Granulats Silico-calcaires
GL	Granulats légers
GN	Granulats normaux
C_2S	Silicate bicalcique
C_3A	Aluminate tricalcique
C_3S	Silicate tricalcique
ATD	Analyse thermodifferentielle
ATG	Analyse thermogravimétrique
MEB	Microscope Electronique à Balayage
BEI	Backscattered electron images (Images en électrons retrodiffusés)
DRX	Diffraction de rayon X
AI	Analyse d'images
FPP	Fibres de polypropylène
k_v	Perméabilité intrinsèque
ϵ	Porosité
ρ	Densité ou masse volumique

Introduction générale

Le béton est le matériau le plus utilisé dans les constructions à travers le monde. En effet, sa rapidité de fabrication, sa mise en place, son faible coût et ses performances mécaniques ainsi que sa durabilité ont contribué à accroître son utilisation pour tous les ouvrages, comme des immeubles de bureaux ou d'habitation, des ponts, des centrales nucléaires, . . .

Après la recherche d'une amélioration de la résistance et de la durabilité, une étape supplémentaire est franchie avec les bétons autoplaçants (BAP). Les bétons autoplaçants possèdent une plage d'utilisation très large : des résistances couvrant la gamme des bétons ordinaires aux bétons à hautes performances, mais également des utilisations diverses (de l'habitation aux ouvrages d'art).

Les bétons autoplaçants sont des bétons spéciaux très fluides, dont la spécification est de se mettre en place sous l'effet de leur poids propre sans apport de vibration externe ou interne. Les bétons autoplaçants ont été mis au point dans les années 90 au Japon [114]. Depuis, leur utilisation ne cesse de s'étendre en Europe et sur le continent nord américain en raison de l'intérêt économique et des possibilités techniques qu'ils représentent :

- Diminution du temps de réalisation lors de la mise en place du béton sur chantier,
- Diminution de la pénibilité du travail sur chantier,
- Possibilités techniques nouvelles : coulages de zones fortement ferraillées, dans des coffrages à géométrie complexe ou très encombrée, réparation de zones difficilement accessibles.

Cette mise en place, sous le seul effet de la gravité, nécessite une très grande fluidité du matériau mais il est aussi indispensable que le béton conserve une stabilité satisfaisante et une parfaite homogénéité. Ces deux propriétés contradictoires sont obtenues par l'ajout et le dosage adéquat de superplastifiants et de fines et/ou l'emploi d'agents de viscosité. Parallèlement à cela, les BAP présentent les particularités de compositions suivantes comparativement aux bétons vibrés : volume de pâte élevé, dosage élevé en fines, rapport G/S proche de 1 et un diamètre maximal de granulats D_{max} réduit.

De 2000 à 2006, un projet national, le PN B@P, a été consacré intégralement à l'étude de ces nouveaux bétons. Ce projet a permis de mieux comprendre et d'appré-

hender les propriétés de mise en place et du comportement mécanique. De plus, il sert à fournir des recommandations au niveau national, pour tous les professionnels du BTP.

Compte-tenu du volume important de pâte présent dans ces bétons (lié aux quantités importantes de fines préconisées), comment se comportent les BAP à des températures élevées? Du point de vue de la durabilité, et plus précisément de la résistance suite à un traitement thermique, les BAP sont-ils aussi performants que les BV de résistance identique? De plus, des questions se posent quant à l'aspect réglementaire. Les règlements établis pour les BV sont-ils applicables aux BAP?

A travers cette thèse, nous nous intéressons au comportement des BAP soumis à de hautes températures. Cette étude consiste à comparer les propriétés mécaniques, physico-chimiques et microstructurales des BAP à celles des BV. Nous cherchons par ailleurs à comprendre les mécanismes mécaniques et physico-chimiques intervenants lors du chauffage et qui sont responsables de ces comportements.

La **première partie** présente l'étude bibliographique. Les informations présentées relatent plusieurs aspects concernant la caractérisation des propriétés intrinsèques aux BAP. Les particularités de la composition des BAP et leur caractérisation à l'état frais (essais spécifiques) sont abordées. Ensuite, sont également abordés un état de l'art concernant les bétons vibrés puis les BAP soumis à de haute température. Cette partie a permis d'établir les bases de notre recherche en ciblant les points dépourvus de résultats ou les points divergents et en essayant de donner des réponses aux questions de départ.

Différents essais effectués sur diverses formulations ont été mis en place. La **seconde partie** décrit les matériaux utilisés et les formulations de BAP et de béton vibré étudiées au cours de nos travaux. Des bétons de résistances en compression égales à 25 et 40 MPa ont été testés. Les comparaisons s'effectuent ensuite à même résistance mécanique entre BAP et BV. Les deux types de bétons sont formulés à partir des mêmes constituants, avec un squelette granulaire quasi-identique et un rapport Eau/Liant aussi proche que possible.

Les premiers résultats expérimentaux regroupant essentiellement les essais dit « macroscopiques » sont explicités. Sont exposés à la fois les protocoles expérimentaux pour les grandeurs mécaniques (Résistance mécanique en compression, en traction, module d'élasticité) et physiques (perméabilité et porosimétrie à eau). Tous les résultats obtenus concernent à la fois des essais dits à l'état initial (avant un cycle de chauffage-refroidissement) et résiduel (c'est-à-dire après un cycle de chauffage-refroidissement). Tous les résultats sont présentés en fonction de la température pour chacune des formulations étudiées. Après avoir noté l'évolution des diverses grandeurs mesurées et les différences éventuelles entre BAP et les BV, nous confrontons pour une part, les résultats de nos essais aux réglementations actuellement en vigueur. Cette comparaison permettra de vérifier si les codes de calcul établis pour les BV sont toujours valables

pour les BAP ou s'il convient d'envisager des modifications complémentaires.

La **troisième partie** débute par la présentation des propriétés physico-chimiques étudiées (MEB, ATG-ATD, ...). Puis sont présentés les résultats d'essais liés aux caractéristiques physico-chimiques réalisés. Comme pour les essais sur la macrostructure, des analyses ont tout d'abord été réalisées sur des bétons non dégradés (non soumis à des températures élevées) puis sur des bétons dégradés : observation microscopique au microscope électronique à balayage, analyse d'images, diffraction par rayons X et des analyses thermodifférentielle et thermogravimétrique. Un lien sera fait entre les essais mécaniques, appelés essais « macroscopiques » et les résultats sur la microstructure, appelée essais « microscopiques ».

La **quatrième partie** présente ensuite les essais réalisés en partenariat avec l'Université d'Alabama, Huntsville (États-Unis). Cette étude s'intéresse au comportement à hautes températures des bétons autoplacants de granulats légers (BAP GL) fabriqués aux États-Unis. On compare ainsi quatre BAP GL à un BAP de granulats normaux. Sur ces bétons, des essais de caractérisation mécanique (Résistance à la compression, à la traction et porosimétrie à l'eau) et physico-chimiques (Observation au MEB, analyse d'image et ATD-ATG) ont été réalisés. Ce complément d'études a pour but d'observer l'influence des granulats légers sur le comportement à haute-température en termes de stabilité au feu et de résistance.

Les conclusions générales clôturent ce mémoire en synthétisant les principaux résultats sur la comparaison entre BAP, BV et BAP GL du point de vue mécanique et physico-chimique. Des perspectives de recherche sont aussi présentées pour continuer à apporter des informations pertinentes sur ces nouveaux matériaux du génie-civil.

Première partie

Etude Bibliographique

Propriétés des Bétons autoplaçants

Sommaire

1.1 Généralités sur les BAP	14
1.1.1 Définition	14
1.1.2 Caractérisation des BAP à l'état frais	14
1.1.3 Influence des paramètres de formulation sur les propriétés à l'état frais .	17
1.2 Propriétés du béton durci	21
1.2.1 Propriétés mécaniques	21
1.2.2 Propriétés physico-chimiques des BAP	24

1.1 Généralités sur les BAP

1.1.1 Définition

Les BAP se distinguent des bétons ordinaires principalement par leurs propriétés à l'état frais, qui sont le résultat d'une formulation spécifique. Cette dernière doit pouvoir concilier deux propriétés à priori contradictoires : une très grande fluidité et une bonne résistance à la ségrégation (stabilité). L'Association Française de Génie-Civil définit dans ses recommandations provisoires les BAP comme des bétons « très fluides, homogènes et stable » [2].

La mise en place, sous le seul effet de la gravité, nécessite une grande fluidité du matériau, mais il est aussi indispensable que le béton conserve une stabilité satisfaisante et une parfaite homogénéité. Ces deux propriétés contradictoires sont obtenues par l'ajout et le dosage adéquat de superplastifiants et de fines et/ou l'emploi d'agents de viscosité.

Un BAP doit être assez fluide pour pouvoir être mis en place avec un débit suffisant et remplir les coffrages sans apport de vibration sous l'effet de son propre poids tout en restant homogène. Cependant, lors de l'écoulement d'un béton fluide au droit d'un obstacle (par exemple, une armature de ferrailage), les gravillons ont tendance à venir en contact pour former des voûtes solides qui bloquent l'écoulement. C'est ce que l'on appelle le risque de blocage. Ainsi, le béton doit présenter une bonne résistance à la ségrégation en phase d'écoulement y compris au droit des armatures. Un béton autoplaçant doit aussi avoir une bonne résistance à la ségrégation statique (une fois mis en place) jusqu'à sa prise et rester homogène afin de satisfaire aux propriétés mécaniques souhaitées. Ainsi la difficulté du cahier des charges d'un BAP est la recherche d'un compromis satisfaisant entre une grande fluidité et une bonne résistance à la ségrégation aussi bien au repos qu'en écoulement.

1.1.2 Caractérisation des BAP à l'état frais

Il n'existe pas d'essai standard, ni de critère bien défini pour s'assurer qu'un béton est effectivement autoplaçant. En effet, le comportement spécifique des BAP à l'état frais rend quasi inadaptés la plupart des essais classiques sur les bétons traditionnels : les essais au maniabilimètre ne sont pas possibles en l'absence de vibration et l'essai classique d'affaissement au cône d'Abrams est inopérant, l'affaissement étant ici « total ». C'est pourquoi les chercheurs et les industriels ont développé toute une série d'essais plus ou moins complémentaires, mais dont l'interprétation reste bien souvent subjective et dépendante de l'opérateur. La figure 1.1 illustre la diversité des dispositifs expérimentaux proposés [140].

Dans la suite du document seront présentés les essais proposés par l'AFGC qui servent actuellement de référence à défaut d'être normalisés. Les résultats de ces essais permettent de donner une vision qualitative pour les BAP.

L'ouvrabilité des BAP se décompose en trois caractéristiques principales :

- Mobilité en milieu non confiné (décrit par l'essai d'étalement au cône d'Abrams)
- Mobilité en milieu confiné (décrit par l'essai d'écoulement à la boîte en L)
- Stabilité (résistance à la ségrégation décrite par l'essai de stabilité au tamis)

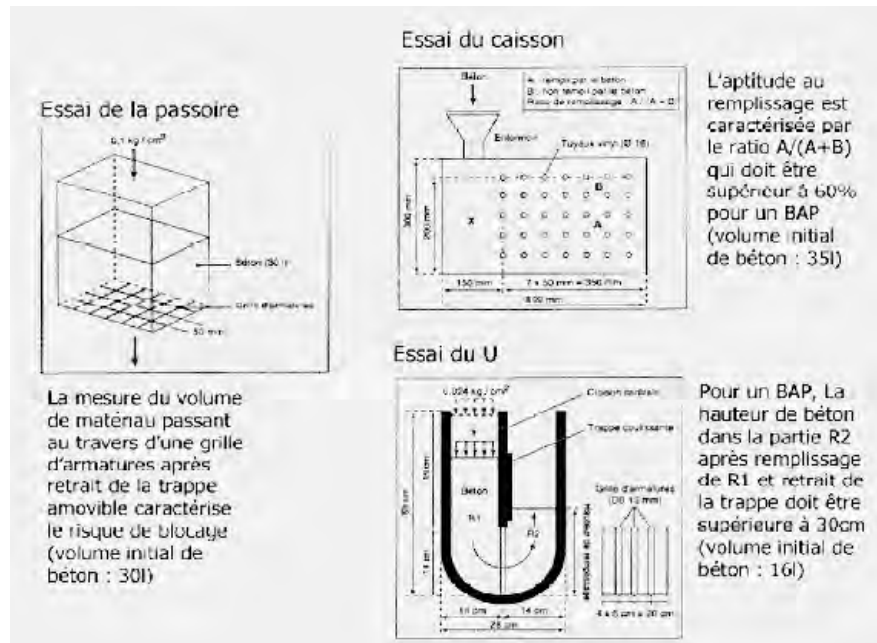


Figure 1.1 – Dispositifs expérimentaux [140]

1.1.2.1 Essai d'étalement (Slump flow)

L'essai d'étalement est utilisé pour caractériser la fluidité du béton. C'est une variante de l'essai d'affaissement sur cône d'Abrams qui consiste à mesurer (en utilisant le même matériel) le diamètre d'étalement de la galette de béton sur deux côtés perpendiculaires. Les valeurs sont relevées en millimètres.

Les valeurs d'étalement au cône d'Abrams acceptables pour un BAP sont généralement fixées dans la fourchette de 600 à 750 mm (pas de ségrégation visible en fin d'essai c'est-à-dire pas d'amoncellement de gros granulats ni d'auréole de laitance).

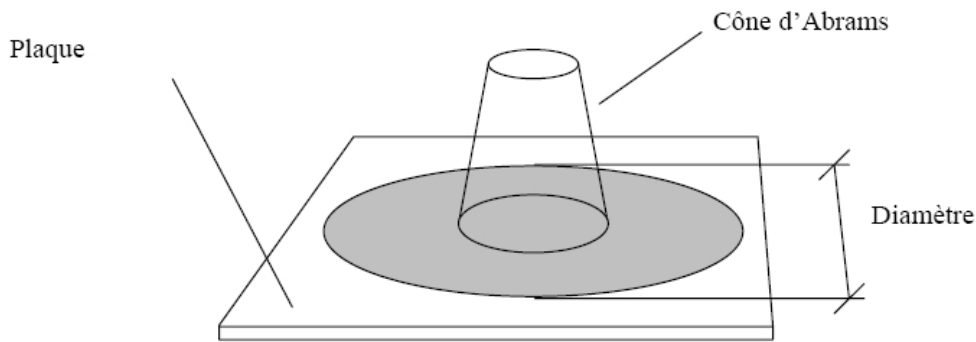


Figure 1.2 – Schéma de principe de l'essai d'étalement

1.1.2.2 Essai de la boîte en L (Lbox)

Cet essai permet de tester la mobilité du béton en milieu confiné et de vérifier que la mise en place du béton ne sera pas contrariée par des phénomènes de blocage au droit des armatures. Le schéma de la boîte ainsi que le principe de l'essai sont décrits sur la figure suivante.

La partie verticale de la boîte est remplie de béton qu'on laisse reposer une minute. On lève la trappe et on laisse le béton s'écouler à travers le ferrailage. Une fois l'écoulement terminé, on mesure les deux hauteurs $H1$ et $H2$ et on exprime le résultat en terme de taux de remplissage $H2/H1$. Le taux de remplissage pour un BAP doit être supérieur à 0.8. Lorsque le béton s'écoule mal à travers le ferrailage ou qu'il y a blocage des granulats, c'est le signe de l'apparition de la ségrégation.

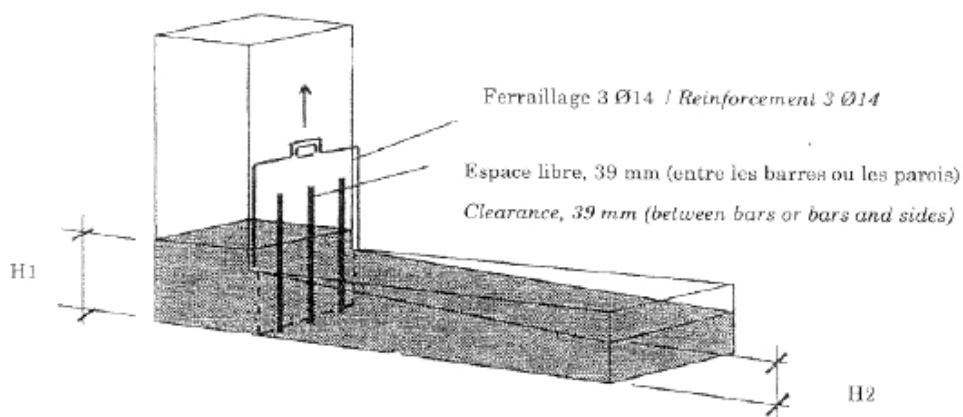


Figure 1.3 – Schéma de principe l'essai de la boîte en L

1.1.2.3 Essai de stabilité au tamis

Cet essai vise à quantifier le risque de ségrégation des BAP. Il permet de compléter l'essai de la boîte en L. On prélève un échantillon de 10 litres de béton, après 15 minutes d'attente, on verse sur un tamis d'ouverture 5 mm, une masse de 4.8 kg de béton et on relève la masse de l'échantillon ainsi que celle du fond avec la laitance.

On calcule le pourcentage en poids de laitance par rapport au poids de l'échantillon :

$$P_i = \frac{P_{laitance}}{P_{echantillon}} .100 \quad (1.1A)$$

La mesure de ce pourcentage permet de classer les formules de BAP :

- 0% < % Laitance < 15 % \Rightarrow Stabilité satisfaisante
- 15% < % Laitance < 30 % \Rightarrow Stabilité critique
- % Laitance > 30% \Rightarrow Stabilité très mauvaise

Ces essais permettent d'avoir une vision qualitative des BAP. Un des objectifs du PN B@P est d'uniformiser les résultats obtenus par ces essais sur chantier et en laboratoire. Cela a donné lieu à des recommandations [3].

1.1.3 Influence des paramètres de formulation sur les propriétés à l'état frais

1.1.3.1 Rôle des adjuvants

Utilisation de superplastifiants

L'apparition des bétons autoplaçants et des bétons à Hautes performances (BHP) est fortement liée aux progrès réalisés dans le domaine des adjuvants et plus particulièrement celui des superplastifiants (SP) [25, 100]. L'action principale des superplastifiants est de défloculer les grains de ciment. Une action de répulsion électrostatique agit en neutralisant les charges électriques présentes à la surface des grains et/ou par répulsion stérique en écartant les grains les uns des autres, grâce à des chaînes moléculaires très longues. L'eau piégée par les flocs est de nouveau disponible pour la maniabilité du béton (cf. Figure 1.4). Il est alors possible de mettre en oeuvre des bétons très fluides, avec des rapports E/C faibles [5].

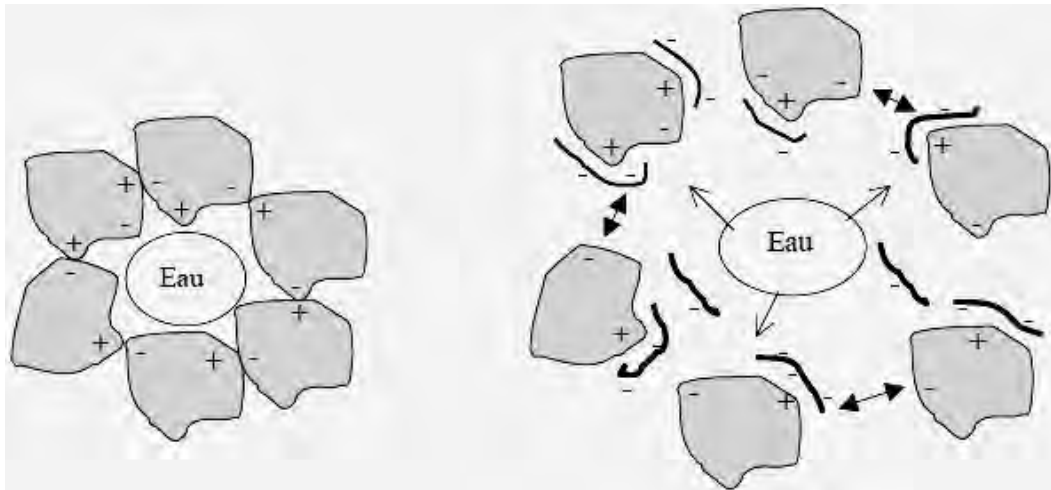


Figure 1.4 – Action des superplastifiants - Défloculation des grains de ciment [18]

L'ajout d'un superplastifiant aide à augmenter la fluidité. La figure 1.5 montre par exemple que l'étalement augmente très fortement à partir d'un certain dosage en superplastifiant [145].

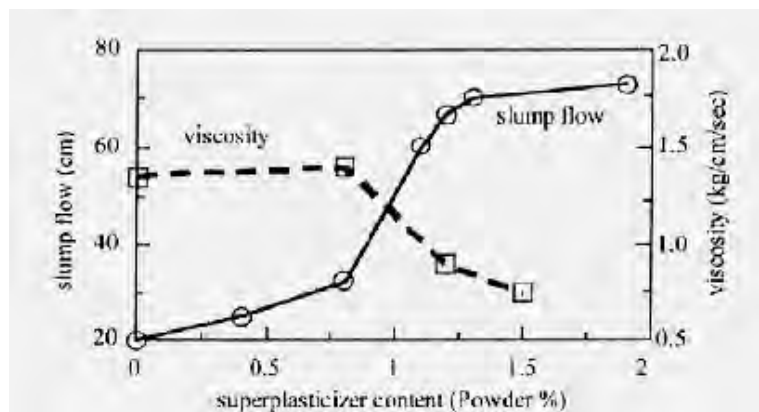


Figure 1.5 – Influence de la qualité du superplastifiant sur l'étalement et la viscosité d'un béton [145]

Flatt et Houst [52] définissent l'action des superplastifiants en trois mécanismes :

- Une partie est adsorbée,
- Une partie est consommée par les réactions avec les hydrates,
- Une partie, en excès, reste en solution.

Ces auteurs [52] montrent qu'une couche de gel ou de monosulfo-aluminate (AFm) peut se former autour du ciment ce qui augmente la surface que doit recouvrir le superplastifiant pour disperser les grains. Donc, plus le ciment est réactif plus la quantité de polymère à ajouter sera importante.

Sugamata et al. [154] ont étudié l'influence de différents superplastifiants et de leurs dosages sur le maintien rhéologique dans le temps d'un mortier. Leurs résultats montrent que l'augmentation du dosage de superplastifiants n'a plus d'influence sur la fluidité du mortier à partir d'une certaine valeur.

Cette caractéristique est maintenant bien connue. Il s'agit du dosage à saturation, c'est-à-dire le dosage au-dessus duquel l'adjuvant ne permet plus de modifier de façon significative la fluidité du mélange. Actuellement, les superplastifiants sont donc utilisés à un dosage proche du dosage à saturation. Différents auteurs [154, 70, 137, 67] ont montré que le moment d'introduction du superplastifiant lors du malaxage joue un rôle sur le dosage à saturation. Si l'introduction est retardée, le dosage à saturation est plus faible, i.e. il est obtenu pour une plus faible quantité de superplastifiant. Ceci est en accord avec ce que nous avons vu, car si l'hydratation du ciment est amorcée alors la consommation du superplastifiant par les hydrates sera moins importante [25]. Ainsi, le fait de retarder son introduction, permet au superplastifiant d'être plus efficace et d'obtenir des mélanges plus fluides que s'il avait été introduit en début de malaxage.

Les BAP contiennent des superplastifiants permettant d'obtenir la fluidité souhaitée. Toutefois un dosage trop élevé (proche ou supérieur au dosage de saturation [33]) peut augmenter la sensibilité du béton à des variations de teneur en eau vis-à-vis du problème de la ségrégation et du ressuage. Il est possible d'utiliser un plastifiant en synergie avec un superplastifiant.

L'utilisation d'agent de cohésion

Ce sont généralement des dérivés celluloseux, des polysaccharides ou des suspensions colloïdales. Ces produits, comme les fines, ont pour rôle d'empêcher le ressuage et de limiter les risques de ségrégation des granulats en rendant la pâte plus épaisse. De façon schématique, l'utilisation de ces produits semble se justifier dans le cas des bétons ayant des rapports eau/fines élevés, car les fines ne sont pas toujours suffisantes pour fixer l'eau dans le béton. Ils peuvent s'avérer superflus dans le cas de BAP ayant des rapports eau/fines faibles (notamment BAP de résistance supérieure à 50 MPa).

Pour la gamme intermédiaire des bétons, leur utilité est à étudier au cas par cas. Les agents de cohésion ont la réputation de rendre les BAP moins sensibles à des variations d'eau vis-à-vis du problème de ressuage et de la ségrégation [85, 144]. Par contre, leur utilisation peut conduire suivant les produits à des problèmes de dosage en centrale (cas de dosage faible), à des entraînements d'air excessifs [128] et à une diminution de la fluidité.

1.1.3.2 Rôle des fines

Pour leur assurer une maniabilité suffisante tout en limitant les risques de ségrégation et de ressuage, les BAP contiennent une quantité de fines (de l'ordre de 500

$kg.m^{-3}$) supérieure à celle des bétons conventionnels. Ces fines proviennent du ciment, des additions et des granulats.

La quantité de pâte joue un rôle important dans la fluidité car l'ajout de fines réduit les interactions entre les plus gros grains. Il est donc nécessaire dans le cas des BAP de remplacer une partie du ciment par des additions minérales. Différentes additions sont citées dans la littérature : cendres volantes, laitiers de hauts fourneaux, fumées de silice et filler calcaire.

Donc, le liant est un composé binaire voire ternaire : Ciment Portland mélangé avec un ou des additions minérales. Le choix des additions et leur teneur respective dans les BAP est réalisé pour répondre aux exigences de résistance à la compression à 28 jours et aux exigences de durabilité telles qu'imposées par les normes applicables (DTU 21, norme NF EN 206-1,...).

Ces matériaux peuvent avoir une influence chimique et/ou un rôle physique selon leur nature.

Les fumées de silice

L'influence des fumées de silice n'est pas très claire. Pour certains auteurs [115, 48, 143], les fumées de silice augmentent le seuil de viscosité en augmentant la compacité des mélanges. Par contre, pour Carlswald [26], les fumées de silice ne modifient pas la viscosité. Par rapport à la rhéologie d'un mélange de référence, Ferraris et al. [48] montrent que l'utilisation de fumées de silice augmente la demande en eau et en superplastifiant que ce soit pour des pâtes de ciment ou pour des bétons.

Les fillers calcaires

Zhu et Gibbs [168] ont étudié l'influence de différents types de filler calcaire. Dans le cas des pâtes de ciment, le type de filler utilisé ne semble pas avoir d'influence sur l'étalement. Par contre, si on s'intéresse au béton, ils montrent que le type de filler a une forte incidence sur la quantité de superplastifiant pour un étalement donné. En effet, le filler à base de craie demande plus d'adjuvantation que le filler calcaire. La différence intervient dans la présence d'impuretés, la compacité et le processus d'absorption. Malgré cela, quel que soit le type de filler utilisé, leurs résultats montrent que plus il y a de filler en remplacement du ciment, moins il faut de superplastifiants pour atteindre un étalement donné.

1.1.3.3 Autres paramètres de formulation

Volume de pâte élevé

Les formules de bétons autonivelants actuellement réalisées au Japon et au Canada se caractérisent par un fort dosage en liant. En effet, ces bétons ont souvent des teneurs en liant supérieures à 500 kg.m^{-3} [12]. De plus les chercheurs japonais et canadiens ont montré l'intérêt d'utiliser des fortes teneurs en additions minérales (laitiers, cendres volantes, fumées de silice, additions calcaires, etc.) afin d'obtenir à la fois une grande fluidité et une bonne stabilité du béton [97, 76].

Les frottements entre les granulats limitent l'étalement et l'aptitude au remplissage des bétons. C'est pourquoi, les BAP contiennent un volume de pâte (ciment + additions + adjuvants + eau efficace + air) important, typiquement de 330 à 400 l.m^{-3} , dont le rôle est d'écartier les granulats les uns des autres. Le volume de pâte dans un BAP représente 35 à 45 % du volume total, alors que dans un béton traditionnel il est de 20 à 35 % [3], et qu'un superplastifiant est employé pour fluidifier la pâte.

Volume de gravillons

Il est possible d'utiliser des granulats concassés ou roulés pour la formulation des BAP.

Toutefois, comme les gravillons sont à l'origine du blocage du béton en zone confinée, il faut en limiter le volume. D'un autre côté, la présence de gravillons permet d'augmenter la compacité du squelette granulaire du béton et donc de limiter la quantité de liant nécessaire pour obtenir l'ouvrabilité et la résistance souhaitées. En général, ces considérations conduisent à adopter un rapport gravillon/sable de l'ordre de 1 dans les BAP.

Tous ces paramètres de formulations conduisent à des compositions différentes des BV. Les BAP présentent à la fois une grande fluidité, l'utilisation de superplastifiants ainsi qu'un volume de pâte importante.

1.2 Propriétés du béton durci

1.2.1 Propriétés mécaniques

1.2.1.1 Résistance à la compression

Diverses études [59, 148, 32, 116] comparent l'évolution de la résistance mécanique des BAP contenant des fillers calcaires à celle des bétons vibrés. Ces auteurs observent une accélération de la résistance au jeune âge et cela jusqu'à 28 jours. Ceci est expliqué par une hydratation favorisée par une multiplication des sites de nucléation des fines du filler.

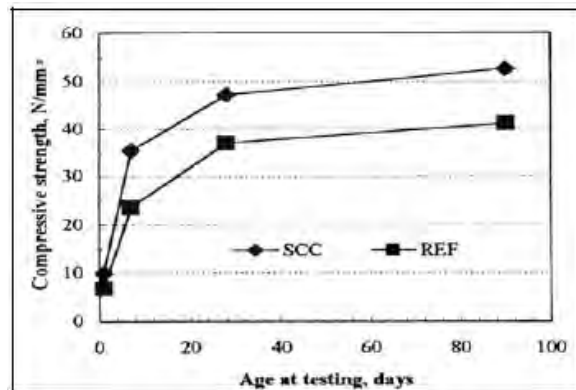


Figure 1.6 – Evolution de la résistance mécanique d’un BAP et d’un BV correspondant [59]

Pour Petersson [122], cette résistance augmente d’autant plus que la finesse du filler est importante.

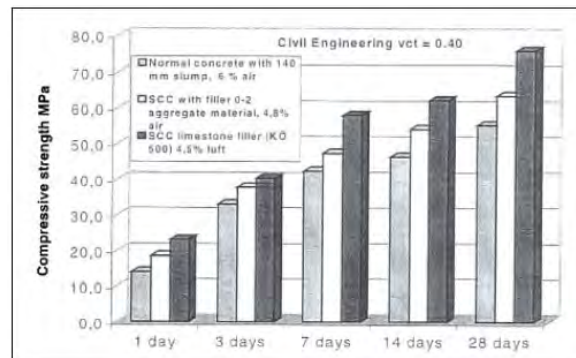


Figure 1.7 – Résistance mécanique d’un béton vibré et de 2 BAP [122]

De plus, les superplastifiants et les agents de viscosité ont des répercussions sur la résistance mécanique des bétons autoplaçants. Selon Felekoglu et al. [46], l’agent de viscosité diminue la résistance aux jeunes âges. Par contre, certains superplastifiants entraînent des effets secondaires comme le retard de la prise qui aboutit à l’augmentation du développement de la résistance mécanique au jeune âge [142].

Mais, à long terme, la résistance en compression des BAP est, soit inférieure à celle des BV [81, 66, 9] ce qui est attribué aux quantités importantes de fluidifiant et à la présence du filler calcaire, soit égale à celle des BV [117, 8, 27].

Un autre élément influençant la résistance à la compression est le volume de la pâte. Turcry et al. [163] montre que le volume de pâte a un effet réel mais limité sur la résistance en compression. Il est observé une diminution de 12% de la résistance pour une augmentation de 57% du volume de pâte. De même, Pineaud [126] constate que le volume de pâte a une faible influence sur la résistance en compression. Parallèlement

au volume de pâte, le rapport E/L est un des facteurs les plus influents sur la résistance en compression. Pineaud [126] montre que l'influence du rapport E/L est comparable à celle obtenue par d'autres auteurs sur des BV [83, 34].

1.2.1.2 Module d'élasticité

Le module d'élasticité dépend à la fois des proportions et des modules des différentes phases constituant un béton. Or, un BAP est composé d'un volume de pâte important et de ratio G/S plus faible qu'un BV.

D'après différents codes (Eurocode ou DTU), le module d'élasticité est fonction de la résistance en compression des bétons. Donc, à résistance égale, un BAP devrait avoir le même module qu'un béton vibré. Or, Persson [117] et Pons et al. [130] ont montré que le module est similaire pour les BAP et les BV. De même, König et al. [82] constatent que les modules des BAP sont très proches de ceux des BV. D'autres auteurs indiquent un module plus faible que ceux des bétons vibrés [2, 81, 126].

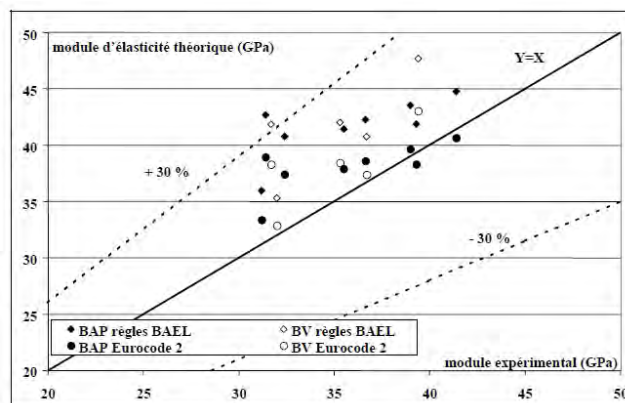


Figure 1.8 – Comparaison des modules d'élasticité d'après les codes de construction de BAP et de bétons vibrés avec leurs valeurs expérimentales [130]

Comme pour la résistance à la compression, d'autres paramètres influencent le module d'élasticité. Turcry et al. [163] montrent une diminution du module des BAP avec l'augmentation du volume de pâte. Mais, selon ces mêmes auteurs, l'influence du volume sur le module est négligeable. En effet, Pineaud [126] observe des valeurs de déformations à la rupture très proches pour les BAP et les BV. Parallèlement au volume de pâte, il est observé une diminution du module avec l'augmentation du rapport E/L (Résultat en accord avec la diminution de la résistance en compression et la diminution de la compacité de la matrice) [126].

1.2.1.3 Résistance à la traction

La particularité des BAP peut entraîner des variations de résistance. Par exemple, la quantité de fines ou bien le volume de sable peuvent influencer la résistance en traction [82]. Ils montrent que l'augmentation de la quantité de sable ou/et du volume de fines entraîne une élévation de la résistance en traction.

En effet, la résistance d'un béton à la traction est conditionnée par de nombreux paramètres. On peut noter que la microstructure de la pâte cimentaire et la porosité de l'auréole de transition sont fréquemment utilisées dans la littérature pour expliquer les variations ou les résultats de résistance à la traction obtenus.

Pour certains auteurs [81, 82], la porosité de l'auréole de transition des BAP est inférieure à celle des BV. Donc, la résistance en traction des BAP est supérieure à celle des BV (de l'ordre de 10%). Ces résultats sont repris par Pineaud [126]. Il suggère que la qualité de l'interfaces pâte-granulats est meilleure dans les BAP et la faible proportion de granulats diminue le risque de propagation des premières fissures.

1.2.2 Propriétés physico-chimiques des BAP

La prise en compte de la durabilité d'un ouvrage est indispensable pour garantir une durée de service et conserver les fonctions d'usage. Or, quelques études traitent de la durabilité des BAP. Les données de la littérature dans ce domaine concernent la microstructure, la perméabilité, la migration des ions chlorures, l'absorption d'eau, la carbonatation et la résistance aux cycles de gel-dégel.

1.2.2.1 Microstructure des BAP

Influence des fillers

Les fillers améliorent la distribution des tailles de pores et les propriétés physiques du béton (ouvrabilité et rétention d'eau). Boel et al. [20] ont étudié divers paramètres comme le volume de pores, le diamètre moyen . . . Cette étude compare des pâtes de ciment de BV (PT1, PT2 et PT3) à des pâtes de ciment de BAP (PS1, PS2 et PS3). La comparaison concerne la distribution de la taille des pores (Voir figure 1.9).

Boel et al. [20] observent une distribution de la taille des pores différentes entre BAP et BV avec des pores supplémentaires pour les BV (taille des diamètres de pores supplémentaires : $0.02 \mu\text{m}$ et $1 \mu\text{m}$). Ce qui indique une zone moins dense et plus perméable de la microstructure des BV.

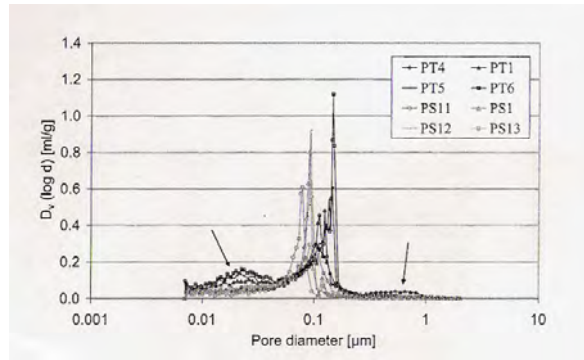


Figure 1.9 – Distribution de la taille des pores de pâtes de ciment issues de BAP et de BV [20]

De plus, les fillers peuvent être inertes, actifs ou encore pouzzolaniques [71]. Dans les BAP, les fillers peuvent représenter une part importante du volume total. Quand une part du ciment est remplacée par des fillers inertes, la percolation des produits hydratés n'est pas améliorée [15].

Trägårdh [160] a montré que les additions minérales comme les fillers calcaires, conduisent à une densification de la microstructure pour un même E/C qu'un BV. De plus, cela a pour effet de réduire la porosité de l'auréole de transition. Toutes ces modifications améliorent les propriétés de transfert et donc de la durabilité des BAP.

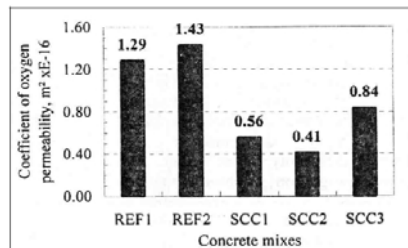


Figure 1.10 – Coefficient de perméabilité à l'oxygène de trois BAP et de deux BV correspondants [169]

Zhu et al. [169] (Voir figure 1.10) et De Schutter et al. [36] constatent une diminution de la perméabilité à l'oxygène par rapport à un BV. Cette diminution est expliquée par la présence d'additions minérales dans les BAP. Par contre, les autres paramètres comme le volume de pâte n'ont pas été étudiés.

Influence de l'absence de vibration

Leemann [87] a étudié l'influence du processus de consolidation sur l'ITZ (auréole de transition). Un BV et un BAP avec un même rapport E/C (de 0.39) sont comparés, sans ajout de fillers. Au moyen d'un microscope optique, une augmentation de la porosité est observée au niveau de l'ITZ des BV et des BAP. L'épaisseur de l'ITZ est de 50 μm dans le cas des BAP et de 70 μm pour le BV (Voir figure 1.11). Cette augmentation est dûe à l'accumulation de fluides dans les pores pendant la fabrication du béton, accumulation accentuée pour un BV. Donc, l'ITZ est plus dense dans un BAP que dans un BV.

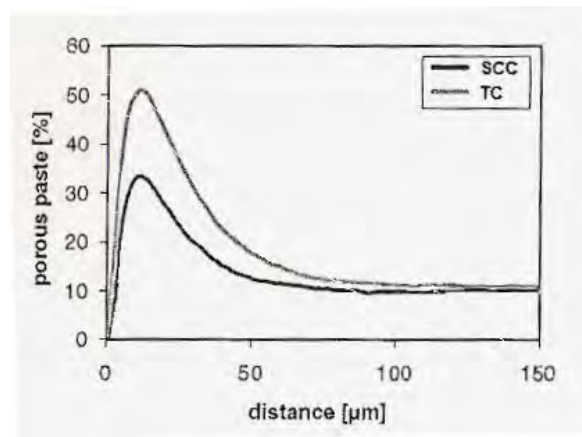


Figure 1.11 – Volume poreux de l'ITZ [87]

Comportement des bétons à haute température

Sommaire

2.1	Les risques de feu	28
2.2	Actions thermiques et cycles thermiques	28
2.3	Évolution du béton soumis à de hautes températures	30
2.3.1	Évolution des propriétés des constituants d'un béton à haute température	30
2.3.2	Évolution des propriétés physico-chimiques	34
2.3.3	Évolution des caractéristiques mécaniques avec la température	39
2.4	Éclatement du béton	46
2.4.1	Phénomène d'éclatement	46
2.4.2	Mécanisme du phénomène d'écaillage	46
2.4.3	Moyens de prévention de l'écaillage	49

2.1 Les risques de feu

Les incendies concernant des ouvrages en béton depuis les vingt dernières années sont en nette augmentation. Parmi ces feux, les plus connus sont ceux du Tunnel sous la Manche (1996, 2006, 2008), du tunnel du Mont Blanc (1999) ainsi que la Tour Windsor à Madrid (2005). Lors de ces incendies, les structures ont subi d'importants dégâts (endommagement mécanique, d'importantes fissurations et des détachements de matière des voussoirs sur certaines parties). Tout cela implique des coûts de réparations importants ainsi qu'une immobilisation de la structure [164].



Figure 2.1 – Photos des conséquences des incendies (de gauche à droite) : Tunnel sous la Manche [98], Tour Windsor [43] et Tunnel du Mont Blanc [42]

Tous ces éléments démontrent que les hautes températures causent d'importants dommages sur les bétons qui conduisent à une modification de ses propriétés. Les mécanismes de dégradation du béton à haute température ne sont pas encore bien compris.

2.2 Actions thermiques et cycles thermiques

Au cours d'un incendie, on peut distinguer trois phases :

- Première phase dite de « développement » : le combustible commence à brûler. On appelle cela un "feu localisé".
- Deuxième phase dite d'« incendie généralisé » : Tout le combustible présent dans la zone du sinistre participe au feu. On parle aussi d'embrasement généralisé.
- Troisième phase dite de « refroidissement » : Le combustible diminue et donc la température des gaz baisse également.

La sévérité du feu ainsi que la durée de ces phases dépendent de plusieurs paramètres :

- Quantité et répartition des matériaux combustibles (charge d'incendie) ;
- Vitesse de combustion de ces matériaux ;

- Conditions de ventilation (ouvertures);
- Géométrie du compartiment;
- Propriétés thermiques des parois du compartiment.

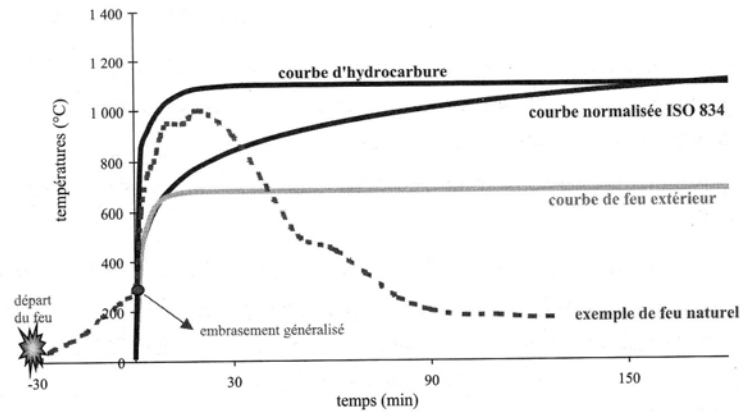


Figure 2.2 – Courbes d'échauffement de la température des gaz dans le volume considéré [44]

Il existe différents types de feu (Voir figure 2.2). Le feu le plus connu est le feu appelé « ISO » qui répond à la courbe normalisée ISO 834. Ce feu a pour but d'approcher les conditions d'un incendie dans une construction et il est défini par l'équation (2.2A) :

$$T_{iso}(t) = 345 \cdot \log(8 \cdot t + 1) + T_0 \quad (2.2A)$$

$T_{iso}(t)$ est la température des gaz dans le four en °C, T_0 la température initiale dans le four en °C et t le temps en minutes. Bien entendu, il existe d'autres types de feu plus ou moins sévères, représentant différents cas de feux dans les situations les plus extrêmes comme les feux d'hydrocarbures.

Le feu normalisé ISO-834 sert en général à dimensionner les ouvrages et les bâtiments. Mais, les tunnels par exemple peuvent faire l'objet d'un dimensionnement spécifique selon la courbe hydrocarbure, plus critique vis-à-vis de la température. Cette courbe est surtout utilisée dans le cas particulier d'élévation rapide de la température.

Il est aussi intéressant d'étudier le cas des chauffages lents. Ces chauffages permettent de caractériser mécaniquement les bétons après traitement thermique, alors que les chauffages de type feu sont surtout employés pour étudier les risques d'instabilité thermique et d'écaillage des bétons.

2.3 Évolution du béton soumis à de hautes températures

2.3.1 Évolution des propriétés des constituants d'un béton à haute température

Les modifications subies simultanément par la matrice cimentaire et les granulats engendrent une forte dégradation de la microstructure du béton. Outre les effets directs de modifications de ces deux composants élémentaires, les incompatibilités de comportement de ceux-ci engendrent des dégradations spécifiques au matériau béton.

2.3.1.1 Modification de la pâte de ciment

Analyse thermique

Une analyse thermo-gravimétrique ou thermodifférentielle met en avant les transformations physico-chimiques qui se produisent suite à l'élévation de la température. Ces modifications sont représentées par des pics sur les thermographes. Ces essais aident à analyser les différentes étapes et les modifications qui se produisent au sein du béton.

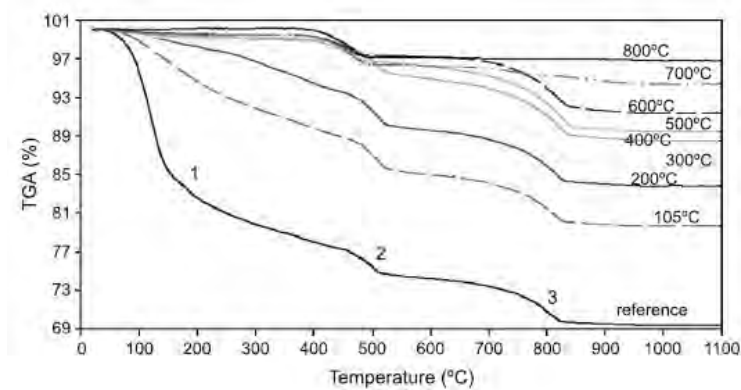


Figure 2.3 – ATG d'une pâte de ciment soumise à de hautes températures [6]

Nous observons trois stades importants :

- **1^{er} perte de masse** : Avant 100 °C - Cette perte correspond au départ de l'eau libre [108].
- **2^e perte de masse** : 450 °C - Décomposition de l'hydroxyde de calcium (CH) en chaux libre et eau suivant le réaction : $Ca(OH)_2 \longrightarrow CaO + H_2O$ [108, 127]
- **3^e perte de masse** : 700 °C - Décomposition de $CaCO_3$ qui résulte de la présence de calcaire dans la pâte testée : $CaCO_3 \longrightarrow CaO + CO_2$ [108, 60].

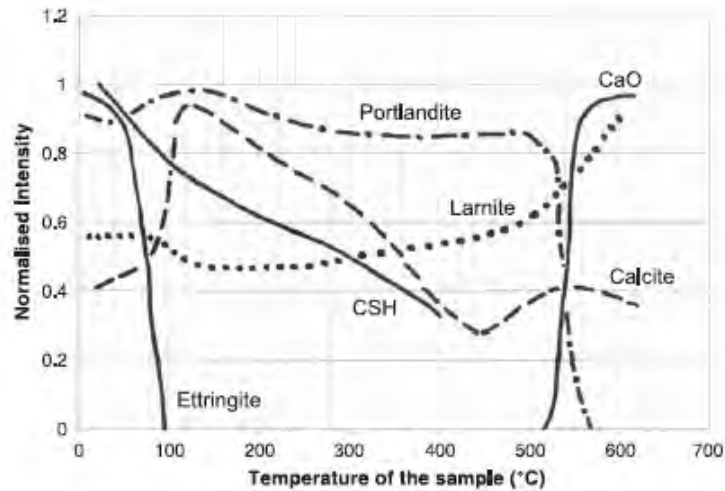


Figure 2.4 – Evolution de la quantité des phases de la pâte de ciment Portland au cours d'un traitement thermique [28]

Mais parallèlement à ces principales modifications, les autres constituants de la pâte de ciment subissent des transformations au cours du traitement thermique. Castelotte et al. [28] proposent une évolution de la composition de la pâte au cours d'un échauffement grâce à la technique de la diffraction de neutrons (Voir figure 2.4).

Dès le début du chauffage, les hydrates du ciment subissent des modifications. Les auteurs observent que la disparition de l'ettringite se produit avant 100°C, avec une déshydratation progressive des C-S-H jusqu'à 600°C. A 500°C, la portlandite se décompose en CaO et en eau. Cette transformation s'appelle la déshydroxylation.

Finalement, la déshydratation reste le principal phénomène lorsque un béton ou une pâte de ciment subit un traitement thermique.

2.3.1.2 Évolution des granulats

Les granulats possèdent un comportement différent de la pâte de ciment avec l'élévation de la température. Différents types de granulats peuvent être utilisés : calcaire, siliceux, silico-calcaire, grès, basalte, argile expansé Ces différents types de granulats peuvent avoir des comportements différents à haute température selon leur composition.

Avec une élévation de température, les granulats subissent des modifications physico-chimiques. C'est essentiellement la structure minérale qui est modifiée avec la température.

Dans le cas des granulats siliceux, entre 120 et 600°C, l'eau adsorbée est partiellement libérée, ce qui provoque un clivage et une réduction de la résistance des granulats. A 575°C, il se produit la transformation allotropique du quartz. Cela correspond au passage brusque du domaine où l'une des formes du quartz (ici, la forme α) est stable à celui où c'est une autre forme (ici, la forme β) qui le devient. En effet, avant cette température, le quartz α est sous forme d'un édifice tétraédrique et subit une légère rotation pour former une structure cristalline de symétrie hexagonale, correspondant à du quartz β . Cette variation de structure provoque un endommagement dans le béton [136]. Cette transformation s'accompagne d'un gonflement du granulat de l'ordre de 1 à 1.4% [14].

