



HAL
open science

Développement et caractérisation du comportement thermomécanique des matériaux composites TRC

Tala Tlaji

► **To cite this version:**

Tala Tlaji. Développement et caractérisation du comportement thermomécanique des matériaux composites TRC. Génie civil. Université de Lyon, 2018. Français. NNT: 2018LYSE1116. tel-01912621

HAL Id: tel-01912621

<https://theses.hal.science/tel-01912621>

Submitted on 5 Nov 2018

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.



N°d'ordre NNT : 2018LYSE1116

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON
opérée au sein de
l'Université Claude Bernard Lyon 1
Ecole Doctorale N° 162
Mécanique, Energétique, Génie civil et Acoustique
Spécialité de doctorat : Science des matériaux
Discipline : Génie Civil

Soutenue publiquement le 09/07/2018, par :
Tala Tlaji

**Développement et caractérisation du
comportement thermomécanique des
matériaux composites TRC**

Devant le jury composé de :

Pr. Izabela Hager
Pr. Albert NOUMOWE
MCF. Anne Lise BEAUCOUR
Pr. Hélène DUMONTET

Ecole Polytechnique de Cracovie
Université Cergy Pontoise
Université Cergy Pontoise
Université Pierre et Marie Curie

Rapporteuse
Rapporteur
Examinatrice
Examinatrice

Pr. Emmanuel FERRIER
MCF. Xuan Hong VU
Pr. Amir SI LARBI

Université Lyon 1
Université Lyon 1
Ecole Nationale d'Ingénieurs de
Saint-Etienne

Directeur de thèse
Co-directeur de thèse
Co-directeur de thèse

UNIVERSITE CLAUDE BERNARD - LYON 1

Président de l'Université

Président du Conseil Académique

Vice-président du Conseil d'Administration

Vice-président du Conseil Formation et Vie Universitaire

Vice-président de la Commission Recherche

Directrice Générale des Services

M. le Professeur Frédéric FLEURY

M. le Professeur Hamda BEN HADID

M. le Professeur Didier REVEL

M. le Professeur Philippe CHEVALIER

M. Fabrice VALLÉE

Mme Dominique MARCHAND

COMPOSANTES SANTE

Faculté de Médecine Lyon Est – Claude Bernard

Faculté de Médecine et de Maïeutique Lyon Sud – Charles Mérieux

Faculté d'Odontologie

Institut des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques

Institut des Sciences et Techniques de la Réadaptation

Département de formation et Centre de Recherche en Biologie Humaine

Directeur : M. le Professeur G.RODE

Directeur : Mme la Professeure C. BURILLON

Directeur : M. le Professeur D. BOURGEOIS

Directeur : Mme la Professeure C. VINCIGUERRA

Directeur : M. X. PERROT

Directeur : Mme la Professeure A-M. SCHOTT

COMPOSANTES ET DEPARTEMENTS DE SCIENCES ET TECHNOLOGIE

Faculté des Sciences et Technologies

Département Biologie

Département Chimie Biochimie

Département GEP

Département Informatique

Département Mathématiques

Département Mécanique

Département Physique

UFR Sciences et Techniques des Activités Physiques et Sportives

Observatoire des Sciences de l'Univers de Lyon

Polytech Lyon

Ecole Supérieure de Chimie Physique Electronique

Institut Universitaire de Technologie de Lyon 1

Ecole Supérieure du Professorat et de l'Education

Institut de Science Financière et d'Assurances

Directeur : M. F. DE MARCHI

Directeur : M. le Professeur F. THEVENARD

Directeur : Mme C. FELIX

Directeur : M. Hassan HAMMOURI

Directeur : M. le Professeur S. AKKOUCHE

Directeur : M. le Professeur G. TOMANOV

Directeur : M. le Professeur H. BEN HADID

Directeur : M. le Professeur J-C PLENET

Directeur : M. Y.VANPOULLE

Directeur : M. B. GUIDERDONI

Directeur : M. le Professeur E.PERRIN

Directeur : M. G. PIGNAULT

Directeur : M. le Professeur C. VITON

Directeur : M. le Professeur A. MOUGNIOTTE

Directeur : M. N. LEBOISNE

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au Laboratoire des Matériaux Composites pour la Construction (LMC2) de l'Université Claude Bernard Lyon 1 dans le cadre du Projet PRORETEX II ayant pour objectif le développement d'un composite Textile Renforcé Ciment qui résiste à des températures élevées pour la protection des structures en béton. Celui-ci est un projet de recherche collaboratif entre quatre partenaires industriels (SULITEC, porteur du projet, FOTIA, ER2I, CIMEO) et deux partenaires académiques (Université Lyon 1/LMC2 et ENISE/LTDS). Ce travail de thèse a été réalisé grâce à la subvention financière du Fonds Européen de Développement Régional (FEDER, référence : FUI-AAP18-PRORETEX II-Techtera, FEDER 15.008780.01 UCBL) de l'Union Européenne et de la Région Rhône-Alpes-Auvergne pour le lot 5 "Caractérisation des matériaux composites" du projet PRORETEX II.

Je suis avant tout extrêmement reconnaissante envers Emmanuel Ferrier, Xuan Hong Vu et Amir Si Larbi d'avoir accepté de diriger cette thèse et de m'avoir accordé leur confiance. Leurs commentaires, leurs suggestions et leur soutien m'ont été d'une aide précieuse tout au long de ce travail. Je les remercie de m'avoir donné l'opportunité de participer au projet de recherche PRORETEX II ce qui m'a permis d'acquérir une expérience scientifique précieuse.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude aux membres de mon jury. Je remercie profondément Pr. Izabela Hager et Pr. Albert Noumowé pour s'être intéressé à mon travail et avoir accepté d'en être les rapporteurs. Je remercie également Pr. Hélène Dumontet et Dr. Anne-Lise Beaucour qui m'a fait l'honneur de participer à ce jury.

Je remercie tous les membres du laboratoire LMC2, pour leur aide au cours de ces trois années et les échanges constructifs que nous avons pu avoir, et les moments agréables que nous avons pu partager.

Je suis reconnaissante à Marie Michel pour son aide, son intérêt pour mon travail et son amabilité. Un grand merci aux techniciens Emmanuel Janin et Norbert Cottet pour leur support technique et leur aide à la réalisation d'expériences.

Merci à toutes les personnes qui par leurs encouragements m'ont permis de mener à bout cette recherche.

Je ne remercierai jamais assez ma famille pour leurs encouragements et leur amour. J'espère rester digne de votre confiance.

Enfin, pour tous mes amis qui m'ont apporté leur soutien moral pendant ces années d'études, je les en remercie sincèrement.

RESUME EN FRANÇAIS

Afin de renforcer et de protéger les structures du Génie Civil vis-à-vis des incendies, un programme de recherche a été entrepris sur le développement d'un nouveau matériau composite TRC. Le composite TRC est généralement constitué de deux composants, le renfort textile et la matrice cimentaire. Les nouveaux composites du projet sont formulés d'une matrice phosphatique ou alumineuse avec des renforts textiles continus utilisant le verre, le carbone ou des hybrides. L'objectif de ce travail est d'examiner et de développer un TRC satisfaisant les critères de performances thermomécaniques.

Le premier niveau de conception est de définir une méthodologie de caractérisation permettant d'identifier les caractéristiques thermomécaniques et les propriétés physico-chimiques des TRC à haute température. Plusieurs régimes de chargement thermique et mécanique couplés ainsi que des analyses thermiques ont été appliqués et pris en compte pour les différentes formulations de TRC.

Dans une première partie expérimentale, l'effet du refroidissement et de la nature de la matrice sur le comportement thermomécanique de TRC a été étudié.

La deuxième partie des essais explore le comportement thermomécanique et thermo-physico-chimique de deux familles de TRC. La première famille est formée d'une matrice phosphatique et des fibres de verre E. Cette partie concerne l'adhérence qui peut être développée au niveau de l'interface fibre-matrice par deux géométries différentes de textile verre E. L'efficacité du renfort est améliorée ensuite par une pré-imprégnation via une résine époxy. La deuxième famille de composite traite le renforcement d'une matrice alumineuse par des grilles de carbone. Cette famille a subi plusieurs modifications. Un chargement de la matrice par de l'alumine et de verre micronique n'a pas été suffisant pour améliorer le comportement du TRC. Une nouvelle grille de carbone a été ensuite utilisée et des couches de fibres discontinues de verre Mat AR ont été insérées dans la matrice. Ces couches de Mat AR créent une bonne isolation thermique mais présentent un problème de délaminage. Enfin l'ajout des fibres de polypropylène au sein d'un mortier alumineux à granulométrie étagée présente des résultats satisfaisants.

Après le développement et la validation du TRC le plus performant, la fonction de « bouclier thermique » des matériaux isolants a été traitée afin d'améliorer la stabilité thermomécanique des TRC.

Mots-clés : TRC, comportement thermomécanique, propriétés physico-chimiques, ciment phosphatique, ciment alumineux, textile carbone, textile verre, pré-imprégnation du textile.

RÉSUMÉ EN ANGLAIS - ABSTRACT

In order to strengthen and protect civil engineering structures from fires, a research program was undertaken for the development of new TRC composite materials. The TRC composite generally consists of two components, the textile reinforcement and the cement matrix. The new composites of the project are formulated with an inorganic phosphate cement or an aluminous matrix with continuous textile reinforcements using glass, carbon or hybrids. The purpose of this work is to examine and develop TRC that meets the thermomechanical performance criteria.

The first level of design is to define a characterization methodology, which identifies the thermomechanical characteristics and physicochemical properties of TRC subjected to high temperature. Several coupled thermal and mechanical loading regimes as well as thermal analyses were applied and taken into account for different TRC formulations.

In a first experimental part, the nature of the matrix and the cooling effect on the thermomechanical behaviour of TRC were studied.

The second part of the experimental work explores the thermomechanical and thermo-physico-chemical behaviour of two families of TRC. The first family of TRC was formed of a phosphate cement and E-glass textile. It examines the bond that can be developed through the fibre-matrix interface by two different geometries of textile. The effectiveness of the reinforcement is then improved by a pre-impregnation by a resin epoxy. The second family of TRC deals with the reinforcement of an aluminous matrix by carbon grids. This family has undergone several changes. Filling of the matrix with alumina and micron glass was not sufficient to improve the behaviour of TRC. A new carbon grid was then used and layers of Mat AR glass fibres were inserted into the matrix. These layers of Mat AR created good thermal insulation but presented a delamination problem. Finally, the addition of polypropylene fibres in an aluminous mortar with graded granulometry showed satisfactory results.

After the search and validation of the most efficient TRC, the "heat shield" function of insulating materials was processed to improve the thermomechanical stability of TRC.

Key-words: TRC, thermomechanical behavior, physico-chemical properties, phosphate cement, aluminous cement, glass textile, carbon textile, pre-impregnation of textile.

PUBLICATIONS SCIENTIFIQUES

Article publié dans le journal international (référéncé dans l'ISI Web of Science)

A1. **Tala TLAIJI**, Xuan Hong VU, Emmanuel FERRIER, Amir SI LARBI. Thermomechanical behaviour and residual properties of textile reinforced concrete (TRC) subjected to elevated and high temperature loading: experimental and comparative study. Composites Part B 144 (2018) 99–110.

Articles soumis aux journaux internationaux (référéncés dans l'ISI Web of Science)

A2. **Tala Tlaiji**, Xuan Hong Vu, Marie Michel, Emmanuel Ferrier, Amir Si Larbi. Effect of the nature of mortar on the physicochemical and thermomechanical properties of textile-reinforced concretes (TRCs) exposed to elevated temperatures. Submitted to “Fire and Materials” journal (Wiley publisher) on December 19th 2017 (*current status: under review*).

A3. **Tala Tlaiji**, Xuan Hong Vu, Emmanuel Ferrier, Amir Si Larbi. Experimental investigation on effects of geometry and pre-impregnation of continuous glass textile reinforcement on mechanical, thermomechanical and thermal properties of textile reinforced concretes exposed to different temperatures. Submitted to “Cement & Concrete Composite” journal (Elsevier publisher) on April 07th 2018 (*current status: under review*).

Articles en cours de préparation pour la soumission aux journaux internationaux

A4. **Tala Tlaiji**, Xuan Hong Vu, Emmanuel Ferrier, Amir Si Larbi. Experimental study of thermomechanical and thermal behaviour of TRC: influence of different charges in cement-based matrix. Paper (in preparation) will be soon submitted to “Cement & Concrete Research” journal (Elsevier publisher).

A5. **Tala Tlaiji**, Xuan Hong Vu, Emmanuel Ferrier, Amir Si Larbi. Experimental measurement and characterization technique of textile reinforced concrete (TRC) subjected to elevated temperature. Paper (in preparation) will be soon submitted to “Measurement” journal (Elsevier publisher).

TABLE DES MATIERES

Remerciements	v
Résumé en français	vii
Résumé en anglais - Abstract	viii
Publications scientifiques.....	i
Table des matières	ii
Introduction générale	1
Contexte & Objectifs	2
<i>Généralités sur les matériaux composites.....</i>	2
<i>Les composites dans le secteur du Génie Civil.....</i>	2
<i>Historique des composites fibre/ciment.....</i>	4
<i>Objectifs de l'étude.....</i>	5
PARTIE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.....	7
Chapitre I. Comportement mécanique du composite TRC.....	9
<i>I.1 Matériaux constitutifs d'un TRC.....</i>	9
I.1.1 Matrice cimentaire	9
I.1.2 Renfort textile	10
<i>I.2 Généralités sur le comportement monotone en traction du TRC.....</i>	13
<i>I.3 Facteurs influençant le comportement en traction du TRC</i>	14
I.3.1 Nature de la matrice	15
I.3.2 Nature des fibres.....	16
I.3.3 Structure du renfort textile	17
I.3.4 Taux de renfort.....	18
I.3.5 Pré-imprégnation du textile	20
I.3.6 Procédé de cure du composite.....	24
<i>I.4 Conclusion.....</i>	27
Chapitre II. Comportement du TRC vis-à-vis de la température	29
<i>II.1 Phénomène d'incendie.....</i>	29
<i>II.2 Comportement des matériaux vis-à-vis de la température</i>	30
II.2.1 Evolution des propriétés du béton soumis à des températures élevées	30
II.2.2 Evolution des propriétés des fibres en fonction de la température	41
II.2.3 Evolution des propriétés du béton fibré	43
<i>II.3 Comportement thermomécanique des TRC.....</i>	46
II.3.1 La vitesse du chargement thermique.....	49
II.3.2 Imprégnation des fibres	50

II.3.3	Effet de la nature de la matrice.....	52
II.3.4	Effet de la durée d'exposition à une température.....	54
II.3.5	Rôle des fibres courtes.....	55
II.4	Conclusion.....	56
PARTIE II : APPROCHE EXPERIMENTALE.....		59
Chapitre III. Méthodologie de caractérisation thermomécanique des TRC		63
III.1	Configuration des éprouvettes pour les essais thermomécaniques.....	63
III.2	Essais de traction	65
III.2.1	Machine thermomécanique utilisée	65
III.2.2	Mesure de la température	66
III.2.3	Mesure de la déformation	67
III.3	Evaluation de la fissuration par la technique de mesure de champs par corrélation d'images.....	70
III.4	Procédure d'essais en température.....	72
III.4.1	Régime Thermomécanique à Température Constante (TMTC)	72
III.4.2	Régime Thermomécanique Résiduel (TMR).....	73
III.4.3	Régime thermomécanique à force constante (TMFC)	73
III.4.4	Exploitation des essais	74
III.5	Conclusion	76
Chapitre IV. Caractérisation thermomécanique des TRC de référence.....		77
IV.1	Matériaux employés	77
IV.1.1	Matrices	77
IV.1.2	Renfort textile en verre alkali-résistant (AR).....	78
IV.2	Eprouvettes DE TRC.....	79
IV.3	Caractérisation des composites 3G.AR et 3G.AR.Feu.....	80
IV.3.1	Effet du refroidissement	80
IV.3.2	Effet de la nature de la matrice.....	88
IV.4	Conclusion	92
Chapitre V. Développement et caractérisation thermomécanique de nouveaux composites à fibres continues		93
V.1	1 ^{ère} famille de TRC : Matrice phosphatique - textile verre E.....	93
V.1.1	Constituants des TRC.....	93
V.1.2	Eprouvettes de TRC.....	95
V.1.3	Caractérisation des composites de 1 ^{ère} famille	96
V.2	2 ^{ème} famille de TRC : matrice alumineuse - Grille de Carbone.....	102
V.2.1	Génération 1 : ciment alumineux – Carbone 2*6K	103
V.2.2	Composites ciments alumineux – Carbone 2*6K testés	105
V.2.3	Caractéristique mécanique à 25 °C	106
V.2.4	Caractéristiques thermomécaniques	110
V.2.5	Génération 2 : Ciment alumineux- Carbone 12K	113
V.2.6	Caractérisation de la grille de carbone 12K enduite	113
V.2.7	Comportement thermomécanique du composite MA,MatAR-2.12K-X.....	118

V.2.8	Génération 3 : Mortier alumineux + PP - Carbone 12K	120
V.2.9	Caractérisation thermomécanique de MortierA,PP-2.12K 0.375/3	123
V.2.10	Comparaison de l'effet de chargement de la matrice en fonction de la température	127
V.3	<i>Conclusion</i>	128
Chapitre VI.	Caracterisation physico-chimique et thermique des TRC	131
VI.1	<i>Analyse microstructurale</i>	131
VI.1.1	Observations au tomographe.....	131
VI.1.2	Analyse de diffraction des rayons X (DRX)	133
VI.1.3	Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	133
VI.2	<i>Analyses thermiques</i>	134
VI.2.1	Analyses thermogravimétrique (ATG) et calorimétrique différentielle (DSC)	134
VI.2.2	Analyse dilatométrique (TMA)	135
VI.3	<i>Analyses physico-chimiques et thermiques des composites 3G.AR et 3G.AR.Feu</i>	135
VI.3.1	Observations tomographiques.....	136
VI.3.2	Analyse de diffraction des rayons X (DRX) et de spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	138
VI.3.3	Analyses thermiques	140
VI.3.4	Analyse des résultats obtenus.....	143
VI.4	<i>Analyses physico-chimiques et thermiques des composites MP-UD et MP-UD,PI</i>	144
VI.4.1	Observations tomographiques.....	144
VI.4.2	Analyses thermiques	146
VI.5	<i>Analyses thermiques des matrices alumineuses (M0, MV et MA) des composites de la 2ème famille de TRC</i>	149
VI.6	<i>Analyses physico-chimiques et thermiques des composites MortierA,PP-2.12K et MA,MatAR-2.12K et de leur matrice</i>	151
VI.6.1	Observations tomographiques du MortierA,PP-2.12K et MA,MatAR-2.12K	151
VI.6.2	Analyses ATG – DSC et TMA	152
VI.6.3	Diffusivité thermique - Conductivité thermique	153
VI.7	<i>Conclusion</i>	155
Chapitre VII.	Bouclier thermique	157
VII.1	<i>Cuisson au four</i>	157
VII.1.1	Effet du bouclier thermique sur la diffusion de température	157
VII.1.2	Effet du bouclier thermique sur la résistance résiduelle du composite.....	159
VII.2	<i>Porte de four</i>	160
VII.2.1	Evaluation de la nature du bouclier thermique (Série 1)	161
VII.2.2	Effet du bouclier thermique sur la résistance résiduelle du TRC	164
VII.2.3	Effet de l'épaisseur du bouclier thermique (Série 2).....	166
VII.3	<i>Conclusion</i>	169
Conclusions & Perspectives	171	
<i>Synthèse-Conclusions générales</i>	171	
<i>Perspectives</i>	173	

Annexe 1. Distribution granulométrique	187
Annexe 2. Moulage au sac.....	188
Annexe 3. Mesure de la diffusivité thermique.....	189
Annexe 4. Les isolants thermiques	190
Liste des figures.....	195
Liste des tableaux.....	201

Introduction générale

Pour des applications du génie civil, les thèmes de recherche à associer à une nouvelle politique de l'habitat pour notre société concernent la prise en compte de l'écotoxicité des produits et les cycles de vie des matériaux de construction afin d'améliorer la sécurité et la fiabilité des ouvrages. Ainsi, les études prennent en considération les évolutions des conditions d'exploitation (changements climatiques, sollicitations accidentelles ou extrêmes : incendie, explosion, impact, séismes...). Ces grandes orientations concernent à la fois la conception ou la réalisation de nouvelles constructions ou infrastructures mais aussi et surtout la réhabilitation du parc immobilier existant et des infrastructures stratégiques existantes (tunnels, ponts, centrales nucléaires...).

Les matériaux composites offrent aux industriels et aux concepteurs la possibilité de réalisation des matériaux de plus en plus performants. Les principaux avantages de ces matériaux se situent essentiellement au niveau de leurs poids, de leurs performances mécaniques et de leur plurifonctionnalité.

Les matériaux composites textile-mortier (TRC, Textile Reinforced Concrete), du fait de l'emploi d'une matrice minérale, présentent des intérêts multiples en comparaison aux composites à matrice polymère : non toxicité, disponibilité des matières premières, recyclabilité, facilité de mise en œuvre. De ce fait ces composites se sont largement développés ces dernières années dans l'industrie de la construction. Cependant, rares sont les études qui se sont penchées sur le comportement du TRC à haute température dans le cas d'incendie, qui demeure une problématique importante dans le domaine du bâtiment.

Un programme de recherche a donc été entrepris par plusieurs partenaires (LMC2, SULITEC, FOTIA, ER2I, ENISE, CIMEO) qui s'inscrit dans le cadre du projet PRORETEX II (FUI FEDER). Ce programme vise à la formulation, au développement, à la caractérisation et la validation d'un nouveau matériau résistant au feu. Les travaux de LMC2, à caractère expérimental, visent à approfondir la connaissance du comportement des matériaux composites à matrice minérale et fibres continues soumises à des températures élevées.

L'objectif principal de cette thèse est donc la mise au point d'un composite à matrice minérale qui réponde au cahier des charges établi sur la base de la destination de ce matériau, à savoir, la réparation des structures en béton armé. La mise au point comprend l'évaluation de la formulation du matériau et de sa performance vis-à-vis des différents chargements thermomécaniques.

Dans ce contexte, le présent manuscrit couvre deux parties principales. La première présente une synthèse bibliographique concernant les matériaux composites TRC en général et leurs constituants en particulier. La deuxième partie, quant à elle, expose le travail expérimental mené lors de cette thèse, exploite tous les résultats obtenus et met en évidence les paramètres nécessaires au développement d'un matériau composite performant à des températures élevées.

Contexte & Objectifs

Généralités sur les matériaux composites

Le matériau composite est un système dans lequel au moins deux constituants sont assemblés selon une architecture particulière. Un des constituants a la fonction de matrice tandis que l'autre, immergé dans le premier, joue un rôle de renfort. Le nouveau matériau ainsi constitué possède des propriétés que les composants seuls ne possèdent pas. Les renforts se présentent sous forme de fibres continues ou discontinues. Leur rôle est d'assurer la fonction de résistance mécanique aux efforts. La matrice, quant à elle, a pour principal but de transmettre les efforts mécaniques au renfort, de le maintenir dans sa position initiale et le protéger de l'environnement extérieur.

Les principaux avantages de ce matériau se situent essentiellement au niveau de leurs poids, de leurs performances mécaniques et de leur plurifonctionnalité. De nouveaux procédés de conception, d'industrialisation et de fabrication qui permettent de répondre au mieux aux problèmes technicoéconomiques et satisfont les besoins parfois contradictoires (poids, fonctions, etc.) auxquels les matériaux classiques répondent difficilement.

En fonction de la nature de la matrice (organique ou minérale) et des fibres (inorganiques ou organiques), les composites auront un domaine particulier d'utilisation. Il est noté que le quart de la production mondiale de composites était destiné à l'industrie automobile et 30 % étant consacrés à la construction civile en 2002 (Nodal, 2002). En 2007 le volume d'affaires est réparti pour 40 % en Amérique du Nord, 31 % en Europe et le reste en Asie (Preveraud, 2009). Dans les deux premières zones géographiques, c'est toujours l'industrie des transports qui est le plus gros consommateur de composites, viennent ensuite la construction et le bâtiment, puis l'électrotechnique au sens large.

En France, dans le domaine du B-TP, deux grandes familles de matériaux composites se développent. Les matériaux polymères renforcés de fibres trouvent de nouvelles applications industrielles, essentiellement dans la réparation ou le renforcement des bâtiments et des ouvrages. Par ailleurs, les composites à matrice cimentaire représentent un marché moins avancé sur le plan commercial (Lucas, 2005), malgré la multitude d'avantages apportée par ces nouveaux matériaux. Le faible développement des solutions composites en France est lié à l'inertie du secteur, où l'introduction d'une technologie nouvelle prend nécessairement des années.

Les composites dans le secteur du Génie Civil

Le développement des matériaux composites dans le secteur du Génie Civil a pour objectifs : d'une part d'ouvrir de nouveaux champs d'application (physique, mécanique, tenue à l'environnement, comportement sous sollicitations extrêmes) et d'améliorer le cycle de vie pour s'intégrer dans le contexte du développement durable (durée de vie, recyclabilité, coût énergétique), et d'autre part de s'adapter aux exigences de renforcement et de protection des ouvrages existants.

Trois grandes familles de matériaux composites sont utilisées pour la réalisation de nouvelles structures et peuvent être distinguées comme suit (Figure I-1) :

- *Les structures souples* : elles combinent une matrice thermoplastique avec des fibres polymères ou minérales. Elles concernent des applications en géotechniques et dans l'architecture tendible.
- *Les composites rigides à matrices polymères* : elles sont formées de matrices thermodurcissables et charges minérales renforcées par du textile ou associé à des polymères expansés (structures sandwiches). elles peuvent être utilisées dans le domaine des revêtements routiers et des fondations spéciales
- *Les composites rigides matrices minérales* : elles concernent les composites fibre/ciment ou TRC pour lesquels les matrices polymères sont remplacées par des matrices minérales.

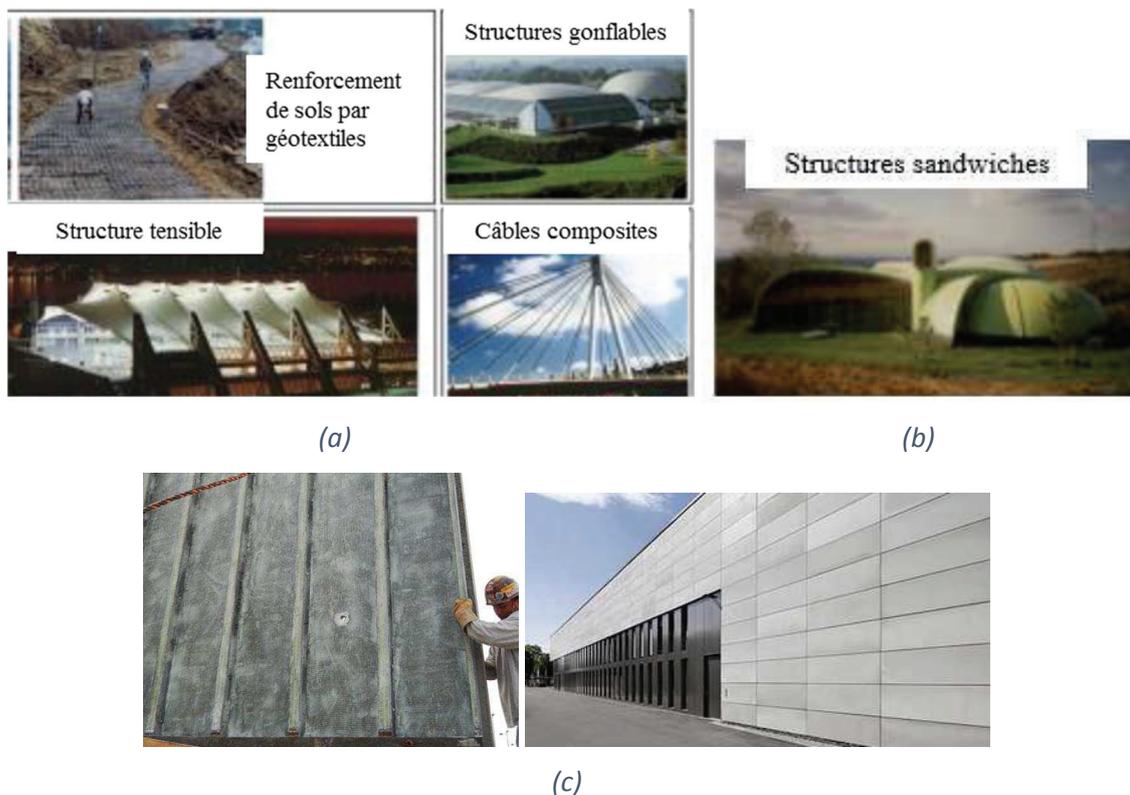


Figure I-1 : Quelques exemples de structures (a) composites souples (b) composites rigides à matrice polymère (c) TRC

Par ailleurs, plusieurs méthodes de réhabilitation de structures par matériaux composites permettent de pallier les inconvénients et/ou limites des méthodes conventionnelles (chemisage par béton armé, chemisage en acier, tôles collées, précontrainte additionnelle...). Les méthodes de renforcement les plus utilisées en France sont la mise en place de tissus stratifiés au contact ou le collage de plats pultrudés (Figure I-2). Les principales formulations utilisées sont constituées de fibres de carbone, fibres de verre ou fibres d'aramide. Ces fibres de renfort sont couplées à des matrices époxydiques ou polymères (vinylester) afin d'assurer une imprégnation convenables des fibres.



Figure I-2 : Renforcement par matériaux composites

Malgré leurs multiples fonctions, ces matériaux composites présentent plusieurs inconvénients qui handicapent fortement leur utilisation dans le secteur du génie civil :

- Le coût, qui est très élevé par rapport aux matériaux traditionnels tels que le béton (0.3 €/kg) ou l'acier (1.3 €/kg) ;
- Non-disponibilité de recommandations et de règles de calcul, ainsi que l'absence de formation des techniciens et ingénieurs ;
- Le manque de filière de traitement ou de valorisation des déchets, et le problème du recyclage de ces matériaux.
- Les composites polymères usuels sont vulnérables aux incendies. Ils brûlent facilement en émettant des fumées toxiques à cause de la nature organique de la matrice polymère qui les compose ;

Un des axes de recherche qui est proposé afin de pallier ces problèmes de prix, de résistance au feu, de durabilité et de gestion environnementale consiste en la substitution des matrices polymères par des matrices minérales d'où les composites fibre/ciment.

Historique des composites fibre/ciment

Le XXe siècle aura connu le développement successif de différents matériaux de type « fibrociment ». L'amiante-ciment, breveté dès 1901, a été utilisé à partir des années 1960 en France et a été l'objet d'une interdiction définitive dans la construction en 1994 suite à l'établissement des risques sanitaires majeurs liés à l'amiante. Il a été remplacé progressivement par le composite verre-ciment (CCV ou GRC : Glass Reinforced Cement).

Cependant, à cause de la dégradation des fibres de verre en milieu alcalin, les industriels concernés ont cherché à développer des composites à fibre de verre alcali-résistante AR. L'utilisation des fibres de verre AR entraîne une forte diminution des problèmes de vieillissement (Bentur & Mindess, 1990) et (Glinicki, et al., 1994). Les domaines d'application sont demeurés identiques, pour une large part, aux fibrociments (plaques de bardage, tôle de couverture, préfabrication légère, canalisations...) et les formulations standards favorisent l'utilisation de fibres courtes (projetées) ou sous forme de « mat » pour le renforcement des liants ou micro-mortiers avec des pourcentages volumiques limités (2 à 10 %). D'autres

chercheurs ont mis au point de nouvelles formulations de liants minéraux afin de compenser la sensibilité de verre E à l'alcali-réaction. Ambroise (Ambroise, et al., 1989) propose de réduire la proportion de clinker Portland et d'ajouter du métakaolin susceptible de conférer de meilleures caractéristiques mécaniques. D'autres ciments, comme les ciments magnésiens, présentent l'avantage d'un pH légèrement basique, ce qui n'engendre pas d'attaque alcaline des fibres de renfort. De plus, les propriétés mécaniques sont légèrement supérieures à celles des ciments à base Portland. Néanmoins, les ciments magnésiens présentent l'inconvénient d'une forte solubilité à l'eau, ce qui restreint son utilisation au sein des composites GRC (Matray & Hamelin, 1991).

Plus récemment (2000 – 2002), pour permettre un renforcement en utilisant le verre E classique, la VUB et la société SYMBION ont développé la formulation de liants phosphatiques (VUBONITE) pour remplacer les ciments Portland (Wastiels, 1999). Dans ce cas, les CCV ont pu atteindre des taux de renfort volumique de 15 à 20 % et une résistance en traction améliorée mais inférieure à 60 MPa.

Afin de repousser les limites des composites GRC, l'utilisation de tissus de renfort est envisagée. Une nouvelle famille de composite est ainsi apparue : les TRC (textile reinforced cement /ou textile reinforced concrete) (Bramshuber, 2001). Ces nouveaux matériaux présentent les avantages d'un taux de renfort plus important et la possibilité de favoriser l'orientation des performances mécaniques.

Par conséquent, des nouveaux composites TRC sont développés en XXI^e siècle. Il s'agit des formulations à matrice minérale (ciment Portland, liants sulfo-alumineux, liants phosphatiques, géo-polymères, céramiques) avec des renforts textiles continus (UD, taffetas, grille 2D-3D...) de différentes natures, telles que le verre, l'aramide, le carbone voire des armures textiles hybrides. Ces composites sont actuellement utilisés afin d'optimiser les performances des composites tels que leur résistance en traction et en compression, schémas de fissuration, durabilité, résistance aux impacts, retrait, expansion, propriétés thermiques et résistance au feu...

Objectifs de l'étude

Cette thèse s'inscrit dans le cadre du projet PRORETEX II qui concerne la protection, le renforcement des infrastructures existantes en utilisant des composites d'une nouvelle génération plus fiables et plus durables au regard des sollicitations extrêmes. Les objectifs fixés dans le cadre du projet s'énoncent comme suit :

- Développer et formuler des matériaux à matrice minérale (ciment Portland, liants alumineux, liants phosphatiques) avec des renforts textiles continus (UD, taffetas, grille 2D) utilisant le verre, le carbone ou des armures textiles hybrides satisfaisants des performances thermomécaniques vis-à-vis des mécanismes d'écaillage du béton et de plastification des aciers.
- Obtenir des propriétés mécaniques (résistance, rigidité, ténacité) nettement supérieures à des CCV ou GRC renforcés de fibres courtes ou de mat de verre E ou alcali-résistant (Bramshuber, 2006).

Le développement, la valorisation et l'optimisation des matériaux composites TRC nécessite une caractérisation mécanique et physico-chimique. L'organisation du manuscrit vient répondre à l'exigence du développement d'un TRC qui résiste au feu sans négliger le volet mécanique. La suite est composée de deux parties :

La première partie de ce manuscrit a pour but d'exposer l'étude bibliographique effectuée dans le cadre de la thèse. Elle comprend 2 Chapitres :

- Chapitre I : Il présente les matériaux constitutifs d'un TRC (matrice minérale et renfort textile), ainsi que les caractéristiques des TRC déjà développés et les facteurs influençant leur comportement mécanique à la température ambiante.

- Chapitre II : Il est axé sur l'étude du comportement mécanique et les propriétés physico-chimiques du TRC et de ses constituants à hautes températures.

La deuxième partie est dédiée à la campagne expérimentale développée pendant la thèse et à la caractérisation du comportement des TRC au niveau de la température. Cette partie se divise en 5 chapitres :

- Chapitre III : Il présente la méthodologie de caractérisation suivie qui permet d'identifier les caractéristiques thermomécaniques des TRC sous forme de lois de comportement tout en identifiant les paramètres mécaniques des TRC aux différents niveaux de températures.

- Chapitre IV : Par l'application de la méthodologie présentée dans le Chapitre III, l'étude de l'influence du refroidissement et de la nature de la matrice sur le comportement du TRC, au travers de différents régimes thermomécaniques, est traitée.

- Chapitre V : Il s'intéresse essentiellement à l'évolution du comportement thermomécanique de plusieurs familles de TRC en variant plusieurs facteurs : géométrie du textile, pré-impregnation des fibres, nature de la matrice et des fibres, et chargement de la matrice.

- Chapitre VI : Il est axé sur l'identification des propriétés physico-chimiques en fonction de la température et de leur influence sur le comportement thermomécanique du TRC.

- Chapitre VII : Ce chapitre se concentre sur l'étude de l'effet de bouclier thermique sur le comportement résiduel du TRC.

PARTIE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I. Comportement mécanique du composite TRC	9
<i>I.1 Matériaux constitutifs d'un TRC.....</i>	9
I.1.1 Matrice cimentaire.....	9
i. Matrice à base de ciment portland.....	9
ii. Matrices phosphatiques.....	10
iii. Matrices à base d'aluminat de calcium.....	10
iv. Matrices cimentaires chargées de polymère.....	10
I.1.2 Renfort textile.....	10
i. Fibres de verre.....	11
ii. Fibres de basalte.....	12
iii. Fibres d'aramide.....	12
iv. Fibres de carbone.....	12
v. Textile hybride.....	13
<i>I.2 Généralités sur le comportement monotone en traction du TRC.....</i>	13
<i>I.3 Facteurs influençant le comportement en traction du TRC</i>	14
I.3.1 Nature de la matrice.....	15
I.3.2 Nature des fibres.....	16
I.3.3 Structure du renfort textile.....	17
I.3.4 Taux de renfort.....	18
I.3.5 Pré-imprégnation du textile.....	20
I.3.6 Procédé de cure du composite.....	24
<i>I.4 Conclusion.....</i>	27
Chapitre II. Comportement du TRC vis-à-vis de la température	29
<i>II.1 Phénomène d'incendie.....</i>	29
<i>II.2 Comportement des matériaux vis-à-vis de la température</i>	30
II.2.1 Evolution des propriétés du béton soumis à des températures élevées.....	30
i. Evolution de la pâte de ciment.....	30
ii. Evolution des granulats.....	31
iii. Déformation thermique du béton.....	32
iv. Evolution des propriétés physiques.....	35
a) Conductivité thermique.....	35
b) Porosité.....	36
c) Perte de masse.....	38
v. Evolution des propriétés mécaniques du béton.....	38
II.2.2 Evolution des propriétés des fibres en fonction de la température.....	41
II.2.3 Evolution des propriétés du béton fibré.....	43
<i>II.3 Comportement thermomécanique des TRC.....</i>	46
II.3.1 La vitesse du chargement thermique.....	49
II.3.2 Imprégnation des fibres.....	50
II.3.3 Effet de la nature de la matrice.....	52
II.3.4 Effet de la durée d'exposition à une température.....	54
II.3.5 Rôle des fibres courtes.....	55
<i>II.4 Conclusion.....</i>	56

CHAPITRE I. COMPORTEMENT MECANIQUE DU COMPOSITE TRC

L'objectif de ce chapitre est de présenter une revue bibliographique concernant les matériaux composites textile-mortier. Cette étude bibliographique s'articule autour de deux thèmes. Le premier est axé sur les matériaux constitutifs tels que les renforts textiles et les matrices. Le second porte sur le comportement mécanique des composites TRC, principalement sous sollicitations de traction à la température ambiante.

Ce chapitre visera essentiellement à identifier les verrous scientifiques et technologiques, tant en termes de méthodologie expérimentale, indispensable à une caractérisation fine et pertinente des TRC, qu'en termes phénoménologiques à différentes échelles du matériau.

I.1 MATERIAUX CONSTITUTIFS D'UN TRC

En général les constituants principaux d'un TRC sont : la matrice minérale et le renfort. Chacun de ces constituants a une fonction bien spécifique. La matrice apporte la cohésion au matériau en répartissant les efforts appliqués au composite sur toutes les fibres. Le renfort apporte la résistance mécanique, la structure étant conçue pour que l'essentiel des contraintes soit supporté par les fibres. Ce transfert des contraintes se fait à travers une zone de contact qui est, suivant l'échelle considérée, bidimensionnelle (interface) ou tridimensionnelle (interphase). Cette partie détaille la nature des différents constituants, matrice et renfort, utilisés dans l'élaboration des TRC.

I.1.1 Matrice cimentaire

Les matrices cimentaires destinées aux composites TRC doivent permettre une mise en œuvre aisée du renfort textile, garantir un enrobage optimum de ce dernier et assurer un transfert de charge satisfaisant. De ce fait, des mortiers très fins sont utilisés (granulométrie maximale < 2 mm). Malgré leur finesse, ces matrices doivent être résistantes et présenter une adhérence élevée avec le renfort textile.