Pour les granulats calcaires, le comportement thermique est plus stable jusqu'à 700°C. Au delà de cette température, on assiste à la décarbonatation du calcaire : $CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$. Cela entraîne une déstructuration du granulat. Le monoxyde de calcium relâché peut réagir avec de l'eau pour reformer de la portlandite. Cette réaction entraîne un gonflement, donc un accroissement de fissures dans le béton qui est sans doute à l'origine des diminutions de résistances observées [79, 38].

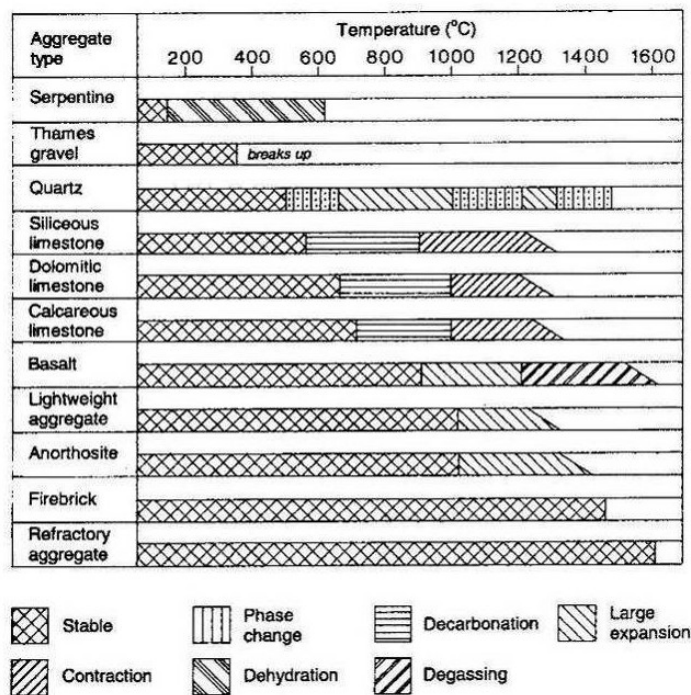


Figure 2.5 – Etude de la stabilité thermique et des transformations physico-chimiques de divers granulats en fonction de la température [51]

La figure 2.5 présente la stabilité minéralogique de divers granulats sous l'effet de sollicitations thermiques. Les granulats étudiées [51] peuvent présenter un caractère instable. Dans cette étude, les granulats légers possèdent une bonne stabilité thermique

jusqu'à 1000°C. Par contre, les granulats calcaires, siliceux et silico-calcaires sont instables dès 550°C.

2.3.1.3 Dégradation de l'interface pâte-granulats

Tous les éléments constituant le béton subissent avec la température des modifications physiques et chimiques. Concernant la matrice cimentaire et les granulats, des comportements opposés sont observés. Au delà de 105°C, la matrice cimentaire subit un retrait tandis que les granulats subissent une expansion. Ce comportement opposé engendre une microfissuration [19].

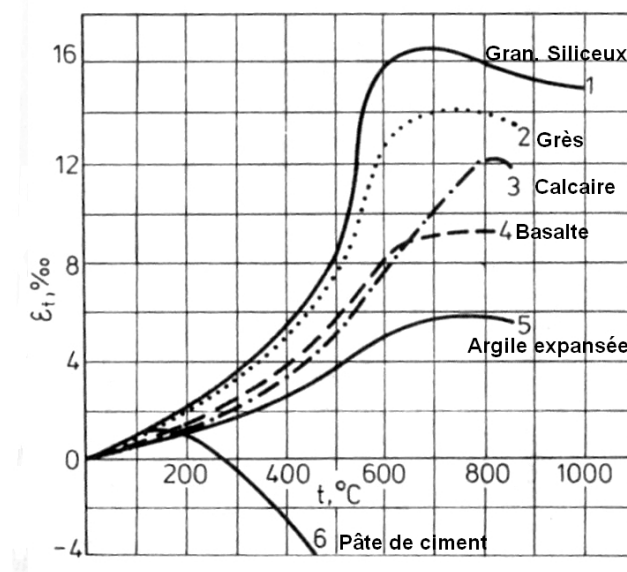


Figure 2.6 – Déformations thermiques de bétons formulés avec différents granulats [124]

Ces deux évolutions créent à l'interface pâte-granulats des incompatibilités de déformations induisant des contraintes de traction au sein de la pâte de ciment et de compression au sein des granulats (Voir figure 2.7). Les auteurs [124] constatent que la déformations thermiques des bétons composés de granulats légers sont les plus faibles, tandis que celles des granulats siliceux les plus importantes (Facteur 4 entre les 2 extrêmes) (Voir figure 2.6). Donc, la nature du granulats a une incidence sur la déformation thermique, et par conséquent sur l'incompatibilité pâte-granulats.

Parallèlement à cette incompatibilité, les hautes températures entraînent le départ d'eau (libre, liée, adsorbée) contenue dans les pores et dans les hydrates. Or, au niveau de l'auréole de transition, cette déshydratation détériore rapidement les liaisons créées entre les granulats et la pâte de ciment. Cela entraîne l'apparition de microfissures.

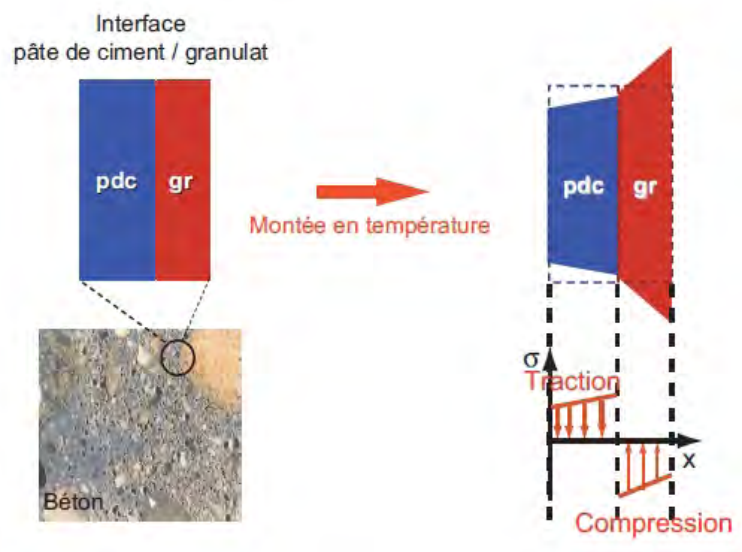


Figure 2.7 – Mécanismes liés aux incompatibilités pâte-granulat [35]

2.3.2 Évolution des propriétés physico-chimiques

2.3.2.1 Variation de la porosité

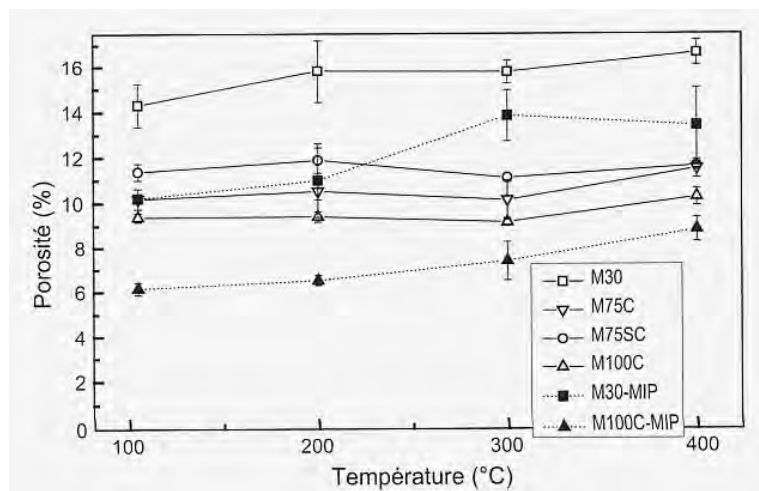


Figure 2.8 – Porosité à l'eau et au mercure (MIP) [68]

Pour étudier la porosité d'un matériau cimentaire, deux méthodes sont fréquemment utilisées :

- La porosité à l'eau qui permet de quantifier le volume des pores accessibles à l'eau. Les pores accessibles sont les pores représentant la porosité capillaire (Rayon des pores compris entre 0.1 μm et 2.5 mm d'après Mehta [95]).

- La porosité par intrusion de mercure : cette méthode consiste à faire pénétrer du mercure dans un échantillon en exerçant des pressions croissantes (Rayon des pores compris entre $0.005 \mu\text{m}$ et 1.0 mm).

Le Projet National BHP [68] établit une comparaison de la porosité totale de BO et de BHP pour différentes températures. La figure 2.8 présente l'évolution de la porosité selon les deux méthodes citées précédemment.

Le PN BHP 2000 [68] constate que la porosité à l'eau évolue très peu avec la température (augmentation de 2.3% pour le M30C et 0.9% pour le M100C entre 105 et 400°C). Les trois BHP ont des comportements similaires. Cette faible variation est attribuée à la perte de l'eau localisée entre les feuillettes des hydrates entraînant un retrait de ces feuillettes ce qui réduit le volume de l'espace libéré par la perte. La stabilisation observée entre 200 et 300°C est liée à la recristallisation de la chaux amorphe [124, 162]. D'après Ye et al. [167], l'augmentation est plus marquée à cause de la microfissuration à partir de 250°C . A contrario, la porosité par intrusion de mercure présente une augmentation continue avec la température, hormis entre 300 et 400°C pour le M30 [68]. Par ailleurs, la porosité au mercure révèle des valeurs inférieures à celles obtenues à l'eau.

Avec la méthode de porosité par intrusion de mercure, il est possible de déterminer la distribution des pores des bétons. On observe une modification de l'ensemble de la distribution des tailles de pores. En effet, les pores se développent dans la gamme des rayons supérieures à $0.1 \mu\text{m}$. Cela est attribué à l'accroissement des pores dû à la perte en eau du matériau, la déshydratation des hydrates, des hétérogénéités aux interfaces et de la microfissuration connectée [113].

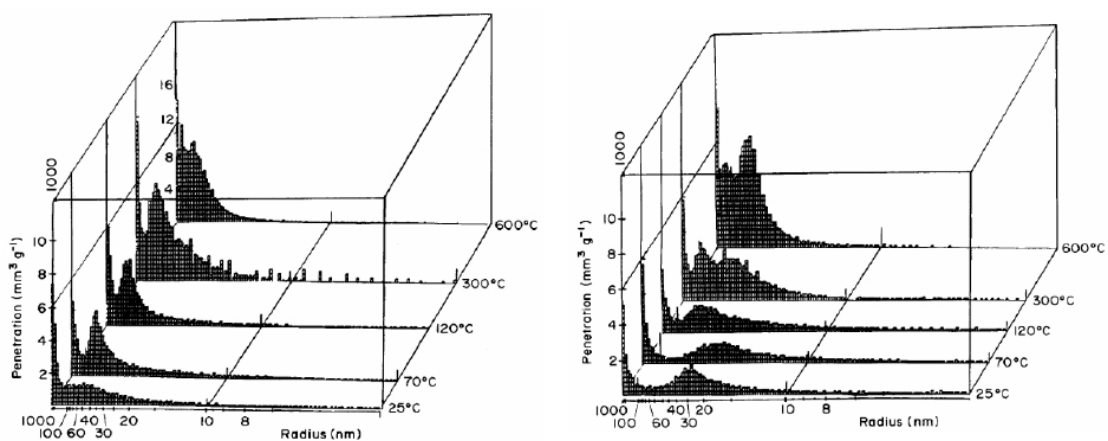


Figure 2.9 – Distributions des pores avec la température - à gauche BO - à droite BHP [113]

2.3.2.2 Variation de la densité apparente

Parallèlement à la porosité à l'eau, il est possible de déterminer la densité apparente des bétons testés. A travers la même étude [68], la variation de la densité avec la température a été étudiée (Voir figure 2.10). Les auteurs constatent une faible diminution de la densité avec la température.

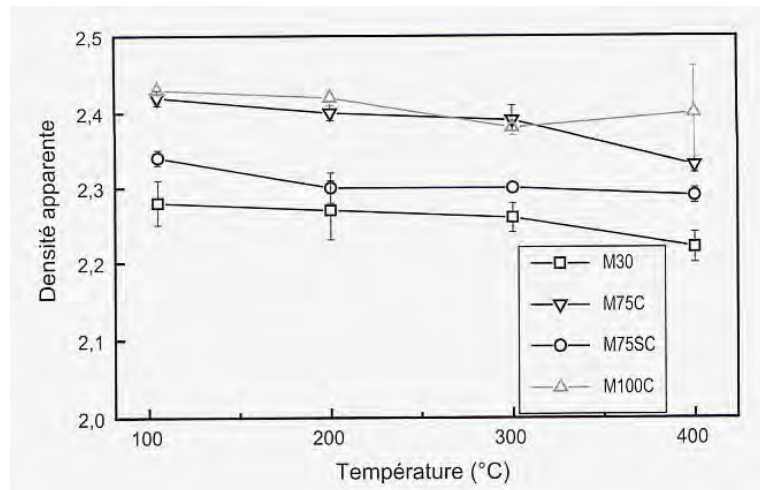


Figure 2.10 – Densité apparente des bétons du Projet National BHP 2000 [68]

2.3.2.3 Évolution de la perméabilité des bétons

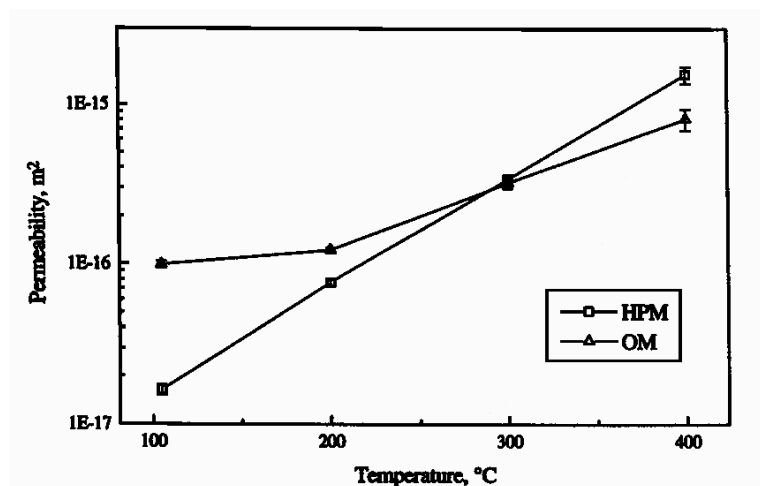


Figure 2.11 – Perméabilité de mortiers en fonction de la température [161]

la perméabilité est couramment utilisée pour évaluer les propriétés de transport du béton. La perméabilité des bétons dépend fondamentalement de la porosité de la pâte de ciment qui, à son tour est tributaire du rapport E/C ainsi que du vieillissement du

béton.

Tsimbrovska [161] a étudié la perméabilité des mortiers issus de BO et de BHP soumis à de hautes températures (105, 200, 300 et 400°C). Initialement, la perméabilité des MHP (Mortier à haute performance) est inférieure à celle des MO (Mortier ordinaire) (Voir figure 2.11). Mais, avec la température, elle augmente rapidement, pour devenir supérieure à la perméabilité des MO. L'augmentation entre 105 et 300°C est attribuée à un élargissement des pores capillaires tandis que celle observée entre 300 et 400°C est due à une détérioration de la matrice cimentaire, et notamment par les fissures qui se forment aux interfaces pâte-granulats et entre les granulats.

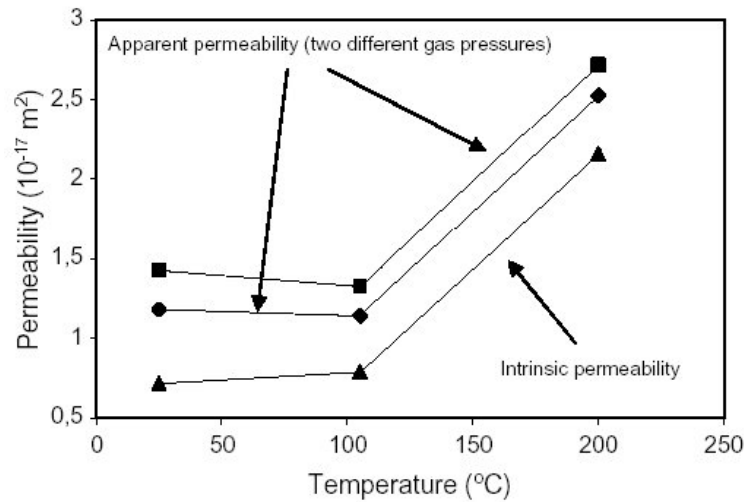


Figure 2.12 – Evolution des perméabilités apparentes et intrinsèques d'un mortier [88]

Lion et al. [88] ont étudié l'évolution de la perméabilité, mesurée à haute température sur des mortiers (Voir figure 2.12). Ils observent une augmentation de la perméabilité avec la température. Cet accroissement de température est plus net après un chauffage à 105°C. Ils attribuent cette augmentation au départ de l'eau capillaire, à la microfissuration de la matrice en raison de la déshydratation des C-S-H et à l'incompatibilité de déformation entre la pâte de ciment et les granulats.

2.3.2.4 Perte de masse

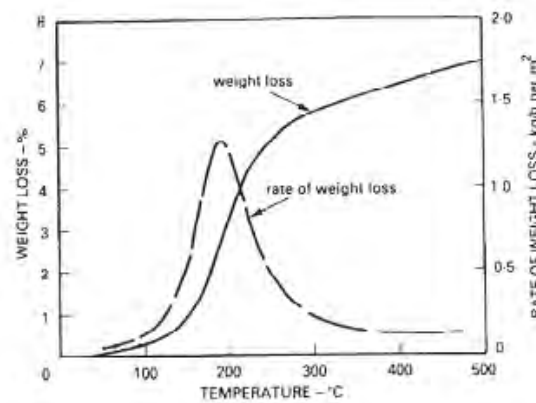


Figure 2.13 – Perte de masse durant l'échauffement et vitesse de perte de masse en fonction de la température (Khoury - [78])

Durant l'échauffement du béton, la masse du béton diminue à cause de l'évaporation de l'eau et la déshydratation progressive des hydrates de la pâte de ciment. Sur la Figure 2.13 nous pouvons observer une courbe caractéristique de la perte de masse durant l'échauffement, ainsi que la courbe de la vitesse de la perte de masse.

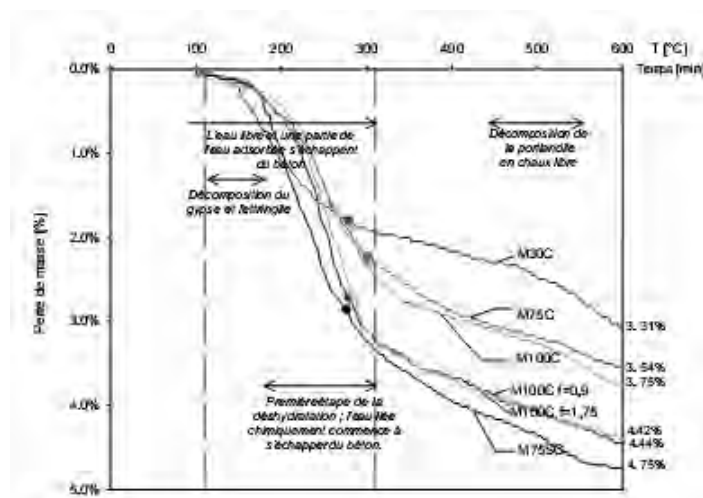


Figure 2.14 – Perte de masse de mortiers déterminées durant l'échauffement de 20 à 600°C à la vitesse de 1°C/min. Les points indiquent la valeur de la teneur en eau obtenue par séchage à 105°C. [56]

La perte de masse sert à quantifier l'eau sortant du matériau. Il est possible d'étudier la cinétique du processus de séchage et de déshydratation. Sur la figure 2.14, on observe la perte de masse en phase transitoire, c'est-à-dire durant le traitement thermique.

Dans ce cas, la vitesse de chauffage est de $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ jusqu'à 600°C . Mais, la perte de masse ne débute qu'à partir de 100°C . L'auteur [56] observe que la perte de masse commence par la perte de l'eau capillaire présente dans la couche externe du matériau. Puis progressivement, les gaz et fluides présents dans le matériau sont mis en mouvement.

2.3.3 Évolution des caractéristiques mécaniques avec la température

Le comportement à température ambiante des bétons est bien connu. Sous traitement thermique, la microstructure du béton subit d'importantes modifications physico-chimiques. Ces transformations au sein du matériau influencent le comportement mécanique. Dans ce qui suit, nous allons nous intéresser à l'évolution des propriétés mécaniques du béton avec une élévation de température.

2.3.3.1 Résistance en compression

Plusieurs facteurs combinés peuvent influencer la résistance du béton. En effet, on peut observer une importante dispersion des résultats pour un chauffage à 150°C . Les bétons peuvent présenter un gain de résistance de l'ordre de 20% ou une perte de résistance allant jusqu'à 30%.

La principale raison de la diminution de la résistance est tout d'abord l'évolution de la microstructure à cause de la déshydratation (retrait de la matrice provoqué par la phase de séchage et de déshydratation) [37]. A cela il faut ajouter l'augmentation de la microfissuration et de la porosité, l'influence de la nature de la pâte et des granulats et les déformations différentielles entre la pâte et les granulats [56].

Sur la figure 2.15, nous comparons la résistance à la compression en fonction de la température de chauffage de différents auteurs (quel que soit le type de béton : BAP, BV avec ou sans addition minérale). On observe pour la plupart des bétons une diminution de la résistance avec l'augmentation de température. Nous comparons ces résultats avec la réglementation (Eurocode et DTU). L'enveloppe globale des résultats se situe en dehors des limites préconisées par ces normes.

Entre 100 et 200°C , l'évolution de la résistance est complexe : on observe soit des gains ou soit des pertes de résistance. Mais, pour la plupart des bétons, la tendance est à la perte de résistance. Puis, entre 250 et 350°C , l'évolution de la résistance à la compression est également délicate à analyser : on constate soit une augmentation, soit une diminution de la résistance. Au delà de 350°C , le comportement à haute température des bétons est plus nette : la résistance diminue.

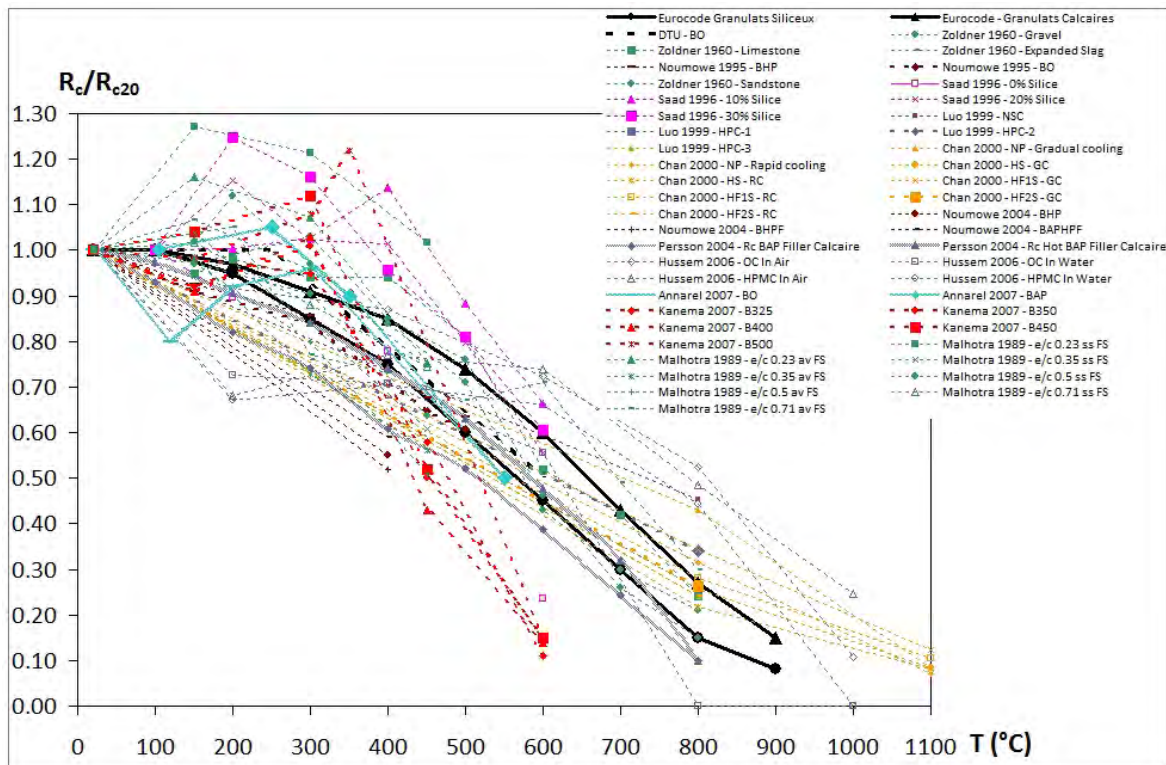


Figure 2.15 – Différents résultats de résistance à la compression obtenue d’après différents auteurs.

Khoury [77] attribue la baisse de résistance entre 100 et 200°C à la réduction des forces de cohésion de type Van der Waals comprises entre les feuillets de C-S-H. Cela réduit l’énergie de surface des gels développant éventuellement des groupes silanols $Si - OH \cdot HO - Si$ qui présentent des forces de liaison faibles.

Les décompositions chimiques et la perte de l’eau liée causent d’importants changements dans la microstructure des pâtes de ciment. D’après Dias et al. [38], le départ de l’eau entraîne une réhydratation de la pâte due à la migration de l’eau dans les pores [38]. Pour Khoury [77], le départ d’une partie de l’eau liée génère la formation de liaisons plus courtes et plus fortes d’éléments de siloxane ($Si - O - Si$) avec probablement des énergies de surface plus importantes qui contribuent au retrait et à l’augmentation de résistance.

Au delà de 350°C, la résistance en compression chute très rapidement. Cela est expliqué par la décomposition des hydrates de ciment comme la portlandite, les C-S-H et enfin la transformation allotropique du quartz qui fragilise les granulats [47]. Mais, également, l’apparition des fissures permet d’expliquer cette diminution [108].

D'autres études montrent que l'utilisation de différents granulats conduisent à des performances différentes. Abrams [1] rapporte que des bétons réalisés à partir de granulats légers et de carbonates présentent des résistances à chaud plus élevées que des bétons réalisés à partir de granulats siliceux suite à un chauffage à 600°C (Voir figure 2.16).

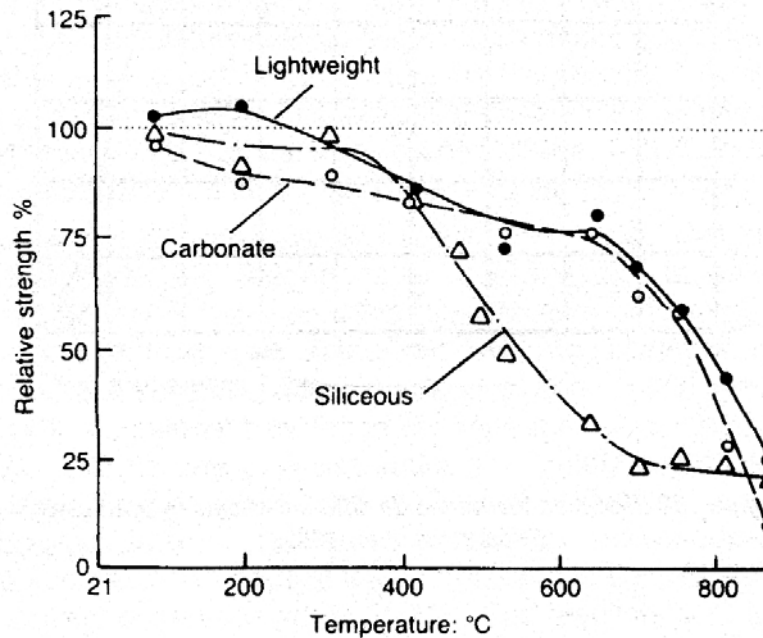


Figure 2.16 – Résistance à la compression à chaud

2.3.3.2 Résistance en traction

Dans la littérature, il existe peu de résultats concernant l'évolution de la résistance en traction en fonction de la température. Pourtant cette donnée est primordiale, la résistance en traction conditionne en partie la stabilité thermique des bétons (éclatements) [157].

Sur la figure 2.17, nous avons collecté plusieurs résultats de résistance à la traction.

On observe en général une diminution de la résistance à la traction avec l'augmentation de la température. Jusqu'à 300°C, les valeurs sont assez dispersées avec des résistances relatives allant de 35% à 100%. Par contre, les valeurs fournies par l'Eurocode [44] représentent plutôt des valeurs moyennes. Au delà de 300°C, les résultats sont tous supérieurs aux valeurs données par l'Eurocode.

Bamonte et al. [10] ont mené une étude sur le comportement en traction des bétons à haute température. Pour cela, ils ont mis au point différents types d'éprouvettes pour réaliser les principaux essais caractérisant le comportement à la traction d'un béton

(BHP, BO et BHP avec granulats légers, BTHP, BAP provenant tous d'études déjà publiées).

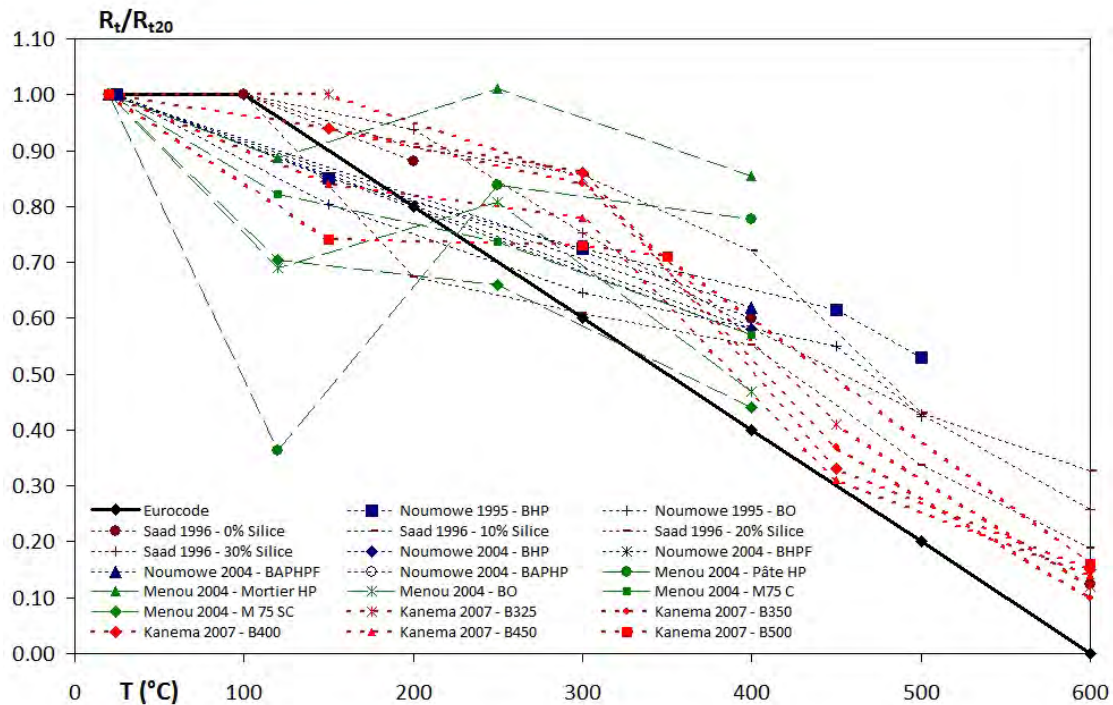


Figure 2.17 – Différents résultats de résistance à la traction obtenue comme ci-dessous.

Selon Bamonte et al. [10], la meilleure manière de mesurer la résistance en traction est d'utiliser la traction directe avec encastrement des bords, car avec une rotation libre de l'éprouvette, la résistance est sous-estimée. Concernant l'essai par fendage (ou essai brésilien), il est considéré comme une bonne alternative aux essais de traction. Par contre, la résistance à la traction par flexion est trop affectée par l'augmentation de la ductilité d'éprouvettes prismatiques d'épaisseur fine (appelé poutre fine dans la figure 2.3.3.2).

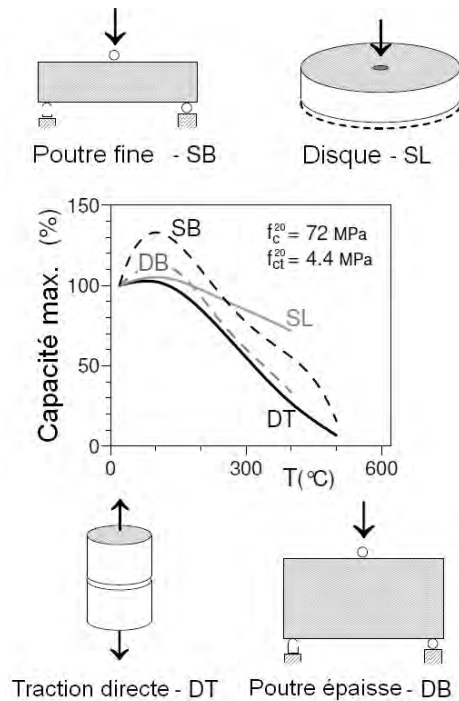


Figure 2.18 – Différents types d'essais pour déterminer la résistance à la traction [10]

2.3.3.3 Module d'élasticité

Avec l'augmentation de la température, les variations du module d'élasticité dépendent principalement de la microstructure de la pâte de ciment [56] (augmentation de l'endommagement du matériau par la déshydratation et la fissuration de la matrice) et traduit l'évolution de la rigidité du béton avec la température. Ainsi, avec l'élévation de la température, on assiste à la rupture de liaisons internes qui entraînent une diminution du module d'élasticité avec un matériau de plus en plus déformable [135].

La figure 2.19 présente des variations de modules d'élasticité en fonction de la température d'après une étude réalisée par Bamonte et al. [10].

Le module décroît peu importe le type de béton testé (BV, BAP, ...). La diminution du module est due à l'endommagement de la microstructure du béton [61, 86].

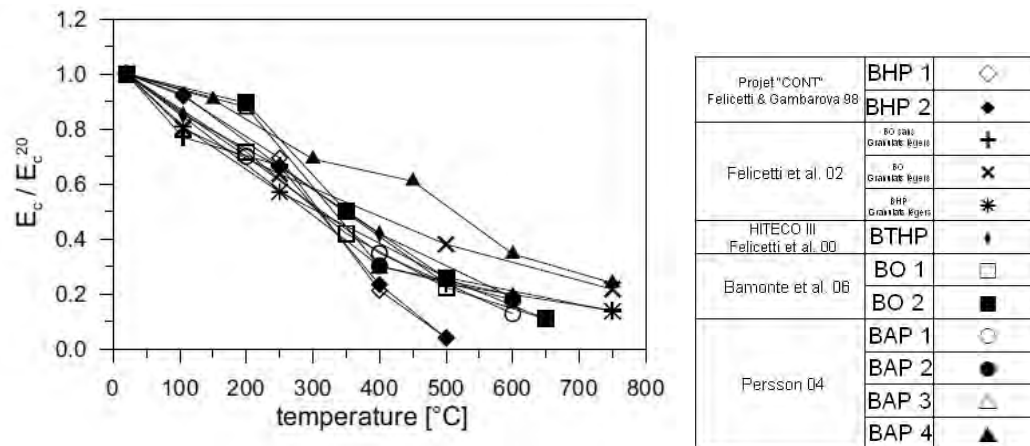


Figure 2.19 – Evolution du module d'élasticité [10]

2.3.3.4 Comparaison entre comportement à chaud et après refroidissement

Il existe différentes méthodes pour étudier le comportement à haute température des bétons. Ces méthodes sont généralement au nombre de 4. On peut réaliser des essais à chaud en charge, à chaud non chargé, pendant ou après refroidissement (essais résiduels). C'est pour cela qu'il est nécessaire de prendre en compte le régime d'échauffement et de refroidissement, la présence de la charge et son application ainsi que l'état des éprouvettes au moment de la réalisation des essais.

Les deux premières méthodes sont utilisées pour caractériser le matériau à chaud (pendant le traitement thermique), tandis que la troisième sert à déterminer les propriétés mécaniques après refroidissement. Dans le cas d'un essai chargé, la charge représente 20 à 40% de la charge ultime en compression du matériau. Cette charge est appliquée pendant le chauffage. Le traitement thermique est continu jusqu'à atteindre la température cible. Puis, on augmente la charge jusqu'à la rupture du béton. Par contre, les essais réalisés après refroidissement indiquent les valeurs « post incendie », importantes du point de vue d'étude des propriétés résiduelles du matériau testé. Voici les différents cas possibles :

Les **essais à chaud** contribuent à obtenir la résistance à une température donnée de l'état du béton. Mais, cet essai nécessite un dispositif expérimental complexe, car requiert à la fois une presse et un dispositif de chauffage. Mais, il est possible de réaliser des mesures de résistance à la compression, à la traction et la mesure du module d'élasticité, dilatation thermique, ...

Les **essais durant la phase de refroidissement** permettent de suivre l'évolution de la propriété étudiée durant la phase de refroidissement. Ainsi l'influence des conditions de refroidissement, la vitesse de refroidissement ou l'effet d'un choc thermique peuvent être analysés.

Les **essais après refroidissement** sont aussi nommés « essais résiduels » (résistance résiduelle, perméabilité résiduelle, module d'élasticité résiduel). Ce sont les essais les plus facilement réalisables. Ils sont effectués après le cycle d'échauffement jusqu'à la température d'essais et refroidissement jusqu'à la température ambiante. Le fait de refroidir le matériau, peut entraîner l'apparition d'une fissuration supplémentaire et une ré-humidification provoquant la réhydratation du gel CSH mais aussi la réaction de la CaO avec l'eau présente dans l'environnement endommageant d'avantage la structure du béton. Mais, il existe une variante des essais après refroidissement : il s'agit des essais réalisés après un certain temps après le refroidissement. Ces essais sont menés après un temps défini qui suit le cycle de chauffe. Il a été rapporté [78] que le béton est capable de récupérer une partie de sa résistance. Ce phénomène d'autoréparation des bétons peut s'expliquer par la réhydratation des grains de ciment non hydratés présents dans les bétons caractérisés par un rapport E/C très faible.

2.4 Éclatement du béton

2.4.1 Phénomène d'éclatement

Lors d'incendie ou d'essais testant la résistance au feu des matériaux, il a été fréquemment observé des désordres importants appelés « Eclatement » ou « Spalling » (en anglais). En effet, les échantillons de bétons ou des structures en béton ont présenté des éclats et ont été détruits suite à un bruit sourd comme une explosion.

Comme nous allons le voir par la suite, l'éclatement est la résultante de processus thermiques, hydriques et mécaniques couplés et concurrents, impliquant un grand nombre de paramètres, tant à l'échelle du matériau qu'à celle de l'élément de structure. De ce fait, le comportement à l'éclatement présente un caractère aléatoire.

Mais, il faut distinguer le phénomène d'écaillage et d'éclatement. Un écaillage est la rupture de la surface d'un élément en béton soumis à une augmentation de température. Par contre, un éclatement est la soudaine désintégration de l'élément de structure en béton qui s'accompagne d'une libération d'une grande quantité d'énergie en projetant des morceaux de béton à grande vitesse dans toutes les directions [123].

2.4.2 Mécanisme du phénomène d'écaillage

Les BHP ont une forte probabilité à l'écaillage. Ce processus se répète de proche en proche jusqu'à disparition complète du béton. Ce phénomène se produit généralement à des températures comprises entre 250 et 400°C et pour des vitesses de chauffage pouvant être très faibles (1°C/min) ([112, 75]. Mais, le risque d'écaillage est souvent associé à des montées en température rapides comme dans le cas d'un incendie.

Pour expliquer ce phénomène, deux principales raisons sont souvent évoquées [62] :

- Effet du gradient thermique appelé « Processus thermomécanique »,
- Formation de gradients de pression de vapeur d'eau dans le réseau poreux appelé « Processus thermohydrique ».

Ces sollicitations sont contrôlées par les propriétés et caractéristiques microstructurales du matériau. Donc, l'écaillage est la combinaison de plusieurs processus (chimique, thermique, hydrique et mécanique) et de la modification microstructurale au cours du chauffage.

Différents auteurs [170, 63, 39, 108, 99] ont étudié les paramètres participant à ce phénomène. Cinq principaux paramètres augmentant la probabilité d'apparition du phénomène ont été distingués.

1^{er} paramètre : Faible porosité [29].

Il s'agit d'un des paramètres responsable de l'écaillage. La faible porosité (caractéristique principale des Bétons à Haute Performances), entraîne une faible perméabilité et par conséquent un transfert de masse plus difficile.

2^e paramètre : Contraintes thermiques.

Les gradients thermiques provoqués par l'échauffement rapide avec les vitesses de montée en température très importantes [96]. Ces facteurs entraînent les gradients thermiques et hydriques plus importants ainsi que des états de contraintes qui favorisent l'écaillage. En effet, l'échauffement conduit à l'apparition de gradient thermique qui entraîne des déformations différentes entre la surface et le coeur de l'échantillon. Ces déformations génèrent des contraintes thermiques très élevées.

3^e paramètre : Présence de l'eau et apparition des pressions internes.

L'eau présente est la principale raison de l'éclatement. Zhukov , Hertz et Harmathy [170, 65, 62] ont montré qu'une teneur en eau limitée (inférieure à 3%) permet d'éviter tout risque d'écaillage. Mais il faut également ajouter le paramètre de la pression exercée (Voir figure 2.20). Cette eau sous une sollicitation thermique crée des pressions internes de vapeur d'eau. Lorsque la température augmente, l'eau qui se trouve dans le matériau que ce soit sous forme libre ou liée s'évapore. Une partie de cette eau vaporisée s'évacue vers la surface chauffée et une autre partie migre vers l'intérieur (où la température est moins importante), où elle se condense. Il se forme ainsi une zone quasi-saturée qui joue le rôle d'une tranche étanche à la vapeur d'eau. Mais, la pression dans les pores devient importante. Cela entraîne des contraintes hydriques élevées.

Plus la teneur en eau est importante, plus le risque d'instabilité est grand. En effet, si le béton est dense, la vapeur va avoir du mal à s'échapper ce qui conduit à la formation de pressions de vapeur importantes [7, 146]. A cause de la présence d'humidité, de larges pressions de pores apparaissent quand les bétons sont chauffés. D'autres explications émises par Bazant et al. et Houry et al. sont la combinaison des 2 mécanismes cités précédemment. D'après [73], les pressions de pores de bétons ordinaires non scellés ne doivent pas excéder 2 MPa, par contre pour les bétons à hautes performances, cette limite est fixée à 4 MPa. Ces valeurs sont liées à une estimation de la résistance à la traction des bétons.

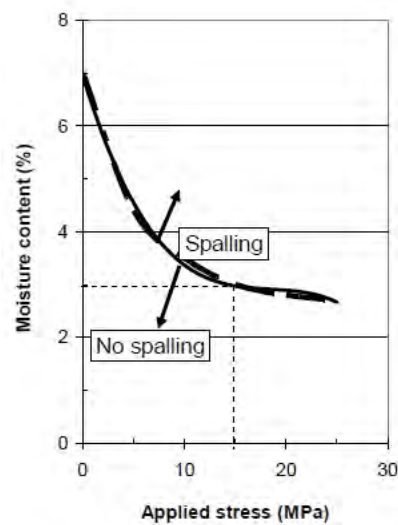


Figure 2.20 – Risque d’éclatement dans les bétons en fonction de la teneur en eau et de l’effort exercé [118]

4^e Déformations thermiques empêchées (Voir Figure 2.21).

Bazant [13] a montré que la dilatation thermique empêchée génère des contraintes internes en compression dans la direction parallèle à la surface soumise au feu. Selon ces auteurs, c’est cette compression qui provoque la fissuration, tandis que les pressions internes dans la structure ne jouent qu’un rôle secondaire en influençant l’éclatement après localisation des déformations. Cette hypothèse est cohérente dans le sens où les BHP présentent un risque d’écaillage plus élevé que le béton ordinaire à cause de leur faible ductilité en compression [164].

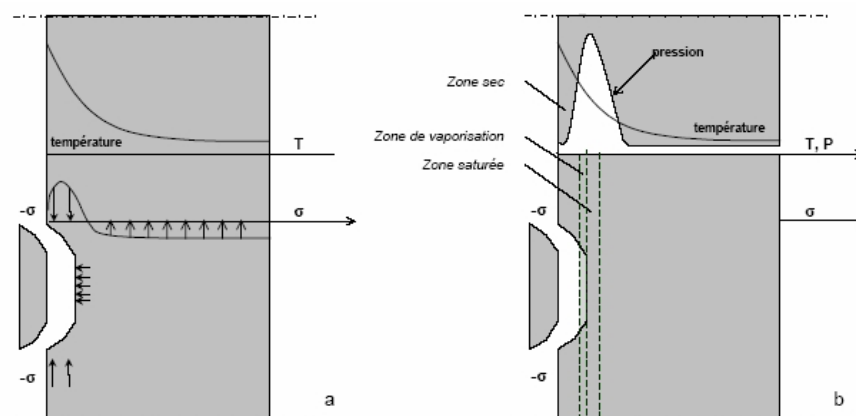


Figure 2.21 – Principales raisons d’apparition de l’écaillage : a) dilatation thermique empêchée d’après Bazant [13] et b) pressions internes d’après Anderberg [7]

Les évolutions de la microstructure de la pâte de ciment en fonction de la température ne sont pas toujours faciles à suivre, et ce d'autant plus que les analyses sont réalisées sur des échantillons refroidis. Lors du chauffage, les granulats subissent une importante expansion volumique fortement influencée par la nature chimique [49]. Tous ces paramètres contribuent à augmenter le risque d'instabilité des bétons, mais il faut ajouter d'autres paramètres comme les constituants modifiant la microstructure du béton (les additions minérales, les adjuvants, les superplastifiants). Ces éléments jouent finalement un rôle indirect dans la stabilité thermique.

Le Projet Feu-Béton [49] observe que les additions calcaires améliorent le comportement du béton face à l'écaillage, tandis que la fumée de silice semble provoquer une dégradation plus prononcée que celle du béton de référence. Les conclusions du Projet [49] recommandent de limiter à 10% la teneur de fumée de silice pour limiter l'écaillage du béton soumis à de hautes températures lorsqu'aucune précaution n'est prise par ailleurs (ajout de fibres de polypropylène ou FPP). Concernant le rôle des adjuvants face à l'instabilité thermique, peu d'études ont été réalisées. L'étude Feu-Béton [49] montre que l'utilisation d'un entraîneur d'air a un effet positif sur l'écaillage.

Comme nous l'avons vu, l'écaillage est la résultante de processus thermiques mécaniques couplés et éventuellement concurrents, impliquant un grand nombre de paramètres, tant à l'échelle du matériau qu'à celle de l'élément de structure. De ce fait, le comportement à l'écaillage ou à l'éclatement présente un caractère stochastique, comme en témoignent les essais au feu dans des conditions expérimentales identiques, seulement une partie des éléments de structure testée présentent de l'écaillage.

2.4.3 Moyens de prévention de l'écaillage

L'addition de fibres de polypropylène est considérée comme la principale solution pour palier au caractère explosif de certains bétons. En mesurant les pressions de pores, Kalifa [72] prouve que la présence de fibres permet de diminuer les pressions dans les bétons en créant un réseau poreux supplémentaire pendant le chauffage. Persson [120] propose des dosages optimum pour les fibres de polypropylène, c'est-à-dire de 0.7 kg.m^{-3} pour les immeubles et 1.4 kg.m^{-3} pour les ouvrages d'art comme les tunnels et les ponts. Plusieurs auteurs suggèrent que la fusion des fibres crée des pores supplémentaires, d'où le réseau poreux additionnel. Même si l'ajout de FPP s'avère efficace, cela présente l'inconvénient de requérir à l'addition d'un composant supplémentaire lors de la fabrication ce qui altère la maniabilité.

Un autre moyen pour éviter le phénomène d'éclatement concerne la conception des éléments de structure. Il est possible de les modifier pour améliorer les dimensions, la géométrie ou encore ajouter des renforts. Il est également envisageable de mettre en place une protection externe (barrière thermique). Mais, cette solution augmente le coût de l'ouvrage.

Cas des BAP soumis à de hautes températures

Sommaire

3.1	Etat de l'art des BAP à haute température	52
3.1.1	Résistance à la compression	52
3.1.2	Stabilité thermique	53
3.1.3	Propriétés physico-chimiques et thermiques	55
3.2	Conclusions sur les BAP soumis à de hautes températures	62

3.1 Etat de l'art des BAP à haute température

3.1.1 Résistance à la compression

Depuis l'apparition des BAP, plusieurs études ont été menées sur la durabilité de ces bétons, mais les études sur le comportement à haute température des BAP . Le tableau suivant résume les principaux résultats obtenus.

Source	Propriétés	Comportement à HT
Stegmaier et al. 2004 [149]	Fire ISO 4102 T.2 Cubes de 300 mm Résistance initiale : 25 à 75 MPa	Résistance résiduelle comprise entre 47 et 67 %. Corrélation entre l'augmentation de E/C et diminution de la résistance
Persson 2004 [119]	Chauffage à 4°C/min Température palier : 20, 200, 400, 600 et 800°C Résistance initiale : 40 à 88 MPa E/L : 0.28 à 0.70 Etude de l'effet de filler calcaire, filler de verre et des fibres polypropylenes	Baisse continue de la résistance (à 800°C, 15%) Ecaillage important
Annerel et al. 2007 [8]	Chauffage à 3.5°C/min Température palier : 105, 250, 350 et 550°C Epruvettes cubiques de résistance initiale de 65.9 MPa	Diminution de la résistance résiduelle relative pour atteindre 50% à 550°C Observation de fissures dans les zones de transition
Noumowé et al. 2006 [111]	Montée en température de 0.5°C/min jusqu'à 400°C Essai sur des BAP avec et sans fibres de polypropylène Résistance de 81.3 MPa pour les BAP ss FPP et 75 MPa pour les BAP av FPP	BAP ss FPP : Eclatement (pour tous les bétons) Résistance résiduelle avec FPP : 41 MPa à 400°C
Suite page suivante		

Source	Propriétés	Comportement à HT
Suite...		
Tao et al. 2007 [155]	Chauffage à 5°C/min avec une précharge de 20°C Température palier : 20, 200, 400, 600 et 800°C Etude de BAP avec et sans FPP Essais sur des cubes de résistance initiale de 70 MPa	A 800°C, résistance résiduelle relative : 48% obtenue sur BAP avec FPP Eclatement entre 300 et 450°C sur BAP ss FPP (pour tous les bétons)
Sideris 2007 [147]	Chauffage à 5°C/min Température palier : 100, 300, 500 et 700°C Essais sur éprouvettes cubiques de résistance : 34, 43, 54, 73 MPa 4 classes de résistance : C20/25, C25/30, C30/37 et C50/60	Eclatement observé pour C30/37 et C50/60 compris entre 380 et 458°C (pour tous les bétons) A 700°C, Résistance résiduelle relative : 75% pour tous les BAP testés
Pineaud 2007 [126]	Essais à chaud avec une montée en température de 1°C/min Température de palier : 1200, 250, 400 et 600°C Eprouvettes cylindriques $\phi 10.4 \times 30$ cm Résistance initiale : 40 à 110 MPa	Résistance résiduelle comprise entre 35 et 60 % Résistance à 120°C inférieure à celles des BV avec gain de résistance à 250°C L'augmentation du volume de pâte diminue la résistance en compression entre 120 et 250°C E/L a une faible influence sur l'évolution de la résistance en compression résiduelle relative

Finalement, ces essais ne permettent pas de montrer clairement une différence entre BV et BAP. Néanmoins, à 800°C, la résistance à la compression des BAP est quasiment nulle. Cela s'explique par la décarbonatation du calcaire contenu dans les fillers calcaires qui a lieu vers 750°C. Mais, les paramètres de formulation comme le volume de pâte [126] conduisent à une modification de la résistance.

3.1.2 Stabilité thermique

Noumowé et al. [111] ont étudié la stabilité thermique des BAP HP (BAP à haute performance) avec et sans fibres de polypropylène lors d'un chauffage lent (0.5°C/min jusqu'à 400°C) et lors d'un chauffage rapide (Feu ISO 834 jusqu'à 600°C). Les conclusions sont données dans le tableau 3.3.

Eprouv. cylindriques ($\phi 16 \times 32cm$)	Chauffage lent ($0.5^{\circ}C/min$)	Feu ISO 834
BAP HP ss FPP	Eclatement	Eclatement
BAP HP av. FPP	Aucun désordre	Aucun désordre

Tableau 3.3 – Stabilité thermique des BAP étudiés [111]

Les auteurs [111] ont remarqué que durant un chauffage lent, seuls les BAP à haute performance ont présenté une instabilité, comme observé sur la figure 3.1. Tandis que ces mêmes bétons auxquels ils ont incorporé des fibres de polypropylène ne présentent aucun désordre ou instabilité.

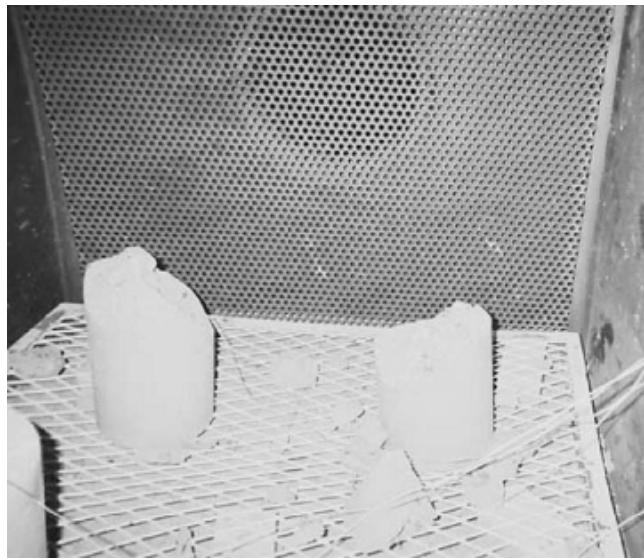


Figure 3.1 – Eclatement explosif des BAP durant un feu ISO 834 [111]

Des éclatements ont été constatés à des températures comprises entre 180 et $250^{\circ}C$. Ces essais confirment que les fibres de polypropylène améliorent le comportement thermique des BHP et des BAP HP. Egalement, lors de chauffage lent, des éclatements explosifs ont été observés.

Ye et al. [166] ont étudié l'influence des fibres de polypropylène sur le comportement des BAP soumis à un feu. Ils préconisent un dosage de 0.5 kg.m^3 afin de réduire suffisamment la pression de pores.

Liu et al. [91] ont étudié l'effet des fibres de polypropylène sur le comportement à haute température de pâte de ciment de BAP (Chauffage à $10^{\circ}C/min$ jusqu'à $500^{\circ}C$). Des éclatements ont été observés sur toutes les surfaces chauffées et cela pour toutes les éprouvettes d'une même formulation et pour le même type de chauffage. Comme Ye et al. ainsi que Noumowé et al. [166, 111], les pâtes de ciment de BAP avec des fibres de polypropylène ne présentent aucune instabilité ou éclatement.

Persson [119] étudie différents rapports Eau/Liant (variant de 0.40 à 0.70) ainsi que l'influence des additions minérales (Filler calcaire et filler de verre) et le dosage en fibres de polypropylène. Les BAP et les BV étudiés ont le même comportement hormis à 800°C car les BAP contiennent des fillers calcaires. Persson [119] observe d'importants éclatements et écaillages qui sont fonction du rapport E/L. Pour une conservation dans l'eau, l'éclatement apparaît pour des E/L inférieurs à 0.40 et dans l'air pour des E/L inférieurs à 0.35. Mais, en confectionnant des BV dans les mêmes conditions de conservation et ayant la même humidité relative, ces BV résistent mieux à l'éclatement que les BAP. Cette remarque est mise en avant par les conclusions de la RILEM [132]. En effet, la RILEM [132] souligne le fait que le risque d'éclatement des BAP est plus important.

Contrairement à Persson [119], Sideris [147] observe des éclatements explosifs pour des rapports E/L de 0.45 et 0.46 correspondant à des BAP HP (résistance de 73 et 54 MPa respectivement) et à des BHP (résistance de 67 et 45 MPa et E/L de 0.43 et 0.46 resp.). Dans cette étude, les BAP possèdent une résistance résiduelle supérieure à celle des BV. Des éclatements sont observés pour tous les bétons testés. Cette remarque rejoint les conclusions des études Feu-Béton [49] et [21] : le risque d'éclatement des BAP est similaire à celui des bétons vibrés.

On peut observer un effet de fillers calcaires sur la stabilité des BAP. Il a été montré dans différentes études [24, 23, 22] que les BAP éclatent significativement plus que les BV ayant le même rapport E/C et les mêmes conditions de conservation. Les éclatements concernent majoritairement des BAP comportant des fillers calcaires et conservés dans l'eau.

L'ajout de fibres de polypropylène diminue le risque d'éclatement des BAP au même niveau que les BV ayant le même rapport E/C. En général, l'effet des fibres (de diamètre 18 ou 32 μm) est favorable pour prévenir l'éclatement, néanmoins, l'un des BAP testés avec des fibres de 18 μm a présenté des éclatements.

Donc, finalement, on observe deux points de vue différents :

1. Les BAP présentent une baisse de résistance à la suite d'un traitement thermique et le risque d'éclatement est plus important que les BV.
2. Les BAP et les BV présentent des risques d'instabilité thermique similaires.

3.1.3 Propriétés physico-chimiques et thermiques

3.1.3.1 Propriétés thermiques

Jansson et al. [69] ont mesuré la conductivité thermique et les champs de température dans trois types de bétons différents : Béton ordinaire ($E/C = 0.70$, $R_{c28} = 38.5$

MPa), BHP ($E/C = 0.28$, $R_{c28} = 114.2$ MPa) et BAP ($E/C = 0.38$, $R_{c28} = 92.3$ MPa). Pour réaliser ces essais, l'auteur [69] utilise différents types de capteurs dont le choix dépend principalement de la taille des éprouvettes et du champ de température :

- Capteur Mica de diamètre 6.631 et 9.719 mm et 60 μm d'épaisseur pour des gammes de température allant de 500 à 1000°C.
- Capteur Kapton de diamètre 6.403, 9.719, 14.61 et 29.52 et 25 μm d'épaisseur pour des gammes de température inférieure à 500.

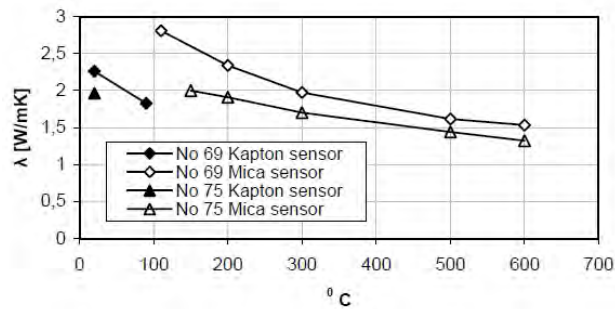


Figure 3.2 – Conductivité thermique des BAP [69]. Le saut observé est dû au changement de capteur de diamètre 9.719 mm Kapton au capteur de diamètre 6.631 mm Mica

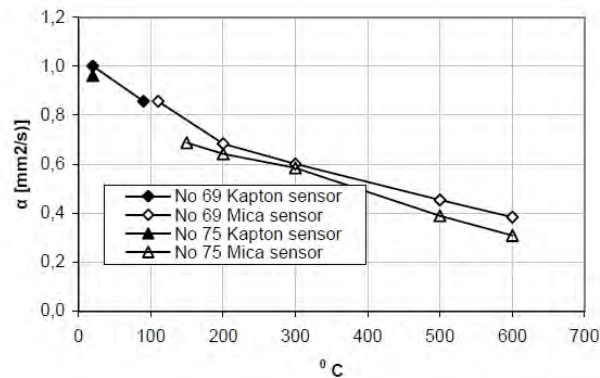


Figure 3.3 – Diffusivité thermique des BAP [69]

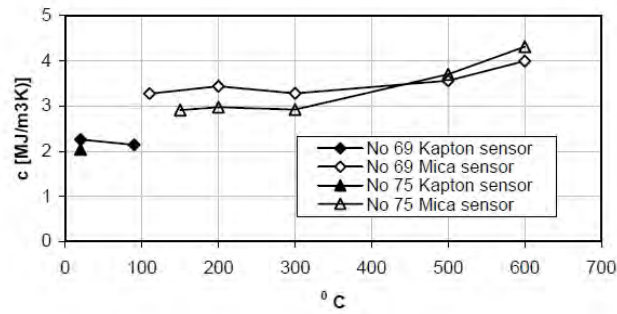


Figure 3.4 – Chaleur spécifique des BAP [69]. Le saut observé est dû au changement de capteur de diamètre 9.719 mm Kapton au capteur de diamètre 6.631 mm Mica

Ces essais ont été réalisés jusqu'à 600°C. Ils montrent que la conductivité des BV est inférieure à celle des BHP et des BAP (voir figure 3.2 et 3.5). Par contre, les BHP et les BAP ont des conductivités très proches. Il faut noter que les BAP testés sont tous des BAP à hautes performances (BAP HP) ce qui pourrait expliquer ce résultat. Il serait intéressant de comparer ces résultats avec des bétons de résistance modérée, mais aucune référence n'a été trouvée. De plus, on n'observe aucune distinction concernant la chaleur spécifique des bétons. Elle semble indépendante du type de béton.

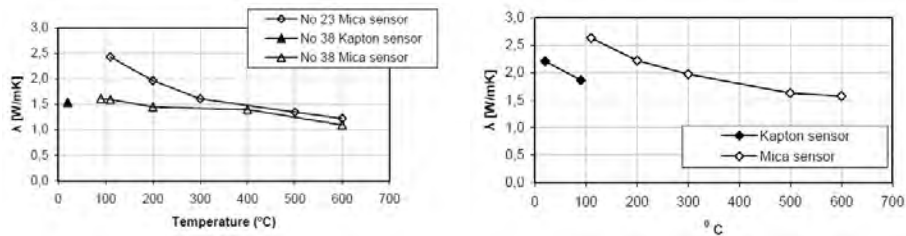


Figure 3.5 – Conductivité thermique des BO (à gauche) et BHP (à droite) [69]

3.1.3.2 Propriétés physico-chimiques

ATD-ATG :

Des analyses thermogravimétriques et thermodifférentielles ont été réalisées par [89, 166] sur différents types de pâtes de ciment (pâtes de BHP, BO et de BAP) (Voir figure 3.6).

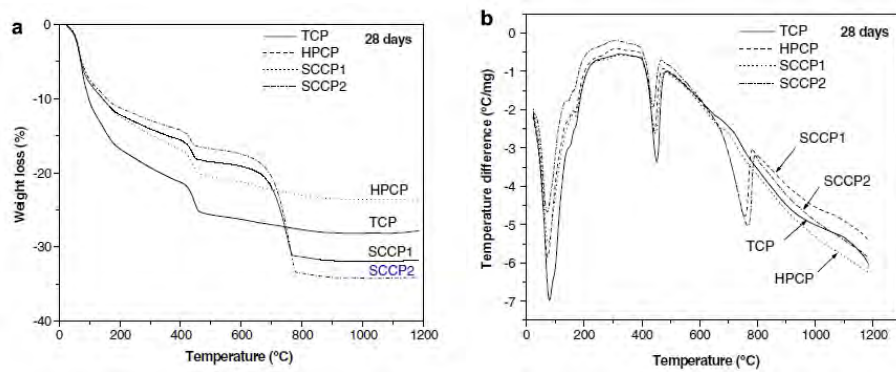


Figure 3.6 – ATG et ATD [166]

On compare des pâtes de ciment de BAP et de BHP. Dans cette étude [89, 166], les BAP testés sont constitués de fillers calcaires. Ainsi, entre 600 et 800°C, la perte de masse des BAP présente une diminution plus importante. Cette baisse est le résultat de la décarbonatation des fillers calcaires : $CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$.

A 800°C, la perte de masse totale est d'environ 30% pour les BAP. Par contre, pour les BHP qui ne contiennent pas de fillers calcaires, la perte de masse totale est de 23%. Ce phénomène est observable par un pic à 700°C sur les ATD, il s'agit essentiellement d'un processus endothermique.

Porosité :

Persson [119] a étudié la modification de la porosité dans des BAP soumis aux températures suivantes : 105, 200, 400 et 600°C. Après le chauffage, le béton est refroidi dans un dessiccateur afin d'éviter toute réhumidification des échantillons par l'humidité ambiante.

Désignation	Formulation BAP				Température (°C) et Porosité (%)			
	Ciment	E/L	FPP ($kg.m^{-3}$)	Fillers	105°C	200°C	400°C	600°C
40AG0	CEM I 42.5	0.40	0	Verre	21.3	21.3	22.3	25.6
40AK0	CEM I 42.5	0.40	0	Calcaire	15.7	15.7	14.7	19.8
40AK2	CEM I 42.5	0.40	2	Calcaire	14.0	15.0	15.6	20.7
40AK4	CEM II 42.5	0.40	4	Calcaire	14.1	15.3	15.0	21.0
55AK0	CEM II 42.5	0.55	0	Calcaire	16.7	17.8	18.3	22.2
70AG0	CEM I 42.5	0.40	0	Verre	15.0	16.3	16.7	22.3
70AK0	CEM I 42.5	0.40	0	Calcaire	13.8	13.2	14.6	18.3

Tableau 3.5 – Evolution de la porosité [119]

Persson constate que la porosité de BAP avec des fillers de verre (40AG0) est plus importante que les autres bétons testés. Une hypothèse est émise afin d'expliquer ce phénomène. Il s'agit de l'expansion thermique du verre. Son expansion est plus grande

que celle du béton. Une autre piste est également étudiée : une alcali-réaction entre le verre et les alcalins du ciment. Une importante augmentation est observée entre 400 et 600°C pour tous les bétons qui est probablement due à la transformation des quartzites et des dépôts d'eau des hydrates de ciment lors de la déshydroxylation de la portlandite.

Une seconde étude s'intéresse à la porosité. Il s'agit de l'étude de Liu et al. [91]. Les auteurs comparent la structure des pores de BAP contenant des FPP à haute température. Les auteurs comparent surtout l'influence des FPP en étudiant des bétons de différents dosages (0, 0.5 et 1 $kg.m^{-3}$) soumis à un chauffage de 10°C/min jusqu'à 500°C.

BAP	Porosité (%)				
	130°C	200°C	300°C	400°C	500°C
0% FPP	10.7	14.1	15.5	17.2	-
0.5% FPP	11.6	13.9	15.3	17.4	22.1
1% FPP	10.2	14.2	15.5	17.3	20.2

Tableau 3.7 – Evolution de la porosité [91]

La porosité obtenue figure dans le tableau 3.7. Après un chauffage à 500°C, on observe une diminution de la porosité avec l'augmentation du dosage en fibres. Les auteurs ne trouvent pas de raison explicite justifiant ces résultats. Néanmoins, une hypothèse est mise en avant : cette différence est peut-être due à la décomposition des hydrates et à l'accroissement des pores ou à la création de fissures due à la pression de pores. En effet, après la fusion des fibres, il reste des canaux qui relient les pores non connectés.

Perméabilité :

L'autre paramètre qui est extrêmement lié à la porosité est la perméabilité. Très peu d'études s'intéressent à cette donnée. Liu et al. [91] ont étudié la perméabilité de pâtes de ciment de BAP sans et avec des fibres de polypropylène. Voici les résultats obtenus (Voir tableau 3.9) :

BAP	Perméabilité ($m^2 \times 10^{-15}$)					
	105°C	130°C	200°C	300°C	400°C	500°C
0% FPP	0.5	0.4	0.2	0.6	2.2	-
0.5% FPP	0.5	0.4	1.4	2.4	2.8	3.0
1% FPP	0.4	0.4	2.4	3.6	4.2	5.2

Tableau 3.9 – Evolution de la perméabilité de BAP [91]

Les perméabilités sont identiques pour une température inférieure à 130°. Au delà

de cette température, la perméabilité augmente avec le dosage en fibres. Plus particulièrement, cette augmentation concerne les BAP avec FPP à 200°C, car les fibres fondent à 171°C. Plus la quantité de fibres est importante, plus la perméabilité augmente.

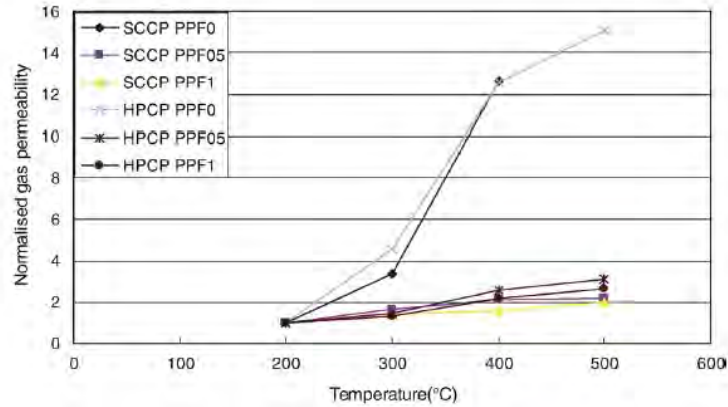


Figure 3.7 – Perméabilité normalisée par rapport à 200°C [91]

Par contre, pour le BAP sans FPP, les différences ne sont pas significatives avant 300°C. Donc, l'ajout de FPP a une influence sur la perméabilité des bétons chauffés à des températures supérieures à 200°C, cette influence est fonction du dosage en fibres. Après investigation, il y a deux raisons qui permettent d'expliquer cette évolution :

- Pour les BAP sans FPP, une importante augmentation est constatée au delà de 300°C. Les fissurations peuvent être considérés comme l'un des principaux facteurs. Suite à des observations microscopiques, une importante présence de micro-fissures à 300°C est observée par Liu et al. [91].
- La seconde explication est sans doute liée à la fusion des fibres pendant le chauffage.

En normalisant la perméabilité à celle obtenue à 200°C (Voir figure 3.7), la perméabilité est plus influencée par la disparition des fibres que par la microfissuration.

La figure 3.8 présente l'influence des fibres sur la perméabilité [91]. La perméabilité normalisée augmente significativement à 200°C. En effet, plus le dosage en fibres est important, plus la hausse est grande. On observe que l'influence des FPP est plus marquée pour les BAP que les BHP. L'effet sur un BAP contenant 0.5 kg.m^{-3} de FPP est similaire à celui d'un BHP avec 1 kg.m^{-3} de FPP. Après 200°C, la perméabilité normalisée tend à diminuer. A 400°C, on attend le même niveau de perméabilité pour toutes les formulations testées. En effet, les fibres de polypropylène influencent la perméabilité entre 105 et 300°C. Au delà de 300°C, l'état de dégradation devient le même pour tous les bétons.

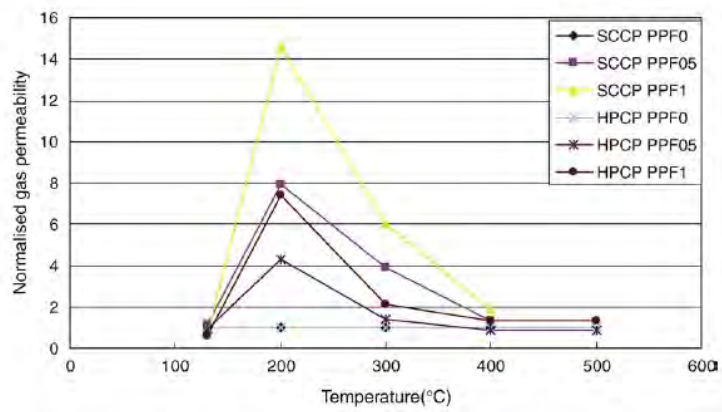


Figure 3.8 – Perméabilité normalisée par rapport aux bétons sans FPP [91]

3.2 Conclusions sur les BAP soumis à de hautes températures

Finalement, à travers ces études, on constate que la conductivité thermique des BAP à hautes performances sont similaires à celles des BHP. Les propriétés de transfert (porosité et perméabilité) sont aussi dégradées avec l'élévation de la température. Concernant la résistance des BAP, la différence avec les BV n'est pas mise en avant, mais certaines études ont montré qu'au delà de 700°C, la résistance en compression des BAP est très faible à cause de l'utilisation de fillers calcaires, qui subissent une décarbonatation à 750°C.

Cependant, les BAP semblent présenter un comportement instable plus important que les BV. La probabilité d'éclatement se retrouve réduite si la teneur en eau est faible. Cet état est toutefois difficile à atteindre, car la perméabilité des BAP est très faible, le séchage est extrêmement long. Donc, pour l'utilisation de BAP, il est recommandé de prendre des précautions. Ces précautions sont de différentes natures :

- L'utilisation de barrière thermique entre le feu et le béton. Ces barrières ont pour rôle de limiter la température et les gradients thermiques au sein du béton.
- L'utilisation de fibres de type polypropylène dans le béton (de diamètre inférieur à 100 μm et un dosage compris entre 0.5 et 1.5 kg.m^{-3}). Car, la fusion de ces fibres avec l'élévation de température conduit à des modifications des propriétés de transfert.

Mais, des tests doivent toujours être effectués pour s'assurer de la stabilité du béton employé.

Conclusion de la partie bibliographique

Cette synthèse bibliographique a été menée pour réaliser un état de l'art sur les bétons soumis à des températures élevées. Nous nous sommes intéressés aux caractéristiques de conception et de réalisation des BAP, ainsi que le comportement mécanique à température ambiante de ces derniers. A cela, il faut ajouter l'étude du matériau béton après un chauffage à haute température et plus particulièrement à celui des BAP.

Le béton autoplaçant est apparu dans les années 90 au Japon. Le BAP est un béton très fluide, dont la spécificité est de se mettre en place sans vibration, sous le seul effet de son poids propre. Son utilisation contribue à améliorer les conditions de travail sur chantier. Les BAP se composent d'un grand volume de pâte riche en fines associé à une faible proportion de granulats dont la fluidité est améliorée par l'utilisation de superplastifiants et éventuellement d'agent de viscosité. A l'état durci, les propriétés mécaniques et physico-chimiques sont influencées par la composition. La microstructure des BAP diffère de celle des BV. L'ajout de additions minérales améliore la distribution des tailles de pores ce qui conduit à une densification de la microstructure. Du point de vue mécanique, l'emploi d'additions minérales multiplie le site de nucléation améliorant la résistance au jeune âge. A long terme, le comportement mécanique peut être comparé aux BV. Mais, dans certains cas, le volume de pâte élevé peut avoir un effet réel mais limité sur le comportement mécanique entraînant soit une augmentation, soit une diminution de ces propriétés.

A partir des données expérimentales sur le comportement à haute température des bétons, il est possible de distinguer différents comportements. L'élévation de température modifie les propriétés mécaniques et physico-chimiques des bétons. En particulier, on observe une augmentation de la porosité, associée à celle de la perméabilité. Tous ces phénomènes sont liés à des transformations physico-chimiques et, notamment à une déshydratation et à une décomposition des hydrates (associées à une perte de masse). A cela s'ajoute l'incompatibilité pâte-granulats qui entraîne l'apparition de microfissures. Mais, l'incompatibilité peut être réduite en modifiant la nature du granulat employé. Concernant les propriétés mécaniques en fonction de la température d'exposition, leur évolution est très variable et très complexe avec une grande dispersion des résultats. On

constate soit des gains ou soit des pertes de résistance. Des hypothèses sont avancées pour expliquer la variation des propriétés. Mais, l'origine microstructurale de ces variations n'est pas encore bien comprise. De plus, l'étude bibliographique fait apparaître une action favorable des fibres de polypropylène sur le risque d'éclatement (amélioration de la perméabilité avec la formation de pores capillaires expliquée par la fusion des fibres).

Concernant les BAP soumis à de hautes températures, l'étude bibliographique ne permettent pas de montrer clairement une différence des propriétés mécaniques entre BV et BAP. Néanmoins, les propriétés mécaniques et physico-chimiques sont influencées par la composition, et notamment la nature de l'addition minérale. Certaines études ont montré un risque d'éclatement des BAP plus élevé que pour les BV. Or, d'autres études observent un risque d'instabilité thermique similaire entre les BAP et les BV. Mais, l'ajout de fibres de polypropylène réduit le risque d'instabilité. Concernant les propriétés thermiques et physico-chimiques, les BAP et BHP possèdent des comportements analogues, hormis à 800°C (phénomène de décarbonatation des fillers calcaires). Les propriétés de transfert (porosité et perméabilité) comportent peu de résultats, néanmoins, la bibliographie souligne la dégradation de ces propriétés avec l'élévation de la température.

L'étude du comportement à haute température des bétons présente une évolution des propriétés mécaniques très variable et très complexe. Que ce soit pour les BAP ou les BV, la bibliographie ne permet pas de définir une évolution précise. Notre objectif est donc d'établir une comparaison des propriétés mécaniques entre les BAP et les BV, mais également d'en définir leur évolution avec l'élévation de la température.

L'étude bibliographique montre clairement que le comportement à haute température des bétons dépend très étroitement des modifications microstructurales et physico-chimiques qui se produisent au sein du matériau. Mais le lien entre ces modifications à l'échelle de la microstructure et le comportement macroscopique du béton n'est pas encore clairement établi. Notre objectif est donc également de relier le comportement macroscopique à l'étude de la microstructure.

L'utilisation de granulats légers limite la perte des propriétés mécaniques et réduit l'incompatibilité pâte-granulats. Mais, le comportement de BAP de granulats légers n'a jamais été réalisé. Notre objectif est donc d'étudier le comportement à haute température de béton autoplaçant réalisé avec des granulats légers.

Nous proposons dans la suite du document d'étudier le comportement à haute température de 2 BAP et d'un BV issus du PN B@P. Nous nous intéressons aux bétons du PN B@P car ces bétons ont fait l'objet d'une étude poussée tant à l'état frais qu'à l'état durci. L'étude de 2 BAP nous permet d'avoir 2 bétons de résistance différents auxquels nous comparons un BV de résistance proche d'un des 2 BAP. Les bétons testés vont nous permettre de comparer le comportement mécanique et microstructural des BAP à celui du BV de résistance modérée. Du point de vue du matériau, nous allons

étudier le comportement mécanique (Résistance à la compression, à la flexion et module d'élasticité) et les propriétés physiques (Porosité, perméabilité) des BAP soumis à de hautes températures après refroidissement des éprouvettes à la suite d'un chauffage lent. Parallèlement à l'étude des propriétés mécanique, nous allons nous intéresser à la microstructure des BAP. Nous allons réaliser des observations microscopiques au MEB associée à une analyse d'images, suivi d'analyses thermiques. Ces résultats seront étudiés en parallèle des propriétés mécaniques et physiques. Pour compléter cette étude, des essais seront réalisés pour caractériser le comportement à haute température de BAP de granulats légers. Cette étude va comporter à la fois des essais mécaniques (résistance à la compression, à la flexion), des essais physiques (porosité), des observations microscopiques au MEB couplées à une analyse d'image et des analyses thermiques.

Deuxième partie

Caractérisation mécanique et physique des BAP de granulats ordinaires à haute température

Sommaire

5.1	Les matériaux	70
5.1.1	Le ciment	70
5.1.2	Les additions minérales	70
5.1.3	Les adjuvants	71
5.1.4	Les granulats	71
5.2	Compositions retenues	73
5.3	Fabrication et conditionnement	74
5.3.1	Fabrication	74
5.3.2	Essais sur Bétons frais	75
5.3.3	Conditionnement	76
5.4	Traitement thermique	78
5.4.1	Cycle de température	78
5.4.2	Disposition dans le four	81
5.5	Essais macrostructuraux	81
5.5.1	Essai de compression - module d'élasticité	81
5.5.2	Essai de flexion	83
5.5.3	Mesure de la perte de Masse	84
5.5.4	Porosimétrie à l'eau	84
5.5.5	Perméabilité	86

5.1 Les matériaux

5.1.1 Le ciment

Le tableau 5.1 présente la composition minéralogique et les principales caractéristiques physiques des ciments utilisés. Nous utilisons un CEM I pour les bétons de résistance 40 MPa et un CEM II/B pour celui de 25 MPa.

Type de ciment	CEM I 52.5 N CE CP2 NF	CEM II/B-(LL-S) 32.5 R CE CP2 NF
Site	Villier au Bouin	Gaurain
<i>Composition de Bogues</i>		
C_3S	66.9	70.23
C_2S	10.7	7.66
C_3A	8.4	8.43
C_4AF	7.6	7.22
<i>Propriétés physiques</i>		
Densité absolue	3.13	3.04
Surface de Blaine ($m^2.g^{-1}$)	359	348.3
Résistance σ'_{c28} (MPa)	61.3	47.8

Tableau 5.1 – Compositions minéralogiques et principales caractéristiques physiques des ciments employés données par les fournisseurs (σ'_{c28} : Résistance moyenne en compression à 28 jours, sur éprouvettes prismatiques $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ selon EN 196-1)

L'emploi d'un ciment de type R est utilisé afin d'obtenir des résistances aux jeunes âges élevées et pour pouvoir démouler et manutentionner les éprouvettes sans problèmes et sans les abîmer.

5.1.2 Les additions minérales

Fillers Calcaires

Nous utilisons des fillers calcaires BETOCARB P2-MX de la société *Omya*[®] conformes à la norme NF P 18-508 [105]. Le tableau 5.2 résume les principales caractéristiques de ces fillers.

Site	Maxey sur Vaise
<i>Analyse chimique</i>	
$CaCO_3$ (%)	98.4
SiO_2 (%)	0.2
Na_2O (%)	0.009
Soufre (%)	0.041
<i>Propriétés physiques</i>	
Densité absolue	2.6
Densité apparente	0.6
Surface de Blaine ($m^2.g^{-1}$)	755
Indice d'activité i_{28}	0.80
Fines < 63 μm (%)	96.1
Fines < 125 μm (%)	99.9
Fines < 2 mm (%)	100

Tableau 5.2 – Caractéristiques physico-chimiques des fillers calcaires employés.

5.1.3 Les adjuvants

Un superplastifiant de type CIMFLUID 2002 à base de polycarboxylate modifié a été employé pour assurer une fluidité satisfaisante pour les différentes formulations. Il appartient à la famille des superplastifiants hautement réducteurs d'eau. Sa masse volumique à 20°C est de 1100 kg/m^3 , son pH est de 7, l'extrait sec est de 34.76 %. Le dosage conseillé varie de 0.2 à 2 kg pour 100 kg de ciment.

Un agent de viscosité de type COLLAXIM RT a été également utilisé pour améliorer la robustesse des bétons auoplaçants au repos face aux risques de ressuage et de ségrégation. Ce produit est conforme à la norme EN 206-1 [104]. Sa masse volumique à 20°C est de 970 kg/m^3 , son pH est de 7.8, l'extrait sec est de 1.77. Le dosage conseillé varie de 0.05 à 0.5 kg pour 100 kg de ciment.

5.1.4 Les granulats

Nous utilisons des granulats silico-calcaires en provenance de Achères dans le département 78. La figure 5.1 représente les analyses granulométriques réalisées sur les graviers et le sable utilisés dans les formulations.

Le sable utilisé possède un module de finesse de 2.7, ce qui correspond à un sable

possédant une granularité courante, avec une bonne proportion d'éléments fins.

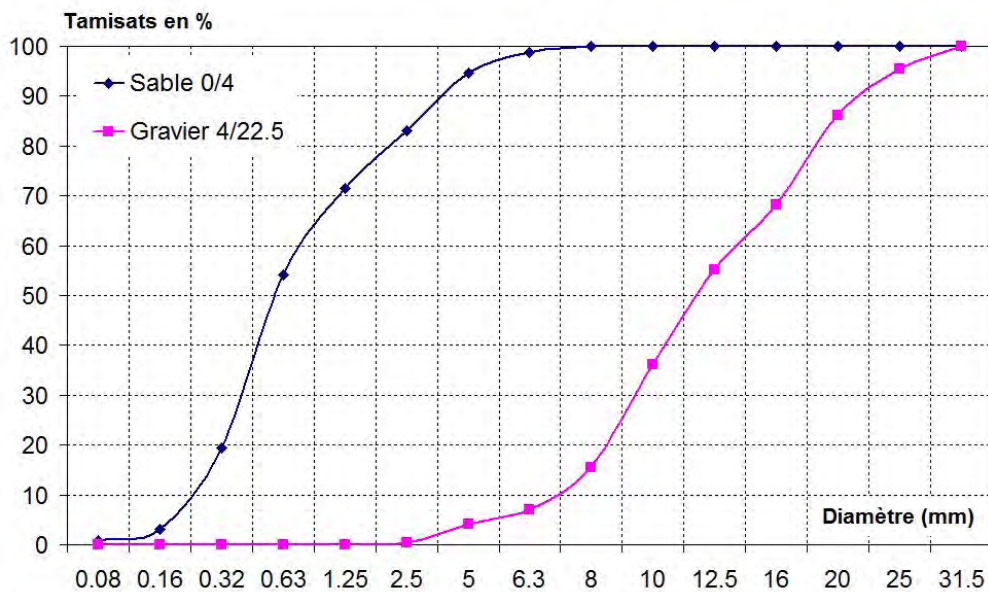


Figure 5.1 – Analyse granulométrique des granulats utilisés

Les granulats utilisés sont des granulats semi-concassés de type silico-calcaire (S 0/4 et G 4/22.5) conformes à la norme NF EN 12620+A1 [103]. Les caractéristiques sont présentées dans le tableau 5.3.

Type de granulats	0/4 SC	4/22.5 SC
<i>Analyse Chimique</i>		
SiO_2 (%)	75	70
$CaCO_3$	20	25
Feldspaths (%)	4	5
Autres minéraux (%)	Traces	Traces
<i>Propriétés physiques</i>		
Densité absolue	2.6	2.54

Tableau 5.3 – Caractéristiques physico-chimiques des granulats

5.2 Compositions retenues

Comme mentionné auparavant, l'objectif de cette étude est de mieux comprendre le comportement à haute température des BAP. Nous comparons pour cela le comportement à haute température de deux BAP (BAP 25 et BAP 40) et d'un BV (BV 40). Ces trois bétons ont été formulés dans le cadre du projet national B@P [129] ce qui nous permet de disposer d'une importante base de données concernant leurs propriétés. Leurs compositions sont présentés dans le tableau 5.4.

$1m^3$	BAP 25	BAP 40	BV 40
CEM I 52.5 N	-	350	373
CEM II 32.5 R	328	-	-
Filler Calcaire	225	130	-
Sable 0/4	795	857	913
Gravier 4/22.5	745	742	790
Eau efficace	199	200	202
Slump test (cm)	65	71	19
Volume de pâte (litres)	393.4	361.8	321.2
E/Liant	0.52	0.52	0.54
E/C	0.61	0.57	0.54
E/Poudre	0.36	0.42	0.54
Filler/Liant	0.59	0.34	0
G/S	0.94	0.87	0.87
M_{eau}/M_{beton} (%)	8.86	8.78	8.87
Résistance réelle à 90 jours (MPa)	37	54	41

Tableau 5.4 – Compositions des bétons étudiés

Les deux types de béton sont formulés à partir des mêmes constituants (hormis le ciment qui a été adapté à la résistance en compression visée), avec un squelette granulaire quasi-identique et un rapport Eau/liant de 0.49, 0.52 et 0.54 (liant : $C + k.A$ avec $k = 0.25$ et A : dosage en filler calcaire). Le dosage en adjuvant a été ajusté de manière à obtenir un étalement supérieur à 65 cm pour les BAP [129, 2, 50].

5.3 Fabrication et conditionnement

5.3.1 Fabrication

Les bétons autoplaçants sont très sensibles à la teneur en eau. Les matériaux de base sont à la même température que le local de fabrication. La teneur en eau des granulats et du sable est mesurée afin d'ajuster la quantité d'eau à introduire dans le malaxeur. Les formulations sont réalisées dans un malaxeur de type Couvrot à pale rotative dont la contenance est de 90 litres.

La fabrication se déroule comme suit :

- Prémouillage du malaxeur pour limiter une absorption supplémentaire de l'eau de gâchage par les parois du malaxeur,
- Introduction des constituants solides en commençant par les graviers, le sable, puis les fillers calcaires et pour finir le ciment.
- Malaxage puis introduction de l'eau et des adjuvants conformément à la procédure indiquée à la figure 5.2.

D'après les travaux de A. LOUKILI (pour le PN B@P [129]), il est nécessaire d'avoir un temps de malaxage supplémentaire qu'en centrale. En effet, des essais en laboratoire ont montré qu'une durée de malaxage supérieure semblait être nécessaire pour atteindre les mêmes propriétés rhéologiques qu'en centrale et cela sans remettre en cause la procédure utilisée en centrale.

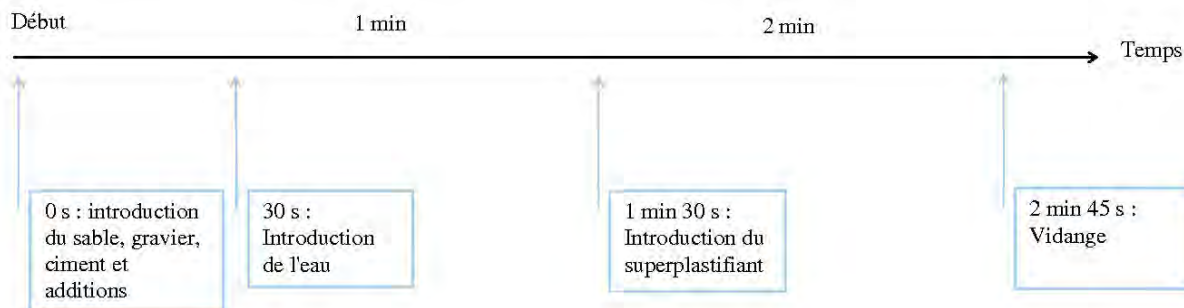


Figure 5.2 – Temps de malaxage

Pour les bétons vibrés (BV), la réalisation des moules est fonction du mode de vibration. Nous confectionnons les éprouvettes en deux couches : la première durant

laquelle on vibre 15" à la table vibrante et la seconde couche, durant 20". Pour les BAP, la vibration est inutile.

5.3.2 Essais sur Bétons frais

A partir du mélange obtenu, il faut procéder à différents essais afin de caractériser les BAP confectionnés et de vérifier qu'il n'y a pas d'écart trop important entre les différentes gâchées d'un même béton. Pour cela, nous utilisons les tests recommandés par l'AFGC [3].

Essai d'étalement (Slump Flow) :

Cet essai caractérise la fluidité du béton. Nous fixons un étalement de 65 cm minimum. Toute composition dont l'étalement est inférieur à 65 cm est écartée afin d'assurer une reproductibilité entre les différentes gâchées.

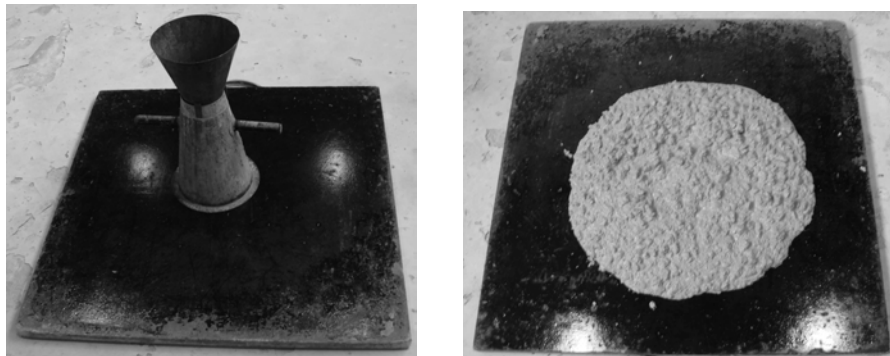


Figure 5.3 – Essai d'étalement

Essai de la boîte en L :

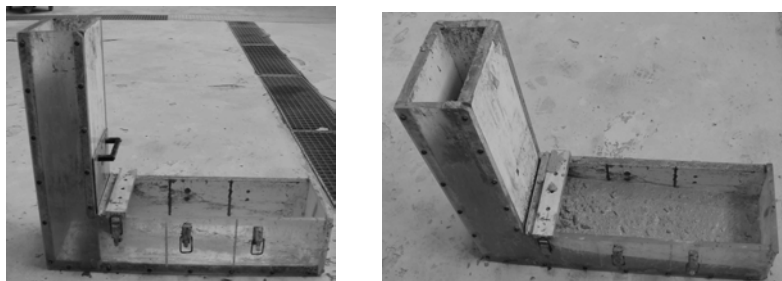


Figure 5.4 – Essai de la boîte en L

Lors de cet essai, il est recommandé d'avoir un taux de remplissage supérieur à 80% [3]. C'est un indicateur de la ségrégation. Pour réaliser l'essai, la partie vertical de la boîte est remplie. Les recommandations préconisent d'attendre 1 minute avant d'ouvrir la trappe. Nous avons utilisé une boîte en L avec deux barres. Ce cas correspond à des ouvrages d'usage courants comme les bâtiments. Lorsque le béton ne s'écoule plus, on mesure les hauteurs H1 et H2.

Essai de stabilité au tamis :

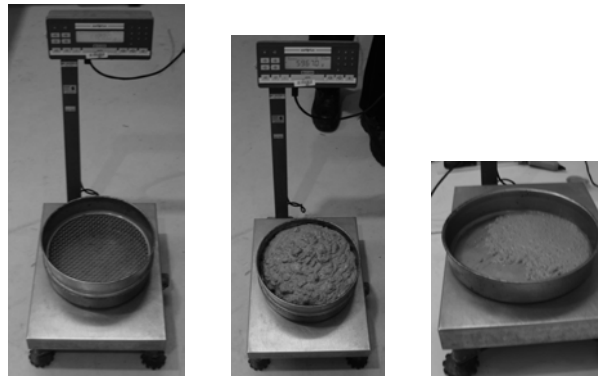


Figure 5.5 – Essai de stabilité au tamis

A travers cet essai, on peut quantifier le pourcentage en poids de laitance. Il caractérise le risque de ségrégation. Pour la réalisation de cet essai, il faut verser 10 litres de BAP dans un seau et le couvrir pour le protéger de la dessiccation pendant 15 minutes. Après 15 minutes, il faut verser $4.8 \text{ kg} \pm 0.2 \text{ kg}$ de béton sur le tamis à une hauteur de chute de $50 \text{ cm} \pm 5 \text{ cm}$ et relever la masse de béton traversant le tamis. Le but est de déterminer la quantité de laitance dans le fond.

Synthèse des résultats obtenus :

En complément des contrôles de ces différents essais, nous contrôlons la masse volumique du béton frais entre chaque gâchée réalisée pour la même formulation. Les valeurs fournies (Voir tableau 5.5) sont prises avec une tolérance de $\pm 10 \text{ kg.m}^{-3}$. Au delà de cette tolérance, les gâchées sont mises de coté.

5.3.3 Conditionnement

A partir de ces bétons, des éprouvettes cylindriques $\phi 16 \times 32 \text{ cm}$ et $\phi 15 \times 30 \text{ cm}$ ainsi que des éprouvettes prismatiques $10 \times 10 \times 40 \text{ cm}$ ont été confectionnées. Des gâchées différentes ont dû être réalisées pour chaque cycle de chauffage-refroidissement.

Caractéristiques	BAP 25	BAP 40	BV 40
Étalement ou affaissement(mm)	650	715	190
Taux de remplissage (%)	87.5	81.8	-
Hauteur H1 (cm)	8	11	-
Hauteur H2 (cm)	7	9	-
% Laitance	4.68	8.723	-
Masse laitance (kg)	0.227	0.456	-
Masse Echantillon (kg)	4.684	5.222	-
Masse volumique béton frais ($kg.m^{-3}$)	2457	2506	2406

Tableau 5.5 – Caractéristiques à l'état frais des 3 bétons testés

La masse volumique du béton frais et l'étalement (ou l'affaissement pour le BV) ont été mesurés pour chaque gâchée d'un même béton. Les écarts obtenus sont systématiquement inférieurs à 1%.

Les conditions de conservation des éprouvettes sont les suivantes (Critères fournis par la RILEM [156]) :

1. Toutes les éprouvettes doivent être conservées pendant les 7 premiers jours après réalisation à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$:
 - Dans leur moule, pendant 24 heures (± 4 heures),
 - Démoulage et conservation sans échange hydrique pendant les 6 autres jours.
2. Puis, conservation dans des sacs plastiques où il y aura une humidité de 100 % (grâce à de l'eau),
3. Les éprouvettes sont âgées d'au moins 90 jours au moment des essais mécaniques,
4. Les éprouvettes ne sont pas laissées à l'extérieur (condition ambiante) plus de 2 heures avant de réaliser les essais.

Après confection, les éprouvettes ont été protégées par un couvercle plastique et conservées à température ambiante durant 7 jours. Ensuite, elles sont démoulées et mises dans des sacs étanches à température ambiante (Voir figure 5.6). Les essais mécaniques sont réalisés suivant les recommandations RILEM [156], après au moins 90 jours de conservation.



Figure 5.6 – Présentation des conditions de conservation des différentes éprouvettes

5.4 Traitement thermique

5.4.1 Cycle de température



Figure 5.7 – Four utilisé pour les traitements thermiques

Pour étudier le comportement à haute température des bétons, il est nécessaire d'appliquer des traitements thermiques. Pour cela, nous pratiquons des vitesses de chauffage faibles ($1^{\circ}\text{C}/\text{min}$), qui correspondent aux vitesses recommandées par la RILEM [156] pour les dimensions d'éprouvettes utilisées.

Afin de réaliser ces cycles de chauffage, nous utilisons un four d'une capacité d'un mètre-cube. Il est piloté par un régulateur connecté à un thermocouple placé dans le four. Une ventilation est associée au chauffage pour brasser l'air et ainsi avoir une température uniforme dans le four. Pour piloter les essais, le four est couplé à une centrale d'acquisition automatique qui permet l'enregistrement des températures via des thermocouples à l'intérieur du four. Tout cela est relié à un ordinateur pour la sauvegarde des résultats.

Nous appliquons quatre cycles de chauffage-refroidissement de 20°C à différentes températures de palier : 150, 300, 450 et 600°C . La première phase du cycle se compose d'une rampe de montée en température de vitesse égale à $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$. La seconde est un palier de température dans le four durant une heure. La dernière phase est une rampe de refroidissement jusqu'à la température ambiante. Les vitesses de montée et de descente en température se réfèrent aux recommandations du comité technique TC-129 de la RILEM [156].

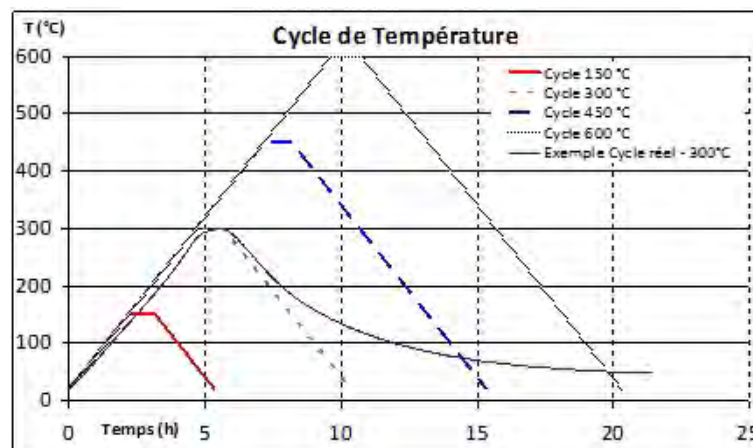


Figure 5.8 – Cycles de chauffage-refroidissement

La figure 5.8 présente les évolutions de la température en fonction du temps au cours des 4 cycles de chauffage étudiés. Les températures de consigne sont indiquées, ainsi que l'évolution réelle de la température au cours d'un cycle de chauffage à 300°C . On observe que la température réelle est très proche de la température de consigne au cours de la montée et du palier ; en revanche, le refroidissement est plus lent, ce qui limite les risques de choc thermique. Cette température est relevée grâce à un thermocouple disposé à la surface d'une éprouvette. Il s'agit de thermocouples de type K (nickel-chrome) résistant à de hautes températures.