De plus, la matrice cimentaire doit être chimiquement compatible avec le renfort textile choisi en fournissant les caractéristiques appropriées pour la géométrie d'éprouvette et les procédés de production d'un composite TRC. Les matrices cimentaires actuellement utilisées pour les TRC peuvent principalement être divisées en 4 groupes (Contamine, 2011) : les matrices à base de ciment portland, les matrices phosphatiques, les matrices à base d'aluminate de calcium (ou alumineuses) et les matrices cimentaires chargées de polymère.

i. Matrice à base de ciment portland

Le ciment Portland est le produit obtenu en réduisant en poudre un clinker constitué essentiellement de silicates de calcium hydrauliques auxquels on ajoute diverses formes de sulfate de calcium (gypse/plâtre), du calcaire, ainsi que divers produits d'addition au choix du fabricant. L'inconvénient principal de ce ciment est la création d'une solution fortement alcaline qui engendre, avec le temps, une dégradation marquée des fibres de verre ordinaires (E).

ii. Matrices phosphatiques

Une matrice phosphatique (Vubonite) a été développée sous l'impulsion des chercheurs de l'université libre de Bruxelles. La Vubonite n'est pas un liant hydraulique, elle résulte en fait de la réaction entre une poudre composée de Wollastonite (silicate de calcium) et une solution aqueuse (acide phosphorique). Le ciment phosphatique combine la flexibilité de conception des résines avec les propriétés de résistance au feu de la céramique. Le durcissement de ce matériau se produit spontanément à la température ambiante et conduit à un ciment avec un pH neutre après durcissement. Par conséquent, les fibres de verre ne sont pas chimiquement attaquées par la matrice cimentaire, ce qui rend l'utilisation des plusieurs types de fibres possible, telles que les fibres de verre E traditionnelles, les fibres de verre AR, celles de carbonées, celles d'aramide et les fibres naturelles.

iii. Matrices à base d'aluminate de calcium

Les aluminates de calcium sont obtenus en faisant réagir à haute température de la chaux et de l'oxyde de calcium, le produit de cette réaction est, après refroidissement, un minéral appelé clinker d'aluminates de calcium. Ce clinker est broyé en poudre fine est appelé ciment d'aluminates de calcium (CAC). Il s'agit d'un liant hydraulique réputé dans le domaine de la construction pour des applications spécifiques nécessitant un durcissement rapide, une résistance chimique et une résistance à la chaleur.

iv. Matrices cimentaires chargées de polymère

En ajoutant des polymères à la matrice cimentaire, il est possible de modifier la résistance en traction et compression, le module d'élasticité ainsi que l'adhérence fibre-matrice. Pour cela, il existe deux méthodes sont souvent utilisées : l'addition du polymère par imprégnation du mortier durci (Polymer Impregnated Concrete : PIC), ou en ajoutant le polymère directement dans la formulation du mortier (sous forme de poudre en la mélangeant au liant, ou directement sous forme de liquide lors du malaxage), (Polymer Modified Cement : PMC).

I.1.2 Renfort textile

A l'échelle microscopique, le filament constitue la plus petite unité contenue par le renfort textile (de 5 à 30 μm de diamètre), ces filaments sont joints les uns aux autres pour former des fils. Le filament est revêtu d'une pellicule d'ensimage constituée, en général, d'une dispersion aqueuse de divers composés chimiques présentant chacun une fonction bien définie. L'ensimage est destiné à protéger le filament de l'abrasion, à empêcher la rupture tout au long des différentes étapes d'élaboration du renfort et à améliorer l'adhésion de la matrice.

D'autre part, les renforts textiles, dans le cadre des TRC, doivent présenter des propriétés (mécaniques, géométriques et physico-chimiques) compatibles avec le type de matrice utilisée dans le but de permettre leur mise en œuvre et leur imprégnation. Les principales technologies de textile utilisées comme renfort dans les composites TRC sont : le canevas, le tricotage à maille jetée, le tricotage à maille jetée en trois dimensions ainsi que le tissage (Figure I-1).

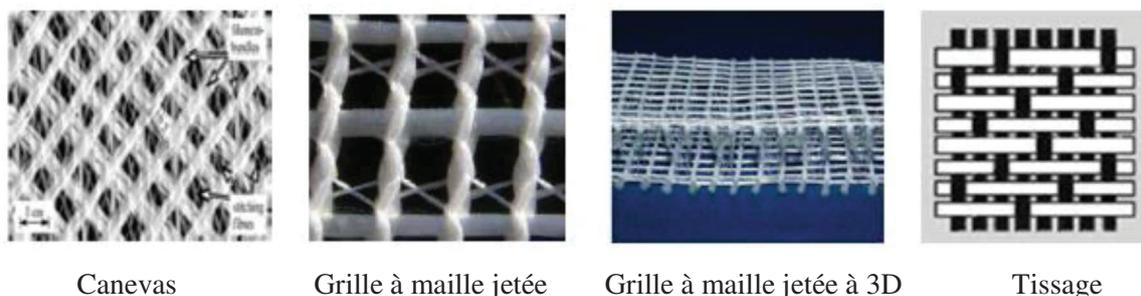


Figure I-1 : Principales technologies de textiles utilisées

Les propriétés mécaniques, physiques et chimiques ainsi que la proportion, la disposition et l'interaction des fibres utilisées ont une influence considérable sur le comportement mécanique du TRC. Le module d'Young des filaments ainsi que les conditions d'adhérence textile-matrice doivent être suffisamment élevés afin de contrôler l'ouverture des fissures du composite et contribuer à sa rigidité. Aussi, afin d'assurer la durabilité du TRC, la nature de ces fibres doit être chimiquement compatible avec le mortier.

Les fibres peuvent être de différentes natures : Verre, basalte, aramide, carbone, etc. Le Tableau I-1 présente les caractéristiques techniques de différents types de filaments.

Tableau I-1 : Caractéristiques techniques des fils de fibre

Nature de fibre	Résistance (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)	Coefficient de poisson	Densité (Kg/dm ³)	Diamètre mini-max (µm)
Verre-E	1100-1550	72-73	1.8	0.22	2.6	5-24
Verre-AR	1100-1700	74-76	1.8	0.25	2.7	9-27
Basalte	1800	85	2.1	0.25	3.0	9-13
Aramide	3000	60-130	1.8-2.3	0.35	1.8	5-15
Carbone	3000-5000	200-250	1.8	0.3	1.8	5-8

i. Fibres de verre

Les fibres de verre sont les fibres chimiques, inorganiques, obtenues par le mélange de la silice, de l'argile, et du calcaire (Wulfhorst, et al., 2006). La fibre de verre en fusion se transforme en filament en étant étirée à grande vitesse. Les fibres de verre AR sont obtenus par l'ajout d'une masse de zirconium supérieure à 15 % afin d'assurer une résistance dans le milieu alcalin.

Les fibres de verre possèdent des propriétés spécifiques (incombustibilité, insensible aux variations thermiques et hygrométriques, un coefficient de dilatation peu élevé, une faible conductivité thermique, une perméabilité diélectrique et une haute résistance aux agents chimiques). Elles nécessitent toutefois un traitement de surface, en particulier, pour améliorer leur adhésion avec les matrices. Dans un stratifié, elles constituent une fraction volumique comprise entre 30 à 70 %. En comparaison avec l'acier, des pièces composites renforcées de verre permettent une réduction du poids (d'environ 30 %) pour des propriétés thermomécaniques similaires.

Rappelons que les fibres de verre E constituent le principal renfort des produits composites de grande diffusion et entrent dans la composition de plus de 95 % des matériaux composites présents sur le marché. En plus, avec l'introduction d'une matrice non basique (tel le ciment phosphatique) il n'est pas nécessaire d'utiliser des fibres de verre alcali-résistantes AR (Promis, 2010). Cela a l'avantage d'être d'un coût plus abordable.

ii. Fibres de basalte

Les fibres de basalte sont les fibres minérales extraites de la roche volcanique issue d'un magma refroidi rapidement au contact de l'eau ou de l'air. Les fibres de basalte possèdent de meilleures propriétés mécaniques que les fibres de verre et résistent au feu à une température d'utilisation élevée (820 °C), comme les fibres de silice, de céramique ou de carbone, tout en étant beaucoup moins coûteuses (3 à 4 fois moins chères que les fibres de silice). Le basalte présente ainsi des atouts intéressants vis-à-vis du domaine de la construction. Les fibres de basalte possèdent également une bonne mouillabilité et n'absorbent pas l'humidité. Elles présentent aussi une très bonne résistance aux produits chimiques et à la corrosion et aux rayonnements UV (Scheffler, et al., 2009). Cependant, le basalte est instable au milieu alcalin. Cela nécessite d'envisager un traitement spécifique afin de pouvoir les utiliser au sein d'un matériau composite TRC (Van de Veldde, et al., 2003), (Scheffler, et al., 2009).

iii. Fibres d'aramide

L'aramide est obtenu par réaction entre le paraphénylènediamine et le chlorure de terephthalyle dans un solvant organique. Ce polymère est extrudé dans une filière et filé. Les filaments sont refroidis par jet d'air puis lavés, séchés et bobinés. Les fibres de para-aramide (couleurs dorées) sont nettement plus tenaces (résistance à la rupture voisine de 3 GPa) et rigides (le module d'élasticité peut dépasser 100 GPa) que les fibres de méta-aramide (couleur blanchâtre). Le para-aramide se décline sous 3 formes : normales (N), à haute résistance (HT) et à module d'Young élevé (HM). Par rapport aux fibres de carbone et de verre, les fibres d'aramide et para-aramide possèdent une densité plus faible et une résistance au cisaillement et aux impacts plus élevée. Cependant, le coefficient de dilatation négatif associé aux fibres d'aramide constitue une limite non négligeable dans la perspective de l'emploi de cette fibre dans le cadre des TRC. Un second désavantage de l'aramide pourrait être sa sensibilité au milieu alcalin. De nouvelles fibres élaborées telles que Tecнора présentent une meilleure résistance au milieu alcalin (Derombise, et al., 2009).

iv. Fibres de carbone

Les fibres carbonées sont des fibres synthétiques qui peuvent être fabriquées par deux méthodes, la première est basée sur la pyrolyse de polyacrylonitrile (PAN), la deuxième est basée sur le produit de pétrole, pour les deux méthodes, la teneur en carbone doit être supérieure à 90 %. Elles se présentent selon plusieurs types en fonction de leurs propriétés mécaniques. Les fibres de type hauts modules et les fibres de type hautes résistances. En général, les fibres de faible module ont une densité et un coût plus faible ainsi qu'une résistance à la traction et un allongement à rupture plus grands que les fibres de hauts modules. Les fibres de carbone

présentent une excellente tenue à haute température, une grande résistance à la fatigue, un faible coefficient de dilatation et une insensibilité à l'humidité et aux rayons. Cependant elles sont un mauvais isolant et ont un coût élevé.

v. Textile hybride

Les textiles hybrides sont une combinaison de deux ou plusieurs fibres dans une même matrice. Ce schéma permet d'accroître l'étendue des propriétés pouvant être atteintes par les composites. Des associations de fibres de différentes caractéristiques commencent à être utilisées.

Banthia (Banthia & Gupta, 2004) montre que l'association des fibres synthétiques et des fibres métalliques peut donner aux bétons des comportements plus ductiles, que dans le cas des bétons fibrés seulement avec des fibres métalliques.

L'hybride le plus rencontré est le verre-carbone. Les fibres de verre peuvent être ajoutées aux fibres de carbone si les propriétés mécaniques visées sont un peu plus faibles que celles des fibres de carbone, le coût sera ainsi plus faible. Par contre, l'ajout des fibres de carbone, à des fibres de verre qui sont plus déformés, aboutit à un module d'élasticité plus grand. Les fibres de carbone augmenteront aussi la résistance à la fatigue, la rigidité en torsion sans oublier leur effet conducteur.

I.2 GENERALITES SUR LE COMPORTEMENT MONOTONE EN TRACTION DU TRC

Les TRC sont essentiellement mobilisés dans le cadre de la réhabilitation sous l'effet de sollicitations de traction. Dès lors, l'étude des composites TRC se focalisera sur la sollicitation monotone de traction.

La grande majorité des études montre que la loi de comportement du composite TRC exprimée en « contrainte-déformation » peut être divisée en 3 zones comme illustré dans la Figure I-2 (Kruger & Reinhardt, 2001), (Peled & Bentur, 2003); (Hegger, et al., 2004); (Mobasher, et al., 2006), (Promis, 2010), (Contamine, 2011), (Mechtcherine, 2013), (Colombo, 2013), (Bertolesi, et al., 2014).

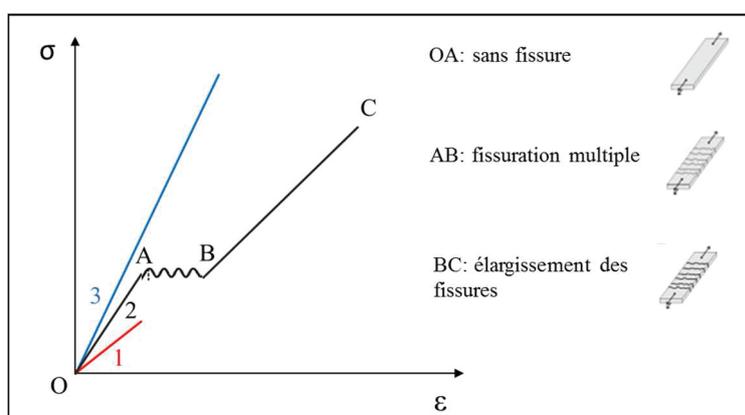


Figure I-2 : Courbe du comportement typique en traction : (1) de la matrice cimentaire, (2) du composite TRC et (3) du renfort textile

La première zone OA est linéaire (Bramshuber, 2006) ou quasi-linéaire (Mobasher, et al., 2006) se caractérise par une matrice non macro-fissurée et une rigidité tributaire de celle de la matrice. La première zone OA est suivie d'une zone AB non linéaire et de rigidité largement inférieure. Elle se caractérise par une formation de multiple fissure dans le mortier avec une petite augmentation de la contrainte. Ensuite, la charge est progressivement transférée aux fibres d'où la troisième zone BC. Cette zone est quasi-linéaire, elle présente une augmentation sensible de la rigidité par rapport à la seconde mais reste inférieure à celle de la première. Elle correspond au comportement post-fissuration : seule une augmentation de l'ouverture fissures existantes est supposée. Mais d'après l'étude de Mobasher (Mobasher, et al., 2006), des nouvelles fissures dans la matrice peuvent se présenter encore lors de cette phase, ce résultat est illustré sur la Figure I-3 qui présente la courbe contrainte-déformation et la courbe espacement des fissures-déformation. La rupture du TRC aura lieu une fois la résistance ultime à la traction du renfort est atteinte sous réserve d'une longueur de scellement suffisante.

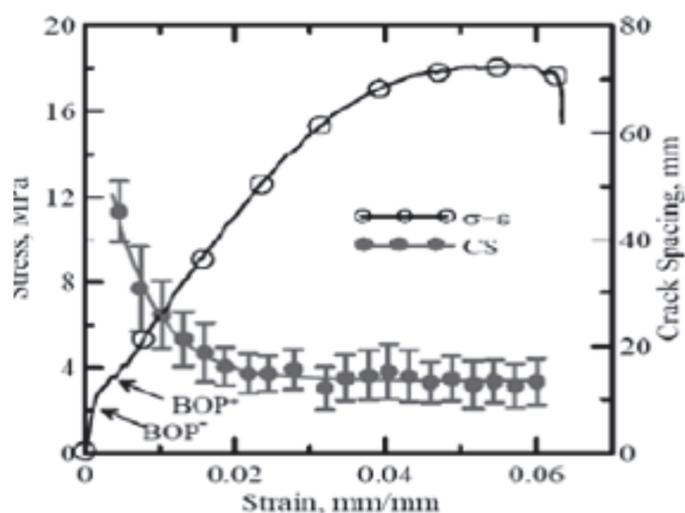


Figure I-3 : Courbes contrainte-déformation et espacement des fissures-déformation (Mobasher, et al., 2006)

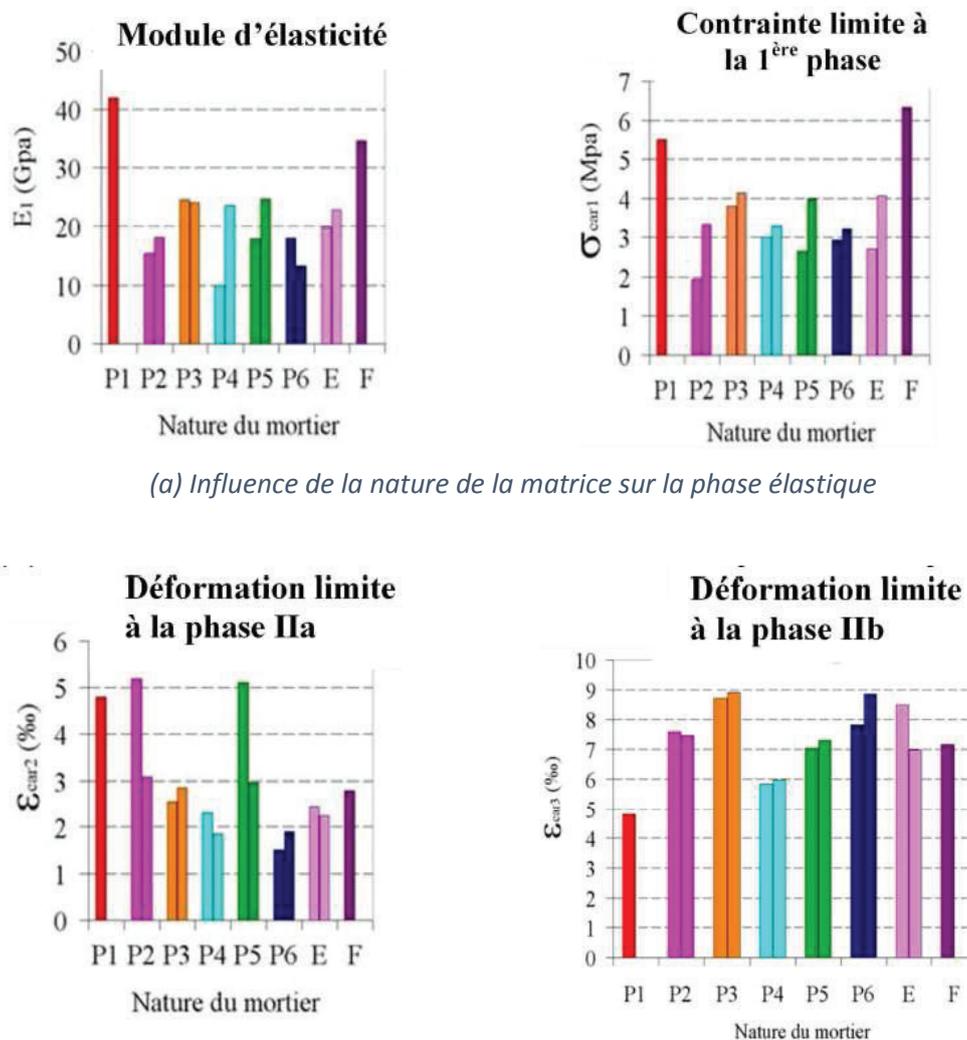
Les travaux précédents montrent que le comportement mécanique des TRC est complexe et que les effets de renforcement de l'armure textile dépendent essentiellement des mécanismes de transfert de charge au sein des TRC. Ce mécanisme se développe à l'échelle du nanomètre entre la fibre élémentaire de quelques micros et l'aurole de transition du liant ou bien à l'échelle de l'interface, entre l'armure textile et la matrice. En particulier, l'existence d'une interphase complaisante (de décohésion) fibre-matrice peut faciliter le déchaussement des fibres responsables du caractère non fragile de la rupture dans les composites (Promis, 2010) et (Contamine, 2011).

I.3 FACTEURS INFLUENÇANT LE COMPORTEMENT EN TRACTION DU TRC

Le comportement mécanique des composites peut être influencé par plusieurs paramètres. En effet, plusieurs études ont été conduites afin d'étudier l'influence de ces paramètres. On peut citer : la nature de la matrice, la nature des filaments, la structure du renfort textile (nombre de filaments et géométrie du textile), le taux de renfort, la préimprégnation du textile, et le procédé de cure du composite.

I.3.1 Nature de la matrice

En théorie, quel que soit la matrice utilisée, son influence sur le comportement en traction du TRC se limite au comportement pré-fissuration des TRC (la rigidité de la zone 1 ainsi que la contrainte marquant la fin de cette zone) (Brameshuber, 2006). Cependant, Contamine (Contamine, 2011) a montré que la nature de la matrice peut aussi avoir une influence significative sur la troisième zone de la courbe représentant le comportement du TRC (Figure I-4). Selon lui, la diminution de l'ouvrabilité des mortiers diminuerait le taux d'imprégnation des fils par la matrice et entraînerait alors une diminution des caractéristiques mécaniques du composite. Une autre étude effectuée par Keil (Keil & Raupach, 2007) montre que l'ajout de polymère époxy dans la matrice cimentaire fraîche améliore significativement la résistance du TRC, probablement du fait de l'amélioration de l'interaction textile-mortier.



(a) Influence de la nature de la matrice sur la phase élastique

(b) Influence de la nature de la matrice sur la phase post-fissuration

(P1 : Référence, P2 : augmentation du taux de ciment, P3 : Diminution de la granularité : augmentation du taux de ciment, P3 : Diminution de la granularité, P4 : augmentation de la granularité, P5 : Augmentation du taux d'ultrafine, P6 : Ajout d'une résine polymère, E&F : mortiers commerciaux).

Figure I-4 : Influence de la nature de la matrice sur le comportement en traction du TRC (a) de la phase élastique, (b) de la phase post-fissuration (Contamine, 2011)

I.3.2 Nature des fibres

En général, la nature des filaments a un effet sur la troisième zone, la phase de post-fissuration, de la courbe du comportement de TRC. De nombreuses natures de fibres ont été testées, mais rares sont les études qui comparent le comportement des TRC où seule la nature des fibres varie.

Peled (Peled, et al., 2008) fournit des résultats intéressants concernant les textiles tricotés dans lesquelles différentes natures de filaments sont utilisées. Les types de fibres [verre AR, aramide, polyéthylène haute densité (HDPE) et polypropylène (PP)] sont étudiés pour leurs influences correspondantes sur les performances de traction et les efficacités de renforcement des composites à base de ciment. Les composites fabriqués à partir de tissus d'aramide et de HDPE présentent des comportements de traction similaires avec des résistances relativement élevées (Figure I-5 a). La valeur de résistance à la traction la plus faible a été observée pour le composite PP.

Dans cette même étude, deux configurations de fils ont été testées. La première formée des fils constitués de filaments d'aramide et la seconde constituée des fils hybrides, la moitié des filaments d'aramide de la première configuration sont remplacés par des filaments de polypropylène (PP) de faibles caractéristiques mécaniques et de faible coût. Les résultats montrent que la contrainte ultime des deux composites est quasi identique. Cependant, le composite au renfort hybride présente une rigidité légèrement inférieure et son comportement post-pic est significativement plus fragile (Figure I-5 b). Selon Peled (Peled, et al., 2008), la teneur en fil d'aramide faible par rapport à la teneur en fil PP du composite hybride a conduit à une valeur de résistance de liaison relativement faible par rapport au système composite aramide seul.

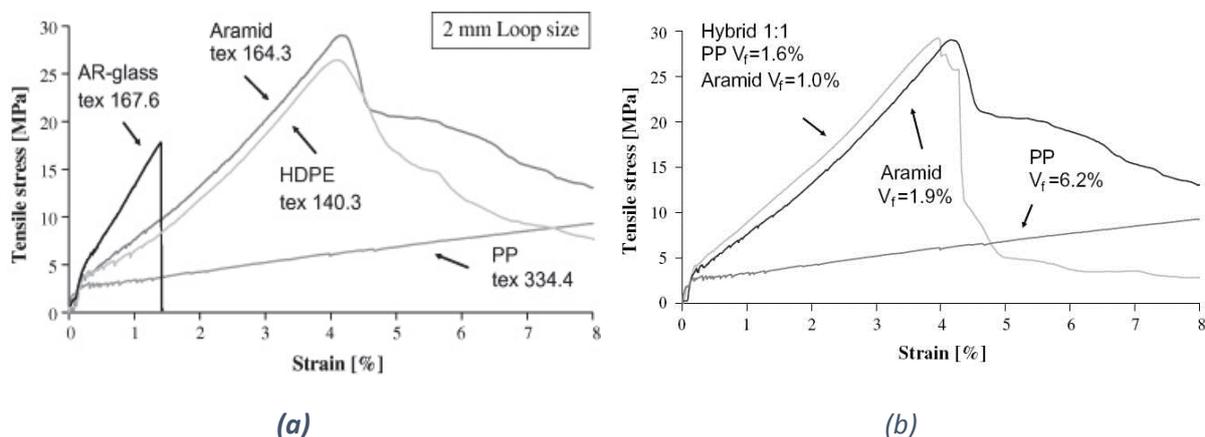


Figure I-5 : Influence de la nature des fibres (a) Aramide, Verre-AR, HDPE et PP, (b) hybrides (Peled, et al., 2008)

Si Larbi (Si Larbi, et al., 2013) fournit d'autres résultats intéressants sur la solution hybride d'un renfort textile. Leur composite TRC de référence est constitué de 3 couches de renfort verre AR noyés dans le mortier. Les solutions hybrides sont constituées de 2 couches de renfort verre AR associées soit à des joncs de carbone (TRC + JC) soit à une combinaison de joncs de carbone et de verre (TRC + JVC). La surface des joncs a fait l'objet d'un traitement de surface adapté (surface parsemée de silice) destiné à améliorer sa rugosité. Le comportement en traction

du TRC est étudié par des essais de traction directe. Comme le montre la Figure I-6, contrairement à ce qui est généralement observé dans l'étude précédente (Peled, et al., 2008), le TRC utilisé dans cette étude présente un comportement élastique quasi linéaire dû à l'ajout d'un revêtement homogénéisant la contribution des filaments et donc adoucissant considérablement la phase de fissuration (deux phases au lieu de trois couramment identifiées dans le cas du TRC sans aucun produit de revêtement). Le comportement du renfort hybride est linéaire et fortement influencé par les joncs. L'augmentation marquée de la rigidité globale est principalement le résultat de la bonne interaction (adhérence par frottement) entre le mortier et les joncs. Il semblerait que la modification de la nature du renfort par la solution hybride contribue à améliorer significativement la performance du composite.

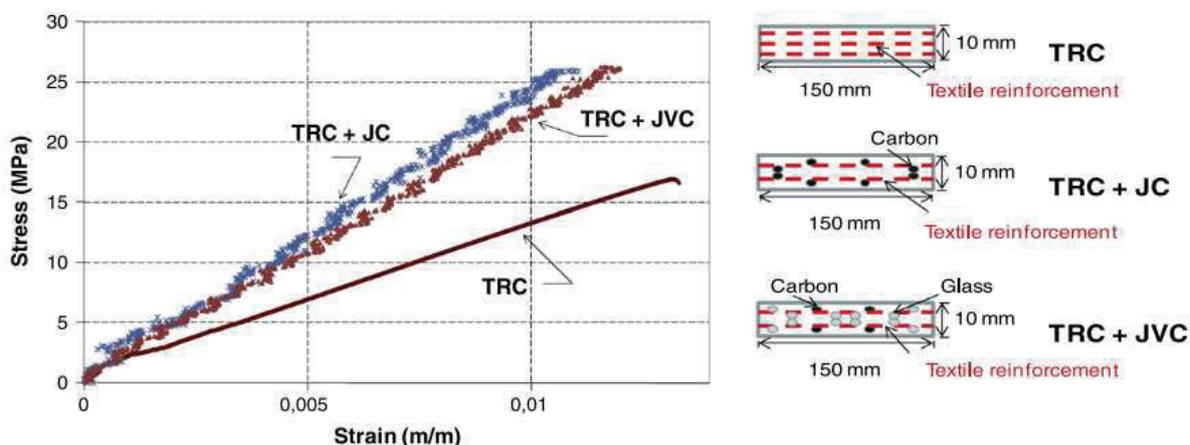


Figure I-6 : Essai de traction directe selon les renforts textiles testés (Si Larbi, et al., 2013)

I.3.3 Structure du renfort textile

A l'échelle des fils, plusieurs études ont démontré l'influence de la géométrie et de la densité des fils dans une armature textile. Ainsi, Peled (Peled, et al., 1998) conclut que l'augmentation du diamètre de la mèche ne modifie pas la longueur de transfert de charge de l'armature. Molter (Molter, 2001) a étudié l'influence substantielle de l'épaisseur du fil sur le comportement mécanique du composite, et Hegger (Hegger, et al., 2005) a évalué l'influence du nombre de filaments par fils. Les auteurs ont alors mené des essais sur des matériaux à base de fibres de verre. Ils ont conclu que la force ultime du composite décroît avec l'augmentation du diamètre et du nombre de filaments du fil. Ceci est expliqué par la mauvaise imprégnation du fil et ainsi par la diminution du taux de travail des filaments. Dans ce contexte, Peled (Peled, et al., 2008) a étudié deux configurations d'éprouvette testées en traction ayant deux tailles de boucle de chaînettes différentes. Le résultat de l'étude montre que le taux de travail du textile augmente quand les boucles sont plus larges. Dans ce cas la pénétration de la matrice dans les boucles formées par l'armature ainsi que la pénétration de la matrice entre les fils est améliorée. Les résultats de Hegger (Hegger, et al., 2005) montrent que la contrainte et la rigidité de la première zone sont affectées par cette variation alors que la rigidité de la seconde partie de la courbe évolue légèrement en fonction du nombre de filaments par fils (Figure I-7). Dans la même étude, Hegger montre que le composite est plus résistant lorsque le textile est dans le sens trame (Figure I-8). Selon l'auteur, cela est dû à la diminution du taux d'imprégnation des fils de chaîne

par rapport aux fils de trame, du fait de l'obstruction à l'imprégnation des fils de chaîne par les fils de chaînettes qui les entourent.

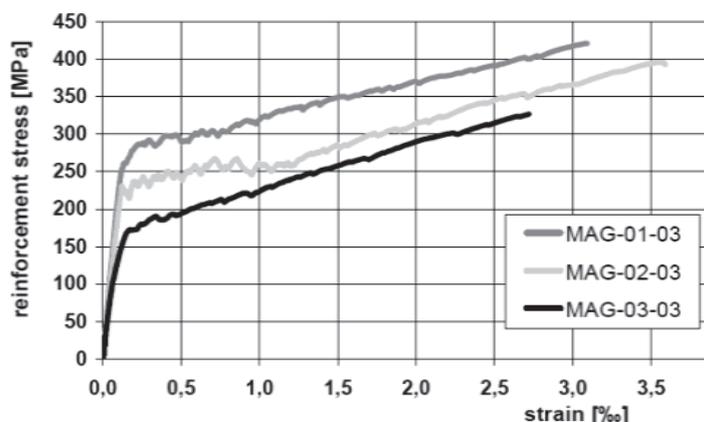


Figure I-7 : Comportement en traction de composite où seul le nombre de filament par fils varie (Hegger, et al., 2005)

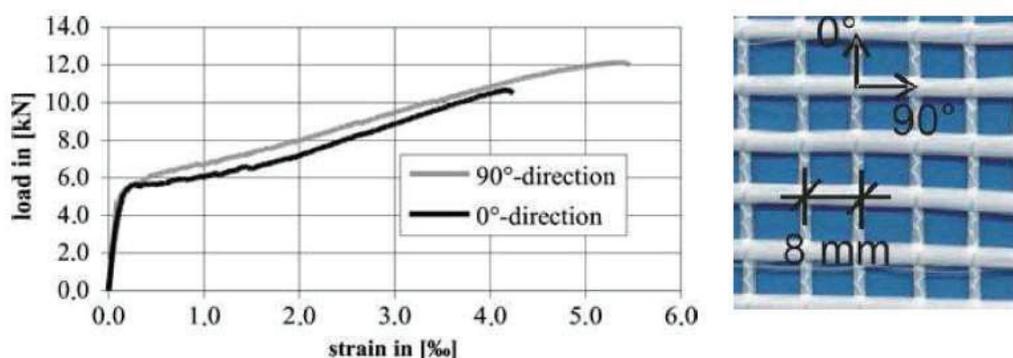
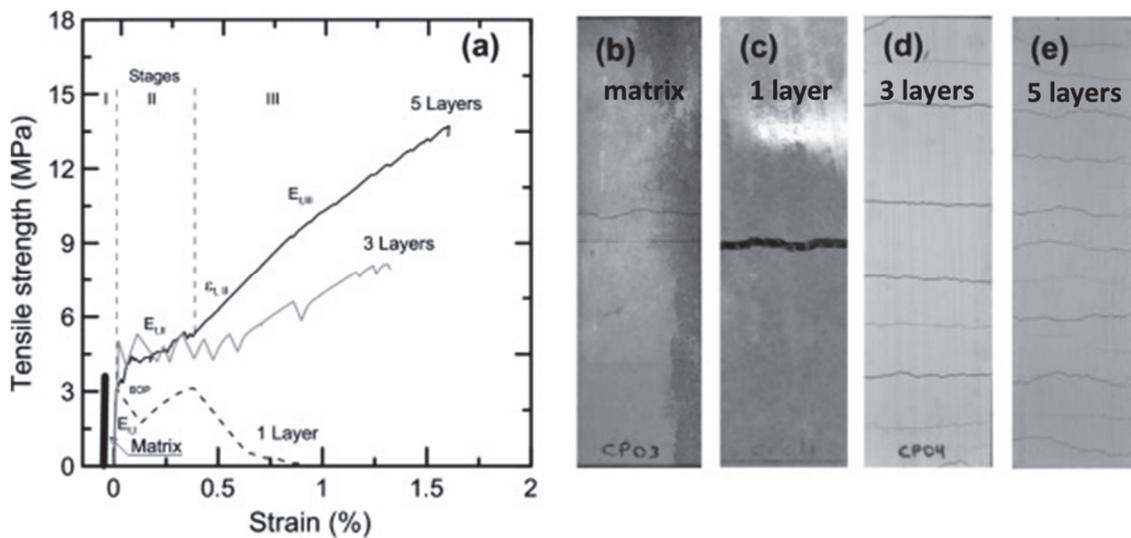


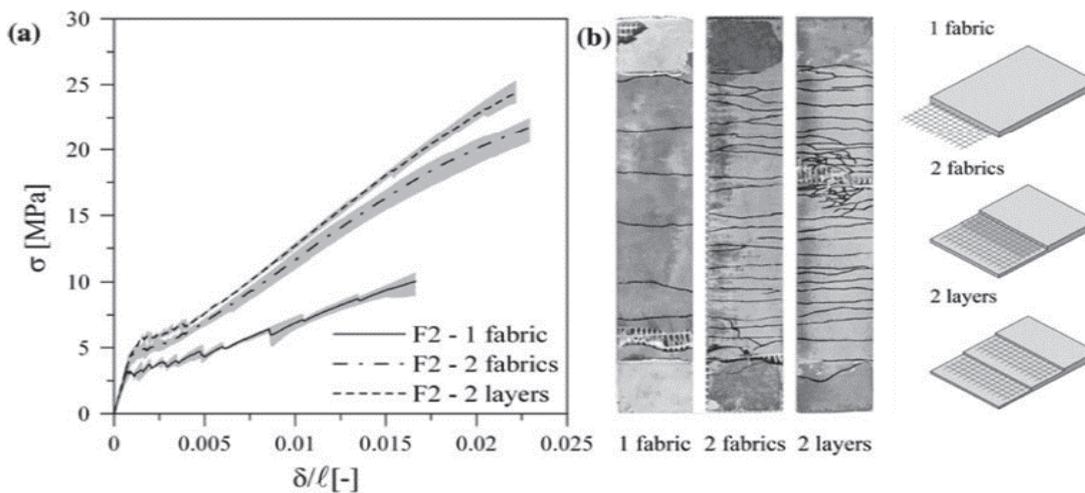
Figure I-8 : Direction du textile tricoté et comportement du composite TRC (Hegger, et al., 2005)

I.3.4 Taux de renfort

Le taux de renfort est un facteur important dans l'étude du comportement du composite TRC. L'étude de l'influence du taux de renfort est effectuée de façon à ce que la variation du nombre de couches de renfort soit faite dans un élément composite de même épaisseur (Peled, et al., 1998), (Hegger, et al., 2006), (Contamine, 2011) et (Colombo, et al., 2013). L'augmentation de la résistance en traction ou de la résistance en flexion du composite avec l'augmentation du nombre de couches de renfort est abordée dans plusieurs études (Contamine, 2011), (Kok, 2013), (Colombo, et al., 2013), (Rambo, et al., 2015) et (Du, et al., 2017). Une augmentation du taux de renfort peut conduire à la diminution de l'espacement entre les couches textiles, ce qui peut influencer l'adhérence textile-mortier et ainsi la résistance et le mode de fissuration (Figure I-9). Ces auteurs montrent également que l'influence du taux de renfort sur la performance du composite dépend essentiellement de deux facteurs : l'interaction entre les couches de renfort qui peut conduire à une réduction de l'adhérence textile-mortier, et l'épaisseur de mortier présente entre les couches de renfort qui permet de transmettre correctement l'effort du textile dans le composite.



(a)



(b)

Figure I-9 : Effet du taux de renfort sur le comportement du TRC (a) (Rambo, et al., 2015) (b) (Colombo, et al., 2013)

Cependant, Hegger (Hegger, et al., 2005) a montré, qu'une réduction de la résistance du composite est noté lors de l'augmentation du taux de renfort. En effet, selon l'auteur, le niveau de chargement du matériau ne change pas avec l'augmentation du taux de renfort. Un pourcentage volumique de fibre plus important conduit à une fissuration plus dense qui découle de l'augmentation des contraintes tangentielles appliquées sur la mèche du fait de la faible épaisseur de mortier entre ces deux couches, ce qui conduit à une faible transmission de l'effort dans le composite (Figure I-10).

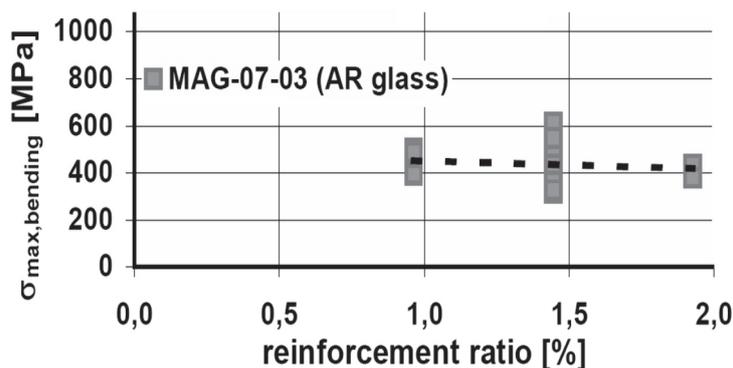


Figure I-10 : Influence du taux de renfort sur la capacité de chargement (Hegger, et al., 2005)

Les résultats obtenus par Kong (Kong, et al., 2017) montrent également une faible influence du taux de renfort. En effet, entre 2 couches et 6 couches de textile, la résistance maximale du TRC évolue peu. Par contre, une augmentation marquée de la contrainte correspondante à l'apparition de fissure a pu être observée pour les TRC ayant le taux de renfort le plus grand. Le palier de la deuxième zone de comportement du TRC est également plus importante allant jusqu'à une déformation de 0,004 m/m (Figure I-11).

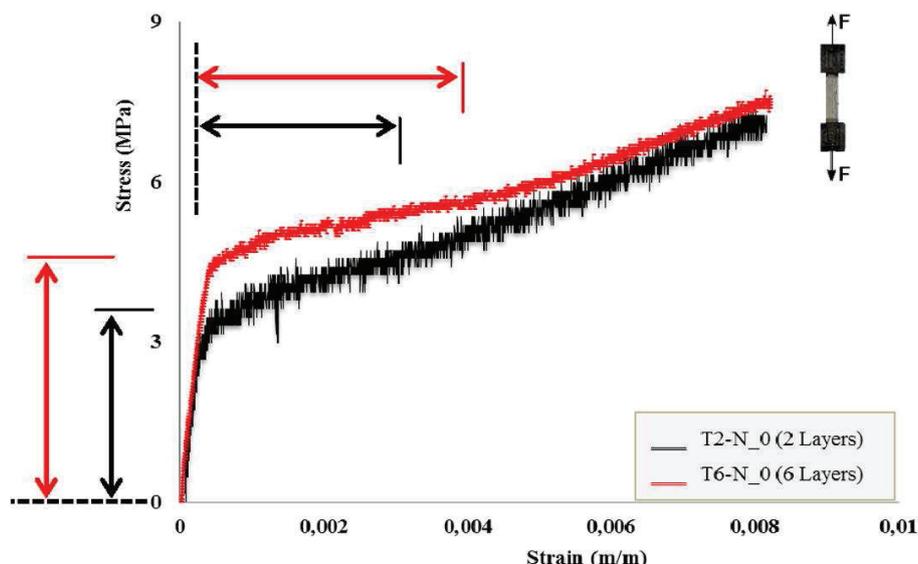


Figure I-11 : Relations contrainte-déformation du TRC renforcées par 2 couches de fibres et 6 couches de fibres dans un essai de traction (Kong, et al., 2017)

I.3.5 Pré-imprégnation du textile

L'influence de la pré-imprégnation des fils du textile sur l'adhérence fil mortier a été évaluée expérimentalement par des essais d'arrachement.