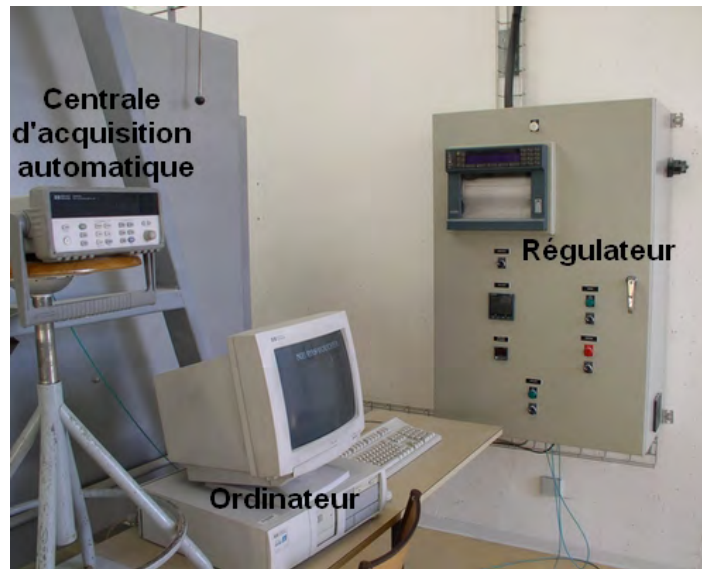


Figure 5.9 – Dispositif d'acquisition

5.4.2 Disposition dans le four

Pour chacune des compositions et chacun des cycles de chauffage, on dispose dans le four, onze éprouvettes de béton. Ce lot est composé de quatre éprouvettes cylindriques $\phi 16 \times 32$ cm, d'une éprouvette cylindrique $\phi 15 \times 30$ cm découpée en 4 tranches d'épaisseur régulière de 5 cm pour la mesure de la perméabilité et de trois éprouvettes prismatiques $10 \times 10 \times 40$ cm.

Parmi les éprouvettes cylindriques, une est utilisée pour déterminer la résistance à la compression afin de calibrer les essais de détermination des modules d'élasticité. Ensuite, trois éprouvettes sont utilisées pour mesurer le module d'élasticité et aussi pour déterminer la résistance à la compression résiduelle. Les éprouvettes prismatiques servent à la mesure de la traction par flexion 4 points. Les essais de traction par flexion sont utilisés pour considérer à la fois la fissuration et la résistance à la flexion.

L'ensemble des éprouvettes est disposé de manière symétrique et régulière de façon à avoir une répartition de chaleur homogène. Le dessin de la figure 5.10 illustre la disposition des éprouvettes dans le four.

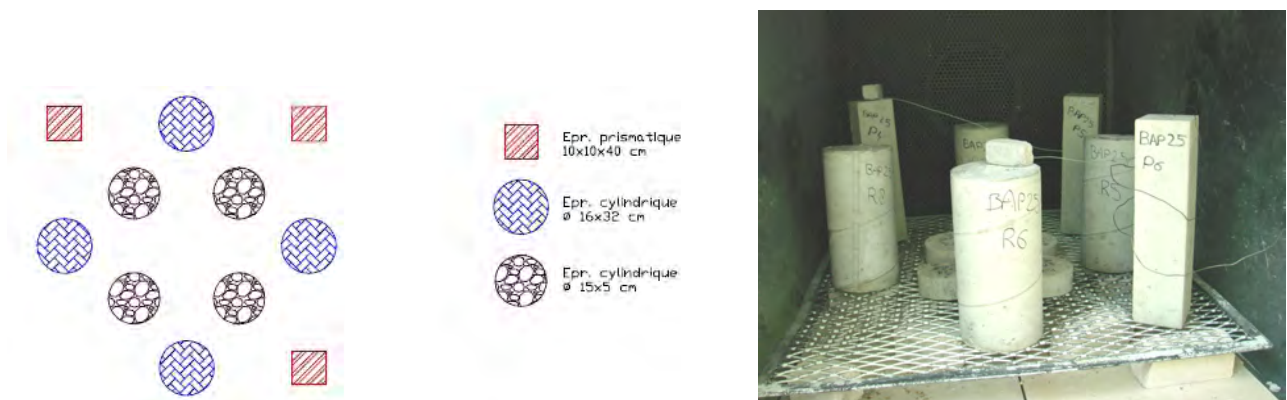


Figure 5.10 – Disposition des éprouvettes dans le four (Vue de dessus) et éprouvettes dans le four

5.5 Essais macrostructuraux

5.5.1 Essai de compression - module d'élasticité

Après le traitement thermique, les éprouvettes sont conditionnées pour réaliser les essais mécaniques. Pour les essais de détermination du module d'élasticité et de résistance à la compression, les éprouvettes sont surfacées avec du soufre qui est préalablement chauffé jusqu'à sa température de liquéfaction. Puis, une fois les éprouvettes surfacées, il faut attendre au moins 2 heures pour réaliser l'essai mécanique. Ce délai sert au durcissement du soufre. Or, la recommandation émise par la RILEM stipule que les essais doivent être réalisés dans les deux heures suivant la sortie des éprouvettes du four. Pour cela, les éprouvettes sont ré-emballées dans des sacs plastiques étanches

pour limiter au maximum les échanges hydriques entre l'éprouvette et l'air ambiant. Au bout de ces deux heures, nous pouvons procéder aux essais proprement dits. Ils sont réalisés sur une presse mécanique de 3500 kN assistée par ordinateur.



Figure 5.11 – Presse hydraulique utilisée

La résistance en compression d'une des quatre éprouvettes cylindriques $\phi 16 \times 32$ cm est tout d'abord déterminée conformément à la norme NF EN 12390-3 [101]. Cette valeur aide à quantifier l'effort à appliquer sur les éprouvettes afin de déterminer le module d'élasticité. La mesure du module d'élasticité est ensuite effectuée sur les éprouvettes $\phi 16 \times 32$ cm restantes.

Le test consiste en 3 cycles de chargement-déchargement entre 0.5 MPa et le tiers de la résistance en compression du béton déterminée préalablement. Les vitesses de montée en charge et de déchargement sont de 0.5 MPa/s. Après 3 cycles, l'éprouvette est soumise à un chargement jusqu'à la ruine. Le module d'élasticité est alors déterminé en prenant la moyenne des modules sécants obtenus sur les courbes de chargement des 2 derniers cycles [159].

Pour réaliser cet essai, le casque d'extensométrie est nécessaire : il est composé de deux anneaux disjoints se fixant grâce à six pointeaux à vis situés à 120° l'une de l'autre. Ces anneaux distants de 160 mm permettent grâce à trois capteurs de déplacement de type LVDT situés sur des génératrices espacées de 120° de mesurer le déplacement re-

latif lors de l'essai. Ces capteurs ont une course de 2 mm et une précision de 1 μm . Ils sont reliés à un conditionneur délivrant une tension électrique de 10 volts, lui même relié à un ordinateur pour l'enregistrement des données. La résistance en compression du béton est déterminée en effectuant la moyenne des valeurs obtenues sur les quatre éprouvettes cylindriques $\phi 16 \times 32 \text{ cm}$.

Pour les essais réalisés à 20 °C, le module résulte d'une moyenne sur 5 éprouvettes et la résistance en compression d'une moyenne sur 6 éprouvettes.



Figure 5.12 – Eprouvette mise en place sur la presse hydraulique pour déterminer la résistance à la compression et le module d'élasticité

5.5.2 Essai de flexion

Les conditions de conservation des éprouvettes à la sortie du four sont les mêmes que celles citées précédemment. La norme NF EN 12390-5 [102] est respectée pour caractériser la résistance en flexion des bétons. Cet essai est réalisé sur 3 éprouvettes prismatiques $10 \times 10 \times 40 \text{ cm}$ pour chaque cycle de chauffage. Cet essai est assez simple à réaliser et permet de déterminer la résistance en traction par flexion 4 points. Pour cela, la formule permettant d'obtenir la contrainte de rupture en traction par flexion est la suivante :

$$R_f = \frac{F_f \cdot l}{b^3} \quad (5.5A)$$

Où, F est la charge maximale appliquée par la presse sur l'éprouvette prismatique. l, la longueur de l'éprouvette prismatique (30 cm) et b, la dimension de la section (10 cm).

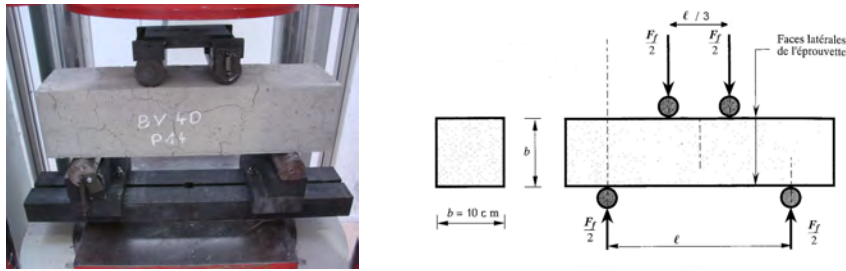


Figure 5.13 – Epreuve mise en place dans la presse hydraulique pour déterminer la résistance en traction par flexion 4 points

5.5.3 Mesure de la perte de Masse

La perte de masse est un indicateur important des dégradations au sein du matériau, et notamment de la perte en eau. La masse des éprouvettes est mesurée avant et après chaque cycle de chauffage-refroidissement.

La masse est mesurée sur les différentes tailles d'éprouvettes c'est-à-dire les éprouvettes cylindriques $\phi 16 \times 32$ cm, les éprouvettes prismatiques $10 \times 10 \times 40$ cm, ainsi que les éprouvettes utilisées pour la perméabilité $\phi 15 \times 5$ cm.

De la fabrication au traitement thermique, les éprouvettes subissent diverses manipulations et divers phénomènes qui se produisent lors de la prise et durant le gain de résistance. Pour rendre compte de ces différents phénomènes, les éprouvettes sont pesées à différents temps : à l'issue du coulage pour calculer la masse volumique réelle, puis au démoulage des éprouvettes, avant de réaliser le traitement thermique et pour finir, après le traitement thermique à la sortie du four. Les mesures permettent de renseigner, en complément de l'observation des éprouvettes, sur la perte d'eau du béton testé. Cela est également mis en corrélation avec les éventuels écaillages et éclatements constatés lors des cycles de chauffage-refroidissement.

5.5.4 Porosimétrie à l'eau

La densité et la porosité totale des différents bétons sont étudiées. Ces propriétés sont mesurées avant et après traitement thermique. La technique utilisée est une variante de la porosité à l'eau par pesée hydrostatique recommandée par l'AFREM [4]. Elle donne la valeur globale de la porosité totale mais ne permet pas de déterminer la distribution des pores. Les échantillons testés sont prélevés sur les éprouvettes après les essais mécaniques et, pour chaque champ de température, l'essai est réalisé sur trois échantillons. Ils sont conservés dans des sacs étanches, puis mis dans une étuve à une température de 75°C jusqu'à masse constante. Nous avons choisi cette température afin de réduire l'effet de la température sur les hydrates pour les échantillons de référence. Car, dès 80°C , la déshydratation des C-S-H et de l'ettringite débute. Les échantillons

prélevés représentent quelques centimètres-cubes.



Figure 5.14 – Echantillons utilisés pour la détermination de la porosité à l'eau

Lorsque les échantillons sont entièrement secs, ils sont immergés dans l'eau. Des mesures de masse sont effectuées au fil du temps jusqu'à saturation complète. Nous considérons qu'un échantillon est saturé ou sec lorsque l'écart entre deux mesures successives de masse espacées de 24 heures est de l'ordre de la précision de la balance utilisée, soit 0.01 g. Une fois que l'échantillon est saturé, une pesée en état saturé immergé est réalisée sur une balance hydrostatique puis elle est suivie du pesage en état saturé après avoir essuyé l'échantillon avec un linge pour enlever les surplus d'eau de la surface. Les échantillons testés sont ceux issus des chauffages à 150°C, 300°C, 450°C et 600°C, en plus des échantillons non chauffés. Compte tenu de la fragilité et de la friabilité des échantillons chauffés à la température de 600°C, les résultats obtenus à cette température sont moins précis. Concernant la pesée, il est nécessaire d'avoir une balance très précise pour réduire les erreurs de mesures, ainsi, nous avons utilisé une balance de 3 kg avec une précision de 0.01 g disposant d'un crochet pour réaliser les pesées hydrostatiques.

La porosité est déterminée selon l'équation (5.5B) :

$$\epsilon = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{V} = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{M_{sat} - M_{sat}^{imm}} \quad (5.5B)$$

Où, M_{sat} et M_{sat}^{imm} sont la masse saturée d'un échantillon mesurée dans l'air et dans l'eau respectivement. M_{sec} est la masse sèche obtenue après séchage à l'étuve.

A partir des mêmes éléments, il est possible de calculer la densité apparente ρ_d des échantillons (équation (5.5C)).

$$\rho_d = \frac{M_{sec}}{V} = \frac{M_{sec}}{M_{sat} - M_{sat}^{imm}} \quad (5.5C)$$

Pour chacune de nos formulations et pour chaque cycle de chauffage refroidissement, nous testons au minimum trois échantillons. La valeur retenue est la valeur moyenne. Nous avons également comparé les valeurs obtenus par cette méthode (variante de celle proposée par l'AFREM) à celle proposée par l'AFREM. Un écart de 1.5 points a été observé, avec des valeurs légèrement supérieures pour les valeurs de l'AFREM.

5.5.5 Perméabilité

La perméabilité au gaz des bétons est en général supérieure à la perméabilité à l'eau. Elle joue un rôle important lors du stockage de gaz dans des réservoirs en béton, ou de stockage de déchets radioactifs. Elle peut être utilisée pour évaluer la durabilité de bétons. Ainsi, la perméabilité sert pour le contrôle de la qualité des ouvrages en béton.

La perméabilité mesurée est la perméabilité apparente. Elle résulte de la loi de « Hagen-Poiseuille » (Voir équation 5.5D)

$$k = \eta \frac{2.Q.p_0.l}{A.(p^2 - p_a^2)} \quad (5.5D)$$

Avec,

k : Perméabilité apparente [m^2]

A : section de l'éprouvette [m^2]

Q : Débit de gaz [$m^3.s^{-1}$]

l : Epaisseur de l'éprouvette dans la direction de l'écoulement

η : Viscosité dynamique du gaz d'essai [Pa.s] (Di-azote à 20°C, $\eta : 1.76 \times 10^{-5} Pa.s$)

p : Pression absolue à l'entrée [Pa]

pa : Pression absolue à la sortie [Pa]

p_0 : Pression à laquelle le débit est mesuré [Pa.s] (habituellement, $p=p_0$)

Pour déterminer la perméabilité apparente des bétons, nous utilisons un perméamètre CEMBUREAU (Voir figure 5.15). Il s'agit d'un perméamètre à charge constante. Dans des cellules d'essai qui permettent une étanchéité complète des surfaces de l'enveloppe, des disques cylindriques sont exposés d'un côté à un gaz inerte sous pression élevée. Le volume du gaz s'écoulant est mesuré sur le côté opposé [84].

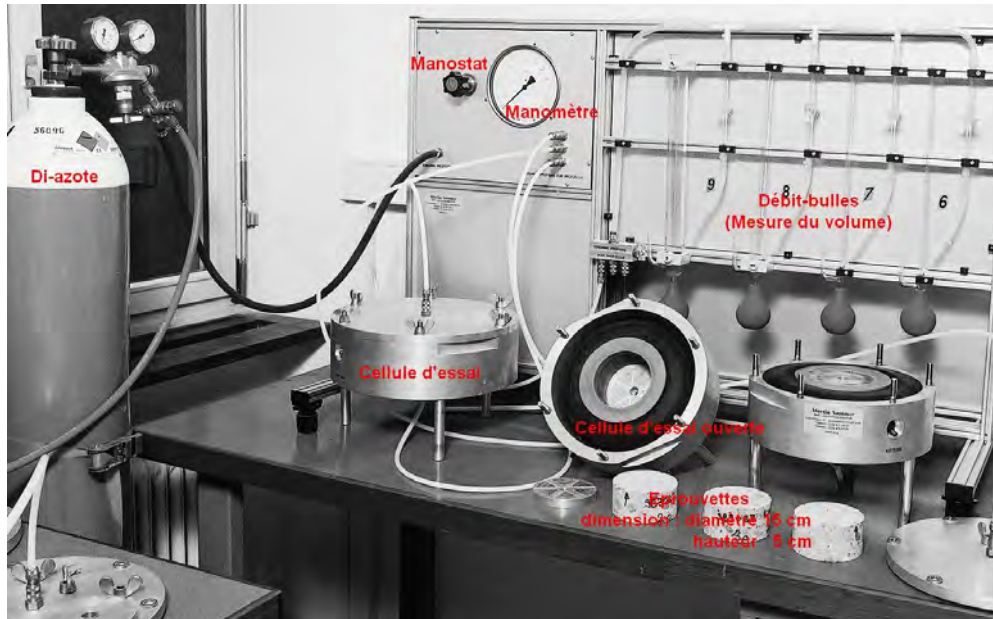


Figure 5.15 – Perméamètre à charge constante : Perméamètre CEMBUREAU

Pour mesurer la perméabilité des bétons, on confectionne des éprouvettes cylindriques $\phi 15 \times 30$ cm sur lesquelles sont découpés des échantillons cylindriques $\phi 15 \times 5$ cm. Seuls les échantillons situés en partie centrale de l'éprouvette (a, b, c et d) sont retenus pour les mesures (voir figure 5.16). Avant de réaliser le traitement thermique, les éprouvettes sont pesées, référencées et mises dans le four en même temps que les autres éprouvettes servant à réaliser les essais mécaniques.

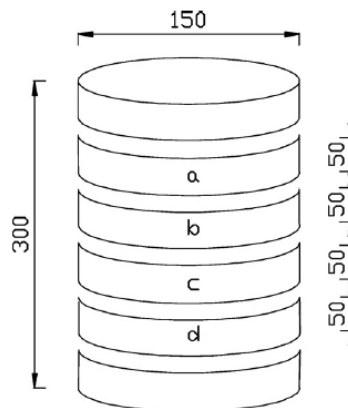


Figure 5.16 – Découpage des éprouvettes pour les essais de perméabilité

La perméabilité résiduelle obtenue après application des différents cycles chauffage refroidissement a été déterminée et comparée à celle des éprouvettes ayant subi un séchage jusqu'à masse constante par étuvage à 75°C [4, 31]. Les éprouvettes étuvées sont conservées dans des sacs étanches pendant 24 h avant de réaliser l'essai. Les es-

sais doivent être réalisés $24\text{h}\pm 4\text{h}$ après leur sortie du four. Cela permet de conserver les mêmes conditions hydriques pour toutes les éprouvettes. En effet, à l'état humide, les bétons sont dans une large mesure étanches à l'air et au gaz, donc la perméabilité augmente en même temps que le taux d'humidité diminue. Par exemple, un béton ordinaire saturé présente une perméabilité au gaz inférieure à un BHP. C'est pourquoi les échantillons doivent autant que possible être séchés avant d'effectuer une mesure.

Le perméamètre CEMBUREAU fournit la perméabilité apparente k_a du matériau dépendante de la pression d'injection, calculée en utilisant l'équation 5.5D. Pour déterminer la perméabilité intrinsèque k_v , on utilise la correction proposée par Klinkenberg [80], définie par l'équation (5.5E).

$$k_a = k_v \cdot \left(1 + \frac{b^*}{\bar{P}}\right) \quad (5.5E)$$

Avec : k_a : Perméabilité apparente (m^2), k_v : Perméabilité intrinsèque (m^2), b^* : Coefficient de Klinkenberg (fonction de la porosité, du gaz utilisé et calculé par interpolation linéaire) et \bar{P} : Pression moyenne (Pa).

Pour mesurer la perméabilité, nous avons suivi les recommandations fournies par l'AFREM [4]. Dans un premier temps, il est nécessaire de recouvrir la surface latérale des éprouvettes d'un film adhésif d'aluminium. Ce film améliore l'étanchéité latérale et aide à obtenir un flux unidirectionnel dans la cellule d'essai. A partir de là, nous pouvons disposer l'éprouvette dans la cellule d'essai, puis procéder à sa fermeture en pensant à mettre tous les éléments indispensables comme la chambre à air latérale et les deux disques striés de part et d'autre de l'éprouvette. Une fois fermée, il faut gonfler la chambre à air à une pression d'au moins 8 bars (soit 0.8 MPa) à l'aide du manomètre à main. Cette pression doit être au moins égale à trois fois la pression d'injection maximale exercée. Cette étape termine la mise en place de la cellule d'essai. Ensuite, le gaz est injecté dans la cellule et la perméabilité peut être mesurée une fois que le régime est devenu stationnaire.

D'après l'AFREM, il faut utiliser trois pressions différentes au minimum pour déterminer la perméabilité apparente des matériaux. Cette pression d'injection est ajustée afin de pouvoir mesurer une pression en sortie et ainsi relever le débit correspondant. Le temps d'écoulement du gaz dans le débit-mètre doit être compris entre 20 et 60 secondes. A partir de la valeur relevée, plusieurs autres mesures sont effectuées à intervalles réguliers de 10 minutes. Si l'écart entre 2 mesures est inférieure à 5%, nous estimons que l'écoulement du gaz à travers l'échantillon se fait de manière stable et, donc nous avons un écoulement stationnaire.

Pour les échantillons étuvés à 75°C et chauffés à 150 et 300°C , la perméabilité apparente se fait en fonction de trois pressions d'injection de 1.5, 2 et 2.5 bars et cela

quelle que soit la formulation testée.

Pour les traitements thermiques de 450 et de 600°C, les échantillons présentent des fissurations assez importantes, avec pour les échantillons à 600°C, un gonflement de l'éprouvette à cause de la dilatation des granulats présents dans le béton. L'écoulement des gaz est alors souvent turbulent. Pour obtenir un débit mesurable, il est nécessaire de baisser la pression d'injection du gaz à travers l'échantillon. Ces pressions sont choisies de manière à avoir un temps d'écoulement mesurable.

Caractérisation mécanique et physique des bétons

Sommaire

6.1	Propriétés à température ambiante	92
6.2	Résistance en compression	93
6.3	Module d'élasticité	97
6.4	Résistance en traction par flexion	101
6.5	Perte de masse	104
6.6	Porosité à l'eau et Densité	107
6.6.1	Porosité à l'eau	107
6.6.2	Densité apparente	110
6.7	Perméabilité aux gaz	113
6.8	Stabilité thermique	118

6.1 Propriétés à température ambiante

Les propriétés mécaniques (résistance à la compression, à la flexion et module d'élasticité) et l'étalement des bétons testés avant traitement thermique sont présentés dans la tableau 6.1 et sont comparés aux valeurs obtenues durant le Projet National PN B@P.

	BAP 25	BAP 40	BV 40
Bétons testés			
Etalement (cm)	65	71	19
R_c (MPa)	36.6	53.7	40.8
R_f (MPa)	4.4	5.9	4.7
Module d'élasticité (GPa)	36.111	39.006	43.935
PNB@P			
R_c (MPa)	37.4	56	42
Etalement (cm)	68	68	-

Tableau 6.1 – Propriétés mécaniques initiales à 90 jours et comparaison avec le PN B@P

Nous observons dans le tableau 6.1 que les dispersions obtenues pour la résistance à la compression et pour le module d'élasticité des 2 BAP sont plus faibles que celle du BV. Cela est dû à la forte homogénéité et reproductibilité des BAP en comparaison des BV. La dispersion obtenue pour le BV est importante. Cependant, malgré la dispersion, les valeurs moyennes obtenues dans notre étude pour tous les bétons sont très proches de celles trouvées dans le PN B@P.

6.2 Résistance en compression

Composition	Eprouvettes	Température (°C)				
		20	150	300	450	600
BAP 25	ép. 1 [MPa]	34.6	37.4	51.2	23.9	6.4
	ép. 2 [MPa]	36.7	36.8	38.8	Ecl.	Ecl.
	ép. 3 [MPa]	38.6	31.1	42.6	Ecl.	7.6
	ép. 4 [MPa]	err.	27.4	38.1	17.0	7.5
	moy. [MPa]	36.6	33.2	42.7	20.5	7.2
	ec.tp	2.0	4.8	6.1	4.9	0.7
	$R_c/R_{c20^\circ C}$	1.00	0.91	1.17	0.56	0.19
BAP 40	ép. 1 [MPa]	55.5	39.7	52.8	Ecl.	Ecl.
	ép. 2 [MPa]	51.0	45.1	50.0	Ecl.	8.2
	ép. 3 [MPa]	54.6	40.1	51.7	24.7	8.9
	ép. 4 [MPa]	err.	43.7	51.5	22.8	8.6
	moy. [MPa]	53.7	42.1	51.5	23.7	8.5
	ec.tp	2.4	2.7	1.1	1.4	0.3
	$R_c/R_{c20^\circ C}$	1.00	0.78	0.96	0.44	0.16
BV 40	ép. 1 [MPa]	46.9	35.3	41.2	18.3	6.0
	ép. 2 [MPa]	35.8	35.9	36.5	17.5	5.8
	ép. 3 [MPa]	39.7	36.2	37.1	22.1	5.5
	ép. 4 [MPa]	err.	err.	err.	20.9	4.4
	moy. [MPa]	40.8	35.8	33.7	19.7	5.8
	ec.tp	5.7	0.5	1.9	2.1	0.2
	$R_c/R_{c20^\circ C}$	1.00	0.88	0.83	0.48	0.14

Tableau 6.2: Résistance à la compression

Le tableau suivant 6.2 présente les résistances en compression obtenues à 20°C et après les différents traitements thermiques pour l'ensemble des bétons testés. Sur ce tableau, certaines valeurs sont notées « Ecl. ». Cette notation indique que nous n'avons pas pu mesurer la résistance car l'éprouvette a subi un éclatement. Suite à ces instabilités thermiques, la résistance en compression a été déterminée sur au minimum

2 éprouvettes pour les BAP 25 et BAP 40 (à 450°C, avec 2 éprouvettes et à 600°C, avec 3 éprouvettes). Une autre notation est également présente (err.) : cela correspond aux valeurs non prises en compte dans le calcul de la moyenne car, la valeur présente un écart trop important (supérieure à 25%) par rapport à la moyenne des autres éprouvettes. Dans notre étude, les valeurs écartées sont inférieures aux autres valeurs obtenues. Ces valeurs peuvent s'expliquer par un mauvais surfaçage.

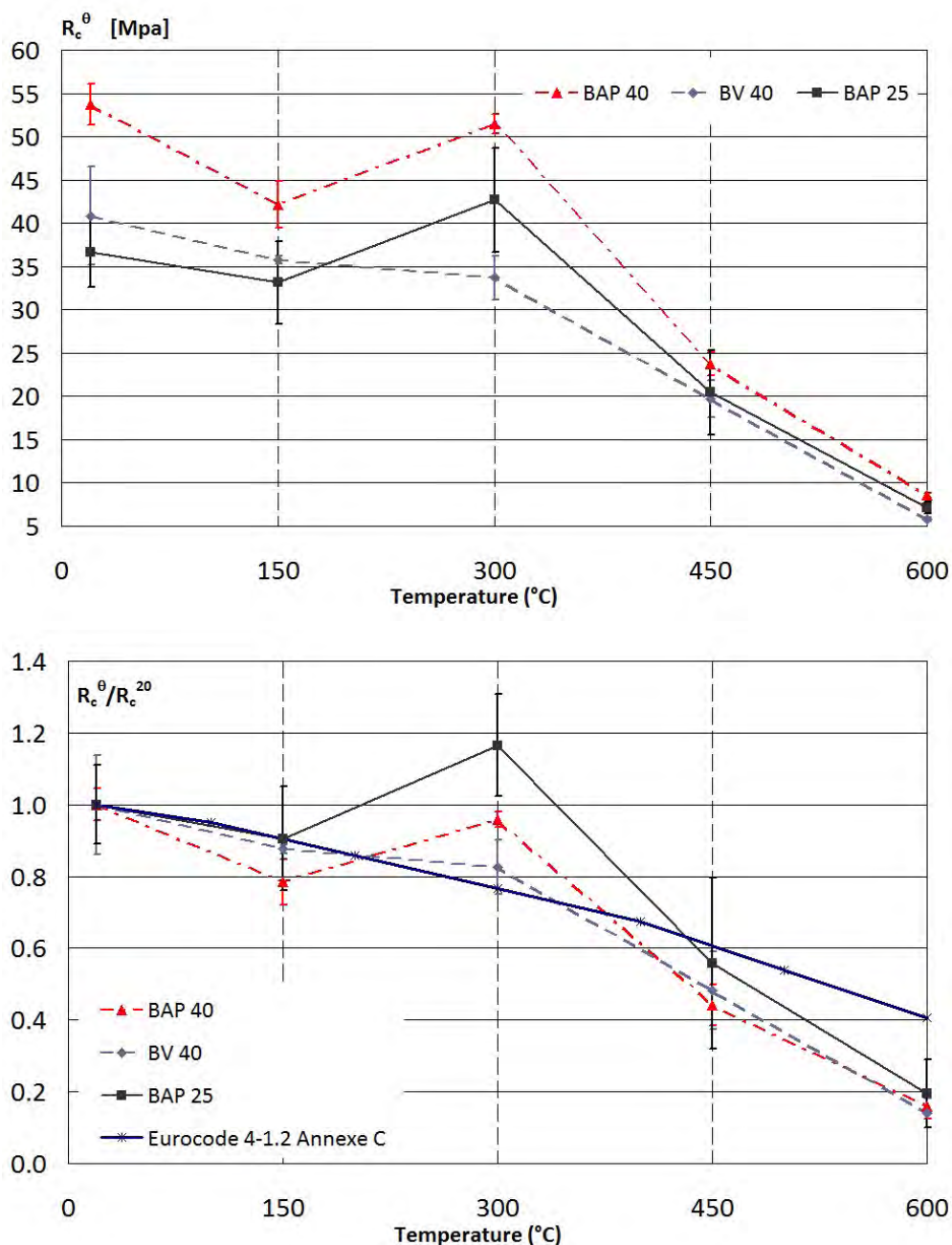


Figure 6.1 – Variation de la résistance résiduelle en compression

La figure 6.1 présente la variation de la résistance en compression des différentes formulations étudiées en fonction de la température du cycle. Ces résultats sont comparés avec la courbe de l'annexe C de l'Eurocode 4.1.2 [45] représentant l'évolution de la résistance relative résiduelle en compression en fonction de la température et établie pour des bétons vibrés. Sur ces courbes figurent également l'écart-type par rapport à la valeur moyenne obtenu pour chaque température. De plus, nous normalisons nos résultats avec la valeur initiale mesurée à 20°C.

Le comportement des BAP diffère de celui du béton vibré. Pour ce dernier, on observe une décroissance monotone de la résistance en compression relative. Cette décroissance est tout d'abord modérée puis s'accélère à partir de 300°C. En revanche, pour les deux BAP, après une diminution modérée de résistance entre 20° et 150°C, on observe une augmentation importante de la résistance en compression relative entre 150 et 300°C. Cette augmentation de résistance représente un gain de 25 % entre 150 et 300°C. Au delà de 300°C, on observe une diminution importante de la résistance en compression relative pour tous les bétons. A 600°C, les valeurs de résistance sont très faibles, les bétons ont des résistances inférieures à 10 MPa.

Par ailleurs, toutes les résistances résiduelles relatives en compression mesurées sont inférieures aux valeurs retenues par la réglementation [45], hormis à 300°C pour tous les bétons testés.

La baisse de la résistance entre 20 et 150°C a déjà été observée sur des bétons ordinaires et des BHP [38, 77]. D'après Khoury [77], cette baisse correspond à une réduction des forces de cohésion de type Van der Waals entre les couches de $C - S - H$. Cela réduit l'énergie de surface des gels et conduit à la formation possible de groupes silanols ($Si - OH : OH - Si$) qui ont la particularité de présenter des forces de liaison plus faibles.

L'autre point est le gain de résistance entre 150 et 300 °C. Différentes hypothèses ont été émises dans la littérature afin d'expliquer cette augmentation. Dias et al. [38] attribuent cela à une hydratation supplémentaire de la matrice cimentaire due à la migration de l'eau déliée dans les pores. Dans une autre étude, Khoury [77] suppose que les groupes silanols perdent une partie des liens avec l'eau, ce qui entraîne la création d'éléments plus courts et plus forts de siloxane ($Si - O - Si$) avec, probablement des énergies de surface plus grandes qui contribuent à l'augmentation de la résistance. Cela a été constaté par des essais de micro-dureté (nano-indentation dans l'interface pâte-granulats) effectués par Xu [165]. Ces essais mettent en avant une fragilité supplémentaire de l'aurole de transition.

Les hypothèses précédentes ne permettent pas d'expliquer la différence entre les BAP et le béton vibré. Toutefois, cette différence de comportement n'est pas observée systématiquement dans la littérature [30, 21, 49]. De plus, l'augmentation de résistance en compression entre 150 et 300°C a déjà été observée sur des bétons vibrés

[75, 123, 133, 171, 93].

Au delà de 450°C, tous les bétons testés présentent une baisse de résistance importante. Nous observons des quantités importantes de micro-fissures qui peuvent être expliquées par la déshydroxylation de la portlandite [38] et d'autres phénomènes comme l'incompatibilité des déformations pâtes-granulats, la déshydratation des hydrates autre que CH. A 600°C, la baisse de résistance est due à une dégradation couplée de la matrice cimentaire et à un début de désagrégation des granulats causant une fissuration importante [125].

6.3 Module d'élasticité

Les valeurs des modules d'élasticité obtenues à température ambiante et après les différents traitements thermiques sont présentées dans le tableau 6.3.

Composition	Eprouvettes	Température (°C)				
		20	150	300	450	600
BAP 25	ép. 1 [GPa]	35.420	28.910	18.874	4.101	0.664
	ép. 2 [GPa]	36.190	27.523	18.441	Ecl.	Ecl.
	ép. 3 [GPa]	36.722	30.542	18.892	Ecl.	0.628
	moy. [GPa]	36.111	30.542	18.061	3.047	0.551
	ec.tp	0.655	1.512	1.071	0.746	0.058
	$E_{\theta}/E_{20^{\circ}C}$	1.00	0.80	0.50	0.10	0.02
BAP 40	ép. 1 [GPa]	38.725	31.574	19.121	Ecl.	0.506
	ép. 2 [GPa]	39.864	32.337	20.991	3.512	0.495
	ép. 3 [GPa]	38.429	34.134	18.704	4.089	0.513
	moy. [GPa]	39.006	31.956	20.056	3.800	0.505
	ec.tp	0.758	0.540	1.322	0.746	0.009
	$E_{\theta}/E_{20^{\circ}C}$	1.00	0.82	0.51	0.10	0.01
BV 40	ép. 1 [GPa]	40.105	30.231	15.726	4.058	0.359
	ép. 2 [GPa]	44.000	30.788	18.307	3.286	0.332
	ép. 3 [GPa]	47.700	28.221	17.331	3.972	0.376
	moy. [GPa]	43.935	29.747	17.122	3.772	0.357
	ec.tp	3.798	1.350	1.303	0.423	0.021
	$E_{\theta}/E_{20^{\circ}C}$	1.00	0.68	0.39	0.10	0.01

Tableau 6.3: Module d'élasticité

La figure 6.2 présente les courbes contrainte-déformation obtenues pour le BAP 40 pour les différentes températures d'essais.

Les courbes obtenues à 20 et 150°C montrent un comportement en compression quasiment linéaire et réversible. En revanche, pour les températures d'essais plus éle-

vées, une déformation irréversible apparaît à l'issue du premier déchargement. Cette déformation irréversible est faible à 300°C mais elle devient de plus en plus importante avec l'augmentation de température. Elle résulte de l'ouverture de nombreuses fissures initiées par le chauffage. Les deux derniers cycles de chargement-déchargement, à partir desquels la mesure de module est effectuée, présentent un comportement plus élastique.

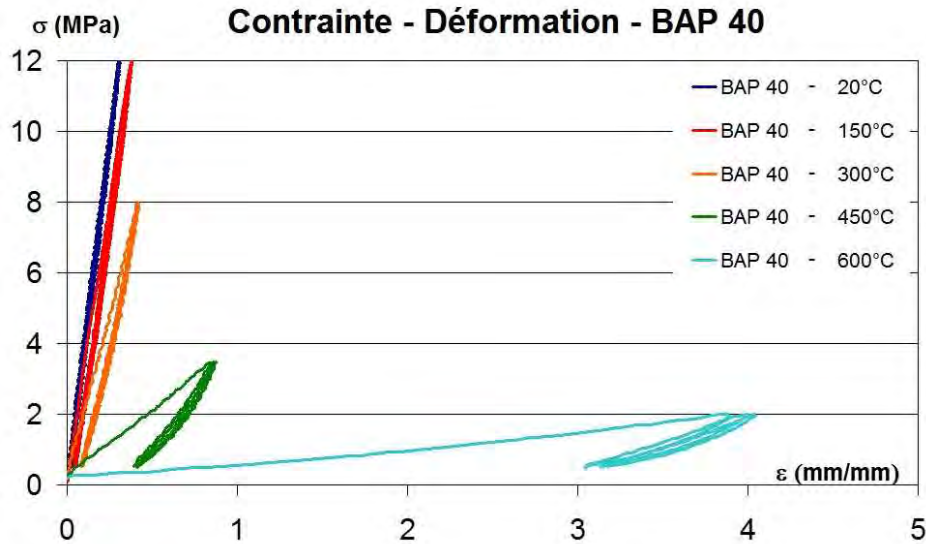
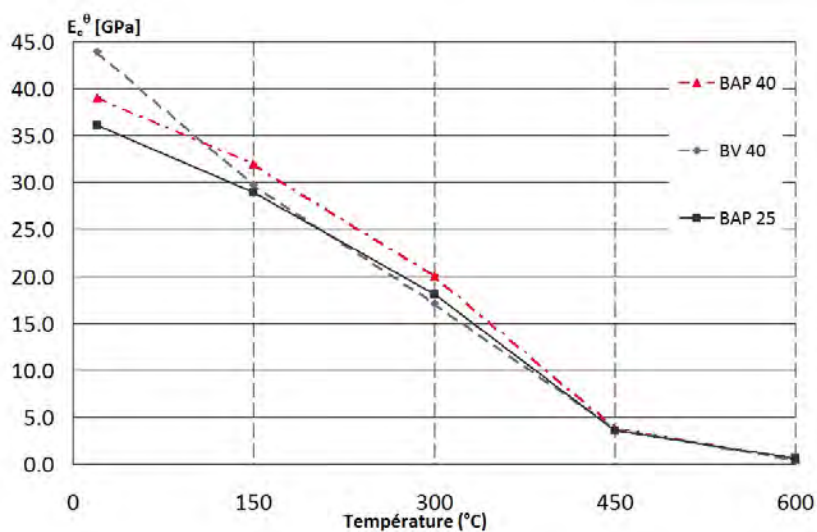


Figure 6.2 – Courbe contrainte - déformation du BAP 40

On observe une diminution de la pente de chaque courbe, et donc du module d'élasticité, avec l'augmentation de la température. Cette baisse du module résulte de l'endommagement produit par le chauffage.



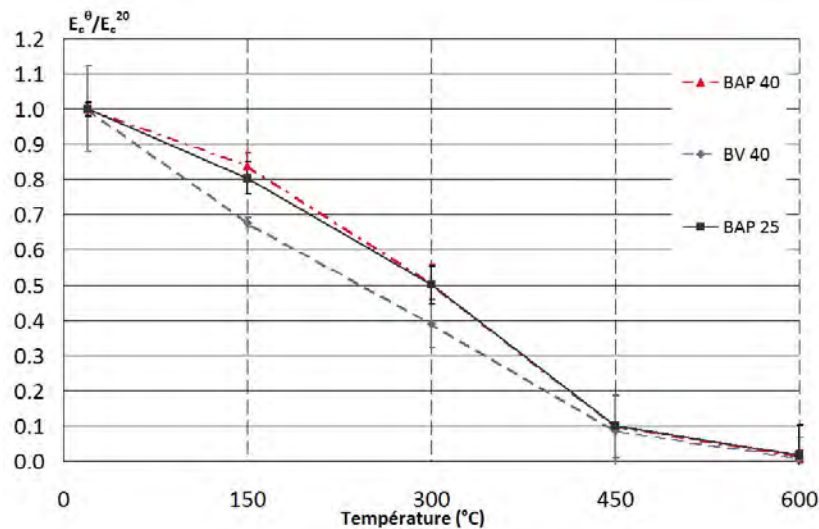


Figure 6.3 – Variation du module d'élasticité résiduel en fonction de la température

La variation du module d'élasticité résiduel relatif des différentes formulations de béton en fonction de la température est présentée sur la figure 6.3.

Différentes études concernant l'étude de l'évolution du module d'élasticité ont été menées [108, 158, 56, 75] et ont montré que le module d'élasticité décroît avec l'augmentation de la température. Hager-Gaweska [56] montre dans ses travaux que le rapport E/C n'influence pas l'évolution du module d'élasticité.

Dans notre étude, contrairement aux résistances mécaniques, le module d'élasticité du béton est régulièrement détérioré par le chauffage dès 150°C. Les variations du module d'élasticité sont comparables pour les BAP et pour le BV, bien que la diminution du module d'élasticité soit plus prononcée pour ce dernier entre 20 et 150°C. Cette détérioration est quasi-linéaire jusqu'à 450°C. Après un chauffage à 450°C, les éprouvettes de béton présentent des rigidités très faibles.

Sur la figure 6.3, entre 20 et 300°C, nous observons une diminution progressive du module. Tous les BAP possèdent un module supérieur à 50% du module initial, par contre, le module relatif du béton vibré est légèrement inférieur. Cette diminution peut s'expliquer par l'apparition de fissures (microfissuration) sur les éprouvettes testées et bien entendu par la déshydratation qui entraîne une augmentation de la porosité contribuant à l'endommagement du béton.

Au-delà de 300°C, une forte diminution du module est observée (90% de perte du module à 450°C). Phan [123] a constaté lors de ses travaux une perte de module de l'ordre de 70% au delà de 300°C pour tous les bétons (avec des rapports E/C allant de 0.22 à 0.57), et Kanema [75] a trouvé une baisse de plus de 95% pour les BHP et 85% pour les autres bétons. A 600°C, la valeur du module d'élasticité est très faible : les

valeurs varient entre 0.4 et 0.6 GPa. L'écart-type mesuré sur des éprouvettes chauffées à 450 et 600°C sont autour de 13% pour 450°C et autour de 11% pour 600°C. Donc en prenant en compte la dispersion, la rigidité des bétons est quasiment inexistante, on peut considérer comme négligeable le modules au delà de 450°C.

Pour Tolentino [158], la baisse du module d'élasticité est due à l'augmentation du volume poreux dans le béton et aussi à la fissuration de la zone interface pâte-granulats.

Quelle que soit la température, le module d'élasticité relatif du BV reste inférieur à celui des BAP. Mais, comme pour la résistance à la compression et à la traction, on ne peut généraliser ces résultats à tous les BAP et BV.

6.4 Résistance en traction par flexion

Le tableau suivant 6.4 présente les résistances résiduelles obtenues par flexion 4 points des bétons étudiés.

Composition	Eprouvettes	Température (°C)				
		20	150	300	450	600
BAP 25	ép. 1 [MPa]	4.5	3.8	3.1	1.8	0.4
	ép. 2 [MPa]	4.7	3.9	3.8	1.6	0.6
	ép. 3 [MPa]	3.9	3.7	3.6	1.4	0.4
	moy. [MPa]	4.4	3.8	3.5	1.6	0.5
	ec.tp	0.4	0.1	0.4	0.2	0.1
	$R_f/R_{f20^\circ C}$	1.00	0.87	0.80	0.37	0.11
BAP 40	ép. 1 [MPa]	5.2	4.9	4.6	2.1	0.4
	ép. 2 [MPa]	6.3	4.8	4.6	2.3	0.6
	ép. 3 [MPa]	6.3	4.6	4.7	1.7	0.6
	moy. [MPa]	5.9	4.8	4.6	2.1	0.5
	ec.tp	0.6	0.2	0.1	0.3	0.1
	$R_f/R_{f20^\circ C}$	1.00	0.81	0.78	0.35	0.16
BV 40	ép. 1 [MPa]	5.1	4.1	4.2	2.2	0.5
	ép. 2 [MPa]	4.8	3.6	3.9	1.9	0.6
	ép. 3 [MPa]	4.2	4.1	4.2	2.3	0.6
	moy. [MPa]	4.7	3.9	4.1	2.2	0.6
	ec.tp	0.4	0.3	0.2	0.2	0.1
	$R_f/R_{f20^\circ C}$	1.00	0.84	0.87	0.46	0.12

Tableau 6.4: Résistance à la traction par flexion

La figure 6.4 présente la variation de la résistance résiduelle relative à la traction par flexion en fonction de la température. Les résistances résiduelles en flexion des bétons testés diminuent de manière continue avec l'élévation de la température. En particulier, on observe une stabilisation entre 150 et 300°C. Après 300 °C, la résistance décroît plus rapidement. Cependant, étant donné la dispersion des résultats, nous pouvons conclure

que l'évolution de la résistance à la flexion avec la température est la même pour tous les bétons étudiés.

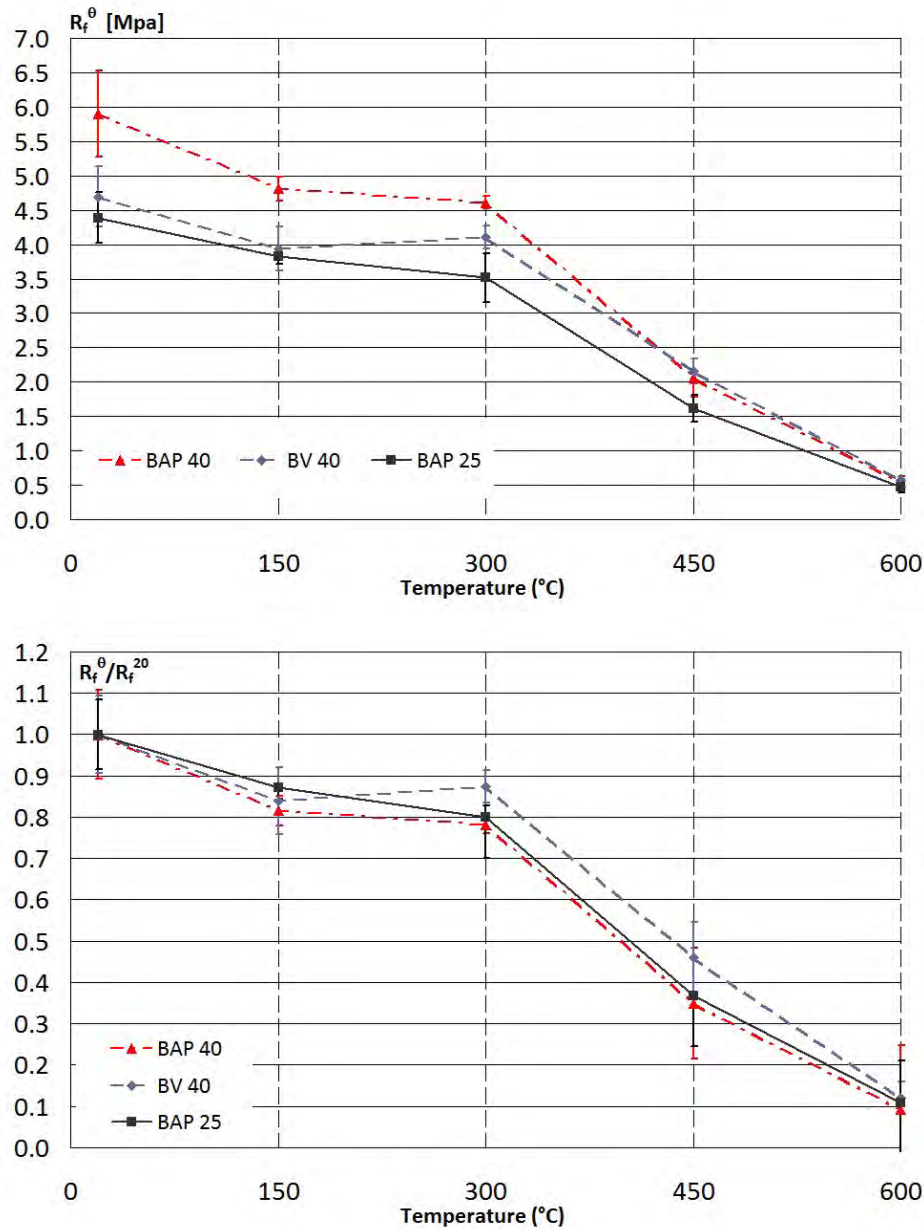


Figure 6.4 – Variation de la résistance résiduelle à la traction par flexion en fonction de la température

Contrairement aux résistances à la compression, on observe une diminution des résistances à la flexion des BAP testés. Ceci est en accord avec les résultats de Xu [165] qui montre par des essais de micro-dureté sur des bétons ordinaires que l'auréole de transition est affectée par le chauffage : elle est fragilisée par l'apparition de fissures

entre 150 et 300°C. De plus, l'auréole est affectée par l'incompatibilité pâte-granulat. Cette incompatibilité induit des contraintes de traction au sein de la pâte et de compression au sein des granulats. Ce comportement opposé engendre une microfissuration au niveau de l'interface et donc, au sein de l'auréole de transition [19]. Il faut ajouter également la déshydratation. Elle entraîne la détérioration des liaisons créées entre les granulats et la pâte de ciment, d'où une microfissuration.

Le degré de fissuration a une influence plus importante sur la résistance en traction qu'en compression. Les fissures générées par un chauffage à 300°C, ne causent pas de pertes immédiates de capacité en compression [165], mais font baisser la résistance à la traction, et donc la résistance en flexion.

Les essais réalisés correspondent à la résistance en traction indirecte obtenue par flexion. Or, d'après [10], la traction indirecte est affectée par l'augmentation de la ductilité d'éprouvettes prismatiques de taille réduite résultant du chauffage. La comparaison de nos valeurs avec les valeurs réglementaires de l'Eurocode 2 est donc ici impossible.

6.5 Perte de masse

Cet essai permet de quantifier l'eau libre et liée présentes avant et après chauffage dans une éprouvette de béton. De nombreux auteurs [78, 56, 108, 75] ont étudié ce paramètre sur différentes natures de bétons (BO, BHP ...). Ils distinguent deux domaines distincts : entre 20 et 120°C puis entre 120 et 300°C. De plus, compte tenu de la faible quantité d'eau dans les BHP, ces derniers ont de faibles pertes de masse.

Composition	Eau/Poudre	Dimensions des éprouvettes (cm)	Température (°C)			
			150	300	450	600
BAP 25	0.36	$\phi 16 \times 32$	2.11%	6.62%	7.76%	8.36%
		$10 \times 10 \times 40$	2.11%	6.43%	7.55%	8.13%
		$\phi 15 \times 5$	3.29%	6.40%	7.79%	8.04%
BAP 40	0.42	$\phi 16 \times 32$	1.59%	6.31%	7.38%	8.09%
		$10 \times 10 \times 40$	1.53%	6.79%	7.83%	8.31%
		$\phi 15 \times 5$	3.48%	6.50%	7.74%	7.98%
BV 40	0.54	$\phi 16 \times 32$	1.98%	6.55%	7.03%	8.41%
		$10 \times 10 \times 40$	1.98%	6.25%	6.91%	8.25%
		$\phi 15 \times 5$	3.84%	7.07%	7.39%	8.36%

Tableau 6.5: Perte de masse

Aucun lien direct n'est observé entre la perte de masse et le rapport Eau/Poudre (avec Poudre : Ciment + Additions). Concernant la taille des éprouvettes, on observe pour un même cycle de température, que la même quantité d'eau est perdue, hormis le cas des éprouvettes $\phi 15 \times 5$ cm. En effet, la différence intervient après un chauffage à 150°C. On observe une perte de masse doublée comparée aux autres types d'éprouvettes. Cela pourrait s'expliquer par la taille réduite des éprouvettes $\phi 15 \times 5$ cm.

Or, plus une éprouvette est massive, plus il faut du temps pour que l'eau s'évapore. Or, dans le cas de petites éprouvettes, un traitement thermique à 150°C permet d'avoir accès plus rapidement à toute l'eau libre présente dans l'éprouvette, ainsi qu'à une

partie de l'eau liée.

La figure 6.5 présente les variations de perte de masse sur des éprouvettes $\phi 16 \times 32$ cm à l'issue des cycles de chauffage refroidissement des bétons étudiés. On observe que les pertes de masse en fonction de la température sont très proches pour les trois bétons étudiés. Entre la température ambiante et 150°C , la variation de masse est assez faible. La perte de masse dans ce domaine correspond à un départ de l'eau libre contenue dans les pores. Entre 150 et 300°C , on observe pour tous les bétons une forte perte de masse correspondant environ à 6.5% de la masse initiale. Sachant que la quantité d'eau totale dans les bétons est de 8.7 à 9.6% de la masse de béton, on peut constater que l'essentiel de l'eau contenue dans chaque béton s'échappe au cours du chauffage entre 150 et 300°C .

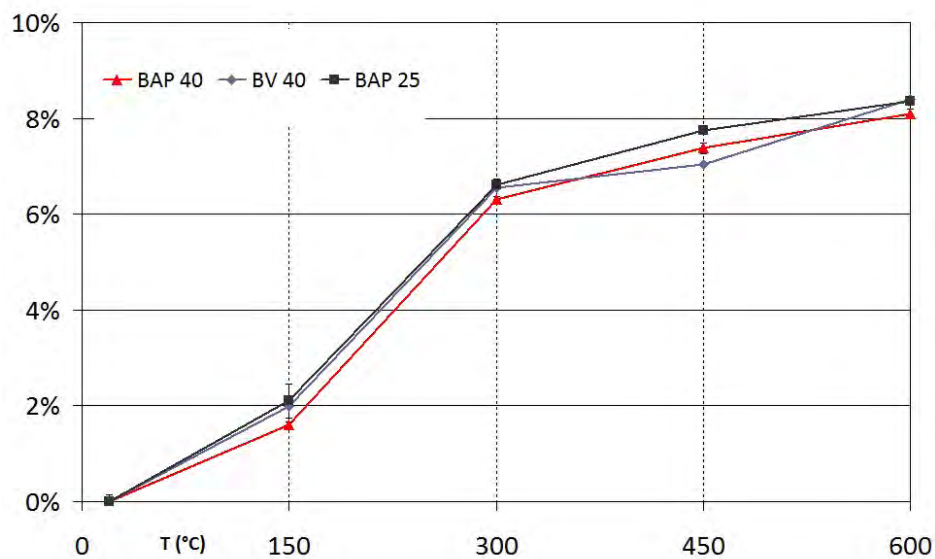


Figure 6.5 – Variation de la perte de masse en fonction de la température

D'après Kanema [75], la perte de masse entre 150 et 300°C correspond au départ de l'eau liée dans les hydrates. A 300°C , cet auteur observe une perte de masse correspondant au départ de 65% à 80% de l'eau contenue dans le béton. Nos résultats concordent parfaitement avec ces données.

Les masses d'eau initialement présentes dans les bétons sont très proches : 199, 200, 215 et 202 kg.m^{-3} . Or, la vitesse de montée en température est très faible ($1^\circ\text{C}/\text{min}$) et la porosité et la perméabilité des bétons sont différentes. Donc, l'eau (libre et liée) a suffisamment de temps pour s'échapper des bétons quelle que soit leur composition. C'est pour cela que la perte de masse des trois bétons étudiées est similaire. Or, la mesure de perte en eau réalisée n'est pas faite en temps réel, donc, elle ne fournit pas d'informations sur la cinétique du séchage.

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à la dispersion des mesures. En effet, l'analyse faite sur les échantillons met en avant une différence qui peut atteindre 0.5%. Pour cela, nous avons écarté de l'étude toutes les éprouvettes présentant des écaillages, des éclatements afin de réduire les erreurs de mesures.

6.6 Porosité à l'eau et Densité

6.6.1 Porosité à l'eau

La mesure de la porosité à l'eau est un des paramètres qui permet de caractériser le réseau poreux des bétons testés. Il s'agit d'un paramètre important que plusieurs auteurs ont étudié [56, 119, 8, 72, 162, 108, 133, 92].

Composition	Eprouvettes	Température (°C)				
		75	150	300	450	600
BAP 25	ép. 1	18.43 %	19.56 %	21.54 %	21.36 %	23.97 %
	ép. 2	18.29 %	19.11 %	20.00 %	20.34 %	26.06 %
	ép. 3	17.03 %	17.76 %	20.40 %	21.28 %	25.72 %
	moy.	17.92 %	18.81 %	20.65 %	20.99 %	25.72 %
	ec.tp	0.77 %	0.93 %	0.80 %	0.57 %	1.12 %
	$\epsilon_{\theta}/\epsilon_{20^{\circ}C}$	1.00	1.05	1.15	1.17	1.41
BAP 40	ép. 1	14.14 %	15.89 %	15.93 %	20.33 %	19.72 %
	ép. 2	14.65 %	14.72 %	15.96 %	20.20 %	24.48 %
	ép. 3	14.51 %	13.62 %	15.61 %	22.62 %	23.13 %
	moy.	14.43 %	14.74 %	15.83 %	21.05 %	22.44 %
	ec.tp	0.26 %	1.13 %	0.19 %	1.36 %	2.45 %
	$\epsilon_{\theta}/\epsilon_{20^{\circ}C}$	1.00	1.02	1.10	1.26	1.55
BV 40	ép. 1	14.79 %	15.50 %	18.05 %	19.35 %	23.40 %
	ép. 2	12.63 %	15.77 %	16.58 %	16.10 %	28.13 %
	ép. 3	13.89 %	15.46 %	15.96 %	16.50 %	24.47 %
	moy.	13.77 %	15.58 %	16.86 %	17.32 %	25.33 %
	ec.tp	1.09 %	0.17 %	1.07 %	1.77 %	2.48 %
	$\epsilon_{\theta}/\epsilon_{20^{\circ}C}$	1.00	1.13	1.22	1.26	1.84

Tableau 6.6: Porosité à l'eau

A 75°C, nous constatons que nous avons deux grandeurs de porosité : autour de 14–15% pour les bétons de résistance caractéristique égale à 40 MPa, et autour de 18%,

pour le BAP 25. Pour tous les bétons, nous observons une augmentation de la porosité avec la température.

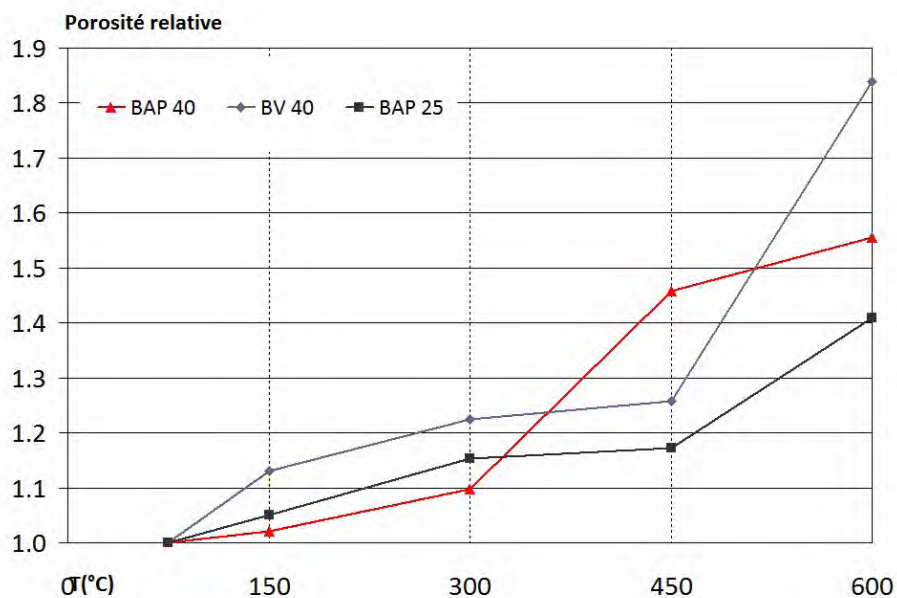
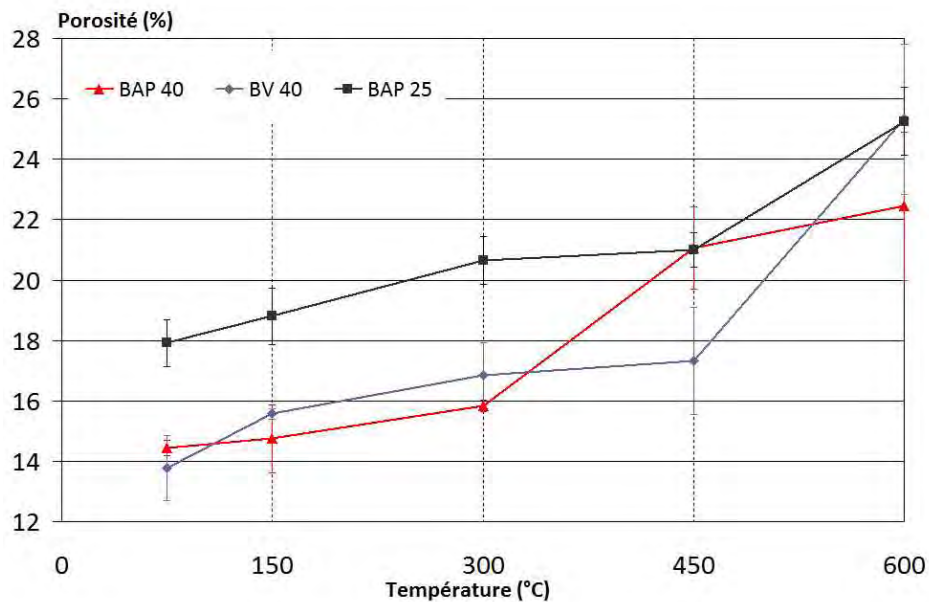


Figure 6.6 – Variation de la porosité en fonction de la température

La figure 6.6 présente l'évolution de la porosité des bétons étudiés en fonction de la température du cycle de chauffage refroidissement. On observe pour tous les bétons une augmentation monotone et assez régulière de la porosité avec la température.

Kalifa et al. [74] et Noumowé [112] attribuent l'augmentation de porosité en fonction de la température à l'augmentation du volume total du béton, au départ de l'eau liée et à la microfissuration engendrée par la dilatation différentielle entre la pâte et les granulats. Noumowe et al. [113] mettent par ailleurs en évidence par des mesures de porosité au mercure une augmentation de la taille des pores à partir de 120°C. Gallé et al. [55] attribuent l'évolution de la porosité à la génération de pores capillaires plus larges. Leur apparition est due au départ de l'eau adsorbée des pores capillaires et au départ de l'eau liée des hydrates de la pâte de ciment. Gallé et al. observent également des macropores qui sont liés aux micro-fissures observées à la surface des éprouvettes chauffées à 250°C minimum. Nous observons à partir de 300°C, de nombreuses fissures sur les éprouvettes dues au chauffage.

Ye et al. [167] attribuent l'augmentation de la porosité à la décomposition des C-S-H et de la portlandite. Leur transformation entraîne la destruction des hydrates et crée une porosité additionnelle par le biais de l'altération du réseau poreux. Si nous comparons l'évolution de la résistance à la compression avec celle de la porosité entre 150 et 300°C, nous constatons une augmentation dans les 2 cas : un accroissement de 30% pour la résistance, et de 10% pour la porosité des BAP entre 150 et 300°C. L'augmentation de la résistance ne peut donc pas être attribuée à la diminution de la porosité, mais plutôt à une amélioration des propriétés liantes des hydrates de la pâte de ciment. Nos résultats expérimentaux sont donc cohérents avec l'hypothèse de Khoury concernant la création de liaisons plus courtes et plus fortes de siloxane $Si - O - Si$ (avec probablement des énergies de surface plus importantes), par la perte d'une partie des liaisons avec l'eau dans les groupes silanol [77]. Nous verrons plus loin, dans l'étude microscopique, d'autres éléments permettant d'expliquer les gains de résistance.

6.6.2 Densité apparente

La figure 6.7 présente l'évolution de la densité apparente des différents bétons étudiés en fonction de la température.

Composition	Eprouvettes	Température (°C)				
		75	150	300	450	600
BAP 25	ép. 1	2.03	2.06	2.00	2.05	2.02
	ép. 2	2.09	2.08	2.03	2.07	1.97
	ép. 3	2.16	2.11	2.08	2.06	1.96
	moy.	2.09	2.09	2.04	0.06	1.98
	ec.tp	0.06	0.02	0.04	0.01	0.03
	$d/d_{20^{\circ}C}$	1.00	1.00	0.97	0.98	0.95
BAP 40	ép. 1	2.24	2.16	2.14	2.08	2.05
	ép. 2	2.27	2.21	2.18	2.11	2.00
	ép. 3	2.22	2.14	2.18	2.03	2.02
	moy.	2.24	2.17	2.17	2.07	2.02
	ec.tp	0.04	0.03	0.02	0.04	0.03
	$d/d_{20^{\circ}C}$	1.00	0.97	0.97	0.92	0.90
BV 40	ép. 1	2.13	2.15	2.08	2.04	1.94
	ép. 2	2.19	2.12	2.12	2.15	1.85
	ép. 3	2.17	2.09	2.14	2.14	1.96
	moy.	2.16	2.12	2.11	2.11	1.92
	ec.tp	0.03	0.03	0.03	0.06	0.06
	$d/d_{20^{\circ}C}$	1.00	0.98	0.97	0.98	0.89

Tableau 6.7: Densité apparente

En considérant tous les bétons (autoplaçants et vibré), pour toute l'étendue de température entre 75°C et 600°C, on note une faible diminution de la densité apparente entre 5% pour le BAP 25 et 10% pour les autres bétons. Néanmoins, au-delà de 300°C, la mesure de la densité comme pour la porosité est sujette à la désagrégation du matériau lors de son chauffage. Donc, les échantillons manipulés sont très friables, ce qui

peut expliquer les écart-types plus importants.

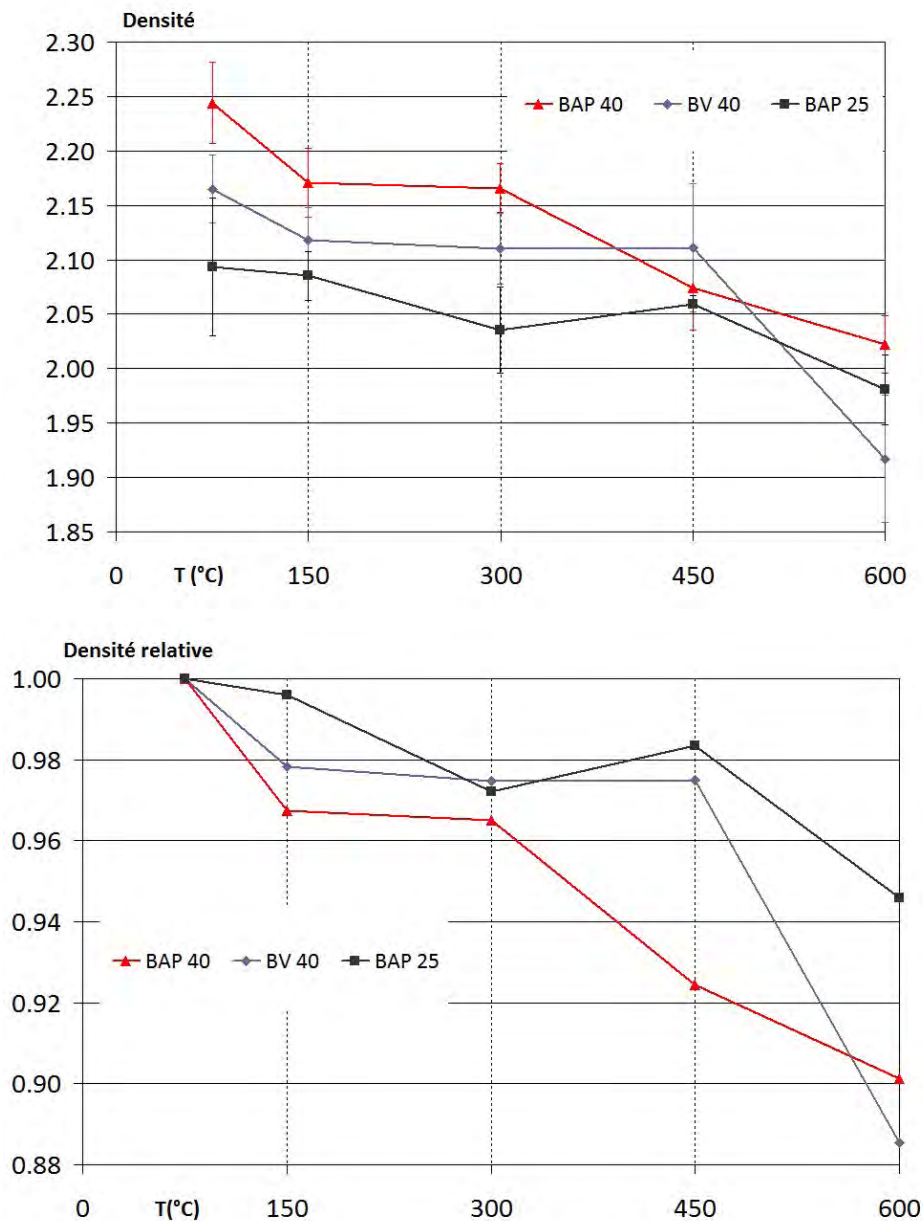


Figure 6.7 – Variation de la densité avec la température

A 75°C, la densité des bétons varie de 2.09 à 2.24. Le béton le plus léger est le BAP 25 composé de 328 $kg.m^{-3}$ de ciment et de 225 $kg.m^{-3}$ de fillers calcaires. La forte porosité de ce béton sont responsables de cette diminution du poids volumique.

La faible diminution de la densité apparente lors du traitement thermique entre 105°C et 400°C sur des bétons a été montrée par Kalifa et al. [74] et Gaweska [56].

La diminution de la densité apparente est due au départ de l'eau durant le chauffage (déshydratation des hydrates comme les C-S-H et la portlandite) et à l'augmentation de porosité. Selon Bazant [14], la diminution est associée à l'expansion thermique du béton, et plus particulièrement des granulats. L'évolution de la densité est corrélée à celle de la porosité car les deux phénomènes sont liés.

6.7 Perméabilité aux gaz

Le tableau 6.8 présente les valeurs de perméabilités obtenues pour chaque béton après les différents traitements thermiques. La perméabilité intrinsèque en fonction de la température est notée $k_{v\theta}$.

Composition	Eprouvettes	Température (°C)				
		75	150	300	450	600
BAP 25	ép. 1	1.69x10 ⁻¹⁸	1.44x10 ⁻¹⁷	2.23x10 ⁻¹⁶	6.14x10 ⁻¹⁵	5.82x10 ⁻¹⁴
	ép. 2	1.64x10 ⁻¹⁸	1.64x10 ⁻¹⁷	1.40x10 ⁻¹⁶	4.57x10 ⁻¹⁵	4.11x10 ⁻¹⁴
	ép. 3	1.78x10 ⁻¹⁸	1.22x10 ⁻¹⁷	2.13x10 ⁻¹⁶	7.60x10 ⁻¹⁵	4.12x10 ⁻¹⁴
	ép. 4	1.30x10 ⁻¹⁸	8.52x10 ⁻¹⁸	1.85x10 ⁻¹⁶	1.17x10 ⁻¹⁵	4.04x10 ⁻¹⁴
	moy.	1.60x10 ⁻¹⁸	1.29x10 ⁻¹⁸	1.90x10 ⁻¹⁶	7.49x10 ⁻¹⁵	4.52x10 ⁻¹⁴
	ec.tp	2.09x10 ⁻¹⁹	3.40x10 ⁻¹⁸	3.68x10 ⁻¹⁷	1.15x10 ⁻¹⁸	8.66x10 ⁻¹⁵
	$k_v/k_{v80^\circ C}$	1	8	119	4676	28214
BAP 40	ép. 1	1.15x10 ⁻¹⁸	5.50x10 ⁻¹⁸	6.97x10 ⁻¹⁷	1.25x10 ⁻¹⁴	9.04x10 ⁻¹⁴
	ép. 2	2.10x10 ⁻¹⁸	4.80x10 ⁻¹⁸	9.28x10 ⁻¹⁷	4.03x10 ⁻¹⁵	1.42x10 ⁻¹³
	ép. 3	9.32x10 ⁻¹⁸	6.26x10 ⁻¹⁸	5.53x10 ⁻¹⁷	9.83x10 ⁻¹⁵	7.76x10 ⁻¹⁴
	ép. 4	5.75x10 ⁻¹⁸	4.20x10 ⁻¹⁸	6.12x10 ⁻¹⁷	6.48x10 ⁻¹⁵	1.28x10 ⁻¹³
	moy.	4.58x10 ⁻¹⁸	5.19x10 ⁻¹⁸	6.98x10 ⁻¹⁷	8.22x10 ⁻¹⁵	1.09x10 ⁻¹³
	ec.tp	3.37x10 ⁻¹⁸	8.89x10 ⁻¹⁸	1.65x10 ⁻¹⁷	3.73x10 ⁻¹⁵	3.01x10 ⁻¹⁴
	$k_v/k_{v80^\circ C}$	1	11	15	1795	23855
BV 40	ép. 1	4.00x10 ⁻¹⁸	5.03x10 ⁻¹⁷	1.74x10 ⁻¹⁶	3.61x10 ⁻¹⁵	5.67x10 ⁻¹⁴
	ép. 2	3.80x10 ⁻¹⁸	3.35x10 ⁻¹⁷	1.47x10 ⁻¹⁶	5.74x10 ⁻¹⁵	8.19x10 ⁻¹⁴
	ép. 3	2.23x10 ⁻¹⁸	3.05x10 ⁻¹⁷	1.09x10 ⁻¹⁶	7.31x10 ⁻¹⁵	8.40x10 ⁻¹⁴
	ép. 4	3.37x10 ⁻¹⁸	2.41x10 ⁻¹⁷	9.05x10 ⁻¹⁷	7.92x10 ⁻¹⁵	5.71x10 ⁻¹⁴
	moy.	3.35x10 ⁻¹⁸	3.46x10 ⁻¹⁷	1.30x10 ⁻¹⁶	6.15x10 ⁻¹⁵	7.00x10 ⁻¹⁴
	ec.tp	7.90x10 ⁻¹⁹	1.12x10 ⁻¹⁷	3.74x10 ⁻¹⁷	1.92x10 ⁻¹⁵	1.51x10 ⁻¹⁴
	$k_v/k_{v80^\circ C}$	1	10	39	1835	20881

Tableau 6.8: Perméabilité intrinsèque

La figure 6.8 présente la variation de la perméabilité intrinsèque résiduelle des diffé-

rentes formulations de béton (en échelle logarithmique) en fonction de la température de chauffage. On constate que quelle que soit la formulation, la perméabilité des bétons augmente de manière monotone de 20 à 600°C. Cette augmentation peut être considérée comme exponentielle. Pour un chauffage à 600 °C, la perméabilité est si importante que les possibilités du perméamètre utilisé sont atteintes (perméabilité $> 10^{-14} m^2$). Les éprouvettes présentent en effet un dense réseau de fissures ouvertes. Ainsi, les valeurs obtenues à 600°C sont sujettes à erreur.

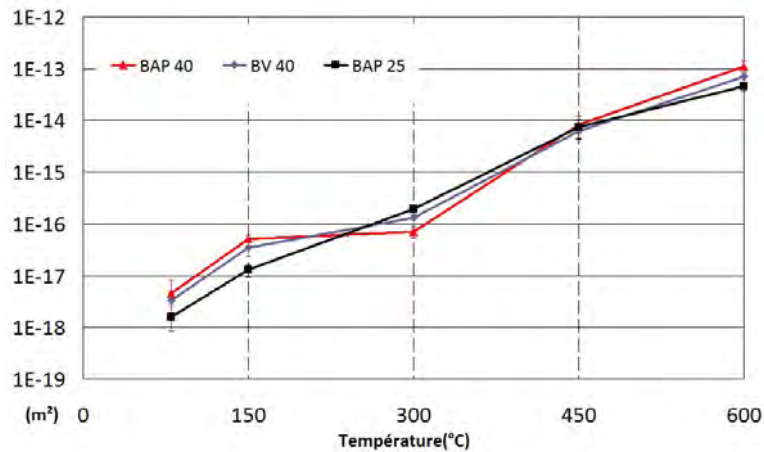


Figure 6.8 – Variation de la perméabilité avec la température

Entre 20 et 150°C, on constate une augmentation d'un facteur 10 (en moyenne) de la perméabilité (Voir figure 6.9). Par contre, entre 150 et 300°C, l'augmentation est plus nuancée. Il faut considérer un facteur de variation de 1,5 (BAP 40) à 15 (BAP 25) en passant par 3,5 (BV 40).

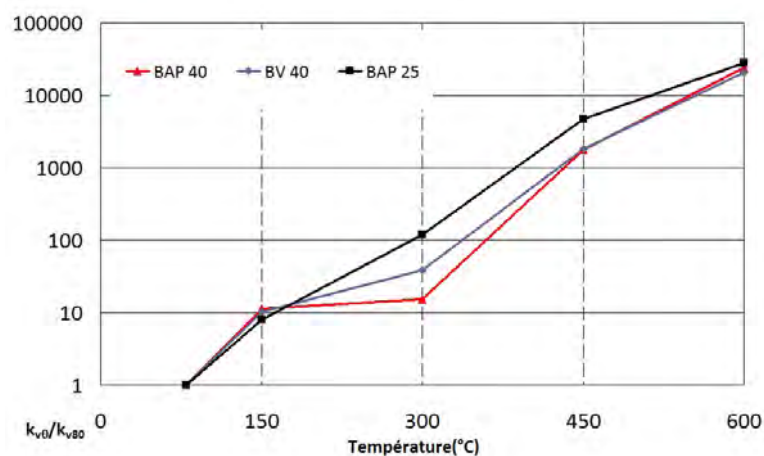


Figure 6.9 – Variation relative de la perméabilité avec la température

A partir de 300°C, on constate une augmentation très rapide de la perméabilité (facteur d'augmentation de 50 à 120) comparée à 20 et 150°C. Ainsi, l'augmentation de perméabilité présente de fortes corrélations avec celle de la résistance en compression. En effet, la variation entre 20 et 300°C est faible comparativement au domaine 300 à 600°C. De plus, un maintien ou une faible variation des caractéristiques est souvent observé entre 150 et 300°C. Ceci laisse présager d'une modification favorable de la microstructure de la matrice cimentaire des bétons pour ces températures. Une investigation microstructurale est cependant nécessaire pour conforter cette hypothèse.

Selon Tsimbrovska [162], l'évolution de la perméabilité est due à l'apparition d'une classe de pores qui modifie la connectivité du réseau poreux avec, notamment, l'élargissement des pores capillaires entre 75 et 300°C. Pour des températures supérieures à 300°C, cette évolution serait due non pas à une modification de la porosité capillaire mais à la détérioration de la matrice cimentaire entraînant une modification de la porosité fine du béton.

Selon Gallé et al. [55], les modifications sont attribuées au départ d'eau du réseau poreux, au départ de l'eau adsorbée et à la déshydratation des hydrates du ciment. Ces phénomènes contribuent à l'augmentation de la taille des pores capillaires et à la génération de fissures. Pour des températures supérieures à 300°C, l'évolution de la perméabilité n'est peut-être pas due à la modification de la porosité capillaire mais à la détérioration de la pâte conduisant à une modification de la porosité dans le béton [162] ou à l'apparition de micro-fissures [91, 55].

La connectivité des pores et les micro-fissures sont donc les principaux facteurs qui déterminent la perméabilité aux gaz des bétons soumis à de hautes températures. La connectivité des pores agit comme un facteur dominant pour des températures inférieures à 300°C.

Pour confirmer cette variation de la taille des pores, nous étudions l'évolution du coefficient de Klinkenberg b^* [80]. La valeur du coefficient de la formule de Klinkenberg [80] est fonction de l'écoulement par glissement du fluide. Si le rayon moyen des pores traversés par le flux de gaz augmente, alors la part des écoulements par glissement diminue et la valeur du coefficient b^* diminue également. Les valeurs obtenues sur les bétons étudiés sont présentées dans le tableau 6.9.

Composition	Température (°C)				
	75	150	300	450	600
BAP 25	48.57	10.56	10.37	0.65	0.16
BAP 40	45.40	09.33	10.51	0.63	0.19
BV 40	49.93	10.60	10.51	0.65	0.15

Tableau 6.9: Coefficient de Klinkenberg b^*

Sur le tableau 6.9, nous observons que le coefficient b^* diminue avec l'élévation de la température. Ceci semble indiquer que le rayon moyen des pores croît avec la température. Ces résultats sont en accord avec Kanema [75].

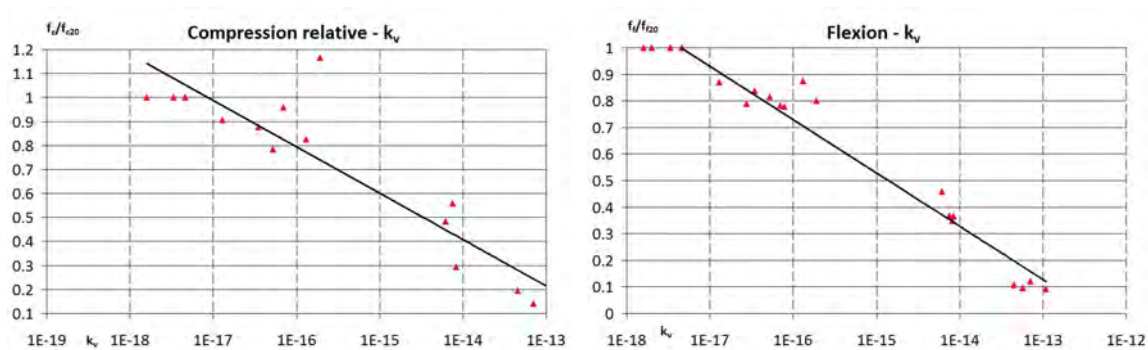


Figure 6.10 – Variation de la résistance résiduelle relative en compression et en traction par flexion en fonction de la perméabilité intrinsèque pour l'ensemble des bétons testés

La figure 6.10 représente la variation de la résistance résiduelle relative en compression et en traction en fonction de la perméabilité intrinsèque (en échelle logarithmique). On observe une relation logarithmique entre les deux paramètres (Résistance et perméabilité). En compression, pour de faibles perméabilités, la dispersion est plus importante que pour de fortes perméabilités. Par contre, en traction, la dispersion est plus faible.

On constate une gamme de perméabilité inexistante. Cette zone s'étend de 10^{-16} à $10^{-14} m^2$ et pour des résistances relatives de 0.55 à 0.75 en compression et de 0.45

à 0.85 en traction.

Il est possible de caler une fonction permettant de déterminer la perméabilité en connaissant la résistance résiduelle relative en compression ou en traction par flexion ((6.7A)).

$$k_v = a \cdot \exp(b \cdot y_i) \quad (6.7A)$$

Où :

$$a : 3.23 \cdot 10^{-13} \quad b : -11.002 \quad y_i = f_c(T)/f_{c20} \quad \text{ou} \quad y_i = f_T(T)/f_{T20}$$

$f_{c(T)}$ et f_{c20} ($f_{T(T)}$ et f_{T20}) sont les résistances à la compression (resp. à la traction par flexion) déterminées respectivement après sollicitation thermique et à température ambiante, a et b des constantes déterminées par régression linéaire. Ces équations permettent d'estimer l'évolution de la perméabilité avec un coefficient de corrélation de 0.94 et 0.95 (respectivement).

La figure 6.11 présente une comparaison entre nos résultats expérimentaux et deux modèles issus de la bibliographie :

- Le modèle de Kanema [75] qui est basé sur le taux de diminution de la résistance γ avec la température. Cette formule empirique a été établie à partir des résultats expérimentaux obtenus avec des BV et des BHP.

$$\frac{k_v}{k_{v80}} = \exp(a \cdot \gamma + b) \quad \gamma = \frac{f_{c20} - f_{c(T)}}{f_{c20}} \quad (6.7B)$$

Les valeurs de a et b dans l'équation (6.7B) sont les même que celles déterminées par Kanema [75] : a=12.012 et b=0.0591

- Le modèle de Gawin et al. [57] connecte la perméabilité à l'endommagement des bétons.

$$k = k_0 \cdot 10^{\alpha \cdot D} \quad (6.7C)$$

α : Coefficient prenant en compte le type de béton et/ou la vitesse de chauffe, ici, $\alpha=4$ (déterminé avec nos résultats)

D : Endommagement total

$$D = 1 - \frac{E(T)}{E_{20^\circ C}} \quad (6.7D)$$

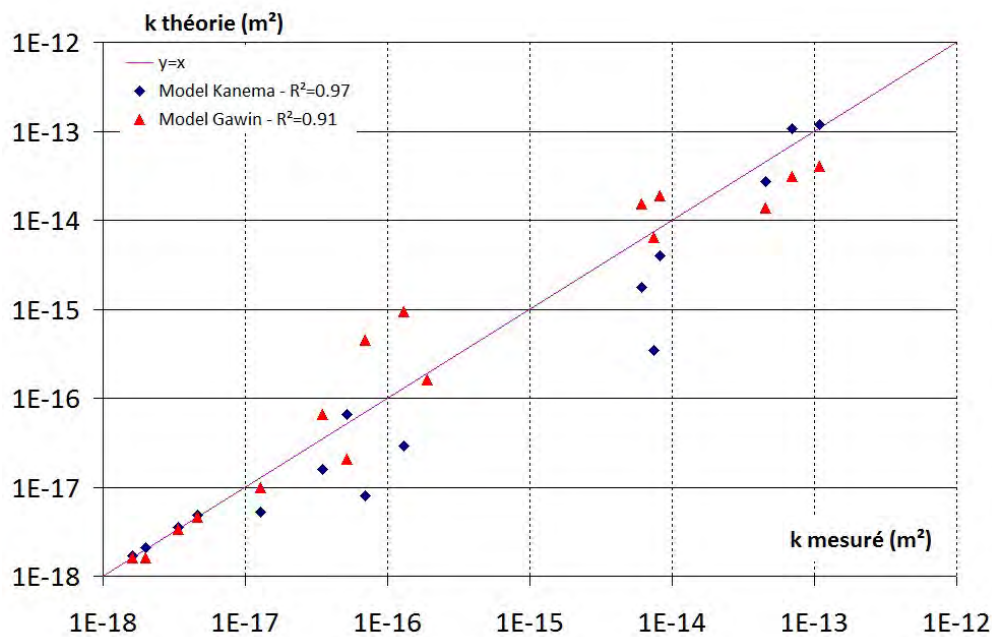


Figure 6.11 – Comparaison de perméabilités intrinsèques issues de différents modèles avec la perméabilité intrinsèque résiduelle mesurée sur les bétons testés

La figure 6.11 présente une bonne corrélation entre la perméabilité intrinsèque et la résistance à la compression résiduelle. Cette corrélation est aussi importante entre la perméabilité et l'endommagement total du béton (caractérisé par la variation du module d'élasticité). D'après Liu et al. [91], la connectivité des pores et des microfissures sont les principaux facteurs qui déterminent l'évolution de la perméabilité à haute température. Avec les équations (6.7B) et (6.7C), nous montrons que la perméabilité aux gaz est liée à la résistance en compression et aussi au module d'élasticité. Nous savons par ailleurs que les microfissures influencent l'évolution de la résistance à la compression et du module d'élasticité, ce qui explique la bonne corrélation entre résistance mécanique et perméabilité.

6.8 Stabilité thermique

Au cours de cette étude, deux des formulations ont présenté des instabilités thermiques. Lors de chauffages à des températures supérieures à $300^{\circ}C$, des éprouvettes de BAP 40 et de BAP 25 ont éclaté de manière violente. Mais, ces explosions ne concernent que des éprouvettes cylindriques de dimension $\phi 16 \times 32$ cm et se produisent autour de $315^{\circ}C$. Ces observations concordent avec les résultats de Kanema [75], qui ne constate pas d'éclatement pour les éprouvettes de dimensions inférieures aux éprouvettes $\phi 16 \times 32$ cm.

Les deux bétons (BAP 25 et BAP 40) qui ont éclaté possèdent une résistance à la

compression initiale de 37 et 54 MPa, respectivement. Comme observé sur la figure 6.12, on retrouve des morceaux d'éprouvettes dans le four. Le phénomène d'éclatement présente un caractère aléatoire. En effet, toutes les éprouvettes d'une même gâchée, testées exactement dans les mêmes conditions, n'ont pas le même comportement par rapport à l'éclatement.



Figure 6.12 – Eprouvettes avant et après chauffage



Figure 6.13 – Eprouvettes reconstituées après éclatement

Pour les éclatements observés, le centre de l'éprouvette est pulvérisé produisant des fragments de quelques centimètres cubes. Kanema [75] et Phan et al. [123] ont observé le même type de comportement sur les BHP. Ces auteurs attribuent les éclatements aux facteurs suivants : faible perméabilité, départ empêché d'eau du béton, baisse de la résistance à la traction.

Les deux BAP ayant subi des éclatements possèdent un rapport E/L de 0.52 et des résistances en compression de 37 et 54 MPa. Comparativement, les éprouvettes restées intactes après chauffage (BV 40) ont un rapport E/L respectifs de 0.54 avec une résistance en compression de 41 MPa. Ce résultat montre que les BAP semblent plus instables que les BV. Les éclatements sont en effet survenus pour des bétons de résistances en compression modérées, contrairement aux observations de Hertz [64], Diederichs et al. [40] et Phan et al. [123] qui n'ont observé des éclatements que pour des bétons de faible E/C et de résistance en compression supérieures à 60 MPa.

Différents auteurs [91, 90, 132, 22, 111] ont déjà observé que le risque d'éclatement est plus important pour les BAP que les BV. Les résultats de notre étude vont dans le même sens. En effet, Boström [22] a constaté que les éclatements concernent uniquement les bétons contenant des dosages élevés en fillers calcaires.

Conclusions sur le comportement macrostructural

Cette partie présente les matériaux utilisés ainsi que les essais macroscopiques réalisés.

A la suite des essais de résistance à la compression, nous constatons un comportement différent entre les BAP et le BV. En effet, après une première diminution de la résistance entre 20 et 150°C, nous observons un gain de résistance à 300°C. Ce gain est attribué soit à une hydratation supplémentaire de la matrice cimentaire due à la migration de l'eau déliée [38] ou soit à la création d'éléments plus courts et plus forts de siloxane avec des énergies de surface plus grandes [77]. Au delà de 300°C, la résistance diminue jusqu'à atteindre une résistance inférieure à 10 MPa. Cette diminution est attribuée à la dégradation de la matrice cimentaire et à l'apparition de micro-fissures.

Les mesures du module d'élasticité résiduel ont été réalisées sur des éprouvettes $\phi 16 \times 32$ cm. On constate une baisse continue du module avec l'augmentation de la température. Cette diminution est identique pour les BAP et les BV, mais le BV présente une diminution plus importante entre 20 et 150°C. L'évolution est quasiment linéaire jusqu'à 450°C. A partir de cette température, la rigidité des bétons est pratiquement nulle. Cette diminution de module est associée à la déshydratation de la matrice cimentaire, mais également à la dégradation de l'interface pâte-granulats au delà de 300°C. Cela aboutit à l'apparition de micro-fissures qui sont à l'origine de la baisse du module.

D'une manière générale, la résistance à la traction par flexion évolue de la même façon pour les BAP et les BV. La résistance décroît avec la température avec une stabilisation entre 150 et 300°C. Cette diminution de résistance résulte d'une détérioration de la matrice cimentaire, en particulier de la déshydratation de l'aurole de transition, avec l'augmentation de la température.

L'observation des courbes de perte de masse a permis de distinguer trois phases

concernant la perte de masse. La première phase, commençant à 20°C jusqu'à 150°C, présente un départ de l'eau libre. Entre 150 et 300°C, nous observons une accélération du phénomène de perte de masse associée au départ de l'eau liée aux hydrates. Au delà de 300°C, le départ d'eau est attribué à une eau fortement liée.

Finalement, nous avons montré qu'à la suite d'une élévation de la température, le béton est dégradé et subit une augmentation de la porosité. Cette évolution de la porosité est associée aux modifications physico-chimiques qui se produisent au niveau des hydrates de la pâte de ciment, mais également, à l'apparition de micro-fissures. L'évolution de la porosité est liée à celle de la densité apparente, mais la densité est influencée par des phénomènes d'expansion thermique.

A la suite des essais de perméabilité au gaz, quel que soit le béton testé, l'évolution de la perméabilité est similaire. Avec l'augmentation de la température, la perméabilité intrinsèque augmente. Entre 20 et 150°C, la perméabilité varie d'un facteur 10, alors qu'entre 150 et 300°C, l'évolution est plus complexe avec des variations allant d'un facteur 1.5 à 15. Mais, au delà de 300°C, la perméabilité est multipliée par 100. La perméabilité dépend à la fois de la variation de la résistance à la compression et de la variation de l'endommagement total du béton (caractérisé par l'évolution du module d'élasticité). Pour compléter les essais, nous avons obtenu des relations fournissant une assez bonne corrélation.

Lors des différents traitements thermiques réalisés, nous avons constaté que les BAP sont sujets à l'éclatement. Des éclatements ont été obtenus sur des BAP de résistance en compression modérée, le risque d'éclatement pour les BAP est donc plus élevé que pour les BV.

Troisième partie

Caractérisation physico-chimique des BAP de granulats ordinaires à haute température

Sommaire

8.1	Observation au Microscope Electronique à Balayage	126
8.1.1	Principe du MEB	126
8.1.2	Préparation des échantillons	127
8.2	Analyse d'images	128
8.3	Analyse thermogravimétrique (ATG) et Analyse thermodifféren-	
	tielle (ATD)	129
8.4	Diffraction des rayons X	130

8.1 Observation au Microscope Electronique à Balayage

8.1.1 Principe du MEB

La microscopie électronique à balayage est une technique d'observation de la matière utilisant un faisceau d'électrons après avoir mis sous vide l'échantillon. Les électrons primaires, issus du canon à électron, frappent la surface de l'échantillon ; ils sont diffusés de manière élastique et inélastique, la zone influencée prenant la forme d'une poire.

Certains électrons sont diffusés de manière élastique, c'est-à-dire en conservant leur énergie cinétique : ce sont les électrons dits « rétrodiffusés ». Au cours de la rencontre avec la matière, certains électrons primaires cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes, provoquant l'ionisation de l'atome par éjection d'un électron dit « secondaire ». L'énergie des électrons secondaires étant faible (quelques électron-volts), seuls les électrons venant des couches superficielles ressortent de la matière.

L'atome ainsi ionisé se désexcite, un électron d'une couche supérieure descend occuper la place laissée vide, ce qui provoque soit l'émission d'un photon X (émission secondaire), soit d'un électron Auger.

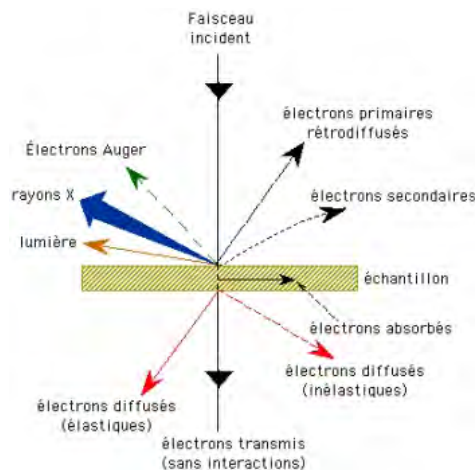


Figure 8.1 – Ensemble des radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau et l'échantillon.

Nous nous intéressons aux électrons rétrodiffusés (Voir figure 8.1). Les électrons rétrodiffusés proviennent d'un volume plus important : sa résolution spatiale est d'environ 100 nm. Ils traversent une épaisseur importante de matière avant de ressortir (de l'ordre de 450 nm). La quantité d'électrons capturés par les atomes rencontrés, et donc la quantité d'électrons rétrodiffusés qui ressortent, dépend de la nature chimique des couches traversées. Le taux d'émission électronique sortant augmente avec le numéro

atomique. On obtient alors, un contraste chimique, les zones contenant des atomes légers (Z faible) apparaissent en plus sombre [16, 152]. Par contre, le taux d'émission dépend peu du relief, l'image apparaît donc « plate ». Les détecteurs d'électrons rétro-diffusés sont placés au-dessus de l'échantillon, dans l'axe du faisceau primaire, ce qui permet de récupérer le maximum de signal [94].

8.1.2 Préparation des échantillons

D'après [134, 58], la préparation des échantillons doit respecter les principaux critères suivants :

- L'échantillon doit être représentatif,
- la surface doit être sans rayures, ni déformation,
- Aucun corps étranger ne doit être introduit à la surface de l'échantillon,
- L'échantillon doit être plan et extrêmement réfléchissant,
- Toutes les préparations devront être reproductibles.

Les échantillons ont dans un premier temps été prélevés grâce à un tronçonnage abrasif sous l'eau à partir des éprouvettes ayant été soumises aux traitements thermiques. Une surface plane, aussi peu déformée que possible, est indispensable pour faciliter et rendre plus rapide la préparation à venir. En conséquence, la méthode de tronçonnage la plus facile et rapide est le tronçonnage abrasif sous eau, qui n'introduira que peu de dommages par rapport au temps requis. Le tronçonnage abrasif sous eau demande l'utilisation d'une meule de tronçonnage constituée d'un abrasif. Le liquide de refroidissement (ici de l'eau) est projeté sur la meule pour éviter le dommage de l'échantillon dû à la chaleur créée par la friction. Ce liquide chasse aussi les débris se trouvant dans la zone de tronçonnage [138].



Figure 8.2 – Moule utilisé et échantillon observé

A la suite de cela, l'échantillon est séché puis enrobé à froid dans de la résine époxy. L'échantillon est placé dans un moule (voir figure 8.2). Les quantités correctes de deux composants (un durcisseur et une résine) sont mesurées avec soin, soit en volume, soit en masse. Puis, ces composants sont mélangés soigneusement et versés sur l'échantillon. Les résines époxy sont celles qui de toutes les résines d'enrobage à froid donnent le re-

trait le plus faible [150]. Leur temps de prise est relativement long, mais leur adhésion à la plupart des matériaux est excellente. Elles sont aussi utilisées pour l'imprégnation sous vide. Les résines époxy polymérisent par une réaction chimique après avoir été mélangées dans les proportions correctes. Une fois durcie, l'époxy est duroplastique et n'est pas affectée par la chaleur modérée ou les produits chimiques. Une fois la résine prise, il est possible de polir l'échantillon afin d'obtenir une surface sans rayure ni déformation.

La préparation mécanique est divisée en deux opérations : le prépolissage et le polissage. Un prépolissage fait disparaître les dommages et les déformations de la surface, alors qu'il introduira seulement une quantité limitée de déformations. L'objectif est d'obtenir une surface plane avec un minimum de dommages pouvant être éliminés facilement et le plus rapidement possible lors du polissage. Pour cela, on utilise un papier SiC d'une dureté HV de p220, p500, p 800 et p 1200 (respectivement 70, 30, 22 et 15 μm). Tout comme le prépolissage, le polissage doit éliminer les dommages introduits aux étapes précédentes. Ceci est accompli par étapes successives à l'aide de particules abrasives de plus en plus fines. Pour cela, on emploie des pâtes diamantées de finesse 6 ; 3 et 1 μm pendant une période de 2 minutes par échantillon. Pour finir et enlever les résidus de pâte diamantée, un nettoyage à l'éthanol est réalisé [16].

A partir de là, nous obtenons des faciès d'observation sans rayure ni déformations et prêts à être observés qu'il reste à métalliser afin de rendre l'échantillon conducteur. Les échantillons ont été métallisés à l'aide d'un métalliseur Polaron SC502 de chez FISONS Instruments, la cible utilisée étant en nickel. Un Microscope Electronique à Balayage LEICA S430i a été utilisé, le canon à électrons est un filament de tungstène chauffé par effet joules.