L'influence de la pré-imprégnation par latex (Peled & Bentur, 2000), par silane (Badanoiu & Holmegren, 2003) et par PVA (Dilthey, et al., 2006) a été étudiée. Kruger (Kruger, 2004) et Dilthey (Dilthey, et al., 2006) ont évalué aussi le comportement d'arrachement des fibres au sein d'une matrice cimentaire pour différentes configurations d'imprégnation des fils : imprégnés d'époxy enrobés de sables, uniquement imprégnés d'époxy et non imprégnés.

Ils en ressortent qu'en fonction du produit de pré-imprégnation utilisé, l'effort maximal d'arrachement du fil est amplifié ou réduit. La pré-imprégnation par latex, PVA et PVA accompagné d'un traitement thermique engendre des diminutions respectives de cet effort de 30 %, 50 % et 55 %. Alors que l'effort d'arrachement augmente avec le traitement de surface des fils au silane (370 %) ou la pré-imprégnation par l'époxy (190 %) et par l'époxy enrobé de sable (270 %).

Aussi contrairement aux études de (Peled & Bentur, 2000) et (Badanoiu & Holmegren, 2003) qui présentent uniquement les résultats vis-à-vis de l'effort maximal du fil à l'arrachement, les études de (Kruger, 2004) et (Dilthey, et al., 2006) présentent le comportement effort-glissement du fil enrobé dans la matrice. En effet, ils montrent que la pré-imprégnation des fils par époxy entraîne une évolution du comportement post-pic de pseudo-ductile à fragile (Figure I-12 a). Aussi, d'après (Dilthey, et al., 2006), la pré-imprégnation par époxy suffit à homogénéiser la contrainte entre les filaments. L'enrobage du fil par du sable n'améliore pas l'effort d'arrachement maximal. Au contraire, (Kruger, 2004) montre une augmentation de l'effort maximal d'arrachement des fils pré-imprégnés d'époxy et enrobés de sable par rapport à ceux qui sont seulement pré-imprégnés d'époxy (Figure I-12 b).

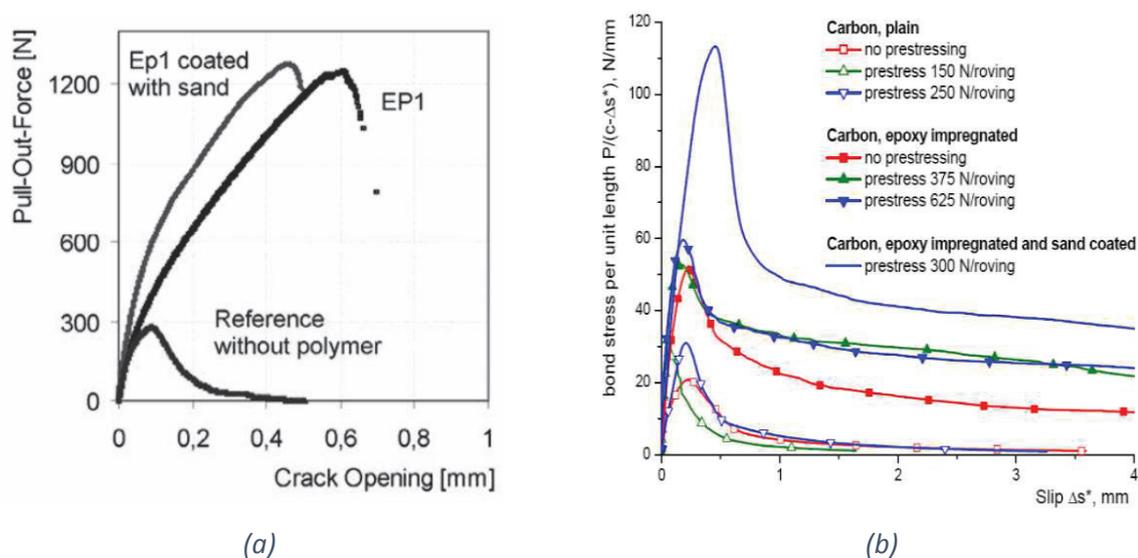


Figure I-12 : Comportement effort-glissement du textile dans un mortier (a) (Dilthey, et al., 2006), (b) (Kruger, 2004)

Pourtant le comportement à l'arrachement d'un fil ne reflète pas nécessairement le comportement du TRC en traction directe. Il est donc nécessaire d'étudier l'influence de la pré-imprégnation du textile en traction directe. Sur l'ensemble des études traitant la pré-imprégnation par époxy (Raupach, et al., 2006), (Keil & Raupach, 2007) et (Hegger, et al., 2005), il apparaît que ce produit augmente considérablement la contrainte maximale moyenne atteinte dans les fils et de ce fait le taux de travail des fils et la résistance du composite sont améliorés (Figure I-13).

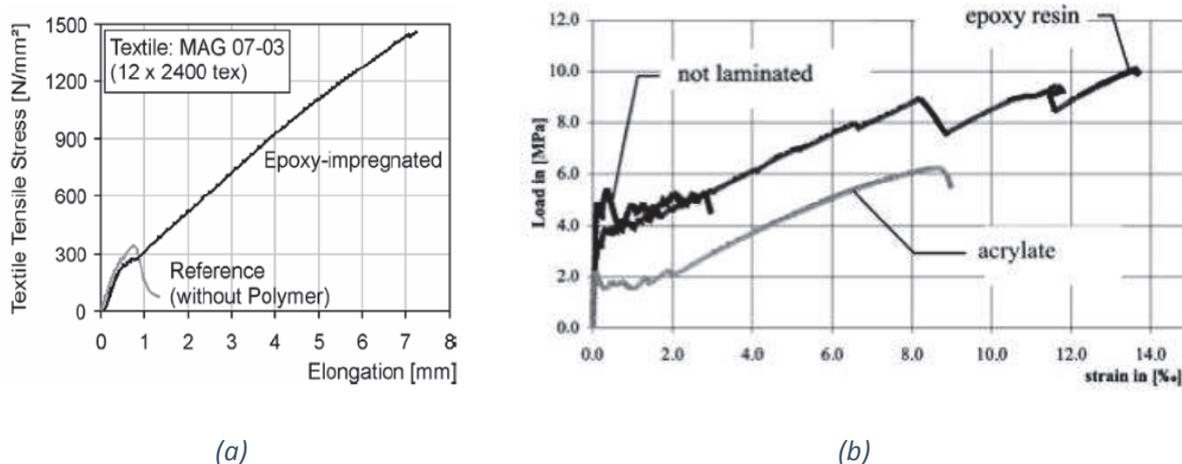


Figure I-13 : Contrainte-déformation (a) des fils (Raupach, et al., 2006), (b) du TRC (Hegger, et al., 2005)

Dvorkin (Dvorkin & Peled, 2016) a étudié le comportement à la traction des composites renforcés par des tissus de carbone. Deux groupes principaux d'enduction de textile ont été testés: minérale NSL (à savoir, la fumée de silice et la nanoargile) et organique / polymère EPX. La Figure I-14 a présente les résultats des essais de traction des composites REF (non modifié), EPX (organique) et NSL (minéral). Elle montre clairement que le composite EPX présentait les meilleures performances mécaniques en termes de contrainte maximale et de ductilité, tandis que le composite REF présentait les performances mécaniques les plus mauvaises. La performance du composite NSL était entre les deux. Une comparaison du schéma d'espacement des fissures des trois composites pendant le chargement indique une tendance différente de celle observée dans la réponse en traction (Figure I-14 b). Le profil de fissuration le plus dense a été observé dans le composite NSL, suivi par le composite REF, tandis que le composite EPX a montré des distances beaucoup plus grandes entre les fissures tout au long de l'essai. En outre, la valeur de l'espacement des fissures obtenues pour le composite NSL à la fin des essais était légèrement inférieure à celle du composite REF. Ainsi, le revêtement de nano-silice a développé la meilleure liaison avec la matrice de ciment, suivie par le composite REF, et enfin le composite EPX. Cette découverte contraste avec le comportement à la traction du composite EPX (qui devrait être soutenu par une liaison plus forte avec la matrice de ciment), par rapport aux composites à revêtement minéral et REF. La faible liaison à l'interface entre le textile et la matrice du système polymère s'explique par la un délaminage qui se produit entre les couches de tissu et la matrice de ciment pendant le chargement de traction (comme le montre la Figure I-15 pour le composite EPX).

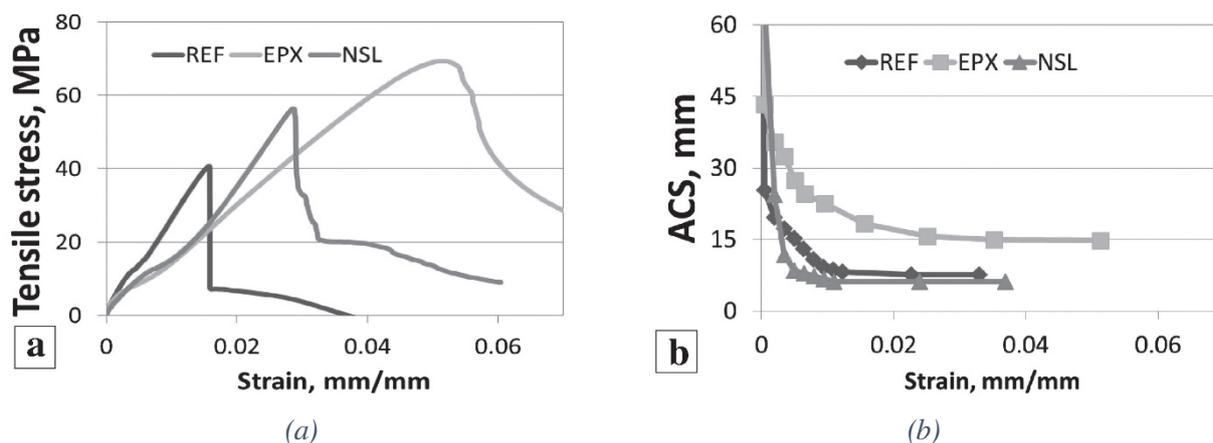


Figure I-14 : Comportement de 3 TRC ayant le textile pré-imprégné; REF (sans modification), EPX (organique), and MSL (minérale), (a) Contrainte-déformation (b) Espacement des fissures (ACS)-déformation (Dvorkin & Peled, 2016)

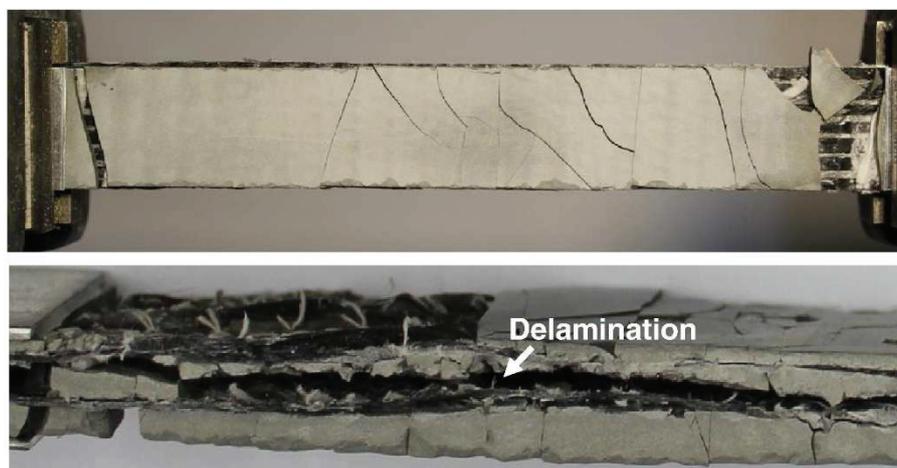


Figure I-15 : Rupture du composite à fibres imprégnés d'époxy (EPX) (Dvorkin & Peled, 2016)

Contamine (Contamine, 2011) résume les modes de rupture du TRC selon deux cas :

Cas du renfort non pré-imprégné : la rupture se produit dans la région avoisinant les mors où l'ouverture de fissure est plus prononcée. Cela est dû à l'effet d'arrachement (pull out) et la différence d'imprégnation entre les filaments internes et externes du fil.

Renfort pré-imprégné : la rupture dans ce cas se traduit par délaminage (la pré-imprégnation du renfort améliore l'adhérence fil-mortier). En effet, ce mode de rupture est engendré par des efforts de traction perpendiculaire au plan du textile provenant des bielles de compressions formées à l'ancrage du textile. Ces efforts sont d'autant plus importants que l'adhérence textile-mortier est élevée. Effectivement, une forte adhérence engendre une diminution de la longueur d'ancrage et donc une augmentation de la contrainte dans les bielles.

En effet, en fonction de la configuration du textile et de la capacité d'imprégnation d'une mèche par le mortier, les filaments de la mèche peuvent être différenciés entre des filaments extérieurs imprégnés et des filaments intérieurs non imprégnés. Les filaments extérieurs ont un ancrage direct avec le mortier alors que les filaments internes ne fonctionnent que par le frottement. Dans les cas où différentes techniques de traitements des mèches sont appliquées avant mise en

œuvre dans la matrice, une adhérence externe inférieure à l'adhérence interne peut être obtenue. Dans ce cas, la non-linéarité pré-pic de la courbe est imputable à la perte progressive de l'adhésion filaments extérieurs-matrice accompagnée de la rupture éventuelle de quelques filaments extérieurs. La rupture intervient alors pour un glissement et un effort quasi-identique de l'ensemble des filaments. Le mode de rupture tend ainsi à devenir plus fragile.

I.3.6 Procédé de cure du composite

Les conditions de conservation influencent l'évolution des propriétés physico-chimiques de la matrice. Le retrait ou l'hydratation de la matrice en cours de conservation peuvent conduire à une modification de l'adhérence matrice-textile. En effet, des données limitées sont actuellement disponibles dans la littérature concernant la durabilité des TRC. Mobasher (Mobasher, et al., 2005) et Dvorkin (Dvorkin & Peled, 2016) ont testé deux procédés de cure différents sur une configuration de composite identique. Mobasher (Mobasher, et al., 2005) a testé un composite qui était soumis à une cure régulière à 23 °C et 100 % HR puis stocké dans des conditions normales jusqu'à la date d'essai (après 28 jours), et l'autre soumis à une cure accélérée à une température de 80 °C et une humidité de 90 % HR pendant trois jours, suivi de quatre jours de stabilisation à la température ambiante et une humidité de 20 % HR avant d'être testé à 7 jours. L'auteur montre que la résistance du composite évolue peu en fonction du procédé de cure et que le composite ayant subi une cure accélérée présente une rigidité nettement inférieure à celui ayant subi une cure régulière (Figure I-16). L'auteur explique que cette diminution de la rigidité serait liée à une adhérence textile matrice plus faible que celle obtenue dans le cas d'une cure régulière.

Cependant, Dvorkin (Dvorkin & Peled, 2016) a étudié l'effet du vieillissement sur le comportement et les propriétés mécaniques en traction du composite. Après une cure dans l'eau pendant 21 jours (RC), le TRC a été immergé dans l'eau à 50 °C pendant 21 jours supplémentaires (AC). L'auteur montre que les propriétés mécaniques du composite sont améliorées par la cure accélérée (indépendamment de la nature du revêtement du textile et les fillers utilisés dans cette étude) (Figure I-17). Le composite, après AC, présentait un espacement de fissure plus dense tout au long de la procédure de chargement, indiquant une forte liaison entre le tissu enduit et la matrice de ciment après vieillissement, comparé à la force de liaison inférieure mesurée avant le vieillissement.

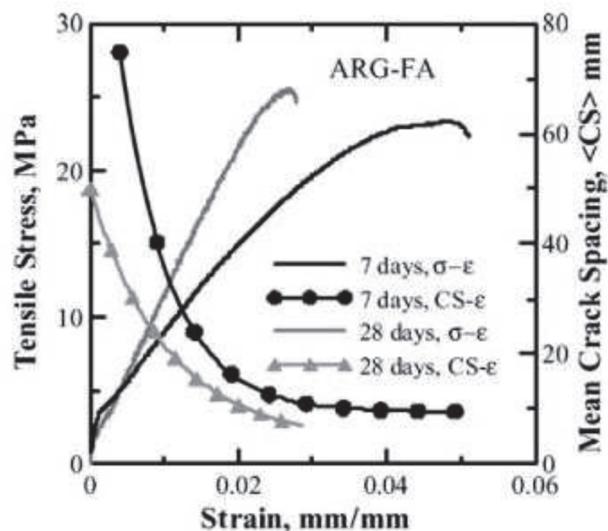


Figure I-16 : Influence des conditions de conservation sur le comportement en traction du composite (Mobasher, et al., 2005)

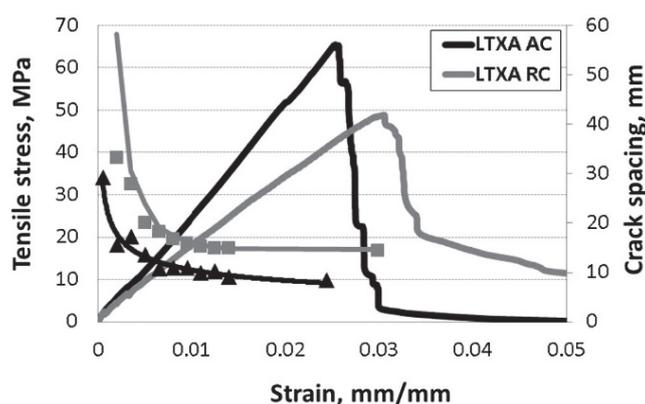


Figure I-17 : Propriétés mécaniques du composite ayant une cure régulière ou accélérée (Dvorkin & Peled, 2016)

Quant à Colombo (Colombo, et al., 2013), il indique que la cure dans l'air et à une température de 60 °C montrent une amélioration de l'espacement de fissuration par rapport à la cure dans l'eau, ou autrement dit la cure dans l'air et à 60 °C, présente une meilleur distribution de l'effort dans le composite (Figure I-18).

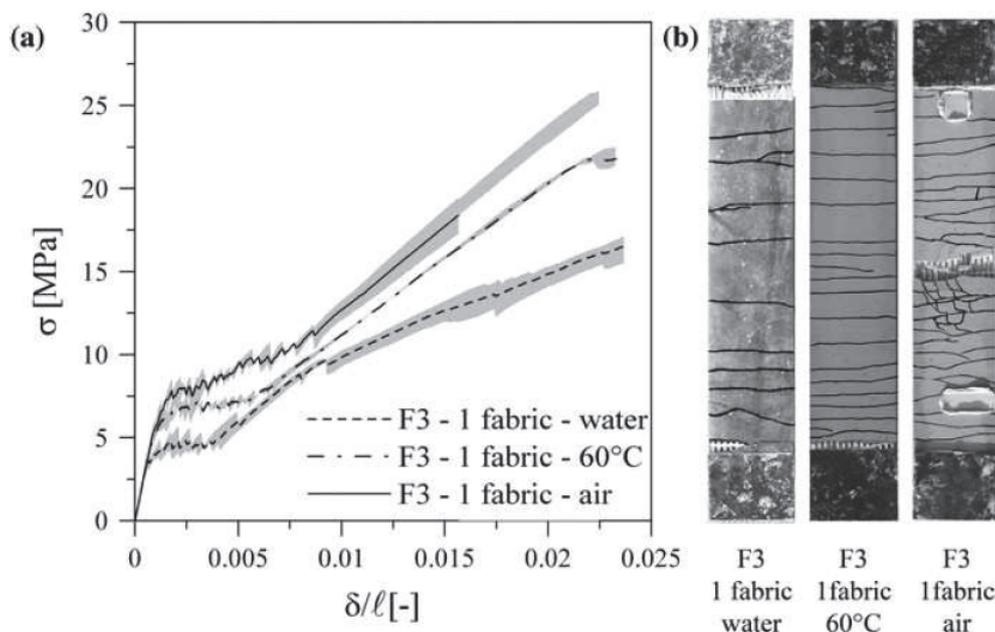


Figure I-18 : Conditions de conservation et comportement en traction du composite (Colombo, et al., 2013)

Dans l'étude de Nobili (Nobili & Signorini, 2017), l'effet de différents environnements de cure sur la performance mécanique du même composite a été étudié. Les échantillons ont été soumis à cinq environnements agressifs, à savoir : l'eau de mer, l'eau alcaline, l'eau distillée, l'acide chlorhydrique et les cycles de congélation-décongélation. D'après les résultats présentés dans la Figure I-19, il apparaît clairement qu'une réduction substantielle de la contrainte maximale est produite par les milieux salins et alcalins. En effet, la résistance moyenne à la traction pour les environnements salins et alcalins pour les composites renforcés de tissu de carbone ou de verre est très similaire (Hempel, et al., 2007) et (Butler, et al., 2009), ce qui suggère que la dégradation des performances du composite est principalement due à la dégradation de l'interface matrice/fibre due à la formation d'une nouvelle phase solide à l'interface matrice-textile.

L'immersion dans l'eau distillée, l'acide chlorhydrique et les cycles de congélation-décongélation semblent avoir peu d'effet sur la courbe de résistance.

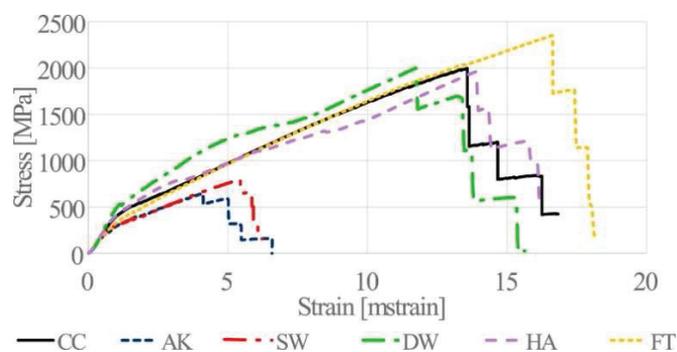


Figure I-19 : Performance mécanique du TRC sous l'effet de différents environnements de cure CC : témoin, AK : alcalin, SW : salin, DW : eau distillée, HA : acide HCl et FT : cycles de congélation-décongélation (Nobili & Signorini, 2017)

I.4 CONCLUSION

Ce chapitre synthétise les principales observations des résultats expérimentaux concernant le comportement du TRC à la température ambiante. La littérature a clairement mis en lumière que les propriétés d'interface entre le textile et la matrice cimentaire sont le facteur clé affectant la capacité résistante du matériau TRC. Une forte liaison conduit généralement à la rupture du renfort, fournissant un composite à haute résistance avec une faible ductilité et un comportement relativement fragile; tandis qu'une liaison faible conduit à l'arrachement des fibres, fournissant un composite plus ductile avec une résistance plus basse. Plusieurs études ont été menées en utilisant diverses méthodes pour modifier la surface des fibres. La nature de la matrice et des fibres, la géométrie du textile ainsi que le traitement des fibres par des moyens physiques et chimiques peuvent influencer l'interaction des deux composants du TRC. Le taux de fibre a aussi un effet sur le comportement global du TRC, pour certains, en augmentant le taux de fibres, la résistance augmente et pour d'autres, il n'influence que la phase de fissuration et de la rupture.

CHAPITRE II. COMPORTEMENT DES DIFFERENTS MATERIAUX ET DES TRC VIS-A-VIS DE LA TEMPERATURE

Ce chapitre présente une analyse de travaux de recherche concernant l'influence de la température sur les propriétés physico-chimique et mécanique des différents matériaux (bétons et fibres) et des TRC. Il s'articulera autour de trois points. Le premier point présente le phénomène d'incendie. Le deuxième point portera sur les transformations thermo-physiques et thermo-chimiques des différents matériaux. Alors que le troisième point sera consacré à l'évolution du comportement du TRC en fonction de la température.

II.1 PHENOMENE D'INCENDIE

Les trois facteurs indispensables pour la production d'un feu sont : le combustible, le comburant et la source de chaleur-flamme. Les incendies, dans les ouvrages de génie civil, peuvent être déclenchés par des sollicitations catastrophiques (séisme), par des sollicitations extrêmes ou technologiques (explosions, impacts...) ou plus simplement par une vétusté de certains appareils électriques ou un défaut d'installation provoqué par l'être humain. Le développement d'un incendie comporte trois périodes (Figure II-1), l'ignition et la propagation du feu qui reste généralement jusqu'à 500 °C, la pleine intensité qui est contrôlée par la ventilation et peut atteindre 1100 °C à 1200 °C et enfin la décroissance, quand la quantité de matériau combustible ou la teneur en oxygène ne suffit plus à entretenir le cycle de combustion.

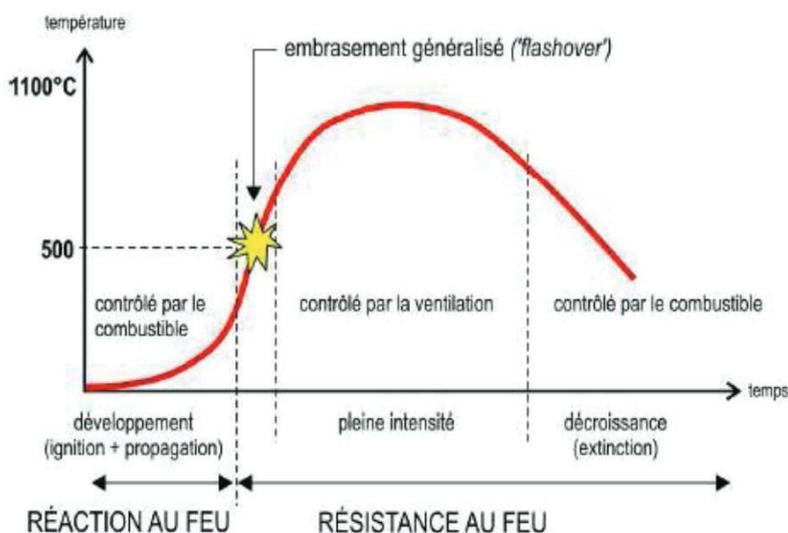
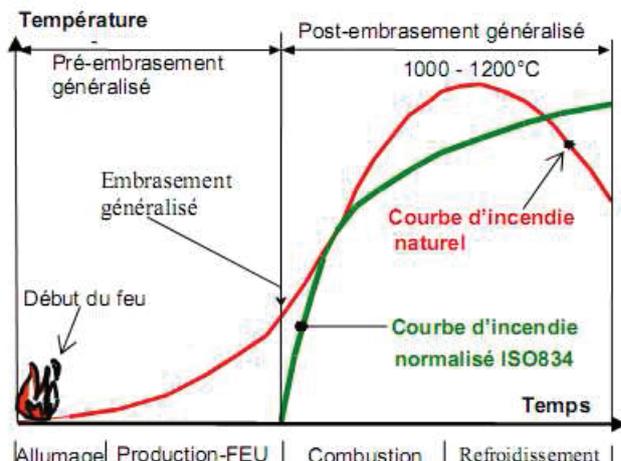


Figure II-1 : Développement d'un incendie

Comme la courbe d'incendie naturel peut varier en fonction de l'origine de l'incendie (énergie d'activation, comburant, combustible) et de l'environnement de l'incendie, on propose une courbe d'incendie normalisé ISO 834-10:2014 afin de faciliter le dimensionnement des ouvrages vis-à-vis de la sollicitation incendie. La Figure II-2 présente la courbe d'incendie normalisé selon la norme ISO 834 et la courbe d'incendie naturel en termes de la température en fonction du temps. Par ailleurs, les valeurs des températures en fonction du temps pour la

courbe normalisée ISO 834 sont synthétisées dans Tableau II-1. Il est noté que la courbe d'incendie normalisé atteint 842 °C après 30 minutes et 1006 °C après 90 minutes.



Temps	Température
5 min	576 °C
10 min	678 °C
30 min	842 °C
60 min	945 °C
90 min	1006 °C
120 min	1049 °C
240 min	1153 °C

Figure II-2 : Courbe température/temps normalisée (ISO_834-10, 2014)

Tableau II-1 : Valeurs des températures en fonction du temps pour la courbe normalisée ISO 834 (ISO_834-10, 2014)

II.2 COMPORTEMENT DES MATERIAUX VIS-A-VIS DE LA TEMPERATURE

Le comportement mécanique des matériaux soumis à des sollicitations thermiques dépend de l'évolution des leurs propriétés mécanique et physico-chimique en fonction de la température. Comme le TRC est composé d'une matrice cimentaire et de renfort textile, il convient d'étudier le comportement à haute température des matériaux à matrice cimentaire comme le béton et la pâte de ciment. Par ailleurs l'évolution des propriétés des fibres en fonction de la température a été aussi synthétisée.

II.2.1 Evolution des propriétés du béton soumis à des températures élevées

Les effets les plus importants de la température élevée sur le béton sont: déshydratation de la pâte de ciment, augmentation de la porosité, dilatation thermique, perte de résistance mécanique, fissuration due à l'incompatibilité thermique, fluage thermique et l'éclatement thermique en raison de pression excessive des pores (Bazant & Kaplan, 1996) et (ULM, 1999).

i. Evolution de la pâte de ciment

Pour la pâte de ciment normal chauffé (Figure II-3), tous les changements commencent par l'évaporation de l'eau libre et la décomposition de l'ettringite avant 100 °C (Noumowé, 1995) et (Castellote, et al., 2004). Les premiers signes de la décomposition du gel C-S-H (silicate de calcium hydraté) apparaissent à 180 °C (Piasta & Piasta, 1994). Selon certains auteurs, ils sont même observés avant (Castellote, et al., 2004) et (Michel, 2009). Jusqu'à la température 300 °C, la déshydratation est assez rapide. Notamment dans la gamme des températures 80 °C – 200 °C se produit la décomposition du gypse. Lorsque l'on dépasse 300 °C, l'eau la plus fortement liée qui participe à la constitution des hydrates, commence à s'évaporer. Entre 450

°C et 550 °C, on observe les premiers signes de la décomposition de CH (la portlandite) (Noumowé, 1995). La deuxième étape de la décomposition des C-S-H est observée à partir de 600 °C (Piasta & Piasta, 1994). Le calcaire se décompose autour de 700 °C avec un dégagement de chaleur et la libération du gaz carbonique. Aux températures au-dessus de 1300 °C certains constituants fondent ce qui provoque la destruction complète du matériau.

Les ciments alumineux, comme les ciments aluminates de calcium CAC les plus résistants aux environnements agressifs, sont essentiellement constitués de plusieurs phases d'aluminates de calcium. L'hydratation progressive de ces phases conduit à la formation en premier temps des phases métastables (CAH_{10} et C_2AH_8). Ensuite, à des températures supérieures à 30 °C, les deux phases métastables subissent une conversion en une phase permanente cubique C_3AH_6 et un gel d'alumine AH_3 (Soro, 2005) et (Benali, et al., 2016). Lorsque le ciment alumineux est soumis à de hautes températures, les premiers pics endothermiques de décomposition des hydrates apparaissent à 120 °C – 170 °C, ils correspondent à la déshydratation des phases CAH_{10} et C_2AH_8 . Au-delà de 270 °C, la déshydratation de AH_3 et C_3AH_6 est marquée (Rambo, et al., 2016) (Figure II-4).

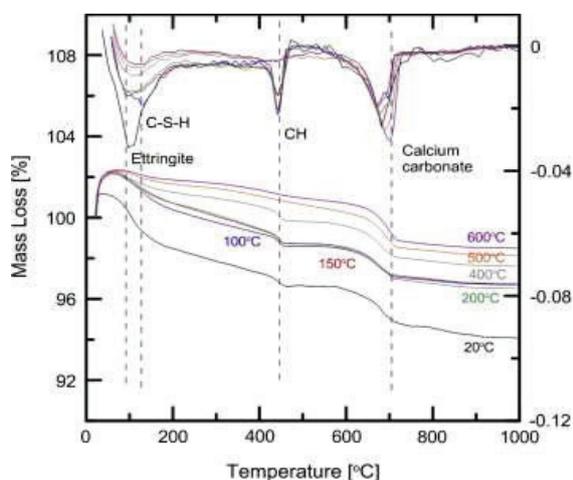


Figure II-3 : Analyse thermique d'une matrice à base de ciment Portland (Silva, et al., 2014)

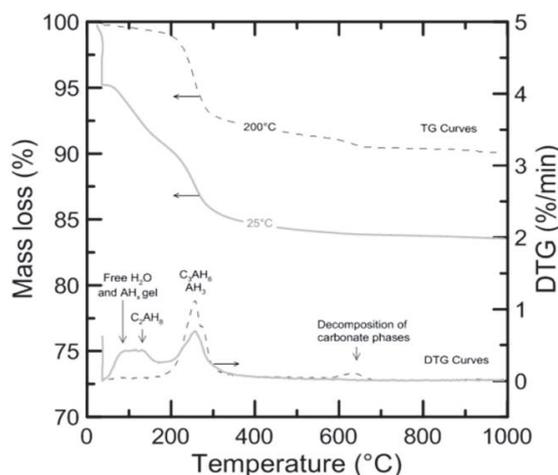


Figure II-4 : Analyse thermique du ciment réfractaire (Rambo, et al., 2016)

ii. Evolution des granulats

A hautes températures, les granulats se décomposent et subissent des modifications physico-chimiques et minéralogiques significatives qui modifient les caractéristiques micro-structurales du matériau.

Les granulats de quartzite (siliceux) présentent des caractéristiques relativement stables vis-à-vis du feu. A partir de 573 °C une transformation du quartz α en quartz β s'accompagne d'une forte dilatation de 1 % à 5 % (Laneyrie, 2014). Cette variation de structure cristalline dans les granulats peut provoquer une instabilité thermique lors du chauffage.

Les travaux de Mindeguia (Mindeguia, 2009) et de Xing (Xing, et al., 2011) ont montré un éclatement du granulat de silex entre 110 °C et 450 °C. Cet endommagement précoce du silex

peut être dû à la présence d'eau piégée dans les micropores ou d'eau provenant de la deshydroxylation des groupes silanols du quartz cryptocristallin.

Les granulats calcaires présentent un comportement thermique stable jusqu'à une température de 600 °C. Au-delà de cette température, une perte de masse de l'ordre de 40% aura lieu. Cette perte est liée à la décarbonatation de la calcite : $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$. Lors du refroidissement, le CaO peut réagir avec l'humidité de l'air pour donner de la Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$. La formation de cette nouvelle Portlandite a un volume supérieur à celui du granulats initial, et crée des nouvelles fissurations dans le béton (Dias, et al., 1990) et (Schneider, et al., 1982).

iii. Déformation thermique du béton

L'évolution opposée des déformations des granulats et de la pâte de ciment provoque à l'interface pâte -granulats des incompatibilités de déformations qui génèrent des contraintes de traction au sein de la pâte de ciment et des contraintes de compression au niveau des granulats. La Figure II-5 présente l'évolution de dilatation thermique apparente de la pâte de ciment et des granulats en fonction de la température examinée par Nahhas (Al Nahhas, 2004).

Le béton présente une expansion relativement régulière avec la température. La déformation de la matrice est masquée par la présence des granulats, elle n'a que peu d'influence (Figure II-6) (Simonn, 2000). Les travaux de Kodur (Kodur, 2014) sur le béton ordinaire montrent une augmentation de la déformation thermique à une température élevée (700 °C). L'auteur explique cette augmentation par l'expansion thermique des granulats qui masque le retrait de la pâte de ciment au sein du béton.

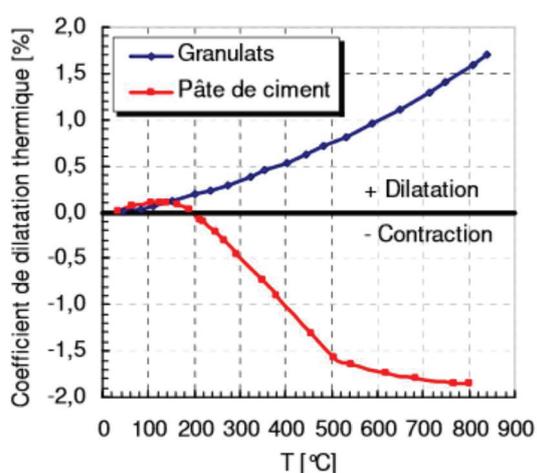


Figure II-5 : Evolution du coefficient de dilatation thermique apparent de la pâte de ciment et des granulats en fonction de la température (Al Nahhas, 2004)

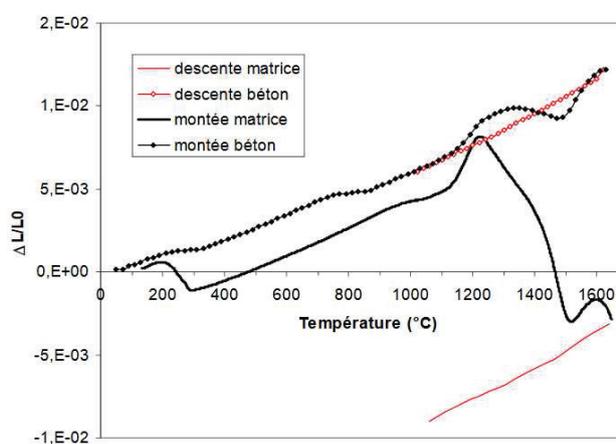


Figure II-6 : Courbes dilatométriques du béton et de la matrice (Simonn, 2000)

La déformation thermique de la pâte de ciment résulte des différents phénomènes physico-chimiques. Cette déformation est formée de deux phases : la phase d'expansion et ensuite la phase de retrait.

La pâte de ciment durcie se dilate dans un premier temps jusqu'à environ 150 °C (Khoury, 1995), (Menou, 2004) et (Hager, 2004). Cette phase de dilatation initiale est généralement attribuée aux mouvements cinétiques moléculaires qui s'ajoutent à la pression développée par une diminution de la tension superficielle de l'eau lors de la sollicitation thermique (Menou, 2004). Au-delà de cette plage de température, la pâte de ciment présente un retrait très important lié au départ de l'eau contenue dans le matériau.

La transition depuis la phase dilatante vers la phase de contraction du matériau dépend de la vitesse de chauffage comme cela est illustré sur la Figure II-7. Ce résultat semble montrer l'influence de la cinétique de départ de l'eau du matériau sur sa dilatation thermique, (Mindeguia, 2009).

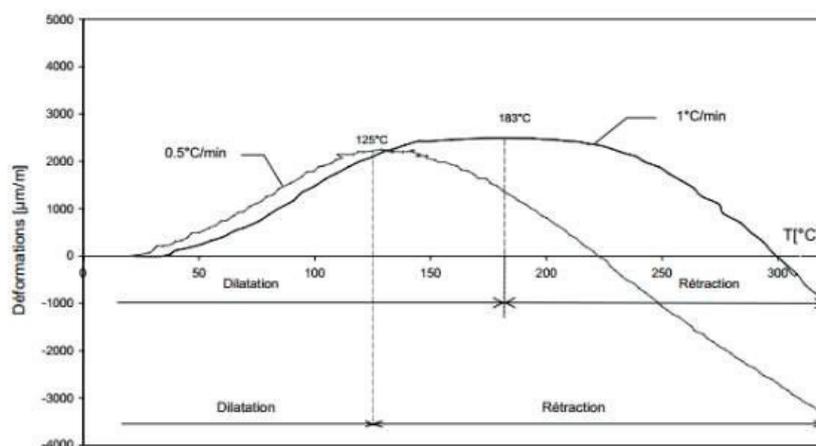


Figure II-7 : Influence de la vitesse de chauffage sur les déformations thermiques de la pâte de ciment (Hager, 2004)

Les granulats ont un comportement différent, ils se dilatent avec la montée en température. Durant la phase de refroidissement, leur expansion thermique est irréversible. La nature minéralogique influence significativement l'expansion thermique des granulats. Les granulats contenant principalement des minéraux quartzites présentent une accélération rapide d'expansion thermique (Bazant & Kaplan, 1996). Schneider (Schneider, et al., 1982) constate que la déformation thermique d'un granulat de basalte est plus faible par rapport à celle d'un granulat quartzite grâce à sa structure cristalline plus fine (Figure II-8).

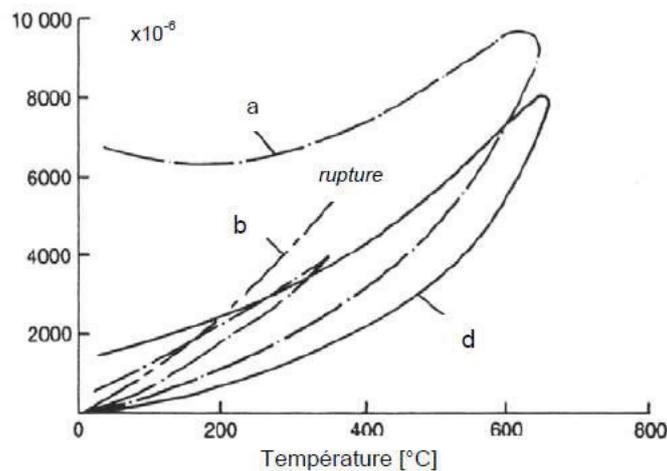


Figure II-8 : Evolution avec la température de la dilatation longitudinale de différents types de a : roches, b : calcaire et d : basalte (Khoury & Sullivan, 1985)

D'autres études menées par Piasta (Piasta, 1984) et Hager (Hager, 2004) montrent que la déformation thermique du béton est caractérisée par une expansion volumique non linéaire dépendante de la température et de la nature de granulat (Figure II-9 et Figure II-10).

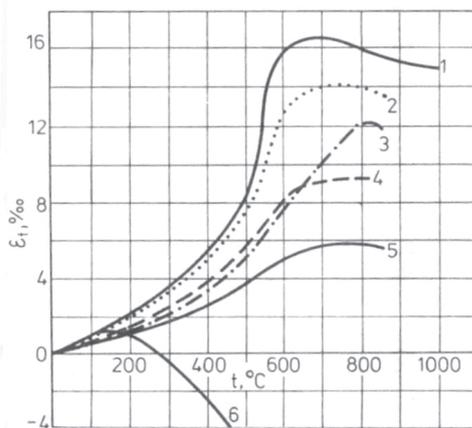


Figure II-9 : Déformation thermique des bétons avec différents types de granulat 1 : siliceux, 2 : grès, 3 : calcaire, 4 : basaltes, 5 : argiles expansées, 6 : pâte du ciment (Piasta, 1984)

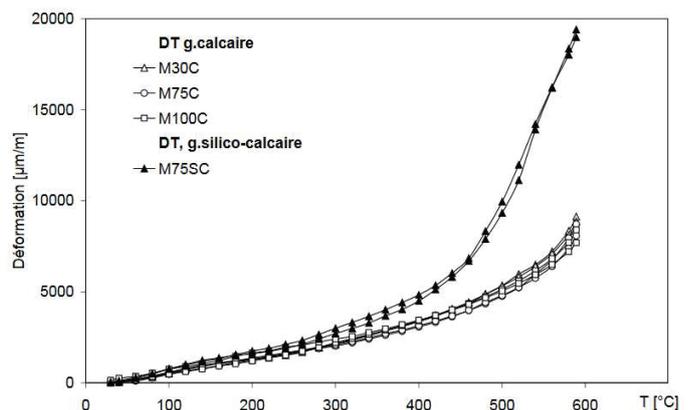


Figure II-10 : Déformation thermique des bétons de granulats silico-calcaire et calcaire (Hager, 2004)

Par ailleurs, les déformations thermiques semblent être quasi réversibles après refroidissement. Par contre, après avoir dépassé la température de 400 °C les déformations ne sont plus linéaires. Hager (Hager, 2004) a trouvé qu'aux températures supérieures, notamment entre 400 et 600 °C, la fissuration du matériau qui se manifeste à partir de la température de 400 °C est principalement due aux contraintes thermiques internes de la pâte (retrait) et des granulats (dilatation). Pendant le refroidissement, l'évolution des déformations est parallèle à la courbe de l'échauffement. Les déformations résiduelles sont principalement dues à la déshydratation de la matrice cimentaire et à l'apparition des fissures dans le matériau chauffé (Figure II-11).

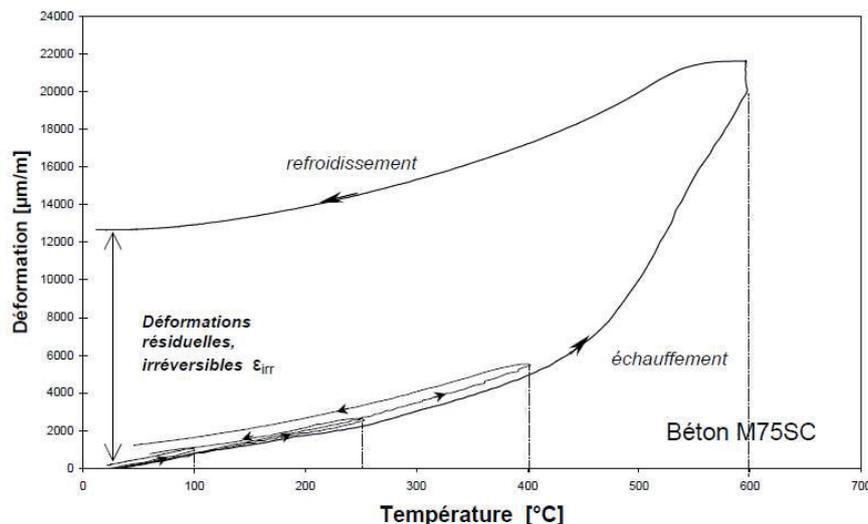


Figure II-11 : Comparaison des déformations résiduelles du béton après un cycle de l'échauffement-refroidissement (Hager, 2004)

iv. Evolution des propriétés physiques

Les propriétés physiques présentées dans cette section sont la conductivité thermique, la porosité et la perte en masse. L'évolution de chacune de ces propriétés est présentée en fonction de la température.

a) Conductivité thermique

La conductivité thermique du béton dépend de celles de la pâte de ciment, des granulats et de leurs proportions. La porosité et la teneur en eau influent fortement sur la conductivité thermique de la pâte de ciment et des granulats. Comme la conductivité thermique de l'eau est plus élevée que celle de l'air, le transfert thermique par conduction augmente en présence de l'eau (Figure II-12) (Mindess, et al., 2003).

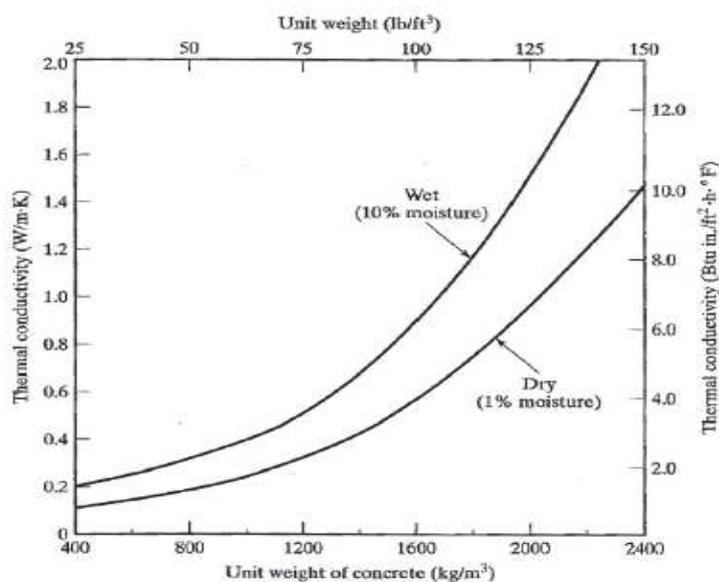


Figure II-12 : Conductivité thermique en fonction de la masse volumique et de la teneur en eau des bétons (Mindess, et al., 2003)

La conductivité thermique est aussi influencée par la température. D'une manière générale, la conductivité thermique des bétons décroît avec l'élévation de la température.

Cette baisse varie suivant le type de béton et la nature des granulats (Mindeguia, 2009) et (Xing, et al., 2011). La conductivité thermique dépend de la présence de l'eau dans le béton. Elle peut augmenter jusqu'à 50 °C – 60 °C avant de diminuer fortement jusqu'aux 120 °C -140°C. En effet, comme la conductivité thermique de l'eau augmente avec la température, celle du béton augmente également. Le départ de l'eau libre se produit avec la montée de la température jusqu'à 80 °C ce qui explique l'évolution de la conductibilité thermique vers 60 °C. Ensuite, la baisse de la conductivité thermique est générée par le séchage du matériau ; la déshydratation des C-S-H. De plus, au-delà de 300 °C, l'apparition et le développement des fissures causées par l'incompatibilité de déformation entre le retrait de la pâte de ciment et la dilatation des granulats limitent le transfert de chaleur dans le béton (Mindeguia, 2009) et (Schneider, et al., 1982).

D'autre part, la conductivité thermique des bétons dépend de celle des granulats utilisés : les bétons de granulats siliceux présentent une conductivité thermique plus élevée que celle des bétons de granulats calcaires (Figure II-13). La différence de conductivité thermique est attribuée à la forte cristallinité des granulats siliceux (Collet, 1977) et (Al Najim, 2004).

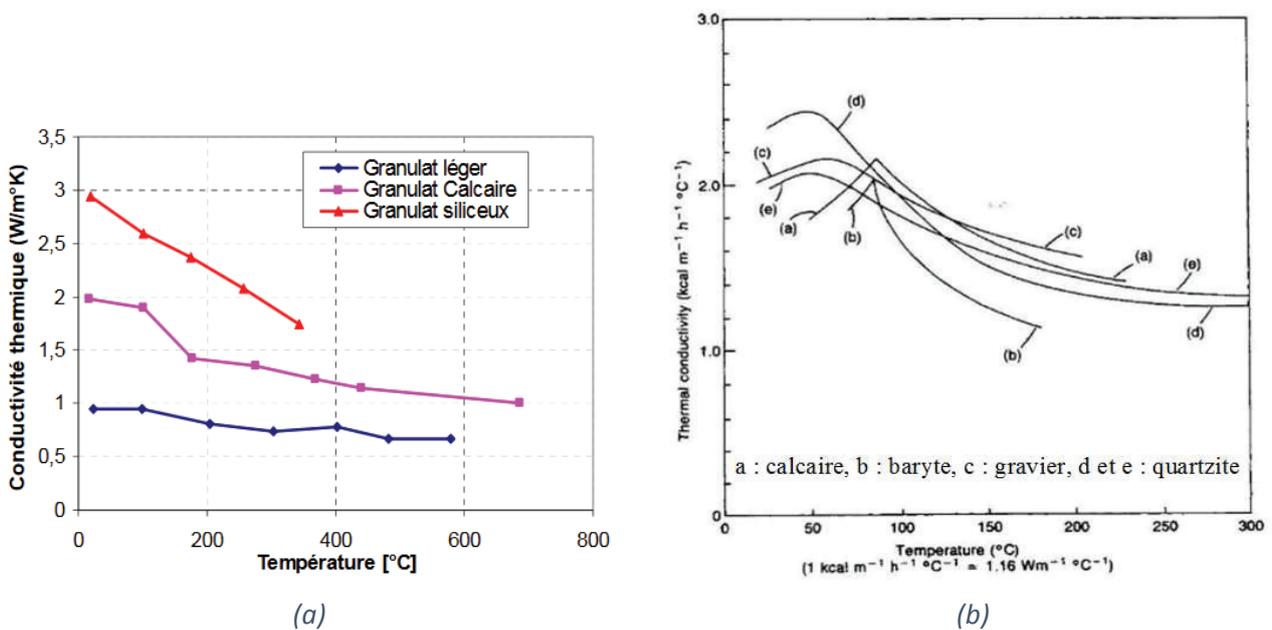


Figure II-13 : Evolution de la conductivité thermique mesurée sur différents types de béton en fonction de la température étudiée par (a) (Collet, 1977) (b) (Al Najim, 2004)

b) Porosité

L'augmentation de la porosité peut être le résultat de deux processus : le départ d'eau (eau libre et une partie de l'eau liée) qui augmente le volume poreux du matériau et l'apparition de microfissures dans la matrice. Ces microfissures peuvent avoir pour origine la déshydratation de la pâte, les incompatibilités de déformation pâte-granat et les contraintes thermomécaniques (reliées aux gradients thermiques).

La mesure de la porosité à l'eau ou au mercure de bétons chauffés a fait l'objet de plusieurs études (Pliya, 2010); (Mindeguia, 2009); (Hager, 2004); (Kalifa, et al., 2001); (Noumowé, 1995). L'augmentation de la porosité est relative pour les bétons. Elle dépend de la nature du béton ; béton ordinaire ou béton à hautes performances en présence ou non des fibres. Pliya (Pliya, 2010) a observé une croissance de 16 % jusqu'à la température de 300 °C pour tous les bétons testés. Au-delà de 300 °C, la porosité relative du Béton ordinaire augmente de 34 % tandis que celle du Béton haute performance est de 20 % (Figure II-14). L'auteur attribue cette forte croissance de la porosité à l'ouverture de microfissures engendrée par la dilatation différentielle pâte - granulats puisqu'une grande partie de l'eau liée s'est échappée.

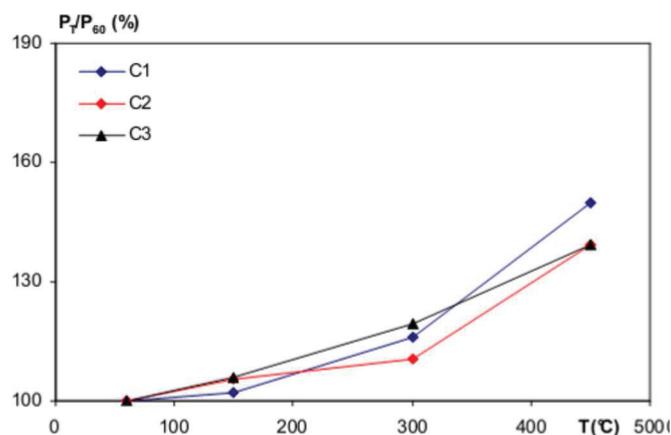


Figure II-14 : Évolution de la porosité relative des BO et BHP (Pliya, 2010)

D'autre part, une croissance rapide de la porosité des bétons contenant des fibres de polypropylène par rapport aux bétons sans fibres entre 150 °C et 300 °C est remarquée (Figure II-15 a). La porosité supplémentaire est liée à la proportion de fibres.

En présence des fibres métalliques, l'accroissement rapide de la porosité ne s'observe qu'au-delà de 300 °C (Figure II-15 b). À 450 °C, l'augmentation de la porosité des bétons de fibres métalliques est plus importante que celle des bétons sans fibres.

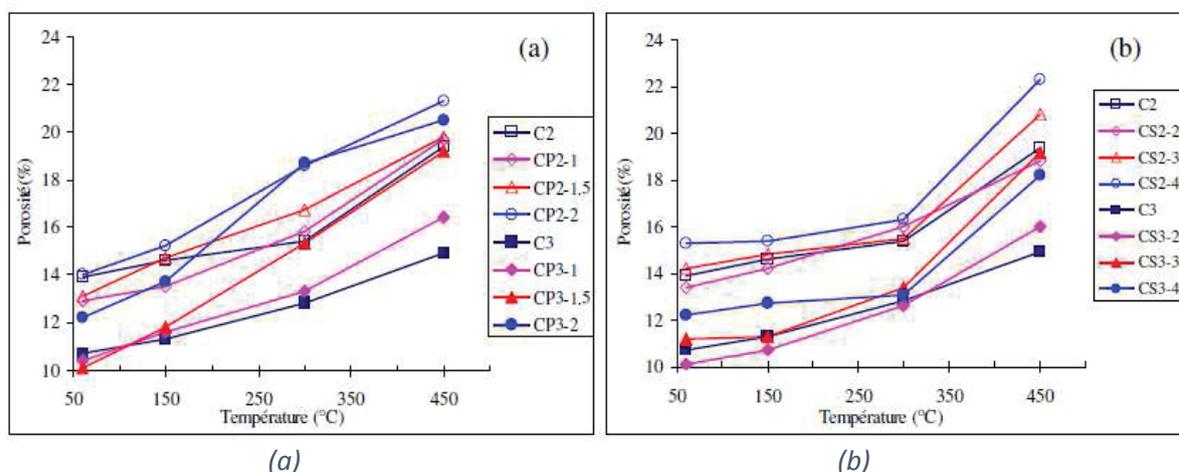


Figure II-15 : Evolution comparée de la porosité des bétons (a) de fibres de polypropylène et (b) de fibres métalliques (Pliya, 2010)

c) Perte de masse

La perte de masse en fonction de la température dans le béton est essentiellement due au départ de l'eau libre suivi de la perte de l'eau liée correspondante à la destruction progressive des hydrates et à la décarbonatation. Simonn (Simonn, 2000) montre que la perte de masse est pilotée par la matrice du béton (Figure II-16). La différence significative de la structure poreuse entre des BO et des BHP, facilitant l'évaporation, met aussi en évidence la cinétique de perte de masse durant le séchage de différents bétons. Par l'étude de Hager (Hager, 2004), il est montré que la perte de masse du béton ordinaire est plus rapide que le béton à haute performance (BHP) jusqu'à 150 °C (Figure II-17). A partir de 200 °C la cinétique de perte de masse du BHP augmente brusquement et dépasse celle du béton ordinaire. Ceci est expliqué par la perte d'eau libre et d'eau capillaire à des températures différentes pour chaque type de béton.

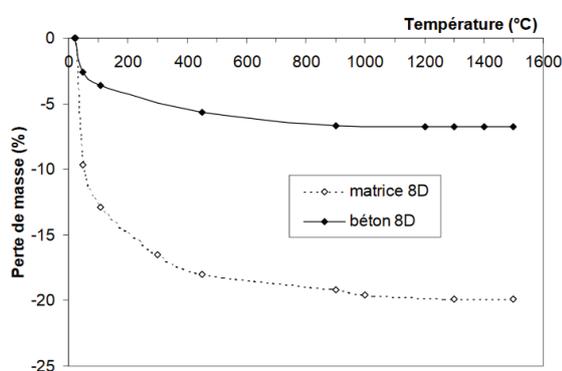


Figure II-16: Perte de masse du béton et de la matrice (Simonn, 2000)

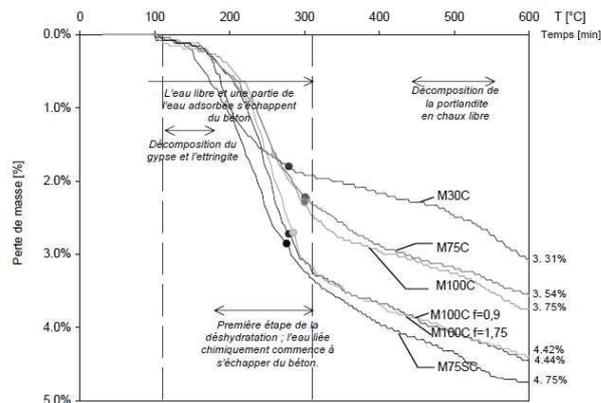


Figure II-17 : Perte de masse des bétons étudiés durant l'échauffement. Béton ordinaire : M30C, BHP : M75C-M100C-M75SC et BHP fibrés : M100C (Hager, 2004)

v. Evolution des propriétés mécaniques du béton

En général, la résistance d'un béton diminue avec l'augmentation de la température. Des transformations chimiques se produisent au cours du chauffage induisant une dégradation de la microstructure du béton (Nguyen, 2013).

Très peu d'études concernant l'évolution de la résistance en traction en fonction de la température ont été menées. Pourtant cette donnée est primordiale, la résistance en traction conditionne en partie la stabilité thermique des bétons (éclatements) (Fares, 2009). La Figure II-18 présente plusieurs résultats collectés sur la résistance en traction du béton en fonction de la température. La résistance de traction des bétons diminue avec l'augmentation de la température. Une dispersion des résultats jusqu'à 300 °C est observée, au contraire de la pâte de ciment qui présente une augmentation de la résistance jusqu'à 400 °C dans les études de certains auteurs (Hager, 2004). Cette diminution peut être attribuée à l'endommagement thermique du béton sous la forme des microfissures (Kodur, 2014).

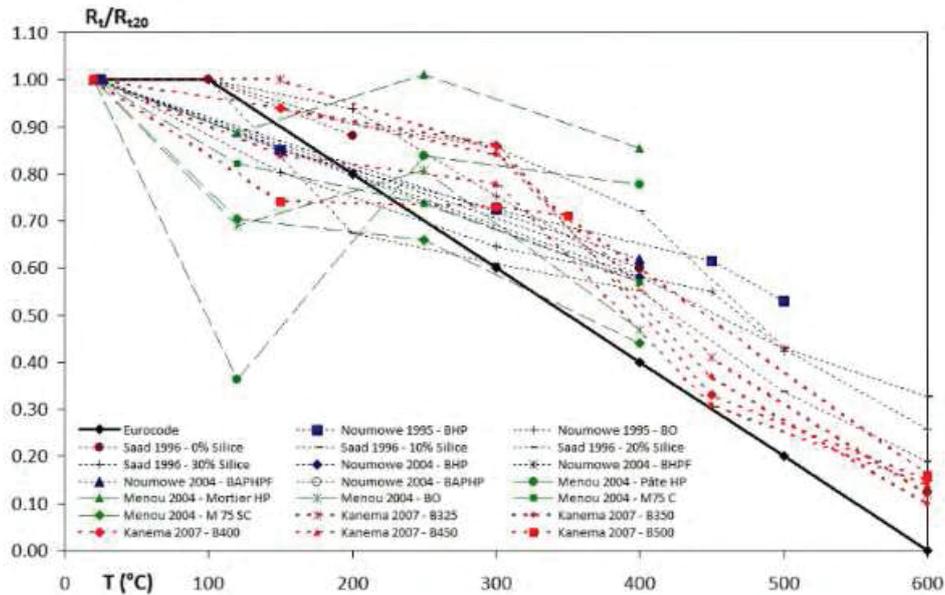


Figure II-18 : Différents résultats de résistance à la traction du béton

L'évolution de la résistance en traction du béton avec la température est affectée par plusieurs paramètres. Kanéma (Kanéma, 2007) a réalisé des essais de traction par fendage sur cinq formulations de bétons ayant un rapport E/C élevé (B325 - B350) et à faible rapport E/C (B450- B500) (Figure II-19). Les paramètres ayant fait l'objet de cette étude sont l'influence du rapport E/C, la vitesse de chauffage, la durée du palier de température ainsi que l'âge du béton. A partir de 150 °C, les bétons à faible rapport E/C (B450 – B500) présentent une baisse plus significative de leur résistance que les bétons à E/C élevé (B325 – B350). En effet, la destruction du gel C-S-H peut bien s'effectuer quand la température atteint 100 °C (Jonatka & Nurnbergerova, 2005).

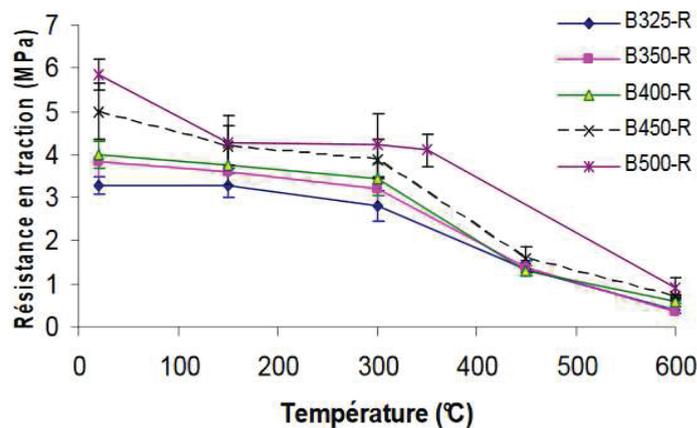


Figure II-19 : Résistances résiduelles en traction en fonction de la température de chauffage (Kanéma, 2007)

L'étude de l'influence de la vitesse de chauffage sur l'évolution de la résistance résiduelle en traction des bétons B325 et B500 pour une même durée de palier, montre une résistance plus faible des bétons B325 (E/C = 0.62) à la suite du traitement thermique à la vitesse de

0.1 °C.mn⁻¹ par rapport à la vitesse de 1 °C.mn⁻¹. Quant aux bétons B500 (E/C = 0.29), le changement de vitesse influe peu sur les résultats de la résistance en traction (Kanéma, 2007).

Il existe également dans la littérature quelques résultats qui montrent que la résistance en traction directe à chaud d'un BHP pourrait croître avec l'élévation de la température (Figure II-20).

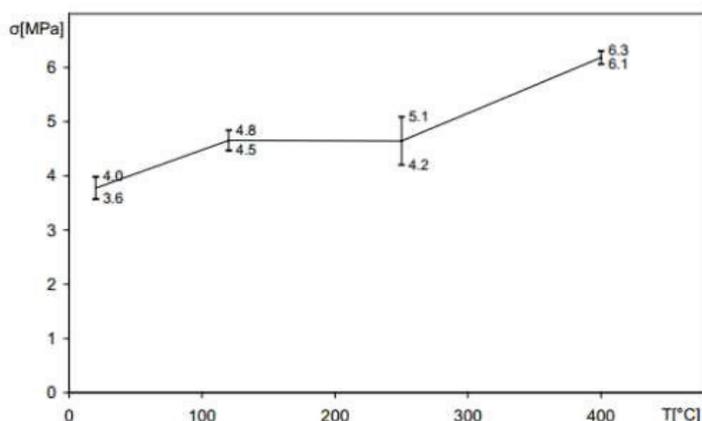


Figure II-20 : Evolution de la résistance en traction du béton testé à chaud par traction directe (Hager, 2004)

Cependant, les variations du module d'élasticité dépendent principalement de la microstructure de la pâte de ciment (Hager, 2004) (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, la rupture de liaisons internes entraîne une diminution du module d'élasticité avec un matériau de plus en plus déformable (Schneider, 1988).

La Figure II-21 présente des variations de modules d'élasticité en fonction de la température d'après une étude réalisée par Bamonte (Bamonte & Felicetti, 2007). Le module décroît indépendamment du type de béton testé. La diminution du module est due à l'endommagement de la microstructure du béton. La rigidité baisse plus que 90 % à une température de 600 °C. Tolentino (Tolentino, et al., 2002) explique cette baisse de rigidité des bétons à une température élevée par l'augmentation des volumes poreux dans le béton.

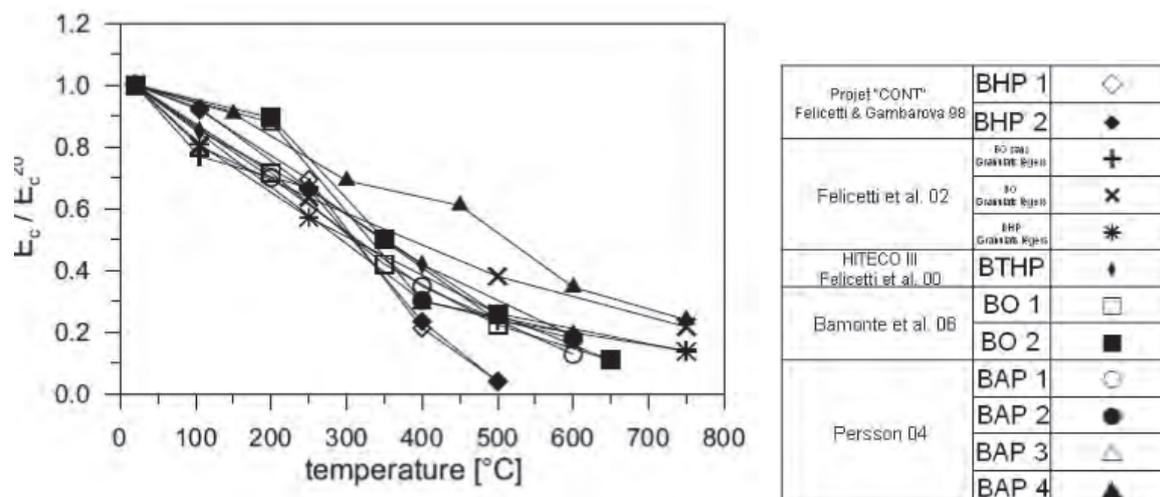


Figure II-21 : Evolution du module d'élasticité (Bamonte & Felicetti, 2007)

D'autre part, le fait de refroidir le matériau peut entraîner l'apparition d'une fissuration supplémentaire et une ré-humidification provoquant une réhydratation. Mais, il existe une variante des essais après refroidissement : il s'agit des essais menés après un temps défini qui suit le cycle de chauffage. Il a été rapporté (Hertz, 1984) que le béton est capable de récupérer une partie de sa résistance. Ce phénomène d'auto-réparation 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.

II.2.2 Evolution des propriétés des fibres en fonction de la température

L'efficacité des fibres est liée à certaines caractéristiques importantes pour la résistance au feu (Park, et al., 2007). Pour certaines fibres, les fibres organiques (polypropylène, polyéthylène, acrylique, polyamide...), certaines caractéristiques sont communes et importantes pour la résistance au feu :

- Température de fusion (T_f) : c'est la température à laquelle la fibre passe de l'état solide à l'état liquide. T_f joue un rôle sur le niveau de température où apparaît le volume libéré. A priori, plus elle est basse, plus elle sera efficace.
- Longueur de la fibre (L) : elle joue un rôle par rapport à la taille des granulats et au nombre de fibres présentes dans le béton (Khoury, 2008).
- Diamètre de la fibre (D) : il entre en jeu dans le rapport L/D. Plus ce rapport est élevé, plus la fibre est élancée et la connectivité du réseau s'améliore (Khoury, 2008).
- Densité (ρ) : elle est importante car, pour un dosage donné, elle permet d'estimer le nombre de fibres ajoutées dans la composition, en utilisant la longueur et le diamètre.

En plus, la forme de la fibre joue un certain rôle dans la tenue au feu du béton. Pour certains auteurs (Khoury, 2008) l'utilisation de "monofilaments", fibre unitaire séparé, est plus efficace que les "fibrillées", torons de fibres, pour la résistance au feu.

Quant à la nature des fibres, certaines fibres elles-mêmes sont intrinsèquement résistantes à haute température. Par exemple, le module de fibre de carbone ne diminue qu'au-dessus 500 °C dans l'air et sa résistance en traction ne commence qu'à diminuer légèrement à partir de 400 °C (Feih & Mouritz, 2012). Au-dessus de cette température une réaction d'oxydation qui conduit à une perte de substance fibreuse et de la résistance du fil de filament commence (Hatta, et al., 1999).

La Figure II-22 montre aussi la résistance des fibres à des températures élevées. Les fibres de carbone ne sont pratiquement pas affectées par une température élevée jusqu'à 1000 °C alors que les fibres de verre, 2 fois plus résistant que l'acier (E.R.Tech, n.d.), conservent la plupart de leur résistance à 400 °C et ont un point de fusion de 800 °C (Bisby, et al., 2005).

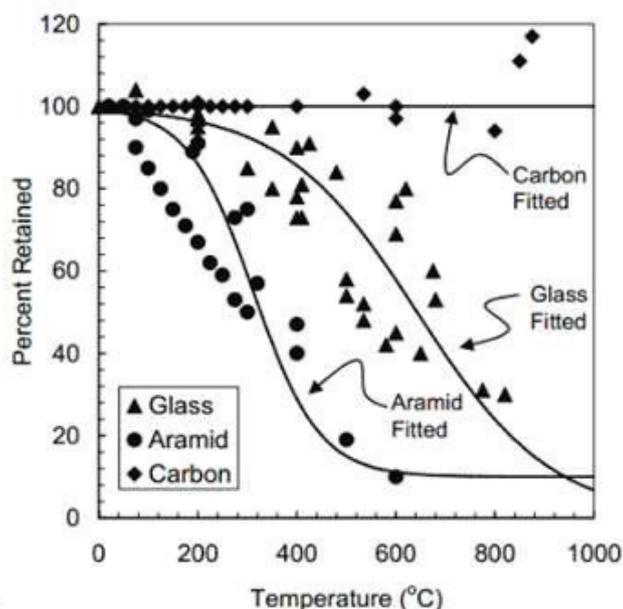


Figure II-22 : Evolution de la résistance des fibres nues (Bisby, et al., 2005)

Soro (Soro, 2005) a présenté l'évolution du module d'Young au cours de traitement thermique jusqu'à 750 °C des fibres de verre AR (Roving) (Figure II-23). Une chute de module entre 20 °C et 250 °C suivie d'une augmentation jusqu'à 650 °C est observée. L'explication de cette évolution est liée au ramollissement de l'ensimage recouvrant les torons des fibres. L'augmentation de module entre 250 °C et 650 °C, accompagnée d'une perte de masse importante, est liée à l'élimination de l'ensimage. En effet après le désensimage, le module d'élasticité mesuré par ultrasons est celui de la fibre seule. De 650 °C à 750 °C, le module chute à cause de la transition vitreuse des fibres de verre à 650 °C. Enfin, au cours du refroidissement, une augmentation du module correspondant à la variation du module d'Young intrinsèque des fibres de verre en fonction de la température est observée.

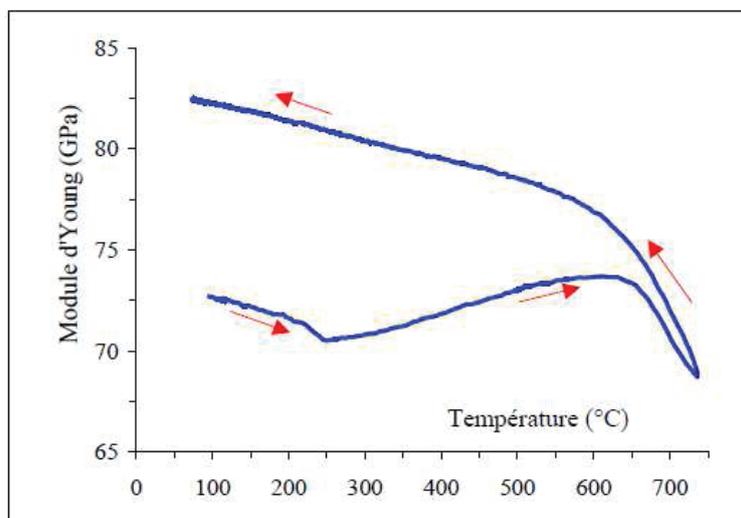


Figure II-23 : Evolution du module d'Young au cours du traitement thermique jusqu'à 750°C des fibres de verre (Soro, 2005)

II.2.3 Evolution des propriétés du béton fibré

Des recherches importantes ont été faites pour mettre en évidence le rôle des fibres courtes insérées dans les matériaux cimentaires notamment en ce qui concerne leurs propriétés mécaniques à la température ambiante et leur procédé de mise en œuvre. Plusieurs auteurs, dont on peut citer (El Hachem, 1990), (Bernier, 1991) et (Zongjin, et al., 2002) ont permis d'identifier ce rôle qui se manifeste dans l'augmentation de la résistance à la traction, à la fatigue et aux chocs, l'apparition de la zone ductile après la première fissuration et la facilité de mise en œuvre. La distribution porale est plus faible pour un béton fibré par rapport à un béton non fibré, comme le montre Carcasses (Carcasses, 2011) dans la Figure II-24.

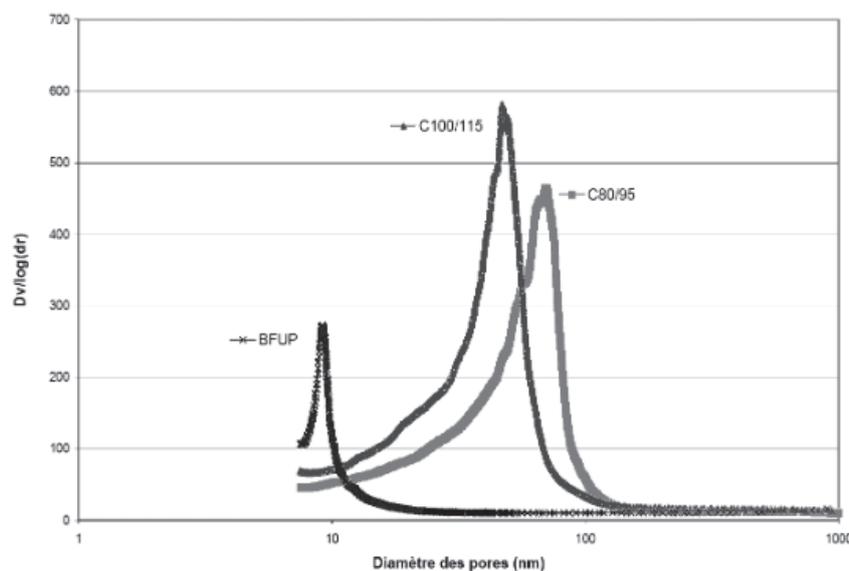


Figure II-24 : Répartition des pores dans un BFUP et dans deux BHP (Carcasses, 2011)

La Figure II-25 montre les courbes schématiques que l'on peut acquérir pendant un essai de traction directe sur différentes catégories de bétons. Le gain apporté par la combinaison

fibres/ciment est très intéressant. En effet, les fibres agissent comme de micro armatures qui permettent d'obtenir des déformations importantes avant la rupture.

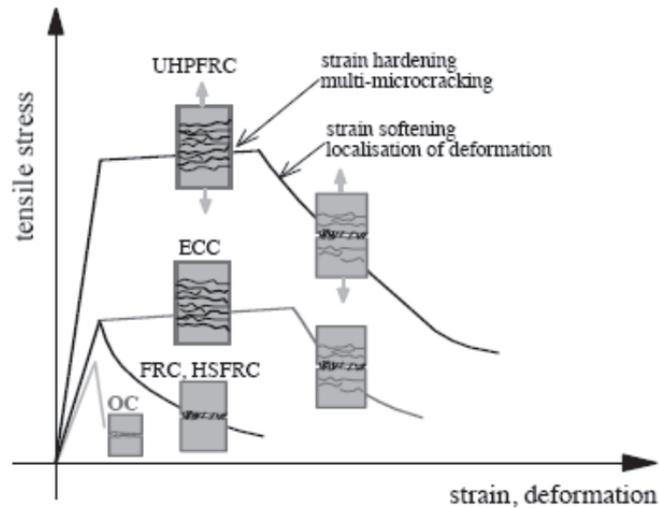


Figure II-25 : Courbes typiques de résistance en traction directe des différents bétons

En ce qui concerne la résistance à la traction en fonction de la température, Chefdebien (Chefdebien & Robert, 2008) montre que la résistance maximale du béton fibré diminue avec une chute importante de la ductilité du matériau (Figure II-26). Ceci est lié à la perte d'adhérence entre la pâte et les fibres due aux fissurations qui limitent l'efficacité des fibres.

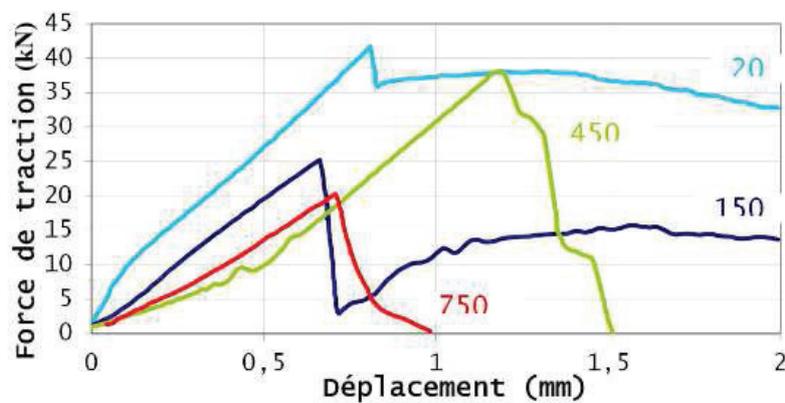


Figure II-26 : Evolution du comportement en traction directe d'un BFUP pour différentes températures (Chefdebien & Robert, 2008)

Behloul (Behloul, et al., 2002) a identifié l'évolution de la résistance en traction directe d'un BFUHP (Ductal) (Figure II-27) après des essais effectués à chaud et d'autres après refroidissement. Les résultats montrent que les résistances restent plus élevées dans le cas des essais à chaud, et la tendance à la baisse avec l'augmentation de la température est plus rapide dans le cas des essais après refroidissement.

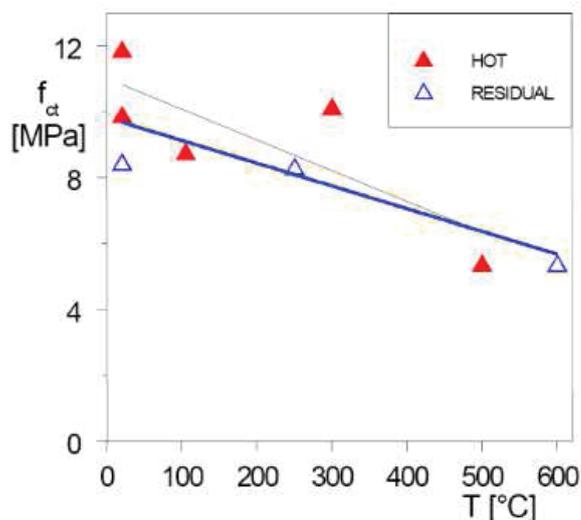


Figure II-27 : Evolution en fonction de la température de la résistance en traction directe d'un BFUHP (Behloul, et al., 2002)

D'autres essais, en flexion 4 points, faits par (Missemer, 2012) montrent que l'évolution avec la température de la résistance maximale des différents bétons fibrés (fibres métalliques, polypropylènes PP et polyacétate de vényle PVA) sont supérieures à celle de la courbe Eurocode 2 (Figure II-28).