Les observations ont été effectuées en électrons rétrodiffusés (BEI en anglais pour Backscattered electrons images). Nous obtenons un contraste chimique, les zones contenant des atomes légers (Z faible) apparaissant en plus sombre [152]. Pour une observation optimale, nous utilisons un courant de sonde de 20 kV [16, 151, 139].

8.2 Analyse d'images

Afin de quantifier la porosité et la fraction d'éléments anhydres des différents bétons, des analyses d'images ont été réalisées, à partir des images obtenues par observations microscopiques. Grâce aux observations BEI, nous pouvons déterminer les zones représentant les pores (zones noires sur les images), mais également les anhydres (zones les plus claires sur les images). Vingt images en niveaux de gris ont été collectées pour chaque échantillon à un grossissement de x800 (dimensions approximatives 225 μm x 170 μm). Chaque image a ensuite été ajustée (brillance et contraste) de manière à obtenir une échelle de gris complète : 0 à 255 niveaux de gris [17, 153].

Les images ont ensuite été analysées en utilisant le logiciel libre « Image J » initialement développé par le Research Services Branch (RSB) de National Institut of Health [106]. Sur chaque image, après avoir éliminé les granulates, un seuil du niveau de gris (ou threshold en anglais) permettant d'isoler les phases sélectionnées (porosité ou phases anhydres) est défini manuellement. La porosité et le taux d'éléments non hydratés (ou de phases assimilées) peuvent ensuite être évalués en déterminant la proportion surfacique de la phase étudiée [54].

8.3 Analyse thermogravimétrique (ATG) et Analyse thermodifférentielle (ATD)

Les analyses thermogravimétrique et thermodifférentielle sont réalisées à l'aide d'un appareil SETARAM Labsys 1200. L'ATD permet de déterminer les variations d'enthalpie des composés. Différents échantillons de mortiers sont prélevés sur les éprouvettes et conservés en sacs étanches. Ils sont ensuite protégés et conservés dans des flacons plastiques hermétiques. Chaque échantillon est soumis à un cycle de chauffage dont on contrôle la vitesse de chauffage et les paliers de température sous atmosphère argon. La mesure du flux de chaleur entrant et sortant de l'échantillon permet de déterminer les plages de températures où ont lieu des changements de phases [4].

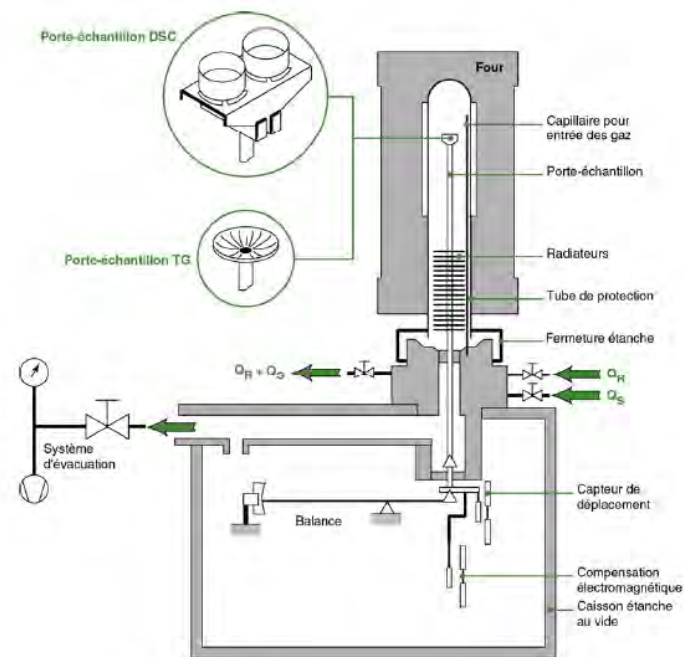


Figure 8.3 – Principe de fonctionnement d'une thermobalance [11]

Les essais d'ATG sont réalisés en même temps que l'ATD. Ils permettent de mesu-

rer la variation de la masse au cours du chauffage, et ainsi de connaître la variation de masse pour chaque changement d'état.

Le dispositif expérimental, dont le principe de fonctionnement est schématisé sur la figure 8.3, est constitué d'une thermobalance (ou analyseur simultanée), d'un échantillon de béton broyé et d'un creuset en alumine. L'échantillon à analyser est broyé entre 800 et 315 μm . Ensuite, une masse de 80 mg environ est placée dans le creuset du dispositif et pesée avec précision. Ce dispositif permet d'effectuer simultanément l'essai ATG et l'essai ATD. Le programme prévoit une montée en température linéaire avec une vitesse de 20°C/min depuis la température ambiante jusqu'à 800°C.

8.4 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. En effet, cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles, ...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels des atomes constitutifs. Les atomes s'organisent donc en plans réticulaires plus ou moins denses qui sont désignés par leurs coordonnées (h, k, l) dans un système de repérage de l'espace.

La méthode permet ainsi clairement de distinguer les produits amorphes (verres, ...) des produits cristallisés.

Chaque cristal possède une unité chimique qui se répète régulièrement selon un système de trois axes formant des mailles. Ces mailles ont des longueurs d'arêtes et des angles qui leur sont propres. On peut donc identifier les éléments selon leurs mailles. On peut aussi associer une famille de plans (appelés réticulaires) à différents cristaux. Ces plans sont caractérisés par leur orientation, leur distance interplanaire (d), la densité de chaque plan et le nombre de plans équivalents [94].

Les échantillons de mortier sont broyés et conservés comme pour les ATD-ATG. Ils sont ensuite étalés (15 mg) sur une lame qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe situé dans son plan (cercle goniométrique).

Le matériau est bombardé par un faisceau de rayons X monochromatiques et parallèles de longueur d'onde connue, produit grâce à une anticathode de cuivre (Energie du rayonnement : 8047 eV ; Longueur d'onde ($K\mu 1$) : 1.54 Å). Le rayonnement émis est défini par un système de fentes (fentes Soller) et de fenêtres situées avant et après l'échantillon.

Le dépouillement se déroule en une succession d'étapes répétitives. Pour cela, nous nous aidons du logiciel EVA comprenant un module sur le traitement des rayons X.

Dans un premier temps, il faut corriger les pics aberrants et/ ou artefacts qui sont liés à la diffraction du support. Puis, nous procédons à l'analyse. Cette étape consiste à suggérer à travers un tableau périodique les éléments susceptibles d'apparaître dans l'échantillon analysé selon un code couleur (vert : présent, rouge : peut-être présent, gris : absent). Pour obtenir les meilleurs résultats possibles, il faut s'aider des essais d'ATD réalisés. Ainsi, nous déterminons chacun des éléments représentés par une série de pics.

Etude de la
microstructure et des
caractéristiques
physico-chimiques des
bétons

Sommaire

9.1	Observations microscopiques	134
9.2	Analyse d'images	135
9.3	Analyse thermodifférentielle et thermogravimétrique	142
9.4	Diffraction des rayons X	145

9.1 Observations microscopiques

La figure 9.1 présente les micrographies obtenues au MEB sur des échantillons du BAP 40 à température ambiante et après exposition aux différents cycles de chauffage-refroidissement (dimensions approximatives $225 \mu\text{m} \times 170 \mu\text{m}$).

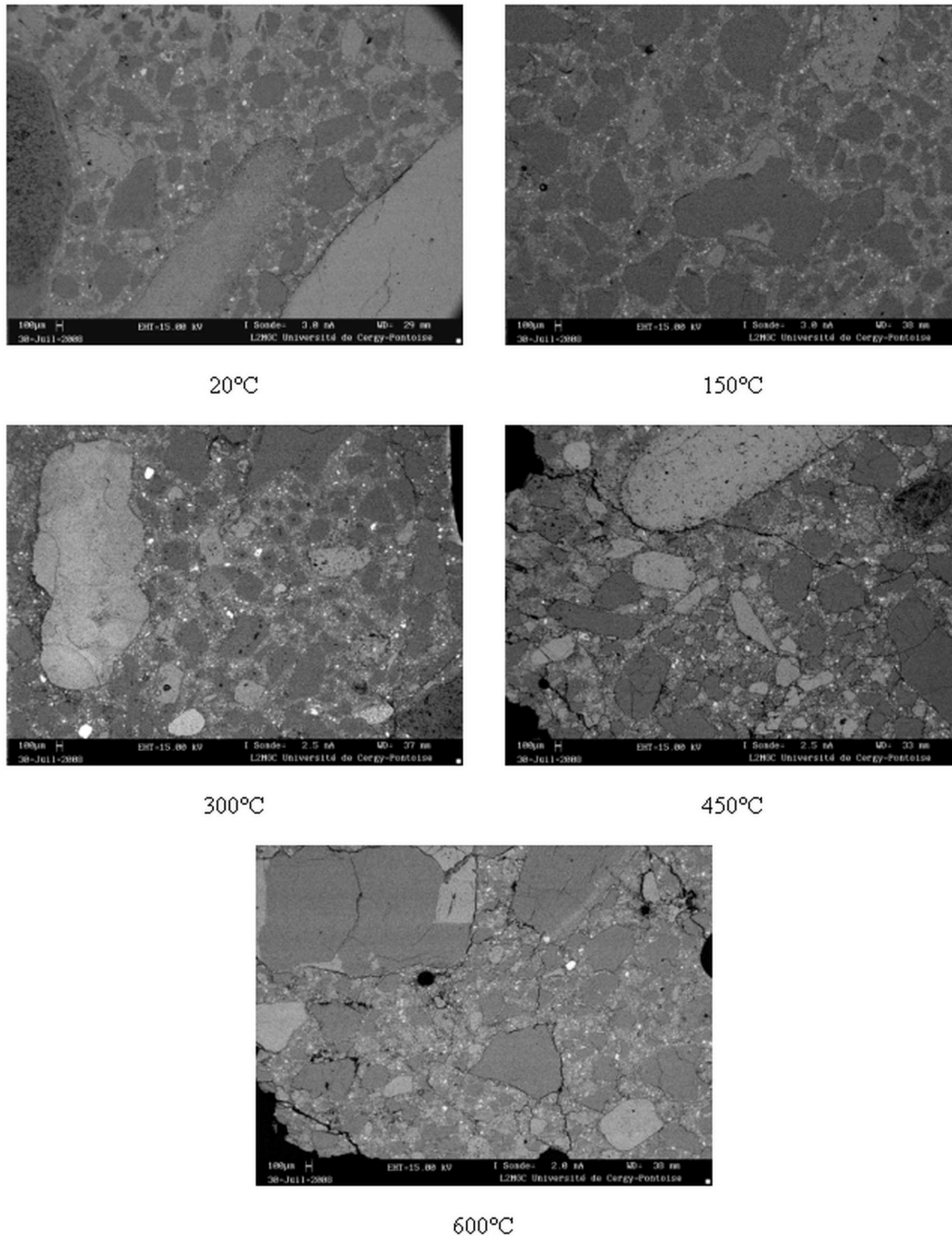


Figure 9.1 – Micrographies du BAP 40 après exposition à différentes températures

Jusqu'à 150°C, la surface du béton ne présente pas de faciès d'altération. Aucune fissure ne peut être distinguée.

A 300°C, quelques rares fissures apparaissent, notamment à l'interface pâte-granulats. La fissuration est nettement plus prononcée pour les échantillons chauffés à 450°C et surtout à 600°C. A ces températures, les fissures sont observées à l'interface pâte-granulats comme à 300°C mais également au sein de la pâte et dans les granulats, notamment à 600°C. Les fissures transgranulaires sont dues essentiellement à la présence de quartz (SiO_2) dans les granulats. En effet, vers 570°C se produit la transformation allotropique du quartz α en quartz β . Cette transformation réversible a des répercussions importantes sur les propriétés physiques du quartz et induit en particulier une dilatation (0.8% en volume). Les fissures générées se présentent souvent en forme d'étoile avec l'apparition de joints inter cristallins [4, 41] (observables sur des grossissements plus importants). Les observations précédentes peuvent être faites pour les 4 bétons étudiés.

La fissuration des échantillons dépend donc étroitement de la température d'exposition. Toutefois, il faut noter que les bétons chauffés à 450°C et 600°C sont très friables.

9.2 Analyse d'images

La figure 9.2 présente respectivement les images obtenues au MEB sur le BAP 40 et les images correspondantes obtenues après analyse. Le traitement des micrographies a permis d'obtenir des images binaires dans lesquelles les zones noires représentent la porosité des échantillons.

L'analyse d'images fait ressortir une autre forme de porosité que celle qui a été mise en évidence sur les images en électrons rétrodiffusés. On aperçoit que même à 150 et à 300°C, la porosité ne provient pas seulement de fissures, mais aussi d'une dégradation de la matrice elle-même.

Nos observations ne permettent pas de quantifier la taille des pores. En revanche, Liu [89] a montré que la taille et la forme des pores sont influencées par la température. A 130°C, la porosité est inférieure et les pores sont plus irréguliers que les pores à 400°C. Liu et al. [91, 90] comparent les BAP et les BHP. Ils observent des changements de la microstructure avec la température. Jusqu'à 500°C, les principaux changements physico-chimiques sont la perte de l'eau (libre et liée), ainsi que la décomposition de la portlandite. Ces transformations conduisent à la destruction des gels de C-S-H et créent une porosité additionnelle (augmentation de la porosité de x1.5 entre 400 et 500°C).

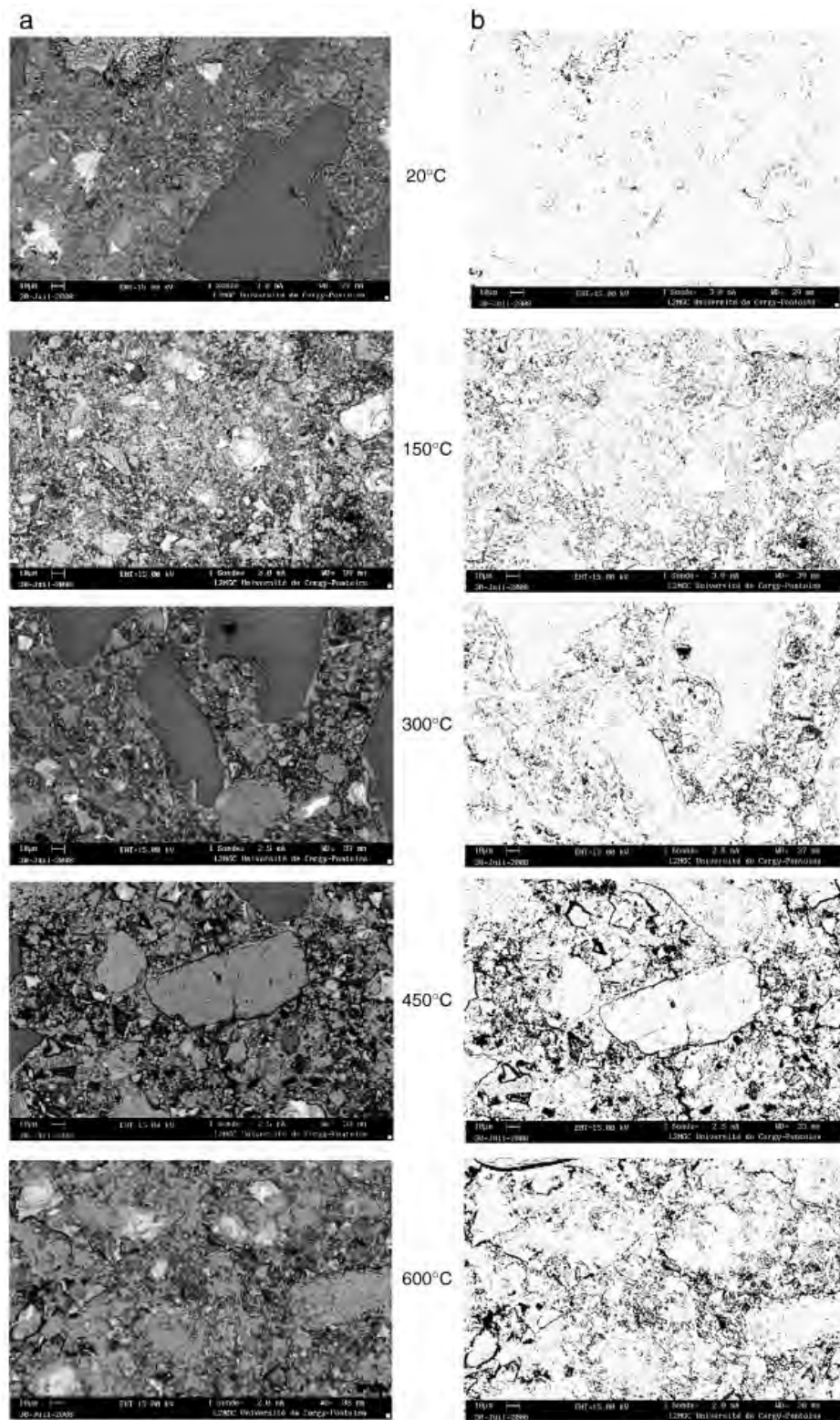


Figure 9.2 – Micrographies pour l’analyse d’image (a) et images représentant la porosité issue de l’analyse d’image (b) du BAP 40

La figure 9.3 présente une comparaison entre la porosité à l'eau mesurée sur des échantillons de quelques centimètres cubes [7] et la porosité mesurée par analyse d'image en fonction de la température d'essai.

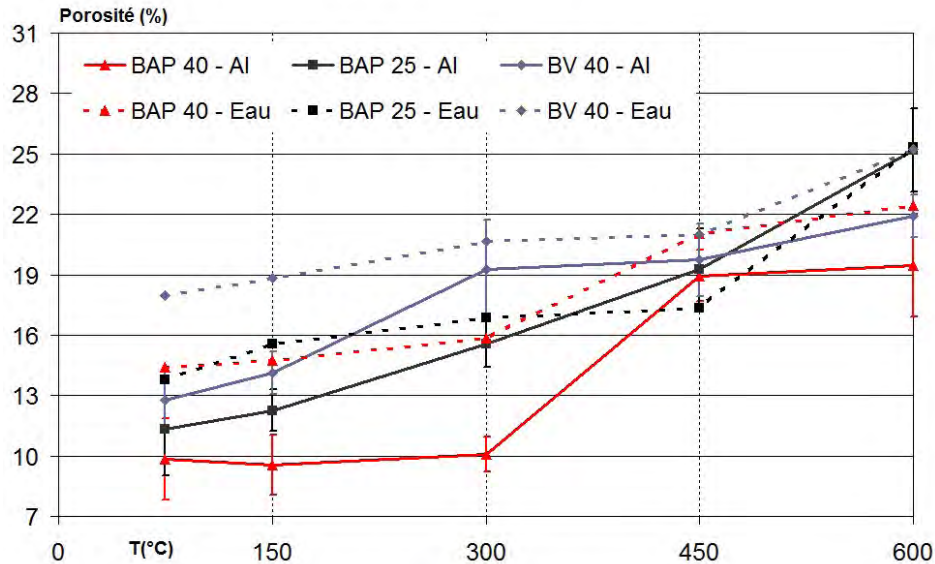


Figure 9.3 – Evolution de la porosité à l'eau et de la porosité obtenue par analyse d'image (AI) en fonction de la température d'exposition

On observe une augmentation importante de la porosité avec la température d'exposition (augmentation de 65% entre 20 et 600°C en moyenne).

On constate une évolution similaire de la porosité quelle que soit la technique employée et ce pour chaque composition de béton. La porosité mesurée par analyse d'image est du même ordre de grandeur, mais généralement inférieure, à la mesure de porosité à l'eau. La différence obtenue est d'une part liée à une meilleure accessibilité de l'eau dans les pores de très petites dimensions par rapport à la résine. D'autre part, la technique microscopique utilisée ne permet pas d'obtenir une résolution suffisamment fine pour mettre en évidence la porosité de faibles dimensions. La porosité augmente de manière monotone en fonction de la température [8, 119, 108]. Dans notre cas, la porosité du BAP 40 est quasiment constante entre 20 et 300°C. Pour les BAP 25 et BV 40, l'augmentation est de 30% et de 45% respectivement. A 450°C, la porosité est quasiment identique pour les 3 bétons testés.

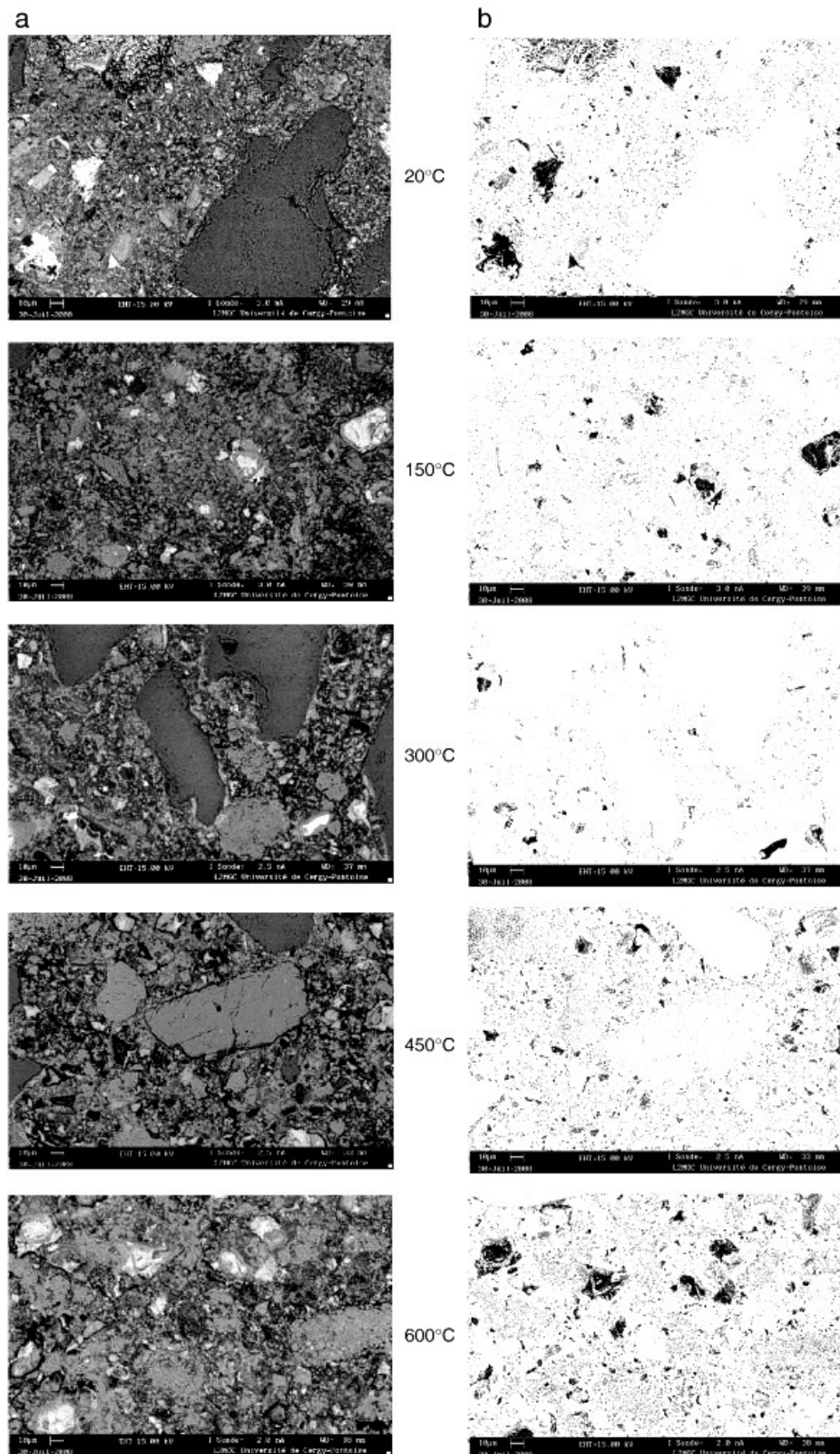


Figure 9.4 – Micrographies utilisées pour l’analyse d’image (a) et images représentant les phases les plus claires (ici en noir) (b) pour le BAP 40 aux différentes températures

La figure 9.4 (a) présente des micrographies obtenues par électrons rétrodiffusés. On s'intéresse ici aux phases les plus claires qui correspondent aux phases possédant le nombre atomique moyen le plus élevé [152]. Afin de faciliter leur mise en évidence, on réalise un traitement d'images dont les résultats sont présentés sur la figure 9.4 (b). Les phases étudiées sont maintenant représentées en noir.

La figure 9.5 présente les variations de la fraction surfacique des zones les plus claires pour les quatre bétons en fonction de la température d'exposition.

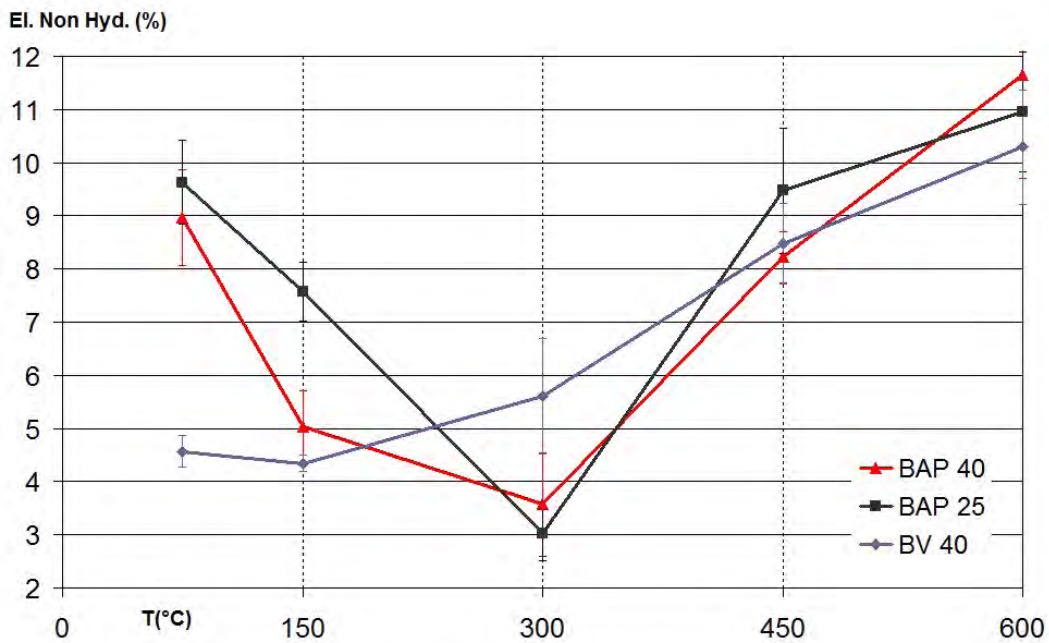


Figure 9.5 – Evolution de la fraction surfacique des zones les plus claires en fonction de la température

La fraction surfacique de ces zones dans les deux BAP diminue de manière importante entre 20 et 300°C puis augmente au delà de 300°C. En revanche, cette fraction surfacique augmente de façon monotone avec la température entre 20 et 600°C pour le béton vibré.

Entre 20 et 300°C, les phases les plus claires apparaissant sur les images BEI correspondent essentiellement aux phases anhydres du ciment (Voir figure 9.4 (a)). On assiste donc à une hydratation complémentaire des grains de ciment, due aux mouvements d'eau importants qui se produisent au cours du chauffage entre 100 et 300°C. Ces mouvements d'eau proviennent d'une part du départ de l'eau libre (jusqu'à environ 150°C) [108] et d'autre part du départ de l'eau déliée provenant de la déshydratation des C-S-H. Ces derniers conduisent à une augmentation de la porosité des C-S-H, également observée sur les micrographies, et permettent donc à l'eau d'accéder aux grains

de ciment anhydres. Il en résulte une hydratation de ces derniers. A 300°C, la quasi totalité des grains de ciment ont été hydratés.

Au delà de 300°C, on observe une augmentation de la fraction surfacique des phases claires sur les micrographies. On peut supposer que ces dernières ne correspondent plus à des grains de ciment anhydres, mais sans doute à des phases denses provenant de la décomposition des hydrates.

La diminution de la fraction d'anhydres permet d'expliquer les résultats obtenus sur le comportement mécanique en compression des bétons exposés aux températures élevées (Voir Partie Essais macrostructuraux). Lors des essais de compression, il a été remarqué que le comportement des BAP diffère de celui du béton vibré. Pour le BV, une décroissance monotone de la résistance en compression avec la température a été observée entre 20 et 600°C. En revanche, pour les deux BAP, après une diminution modérée de résistance entre 20 et 150°C, une augmentation importante de la résistance entre 150 et 300°C a été constatée. Au-delà de 300°C, une diminution importante de la résistance en compression a également été observée pour tous les bétons.

Différentes hypothèses sont proposées dans la littérature pour expliquer le gain de résistance. Dias et al. [38] attribue l'augmentation de résistance à une réhydratation de la pâte de ciment due à la migration d'eau dans les pores. Khoury [77] suppose que des groupes silanols perdent une partie de leurs liaisons avec l'eau, ce qui conduit à la création des liaisons plus courtes et plus fortes de siloxane ($Si - O - Si$) (contribuant à l'augmentation de la résistance). Nos résultats montrent clairement que l'évolution de la résistance à la compression entre 150 et 300°C est fortement corrélée à l'évolution des anhydres dans le ciment. La résistance en compression des 2 BAP qui augmente est associée à une diminution de la fraction surfacique des anhydres. Au contraire, aucune hydratation supplémentaire n'a été observée sur le BV 40 dont la résistance diminue avec l'augmentation de température. Ces résultats semblent confirmer l'hypothèse de Dias et al. [38].

Nous remarquons par ailleurs que la porosité de tous les bétons étudiés augmente entre 150 et 300°C de l'ordre de 2 à 3%. Donc, l'augmentation de la résistance des 2 BAP n'est pas liée au comblement de la porosité par de nouveaux produits d'hydratation. Ces nouveaux produits sont certainement formés, mais leur volume n'influence pas l'augmentation de la porosité qui est due à la fissuration et à la déshydratation des C-S-H. L'hypothèse de Dias et al. [38] ne suffit pas à expliquer l'évolution de la résistance à la compression. Le gain de résistance est donc lié à la formation de produits d'hydratation possédant de meilleures propriétés liantes. Nous pensons que les deux hypothèses [77, 38] peuvent être combinées : l'augmentation de résistance à la compression entre 150 et 300°C est due à l'hydratation des phases anhydres qui conduit à la formation d'hydrates possédant de meilleures propriétés liantes.

Des essais similaires (analyse d'images) réalisés par Liu [89] sur des BAP ne montrent

pas de diminution de la fraction d'anhydres. Liu observe des fluctuations qu'il attribue à la dispersion expérimentale des échantillons. Il n'observe pas d'augmentation de résistances en compression entre 150 et 300°C.

Afin de préciser la nature des phases qui se décomposent ou se forment au cours du chauffage, des analyses de Diffraction aux Rayons X, d'ATD et d'ATG ont été réalisées.

9.3 Analyse thermodifférentielle et thermogravimétrique

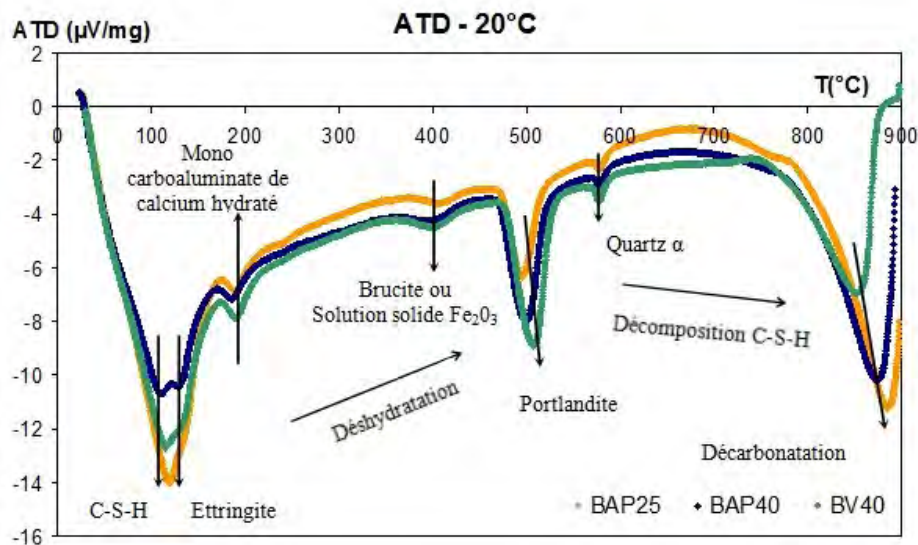


Figure 9.6 – Analyse thermodifférentielle sur des échantillons non chauffés.

La figure 9.6 présente les analyses thermodifférentielles (ATD) des bétons non chauffés (avant traitement thermique). On observe 6 pics endothermiques : 110-130°C, 200°C, 400°C, 500°C, 570°C et 850°C.

Ces pics de flux thermiques sont essentiellement liés aux températures de changement de phase des différents hydrates de la pâte de ciment. Le double pic à 110 et 130°C est attribué au départ de l'eau (absorbé) de constitution de certains hydrates : les C-S-H et l'ettringite [121].

A 200°C, la présence d'un pic indique la déshydratation du monocarboaluminate de calcium hydraté [107].

Entre 200 et 300°C, Khoury [77], Noumowé [108], et Richard [131] attribuent les légères variations de flux à la déshydratation continue des C-S-H.

A 400°C, on observe un petit pic dont nous n'avons pas pu identifier clairement la phase. Une transformation similaire a été observée par Sha et al. [141] sur des pâtes de ciment. Ces auteurs attribuent ce pic au changement d'état cristallin ou à la déshydratation d'une solution solide de Fe_2O_3 [141]. Mais d'autres sources [121] attribuent ce pic à la décomposition de la brucite ($Mg(OH)_2$). On ne peut émettre que des hypothèses sur la nature de cette phase.

Entre 450 et 550°C, le pic correspondant à la décomposition de la portlandite en

chaux libre [108, 127] est observé (déshydroxylation).

A 573°C se déroule la transformation allotropique du quartz- α en quartz- β accompagnée d'un phénomène de dilatation (fissuration des granulats siliceux) [127].

Entre 600 et 700°C, les C-S-H se décomposent et se transforment en une nouvelle forme de silicates bicalciques (β - C_2S) [127].

De 700 à 900°C, le pic est attribué à la décomposition des granulats et des fillers calcaires. Celle-ci est accompagnée d'une libération de CO_2 [108, 77].

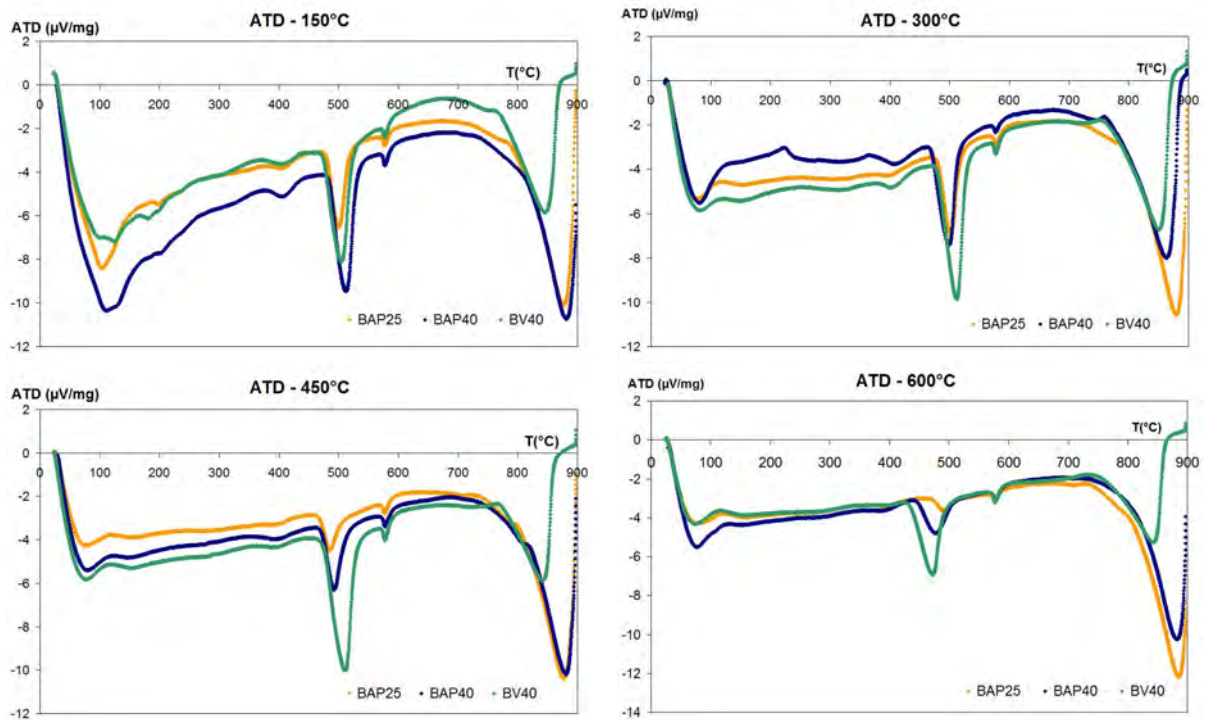


Figure 9.7 – Analyses thermodifférentielles pour les différents cycles de température.

La figure 9.7 présente les courbes ATD des bétons ayant subi les traitements thermiques. De manière générale et comparativement à la figure 9.6, plusieurs pics sont d'intensité réduite voire absents, ce qui correspond à la disparition partielle ou totale de certaines phases au cours des différents traitements thermiques.

Après un traitement à 150°C, le pic à 110-130°C diminue à cause du départ de l'eau libre, du début de la première phase de déshydratation des C-S-H et de l'ettringite [108]. Pour les autres constituants, on n'observe aucune modification.

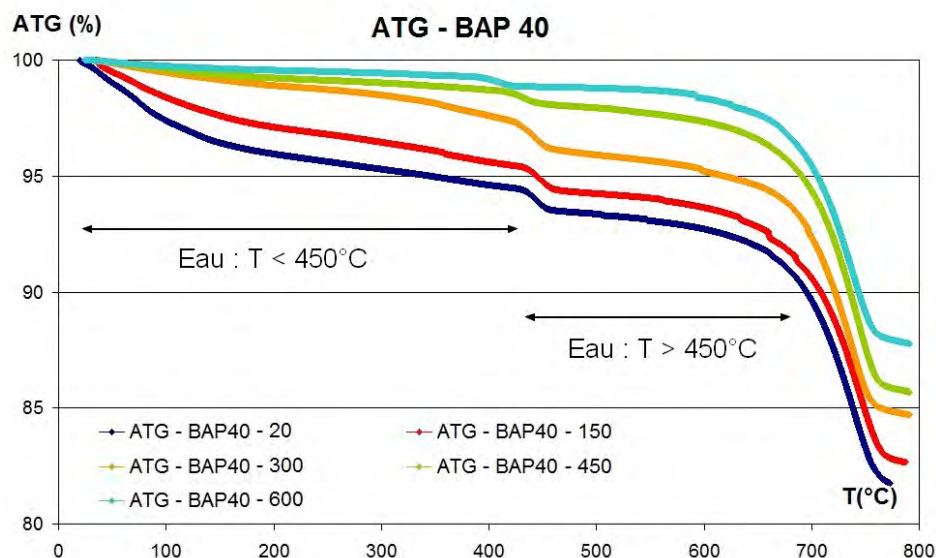
Suite au chauffage à 300°C, les pics relatifs au départ de l'eau libre, de l'eau liée

des C-S-H (première phase de décomposition) et de l'ettringite ainsi que celle liée au monocarboaluminate de calcium hydraté ont été éliminés.

Après le chauffage à 450°C, on observe, en plus, la nette diminution du pic à 400°C. Ce résultat indique la disparition de la phase non identifiée (Brucite ou solution solide de Fe_2O_3) citée plus haut.

Pour le cycle à 600°C, le pic de déshydroxylation de la portlandite (500°C) diminue significativement. En revanche, le pic à 573°C, correspondant à la transformation allotropique du quartz- α en quartz- β , reste pratiquement inchangé. Cette transformation étant réversible, on peut supposer que le quartz- α s'est reformé une fois le traitement thermique terminé.

Finalement, l'eau du béton (eau libre puis eau liée) est éliminée progressivement en fonction de son énergie de liaison. De même, les hydrates et les granulats subissent des transformations en fonction de la nature des minéraux constitutifs. Ces transformations physico-chimiques, en particulier le départ de l'eau chimiquement liée, se traduisent par une augmentation importante de la porosité du béton (figure 9.7 à 450°C), qui entraîne alors un changement des propriétés mécaniques du matériau ainsi que de ses propriétés de transfert. Tous ces phénomènes se produisent pour tous les bétons testés et peuvent donc être généralisés.



La figure 9.8 présente l'évolution de la masse d'un échantillon chauffé de 20 à 800°C. Deux pertes de masses significatives se produisent à 450°C et 700°C et sont relatives à des phénomènes de décomposition (voir ATD). Notre attention va se porter sur les

zones de faible pente donnant essentiellement des informations sur le départ de l'eau.

Le départ de l'eau est présenté en deux domaines selon l'analyse de Divet et al. [41] :

- L'eau évaporée à des températures inférieures à 450°C : cette eau est considérée comme de l'eau faiblement liée aux hydrates du ciment et, en particulier, aux silicates de calcium hydratés (C-S-H).
- L'eau évaporée dans le domaine allant de 450 à 700°C : elle est considérée comme étant fortement liée aux hydrates.

Au-delà de 700°C, Divet et al. considèrent que la perte de masse est essentiellement due à la décarbonatation.

En ce qui concerne nos essais, pour un béton non chauffé, la perte de masse aux températures inférieures à 450°C, correspond au départ de l'eau libre, de l'eau liée des C-S-H, de l'ettringite, des monocarboaluminates de calcium hydratés [14] et de la phase présente à 400°C (Brucite ou solution solide de Fe_2O_3). Cette perte représente environ 6% de la masse initiale de l'échantillon. La perte est plus importante pour le béton vibré [132]. Même si les bétons testés ont la même quantité d'eau (autour de 200 kg.m^{-3}). La perte de masse associée à des températures supérieures à 450°C résulte du départ de l'eau contenue dans la portlandite et les C-S-H. Cette perte est évaluée à environ 2.2% de la masse de l'échantillon. Ye et al. [167] observent que la perte de masse des BAP est plus grande que celle des BHP ou BV. Cela est dû au fait que les BAP ont moins de produits hydratés car les BAP contiennent plus d'additions minérales.

Sur les échantillons soumis aux différents cycles de traitement thermique, la perte de masse d'eau (entre 20 et 450°C) diminue : elle passe de 44% pour un béton non chauffé (à 20°C) à 7% pour un béton ayant subi un traitement thermique jusqu'à 600°C. Cette eau est considérée comme faiblement liée et génère ainsi un retrait du matériau [77] contribuant à l'apparition des premières fissures dans les bétons.

Par contre, la perte de masse (entre 450 et 800°C) varie très peu (on passe de 15 à 13%) suite aux traitements thermiques. Cette eau, chimiquement liée, induit des modifications de phases comme la transformation des C-S-H en silicates bicalciques ($\beta\text{-C}_2\text{S}$) et la déshydroxylation de la portlandite. Celles-ci amplifient les fissures déjà observées.

9.4 Diffraction des rayons X

La figure 9.9 représente les diffractogrammes obtenus sur des échantillons de BAP 40 soumis aux différents cycles de chauffage-refroidissement.

Le diffractogramme d'un béton non chauffé (20°C) révèle la présence de portlandite,

de calcite ou encore de quartz- α . L'ettringite et le monosulfoaluminate n'ont pas été détectés, les angles correspondants n'étant pas mesurés par l'appareil utilisé. Car la raie principal 2θ des ces éléments est inférieur à 10° .

Les diffractogrammes des bétons chauffés à 150 et 300°C sont quasiment identiques à celui du béton non chauffé. Cela confirme les résultats ATD qui ont montré que les phases cristallines ne subissent aucune transformation à ces températures sauf pour l'ettringite.

Suite à un traitement thermique plus sévère (450 et 600°C) tous les pics relatifs à la portlandite disparaissent (Déshydroxylation entre 450 et 500°C). Cette transformation a été également observée sur les ATD, ATG. Par contre, on ne détecte pas la transformation allotropique du quartz- α en quartz- β entre les diffractogrammes de 450 et 600°C puisqu'il s'agit d'une transformation réversible. On observe également une modification des pics correspondants à la phase identifiée (Solution solide Fe_2O_3 ou Brucite).

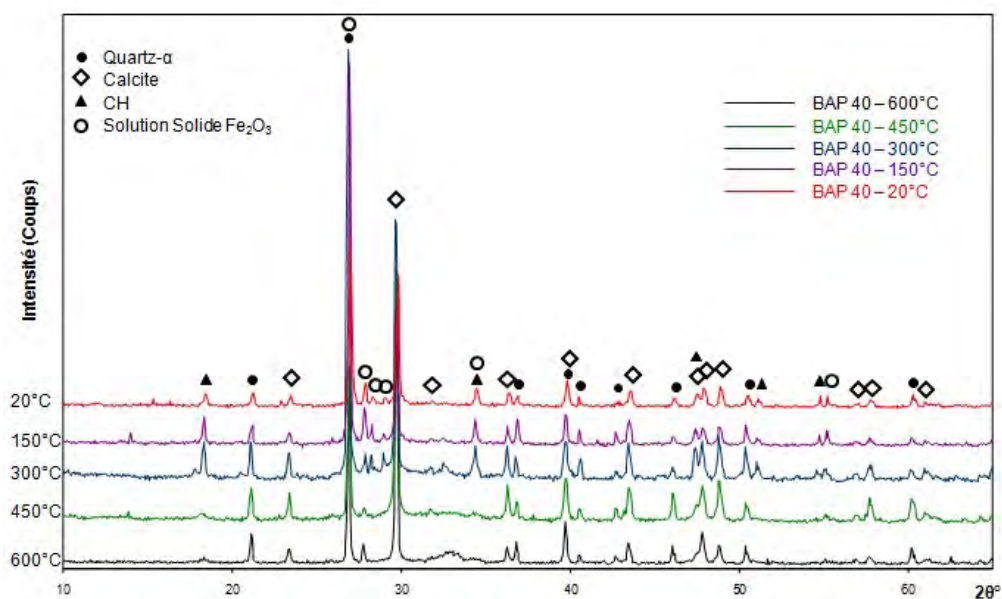


Figure 9.9 – Diffractogrammes du BAP 40

Lorsqu'on s'intéresse plus particulièrement à ce qui se passe après 300°C (Voir 9.10), on constate qu'il y a une modification d'arrangement cristallin de la « Solution solide de Fe_2O_3 » pour certains auteurs [141] ou Brucite pour d'autres [121], car on assiste à la disparition de certains pics sur le diffractogramme. Les observations confirment les résultats des ATD, mais ne permettent pas de préciser la nature de cette phase.

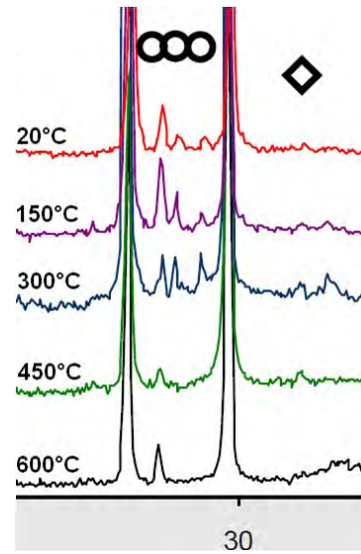


Figure 9.10 – Zoom sur les modifications cristallographiques pour les raies comprises entre 25 et 35°

Ces modifications concernent les autres formulations. En effet, sur la figure 9.11, les diffractogrammes du BAP 40 et du BV 40 sont représentés. On y retrouve les mêmes modifications d'arrangement cristallin concernant la brucite ou « Solution solide ».

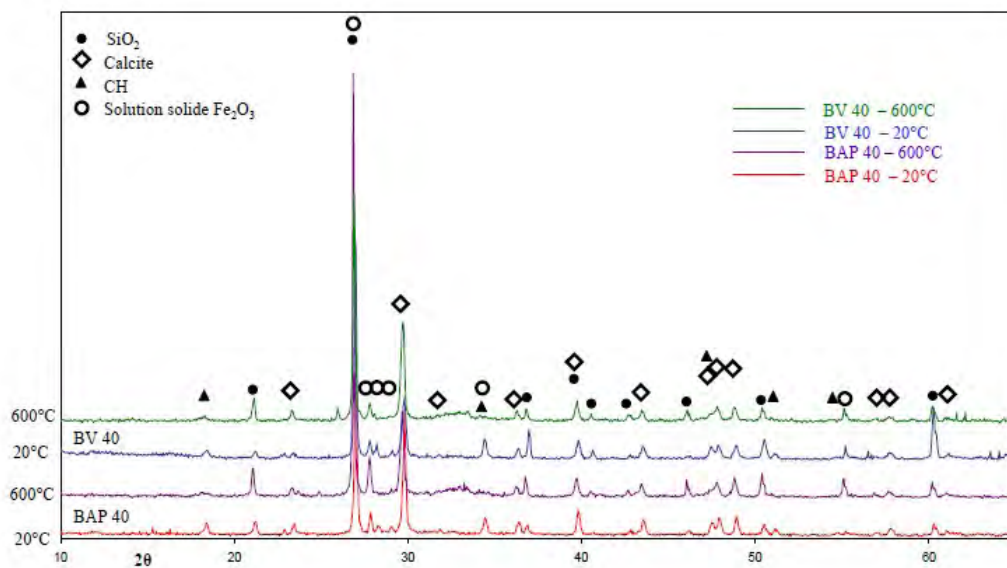


Figure 9.11 – Comparaison des DRX des BAP 40 et BV 40 des échantillons non chauffés et chauffés à 600°C.

Conclusions sur les caractéristiques physico-chimiques des BAP à haute température

Cette étude concerne le comportement microstructurale des BAP à haute température. Les propriétés physico-chimiques et la microstructure sont étudiées après exposition des bétons à des cycles de chauffage - refroidissement à 150, 300, 450 et 600°C.

Entre 20 et 150°C, du point de vue microstructural, on ne constate aucune dégradation particulière. De plus, aucune fissure n'est distinguée. On assiste seulement au début du départ de l'eau liée contenue dans les C-S-H, et de toute l'eau libre contenue dans le béton. L'eau du béton est éliminée progressivement en fonction de son énergie de liaison. Ce départ d'eau conduit à une légère modification de la porosité.

Entre 150 et 300°C, on observe les premières fissures dans le matériau, notamment au sein de la pâte de ciment, dues au départ de l'eau de différents hydrates comme les C-S-H. Ces fissures contribuent à une augmentation de la porosité. De plus, une autre forme de porosité est mise en évidence à partir de l'analyse d'images : il s'agit d'une porosité issue de la dégradation de la matrice elle-même.

L'analyse d'images a permis de quantifier la fraction des éléments anhydres ou déshydratés. La diminution de la fraction des phases anhydres des BAP montre une hydratation supplémentaire due à la migration d'eau déliée. Nos essais montrent clairement que l'évolution de la résistance à la compression entre 150 et 300°C est fortement corrélée à l'évolution des anhydres dans le ciment pour tous les bétons étudiés. Le gain de résistance en compression des BAP est associé à la diminution de la fraction surfacique des anhydres. Or, la porosité de tous les bétons augmentent entre 150 et 300°C de l'ordre de 2 à 3%. Donc, le gain de résistance en compression des BAP n'est pas lié au comblement de la porosité par de nouveaux produits d'hydratation, mais est relié

à l'augmentation des propriétés liantes des hydrates formés. Donc, l'augmentation de résistance à la compression entre 150 et 300°C est due à l'hydratation des phases anhydres qui conduit à la formation d'hydrates possédant de meilleures propriétés liantes.

Au delà de 300°C, la microstructure des bétons se dégrade rapidement : certaines transformations chimiques ont lieu comme le changement d'état cristallin de la « solution solide Fe_2O_3 »- Brucite, la décomposition de la portlandite, la perte de l'eau conduisant à la destruction des gels de C-S-H ou encore la transformation du quartz- α en quartz- β . Toutes ces changements créent une porosité additionnelle entraînant une augmentation d'environ 7% de la porosité. Ces transformations physico-chimiques entraînent des répercussions importantes sur les propriétés physiques, car des fissures plus prononcées sont visibles à l'oeil nu, ainsi que des expansions volumiques (de l'ordre de 1% en volume). A ces températures, le matériau béton est très friable.

Quatrième partie

Caractérisation mécanique et physico-chimique des BAP de granulats légers à haute température

Caractérisation des BAP de granulats légers exposés à une température élevée

Sommaire

11.1	Objectif	154
11.2	Matériaux et formulations	154
11.3	Procédures expérimentales	156
11.3.1	Traitements thermiques	156
11.3.2	Caractérisation mécanique et physico-chimique des bétons de granulats légers	157
11.4	Comportement mécanique et physico-chimique des BAP GL	158
11.4.1	Essai suivant la courbe ISO-834	158
11.4.2	Résistances mécaniques résiduelles	161
11.4.3	Perte de masse	165
11.4.4	Porosimétrie et densité	166
11.4.5	Observations microscopiques et Analyse d'images	168
11.4.6	Analyses thermodifférentielles et thermogravimétriques	172

11.1 Objectif

Cette étude s'intéresse au comportement à haute température des BAP de granulats légers (BAP GL). Les granulats légers allègent la structure porteuse, ce qui diminue la dimension des éléments porteurs comme les fondations et les poteaux. L'étude bibliographique montre que l'utilisation de granulats légers limite la perte des propriétés mécaniques et réduit l'incompatibilité pâte-granulats. Cette réduction conduit à améliorer les propriétés de transfert, et donc à ralentir l'apparition des microfissures. Notre objectif est donc d'étudier le comportement à haute température de BAP réalisé avec des granulats légers et de les comparer à des BAP de granulats ordinaires.

Cette partie de la thèse consiste à comparer les propriétés mécaniques, physico-chimiques et microstructurales des BAP de granulats légers à celles des BAP de granulats ordinaires soumis à de hautes températures. Il est nécessaire de comprendre l'évolution des propriétés mécaniques et physico-chimiques des bétons en s'appuyant sur la nature des granulats utilisés. L'étude concerne la résistance en compression, en flexion, la porosité, la densité apparente, la perte de masse et les changements physico-chimiques qui se produisent après chauffage. Toutes ces propriétés résiduelles sont comparées aux propriétés initiales. De plus, nous nous intéressons à la stabilité thermique des BAP. Pour cela, un traitement thermique de type incendie a été réalisé sur plusieurs lots d'éprouvettes.

11.2 Matériaux et formulations

Ce programme a été réalisé dans le cadre d'une collaboration avec le Professeur Houssam TOUTANJI de l'Université d'Alabama à Huntsville, USA. Les bétons testés ont été formulés et fabriqués à l'Université d'Alabama. Leur comportement mécanique à température ambiante a été caractérisé sur place, puis des éprouvettes ont été envoyées à l'Université de Cergy-Pontoise pour la réalisation des essais à haute température.

Cinq formulations ont été confectionnées et testées : 4 BAP de granulats légers (appelées BAP GL) et 1 BAP de granulats ordinaires (appelé BAP GN). Les BAP GL réalisés doivent avoir une bonne fluidité (qui a été vérifiée en réalisant des essais d'étalement et de J-ring). De plus, les bétons formulés doivent avoir une résistance à la compression à 28 jours supérieure à 17.2 MPa et une densité inférieure à 1.84 selon les recommandations ACI 211.2.

Dans toutes les formulations étudiées, du ciment Portland de type I et des cendres volantes de type F sont utilisés. Une base chimique de polycarboxylate, utilisant les recommandations ASTM C494 type A et F, compose le superplastifiant à fort pouvoir de rétention d'eau. Ce superplastifiant est recommandé pour un dosage maximum de 1.05 litre pour 100 kg de ciment utilisé, mais il a été dosé entre 0.7 et 0.85 litre pour 100 kg de ciment. En suivant les recommandations ASTM C260, un entraîneur d'air

est ajouté à la formulation. Cet entraîneur d'air est à base de sel organique. Son dosage est de 0.195 litre pour 100 kg de ciment.

Cinq types de granulats ont été utilisés : un sable de carrière, un sable léger à base d'argile expansée, un gravillon calcaire concassée ($D_{max}=20$ mm) et de deux types de gravillons légers à base d'argile expansée ($D_{max}=19$ mm pour le granulat I et $D_{max}=13$ mm pour le granulat II).

Les granulats légers utilisés entrent dans le cadre d'une étude privée commandée à l'Université d'Alabama. Les propriétés de ces granulats ainsi que certaines propriétés à l'état frais des bétons étudiés sont confidentielles et ne sont pas fournies.

Quatre formulations de BAP GL sont testées. Deux compositions utilisent un type de granulats légers et un sable normal (LW-1 et LW-2). Pour ces 2 formulations, la taille maximale des grains est de 19 mm pour le LW-2 et de 13 mm pour le LW-1. La troisième formulation (LW-3) est composée de granulats légers et de deux sables (un léger et l'autre normal). Un BAP GL (LW-4) est fabriqué à partir de graviers normaux et de sable léger. Un cinquième BAP (NW-1) contenant des granulats normaux (graviers et sable) est étudié.

Mix ID	Ciment	Cendres volantes	CLA1	CLA2	CNA	FNA	FLA	Eau	Entraîneur d'air	Réducteur d'eau	Densité	E/C	E/L
	Kg/m ³								L/m ³	L/100kg ciment	Kg/m ³	-	-
LW-1	428	168	446			629		209	1.16	0.652	1842	0.49	0.35
LW-2	448	176		289		741		219	1.32	0.848	1834	0.49	0.35
LW-3	440	173	436			122	285	215	1.12	0.848	1607	0.49	0.35
LW-4	456	179			475	173	400	223	1.24	0.848	1843	0.49	0.35
NW-1	428	169			786	629		209	1.16	0.782	2198	0.49	0.35

LW = Light-weight Aggregate mix - BAP de Granulats légers
 NW = Normal-weight Aggregate mix - BAP de Granulats normaux
 CLA = Coarse Light-weight Aggregate - Graviers légers
 CNA = Course Normal-weight Aggregate - Graviers normaux

FNA = Fine Normal-weight Aggregate - Sable normal
 FLA = Fine Light-weight Aggregate - Sable léger

CLA2 has smaller average particle size than CLA1

Tableau 11.1 – Formulations des bétons réalisées aux Etats-Unis.

Pour mieux comprendre les paramètres étudiés dans chacune des formulations, le tableau 11.2 présente un résumé des granulats utilisés pour chaque béton testé.

	Stalite - Grapiers légers (1)	Rivers - Grapiers légers (2)	Grapiers normaux
Sable normal	LW-1	LW-2	NW-1
Sable normal et Sable léger issus des Granulats légers (2)	LW-3		LW-4

Tableau 11.2 – Résumé des formulations

Chaque formulation a permis la confection d'éprouvettes prismatiques de dimensions $75 \times 75 \times 350$ mm et des éprouvettes cylindriques de dimensions $\phi 75 \times 150$ mm. Après fabrication, les éprouvettes sont conservées pendant 90 jours au moins avant de subir des traitements thermiques. Durant les 28 premiers jours, les éprouvettes ont été conservées dans une eau saturée en chaux.

11.3 Procédures expérimentales

11.3.1 Traitements thermiques

Les traitements thermiques réalisés sont de 2 types : un traitement de type incendie (Feu ISO-834) et un traitement plus lent ($1^\circ\text{C}/\text{min}$) afin de déterminer les propriétés mécaniques des bétons étudiés. Une partie des éprouvettes prismatiques subit un essai de type incendie [53]. Les éprouvettes testées lors de cet essai ont été endommagées lors du transport. Les éprouvettes cylindriques et l'autre partie des éprouvettes prismatiques subissent des essais de caractérisation (Chauffage lent de $1^\circ\text{C}/\text{min}$). Contrairement au essai incendie, les essais de caractérisation ont été réalisées sur des éprouvettes intactes. Pour chacun des traitements thermiques, 3 éprouvettes de chaque formulation ont été testées.

Eprouvettes	Prismatiques $75 \times 75 \times 350$ mm	Cylindriques $\phi 75 \times 150$ mm
Courbe ISO-834	600°C	-
Chauffage lent	500°C	400°C
Essais	Résistance à la flexion 4 points et Stabilité thermique	Résistance à la compression

Tableau 11.3 – Résumé des essais de chauffage réalisés

Concernant l'aspect incendie, les essais ont été menés afin d'étudier la stabilité thermique des BAP GL. Pour les essais de caractérisation, l'étude s'intéresse particulièrement à la résistance résiduelle des bétons après traitement thermique. Dans ce cas,

les propriétés mécaniques sont évaluées après le cycle de chauffage refroidissement.

La vitesse de montée en température d'un chauffage de type incendie est très rapide (Equivalent à un chauffage de $75^{\circ}\text{C}/\text{min}$). Pour ces essais, une montée jusqu'à 600°C a été réalisée avec un palier de température d'une durée de 2 heures et une phase de refroidissement lent après l'arrêt du chauffage. Pour les essais de caractérisation, la montée en température est de $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ jusqu'à une température palier de 400°C ou 500°C . Nous maintenons la température constante durant 1 heure [156] avant d'arrêter le chauffage. Les éprouvettes cylindriques sont chauffées jusqu'à 400°C . Les autres éprouvettes prismatiques ont été chauffées jusqu'à 500°C . La durée de la température de palier est fonction de la vitesse de montée en température : plus la vitesse est rapide, plus la durée est longue. Ce palier permet d'homogénéiser la température au sein des éprouvettes. Ensuite, les éprouvettes sont ramenées à la température ambiante par un refroidissement lent.

La figure 11.1 montre à la fois la courbe de température ISO-834 et celle de l'essai de caractérisation à chauffage lent [111, 109].

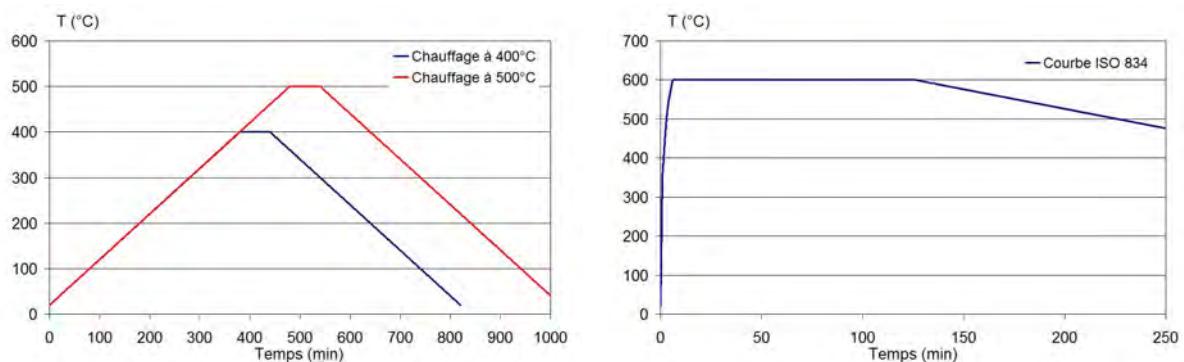


Figure 11.1 – Courbes de montée en température (Chauffage lent à $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ jusqu'à 400°C , 500°C et Feu ISO-834)

11.3.2 Caractérisation mécanique et physico-chimique des bétons de granulats légers

Avant d'être soumises aux traitements thermiques, les éprouvettes sont pesées. Durant l'essai incendie de type feu ISO-834, la température de surface des éprouvettes est enregistrée grâce à des thermocouples. Ces thermocouples sont connectés à une centrale d'acquisition qui est elle-même reliée à un ordinateur. Après les essais, la masse des éprouvettes est également mesurée et la perte de masse est calculée. La figure 11.2 représente les éprouvettes dans le four avant traitement thermique.

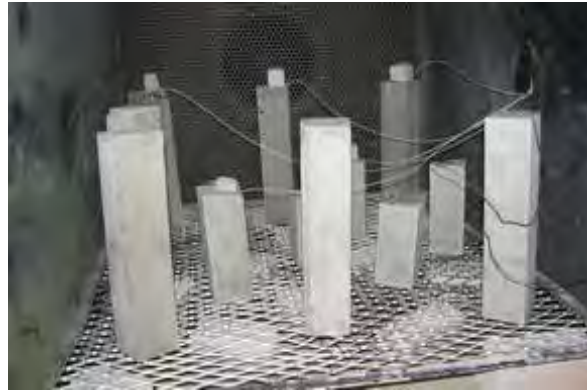


Figure 11.2 – Disposition des éprouvettes dans le four

Une fois les éprouvettes refroidies, nous pouvons procéder aux différents essais résiduels : les essais de résistance en compression pour les éprouvettes cylindriques et la résistance résiduelle en flexion 4 points pour les éprouvettes prismatiques.

A la suite des essais mécaniques, des essais de caractérisation physico-chimiques ont été entrepris. Des ATD et des ATG ont été réalisées sur les échantillons chauffés à 400°C. Lors des essais d'ATD-ATG, la vitesse de montée en température est de 20°C/min avec une température palier de 900°C. Parallèlement aux essais thermiques, des essais d'observation microscopique sont également effectués sur des échantillons chauffés et non chauffés au moyen d'un Microscope Electronique à Balayage LEICA S430i.

Le MEB est utilisé afin d'observer la microstructure des échantillons et étudier la morphologie des bétons. La procédure utilisée est la même que celle définie en Partie 3, hormis le polissage qui est moins précis, car un grossissement moins fort a été utilisé.

11.4 Comportement mécanique et physico-chimique des BAP GL

11.4.1 Essai suivant la courbe ISO-834

Lors des essais suivant la courbe incendie, la principale observation concerne les instabilités thermiques.

La figure 11.3 présente les éprouvettes disposées dans le four avant et après traitement thermique.

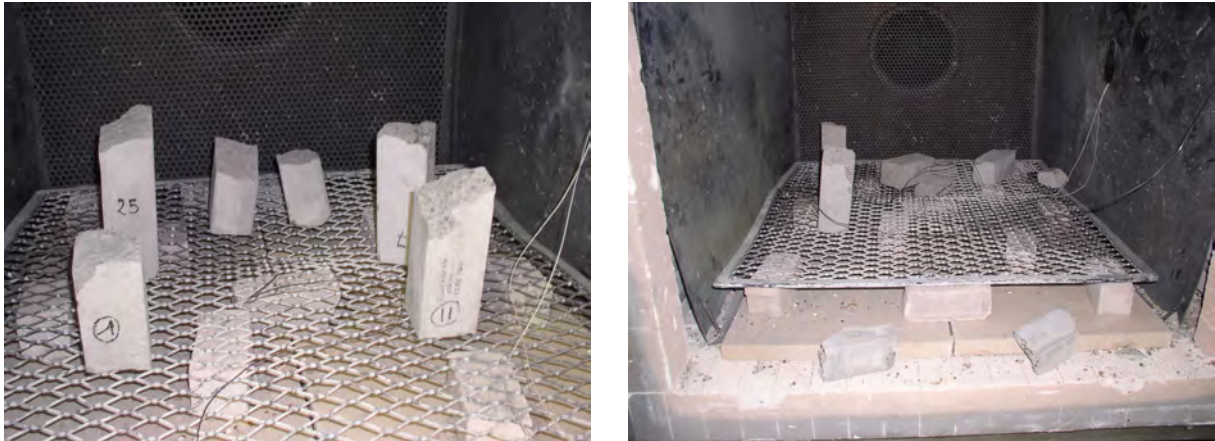


Figure 11.3 – Epreuves avant et après l'essai suivant la courbe ISO-834 pour tous les bétons testés.

Lors d'un essai incendie, plusieurs éprouvettes ont subi des écaillages et certaines éprouvettes ont éclaté. Le tableau 11.4 résume les observations faites sur les éprouvettes suite à l'essai incendie ISO-834.

La figure 11.4 présente l'état de chaque éprouvette après traitement thermique.

Composition de béton	Observations
LW-1 CLA1+FNA	Eclatement explosif
LW-2 CLA2+FNA	Peu ou pas de fissures
LW-3 CLA1+FNA+ FLA	Quelques fissures + Aspect poreux
LW-4 CNA+FNA+ FLA	Début d'éclatement et d'importantes fissures
NW-1 CNA+FLA	Fissures

Tableau 11.4 – Résumé des observations (Chauffage de type incendie ISO-834)

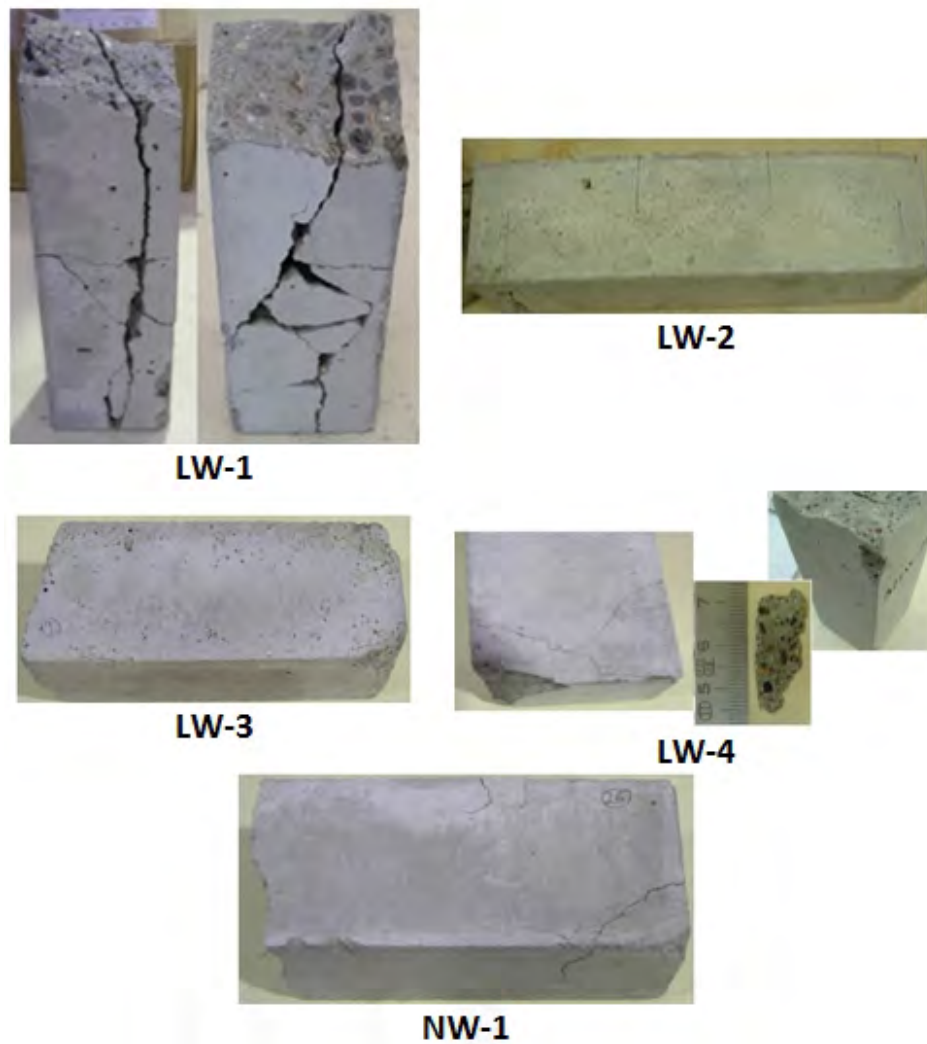


Figure 11.4 – Images après reconstitution des éprouvettes chauffées

A l'issue des essais incendie, il apparaît que la stabilité thermique des BAP GL dépend du type de granulats. En effet, seul le LW-1 éclate, tandis que le LW-2 ne présente aucune instabilité. La combinaison des GN et GL de type II permet de réduire les risques d'éclatement : nous observons des désordres plus réduits sur les autres bétons étudiés, mais aucun éclatement.

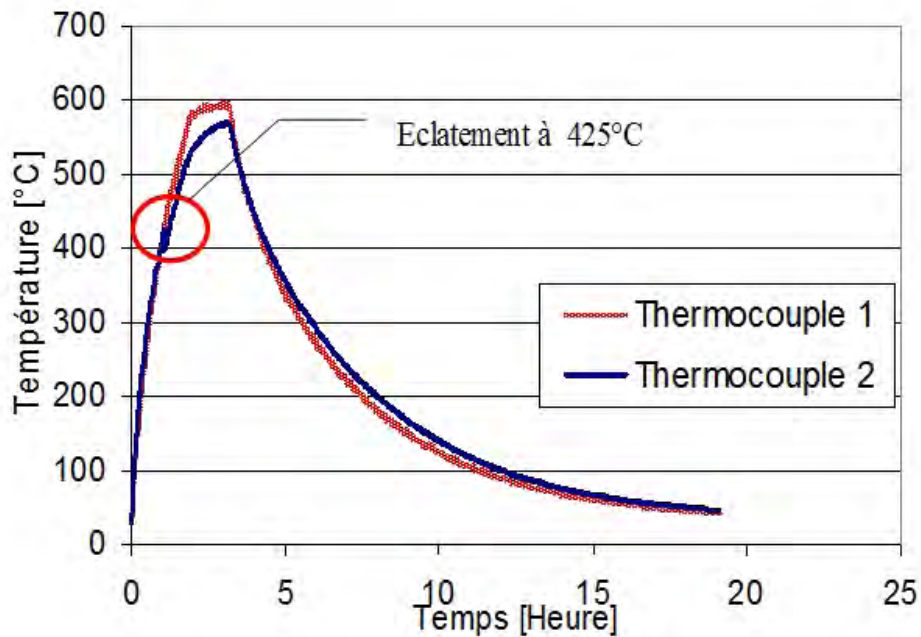


Figure 11.5 – Evolution des températures en surface des éprouvettes

Les éprouvettes qui ont présenté une instabilité thermique ont éclaté à 425°C. Cette température est identifiée grâce à la présence d'un saut sur la courbe de température de surface (Voir figure 11.5). En effet, lors de l'éclatement, le thermocouple a bougé, ce qui a provoqué le saut. Comparativement aux résultats de la partie 2, la température d'éclatement des BAP GL est largement supérieure à celles du BAP 25 et BAP 40. De plus, les éclatements observés ont été obtenus avec des bétons dont la résistance est modérée.

11.4.2 Résistances mécaniques résiduelles

11.4.2.1 Essai de chauffage lent

Aucun éclatement n'a été constaté lorsque les éprouvettes ont été chauffées à 1°C/min (Voir Figure 11.6). Néanmoins, un aspect poreux ou quelques fissures apparues sur les surfaces des éprouvettes a pu être observé. Les fissures sont apparues principalement sur les formulations contenant des GL (LW-1 et LW-2) tandis que les bétons LW-3 et LW-4 présentent plutôt un aspect poreux et des bulles en surface. Par contre, le BAP GN (NW-1) ne montre aucun dommage.

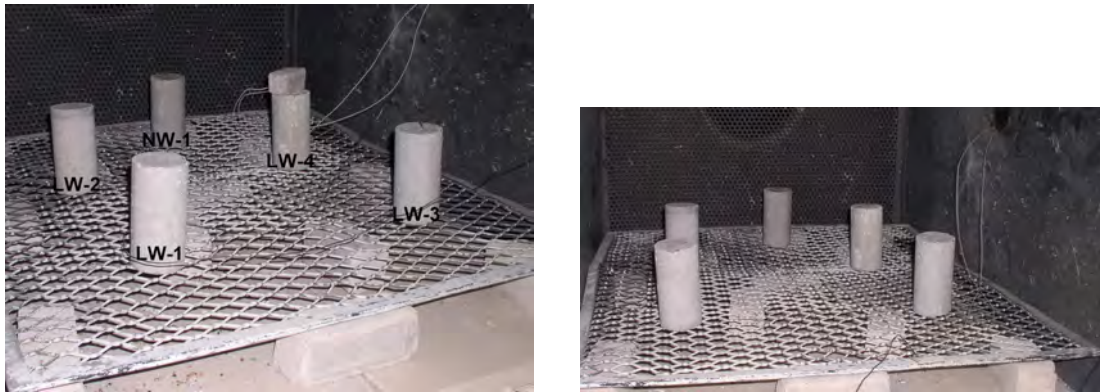


Figure 11.6 – Eprouvettes dans le four avant et après traitement thermique.

11.4.2.2 Résistance à la compression

Le tableau 11.5 présente les valeurs de résistance à la compression obtenues avant et après chauffage à 400°C. Pour ces essais, trois éprouvettes ont été testées avant et après traitement thermique.

Mix ID	Rc avant chauffage (MPa)	Moy. Rc avant chauffage (MPa)	Rc après chauffage (MPa)	Moy. Rc après chauffage (MPa)	Résistance résiduelle relative (%)
LW-1 CLA1+FNA	33.4	33.7	17.3	18.6	55.2
	34.1		19.7		
	33.6		18.6		
LW-2 CLA2+FNA	44.7	44.1	26.2	27.2	61.7
	43.0		27.3		
	47.4		28.3		
LW-3 CLA1+FNA+FLA	35.0	31.2	22.9	17.9	57.4
	30.0		15.0		
	28.3		15.8		
LW-4 CNA+FNA+FLA	44.7	44.6	22.5	21.1	47.3
	43.0		20.3		
	47.4		20.5		
NW-1 CNA+FLA	46.1	47.1	22.9	23.1	49.0
	47.1		23.2		
	47.4				

Tableau 11.5 – Résistance à la compression avant et après traitement thermique à 1°C/min jusqu'à 400°C.

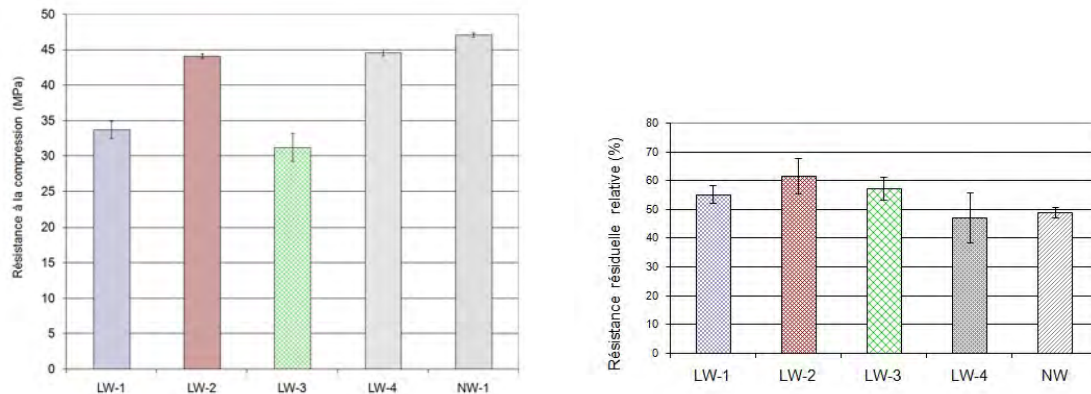


Figure 11.7 – Résistance à la compression avant chauffage et résistance résiduelle après chauffage à 1°C/min jusqu'à 400°C.

La résistance à la compression résiduelle varie entre 55 et 60% de la résistance initiale pour les 3 BAP GL contenant des graviers légers (LW-1, LW-2 et LW-3). Le LW-4 et le NW-1 ont des résistances de 47 et 49% de leur résistance initiale, respectivement. Donc, les graviers légers utilisés semblent améliorer légèrement la résistance résiduelle des bétons (Voir Figure 11.7).

Dans la littérature, nous n'avons pas trouvé d'études concernant le comportement à haute température des BAP GL. Nous comparons les résultats obtenus à ceux de BAP comprenant des granulats normaux. Dans les essais réalisés à la partie 2, à 450°C, la résistance résiduelle à la compression est comprise entre 44 et 56% de la résistance initiale. Avec l'Eurocode 4 [45], nous observons à 400°C une résistance de 70% de la résistance initiale. Donc, les valeurs obtenues dans notre étude sont comprises dans la fourchette inférieure proposée par l'Eurocode 4 [45] et les résultats présentés dans la partie 2. Donc, les résultats obtenus sur le comportement des BAP GL ne peuvent être généralisés à tous les BAP GL et BAP GN.

11.4.2.3 Résistance à la flexion

Des essais de flexion 4 points ont été réalisés. Au moins 3 éprouvettes de chaque formulation sont testées avant et après chauffage. Les effets des hautes températures sur la résistance à la flexion ont été étudiés sur des BAP GL et BAP GN. Le dispositif utilisé est identique à celui employé dans la partie 2.

Le tableau 11.6 présente la résistance à la flexion avant et après traitement thermique à 1°C/min jusqu'à 500°C. Nous observons un gain de résistance pour le béton LW-1 (11.4%). Les résultats du béton LW-4 sont manquants car des éprouvettes se sont cassées lors du transport. Le béton NW-1 présente une diminution importante de la résistance à la flexion (de l'ordre de 30%). De plus, les essais réalisés dans la partie

2 indiquent une résistance résiduelle à la traction par flexion comprise entre 35 et 46% à 450°C. Au regard de tous ces résultats, nous pouvons dire que la présence de GL est favorable à la résistance résiduelle à la flexion. Les proportions sont cependant à confirmer par des essais sur un plus grand nombre d'éprouvettes.

Mix ID	Moy. Rf avant chauffage (MPa)	Moy. Rf après chauffage (MPa)	Résistance résiduelle relative (%)
LW-1 CLA1+FNA	2.76	3.08	111.4
LW-2 CLA2+FNA	2.68	2.68	100
LW-3 CLA1+FNA+FLA	2.58	2.19	84.9
LW-4 CNA+FNA+FLA	3.04	N/A	-
NW-1 CNA+FLA	3.70	2.50	67.6

Tableau 11.6 – Résistance à la flexion avant et après traitement thermique à 1°C/min jusqu'à 500°C.

Ces résultats vont dans le sens de ceux de Xu et al. [165]. Ces derniers ont montré par des essais de nano-indentations sur des BV que l'auréole de transition est affectée par le chauffage : l'auréole est fragilisée par l'apparence de fissures (liée à l'incompatibilité pâte-granulats). Au travers de nos observations au MEB, nous constatons que l'auréole des BAP GL est moins dégradée que celle du BAP GN.

La perte de résistance à la compression des BAP GL et BAP GN (47 - 61 %) à haute température est supérieure à la perte de résistance à la flexion (67 - 111%). Cela s'explique par l'apparition de micro et macro-fissuration due à l'incompatibilité pâte-granulats [77, 95].

Noumowé et al. [110] ont observé également une amélioration de la résistance résiduelle en traction par fendage des bétons soumis à de hautes températures lorsque les granulats ordinaires étaient remplacés par des granulats légers. Ces derniers attribuent cette amélioration à la grande porosité des granulats légers qui entraîne une meilleure adhérence à l'interface pâte/granat. Cette adhérence réduit la microfissuration à l'interface et conduit à un meilleur comportement hygrothermique du couple matrice-granulats légers au cours du chauffage.

11.4.3 Perte de masse

Le tableau 11.7 présente les valeurs de masse avant et après l'essai incendie ISO-834.

Composition	Epr.	Teneur en eau avant essai (%)	Masse avant essai (kg)	Masse après essai(kg)	Perte de masse (ISO-834) (%)	Moy. Perte de masse (%)
LW-1 CLA1+FNA	1	11.1	1.173	1.093	6.82	7.08
	2		1.188	1.103	7.15	
	3		1.168	1.083	7.28	
LW-2 CLA2+FNA	1	11.7	1.178	1.08	8.32	8.71
	2		1.186	1.086	8.43	
	3		1.173	1.063	9.38	
LW-3 CLA1+FNA +FLA	1	12.9	0.923	0.85	7.91	8.63
	2		0.927	0.852	8.09	
	3		0.95	0.856	9.89	
LW-4 CNA+FNA+ FLA	1	11.7	1.090	0.995	8.72	7.68
	2		1.111	1.034	6.93	
	3		1.096	1.015	7.39	
NW-1 CNA+FLA	1	9.4	1.371	1.299	5.25	5.83
	2		1.365	1.29	5.49	
	3		1.361	1.269	6.76	

Tableau 11.7 – Perte de masse des bétons étudiés

Les BAP GL présentent une perte de masse plus importante que le BAP GN durant l'essai incendie. La moyenne de perte de masse des BAP GN est de 5.8% et la perte de masse des BAP GL varie entre 7.1 et 8.7%. Cette différence est attribuée au fait que les granulats légers possèdent un pouvoir d'absorption d'eau supérieur à celui d'un granulats normal. En effet, avant la fabrication des bétons, les granulats ont été saturés en eau. Les quantités d'eau présentes dans les bétons sont supérieures aux quantités d'eau uniquement apportées par l'eau de gâchage.

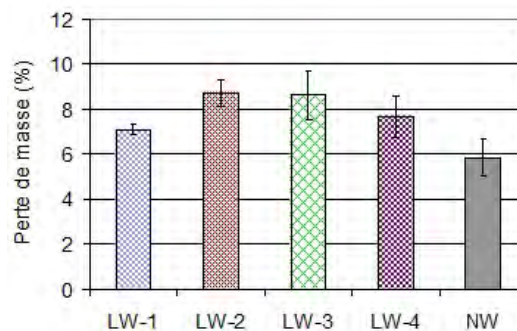


Figure 11.8 – Variation de la perte de masse selon la formulation

11.4.4 Porosimétrie et densité

La densité apparente et la porosité à l'eau des bétons chauffés et non chauffés ont été déterminées en suivant les recommandations AFREM [4] comme indiqué dans la partie 2.

11.4.4.1 Porosité à l'eau

Le tableau 11.8 présente les valeurs de la porosité en fonction de la température pour chaque formulation.

Température	LW-1	LW-2	LW-3	LW-4	NW-1
20°C	19.70	22.72	27.37	24.50	14.89
400°C	17.35	21.30	24.40	21.40	14.51
600°C	22.75	24.25	28.00	27.60	21.00

Tableau 11.8 – Porosité des bétons étudiés

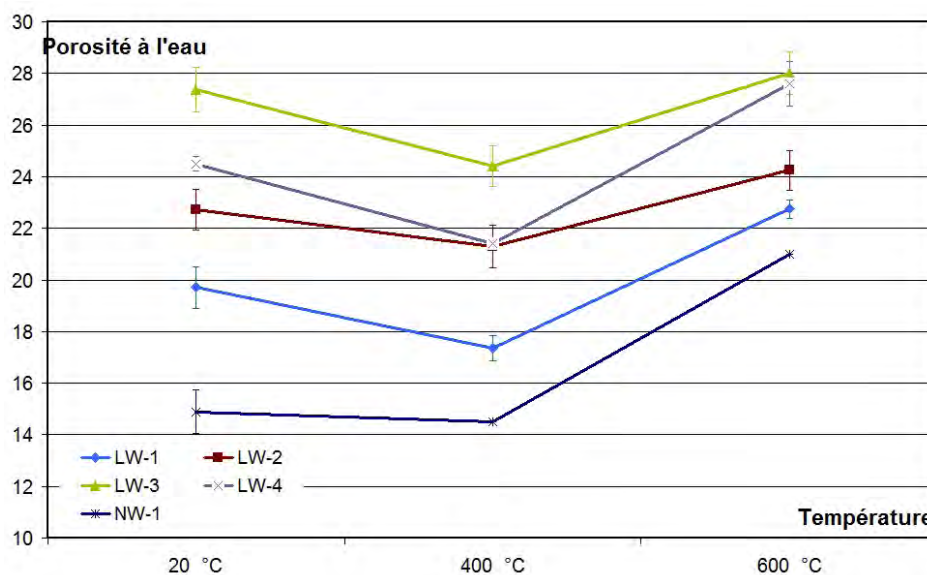


Figure 11.9 – Variation de la porosité des bétons étudiés avec la température

La figure 11.9 présente l'évolution de la porosité à l'eau des bétons étudiés en fonction de la température. Nous observons une diminution de la porosité entre 20 et 400°C. La diminution de la porosité des BAP GL est plus prononcée que celle du BAP GN. Elle correspond à 10% pour les BAP GL et 2,5% pour le BAP GN. Après 400°C, la porosité augmente. Cette augmentation est moins importante pour les BAP GL que le BAP GN. Ceci correspond à une variation comprise entre 14 et 25% pour les BAP GL

et une variation de 41% pour le BAP GN.

L'augmentation de la porosité est associée à différents paramètres comme le départ de l'eau liée et l'apparition de microfissuration. Par contre, la diminution de la porosité peut être attribuée à un retrait des éprouvettes causant une diminution du volume et notamment des pores présents dans l'échantillon (pores résultants de l'utilisation d'un entraîneur d'air).

Plusieurs fissures sont observées sur nos échantillons après le chauffage à 600°C, ce qui peut se corrélérer à l'augmentation de la porosité. Les fissurations sont plus importantes sur les BAP GN que sur les BAP GL, ce qui peut expliquer pourquoi l'augmentation de porosité est plus élevée pour le béton NW-1.

11.4.4.2 Densité

Le tableau 11.9 présente les valeurs de la densité en fonction de la température pour chaque formulation.

Température	LW-1	LW-2	LW-3	LW-4	NW-1
20°C	1.78	1.78	1.41	1.66	2.06
400°C	1.63	1.64	1.30	1.52	1.94
600°C	1.55	1.53	1.29	1.51	1.89

Tableau 11.9 – Densité des bétons étudiés

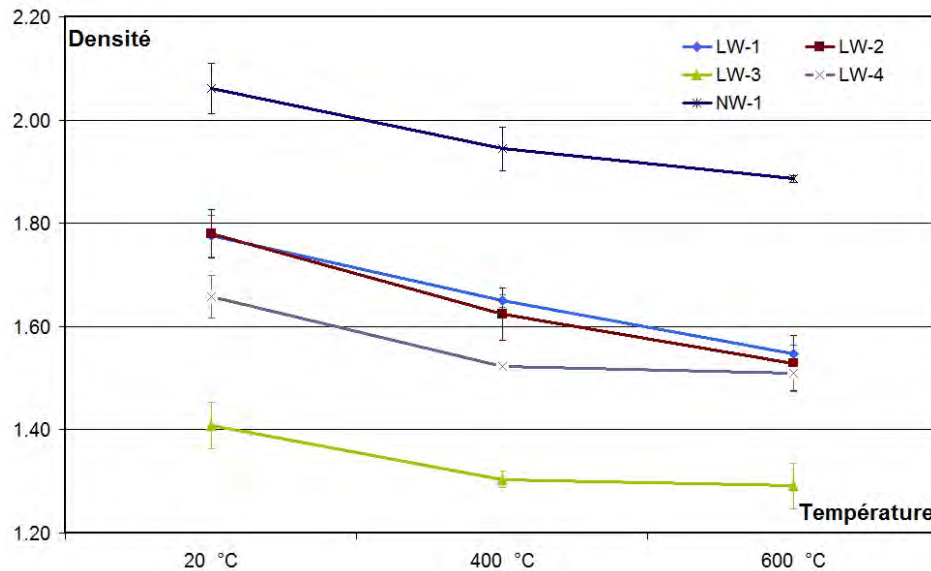


Figure 11.10 – Variation de la densité avec la température

Nous constatons que la densité des BAP GL et des BAP GN décroît avec la température. La diminution de densité des deux types de béton est similaire.

La diminution de densité des bétons entre 105 et 400°C a également été observée par Kalifa et al. [73] et par Gaweska [56].

La diminution de la densité est due principalement au départ de l'eau durant le chauffage (déshydratation des hydrates comme les C-S-H et la portlandite CH). Selon Bazant et al. [14], la diminution est aussi associée à l'expansion thermique du béton.

11.4.5 Observations microscopiques et Analyse d'images

La figure 11.11 présente les images obtenues au MEB pour des échantillons non chauffés ainsi que ceux chauffés à 400 et 600°C.

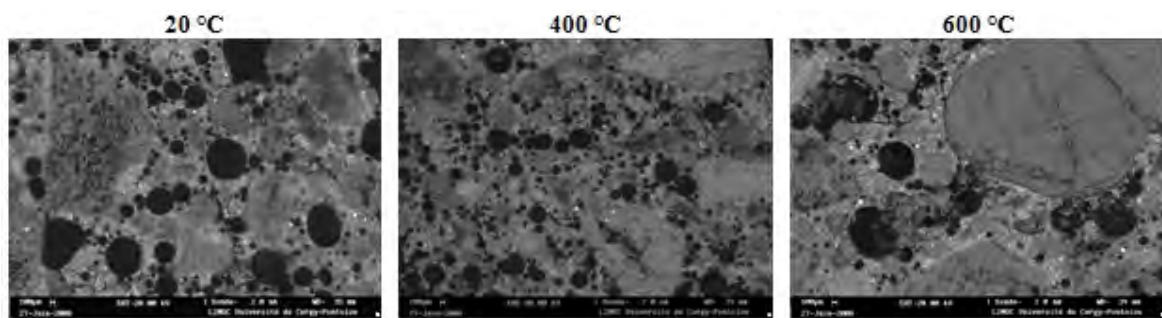


Figure 11.11 – Micrographie du béton LW-4 en fonction de la température

Afin de quantifier la porosité des bétons étudiés, une analyse d'image a été menée. Vingt images ont été collectées pour chaque champ de température et formulation. Nous utilisons un grossissement de x100 (taille approximative : 2420 μm x 1815 μm), car une grande partie de la porosité est comprise dans les bulles d'air d'assez grandes dimensions.

Avant leur analyse, les images ont été seuillées pour obtenir des nuances de gris de 0 à 255 [17, 153].

Les images ont été analysées en utilisant le logiciel libre « Image J » [106]. Sur chaque image, nous procédons à un seuillage qui permet de sélectionner les pores (Voir figure 11.12). La porosité est déterminée en utilisant la fraction surfacique associée à la phase étudiée [54].

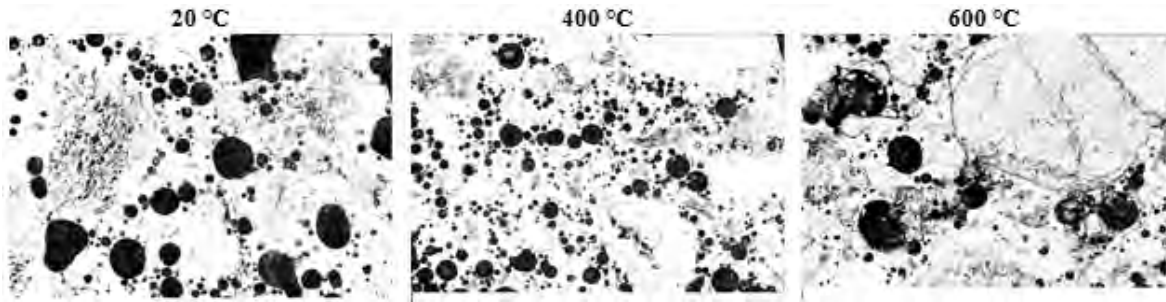


Figure 11.12 – Images issues de l’analyse d’image réalisée sur les micrographies du béton LW-4 de la figure 11.11.

A partir des images obtenues par électrons rétrodiffusés, les fissures et les pores dans les GL et dans la pâte de ciment peuvent être observés. Les disques noirs (observés sur les images) représentent des bulles d’air causées par l’utilisation d’un entraîneur d’air. L’analyse est réalisée sur chaque image et nous obtenons les valeurs de porosité présentées dans le tableau 11.10.

Mix ID	Porosité avant chauffage (MPa)	Porosité après chauffage à 400° C (MPa)	Porosité après chauffage à 600° C (MPa)
LW-1 CLA1+FNA	16.48	10.64	21.63
LW-2 CLA2+FNA	17.27	16.35	19.18
LW-3 CLA1+FNA+FLA	26.25	16.89	35.14
LW-4 CNA+FNA+FLA	24.33	23.44	28.41
NW-1 CNA+FLA	12.25	11.54	17.00

Tableau 11.10 – Porosité des bétons étudiés obtenue par analyse d’image.

Deux méthodes expérimentales ont été utilisées pour déterminer la porosité : Essai par pesée ou Analyse d’image. Ces deux méthodes conduisent à des résultats similaires (Voir figures 11.13 et 11.9). Nous observons que la porosité diminue entre 20 et 400°C, puis augmente au delà de 400°C. Cette variation peut être attribuée à un retrait des éprouvettes causant une diminution du volume et donc des pores présents dans l’échantillon. De plus, sur les images MEB (Voir figure 11.12), nous observons que la dimension des bulles d’air semble plus petite à 400°C qu’à 20°C ce qui peut confirmer l’hypothèse du retrait.

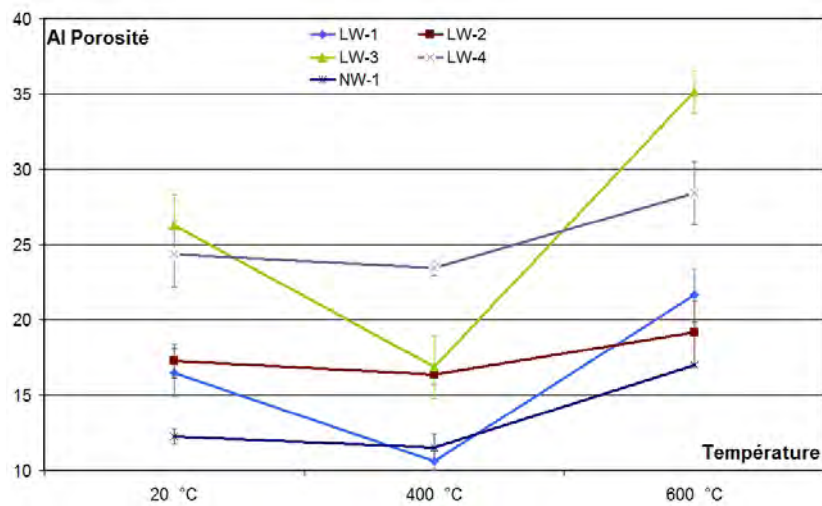


Figure 11.13 – Evolution de la porosité des bétons étudiés obtenue par Analyse d’image (AI) en fonction de la température.

11.4.6 Analyses thermodifférentielles et thermogravimétriques

La figure 11.15 présente les courbes d'ATD des échantillons n'ayant subi aucun traitement thermique. Les résultats montrent aucune différence très nette entre les BAP GL et les BAP GN.

A 573°C , un pic endothermique est présent pour les bétons LW-1, LW-2 et le NW-1 et pour les bétons LW-3 et LW-4, le pic est très petit. Ce pic correspond à la transformation allotropique du quartz- α en quartz- β . Le faible pic de quartz dans le béton LW-3 et le LW-4 est sans dû au fait que l'on a remplacé une fraction du sable normal par du sable léger. A une température de 800°C , la décarbonatation est plus marquée pour les BAP GN que pour le BAP GL. Comme pour le quartz, la plus faible décarbonatation des BAP GL peut s'expliquer par l'absence ou la plus faible quantité de granulats calcaires.

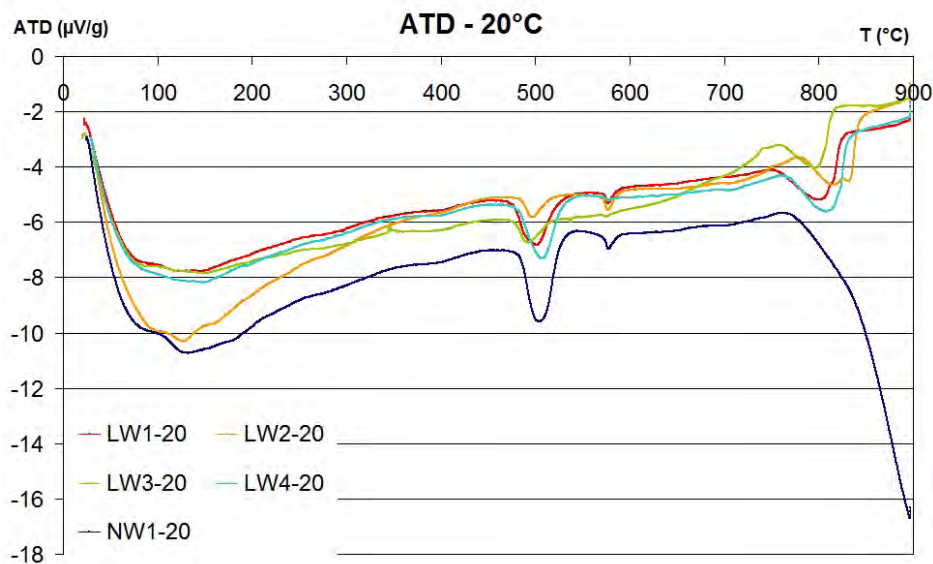


Figure 11.15 – Courbes d'ATD des échantillons avant traitement thermique

Le premier pic endothermique à 130°C correspond à la déshydratation de la pâte de ciment (C-S-H, ettringite et monocarboaluminate de calcium hydraté). Cette déshydratation est caractérisée par un départ d'eau libre et d'eau liée [121, 107]. Le second pic endothermique à 490°C est le pic de l'hydroxyde de calcium (Portlandite) associé à la déshydroxylation [108, 127]. Entre 600 et 700°C , la seconde phase de déshydratation des C-S-H a lieu, ainsi que la formation du $\beta - \text{C}_2\text{S}$ [127]. Au delà de 700°C , le quatrième pic correspond à la décarbonatation de la calcite présente dans les granulats normaux [108, 77, 111].