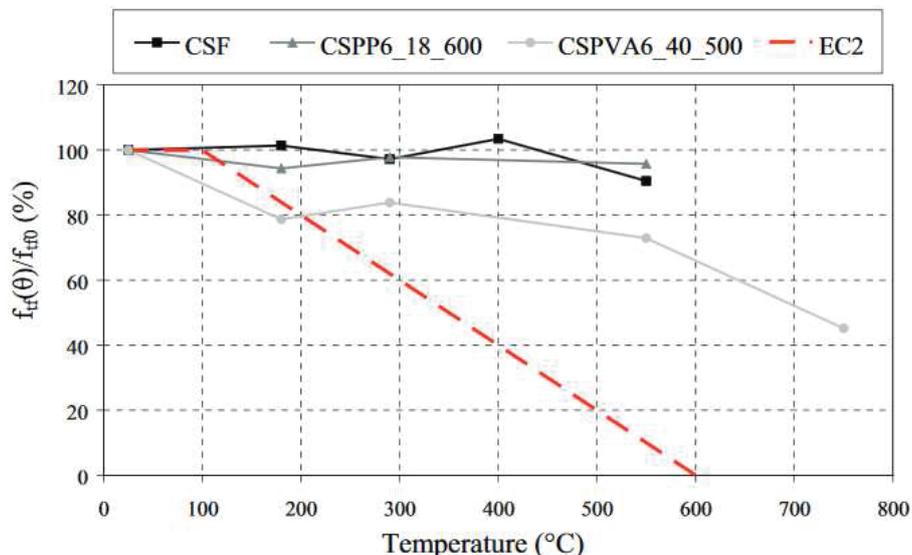


Figure II-28 : Evolution avec la température de la résistance en traction (Missemer, 2012)

De nouvelles formulations de béton ont ensuite été étudiées par Pliya (Pliya, et al., 2011), en utilisant un cocktail de fibres de polypropylène et métalliques, afin d'améliorer à la fois la stabilité thermique et les propriétés mécaniques résiduelles du béton. La combinaison des deux fibres confère au béton un comportement qui lui est particulier. Les caractéristiques mécaniques résiduelles des bétons à fibres cocktail étaient inférieures à celles des bétons à fibres métalliques mais supérieures à celles des bétons sans fibres et des bétons à fibres PP. Les fibres de polypropylène généraient une forte perte de résistance dans les bétons à fibre de PP seul. Après

chauffage à 600 °C, les modules d'élasticité résiduels des bétons de cocktail de fibres sont même légèrement supérieurs à ceux des bétons de fibres métalliques.

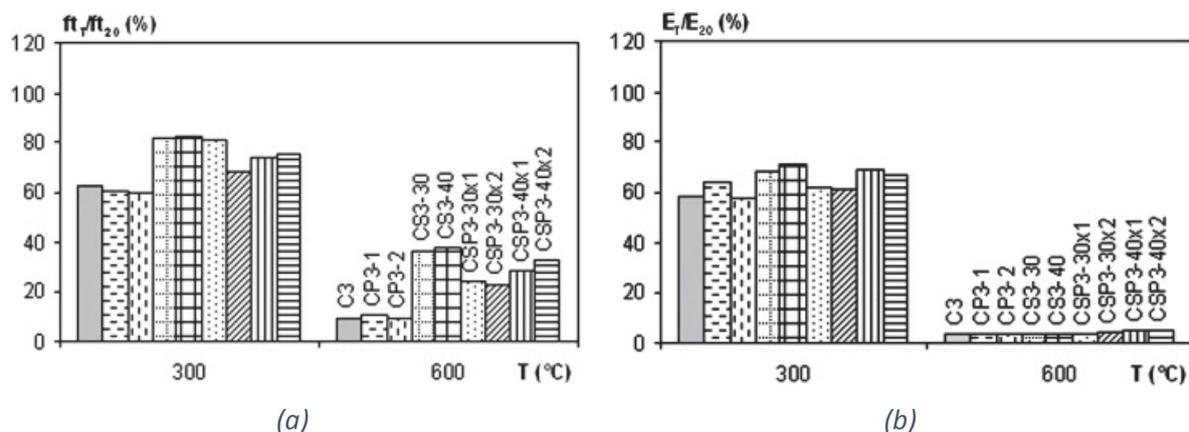


Figure II-29 : Propriétés mécaniques relatives des bétons à 300°C et 600°C (a) Résistance résiduelle (b) Module d'élasticité (Pliya, et al., 2011)

II.3 COMPORTEMENT THERMOMECHANIQUE DES TRC

Les essais nécessaires pour évaluer le comportement thermomécanique des TRC sont divers (traction directe, flexion en 3 ou 4 points) et sont liés à plusieurs difficultés. La plupart de ces études se basent sur une approche expérimentale qui consiste à évaluer les caractéristiques résiduelles du composite après un processus d'échauffement suivi d'un refroidissement avant l'application d'une sollicitation mécanique.

Colombo (Colombo, et al., 2011) et Rambo (Rambo, et al., 2015) ont étudié le comportement résiduel de deux TRC différents. Le premier TRC est formé d'un ciment portland renforcé par des textiles de verre AR (Colombo, et al., 2011), et le deuxième TRC est constitué d'une matrice cimentaire d'aluminate de calcium CAC et des textiles de basalte (Rambo, et al., 2015). Les TRC, des deux études, ont été testés en traction à la température ambiante après d'être préchauffé à différents niveaux de températures.

Les résultats obtenus pour les deux TRC sont présentés dans la Figure II-30 sous forme des courbes « contrainte-déformation ».

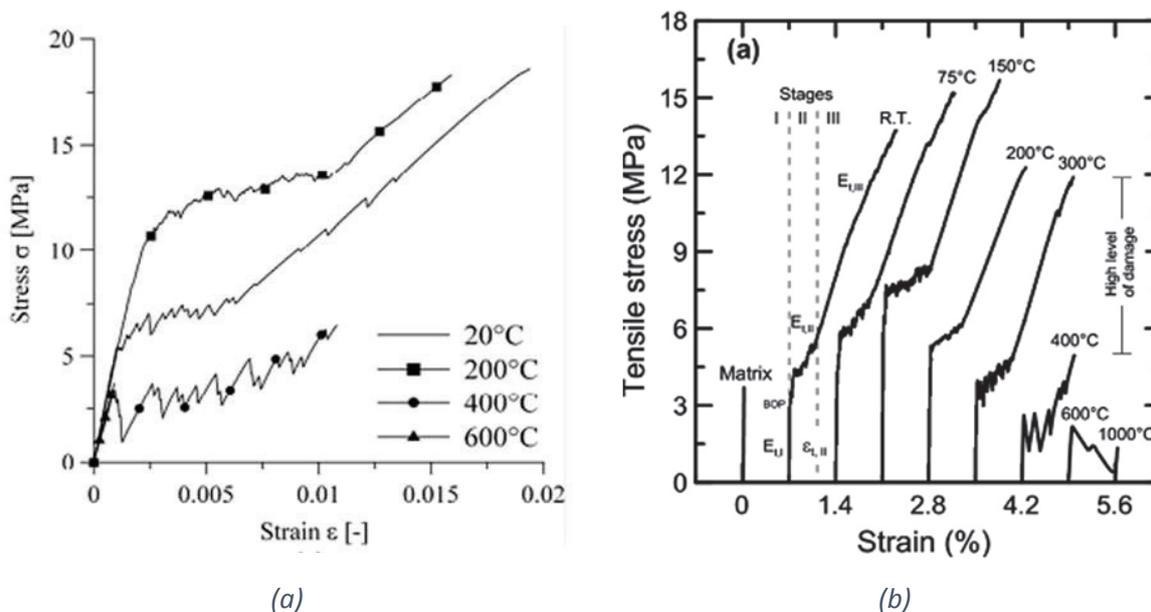


Figure II-30 : Influence de la température sur le comportement à la traction des TRC (a) Ciment Portland / Verre AR (Colombo, et al., 2011), (b) Ciment alumineux / Basalte (Rambo, et al., 2015)

Un gain de résistance a été aussi observé pour le TRC à des températures modérées. L'influence positive de préchauffage à 200 °C du TRC ciment Portland /verre AR sur sa performance mécanique est nettement remarquable sur la Figure II-30 a. En effet la contrainte à la traction augmente surtout dans la première zone (élastique) définie comme zone de pré-fissuration. Le même effet est produit dans le cas du préchauffage à 150 °C du TRC basalte/CAC Figure II-30 b. Ce phénomène est attribué à l'effet conjugué du retrait irréversible du mortier conduisant à l'augmentation de l'adhérence fibre-matrice, et l'effet d'accroche généré par la transformation de la résine d'imprégnation du textile d'un état viscoélastique à un état plastique lors d'un chauffage à une température modérée ($T=150$ °C), cette transformation conduit à une meilleure interaction entre les fils du textile et le mortier lorsque l'éprouvette est refroidie à température ambiante (Rambo, et al., 2016).

Pour les températures plus élevées, 400 °C, après l'apparition de la première fissure dans la matrice, seulement une phase de multi-fissuration jusqu'à la rupture peut être observée. Alors que pour une température de 600 °C ou 1000 °C, une zone linéaire suivie d'une rupture fragile se produit. Une chute de la résistance à la traction pour des températures élevées à cause de la dégradation des fibres et la déshydratation de la matrice est remarquée.

L'espacement entre les fissures diminue avec l'augmentation de la contrainte, il devient constant avant la rupture de l'éprouvette. Plus le matériau a une performance mécanique élevée, plus l'espacement des fissures est petit. Par conséquent, la température (qui affecte la performance mécanique du composite) a une influence sur cet espacement ; ce dernier est minimal à 200 °C (Figure II-31 a) et à 150 °C (Figure II-31 b) et augmente progressivement au-delà de ces températures.

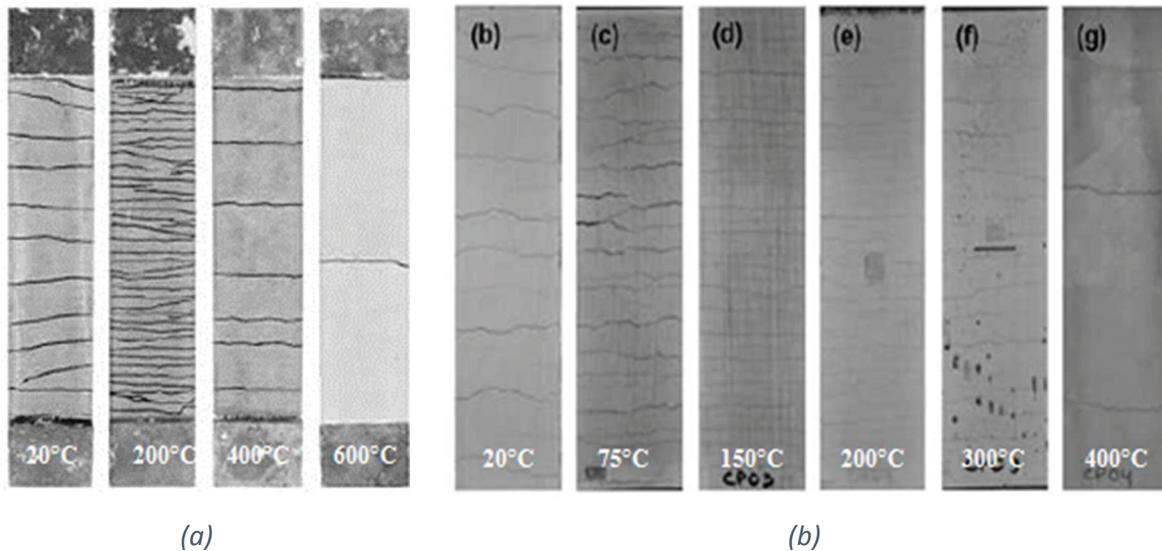
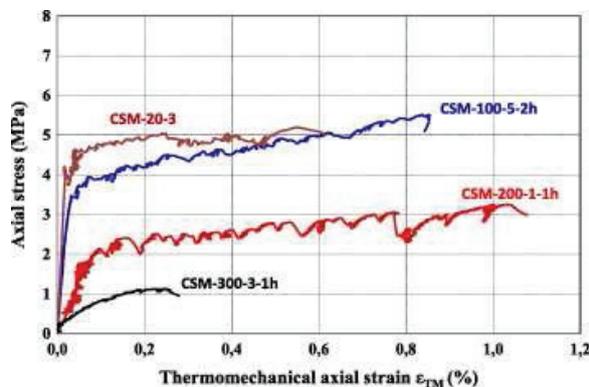


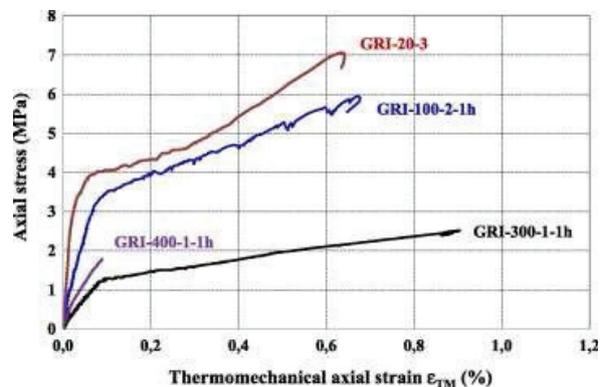
Figure II-31 : Espacement des fissures aux différentes températures des TRC (a) Ciment Portland / Verre AR (Colombo, et al., 2011), (b) Ciment alumineux / Basalte (Rambo, et al., 2015)

Un autre régime thermomécanique a été appliqué par Nguyen (Nguyen, et al., 2016) sur deux composites TRC ayant une matrice sulfo-alumineuse. Le premier (CSM) est renforcé par des couches de Mat AR et le deuxième (GRI) contient des couches de Mat AR et des grilles de verre AR. Le régime suivi dans cette étude consiste à appliquer une charge thermique suivi directement d'une charge de traction sans refroidir le TRC.

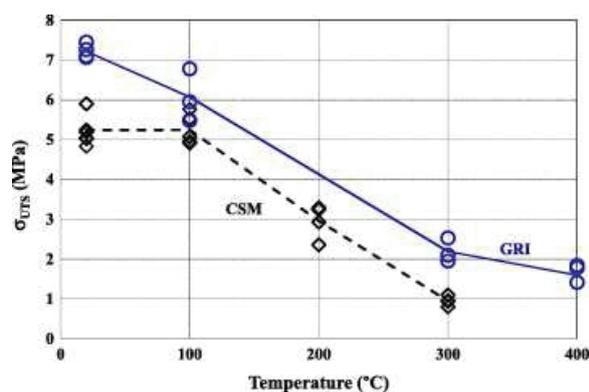
Nguyen (Nguyen, et al., 2016) a mis en évidence qu'une sollicitation thermomécanique couplée influence significativement et de manière baissière la tenue mécanique et le comportement en traction du matériau TRC à partir d'une température de 100 °C (Figure II-32). Une réduction graduelle de la résistance à la fissuration, de la résistance à la rupture et de la déformation ultime (celle-ci se produit à des très hautes températures, 200 °C voire 300 °C) s'accompagne d'une modification tant quantitative que qualitative de la courbe contrainte-déformation (d'une courbe tri-linéaire puis bilinéaire et enfin à celle quasi-linéaire). D'autre part, il a aussi montré que l'addition des grilles de fibres continues a un effet positif sur le comportement global du matériau mais se révèle sans effet notable en termes de résistance à la fissuration.



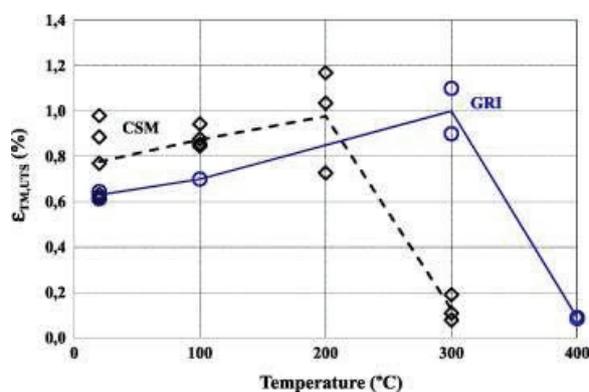
(a) Courbes contrainte-déformation de CSM



(b) Courbes contrainte-déformation de GRI



(c) Evolution de la résistance ultime :
CSM vs GRI



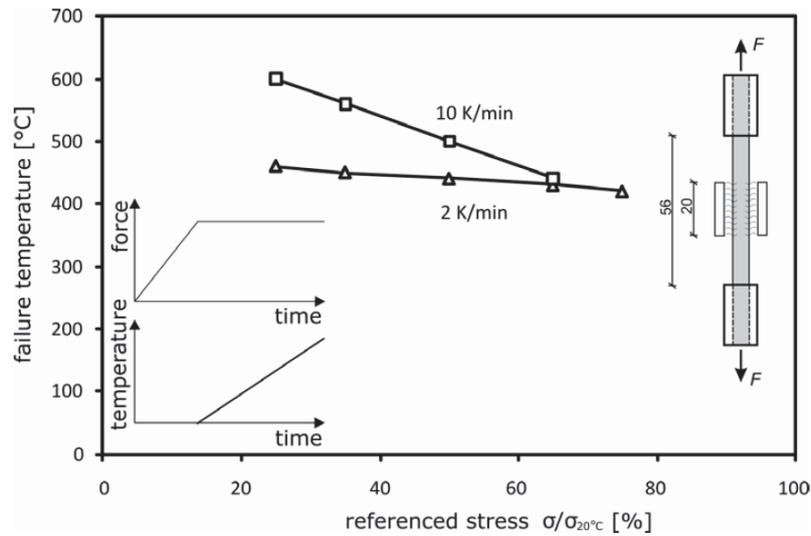
(d) Evolution de la déformation ultime :
CSM vs GRI

Figure II-32 : Influence de la température sur le comportement thermomécanique à la traction des composites TRC (a) CSM : renfort Mat AR, (b) GRI : renfort Mat AR et Grille verre AR (Nguyen, et al., 2016)

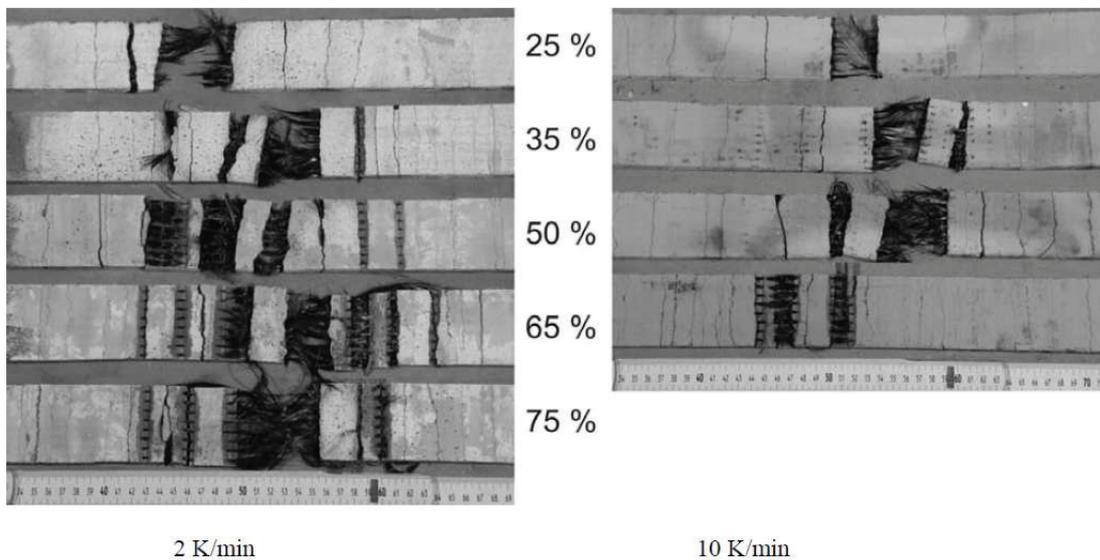
Plusieurs études ont été menées dans le but d'étudier l'influence des différents paramètres sur le comportement thermomécanique des TRC. On résume ces paramètres par : la vitesse du chargement thermique, la nature de la matrice, l'ensimage des fibres et l'introduction des fibres courtes.

II.3.1 La vitesse du chargement thermique

Ehlig (Ehlig, et al., 2010) a rapporté une recherche sur les TRC avec des renforts textiles constitués de fibres de carbone imprégnés. Les échantillons ont été soumis à plusieurs niveaux de charge de traction et exposés ensuite à des sollicitations thermique avec des vitesses de 2 °K/min ou 10 °K/min. Tout d'abord, il est observé que la température de rupture diminue linéairement avec l'augmentation du niveau de charge mais avec des pentes différentes (Figure II-33). Avec la vitesse de chauffage de 2 °K/min, l'influence du niveau de charge est plutôt faible et la température de rupture atteinte se situe toujours dans le même intervalle. Alors que, pour une vitesse de 10 °K/min une influence de la charge de traction pendant le chauffage est observée. Pourtant, une température de rupture plus élevée est atteinte avec la vitesse de chargement thermique la plus grande (10 °K/min) quand la charge appliquée est inférieure à 60 % environ.



(a)



(b)

Figure II-33 : Effet de la vitesse de chargement thermique sur le comportement de TRC (a) Résistance, (b) mode de fissuration (Ehlig, et al., 2010)

II.3.2 Imprégnation des fibres

La nature de la courbe « contrainte-déformation », de la fissuration multiple, de la ténacité et de la résistance résultante du composite TRC dépendent des propriétés des fibres et de la matrice, ainsi que de la liaison qui peut être développée à travers l'interface fibre-matrice (Bentur & Mindess, 1990), (Balaguru & Shah, 1992) et (Katz, et al., 1995). La compréhension correcte du comportement des textiles avec des matrices à base de ciment est une étape importante dans la compréhension des mécanismes de dégradation qu'un composite peut subir lorsqu'il est soumis à des températures élevées. Dans le but d'améliorer le comportement mécanique des composites, plusieurs études ont été menées, à la température ambiante, en utilisant diverses méthodes pour modifier la surface des fibres par des moyens physiques et chimiques (Naaman, 1998) et (Hatta, et al., 1999). Une dispersion de polymère a été utilisée

comme revêtement dans l'étude de Mader (Mader, et al., 2003). Il a été montré que le revêtement utilisé améliore le comportement du composite en raison des contraintes de liaison accrues aux interfaces filament-filament et à l'interface fibre-matrice.

Younes (Younes, et al., 2013) a étudié le comportement des fils de carbone revêtus de polymère à des températures comprises entre 20 °C et 500 °C. Les fils de carbone ont été chauffés à des températures spécifiques et ensuite chargés avec une force de traction. Les résultats typiques des résistances à la traction et des modules d'Young sont présentés dans la Figure II-34. Les résistances à la traction et les modules d'Young diminuent significativement au-dessus de 200 °C. Ceci a été expliqué par la combustion du revêtement et la libération de chaleur supplémentaire résultant de ce processus.

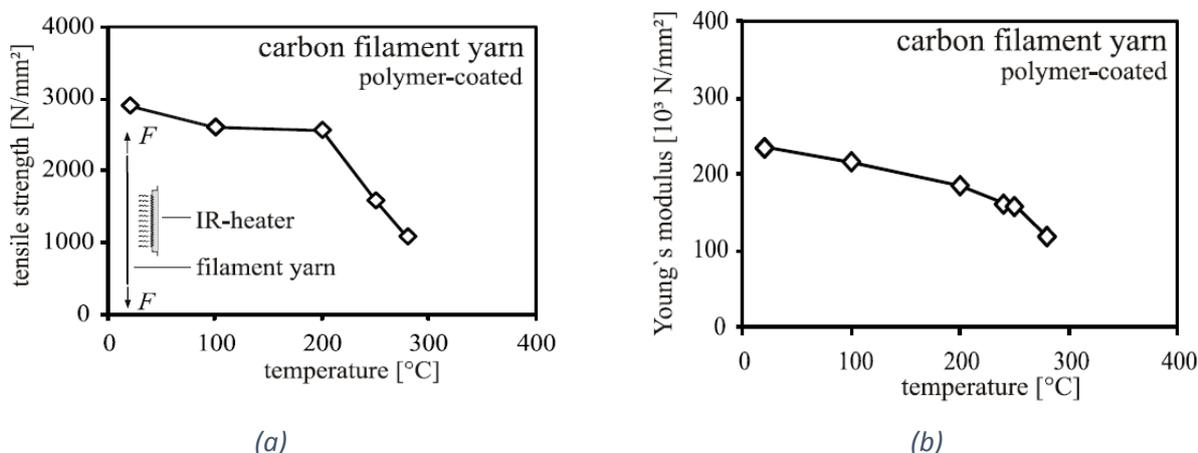


Figure II-34 : Résistance du filament de carbone revêtu de polymère (a) contrainte, (b) module d'Young (Younes, et al., 2013)

Le travail de Silva (Silva, et al., 2014) montre l'effet bénéfique du revêtement des fils de carbone par un polymère après réchauffement et refroidissement du composite ciment Portland-carbone à 100 °C et 150 °C (Figure II-35). Une analyse microstructurale a évalué la dégradation de la fibre de carbone et de son interface avec la matrice (Figure II-36).

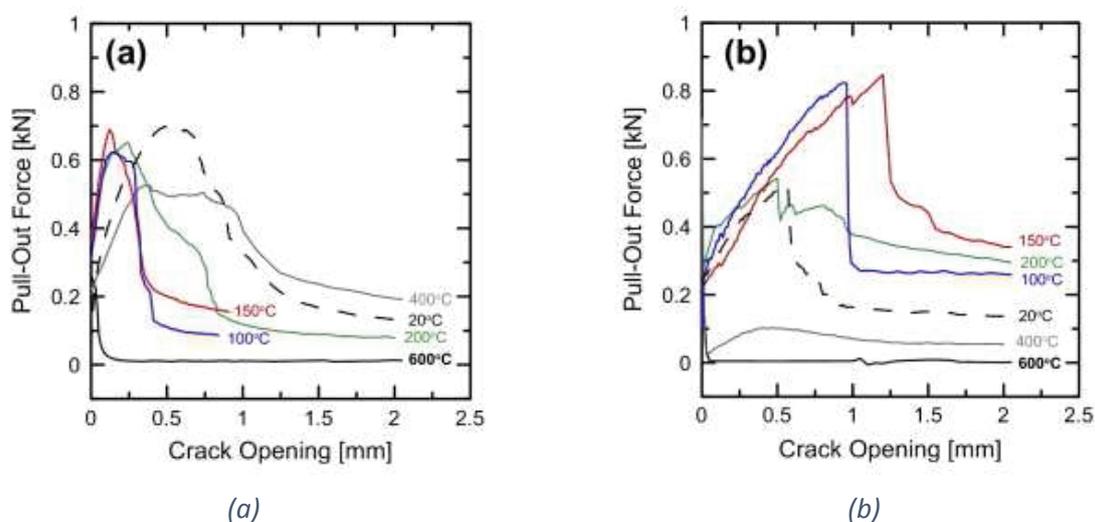


Figure II-35 : Influence de la température sur l'arrachement des filaments de carbone d'une matrice cimentaire (a) fibres non imprégnés, (b) fibres imprégnés (Silva, et al., 2014)

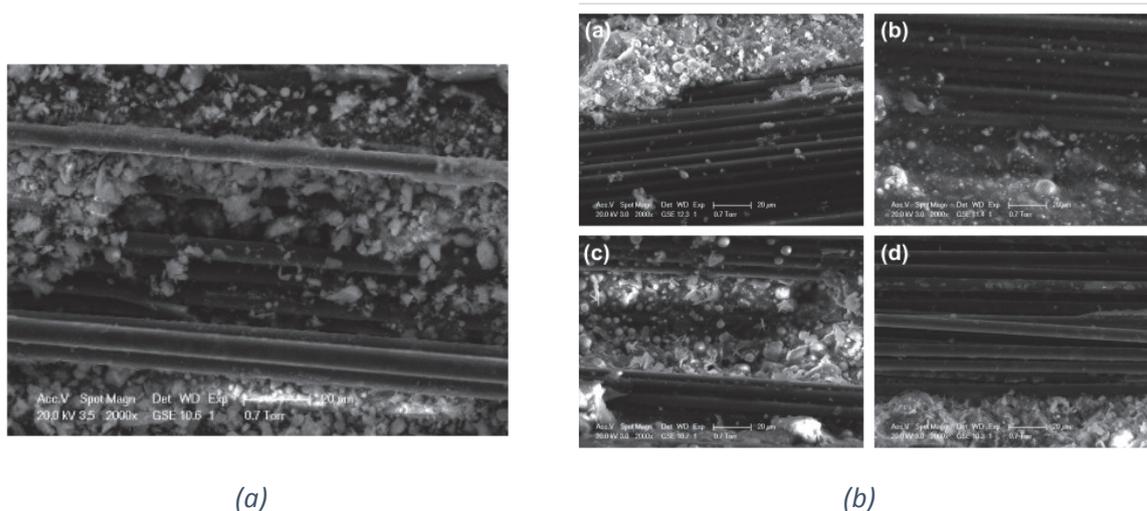


Figure II-36 : Analyse microstructurale de la fibre de carbone et de son interface avec la matrice (a) fibre non imprégné à 150 °C, (b) fibre imprégné a : 25°C, b : 150°C, c : 200°C et d : 400°C (Silva, et al., 2014)

Les premières indications prononcées de dégradation du matériau ayant des fibres non revêtus ont pu être observées lors du préchauffage des éprouvettes jusqu'à une température de 400 °C. Ceci a été mis en relief à la décohésion de l'interface fibre-matrice dû aux changements dans la morphologie de la matrice, la forme de la matrice et l'interface fil-matrice.

Alors que pour les échantillons avec des fils enrobés de polymère, le revêtement affecte fortement les propriétés de liaison à certaines températures. Après préchauffage à 150 °C, des augmentations significatives de la résistance maximale et de l'ouverture de fissure correspondante ont été observées. Ce constat a été expliqué par un mécanisme d'adhérence au niveau de la matrice-polymère de polymère fondu et re-rigidifié, qui a formé une liaison à haute performance entre les filaments et la matrice. Après préchauffage à 200 °C, une nette diminution de la performance a été observée au même niveau de l'échantillon de référence (20 °C). Le préchauffage jusqu'à 400 °C conduit à la décomposition thermique du revêtement du polymère, ce qui résulte par la suite en une perte presque complète de la capacité de pontage de la fissure du fil multi-filamentaire.

Après préchauffage à 600 °C, le même comportement des éprouvettes avec des fils revêtus ou non a été observé ; après dépassement de la résistance à la traction de la matrice, les échantillons perdent leur résistance en raison de la rupture du fil de renforcement.

II.3.3 Effet de la nature de la matrice

Une analyse expérimentale sur la résistance mécanique des plaques TRC ayant différentes matrices cimentaires soumises au préalable à un chargement thermique a été faite par Xu (Xu, et al., 2016). Cette étude montre que lorsque la température est inférieure à 600 °C, aucune différence nette n'a pu être observée entre les TRC à matrice alumineuse (CAC) et les TRC à matrice ciment Portland (OPC) en termes de résistance maximale. Lorsque la température passe à 800 °C, la résistance des échantillons CAC devient supérieure à celle des échantillons OPC (1.7 fois). De plus, les TRC à matrice OPC présentent des phénomènes de décollement et d'écaillage à la surface, contrairement aux TRC à matrice CAC. Ces résultats correspondent à

la tendance de l'évolution de la résistance ultime des matrices seules présentée dans la Figure II-37. Par contre, dans presque tous les cas, sauf à 400 °C (Figure II-38), les éprouvettes de TRC à matrice CAC présente une force plus grande pour la même déformation, ce qui signifie que ces TRC ont une plus grande rigidité après fissuration et cela est dû à une adhérence fibre-matrice plus efficace dans le cas de la matrice alumineuse CAC.

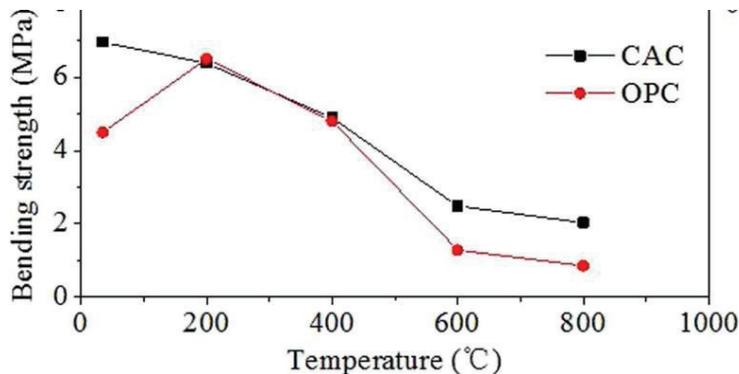
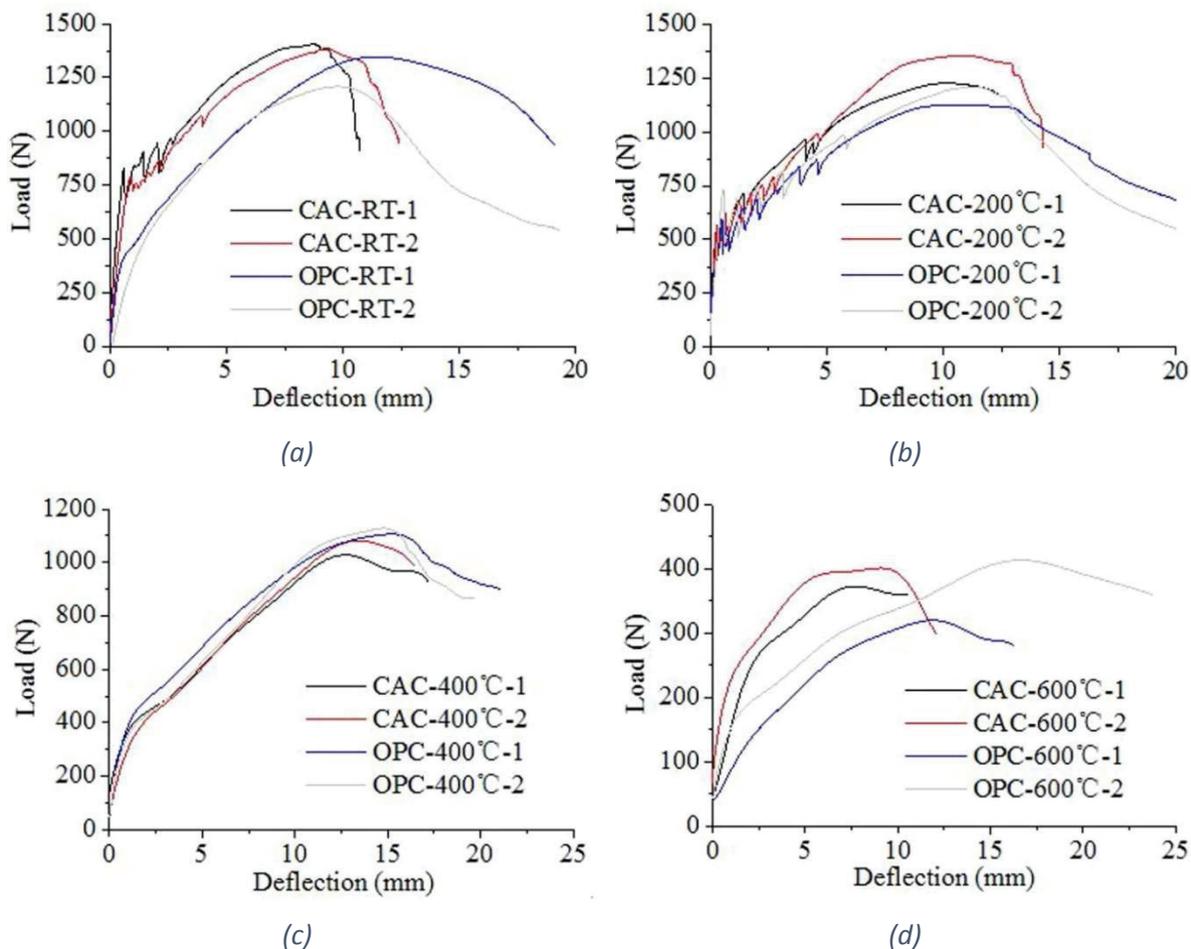
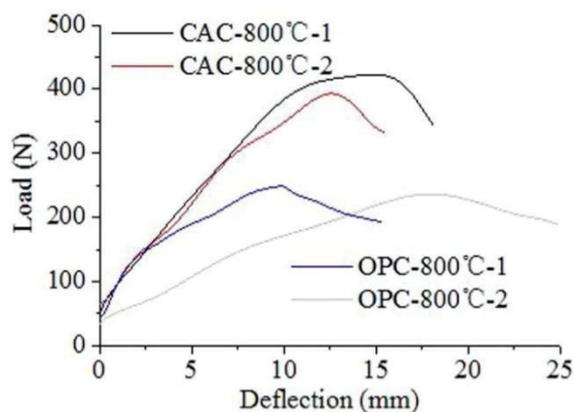


Figure II-37 : Effet de la température sur la résistance de la matrice (Xu, et al., 2016)





(d)

Figure II-38 : Relation charge déviation pour les TRC à matrice alumineuse CAC et à matrice ciment Portland OPC à : (a) température ambiante, (b) 200°C, (c) 400°C, (d) 600°C et (e) 800°C (Xu, et al., 2016)

II.3.4 Effet de la durée d'exposition à une température

Deux études ont été menées dans le but d'évaluer l'effet de la durée d'exposition à une température sur le comportement en traction d'un composite TRC. La première étude réalisée par Nguyen (Nguyen, et al., 2016) compare des courbes contrainte-déformation obtenues à 100 °C (Figure II-39 a) avec des durées d'exposition différentes : 0,5 h, 1 h et 2 h. De même, la deuxième étude (Figure II-39 b) présente des résultats obtenus en traction du TRC en faisant varier le temps d'exposition, après l'atteinte d'une température de 200 °C, de 1h, 3h et 6h.

Les résultats obtenus avec Nguyen (Nguyen, et al., 2016) montrent que le comportement du TRC ne semble pas être affecté par une durée d'exposition qui varie entre 0.5h et 2h. Cela peut s'observer sur les courbes (Figure II-39 b) qui montrent que l'augmentation du temps d'exposition à trois et six heures n'a pratiquement aucun effet sur le comportement à la traction du TRC. Les diminutions observées à la limite de la résistance à la traction provoquée par l'augmentation du temps d'exposition à 200 °C d'une à trois heures et six heures sont d'environ 7 %. Selon Rambo (Rambo, et al., 2015) et comme indiqué précédemment, la température de 200 °C (en utilisant un temps d'attente de 1 h) provoque une décomposition partielle du revêtement présent dans les fils de renfort. Cependant, l'augmentation du temps d'exposition à cette température n'a pas significativement aggravé ce processus. Pourtant la durée d'exposition à 200 °C a un effet sur le mode de fissuration du TRC ; en augmentant la durée d'exposition, la densité de fissure diminue et la distance entre les fissures augmente (Figure II-39 b).

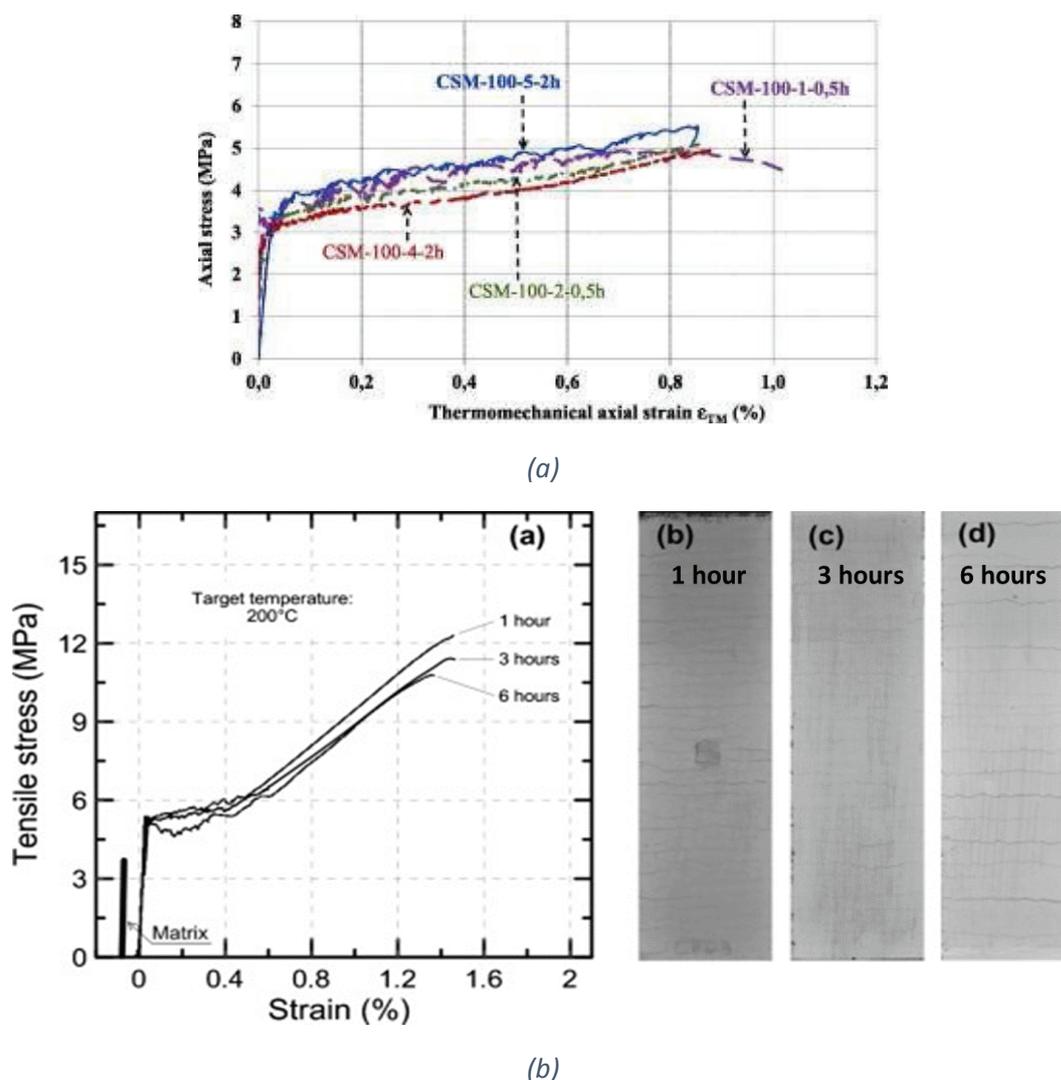


Figure II-39 : Effet de la durée d'exposition à une température sur le comportement thermomécanique d'un TRC ; (a) (Nguyen, et al., 2016), (b) (Rambo, et al., 2015)

II.3.5 Rôle des fibres courtes

L'influence positive de l'introduction des fibres courtes sur la performance mécanique du TRC a été bien évaluée par Barhum (Barhum & Mechtcherine, 2012). La contrainte correspondante à la première fissure des éprouvettes TRC augmente, des fissures plus fines se sont formées et la liaison entre le filament et la matrice a augmenté.

La morphologie de l'interface matrice-fibre fournit quelques explications sur les phénomènes observés. Par leur positionnement aléatoire sur la surface du fil; les fibres courtes ont construit de nouvelles liaisons adhésives «spéciales» qui ont fourni des points de connexion supplémentaires avec la matrice (Figure II-40 a).

A partir des essais de traction simples faits par Brameshuber (Brameshuber, 2006), des conclusions concernant l'amélioration du comportement contrainte-déformation, la faible zone de fissuration de la matrice et la résistance du composite peuvent être déterminés (Figure II-40 b).

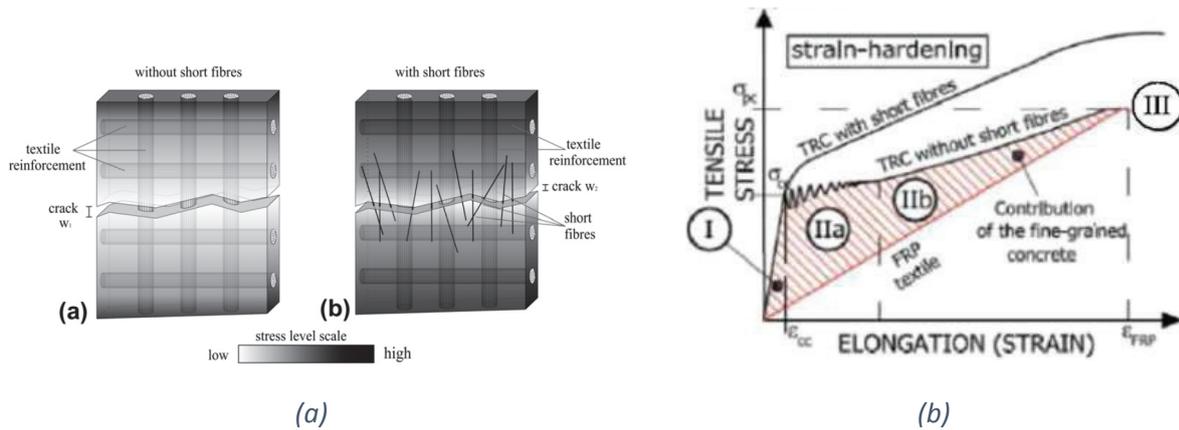


Figure II-40 : Comportement d'un TRC avec et sans fibres courtes (a) physique, (b) mécanique

Pour pouvoir tirer des conclusions sur l'influence de l'ajout des fibres courtes discontinues sur le comportement thermomécanique du TRC, Homoro (Homoro, 2016) a comparé le comportement en traction au niveau de température de deux composites renforcés par des grilles de verre AR dont l'un des deux composites a la matrice chargé par des fibres courtes de verre AR. Il a été constaté que l'ajout des fibres courtes discontinues de verre AR a un effet positif sur le comportement du composite, elles augmentent la résistance ultime (Figure II-41 a) et permettent également d'améliorer le module $E_{1\text{équiv}}$ correspondant à la première zone du comportement global du TRC par rapport au TRC sans fibres courtes, surtout entre les températures 20 °C et 300 °C (Figure II-41 b). Au-delà de 300 °C leur effet devient négligeable.

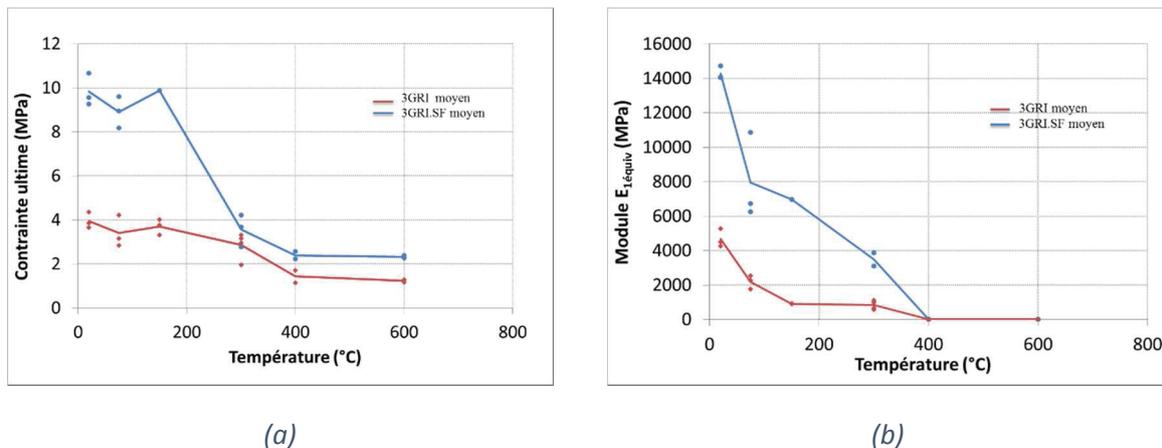


Figure II-41 : Influence de la température sur le comportement thermomécanique à la traction des composites TRC (a) Contrainte ultime, (b) Module d'élasticité initiale $E_{1\text{équiv}}$ (Homoro, 2016)

II.4 CONCLUSION

Les principales observations expérimentales concernant l'évolution du comportement du TRC à haute température sont synthétisées dans ce chapitre. Il est montré que le comportement thermomécanique de TRC dépend de plusieurs facteurs influençant les propriétés de ses constituants : la nature de la matrice et du renfort, la pré-imprégnation des fibres et le chargement de la matrice. L'étude bibliographique a permis de mettre en évidence un certain nombre de points à intégrer sur le plan expérimental.

Tout d'abord un rappel des propriétés physico-chimiques et mécaniques de chacun des constituants du béton (ciment et granulat) et des fibres soumis à des températures élevées a été présenté. Cette étude préliminaire montre que l'exposition à des hautes températures provoque des processus thermiques, chimiques, physiques et mécaniques complexes qui peuvent être bénéfiques à des températures modérées et peuvent être modifiés selon plusieurs paramètres.

D'autre part, concernant le comportement des TRC essentiellement sous l'effet de sollicitations statiques monotones de traction, la plupart des études mentionnées dans la littérature sont destinées au comportement résiduel de ce matériau en utilisant des essais effectués sur les éprouvettes réchauffées-refroidies. Les premières études fournissent des informations très précieuses concernant le comportement mécanique en traction du TRC en fonction de la température d'exposition : la diminution générale de la performance à la traction (résistance, module, déformation), la disparition progressive des zones post-fissurées de la courbe « contrainte-déformation » et un changement d'un comportement d'écrouissage à celui de fragile, l'existence des niveaux de température ayant des effets positifs sur la performance mécanique du matériau (ces niveaux dépendent du type de composite), le changement de l'espacement final entre les fissures en fonction de plusieurs facteurs.

L'objectif du travail de thèse est donc :

- de proposer et valider une démarche expérimentale permettant d'analyser le comportement en traction de composite TRC sous sollicitations thermo-mécaniques couplées.
- de mieux appréhender les interactions entre les différentes matrices disponibles, les fibres et les traitements de surface afin d'obtenir des données complémentaires.
- de mieux comprendre, par des analyses physiques et chimiques, les phénomènes de dégradation se développant lors des différentes phases de dégradation du matériau.

La finalité du travail de thèse dans le contexte de la présente recherche est de proposer in-fine un matériau TRC le plus résistant possible aux situations d'incendie.

PARTIE II : APPROCHE EXPERIMENTALE

Chapitre III. Méthodologie de caractérisation thermomécanique des TRC.....	63
III.1 <i>Configuration des éprouvettes pour les essais thermomécaniques</i>	63
III.2 <i>Essais de traction</i>	65
III.2.1 Machine thermomécanique utilisée	65
III.2.2 Mesure de la température	66
III.2.3 Mesure de la déformation	67
i. Vérification de la mesure du laser à la température ambiante	68
ii. Vérification de la mesure du capteur laser à 120 °C	69
III.3 <i>Evaluation de la fissuration par la technique de corrélation d'images</i>	70
III.4 <i>Procédure d'essais au niveau de température</i>	72
III.4.1 Régime Thermomécanique à Température Constante (TMTC)	72
III.4.2 Régime Thermomécanique Résiduel (TMR).....	73
III.4.3 Régime thermomécanique à force constante (TMFC)	73
III.4.4 Exploitation des essais	74
III.5 <i>Conclusion</i>	76
Chapitre IV. Caractérisation thermomécanique des TRC de référence.....	77
IV.1 <i>Matériaux employés</i>	77
IV.1.1 Matrices	77
Propriétés mécaniques du mortier durci.....	78
IV.1.2 Renfort textile en verre alkali-résistant (AR).....	78
IV.2 <i>Éprouvettes DE TRC</i>	79
IV.3 <i>Caractérisation des composites 3G.AR et 3G.AR.Feu</i>	80
IV.3.1 Effet du refroidissement	80
i. Comportement global de 3G.AR aux différents régimes TMTC et TMR	81
ii. Evolution des propriétés mécaniques de 3G.AR en fonction de la température suivant les 2 régimes TMTC et TMR	83
a) Variation de σ_1 et E_{c1}	83
b) Variation de σ_{UTS} , E_{c3} et ϵ_{UTS}	84
iii. Mode de rupture	85
iv. Evaluation de la fissuration	86
v. Analyse des résultats.....	88
IV.3.2 Effet de la nature de la matrice.....	88
i. Résultats des essais de régime thermomécanique à température constante (TMTC)	88
ii. Résultats des essais du régime thermomécanique à force constante (TMFC)	90
iii. Comparaison entre les deux régimes TMTC et TMFC	92
IV.4 <i>Conclusion</i>	92
Chapitre V. Développement et caractérisation thermomécanique de nouveaux composites à fibres continues	93
V.1 <i>1^{ère} famille de TRC : Matrice phosphatique - textile verre E</i>	93
V.1.1 Constituants des TRC.....	93
i. Matrice phosphatique	93

ii.	Renfort textile verre E	94
V.1.2	Eprouvettes de TRC	95
V.1.3	Caractérisation des composites de 1 ^{ère} famille	96
i.	Evaluation du comportement des composites à la température ambiante	96
a)	Influence de la géométrie du textile	96
b)	Influence de la pré-imprégnation du textile.....	97
c)	Evaluation de la fissuration	97
ii.	Comportement des composites MP-UD et MP-UD,PI en fonction de la température	99
V.2	2 ^{ème} famille de TRC : matrice alumineuse - Grille de Carbone.....	102
V.2.1	Génération 1 : ciment alumineux – Carbone 2*6K	103
i.	Ciment alumineux	103
ii.	Caractéristique de la grille carbone 2*6K enduite	104
V.2.2	Composites ciments alumineux – Carbone 2*6K testés	105
V.2.3	Caractéristique mécanique à 25 °C	106
i.	Résultats de la série 1 (sans Mat AR)	106
ii.	Résultats de la série 2.....	108
iii.	Taux de contrainte représentant le travail de la grille de carbone 2*6K.....	109
V.2.4	Caractéristiques thermomécaniques	110
i.	Modes de rupture des matériaux MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K).....	112
V.2.5	Génération 2 : Ciment alumineux- Carbone 12K	113
V.2.6	Caractérisation de la grille de carbone 12K enduite	113
i.	Caractérisation des composites de ciment alumineux - Carbone 12K.....	114
ii.	Lois de comportement des composites MA,MatAR-2.12K-H et MA,MatAR-2.12K-S à 25 °C	114
iii.	Evaluation de l'ouverture de fissure	115
iv.	Mode de rupture.....	116
v.	Résolution du problème de délaminage	117
V.2.7	Comportement thermomécanique du composite MA,MatAR-2.12K-X.....	118
V.2.8	Génération 3 : Mortier alumineux + PP - Carbone 12K.....	120
i.	Matrice employée : MortierA.....	120
ii.	Comparaison de MA,MatAR-2.12K et MortierA,PP-2.12K à la température ambiante.....	120
iii.	Modification de la formulation de la matrice	121
V.2.9	Caractérisation thermomécanique de MortierA,PP-2.12K 0.375/3.....	123
i.	Régime thermomécanique à température constante (TMTC).....	123
ii.	Régime thermomécanique à force constante (TMFC)	125
iii.	Comparaison entre les régimes TMTC et TMFC.....	126
V.2.10	Comparaison de l'effet de chargement de la matrice en fonction de la température	127
i.	Propriétés mécaniques.....	127
V.3	Conclusion	128
Chapitre VI.	Caractérisation physico-chimique et thermique des TRC	131
VI.1	Analyse microstructurale	131
VI.1.1	Observations au tomographe.....	131
VI.1.2	Analyse de diffraction des rayons X (DRX)	133
VI.1.3	Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	133
VI.2	Analyses thermiques	134
VI.2.1	Analyses thermogravimétrique (ATG) et calorimétrie différentielle (DSC)	134
VI.2.2	Analyse dilatométrique (TMA)	135
VI.3	Analyses physico-chimiques et thermiques des composites 3G.AR et 3G.AR.Feu.....	135

VI.3.1	Observations tomographiques.....	136
VI.3.2	Analyse de diffraction des rayons X (DRX) et de spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	138
VI.3.3	Analyses thermiques	140
i.	Analyse ATG-DSC des mortiers.....	140
ii.	Analyse TMA.....	142
VI.3.4	Analyse des résultats obtenus.....	143
VI.4	<i>Analyses physico-chimiques et thermiques des composites MP-UD et MP-UD,PI</i>	<i>144</i>
VI.4.1	Observations tomographiques.....	144
VI.4.2	Analyses thermiques	146
i.	Evolution dilatométrique	146
ii.	Analyse ATG-DSC de la matrice phosphatique.....	147
VI.5	<i>Analyses thermiques des matrices alumineuses (M0, MV et MA) des composites de la 2ème famille de TRC.....</i>	<i>149</i>
VI.6	<i>Analyses physico-chimiques et thermiques des composites MortierA,PP-2.12K et MA,MatAR-2.12K et de leur matrice</i>	<i>151</i>
VI.6.1	Observations tomographiques du MortierA,PP-2.12K et MA,MatAR-2.12K	151
VI.6.2	Analyses ATG – DSC et TMA	152
VI.6.3	Diffusivité thermique - Conductivité thermique	153
VI.7	<i>Conclusion</i>	<i>155</i>
Chapitre VII.	Bouclier thermique	157
VII.1	<i>Cuisson au four.....</i>	<i>157</i>
VII.1.1	Effet du bouclier thermique sur la diffusion de température	157
VII.1.2	Effet du bouclier thermique sur la résistance résiduelle du composite.....	159
VII.2	<i>Porte de four</i>	<i>160</i>
VII.2.1	Evaluation de la nature du bouclier thermique (Série 1)	161
VII.2.2	Effet du bouclier thermique sur la résistance résiduelle du TRC	164
VII.2.3	Effet de l'épaisseur du bouclier thermique (Série 2).....	166
VII.3	<i>Conclusion</i>	<i>169</i>

CHAPITRE III. METHODOLOGIE DE CARACTERISATION THERMOMECHANIQUE DES TRC

Une des limites majeures de l'approche thermomécanique, notamment dans le cas des composites TRC, est de nature méthodologique. Les rares approches mises en œuvre se limitent à l'évaluation des caractéristiques résiduelles du composite. Le premier écueil porte sur les dispositifs expérimentaux employés qui se révèlent inadaptés pour ce type de sollicitation couplée et complexe. La deuxième difficulté porte sur l'aptitude de dispositifs plus appropriés à caractériser de manière fiable, à l'échelle du matériau, le comportement thermomécanique des composites.

Il convient, compte tenu des objectifs du présent travail, de s'atteler à développer un protocole d'essai susceptible de permettre une identification réellement thermomécanique. C'est dans cette optique qu'une validation s'appuyant sur la comparaison des mesures de déformation issues de plusieurs sources et celles provenant du laser du dispositif utilisé dans cette étude, à température ambiante et à une température élevée, sera établie. Dans un second temps la procédure d'essai sur laquelle est basée cette étude expérimentale est décrite. Une proposition visant à « neutraliser » ou contourner les imperfections géométriques des éprouvettes sera avancée. Une méthodologie de confrontation aux essais thermomécaniques est aussi développée au cours de ce chapitre.

III.1 CONFIGURATION DES EPROUVETTES POUR LES ESSAIS THERMOMECHANIQUES

Les composites TRC sont confectionnés manuellement par moulage au contact ou par moulage au sac. Pour chaque famille de TRC, une plaque est réalisée par plusieurs couches de matrice et de textile. Quel que soit le procédé de mise en œuvre, un soin particulier doit être accordé au positionnement symétrique des couches de renfort textile régulièrement espacées dans l'épaisseur du composite ainsi qu'au voilement (retrait différentiel du mortier). La fabrication des composites pour chaque famille sera détaillée dans les chapitres suivants (Chapitre IV et Chapitre V).

Une fois durcies, les plaques de TRC sont coupées selon les dimensions souhaitées à l'aide d'une scie à diamant (Figure III-2).

Dans le cadre de ce projet, les éprouvettes sont de géométrie parallélépipédique. La longueur et la largeur de l'éprouvette changera suivant le matériau et la température de l'essai.

Pour les essais à 25 °C, les éprouvettes ont une largeur d'environ 100 mm. Cette largeur a été sélectionnée suite à la demande du bureau d'études pour avoir des propriétés du composite mesurées sur un échantillon ayant 100 mm de largeur. Alors que pour les essais à haute température, les éprouvettes ont une largeur d'environ 50 mm. Cette dimension a été choisie pour adapter la taille de l'échantillon à la taille du four de la machine thermomécanique utilisée.

Dans cette étude tous les textiles utilisés dans les composites présentent un maillage inférieur à 10 mm X 10 mm. Ce maillage est 5 fois inférieur à la largeur de l'échantillon testé à haute température. Des essais de traction simple à la température ambiante ont été appliqués sur un

même composite avec les deux largeurs d'éprouvettes différentes (50 mm et 100 mm). Ces essais montrent que les résultats obtenus sur 2 dimensions différentes de composite sont cohérents (Figure III-1).

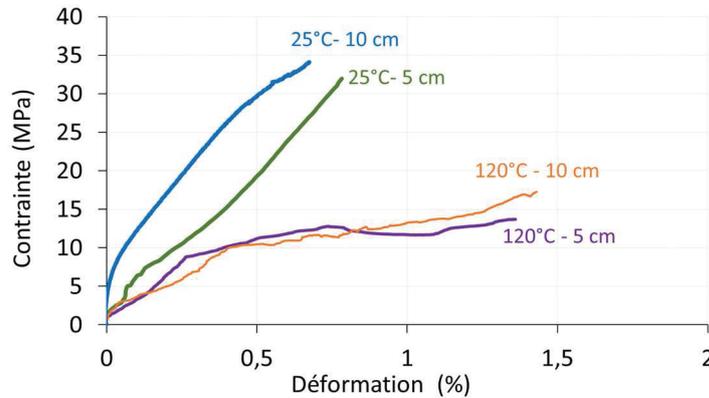


Figure III-1 : Résultats obtenus sur des éprouvettes ayant deux largeurs différentes

Pour pouvoir transmettre la charge de traction directe de la machine à l'éprouvette de composite, deux talons d'aluminium ont été collés sur chaque extrémité de l'éprouvette au moyen d'une résine époxy (Eponal 380). Ensuite des trous de 12 mm sont forés, sur l'axe central de l'éprouvette et dans la zone de talon (Figure III-3), de façon perpendiculaire à la surface d'éprouvette pour être compatible avec les mors rotulés utilisés. Une distance suffisamment importante est retenue entre le trou et le bord du talon afin d'assurer l'efficacité du transfert de charge et de son homogénéité sur la largeur de l'éprouvette.

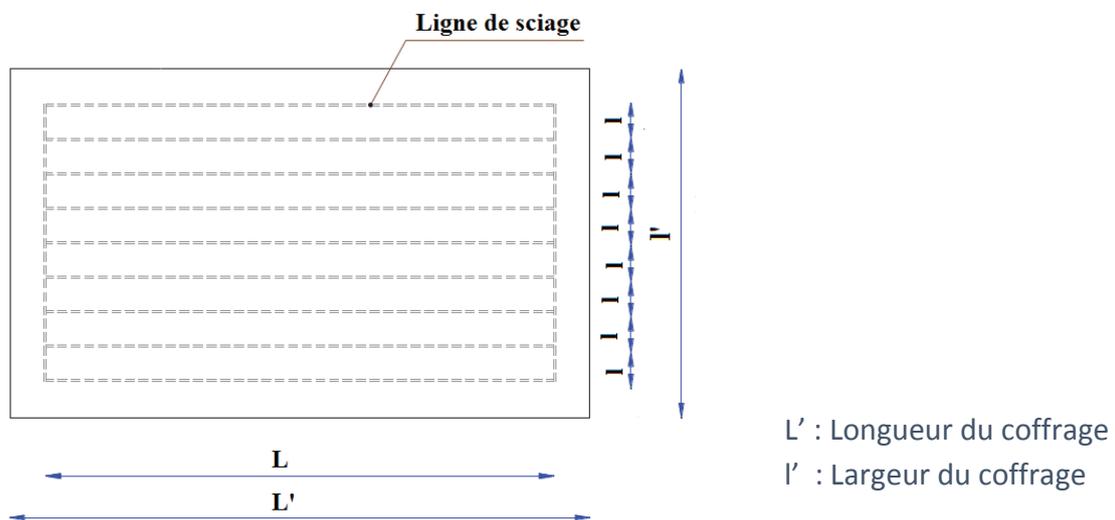


Figure III-2 : Découpage des éléments d'une plaque de composite

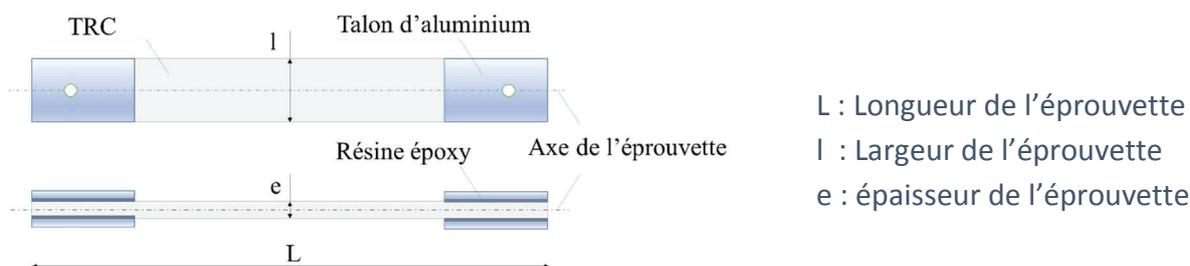


Figure III-3 : Illustration d'une éprouvette TRC

III.2 ESSAIS DE TRACTION

Lors du renforcement des structures en béton les composites sont principalement sollicités dans une direction connue. La mise en place du composite se fait donc la plupart du temps en plaçant les fibres dans la direction de l'effort de traction à reprendre. Pour cette raison, les tests de caractérisation mécanique ont été uniquement menés dans la direction longitudinale des fibres de renfort, soit le sens des fibres pour les tissus unidirectionnels et à 0° de l'une des directions pour les tissus bidirectionnels.

Des essais de traction sont très souvent utilisés afin de caractériser le comportement mécanique des matériaux. Une identification directe de la loi de comportement est basée sur l'hypothèse vraisemblable de l'uniformité des contraintes en fonction de la déformation. L'alignement de la charge avec l'axe de l'éprouvette est un facteur essentiel quant à la qualité des analyses, les phénomènes de flexion et/ou torsion parasites peuvent affecter les résultats obtenus. La fabrication et la configuration de l'éprouvette d'essai ainsi que le choix des mors permettent d'améliorer l'alignement (Degallaix & Ilshnier, 2007).

Des essais de traction uniaxiale sont réalisés sur la machine « Zwick 20 kN-1200 °C » (III.2.1). Ces essais sont contrôlés en déplacement. La vitesse de déplacement de la traverse choisie pour les essais est de l'ordre de 1 mm/minute.

III.2.1 Machine thermomécanique utilisée

La machine utilisée pour effectuer les essais de traction sur les composites TRC est « Zwick 20 kN-1200 °C », comme illustrée sur la Figure III-4. Elle a une capacité de 20 kN, et elle est équipée d'un petit four (Figure III-6) pouvant potentiellement atteindre une température maximale de 1200 °C. La machine est capable de contrôler simultanément les sollicitations mécaniques et thermiques. La vitesse maximale de chauffage de ce four est de 30 °C/minute. L'échantillon est placé au milieu du four et relié à deux mors rotulés (Figure III-5). Cette machine est également équipée d'un capteur laser placé à l'extérieur du four (Figure III-6) qui mesure la déformation longitudinale de l'éprouvette lors du chargement thermomécanique.

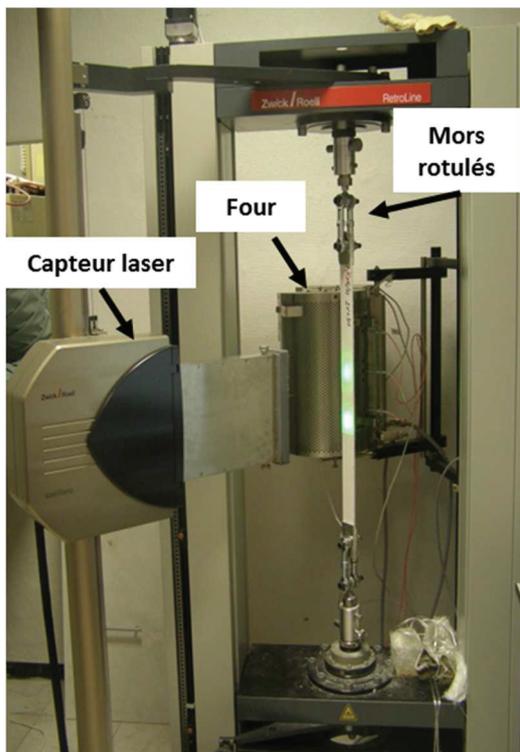


Figure III-4 : Machine Zwick 20kN-four 1200 °C

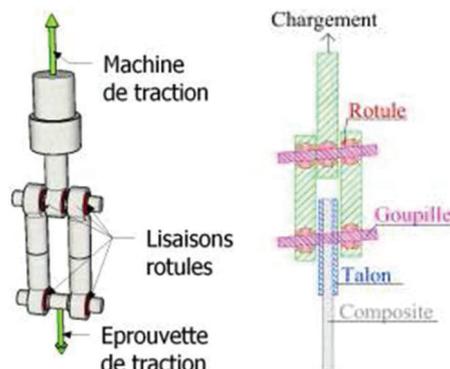
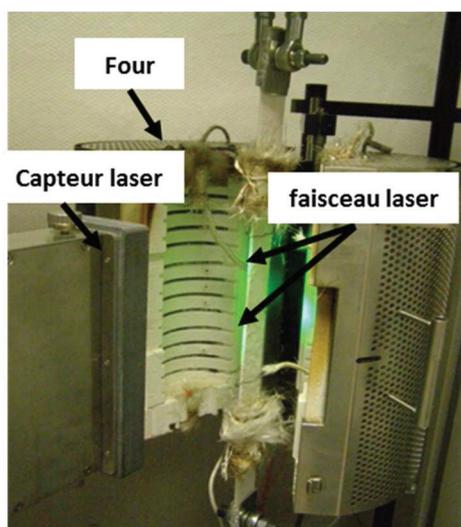
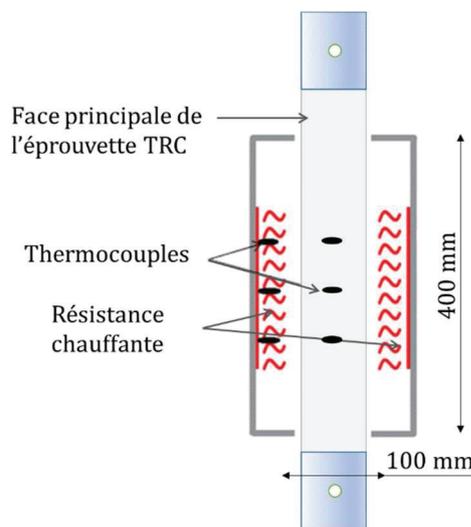


Figure III-5: Détails des mors rotulés



(a)



(b)

Figure III-6 : (a) Four de la machine thermomécanique « Zwick 20 kN-1200 °C»; (b) : Schémas du four

III.2.2 Mesure de la température

Le four présenté dans la Figure III-6 a une hauteur de 400 mm et un diamètre interne de 100 mm. Il est équipé de résistances chauffantes qui peuvent atteindre une température maximale de 1200 °C. La mesure de la température est effectuée par des thermocouples intégrés dans le four tout au long de la hauteur, et d'autres accrochés sur l'éprouvette durant l'essai. Les thermocouples sont installés à égale distance dans trois zones différentes permettant de

s'assurer de l'homogénéité de la température pendant l'essai. La vitesse d'augmentation de la température du four est programmable à l'aide du logiciel testXpert. Elle est réglée en fonction du niveau de température de l'essai (voir le Tableau III-1) tel que recommandé par le fabricant du four afin d'assurer l'homogénéité de la température de toute la partie de l'éprouvette placée dans le four.

Tableau III-1 : Vitesse du chargement thermique pour chaque niveau de température

Température cible (°C)	Vitesse de chargement thermique (°C/minute)
75	2.5
120	4
150	5
200	6
400	13
600	20

III.2.3 Mesure de la déformation

La mesure de la déformation via un capteur laser adjoint adapté au four est une priorité pour les essais à haute température. Le capteur laser, équipé de caméras de haute résolution, permet de mesurer la déformation des matériaux sous l'impact de différentes sollicitations thermomécaniques.

Deux faisceaux laser ayant une surface d'environ 1 cm² chacun sont directement projetés sur la surface latérale de l'éprouvette grâce à la petite fenêtre du four (Figure III-7 et Figure III-6 a). Les images reçues avant et après les déplacements des points de mesure sont traitées par le logiciel testXpert afin de fournir le déplacement relatif entre les deux faisceaux. Ayant la distance initiale entre les deux faisceaux, la déformation axiale globale de l'échantillon est déterminée, notamment dans la zone de mesure du laser. Cette technique de mesure de déformation présente plusieurs avantages tels que : la possibilité de faire l'essai à une température élevée (le recours à des capteurs traditionnels est incompatible ou économiquement rédhibitoire), la simplicité d'utilisation et la compatibilité avec une variété des matériaux dans la mesure ou la longueur de mesure de déformation peut varier de quelques millimètres jusqu'à 120 mm. En revanche, cette technique a aussi quelques inconvénients, à savoir le coût du laser et la mesure de déformation sur une seule surface de l'éprouvette.

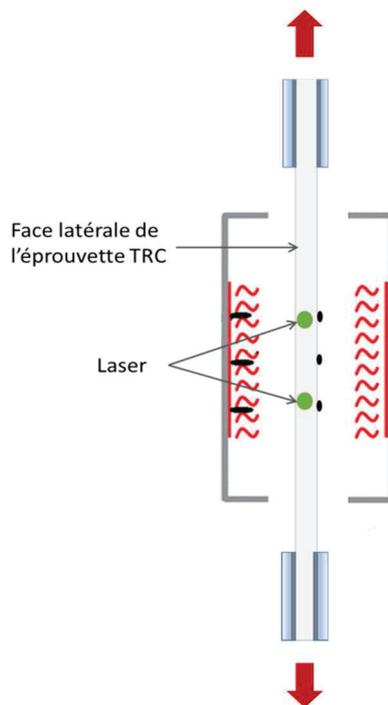


Figure III-7 : Mesure de la déformation par le capteur laser sur la surface latérale de l'éprouvette

i. Vérification de la mesure du laser à la température ambiante

La vérification et l'étalonnage du capteur laser à la température ambiante ont été effectués par Nguyen (Nguyen, 2015) afin d'assurer la précision et la fiabilité du capteur laser. Une mesure de déformation est simultanément effectuée au moyen du capteur laser et des jauges de déformation collées sur les deux faces opposées d'une éprouvette en aluminium (Figure III-8 a). Les résultats obtenus par la mesure sur les différentes faces de l'éprouvette d'aluminium montrent que la réponse des jauges est très proche de celle du laser quand la déformation est mesurée sur la face latérale (Figure III-8 b).

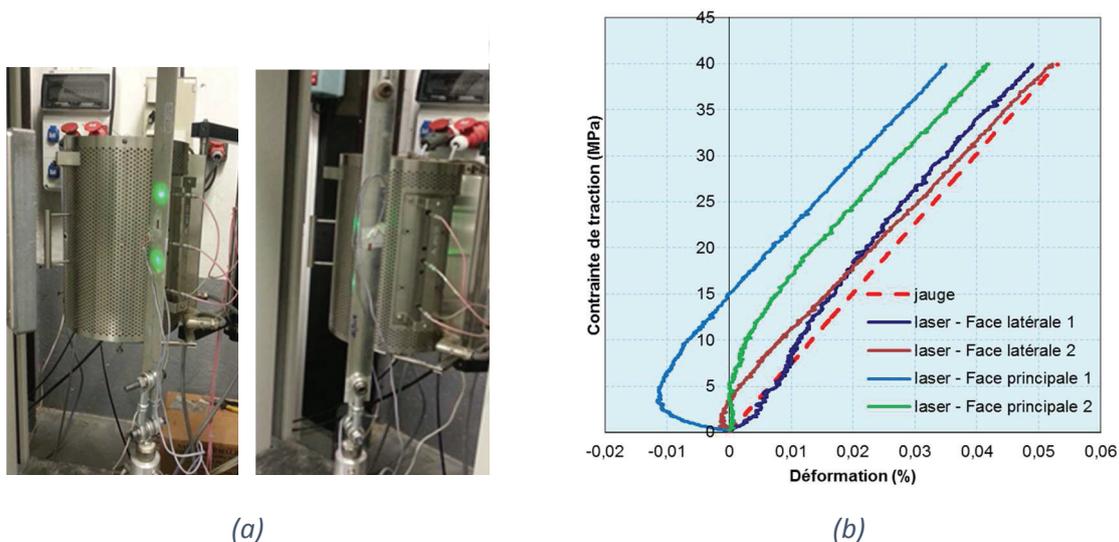
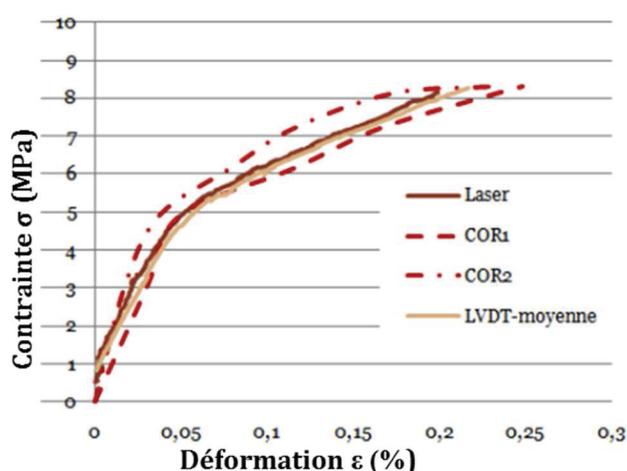


Figure III-8: Mesure de la déformation d'une éprouvette d'aluminium par laser et par jauges de déformation; (a) Procédure de mesure, (b) Résultats de mesure

Une deuxième vérification à la température ambiante des instruments de mesure de la déformation est effectuée sur un composite TRC. Une mesure de déformation est simultanément effectuée au moyen du capteur laser projeté sur la face latérale, avec deux capteurs de déplacement LVDT placés sur les deux faces principales opposées de l'éprouvette TRC et par corrélation d'image effectuée sur une face principale du TRC (Figure III-9 a). La réponse donnée par le laser est très proche à celle obtenue par les LVDT et par la mesure de champs par corrélation d'images. Les courbes représentant le comportement du TRC par les différents instruments de mesure sont quasiment confondues (Figure III-9 b).



(a)



(b)

Figure III-9 : Mesure de la déformation par le capteur laser, LVDT et par corrélation d'images sur une éprouvette de TRC ; (a) Dispositifs de mesure, (b) Résultats de mesure

ii. Vérification de la mesure du capteur laser à 120 °C

La comparaison des résultats de la mesure de déformation en traction au moyen des différentes instrumentations s'effectue sur une éprouvette de TRC testée en traction à une température de 120 °C. La déformation de l'éprouvette de TRC est mesurée à la fois par le capteur laser et par deux jauges de déformations pouvant être utilement mobilisées jusqu'à une température de 200 °C (Figure III-10 a). En effet, les jauges en question, la colle (GA-61), les soudures et les fils des jauges utilisées dans cette étude peuvent être techniquement fonctionnelles jusqu'à une température maximale de 200 °C. Afin d'assurer que les jauges collées sur le TRC soient en bon état opérationnel, le niveau de température de 120°C a été sélectionné pour l'essai de vérification de la mesure du capteur laser sur le TRC. Dans cette partie, les jauges de déformations sont collées sur les deux faces opposées de l'éprouvette par une colle spécifique (GA-61) qui résiste à haute température et sont ensuite protégées par une couche mince de protection en silicone (M-COAT C). L'éprouvette TRC est initialement soumise à un chargement thermique jusqu'à 120 °C avec une vitesse de 4 °C/minute. Ensuite une force de traction est appliquée à l'éprouvette d'une manière monotone, en imposant un déplacement de

vitesse de 1 mm/min, jusqu'à la rupture. Les résultats obtenus, présentés dans la Figure III-10 b, montrent les courbes représentant la contrainte de traction en fonction de la déformation axiale de l'éprouvette mesurée par le capteur laser et celle représentant la valeur moyenne de déformation obtenue par les deux jauges de déformation. Ces résultats confirment la pertinence de la procédure de mesure de la déformation de l'éprouvette TRC sur la face latérale à l'aide du capteur laser.

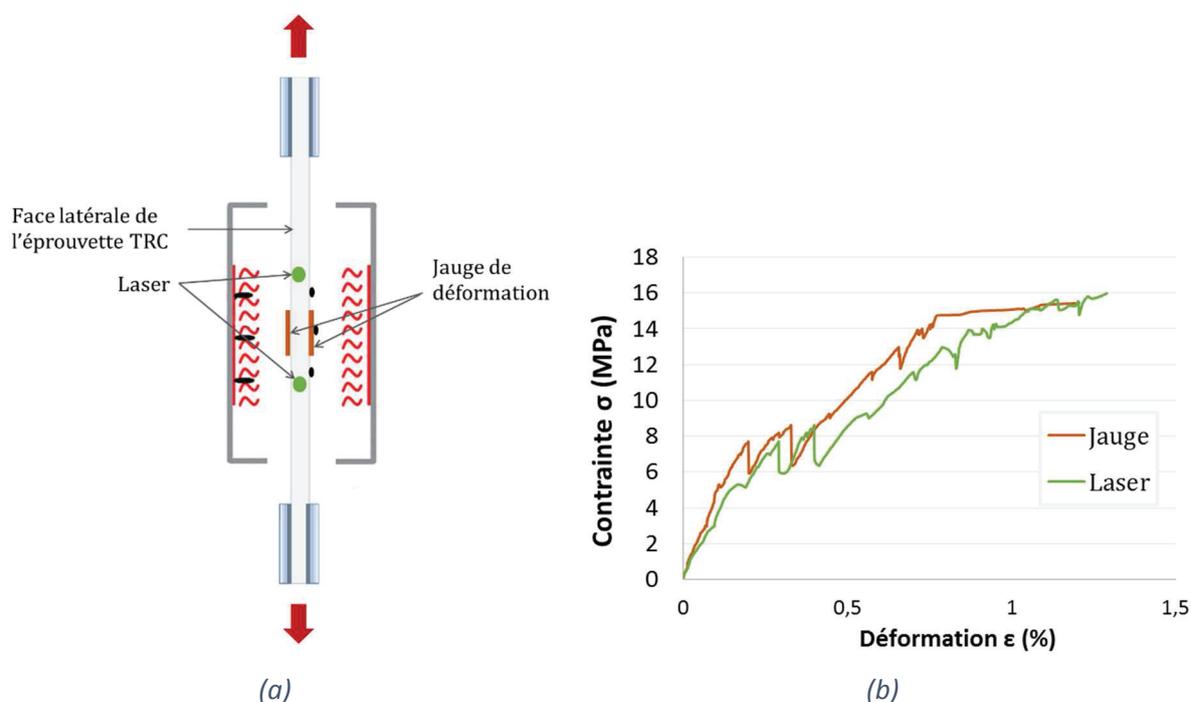


Figure III-10 : Mesure de la déformation par le capteur laser et par jauges de déformation sur une éprouvette de TRC à 120°C; (a) Schémas de mesure, (b) Résultats de mesure

III.3 EVALUATION DE LA FISSURATION PAR LA TECHNIQUE DE MESURE DE CHAMPS PAR CORRELATION D'IMAGES

Une analyse de la fissuration est menée en s'appuyant sur la technique de la mesure de champs par corrélation d'images.