Sur la figure 11.16, différentes pertes de masse correspondant à des déshydratations ou des changements de phases sont observées. La perte de masse assimilée au départ de l'eau libre peut être évaluée entre 20 et 130°C . Entre 130 et 450°C , la perte de masse

est liée à la décomposition des hydrates. A 573°C, la transformation allotropique du quartz a lieu. Au delà de 700°C, la décarbonatation survient.

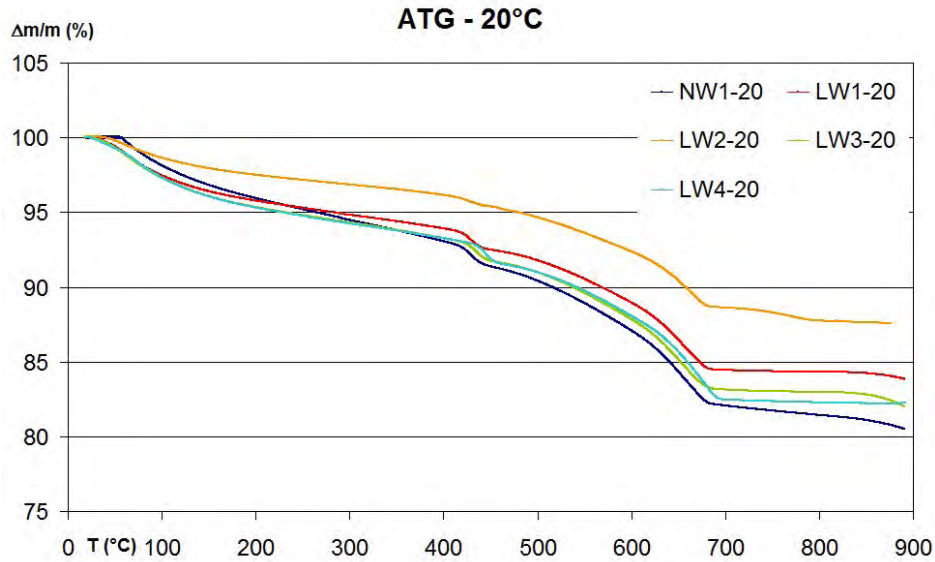


Figure 11.16 – Courbes d'ATG des échantillons des bétons étudiés avant traitement thermique

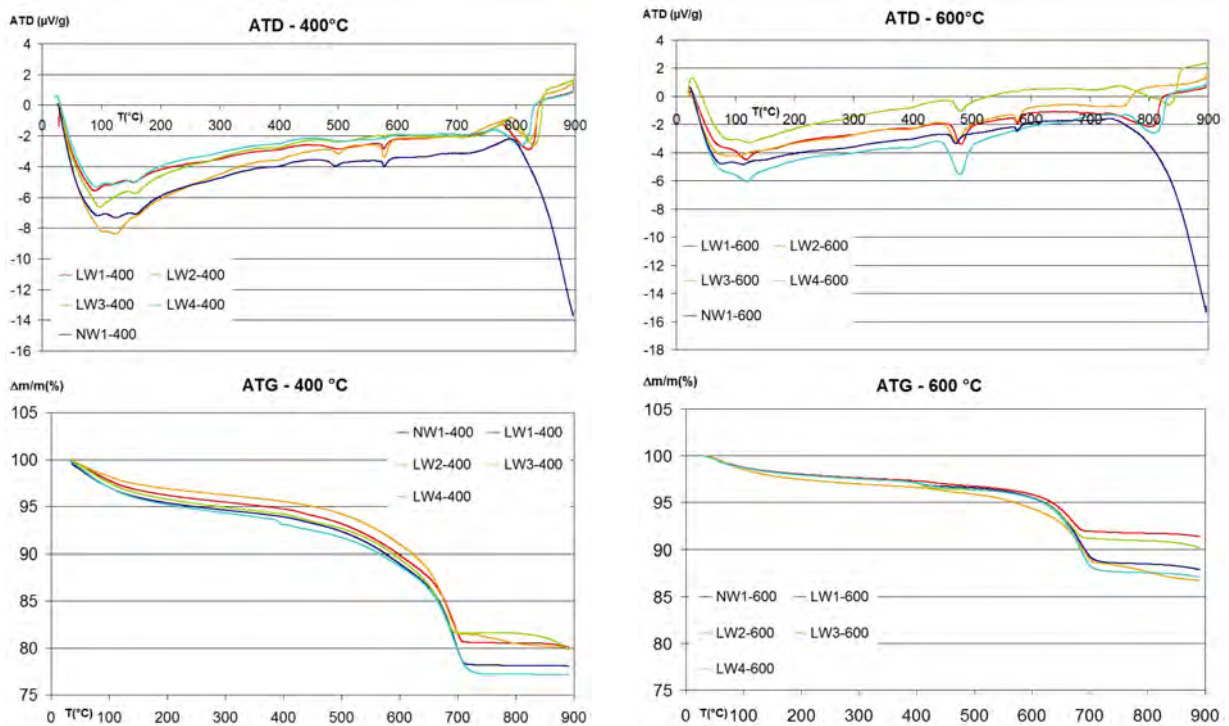


Figure 11.17 – Courbes d'ATD des échantillons des bétons étudiés après traitement thermique

La figure 11.17 présente les ATD et ATG des bétons après traitement thermique. Comparativement aux figures 11.16 et 11.15, différents pics endothermiques ont disparu ou ont diminué, ce qui correspond à la disparition totale ou partielle des phases durant le premier traitement thermique.

Le pic à 573°C ne varie pas, car la transformation allotropique du quartz- α en quartz- β est une transformation réversible.

Conclusions - BAP de granulats légers à haute température

Ce travail réalisé en collaboration avec le Professeur Houssam Toutanji de l'Université d'Alabama (USA) concerne le comportement à haute température des bétons autoplaçants de granulats légers.

Des éprouvettes prismatiques et cylindriques ont subi deux traitements thermiques différents : un chauffage suivant la courbe incendie ISO-834 et un chauffage lent à 1°C/min. Les principales conclusions issues de cette étude sont les suivantes :

- Les BAP GN présentent une meilleure stabilité thermique que les BAP GL au cours d'un chauffage de type incendie ISO-834. En effet, des éclatements ont été observés sur certaines formulations de BAP GL.
- Les BAP GL et GN ont une densité apparente qui diminue avec la température. L'influence des GL sur les proportions de cette diminution semble négligeable.
- L'évolution de la porosité des BAP GN et GL est similaire (évolution confirmée par analyse d'images). Cependant, à 400°C, nous observons une diminution de la porosité qui peut être attribuée à un retrait des éprouvettes causant une diminution du volume et notamment des pores présents dans l'échantillon (résultant de l'utilisation d'un entraîneur d'air).
- Les BAP GL étudiés présentent une meilleure résistance résiduelle à la compression et à la flexion que le BAP GN. les granulats légers utilisés améliorent le comportement mécanique résiduel.
- La perte de masse à haute température est plus importante pour les BAP GL.

- Des fissures apparaissent entre les GN et la pâte suite à un traitement thermique car il existe une incompatibilité thermique entre les GN et la pâte. Moins de fissures sont observées entre les GL et la pâte suite au traitement thermique.

Conclusions et perspectives

L'objectif de ce travail était d'apporter de manière expérimentale un nouveau point de vue sur le comportement à haute température des bétons autoplaçants.

Les bétons autoplaçants représentent une nouvelle avancée pour la construction en béton car ils offrent de nombreux avantages aussi bien du point de vue économique, technique que social. L'absence de vibration aide à la réduction des coûts de production, permet d'avoir des éléments de géométries complexes et fortement ferrailés. L'utilisation de BAP entraîne la réduction des nuisances sonores, ainsi que la pénibilité du travail.

Nous avons étudié l'effet de températures élevées sur les propriétés mécaniques et physico-chimiques de 2 BAP et un BV. Nous avons comparé la stabilité thermique des BAP à celle de bétons vibrés de même résistance. Pour terminer, nous avons aussi comparé le comportement des BAP de granulats légers à celui de BAP de granulats normaux.

Pour répondre à nos objectifs, nous avons commencé par définir les formulations de béton, à partir de matériaux identiques et de résistance similaire. Pour cela, notre choix s'est porté sur les formulations déjà étudiées du point de vue des propriétés à température ambiante : celles du PNB@P.

Les formulations de BAP se distinguent par un volume de pâte plus important, l'emploi de superplastifiant en grande quantité et l'utilisation d'un agent de viscosité. Toutes les formulations ont été caractérisées à l'aide d'essais spécifiques permettant de les définir comme des BAP avec une ouvrabilité et une absence de ségrégation.

Nos premiers résultats expérimentaux ont montré que les propriétés mécaniques à température ambiante sont similaires à celles obtenues durant le PN B@P. Nous avons réalisé des traitements thermiques sur les bétons : il s'agissait d'un chauffage lent avec une montée en température d'1°C/min jusqu'à 4 températures paliers (150, 300, 450 et 600°C). Après le traitement thermique, les bétons ont subi des essais de compression, de traction par flexion 4 points, des mesures de module d'élasticité, de perte de masse, de porosimétrie à l'eau et de densité apparente ainsi que des essais de perméabilité afin d'observer l'effet de la température sur le comportement macrostructural des BAP. Parallèlement à ces essais macrostructuraux, une étude physico-chimique et microscopique

a été menée. Cette dernière a consisté en une série d'observations microscopiques avec un Microscope Electronique à Balayage couplée à des analyses d'images, des analyses thermiques (ATG-ATD) ainsi que des diffractions des rayons X.

Les essais de résistance à la compression ont permis de mettre en évidence un gain de résistance entre 150 et 300°C pour les BAP. Pour Khoury [77], des groupes silanols perdent une partie de leurs liaisons avec l'eau, ce qui conduit à la création des liaisons plus courtes et plus fortes de siloxane ($Si - O - Si$) (contribuant à l'augmentation de la résistance).

Mais, grâce aux analyses d'images, on assiste à une hydratation complémentaire des grains de ciment, due aux mouvements d'eau importants qui se produisent au cours du chauffage entre 100 et 300°C. Ces mouvements d'eau proviennent d'une part du départ de l'eau libre (jusqu'à environ 150°C) et d'autre part du départ de l'eau déliée provenant de la déshydratation des C-S-H. Ces derniers conduisent à une augmentation de la porosité des C-S-H, également observée sur les micrographies, et permettent donc à l'eau d'accéder aux grains de ciment anhydres. Il en résulte une hydratation de ces derniers. La diminution de la fraction d'anhydres permet d'expliquer les résultats obtenus sur le comportement mécanique en compression des bétons exposés aux températures élevées. Cela semble confirmer l'hypothèse émise par Dias et al. [38]. Nous remarquons par ailleurs que la porosité de tous les bétons étudiés augmente entre 150 et 300°C de l'ordre de 2 à 3%. Donc, l'augmentation de la résistance des 2 BAP n'est pas liée au comblement de la porosité par de nouveaux produits d'hydratation. Ces nouveaux produits sont certainement formés, mais leur volume n'influence pas l'augmentation de la porosité qui est due à la fissuration et à la déshydratation des C-S-H.

L'hypothèse de Dias et al. [38] ne suffit pas à expliquer l'évolution de la résistance à la compression. Le gain de résistance est donc lié à la formation de produits d'hydratation possédant de meilleures propriétés liantes. Nous pensons que les deux hypothèses [77, 38] peuvent être combinées : l'augmentation de résistance à la compression entre 150 et 300°C est due à l'hydratation des phases anhydres qui conduit à la formation d'hydrates possédant de meilleures propriétés liantes.

A travers l'observation microscopique et l'analyse d'image, il a été démontré que la proportion d'anhydres dans le béton décroît entre 20 et 300°C, puis augmente au delà de 300°C. On peut supposer que ces dernières ne correspondent plus à des grains de ciment anhydres, mais sans doute à des phases denses provenant de la décomposition des hydrates.

Les mesures du module d'élasticité résiduel ont montré une baisse continue du module avec l'augmentation de la température. Cette diminution est identique pour les BAP et le BV, mais, le BV présente une diminution plus importante entre 20 et 150°C. L'évolution est quasiment linéaire. Cette diminution de module est associée à la déshydratation de la matrice cimentaire, mais également à la dégradation des granulats au

delà de 300°C. L'apparition de micro-fissuration est à l'origine de la baisse du module d'élasticité des bétons chauffés.

D'une manière générale, la résistance à la traction par flexion évolue de la même façon pour les BAP et le BV. La résistance décroît avec la température avec une stabilisation entre 150 et 300°C. Cette diminution de résistance résulte d'une déstructuration de la matrice cimentaire, en particulier, de la déshydratation de l'auréole de transition avec l'augmentation de la température.

Lors du traitement thermique, la mesure de la masse a permis de connaître la quantité d'eau perdue par les échantillons de béton testés. Ces observations sont couplées aux analyses thermiques réalisées par ATD-ATG. L'observation des courbes a permis de distinguer trois phases concernant la perte de masse, identiques pour les BAP et le BV. La première phase, commençant à 20°C jusqu'à 150°C, est liée essentiellement au départ de l'eau libre. Entre 150 et 300°C, nous observons une accélération de la perte de masse qui se caractérise par la déshydratation des hydrates comme les C-S-H, le monocarboaluminate de calcium hydraté. Au delà de 300°C, nous avons la dernière phase de perte de masse qui est associée à la déshydroxylation de la portlandite et à la décarbonatation.

Les modifications physico-chimiques conduisent à l'augmentation de la porosité et de la perméabilité. Ces deux paramètres sont liés à l'accroissement de la taille des pores capillaires, mais également à la détérioration de la matrice cimentaire et à l'apparition de micro-fissuration.

A travers l'étude de la stabilité thermique, notre étude confirme l'instabilité thermique des BAP. Les BAP sont plus sujets à l'éclatement que les BV, même s'il s'agit d'un phénomène à caractère aléatoire. En effet, toutes les éprouvettes d'une même gâchée, testées exactement dans les mêmes conditions, n'ont pas le même comportement par rapport à l'éclatement.

Un travail en collaboration avec l'Université d'Alabama (USA) concernant le comportement à haute température des bétons autoplaçants à air entraîné de granulats légers a été mené. Nous avons caractérisé les propriétés mécaniques résiduelles (résistance à la compression et flexion 4 points), mais également observé les propriétés physico-chimiques à l'aide d'analyses thermiques (ATD-ATG), de porosimétrie à l'eau et d'observations microscopiques associées à des analyses d'images.

Pour cela, des éprouvettes prismatiques et cylindriques ont subi deux traitements thermiques différents : un chauffage suivant la courbe incendie ISO-834 et un chauffage lent à 1°C/min. Les BAP GN étudiés ont présenté une meilleure stabilité thermique que les BAP GL suite à un chauffage de type incendie ISO-834. En ce qui concerne les propriétés physico-chimiques, nous avons constaté une similitude des comportements entre BAP GL et BAP GN du point de vue de la porosité, densité, analyses thermiques.

Néanmoins, une diminution de la porosité est observée à 400°C qui peut être attribuée à un retrait des éprouvettes causant une diminution du volume et notamment des pores présents dans l'échantillon. Ces résultats ont été confortés par les observations microscopiques et l'analyse d'images. D'un point de vue mécanique, les BAP GL étudiés présentent une meilleure résistance résiduelle à la compression et à la flexion que le BAP GN. Donc, les granulats légers utilisés améliorent le comportement mécanique résiduel des bétons autoplaçants.

Afin d'améliorer nos résultats, il serait souhaitable de faire des essais plus systématiques sur les compositions. Deux champs d'études peuvent être envisagés : il serait intéressant d'étudier l'influence du volume de pâte ou celui du rapport E/L. Cela permettra peut-être de trancher plus précisément sur les avantages ou les inconvénients des BAP par rapport aux BV en ce qui concerne le comportement à haute température. Parallèlement, à l'influence du volume de pâte, il serait utile d'étudier la composition de la pâte : influence des fillers et des autres additions minérales que l'on peut incorporer dans la fabrication des BAP ou encore de la nature des granulats.

En complément de ces études, l'étude sur la stabilité des BAP est assez limitée. Il serait envisageable de réaliser une étude plus systématique sur les mêmes aspects que précédemment, toujours en lien avec les paramètres de formulation des BAP.

Concernant l'étude sur les BAP GL, il serait intéressant de modifier certaines formulations pour étudier des bétons composés seulement de granulats légers (gravier + sable). Ces études permettraient d'avoir une position plus nette sur le comportement à haute température des BAP GL par rapport à des BAP GN. Pour compléter les études déjà réalisées, il serait utile d'étudier les propriétés de transfert à travers des essais de perméabilité aux gaz, mais également les propriétés thermiques telles que la conductivité thermique, la diffusivité ou encore la chaleur spécifique des BAP GL soumis à de hautes températures. Ces paramètres aideront à comprendre comment les BAP GL se comportent et sont affectés par une élévation de température.

Bibliographie

- [1] M. Abrams. Compressive strength of concrete at temperature to 1600°F. *ACI Special Publication*, SP 25, Détroit, 1971.
- [2] AFGC. Bétons Autoplaçants - Recommandations Provisoires. page 63, 2000.
- [3] AFGC. Recommandations pour l'emploi des bétons autoplaçants. *AFGC*, page 128 pages, 2008.
- [4] AFPC-AFREM. Durabilité des bétons - méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité des bétons. *INSA-LMDC*, Toulouse, 11–12 déc. 1997.
- [5] PC. Aïtcin, S. Jiang, BG. Kim, PC. Nkinamubanzi, and N. Pétrov. L'interaction ciment : superplastifiant. cas des polysulfonates. *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, Vol. 233 :87–98, Juillet-Août 2002.
- [6] L. Alarcon-Ruiz, G. Platret, E. Massieu, and A. Ehrlacher. The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste. *Cement and Concrete Research*, Vol. 35 :609–613, 2005.
- [7] Y. Anderberg. Spalling phenomena of hpc. *International workshop on fire performance of high strength concrete*, NIST Special Publication 919, Fev. 1997.
- [8] E. Annerel, P. Taerwe, and P. Vandevælde. Assessment of temperature increase and residual strength of scc after fire exposure. *Proceeding of 5th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, Ghent, Belgium :715–720, 2007.
- [9] S. Assié. Durabilité comparative des bétons autoplaçants et des bétons vibrés de même résistance mécanique. In *XXIII^{es} Rencontres Universitaires de Génie-civil, AUGC*. 2005.
- [10] P. Bamonte and R. Felicetti. On the tensile behavior of thermally-damaged concrete. *Proceedings of the 6th International conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structure - FraMCoS6*, Vol. 3 :8 pages, 2007.
- [11] V. Baroghel-Bouny, P. Mounanga, A. Loukili, and A. Khelidj. From chemical and microstructural evolution of cement pastes to the development of autogenous deformations. *ACI's Fall Convention 2002, Phoenix, Arizona - USA*, 2002.
- [12] J. Baron and JP. Ollivier. *Les bétons : Bases et données pour leur formulation*. Edition Eyrolles, 1999.

- [13] ZP. Bazant. Analysis of pore pressure, thermal stress and fracture in rapidly heated concrete. *in*, L.T Phan, N.J. Carino, D. Duthiuh and E. Garboczi, Proceedings of the International Workshop on Fire Performance of High-Strength Concrete, NIST :155–164, 1997.
- [14] ZP. Bazant and MF. Kaplan. Concrete at high temperature : Material properties and mathematical models. *Longman Group Limited*, London :196 pages, 1996.
- [15] DP. Bentz and EJ. Garboczi. Percolation of phases in a three-dimensional cement paste microstructural model. *Cement and Concrete Research*, Vol.21, N°2 :325–344, 1991.
- [16] DP. Bentz and PE. Stutzman. Sem analysis and computer modeling of hydration of portland cement particles. petrography of cementitious materials. *American Society for Testing and Materials, Philadelphia*, ASTM STP 1215 :60–73, 1994.
- [17] PE. Bentz, DP.and Stutzman, CJ. Haecker, and S. Rémond. Sem - X-ray imaging of cement-based materials. *Proc. of the 7th Euroseminar on Microscopy Applied to Building Materials*, Eds : HS. Pietersen, JA. Larbi, and HHA. Janssen, Delft University of Technology :457–466, 1999.
- [18] S. Bethmont. Mécanismes de ségrégation dans les BAP. In *Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*. 2005.
- [19] R. Blundell, C. Diamond, and RG. Browne. The properties of concrete subjected to elevated temperatures. *Imperial College (London) : CIRIA Underwater Group*, Technical note n° 9 :20 pages, 1976.
- [20] V. Boel, K. Audenaert, and G. De Schutter. Characterization of the pore structure of hardened self-compacting concrete. *12th Internatinal Congress on the Chemistry of Cement*, Canada, Montreal, 2007.
- [21] L. Boström. Self-compacting concrete exposed to fire. *International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, Proceedings PRO 33 :863–869, 2003.
- [22] L. Bostrom. The performance of some self-compacting concrete when exposed to fire. *SP Report*, N°23, 2002.
- [23] L. Bostrom. Innovative self-compacting concrete - development of test methodology for determination of fire spalling. *SP Report*, N°6, 2004.
- [24] L. Bostrom and R. Jansson. Spalling of self-compacting concrete. *Proceedings of 4th International Workshop Structures in Fire*, Vol. II, Aveiro, Portugal, 2006.
- [25] MA. Bury and BJ. Christensen. The role of innovative chemical admixture in producing self consolidation concrete. *Proceedings of the first North American conference on the design and use of self consolidating concrete - Chicago*, ACBM :141–146, 2002.
- [26] J. Carlsward, M. Emborg, S. Utsi, and P. Oberg. Effect of constituents on the workability and rheology of self-compacting concrete. *Proceeding of the Third international RILEM conference on SCC, Island*, Proceedings PRO 33 :143–153, 2003.

-
- [27] H. Carré and A. Noumowé. BAP et BHP à haute température. *Correspondance personnelle*, Juillet 2004.
- [28] M. Castellote, C. Alonso, C. Andrade, X. Turrilas, and J. Campo. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as stu by neutron diffraction. *Cement and Concrete Research*, Vol. 34 :1633–1644, 2004.
- [29] C. Castillo and A.J. Durrani. Effect of transient high temperature on high-strength concrete. *ACI Materials Journal*, pages 47–53, Jan-Feb. 1990.
- [30] CERIB. Caractérisation du comportement au feu des bétons autoplaçants. *Report DT/DCO/2001/29*, 2001.
- [31] M. Choinska. Effets de la température, du chargement mécanique et de leurs interactions sur la perméabilité du béton de structure. In *Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes*. 2006.
- [32] F. De Larrard. Concrete mixture-proportioning - A scientific approach. *Modern Concrete Technology Series*, n° 9 :E&FN SPON, 1999.
- [33] F. De Larrard, F. Bosc, C. Catherine, and F. Deflorenne. La nouvelle méthode des coulis de l'afrem pour la formulation des bétons à hautes performances. *Bulletin de Liaison des Ponts et Chaussées*, Vol. 202 :61–69, 1996.
- [34] F. De Larrard and R. Le Roy. Relation entre formulation et quelques propriétés mécaniques des bétons à hautes performances. *Materials and Structures*, Vol. 25 :464–475, 1992.
- [35] C. De Sa. Etude hydro-mécanique et thermo-mécanique du béton : Influence des gradients et des incompatibilités de déformation. In *Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan*. 2007.
- [36] G. De Schutter, K. Audenaert, V. Boel, and L. Vandewalle. Transport properties in self-compacting concrete and relation with durability : overview of a belgian resaerch project. *Proceeding of 3^d International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (Pro 33)*, Reykjavik, Iceland :799–807, 2003.
- [37] M.J. Dejong and F.J. Ulm. The nanogranular behavior of c-s-h at elevated temperatures (up to 700°C). *Cement and Concrete Research*, Vol. 37, N°1 :1–12, 2007.
- [38] WPS. Dias, GA. Khoury, and PJE. Sullivan. Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperatures up to 700 °c. *ACI Material Journal*, n° 87 :160–166, 1990.
- [39] U. Diederichs, UM. Jumppanen, and V. Pentalla. Behaviour of high strength concrete at elevated temperature. *Espoo - Helsinki University of Technology – Department of Structural Engineering*, Report 92 :72, 1992.
- [40] U. Diederichs, UM. Jumppanen, and U. Schneider. High temperature proprietes and spalling behaviour of high strength concrete. *Fourth International Workshop on high performance concrete*, Characteristic Material Proprietes and structural Performance - Weimar :219–236, 5-6 Oct. 1995.

- [41] L. Divet. Présentation des techniques de diagnostic de l'état d'un béton soumis à un incendie. In *Techniques et méthodes des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, page 114. 2005.
- [42] Tunnel du Mont Blanc. <http://www.24heures.ch>.
- [43] Windsor en Feu. <http://www.reopen911.info>.
- [44] Eurocode2. Calcul des structures en béton - partie 1-2 : Règles générales, calcul du comportement au feu. *AFNOR*, NF EN 1992-1-2, Octobre 2005.
- [45] Eurocode4. Calcul des structures mixtes acier-béton - partie 1-2 : Règles générales, calcul du comportement au feu. *AFNOR*, NF EN 1994-1-2, Octobre 2005.
- [46] B. Felekoglu, M. Yardimci, and B. Baradan. A comparative study on the use of mineral and chemical types of viscosity enhancers in self-compacting concrete. *Proceeding of 3rd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (Pro 33)*, Reykjavik, Iceland :446–456, 2003.
- [47] R. Felicetti, PG. Gambarova, MN. Sora, and GA. Khoury. Mechanical behaviour of hpc and uhpc in direct tension at high temperature and after cooling. *Fifth RILEM symposium on fibre-reinforced concretes*, N°5 - France, Lyon :749–758, 2000.
- [48] CF. Ferraris, KH. Obla, and R. Hill. Influence of mineral admixtures on the rheology of cement paste and concrete. *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, N°2 :245–255, 2001.
- [49] Feu Béton. Cerib, atilh et organisations professionnelles de la construction française (FIB, FFB, FNTP, SNBPE, SYNAD, UNPG), réalisée au CERIB. *Rapport final du projet de recherche sur le comportement au feu des bétons*, 2006.
- [50] FFB. Fédération Française de Génie-civil - recommandations de mise en œuvre des BAP et BAN. Vol. B.52 :152, 2003.
- [51] FIB. Fire design of concrete structures - Materials, structures and modelling. *State-of-art report*, Bulletin 38 :106 pages, 2007.
- [52] RJ. Flatt and YF. Houst. A simplified view on chemical effects perurbing the action of superplasticizer. *Cement and concrete research*, Vol. 31 :1169–1176, 2001.
- [53] European Committee for Standardization. Design of cocrrete structures - part 102 : General rules - structural fire design. *Eurocode 2 - Brussels - Belgium*.
- [54] JJ. Friel. X-ray and image analysis in electron microscopy. In *Princeton Gamma-Tech*, page 98. 2003.
- [55] C. Galle and J. Sercombe. Permeability and pore structure evolution of silio-calcareous and hematite high-strength concretes submitted to high temperatures. *Material and Structure*, Vol. 34 :619–628, 2001.
- [56] I. Gaweska Hager. Comportement à haute température des bétons à haute performance. In *Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées – Ecole Polytechnique de Cracovie*. Nov. 2004.

-
- [57] D. Gawin, F. Pesavento, and BA. Schlegler. Simulation of damage-permeability coupling in hydrothermo-mechanical analysis of concrete at high temperature. *Communications in Numerical Methods in Engineering*, Vol. 18 :113–119, 2002.
- [58] K. Geels. Metallographic and materialographic specimens preparation, light microscopy, image analysis and hardness testing atsm international. *4th Edition, ASM International Materais Park*, 2007.
- [59] JC. Gibbs and W. Zhu. Strength of hardened self-compacting concrete. *Proceedings of First international RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (PRO 7)*, Stockholm, Suède :199–209, 1999.
- [60] PE. Grattan-Bellew. Microstructural investigation of deteriorated portland cement concretes. *Construction and Building Material*, Vol. 10, N°15 :3–16, 1996.
- [61] H. Gross. On high temperature creep of concrete. *International Conference on Structural Mechanics in reactor Technology - 2nd SMIRT*, Vol. 3, 1973.
- [62] TZ. Harmathy. Effect of moisture on the fire endurance of building element. *National Research Council - Division of Building Research - Ottawa - Canada*, n° 270, 1965.
- [63] KD. Hertz. Heat-induced explosion of dense concretes. *Technical University of Denmark - Institute of Building Design*, Report n° 166, 1984.
- [64] KD. Hertz. Danish investigations on silica fume concretes at elevated temperatures. *ACI Materials journal*, Vol. 89, n° 4 :345–347, 1992.
- [65] KD. Hertz. Limits of spalling of fire exposed concrete. *Dep. of Building and Energy Technical - University of Denmark*, Nov. 1998.
- [66] K. Holschemacher. Hardened material properties of self-compacting concrete. *Journal of Civil Engineering and Management*, Vol. 10, n° 4 :261–266, 2004.
- [67] KC. Hsu, JJ. Chiu, S.D. Chen, and YC. Tseng. Effect of addition time of a superplasticizer on cement adsorption and on concrete workability. *Cement and concrete composites*, Vol. 21 N°5 :425–430, 1999.
- [68] Irex. Synthèse des travaux du Projet National BHP 2000 sur les bétons à hautes performances. *Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*, page 298 pages, 2005.
- [69] R. Jansson. Measurement of thermal properties at elevated temperatures - brandforsk project 328-031. *SP Report*, N°46 :90 pages, 2004.
- [70] J. Jin. Properties of mortar for self compacting concrete. In *PhD thesis, University of London*, page 398. 2002.
- [71] MR. Jones, L. Zheng, and MD. Newlands. Estimation of the filler content required to minimise voids ratio in concrete. *Magazine of Concrete Research*, Vol. 55, N°2 :193–202, 2003.
- [72] P. Kalifa, G. Chene, and C. Galle. High-temperature behaviour of hpc with polypropylene fibers from spalling to microstructure. *Cement and concrete research*, Vol. 31 :1487–1499, 2001.

- [73] P. Kalifa, FD. Menneteau, and D. Quenard. Spalling and pore pressure in hpc at high temperatures. *Cement and concrete research*, Vol. 30 :1915–1927, 2000.
- [74] P. Kalifa and M. Tsimbrovska. Comportement des bhp à hautes températures - Etat de la question et résultats expérimentaux. *Cahier du CSTB*, n° 3078, 1998.
- [75] M. Kanema. Influence des paramètres de formulation et microstructuraux sur le comportement à haute température des bétons. In *Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise*. 2007.
- [76] KH. Khayat and Z. Guizani. Use of viscosity modifying admixtures to enhance stability of highly fluid concrete. *ACI Materials Journal*, Vol. 94 N°4 :332–340, 1997.
- [77] GA. Khoury. Compressive strength of concrete at high temperatures : a reassessment. *Magazine of concrete Research*, n° 161 :291–309, 1992.
- [78] GA. Khoury, BN. Grainger, and GPE. Sullivan. Strain of concrete during first heating to 600°C under load. *Magazine of concrete research*, Vol. 37 :195–215, 1985.
- [79] GA. Khoury, GPE. Sullivan, and BN. Grainger. Radial temperature distributions within solid concrete cylinders under transient thermal states. *Magazine of concrete research*, Vol. 36, 1984.
- [80] LJ. Klinkenberg. The permeability of porous media to liquid and gases. *American Petroleum Institute - Drilling and production practice*, pages 200–213, 1941.
- [81] Y. Klug and K. Holschemacher. Comparison of the hardened properties of self-compacting concrete and normal vibrated concrete. *Proceeding of 3rd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (Pro 33)*, Reykjavik, Iceland :596–607, 2003.
- [82] G. König, K. Holschemcher, F. Dehn, and D. Weiße. Self-compacting concrete time development of material properties and bond behaviour. *Proceeding of 2nd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (Pro 33)*, Tokio, Japan :507–516, 2001.
- [83] S. Kolas and C. Georgiou. The effect of paste volume and of water content on the strength and water absorption of concrete. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 27, N°2 :211–216, 2005.
- [84] JJ. Kollek. The determinaiton of the permeability of concrete to oxygen by the cembureau method - a recommendation. *Materials and Strucutres*, Vol. 22 :225–230, 1989.
- [85] S. Kuroiwa, Y. Matsuoka, M. Hayakawa, and T. Shindoh. Application of super workable concrete to construction of 20-story building. *American Concrete Institute SP140, High Performance Concrete in Severe Environments*, Détroit :163–186, 1993.
- [86] JM. Labani and PJM. Sullivan. The performance of lightweight aggregate concrete at elevated temperature. *Imperial College : Concrete Structure and Technology*, Reports CSTR N°73/2 :100 pages, 1974.

-
- [87] A. Leemann, B. Münch, L. Gasser, and L. Holzer. Influence of compaction on the interfacial transition zone and the permeability of concrete. *Cement and Concrete Research*, Vol. 36 :1425–1433, 2006.
- [88] M. Lion, F. Sckoczylas, Z. Lafhaj, and M. Sersar. Experimental study on a mortar. temperature effects on porosity and permeability. residual properties or measurements under temperature. *Cement and Concrete Research*, Vol. 35 :1937–1942, 2005.
- [89] X. Liu. Microstructural investigation of self-compacting concrete and high-performance concrete during hydration and after exposure to high temperature. In *Thèse de doctorat, Université de Ghent, Belgique*. 2006.
- [90] X. Liu, G. Ye, G. De Schutter, and Y. Yuan. Modeling the microstructure change of high performance cement paste at elevated temperature. *CONMOD'08, RILEM proceedings*, PRO Vol. 58 :439–446, 2008.
- [91] X. Liu, G. Ye, G. De Schutter, Y. Yuan, and L. Taerwe. On the mechanism of polypropylene fibres in preventing spalling in self-compacting and high-performance cement paste. *Cement and Concrete Research*, Vol. 38 :487–499, 2008.
- [92] X. Luo, W. Sun, and S. Chan. Effect of heating and cooling regimes on residual strength and microstructure of normal strength and high performance concrete. *Cement and Concrete Research*, Vol. 30 :379–383, 2000.
- [93] VM. Malhotra, HS. Wilson, and KE. Painter. Performance of gravelstone concrete incorporating silica fume at elevated temperatures. *Proc. of Trondheim conference - Norway*, pages 1051–1076, 1989.
- [94] JL. Martin and A. George. Traité des matériaux - caractérisation expérimentale des matériaux II. *Presses Polytechniques et Universitaires Romandes*, Proceedings - Anna Maria Island - FL, Nov. 2000 - American Ceramic Society :374, 1999.
- [95] PK. Mehta. Concrete, structure, properties and materials. *Englewood Cliff, New Jersey, Prentice Hall*, 1986.
- [96] C. Meyer-Ottens. On the question of spalling of fire exposed concrete constructions. *ACI Materials Journal*, 1975.
- [97] N. Miura, N. Takeda, R. Chikamatsu, and S. Sogo. Application of super workable concrete to reinforced concrete structures with difficult construction conditions. *Symposium on High Performance Concrete in Severe Environments*, ACI Fall Convention SP-140, Minneapolis :163–186, 1993.
- [98] G. Mounajed and W. Obeid. Modélisation du comportement thermo-hygro-mécanique des bétons à hautes températures - rapport intermédiaire pour le livre bhp 2000. *Divivion MOCAD, CSTB*, Technical report, 2001.
- [99] Y. Msaad. Analyse des mécanismes d'écaillage du béton soumis à des températures élevées. In *Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées / Institut Navier*. 2005.

- [100] H. Nakamura and S. Ogawa. Influence of interaction between sand and superplasticizer on the fluidity of concrete. *Proceedings of the Japan Concrete Institute*, Vol. 21, N°2 :181–186, 1999.
- [101] NF-EN-12390-3. Essai pour béton durci - partie 3 : Résistance à la compression des éprouvettes. *AFNOR*, Indice de classement : P18-455, Février 2003.
- [102] NF-EN-12390-5. Essai pour béton durci - partie 5 : Résistance à la flexion des éprouvettes. *AFNOR*, Indice de classement : P18-433, Octobre 2001.
- [103] NF-EN-12620+A1. Granulats pour bétons. *AFNOR*, Indice de classement : P18-601, Avril 2004.
- [104] NF-EN-206-1. Béton - partie 1 : Spécification, performances, production et conformité. *AFNOR*, Indice de classement : P18-325-1, Avril 2004.
- [105] NF-P-18-508. Additions pour bétons hydrauliques - additions alcalaires - spécifications et critères de conformité. *AFNOR*, Indice de classement : P18-508, Juillet 1995.
- [106] NIH. <http://rsb.info.nih.gov/nih-image/>.
- [107] E. Nonnet, N. Lequeux, and P. Boch. Elastic properties of high alumina cement castables from room temperature to 1600°C. *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 19 :1575–1583, 1999.
- [108] A. Noumowé. Effet des hautes performances sur le béton - cas particulier des bhp. In *Thèse de doctorat, INSA Lyon*. 1995.
- [109] A. Noumowé. Temperature distribution and mechanical properties of high-strength silica fume concrete at temperatures up to 200°C. *ACI Materials Journal*, Vol. 100, N°4 :326–330, 2003.
- [110] A. Noumowé, S. Aggoun, and R. Cabrillac. Influence du type de granulats sur les propriétés de bétons à matrice hautes performances soumis à une température élevée. *Annales du Bâtiment et des Travaux Publics*, N° 5 :9–16, 2001.
- [111] A. Noumowé, H. Carré, A. Daud, and H. Toutanji. High strength self-compacting concrete exposed to fire test. *Journal of Materials in Civil Engineering, ASCE*, Vol. 18 Issue N°6 :754–758, 2006.
- [112] A. Noumowé, P. Clastres, G. Debicki, and JL. Costaz. High performance concrete for severe thermal conditions : Environment and loading. *E & FN Spon ISBN*, Vol. 2, 1995.
- [113] A. Noumowé, P. Clastres, G. Debicki, and JL. Costaz. Transient heating effect on high strength concrete. *Nuclear Engineering and Design*, Vol. 166 :99–108, 1996.
- [114] H. Okamura and M. Ouchi. Self-compacting concrete. *Journal of advanced Concrete*, Vol. 1 :5–15, 2003.
- [115] CK Park, MH. Noh, and TH. Park. Rheological of cementitious materials containing mineral admixtures. *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, N°5 :842–849, 2005.

-
- [116] J. Pera, S. Husson, and B. Guilhot. Influence of finely ground limestone on cement hydration. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 21 N°2 :99–105, 1999.
- [117] B. Persson. A comparison between mechanical properties of self-compacting concrete and the corresponding properties of normal concrete. *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, n° 2 :193–198, 2001.
- [118] B. Persson. Self-compacting concrete at fire temperatures. *Lund institute of Technology*, Lund University Sweden :216, 2003.
- [119] B. Persson. Fire resistance of self-compacting concrete. *Materials and Structures*, Vol. 37 :575–584, 2004.
- [120] B. Persson. Mitigation of fire spalling of concrete with fibers. *Presentation in Technical committee "Durability of Self-compacting Concrete"*, Ghent, Belgium, 2005.
- [121] JP. Persy and FX. Deloye. Investigations sur un ouvrage en béton incendié. *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, Vol. 145 :108–114, 1986.
- [122] O. Peterssön. Limestone powder as filler in self-compacting concrete - frost resistance and compressive strength. *Proceeding of 2nd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, Tokyo, Japan :277–284, 2001.
- [123] LT. Phan, JR. Lawson, and FL. Davis. Effects of elevated temperature exposure on heating characteristics, spalling and residual properties of high performance concrete. *Materials and Structures*, Vol. 34 :83–91, 2001.
- [124] J. Piasta. Heat deformation of cement phases and microstructure of cement paste. *Materials and structures research and testing, RILEM*, Vol. 17, N°102 :415–420, 1984.
- [125] P. Pimienta. Propriétés des bhp à hautes températures - etude bibliographique. *Cahier du CSTB*, n° 3352, Juillet-Août 2001.
- [126] A. Pineaud. Contribution à l'étude des caractéristiques mécaniques des bétons autoplacants et application à l'industrie de la préfabrication. In *Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise*, page 271. 2007.
- [127] G. Platret. Suivi de l'hydratation du ciment et de l'évolution des phases solides dans les bétons par analyse thermique, caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons. méthodes de mesure et d'essai de laboratoire. In *Méthode d'essai N°58, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées*. 2002.
- [128] R. Pleau, D. Beaupré, K. Khayat, B. Bona, and P. Lacombe. Entraînement de l'air et résistance au gel des bétons autonivelants. *Colloque sur les bétons autonivelants, ed. Kamal Khayat, Sherbrooke, Québec*, 1996.
- [129] PNB@P. Présentation du projet national de R& D B@P. CD du Colloque, 21–22 Novembre, 2006.
- [130] G. Pons, E. Proust, and S. Assié. Creep and shrinkage of self-compacting concrete : a different behaviour compared with vibrated concrete. *Proceeding of 3rd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (Pro 33)*, Reykjavik, Iceland :645–654, 2003.

- [131] N. Richard. Structure et propriétés élastiques des phases cimentières à base de monoaluminate de calcium. In *Thèse de doctorat, Université de Paris VI*. 1999.
- [132] RILEM. Durability of self-compacting concrete. *RILEM*, Report 38 :185 pages, 2007.
- [133] M Saad, SA. Abo-El-Enein, GB Hanna, and MF. Kotkata. Effects of temperatures on physical and mechanical properties of concrete containing silica fume. *Cement and Concrete Research*, Vol. 26 :669–675, 1996.
- [134] LE. Samuels. Metallographic polishing by mechanical methods : an exhaustive description of mechanical polishing with examples. *4th Edition, ASM International Materais Park*, 1982.
- [135] U. Schneider. Concrete at high temperature : A general review. *Fire safety Journal*, Vol. 13 :55–68, 1988.
- [136] U. Schneider, U. Diederich, and C. Ehm. Effect of temperature on steel and concrete for pcrv's. *Nuclear engineering and design*, Vol. 67 :245–258, 1981.
- [137] L. Schwartzentruber, R. Le Roy, and J. Cordin. Rheological behaviour of fresh cement pastes formulated from a self compacting concrete. *Cement and Concrete Research*, Vol. 36 N°7 :1203–1213, 2006.
- [138] KL. Scrivener. Backscattered electron images of polished cement sections in the sem. *Proc. Sixth Int. Conf. Cement microscopy*, Albuquerque :145–155, 1984.
- [139] KL. Scrivener. Backscattered electron imaging of cementitious microstructures : Understanding and quantification. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 26 :935–945, 2004.
- [140] T. Sedran. Les bétons autonivelants (BAN) – Synthèse bibliographique. volume n° 196 of *ref. 3889*, pages 53–60. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Mars–Avril, 1995.
- [141] W. Sha, EA. O'Neill, and Z. Guo. Differential scanning study of ordinary portland cement. *Cement and Concrete Research*, Vol. 29 :1487–1489, 1999.
- [142] C. Shi, Y. Wu, Y. Shao, and M. Riefler. Comparison of two design approaches for self-consolidating concrete. *First North American Conference on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete*, ACBM Center :349–354, 2002.
- [143] Y. Shi, Y. Tanigawa, H. Mori, and Y. Kurokawa. A study of effect of superfine powders on fluidity of cement paste. *Transactions of the Japan Concrete Institute*, Vol. 20, N°2 :9–14, 1998.
- [144] T. Shindoh, Y. Matsuoka, S. Tangtermsirikul, and J. Sakamoto. Effect of variation of material quality on properties of super workable concrete. *Transactions of Japan Concrete Institute*, Vol. 14 :71–78, 1992.
- [145] T. Shindoh and YH. Matsuoka. Development of combinaison type Self compacting concrete and Evaluation test methods. *Journal of advanced concrete technology*, Vol. 1 n° 1 :26–36, 2003.
- [146] GW. Shorter and TZ. Harmathy. Moisture clog spalling. *Proceedings of institution of civil engineers*, Vol. 20 :75–90, 1965.

-
- [147] KK. Sideris. Mechanical characteristics of self-consolidating concretes exposed to elevated temperatures. *Journal of Materials in Civil Engineering, ASCE*, Vol. 19 Issue N°8 :648–654, 2007.
- [148] M. Sonebi and PJM. Bartos. Hardened scc and its bond with reinforcement. *Proceeding of First International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (PRO 7)*, Stockholm, Sweden :275–289, 1999.
- [149] M. Stegmaier and HW. Reinhardt. Fire behaviour of plian self-compacting concrete. *Otto-Graf-Journal*, Vol. 15 :33–42, 2004.
- [150] Struers. <http://www.struers.com>.
- [151] PE. Stutzman. Scanning electron microscopy in concrete petrography. *Materials Science of Concrete Special Volume : Calcium Hydroxide in Concrete*, Proceedings - Anna Maria Island - FL, Nov. 2000 - American Ceramic Society :59–72, 2001.
- [152] PE. Stutzman. Scanning electron microscopy imaging of hydraulic cement microstructure. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 26, n° 8 :957–966, 2004.
- [153] PE. Stutzman and JR. Clifton. Specimen preparation for scanning electron microscopy. *Proceedings of the Twenty-First International Conference on Cement Microscopy*, L. Jany and A. Nisperos, Eds., Las Vegas, Nevada, April 25-29 :10–22, 1999.
- [154] T. Sugamata, K. Umezawa, and S. Okazawa. A study of particle dispersing retention effect of polycarboxylate-based superplasticizers. *Transactions of NMB Central Research Laboratories - Japan*, Vol. 13 :7–14, 2000.
- [155] J. Tao, X. Liu, and Y. Yuan. High strength self-compacting concrete at elevated temperature. *5th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete SCC 2007*, Proceedings Pro 54 :1135–1144, 2007.
- [156] TC129-MHT. Rilem Technical Committees 129-MHT - test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures, part 1 : Introduction, part 2 : Stress-strain relation, part 3 : Compressive strength for service and accident conditions. *Materials and Structures*, Vol. 28, n° 181 :410–414, 1995.
- [157] TC44-PHT. Rilem Technical Committees 44-PHT - Behaviour of Concrete at high temperature. *Technical Report Ed. by, U. Schneider*, Dept. of Civil Engineering. Germany :122 pages, 1985.
- [158] E. Tolentino, AM. Lameiras, FS. ans Gomes, CA. Rigo da Silva, and WL. Vasconcelos. Effects of high temperature on residual performance of portland cement concrete. *Materials research*, Vol. 5, n° 5 :301–307, 2002.
- [159] JM. Torrenti, P. Dantec, C. Boulay, and JF. Semblat. Projet de processus d’essai pour la détermination du module de déformation longitudinale du béton. *Notes techniques, Bulletin des Laboratoires Des Ponts et Chaussées*, 220 NT 4263 :79–81, 1999.
- [160] J. Trägårdh. Microstructural features and related properties of self-compacting concrete. *Proceeding of first International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (Pro 7)*, Stockholm, Sweden :175–186, 1999.

- [161] M. Tsimbrovska. Dégénération des bétons à hautes performances soumis à des températures élevées. In *Thèse de doctorat, Université de Joseph Fourier - Grenoble I*. 1998.
- [162] M. Tsimbrovska, P. Kalifa, and D. Quenard. High performance concrete at elevated temperatures - permeability and microstructure. *SMIRT 14, Lyon, France*, 17–22 August, 1997.
- [163] P. Turcry, E. Rozière, and A. Loukili. Influence du volume de pâte et des additions sur le retrait de fissuration des bétons autoplaçants. *XXII^{èmes} Rencontres Universitaires de Génie-Civil*, Grenoble, 2005.
- [164] FJ. Ulm, O. Coussy, and ZP. Bazant. The "Chunnel" Fire I : Chemoplastic softening in rapidly heated concrete. *Journal of engineering mechanism*, Vol. 125, N°3 :272–282, 1999.
- [165] Y. Xu, YL. Wong, and M. Poon, CS. and Anson. Impact of high temperature on PFA concrete. *Cement and Concrete Research*, Vol. 31 :1065–1073, 2001.
- [166] G. Ye, G. De Schutter, and L. Taerwe. Spalling behaviour of small self-compacting concrete slabs under standard fire conditions. *5th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete SCC 2007*, Proceedings Pro 54 :799–804, 2007.
- [167] G. Ye, X. Liu, G. De Schutter, L. Taerwe, and P. Vandeveld. Phase distribution and microstructural changes of self-compacting concrete paste at elevated temperature. *Cement and Concrete Research*, Vol. 37 :978–987, 2007.
- [168] W. Zhu and JC. Gibbs. Use of different limestone and chalk powders in self-compacting concrete. *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, N°8 :1457–1462, 2005.
- [169] W. Zhu, J. Quinn, and PJM. Bartos. Transport properties and durability of self-compacting concrete. *Proceeding of 2nd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (Pro 7)*, Tokyo, Japan :451–458, 2001.
- [170] VV. Zhukov. Reasons of explosive spalling of concrete by fire. *Scientific Research Institut for Concrete and Reinforced Concrete - Moscow*, Vol. 1 :1–7, 1980.
- [171] NG. Zoldner. Effect of high temperatures on concretes incorporating different aggregates. *Proceeding ASTM, Philadelphia*, Vol. 30 :1087–1108, 2001.