La mesure de champs par corrélation d'images permet d'obtenir l'évolution du champ de déplacement et de ce fait des champs de déformation d'une face d'éprouvette plane tout au long de l'évolution du chargement mécanique. La précision de cette mesure dépend de la résolution de caméra et du logiciel utilisé ainsi que de la qualité du mouchetis, de l'éclairage et de la dimension de la surface à corréler.

Au cours de ce travail, un appareil photo de résolution 1600 x 1200 pixels, une lampe de haute puissance et le logiciel de corrélation d'images ICASOFT-LaMCoS ont été utilisés. Un motif moucheté de peinture noire et blanche a été pulvérisé sur la surface de l'échantillon (Figure III-11). La corrélation a été réalisée sur la face la plus lisse de l'éprouvette. Une image de référence est prise avant l'application de la charge mécanique puis un ensemble d'images est pris à une fréquence de 2 Hz jusqu'à la rupture de l'éprouvette (Figure III-12).

Le déplacement des points dans la zone mesurée lors de l'augmentation de la charge peut être observé à partir des images. En conséquence, les taches à la surface de l'échantillon se déplacent à partir de leur emplacement initial. En corrélant l'information provenant des deux images, à l'aide du logiciel ICASOFT, on peut estimer le déplacement de différents points de l'image initiale vers l'image finale et enfin l'obtention du champ de déplacement de toute la zone corrélée (Figure III-13). La mesure du déplacement le long de l'axe en fonction de la charge de traction permet de tracer le graphique représentant le déplacement en fonction de la position sur l'axe longitudinal pour chaque image (Figure III-14 a) où chaque image dans ce cas correspond à un niveau de chargement déterminé. Enfin, la distance entre les fissures et leur ouverture en fonction du chargement peuvent être identifiées comme le montre la Figure III-14 b).



Figure III-11: L'éprouvette TRC (a) avant et (b) après l'application de mouchetis

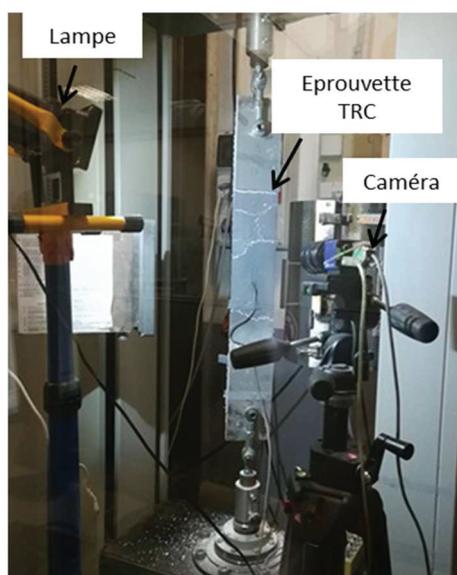


Figure III-12: Montage de la corrélation d'image

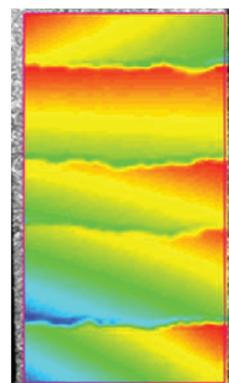


Figure III-13: Champ de déplacement de la zone étudié

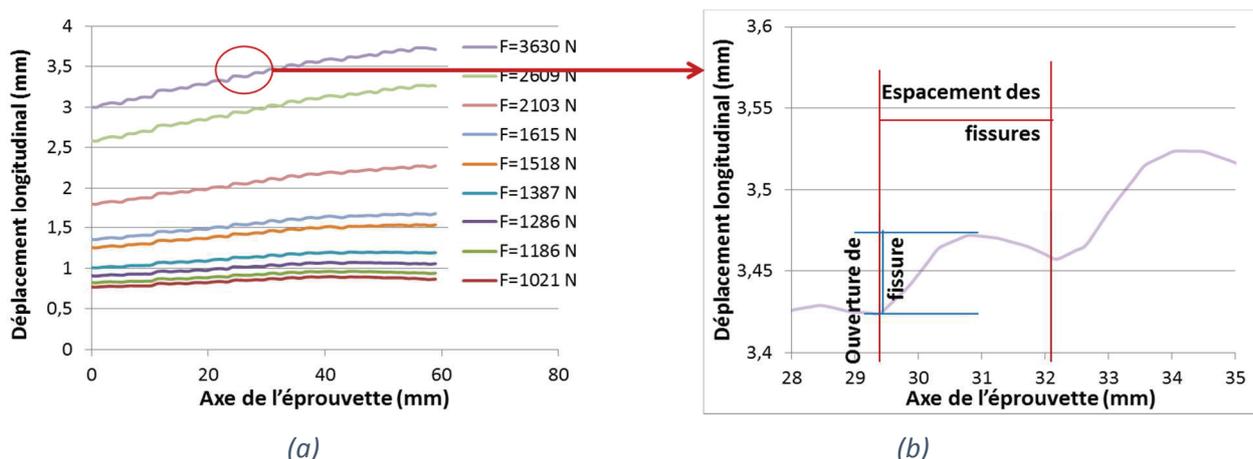


Figure III-14 : (a) Courbes du déplacement longitudinal pour différents niveaux de charge ; (b) mesure de l'espacement et ouverture des fissures le long de la zone étudiée pour une charge donnée

III.4 PROCEDURE D'ESSAIS EN TEMPERATURE

Dans le but de déterminer le comportement thermomécanique des matériaux composites à différentes températures, plusieurs régimes de chargement thermique et mécanique ont été retenus : Le régime thermomécanique à température constante (TMTC), le régime thermomécanique résiduel (TMR) et le régime thermomécanique à force constante (TMFC).

Les résultats expérimentaux du comportement thermomécanique du composite TRC selon les régimes TMTC et TMR sont présentés par des courbes « contrainte-déformation ». Alors que pour le régime thermomécanique à force constante (TMFC) seule la température de rupture à un chargement mécanique donné est présentée.

III.4.1 Régime Thermomécanique à Température Constante (TMTC)

Suivant le régime TMTC, le comportement d'un composite TRC peut être déterminé à différentes températures. Dans ce régime, des essais de la tenue mécanique à une température constante ont été faits (Figure III-15). La température augmente jusqu'à celle souhaitée (température cible), la vitesse d'augmentation de cette température dépend de la température cible pour chaque essai (voir Tableau III-1). Cette température est maintenue constante pour la suite de l'essai. Une durée d'attente qui varie entre 0 et 1 h avant l'activation de la charge mécanique est appliquée. Le laser ne peut pas détecter le déplacement du matériau en présence de la vapeur d'eau ou de fumée autour de l'éprouvette. Pour cela, la durée d'attente est choisie en fonction de type de composite TRC testé. Une durée de 0 h est choisie pour les matériaux qui ne présentent pas de vapeur d'eau ou de fumée lorsque la température atteint la température cible, et une durée de 1h est appliquée dans le cas contraire. Ensuite une force quasi-statique de traction uniaxiale est appliquée à l'éprouvette d'une manière monotone en imposant un déplacement de vitesse de 1 mm/minute, jusqu'à la rupture.

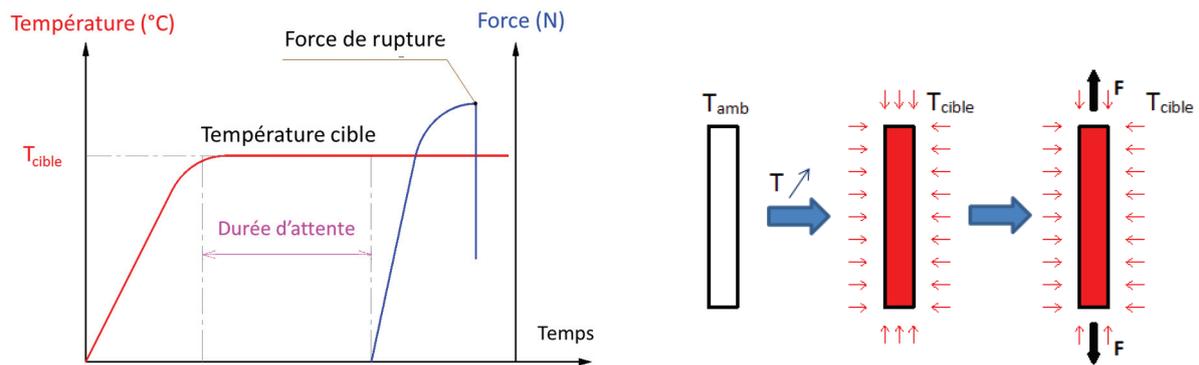


Figure III-15 : Régime thermomécanique à température constante (TMTC)

III.4.2 Régime Thermomécanique Résiduel (TMR)

Dans le but d'examiner les caractéristiques mécaniques résiduelles ainsi que l'effet du refroidissement des matériaux TRC après exposition à une température choisie, la sollicitation thermomécanique résiduelle (TMR) comme montrée dans la Figure III-16 peut être utilisée. Les éprouvettes sont chauffées de la même manière que le régime thermomécanique à température constante (TMTC). Une durée d'attente est appliquée sur les éprouvettes de TRC soumises à ce régime TMR. Les éprouvettes sont ensuite naturellement refroidies (refroidissement non contrôlé), laissées dans le four éteint pendant au moins 15 h à température ambiante. Enfin la charge mécanique est appliquée jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

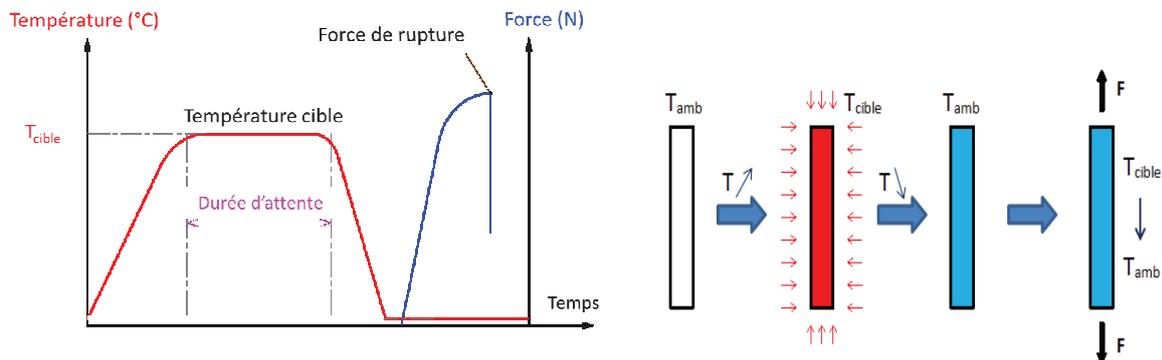


Figure III-16 : Régime Thermomécanique Résiduel (TMR)

III.4.3. Régime thermomécanique à force constante (TMFC)

Le régime thermomécanique à force constante TMFC traduit l'état réel d'un matériau soumis à un chargement mécanique (ou une force) puis thermique notamment dans le cas d'un incendie. Selon ce régime, les éprouvettes sont initialement accrochées aux deux extrémités et ensuite soumises à une force de traction uniaxiale (Figure III-17). Cette charge mécanique est assurée par le déplacement de la traverse de la machine avec une vitesse de 1 mm/minute. Plusieurs niveaux de charge ciblés sont choisis à partir de la charge maximale du composite TRC obtenue à 25 °C (10% σ_{UTS} (25 °C), 30 % σ_{UTS} (25 °C), 50% σ_{UTS} (25 °C) et 70% σ_{UTS} (25 °C)). La charge mécanique cible reste ensuite constante au cours de l'essai. Après, la température augmente au maximum que le TRC peut résister avec une vitesse de 30 °C/minute. La température de rupture est déterminée au moment où la charge mécanique présente soudainement une chute significative.

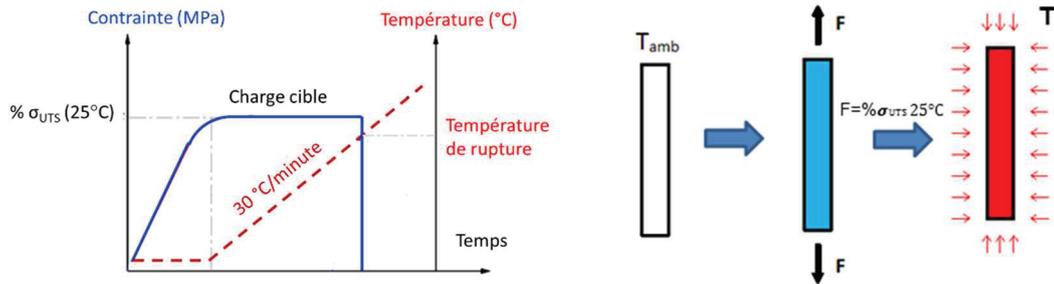


Figure III-17 : Régime thermomécanique à force constante (TMFC)

III.4.4 Exploitation des essais

L'exploitation des résultats issus des essais thermomécaniques de la littérature se résume souvent à la contrainte ultime des TRC aux différentes températures parfois assortie du taux de travail du renfort au regard de la résistance du composite. Dans cette thèse, il a été choisi de développer une méthodologie permettant de tendre vers une exploitation plus fine de la loi de comportement des TRC. Cette méthodologie permettra notamment d'avoir un jeu de données mobilisable dans la modélisation du comportement du composite ainsi que pour l'analyse et le dimensionnement d'éléments de structure et aussi de proposer une confrontation étendue des différentes structurations de TRC lors de leur étude paramétrique.

Comme décrit par de nombreux auteurs cités dans la bibliographie, le comportement d'un TRC est approché par une loi multilinéaire. Les courbes « contrainte-déformation » obtenues avec les composites TRC présentent plusieurs phases. Elles peuvent être formées de trois phases, deux phases ou même une seule phase, selon la température cible d'essai. La Figure III-18 présente les trois types de comportement de TRC qui peuvent être obtenus après un essai thermomécanique. Les paramètres caractéristiques de chaque TRC à chaque température peuvent ainsi être déterminés comme le montre la Figure III-18.

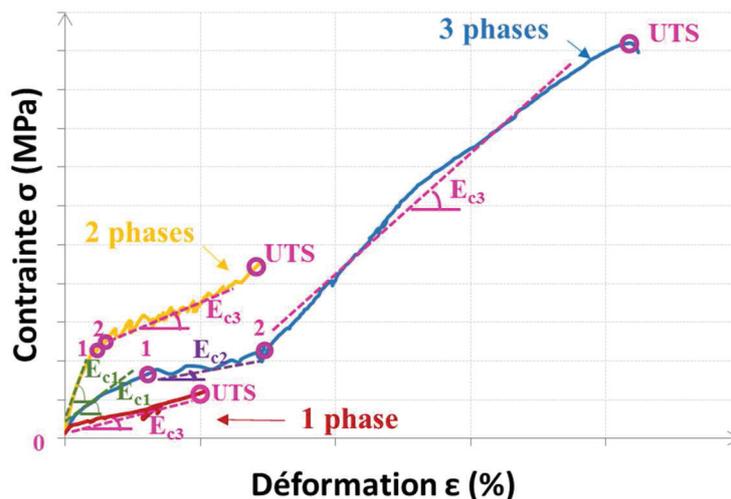


Figure III-18 : Identification des paramètres caractéristiques du composite aux différentes températures

En général le comportement tri-linéaire où la courbe « contrainte-déformation » présentant 3 phases est obtenu à de basses températures (25 °C - 300 °C). La première phase du

comportement [0-1] est parfaitement linéaire et représente le comportement élastique non macro-fissuré du composite, la deuxième phase [1-2] constitue la zone d'amorçage et de propagation des fissures à laquelle est imputée la réduction de la rigidité du composite, et la troisième phase [2-UTS] représente essentiellement le comportement du textile dans le composite et se termine au point correspondant à la contrainte maximale.

Ce qui différencie le comportement tri-linéaire du comportement bi-linéaire (2 phases) est la disparition de la deuxième phase correspondante à la fissuration. Cette courbe peut représenter le comportement d'un TRC ayant une adhérence entre fibre et matrice presque parfaite qui fissure difficilement, ou un TRC qui est chauffé à une température moyenne (300 °C - 500 °C). Par contre le comportement du TRC formé d'une seule phase correspond à un TRC très fragile, chauffé à des températures élevées (> 600 °C).

La notation utilisée est détaillée ci-dessous:

- **Point 0**: définit le début de la courbe "contrainte-déformation"

- **Point 1**: définit la fin de la phase 1 et le début de la macro-fissuration

σ_1 : contrainte correspondante au début de la phase de fissuration du composite

E_{c1} : la rigidité initiale du composite avant la fissuration (définie comme la pente entre le point 0 et le point 1 de la première phase de la courbe "contrainte-déformation")

ϵ_1 : la déformation à la fin de la première phase

- **Point 2**: définit la fin de la phase de fissuration et le début de la phase 3

σ_2 : niveau de contrainte du composite correspondant au point 2

E_{c2} : rigidité de la phase de fissuration (définie comme la pente entre le point 1 et le point 2)

ϵ_2 : la déformation à la fin de la deuxième phase

- **Point UTS**: représente le point de rupture du composite

σ_{UTS} : niveau de contrainte de rupture du composite correspondant au point UTS

E_{c3} : rigidité de la troisième phase (ou rigidité du composite post-fissuré)

ϵ_{UTS} : la déformation maximale que le composite peut subir juste avant la rupture

La valeur de la contrainte est déterminée selon la formule $\sigma = F/S$ avec S la surface de section de l'éprouvette et F la force appliquée. Or le procédé de stratification ne permet pas de fixer le pourcentage volumique de fibres (V_f), ni l'épaisseur du composite, qui peuvent varier significativement d'un opérateur à un autre et même au sein d'une plaque composite dû au relief de surface. De ce fait les propriétés physiques nominales des composites fluctuent également. Cette variabilité des propriétés est problématique dans le dimensionnement de composite nécessaire au renforcement, ou pour comparer les différents composites entre eux.

Afin de s'affranchir de la variation d'épaisseur et du dimensionnement de renfort, les propriétés nettes calculées à partir de la section des fibres S_f de renfort dans la même direction de chargement sont aussi prises en compte ($\sigma_{nette} = F/S_f$, E_{nette} obtenue par la pente finale de la courbe « $\sigma_{nette} - \epsilon$ »).

La surface de la section de l'éprouvette est calculée selon la formule $S = l \times e$ avec l la largeur de l'éprouvette et e l'épaisseur de l'éprouvette. Alors que la section des fibres de renfort dans la même direction de chargement est déterminée selon la formule $S_f = n_{fils} \times n_f \times s'$; avec n_{fils} le

nombre de fils présents dans la section de l'éprouvette, n_f le nombre de filaments dans un seul fil et s' la surface d'un seul filament (Figure III-19).

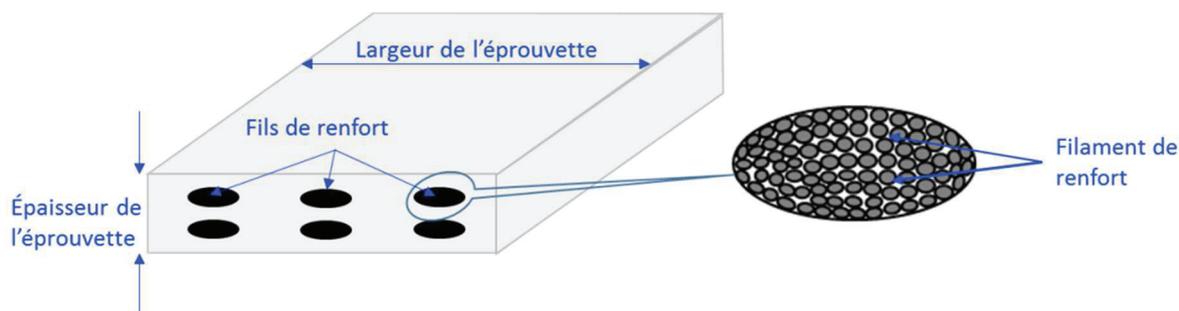


Figure III-19 : Schéma explicatif des sections utilisées pour les calculs de contraintes et modules.

III.5 CONCLUSION

Cette partie de travail définit la démarche suivie pour caractériser le comportement thermomécanique des matériaux composites en fonction de la température.

Le premier niveau de conception consiste à traiter la dépendance de la résistance du TRC en fonction de la température. Le développement des méthodes de caractérisation thermomécanique est donc nécessaire. Une machine thermomécanique munie d'un four a été utilisée et permet de mesurer la déformation axiale de l'éprouvette à l'aide d'un capteur laser sans contact. Plusieurs régimes de chargement thermique et mécanique couplé ont été définis et ont été pris en compte. Une loi de comportement représentée par une courbe « contrainte-déformation » peut ainsi être schématisée ou idéalisée. Elle aide à caractériser les propriétés mécaniques en traction (résistance, rigidité et déformation) des composites TRC étudiés. En plus, une représentation de l'état réel de la tenue au feu du composite a été définie. Elle consiste à déterminer la température de rupture d'un TRC soumis à un chargement quasi-statique monotone de traction uniaxiale. L'identification de l'ouverture et la densité des fissures en fonction du chargement mécanique dans le composite TRC a été effectuée grâce à la technique de corrélation d'image DIC.

CHAPITRE IV. CARACTERISATION THERMOMECHANIQUE DES TRC DE REFERENCE

Ce chapitre représente une étude préliminaire consacrée au développement des TRC résistant à des températures supérieures aux conditions normales. Deux composites TRC fabriqués au laboratoire LMC2 sont caractérisés. Ils se différencient par la nature de la matrice utilisée, mortier « normal » ou mortier feu (réfractaire).

Les objectifs visés dans ce chapitre sont : i) contribuer à la validation des essais de caractérisation, ii) identifier l'influence du refroidissement sur le comportement thermomécanique des composites TRC, iii) identifier l'influence de la nature de la matrice sur le comportement thermomécanique des composites TRC.

IV.1 MATERIAUX EMPLOYES

Cette section présente respectivement les matrices et le renfort textile en verre alkali-résistant (AR) qui ont été employés pour élaborer des TRC de référence.

IV.1.1 Matrices

Dans ce chapitre, on s'intéresse à l'étude de deux différents types de matrice cimentaire : mortier « normal » et mortier feu (réfractaire). Les matrices utilisées sont des mortiers de réparation cimentaires commerciaux qui sont disponibles sous forme de poudres prémélangés [ciment, granulats fins (tailles inférieures à 1 mm pour le mortier « normal » et 2 mm pour le mortier feu), différents adjuvants]. Ils sont généralement utilisés pour réparer et renforcer les membres de structure. Ils ont été préparés en mélangeant de l'eau avec une poudre prémélangée à un rapport eau/poudre (E/P) de 0,18. La rhéologie des matrices cimentaires fraîches (Figure IV-1) et les propriétés des matrices cimentaires durcies après 28 jours (Figure IV-2) ont été identifiées expérimentalement suivant les normes et présentées dans le Tableau IV-1.

Tableau IV-1 : Propriétés du mortier normal et du mortier feu à l'état frais et à l'état durci après 28 jours

Propriétés des mortiers		Mortier normal		Mortier feu	
		Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type
Propriétés physiques du mortier frais	Mesure de l'étalement du mortier frais à la table secousse (cm) (BS EN 413-2, 2005)	14	0.5	20	2
	Mesure de la pénétrabilité à l'aide du plongeur (cm) (BS EN 413-2, 2005)	2	0	2.5	0.5
	Mesure de la maniabilité du mortier soumis à la vibration (s) (NF P15-437, 1987)	28	2	12	0

	Contrôle du volume d'air entrainé (%) (BS EN 413-2, 2005)	12	0	5	0
Propriétés mécaniques du mortier durci	Résistance en compression après 28 jours (BS EN 196-1, 2005)	23.5	2.3	14.5	0.5
	Résistance en traction après 28 jours (par le biais de l'essai de flexion de trois points) (BS EN 196-1, 2005)	4.5	0.13	3.3	0.16

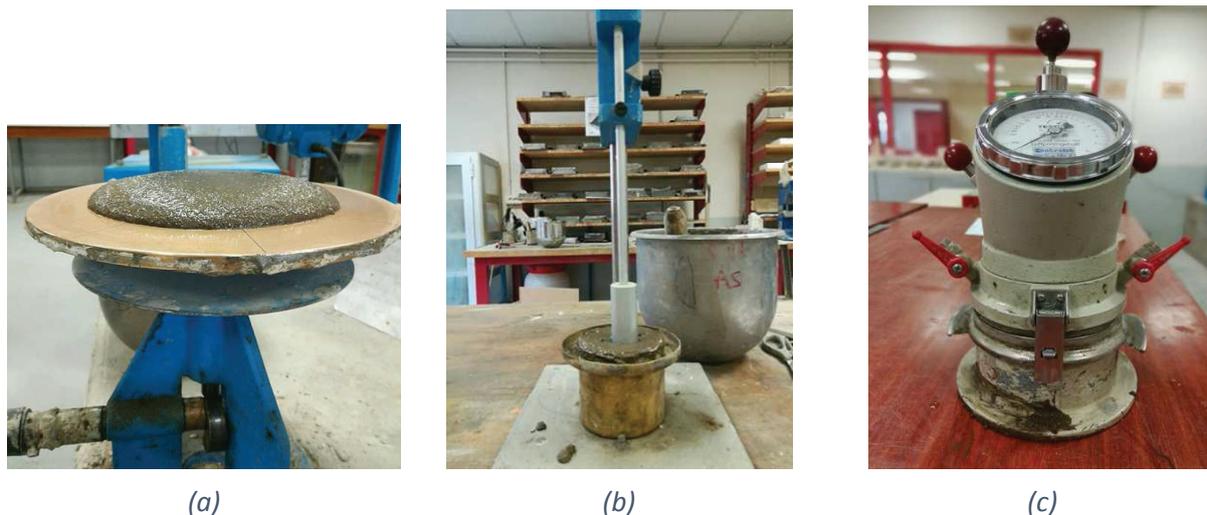


Figure IV-1 : Caractérisation du mortier à l'état frais ; (a) Mesure de l'étalement du mortier frais à la table secousse, (b) Mesure de la pénétrabilité à l'aide du plongeur, (c) Contrôle du volume d'air entrainé



Figure IV-2 : Caractérisation du mortier à l'état durci : (a) essai de flexion 3 points caractérisant la résistance en traction du mortier ; (b) essai caractérisant la résistance en compression du mortier

IV.1.2 Renfort textile en verre alkali-résistant (AR)

Le seul renfort utilisé dans cette famille de TRC est une grille de verre alkali-résistant (G.AR) (Figure IV-3). Ce type de grille est obtenu par la technique de tricotage à maille jetée. Les fils dans les deux sens de la grille ont un poids de 1200 Tex. Chaque fil est constitué de 1600

filaments ayant chacun un diamètre de 19 μm . L'ouverture entre axes des mailles est de 8 x 8 mm, ce qui facilite le passage des fins granulats. Ce type de textile a été choisi en raison de sa bonne résistance au feu (jusqu'à 860 °C) (Green, et al., 2007) et parce que son élongation après exposition à des températures extrêmement élevées est faible (Wallenberger & Brown, 1994). La nature AR du textile de verre présente également une excellente capacité (par rapport au verre E) à résister à la dégradation dans un environnement alcalin. Les autres critères qui ont guidé le choix de ce type de renforcement comprenaient le poids nominal de cette grille verre AR (300 g/m²) et les conditions de mise en œuvre. Le Tableau IV-2 et le Tableau IV-3 suivants présentent respectivement les principales caractéristiques physiques et mécaniques d'un seul filament de verre AR et d'une grille de verre AR à température ambiante.



Figure IV-3 : Grille de verre alkali-résistant (AR)

Tableau IV-2 : Propriétés physiques et mécaniques d'un seul filament de fibre de verre AR

Résistance à la traction (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Température de fusion (°C)	Coefficient de poisson	Coefficient de dilatation thermique	Densité (kg/dm ³)
1000 ÷ 1700	74 ÷ 76	1.8	860	0.25	$7.9 \cdot 10^{-6}$	2.6

Tableau IV-3 : Propriétés mécaniques de la grille de verre AR

Référence	Résistance à la traction		Allongement	
	Sens chaîne	Sens trame	Sens chaîne	Sens trame
Grille rovings AR	25 kN/m	25 kN/m	< 3 %	< 3 %

IV.2 EPROUVETTES DE TRC

Deux types de composites textile-mortier sont élaborés, 3G.AR et 3G.AR.Feu. Le premier composite (3G.AR) est formé du mortier normal alors que le deuxième (3G.AR.Feu) est formé du mortier Feu. Les deux composites TRC sont renforcés par trois couches de grille verre AR. Ces composites sont fabriqués manuellement par moulage au contact (Figure IV-4 a). Cette technique consiste à appliquer successivement une couche de mortier puis une couche de renfort. Le mortier est mis en œuvre à la truelle en fond de moule en bois afin d'obtenir une plaque, puis le renfort est enrobé au sein du mortier. De multiples passages de la truelle sont effectués afin d'éliminer toute inclusion d'air et d'assurer une meilleure pénétration du renfort

textile. Des couches supplémentaires de mortier et de renfort sont appliquées de la même façon (Figure IV-4 b). Afin de limiter le phénomène de retrait en surface du composite, un film plastique (polyane) couvre la plaque de composite fabriquée (Figure IV-4 c) en prenant soin d'éviter la formation de bulles d'air. Les plaques sont démoulées 7 jours après leur mise en œuvre. Après 28 jours les éprouvettes 3G.AR et 3G.AR.Feu sont préparés pour être testés (cf. III.1).

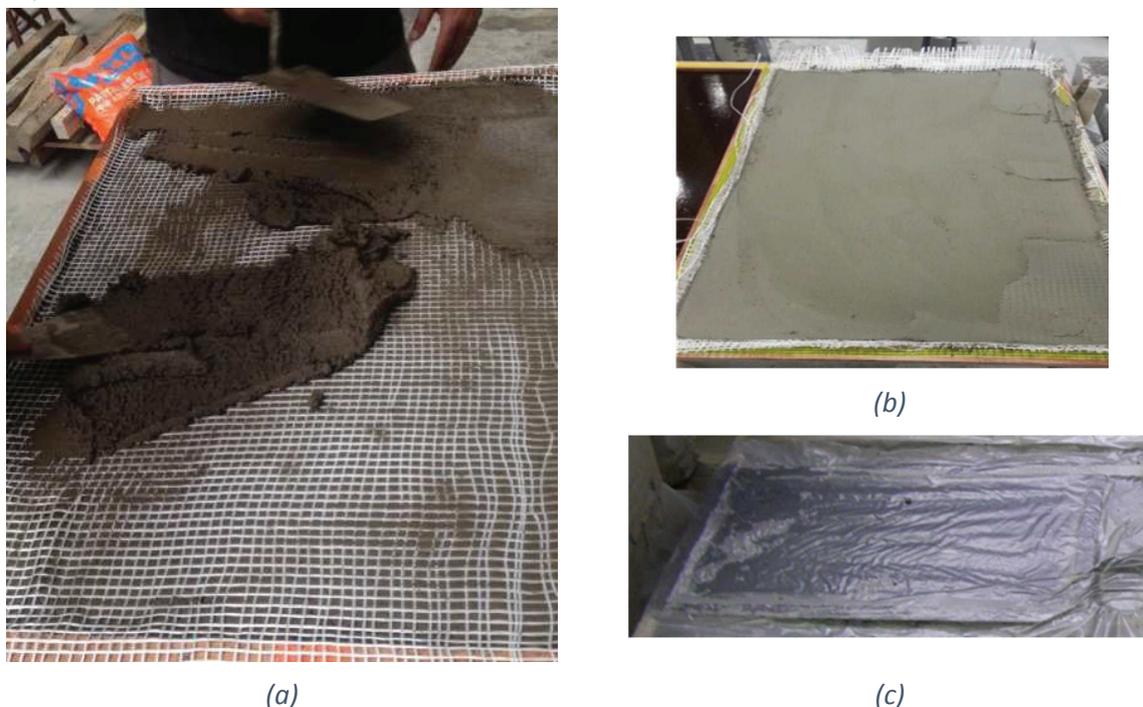


Figure IV-4. Illustration de la mise en œuvre d'une plaque de composite ; (a) moulage au contact ; (b) La plaque du composite comportant 3 couches de textile ; (c) cure du composite sous un film plastique (polyane) dans l'air ambiant au laboratoire.

IV.3 CARACTERISATION DES COMPOSITES 3G.AR ET 3G.AR.FEU

Dans un premier temps, l'effet du refroidissement est examiné sur le composite 3G.AR. Le comportement thermomécanique à température constante (TMTC) et le comportement thermomécanique résiduel (TMR) ont été identifiés aux différents niveaux de température (25 °C, 75 °C, 150 °C, 300 °C, 400 °C et 600 °C) et comparés entre eux. Ensuite le comportement thermomécanique à température constante (TMTC) des deux composites 3G.AR et 3G.AR.Feu a été comparé aux mêmes niveaux de température cités avant. Cette comparaison permet d'identifier l'effet de la nature de la matrice sur le comportement thermomécanique du composite.

IV.3.1 Effet du refroidissement

Dans la littérature, la plupart des études ont été menées sur le comportement thermomécanique résiduel du TRC après exposition à un processus de chauffage/refroidissement. Quelques études expérimentales concernant l'effet de la charge thermomécanique simultanée ont été également réalisées. Cependant, il n'y a pas eu, à notre connaissance, d'études montrant une comparaison entre le comportement thermomécanique à chaud et celui résiduel du TRC.

Dans ce contexte, une comparaison entre le comportement thermomécanique couplé et le comportement résiduel du composite 3G.AR a été effectuée. Les deux régimes de chargement thermomécanique suivis dans cette partie sont le régime thermomécanique à température constante (TMTC) (cf. III.4.1) et le régime thermomécanique résiduel (TMR) (cf. III.4.2). Une heure d'exposition à la température cible a été choisie pour ces deux régimes de chargement. Le Tableau IV-4 suivant présente les essais effectués sur le composite 3G.AR.

Tableau IV-4 : Essais effectués sur le composite 3G.AR ; e, l, L : épaisseur, largeur, longueur d'éprouvette.

Référence de TRC(*)	Dimensions des éprouvettes (mm)	Température d'essai (°C)	Vitesse de chargement thermique (°C/minute)	Durée d'exposition (heure)	Régime thermo-mécanique	Nombre d'essais
3G.AR-TMTC-25°C-1÷2	e=9 (±1) l=45(±1) L=700 (±10)	25	0	/	/	2
3G.AR-TMTC-75°C-1÷3		75	2,5	1	TMTC	3
3G.AR-TMTC-150°C-1÷3		150	5	1	TMTC	3
3G.AR-TMTC-300°C-1÷2		300	10	1	TMTC	2
3G.AR-TMTC-400°C-1÷2		400	13	1	TMTC	2
3G.AR-TMTC-600°C-1÷2		600	20	1	TMTC	2
3G.AR-TMR-75°C-1÷2		75	2,5	1	TMR	2
3G.AR-TMR-150°C-1÷4		150	5	1	TMR	4
3G.AR-TMR-300°C-1÷4		300	10	1	TMR	4
3G.AR-TMR-400°C-1÷2		400	13	1	TMR	2
3G.AR-TMR-600°C-1÷2		600	20	1	TMR	2

(*) Signification des références de TRC: 3G.AR -X-T(°C)-I ÷i avec 3G.AR : nom du TRC; X = TMTC ou TMR: régime testé- T(°C) : température de l'essai; i: numéro de l'éprouvette testée dans la même condition.

i. Comportement global de 3G.AR aux différents régimes TMTC et TMR

Le comportement thermomécanique du composite 3G.AR pour chaque niveau de température se traduit par des courbes contrainte-déformation. La Figure IV-5 montre les résultats expérimentaux pour les deux régimes suivis TMTC et TMR aux températures variant de 25 °C à 600 °C. Une seule courbe représentative, compte tenue de la faible dispersion obtenue, présentant le comportement à chaque température pour chaque régime est choisie à partir des

différents essais réalisés dans les mêmes conditions et sur différents échantillons du composite 3G.AR.

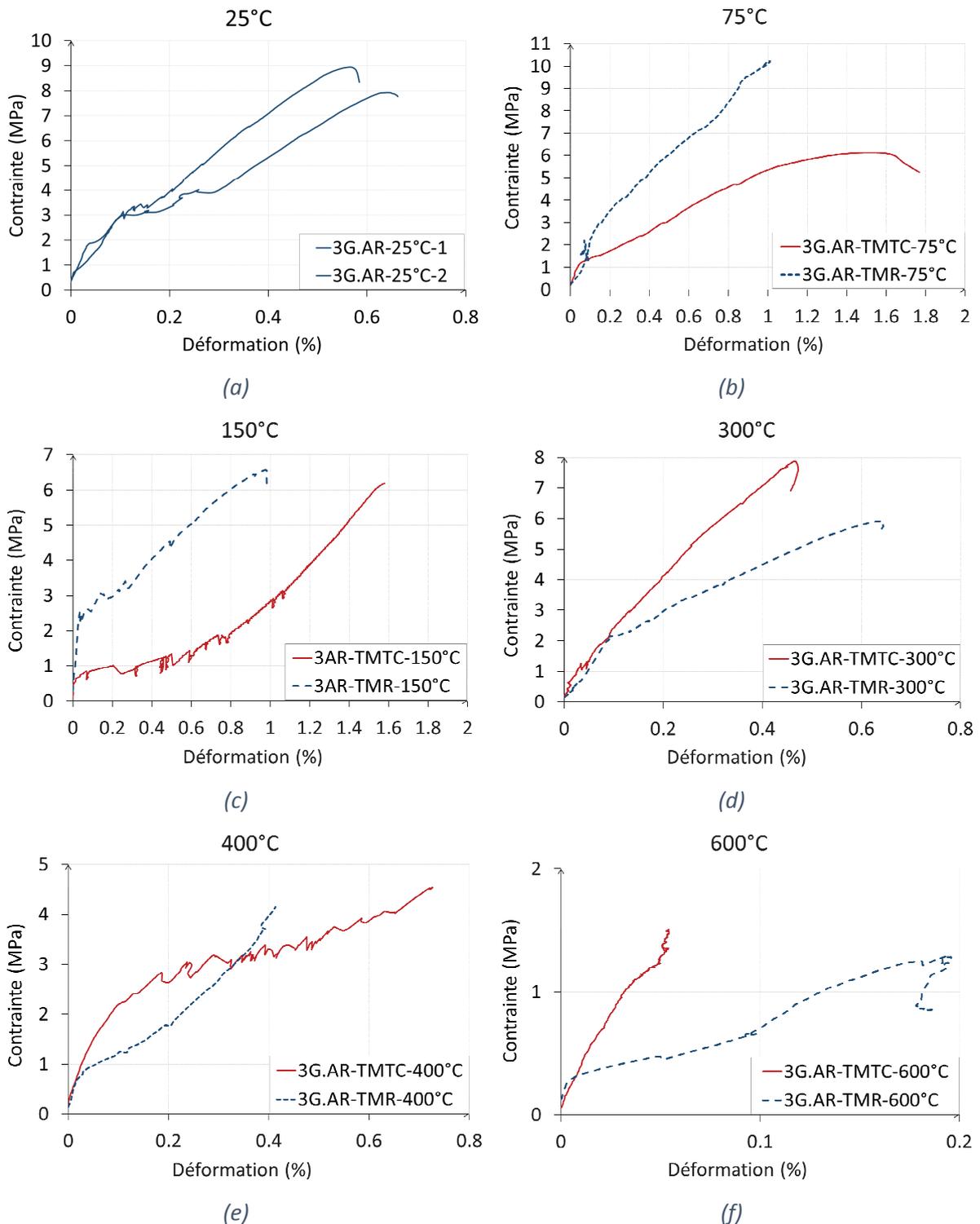


Figure IV-5 : Comportement thermomécanique à température constante (TMTc) et comportement thermomécanique résiduel TMR du composite 3G.AR à (a) 25°C, (b) 75°C, (c) 150°C, (d) 300°C, (e) 400°C et (f) 600°C

Le comportement du composite 3G.AR étudié est fortement affecté par le traitement thermique avant un essai de traction. Il est observé que le comportement varie significativement en fonction du régime suivi lorsque la température cible passe de 75 °C à 300 °C. Pour les niveaux de température de 75 °C et 150 °C, le comportement résiduel, obtenu par le régime TMR, est mieux que celui obtenu par le régime TMTC (Figure IV-5 b, c). Alors qu'à partir de 300 °C, comme le montre la Figure IV-5 d, le comportement de TRC varie très peu entre les deux régimes suivis, même il est mieux en régime thermomécanique à température constante (TMTC) qu'en régime thermomécanique résiduel (TMR).

La variation des contraintes, des rigidités et des déformations de 3G.AR en fonction de la température des deux régimes TMTC et TMR sont présentés en détails dans la partie suivante (cf. IV.3.1ii).

ii. Evolution des propriétés mécaniques de 3G.AR en fonction de la température suivant les 2 régimes TMTC et TMR

Afin de pouvoir comparer les deux régimes appliqués sur 3G.AR, la variation de la contrainte correspondante à la première fissure σ_1 et de la contrainte ultime σ_{UTS} , des rigidités de la première zone E_{c1} et de la troisième zone E_{c3} ainsi que la déformation ultime ϵ_{UTS} en fonction de la température sont déterminées. Ces paramètres caractérisant le comportement de TRC sont définis à partir des courbes « contrainte-déformation » idéalisées pour chaque régime (cf. III.4.4).

a) Variation de σ_1 et E_{c1}

L'évolution de la contrainte correspondante à l'apparition des fissures σ_1 et de la rigidité de la première phase de la courbe E_{c1} en fonction des niveaux de température cible allant de 20 °C à 600 °C sont respectivement représentés dans la Figure IV-6 et la Figure IV-7.

L'effet bénéfique du refroidissement est bien montré dans ces deux figures, la contrainte σ_1 ainsi que la rigidité E_{c1} sont plus élevées lorsque 3G.AR est soumis à un chargement thermomécanique résiduel TMR.

L'évolution de σ_1 est opposée en cas des régimes TMTC et TMR (Figure IV-6). Entre 25 °C et 150 °C, la contrainte σ_1 mesurée en TMR reste presque constante, alors qu'elle diminue brusquement dans le cas du régime TMTC. Entre 150 °C et 300 °C, σ_1 commence à diminuer avec le régime TMR et augmente légèrement avec le régime TMTC tout en restant supérieur en TMR qu'en TMTC.

La Figure IV-7 montre que l'évolution de la rigidité initiale, E_{c1} , du composite 3G.AR est similaire dans les deux régimes de chargement. Elle diminue entre 25 °C et 75 °C puis augmente entre 75 °C et 150 °C avant de baisser de nouveau entre 150 °C et 300 °C. Par contre, l'augmentation de la rigidité E_{c1} résiduelle (TMR) entre 75 °C et 150 °C est presque le double de celle mesurée en TMTC.

A partir de 300 °C le refroidissement n'a plus d'effet. A des températures élevées, la matrice est significativement endommagée et la courbe est presque linéaire, et par conséquent, il est difficile de déterminer σ_1 et E_{c1} à 600 °C.

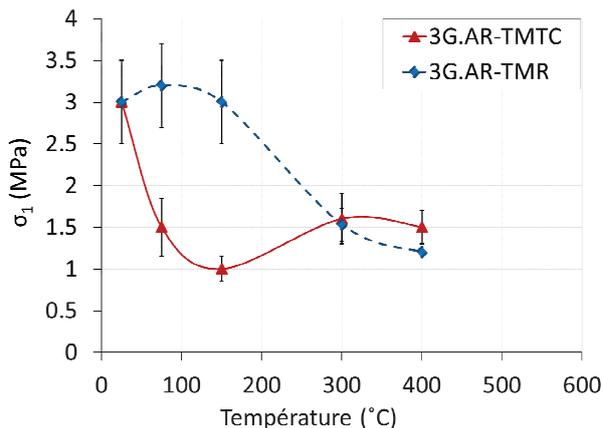


Figure IV-6 : Evolution de la contrainte σ_1 correspondante à l'apparition des fissures pour les régimes TMTC et TMR

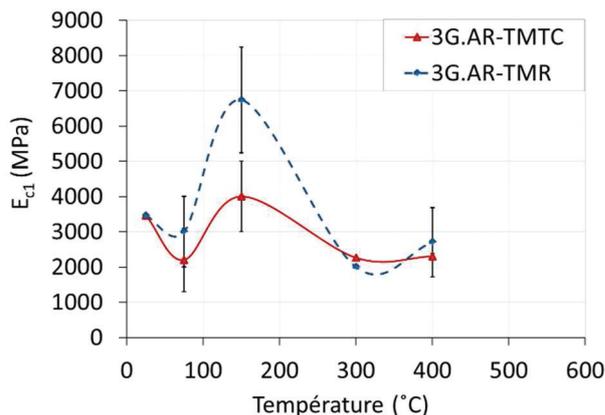


Figure IV-7: Evolution de la rigidité E_{c1} correspondante à la 1^{ère} phase du comportement pour les régimes TMTC et TMR

b) Variation de σ_{UTS} , E_{c3} et ϵ_{UTS}

De même l'influence positive du préchauffage/refroidissement, à 75 °C et à 150 °C, du composite 3G.AR sur la contrainte maximale σ_{UTS} et la déformation axiale maximale ϵ_{UTS} ainsi que la rigidité de la troisième phase de la courbe « contrainte-déformation » E_{c3} est clairement perceptible pour les essais résiduels (TMR) dans la Figure IV-8.

Pour les niveaux de température cibles allant de 150 °C à 300 °C, la contrainte σ_{UTS} du composite 3G.AR diminue rapidement en TMR et augmente légèrement en TMTC (Figure IV-8 a). Alors que la rigidité E_{c3} mesurée suivant les deux régimes augmente jusqu'à ce que la température atteigne 300 °C (Figure IV-8 b). A 400 °C, la contrainte σ_{UTS} mesurée en TMTC rejoint celle mesurée en TMR et aucune influence de refroidissement n'est notée pour la contrainte ultime au-delà de 400 °C. Quant à la rigidité E_{c3} , après chauffage à 400 °C puis refroidissement (TMR), un gain de rigidité E_{c3} est marqué avant qu'elle rejoigne de nouveau la rigidité E_{c3} mesurée en TMTC à 600 °C.

De plus, cette étude montre que pour les mêmes niveaux de température cible (allant de 25 °C à 150 °C), la déformation finale du composite 3G.AR, obtenue par TMTC, est significativement supérieure à celle du 3G.AR préchauffé/refroidi à 150 °C (le rapport entre ces déformations axiales ultimes est d'environ 2 fois) (Figure IV-8 c). La différence entre les déformations ultimes du composite 3G.AR, obtenues par les deux régimes de chargement étudiées, diminue progressivement lorsque le niveau de température cible augmente de 150 °C à 600 °C.

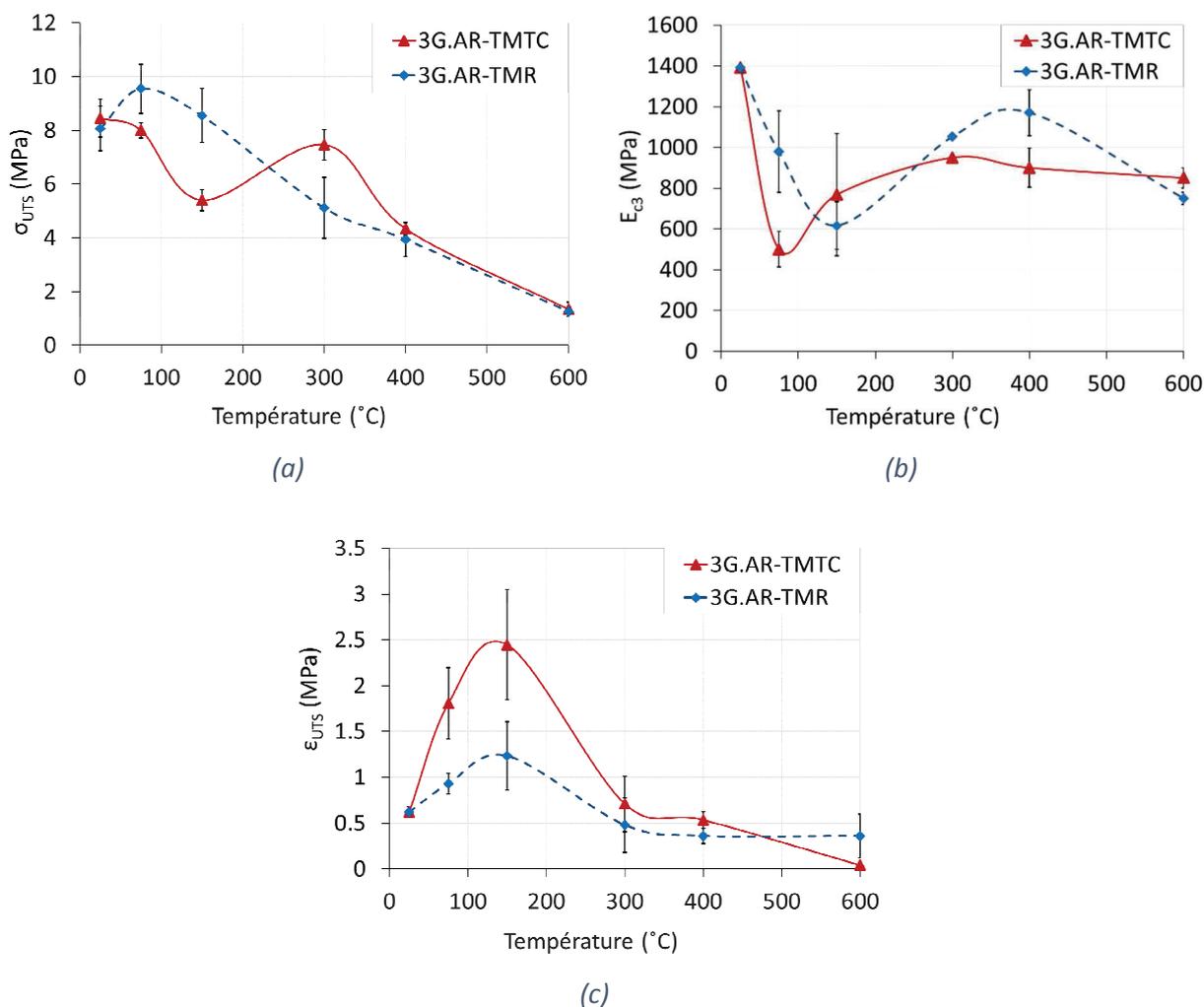


Figure IV-8 : Evolution de (a) contrainte ultime σ_{UTS} , (b) rigidité E_{c3} de la 3^{ème} phase du comportement, (c) de la déformation ultime ϵ_{UTS} ; de 3G.AR pour les régimes TMT et TMR

Cette étude montre clairement que, pour des températures cibles inférieures à 400 °C, le comportement thermomécanique à température constante du composite TRC étudié est significativement différent de son comportement résiduel. Au-dessus de ce niveau de température (400 °C), le comportement thermomécanique à température constante du composite TRC étudié semble être similaire à son comportement résiduel.

iii. Mode de rupture

Les observations postérieures aux essais (Figure IV-9) montrent que la rupture des éprouvettes du composite 3G.AR se produit au milieu de l'échantillon aux différents niveaux de température et pour les différents régimes de chargement sauf à 25 °C pour laquelle la rupture se produit à proximité du talon. Les modes de rupture apparaissent avec une fissure macro visible et plus de microfissures, les fissures sont presque perpendiculaires à l'axe de l'éprouvette ou à la direction du chargement. Pour le composite 3G.AR testé suivant le régime résiduel (TMR) et le régime thermomécanique TMT à 75 °C, 300 °C et 400 °C, une macro fissure qui représente la ligne de rupture est produite. Alors que les éprouvettes testées sur d'autres niveaux de température, 150 °C et 600 °C, présentent plusieurs fissures parallèles, plus espacées en régime

thermomécanique à température constante (TMTC) qu'en régime thermomécanique résiduel (TMR).

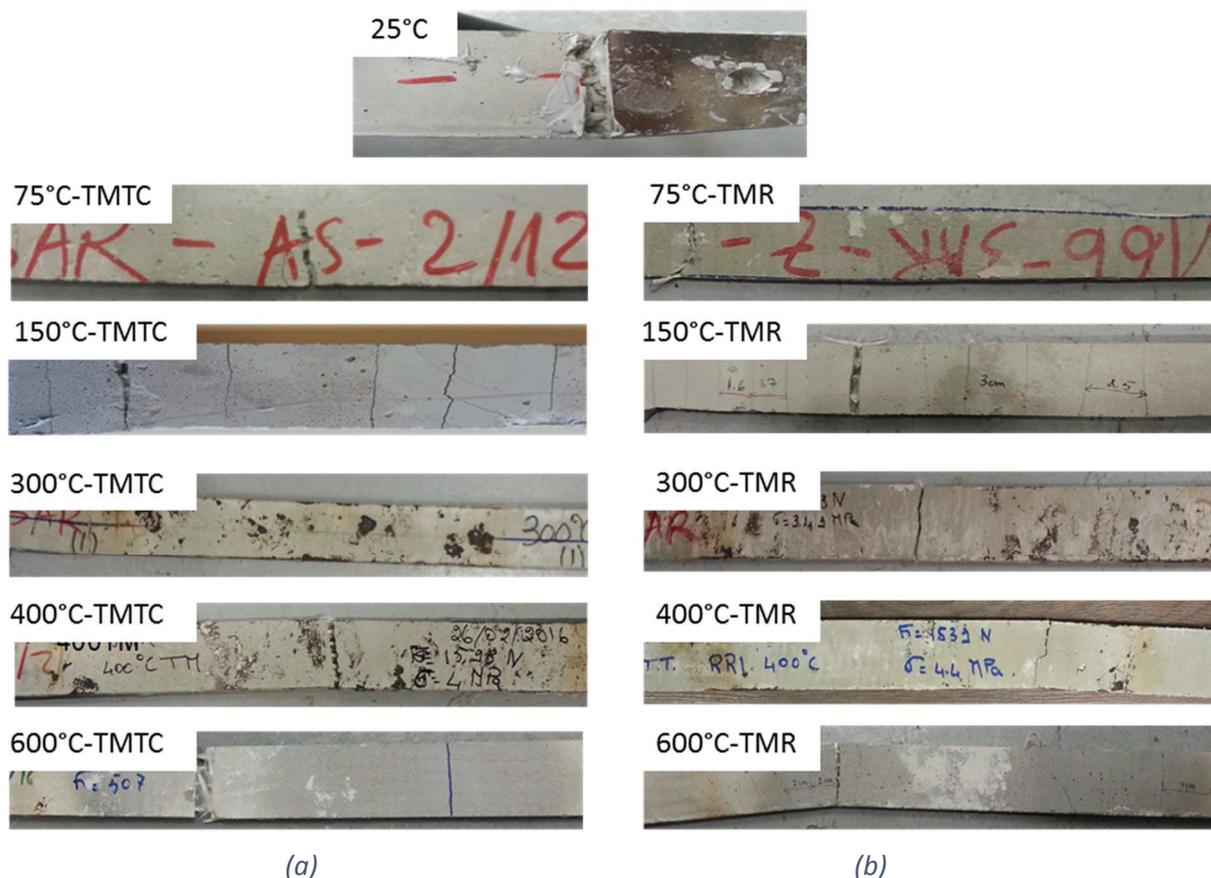


Figure IV-9 : Mode de rupture de 3G.AR dans les deux régimes (a) thermomécanique à température constante (TMTC) et (b) thermomécanique résiduel (TMR)

iv. Evaluation de la fissuration

Pour cette mesure, les éprouvettes du composite 3G.AR ont suivi le régime thermomécanique résiduel (TMR). Elles ont été chauffées au préalable aux niveaux de température désirés (25 °C, 75 °C, 150 °C, 300 °C, 400 °C et 600 °C), puis refroidies avant d'appliquer un mouchetis de peinture noire et blanche. Elles ont ensuite été soumises à l'essai de traction uniaxial suivant la technique de corrélation d'image (DIC) (cf. III.3). Cet essai donne l'évolution de l'ouverture de fissure de chaque éprouvette (préalablement chauffée-refroidie) en fonction du chargement mécanique pour chaque niveau de température. La face de TRC préparée pour cette mesure est celle la plus lisse qui était en contact avec le fond de moule utilisé pour le coulage de TRC.

La Figure IV-10 présente l'ouverture de fissure du composite 3G.AR en fonction de la contrainte axiale après le préchauffement aux différents niveaux de température (25 °C, 75 °C, 150 °C, 300 °C, 400 °C et 600 °C). L'ouverture de la fissure du composite 3G.AR préchauffé est faible pour tous les niveaux de température, elle ne dépasse pas 0,42 mm. La première fissure apparaît sur un niveau de chargement σ_1 différent pour chaque température, elle augmente en passant de 25 °C à 150 °C puis diminue pour les températures 400 °C et 600 °C (Figure IV-11). L'ouverture de fissure maximale juste avant la rupture de 3G.AR atteint 0,42 mm pour le niveau de

température préchauffé de 150 °C. La Figure IV-12 montre l'ouverture de fissure maximale du composite 3G.AR préchauffé-refroidi avec la distance moyenne entre les fissures à la charge ultime pour chaque niveau de température variant de 25 °C à 600 °C.

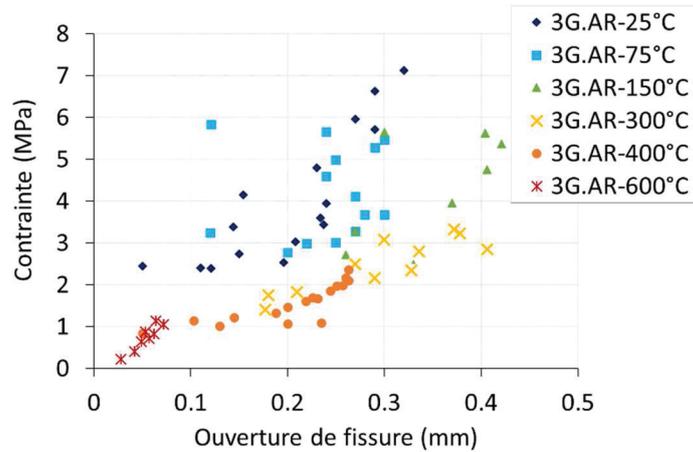


Figure IV-10: Ouverture de fissure de chaque éprouvette (préalablement chauffée-refroidie) en fonction de la charge mécanique et de la température

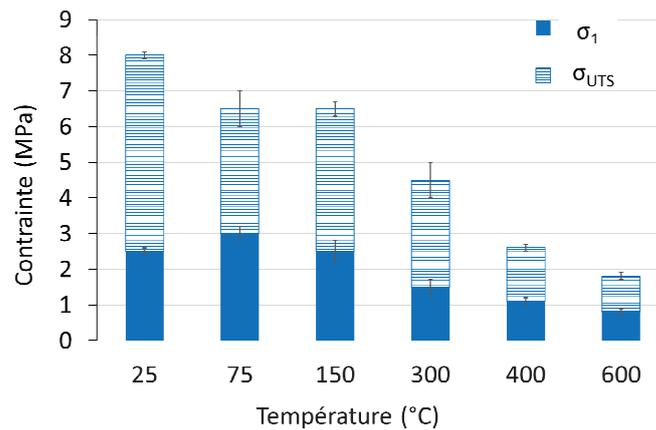


Figure IV-11 : Contrainte de composite 3G.AR (préchauffé-refroidi) correspondante à l'apparition des fissures σ_1 et à la rupture σ_{UTS} en fonction de la température

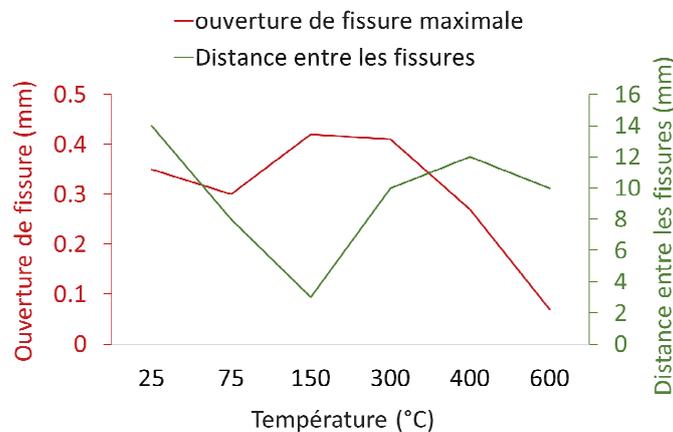


Figure IV-12 : Ouverture de fissure maximale et la distance entre les fissures en fonction de la température pour le composite 3G.AR (préchauffé-refroidi)

v. Analyse des résultats

Les résultats des essais ont montré que le comportement en traction du TRC dépend fortement des conditions de la température appliquée. Un effet positif a été observé pour certaines températures cibles dans les conditions résiduelles. Le préchauffage/refroidissement du TRC jusqu'à 75 °C et 150 °C a généré une influence positive sur les performances mécaniques du TRC tout au long de la courbe « contrainte-déformation ». Ceci était plus prononcé lorsque l'on considérait la résistance à la traction de la première zone de la courbe, la contrainte σ_1 et le module d'élasticité E_{c1} (Figure IV-6 et Figure IV-7) et, en particulier, lorsqu'on observait le schéma de fissuration multiple (Figure IV-9). En particulier, pour la gamme de température de 150 °C testée en régime résiduel TMR, le TRC a montré que les contraintes σ_1 et σ_{UTS} ont presque la même valeur que le TRC testé à température ambiante, ce comportement était le plus explicite. En ce qui concerne la résistance à chaud (du régime TMTC) les contraintes σ_1 et σ_{UTS} mesurées à 150 °C diminuent de 60 % par rapport à celles mesurées à 25 °C. Selon plusieurs études, cette différence entre les deux régimes est due à la variation des propriétés de la matrice et des fibres (Silva, et al., 2014) et (Soro, 2005). La déshydratation des composants de la matrice et le ramollissement de l'ensimage du textile infléchit l'adhérence fibre-matrice. Au cours de refroidissement, l'effet conjugué du retrait irréversible du mortier conduisant à l'augmentation de l'adhérence fibre-matrice, et l'effet d'accrochage généré par le ramollissement de l'ensimage recouvrant les torons des fibres à une température modérée (T=150 °C), conduisent à une meilleure interaction entre les fils du textile et le mortier (Rambo, et al., 2016).

IV.3.2 Effet de la nature de la matrice

Le comportement des deux composites 3G.AR et 3G.AR.Feu est comparé dans cette partie. Ces deux composites se différencient par la nature du mortier utilisé, mortier Normal et mortier Feu. Chaque type du composite a été soumis aux deux régimes de chargement, régime thermomécanique à force constante (TMFC) et régime thermomécanique à température constante (TMTC). Le régime TMFC permet de déterminer la température maximale que le composite peut subir sans rupture quand il est soumis au préalable à un chargement mécanique. L'évolution de certaines propriétés mécaniques est déterminée à partir du régime TMTC.

i. Résultats des essais du régime thermomécanique à température constante (TMTC)

L'influence des différentes températures sur les matériaux composites testés dans cette étude est présentée dans les figures suivantes (Figure IV-13 et Figure IV-14).

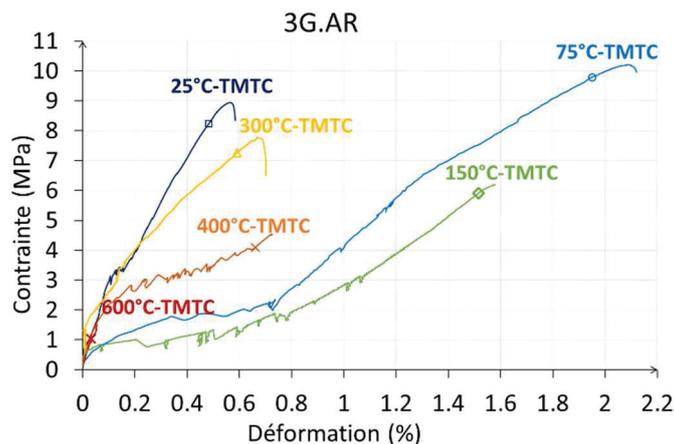


Figure IV-13 : Comportement de 3G.AR soumis au régime thermomécanique à température constante (TMTC)

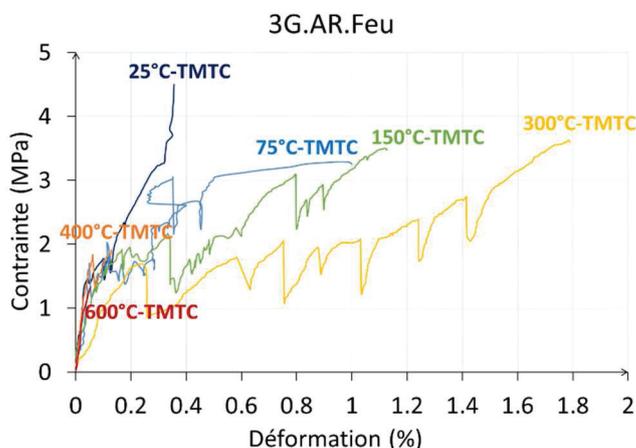


Figure IV-14 : Comportement de 3G.AR.Feu soumis au régime thermomécanique à température constante (TMTC)

Les courbes de « contrainte-déformation » représentant le comportement de 3G.AR (Figure IV-13) à des températures variant de 25 °C à 150 °C montrent 3 phases distinctes. Cependant, à 300 °C et 400 °C, seulement 2 phases sont observées. De plus, à 600 °C, la courbe est quasi-linéaire et une seule phase est représentée. Alors que, les courbes de « contrainte-déformation » de 3G.AR.Feu (Figure IV-14) sont « désordonnées » au sens où elles sont difficilement qualifiables. Ce composite montre presque une pente initiale similaire de la courbe contrainte-déformation à tous les niveaux de température; seules les contraintes ultimes et la rigidité finale changent. À partir de ces courbes, les propriétés mécaniques des deux composites sont identifiées.

L'évolution de la contrainte ultime de traction σ_{UTS} et de la rigidité (E_{c3}) en fonction de la température est présentée respectivement dans la Figure IV-15 et la Figure IV-16 pour les deux composites 3G.AR et 3G.AR.Feu.

Notons que ces deux composites ont presque le même taux de renforcement ($V_f = V_{fibres} / V_{composite} = 2\%$).

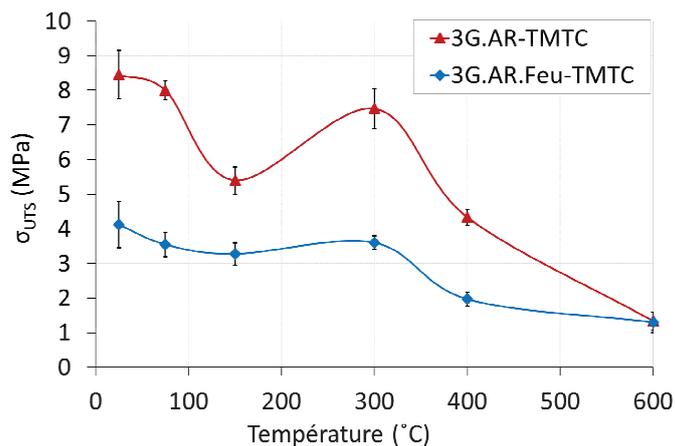


Figure IV-15 : Evolution de la contrainte ultime σ_{UTS} de 3G.AR et 3G.AR.Feu en fonction de la température

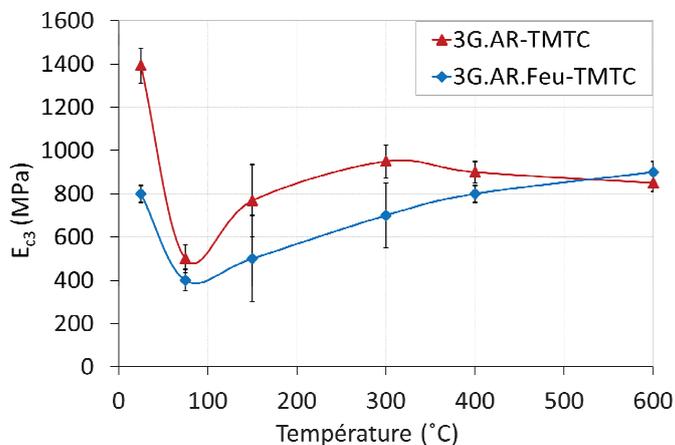


Figure IV-16 : Evolution de la rigidité E_{c3} de 3G.AR et 3G.AR.Feu en fonction de la température

La comparaison entre 3G.AR et 3G.AR.Feu montre que la résistance à la rupture σ_{UTS} , mesurée en fonction des niveaux de température (Figure IV-15), est plus élevée pour 3G.AR, alors que cette résistance σ_{UTS} diminue d'environ 84 % pour 3G.AR et d'environ 69 % pour 3G.AR.Feu lorsque le niveau de température passe de 25 °C à 600 °C. On peut constater aussi que la contrainte ultime σ_{UTS} diminue entre 25 °C et 150 °C et elle augmente entre 150 °C et 300 °C pour les deux composites avant de chuter après 300 °C, mais cette évolution est plus marquée pour 3G.AR que pour 3G.AR.Feu.

La Figure IV-16 montre que lorsque le niveau de température augmente de 25 °C à 75 °C, la rigidité E_{c3} de ces deux composites diminue progressivement. A partir de 75 °C jusqu'à environ 300 °C, 3G.AR et 3G.AR.Feu représentent un gain de rigidité. Au-delà de 400 °C, la rigidité E_{c3} continue à diminuer avec 3G.AR et stabilise avec 3G.AR.Feu jusqu'à 600 °C.

ii. Résultats des essais du régime thermomécanique à force constante (TMFC)

L'influence de la température sur l'intégrité structurale est examinée en termes de température maximale qui provoque la rupture du TRC soumis à une charge mécanique constante. Les charges mécaniques choisies pour ce régime correspondent à 10%, 30 % et 50 % de la contrainte maximale obtenue à 25 °C de chaque composite. Le chargement de 10 % σ_{UTS} (25°C) est pris de

la partie élastique du comportement (phase 1), $30\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$ représente la contrainte du début de fissuration et $50\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$ est la charge correspondante au début de la phase post-fissuration (phase 3). La Figure IV-17 montre la température qui cause la rupture des éprouvettes pour des charges de traction de $10\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$, $30\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$ et $50\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$.

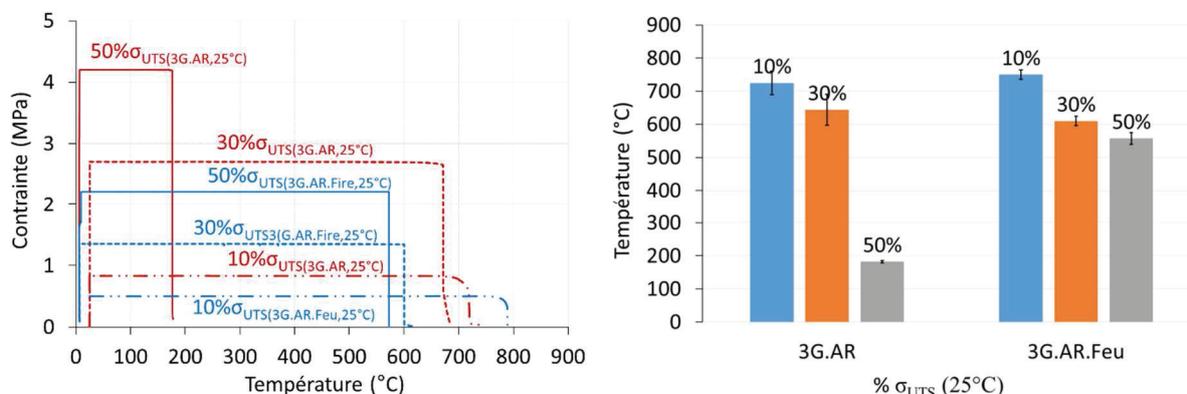


Figure IV-17 : Résultats du régime thermomécanique à force constante (TMFC) de 3G.AR et 3G.AR.Feu

Le Tableau IV-5 représente la température finale atteinte lorsque le TRC est soumis à la charge sélectionnée.

Tableau IV-5 : Température finale atteinte à la rupture de 3G.AR et 3G.AR.Feu

Chargement mécanique	Température de rupture (°C)	
	3G.AR	3G.AR.Fire
$10\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$ (a)	750	730
$10\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$ (a)	700	780
$30\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$ (a)	670	600
$30\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$ (b)	590	620
$30\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$ (c)	672	/
$50\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$ (a)	180	570
$50\% \sigma_{UTS}(25^\circ C)$ (b)	185	545

Quand la charge mécanique passe de 10 % à 30 % de $\sigma_{UTS}(25^\circ C)$, la température de rupture varie très peu pour les deux composites. Elle diminue presque de 15 %. Cependant cette variation devient plus importante quand la charge augmente de 30 % à 50 % de $\sigma_{UTS}(25^\circ C)$ du composite 3G.AR. La température de rupture baisse de 72 % pour 3G.AR, tandis que cette diminution était presque nulle (5 %) pour 3G.AR.Feu. Ce résultat montre l'effet positif du mortier feu (réfractaire) utilisé pour 3G.AR.Feu, en comparaison avec le mortier normal utilisé pour 3G.AR sur la stabilité thermique du composite.

iii. Comparaison entre les deux régimes TMTC et TMFC

L'effet de la nature de la matrice sur le comportement thermomécanique du composite est traduit par l'évolution de leurs contraintes ultimes obtenues par les deux régimes (TMTC et TMFC). Cette évolution est représentée dans la Figure IV-18 pour les deux composites 3G.AR et 3G.AR.Feu. Cette figure montre la résistance relative du composite à chaque niveau de température. Le composite 3G.AR tend à perdre sa résistance au feu plus vite que 3G.AR.Feu quand le niveau de chargement augmente. Le composite 3G.AR.Feu présente une stabilité thermique supérieure que celle de 3G.AR.

D'autre part, il est montré que le régime TMTC surestime la résistance mécanique des TRC avant 500 °C.

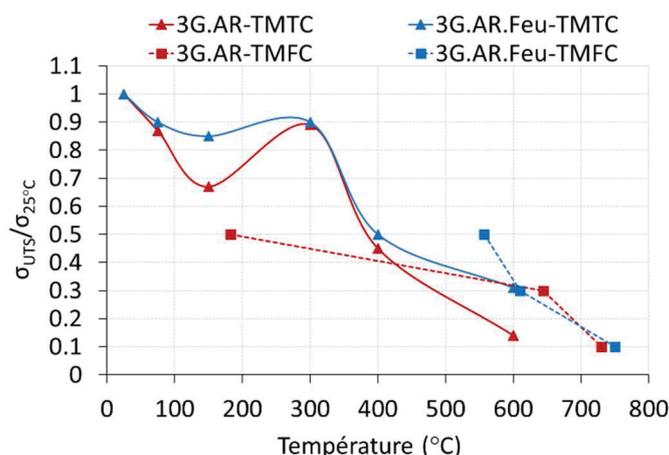


Figure IV-18 : Comparaison entre les régimes TMTC et TMFC

IV.4 CONCLUSION

Ce chapitre présente les travaux concernant, d'une part, l'effet du refroidissement sur le comportement thermomécanique d'un composite à base d'une matrice cimentaire et des fibres de verre alkali-résistant (Verre AR), et d'autre part, l'effet de la nature de la matrice, mortier normal ou mortier réfractaire, sur la tenue au feu du composite.

Les essais mécaniques effectués sur les composites 3G.AR ayant subi au préalable un traitement thermique montrent que la résistance à la rupture reste supérieure à ceux ayant subi des essais thermomécanique direct jusqu'à 400 °C. Au-delà de ce niveau de température, l'effet de refroidissement est négligeable et les résultats obtenus à chaud ou après refroidissement sont similaires.

D'autre part, le composite avec une matrice réfractaire, 3G.AR.Feu, présente une stabilité thermique supérieure que celle de 3G.AR. La température maximale qui provoque la rupture du 3G.AR.Feu soumis à une charge mécanique constante est supérieure à celle de 3G.AR.

CHAPITRE V. DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION THERMOMECHANIQUE DE NOUVEAUX COMPOSITES A FIBRES CONTINUES

La littérature a mis en exergue des variations considérables du comportement thermomécanique exprimées en « contrainte-déformation » aussi bien qualitatives que quantitatives en fonction de la formulation des composites TRC. Les propriétés thermomécaniques des matériaux composites dépendent d'une multitude de facteurs à différentes échelles.

Différents matrices et renforts textiles ayant servi au développement d'un composite TRC sont utilisés dans cette étude.

Les travaux de recherches engagés depuis le début du projet PRORETEX II ont clairement mis en évidence les matrices et les renforts qui pouvaient être considérés. Deux familles de TRC ont été étudiées dans ce chapitre :

- La **1^{ère} famille** est constituée d'une matrice phosphatique et des fibres de verre continu ;
- La **2^{ème} famille** est formée d'une matrice alumineuse et des grilles de carbone.

La fabrication des différents TRC présentés dans ce chapitre a été faite par SULITEC. La caractérisation thermomécanique est effectuée au sein du laboratoire LMC2.

V.1 1^{ERE} FAMILLE DE TRC : MATRICE PHOSPHATIQUE - TEXTILE VERRE E

Pour cette famille de TRC, une matrice phosphatique et des textiles de verre E ont été utilisés. Deux directions sont suivies pour cette famille : modification de l'armure du textile et pré-impregnation du renfort par une résine époxy.

V.1.1 Constituants des TRC

Cette section détaille les constituants des TRC étudiés : matrice phosphatique et renfort en textile verre E.

i. Matrice phosphatique

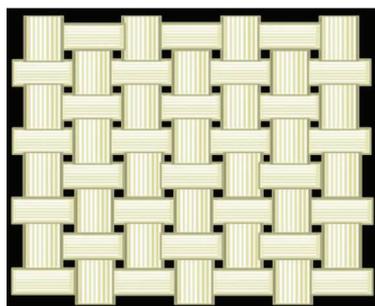
Les deux produits constituant la matrice phosphatique, la wollastonite et l'acide phosphorique, ont été mélangés à l'aide d'un mélangeur à hélices pendant 5 minutes (Figure V-1). Les stœchiométries de ces deux composants ainsi que les différents adjuvants ajoutés sont choisis dans le but d'optimiser le temps de prise pour la mise en œuvre : une rhéologie permettant d'avoir une bonne imprégnation du textile dans la matrice.



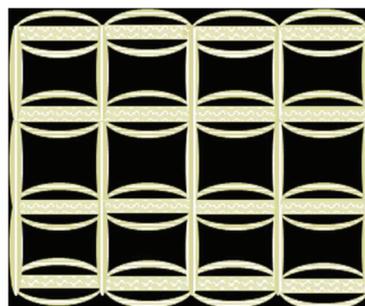
Figure V-1 : Mélange du liant phosphatique (SULITEC)

ii. Renfort textile verre E

Afin de pouvoir mener un comparatif avec le tissu verre, deux géométries différentes de tissu de verre E ont été sélectionnées pour cette série : des tissus unidirectionnels (UD) (Figure V-2 a) et des tissus plus ajourés en forme de crochet (Figure V-2 b). Le Tableau V-1 suivant reprend les caractéristiques des deux renforts utilisés.



(a) Tissus unidirectionnels (UD)



(b) Tissus en crochet

Figure V-2 : Géométries des renforts textile (a) Tissus Unidirectionnels (UD); (b) Tissus en crochet

Tableau V-1 : Caractéristiques des tissus de renfort étudiés (SULITEC)

Textile	Verre E-UD	Verre E-Crochet
Grammage (g/m ²)	1100	420
Armure	Taffetas	Crochet
Contexture (fils/cm)	Sens chaîne : 11 Sens trame : 6	Verre E, fils de liage polyester
Température maximale d'utilisation continue (°C)	650	-

Dans un second temps, un traitement par enduction d'une résine époxy sur les deux structures du renfort de textile en verre E a été appliqué dans le but d'améliorer la résistance mécanique du composite.

V.1.2 Eprouvettes de TRC

Quatre différentes plaques de composites à base d'une matrice phosphatique (MP) renforcée par deux couches de verre E ont été fabriquées de la même manière. Ces plaques se différencient par la structure de textile du verre E utilisé, le verre E-UD ou le verre E-Crochet. Les deux premières plaques sont formées de la matrice phosphatique et du textile sans pré-imprégnation (PI), MP-UD et MP-Crochet, alors que les deux derniers avaient les textiles enduits par une résine époxy et introduits après séchage dans la matrice (MP-UD,PI et MP-Crochet,PI)

L'élaboration de ces plaques de composite se fait en plusieurs étapes par la société SULITEC. Une première bande de tissu est humidifiée et déposée sur un film plastique afin de favoriser l'accrochage, puis enduite d'une couche de matrice (Figure V-3 a). Cette première couche de matrice représente une des faces externes du composite. Un deuxième film plastique est déposé sur la surface et tout l'ensemble est retourné. Le premier plastique est retiré ainsi que le tissu humidifié. Une couche de matrice est ensuite étalée à l'aide d'une spatule crantée de sorte à répartir le liant de façon homogène (Figure V-3 b). La deuxième couche de tissu est ensuite déposée, humidifiée et la dernière couche de matrice est étalée. Enfin une couche de plastique finit l'empilement. Après chaque dépose de film plastique ou de tissu, un passage d'un rouleau ébulleur était nécessaire afin d'éliminer les bulles d'air et ainsi limiter la porosité dans le composite (Figure V-3 c). Le composite est ensuite placé sous une presse (masse appliquée : 500 kg) pendant une semaine avant d'être découpé (Figure V-3 d). Le

Tableau V-2 représente la composition, les dimensions et le taux de renfort de chaque TRC.

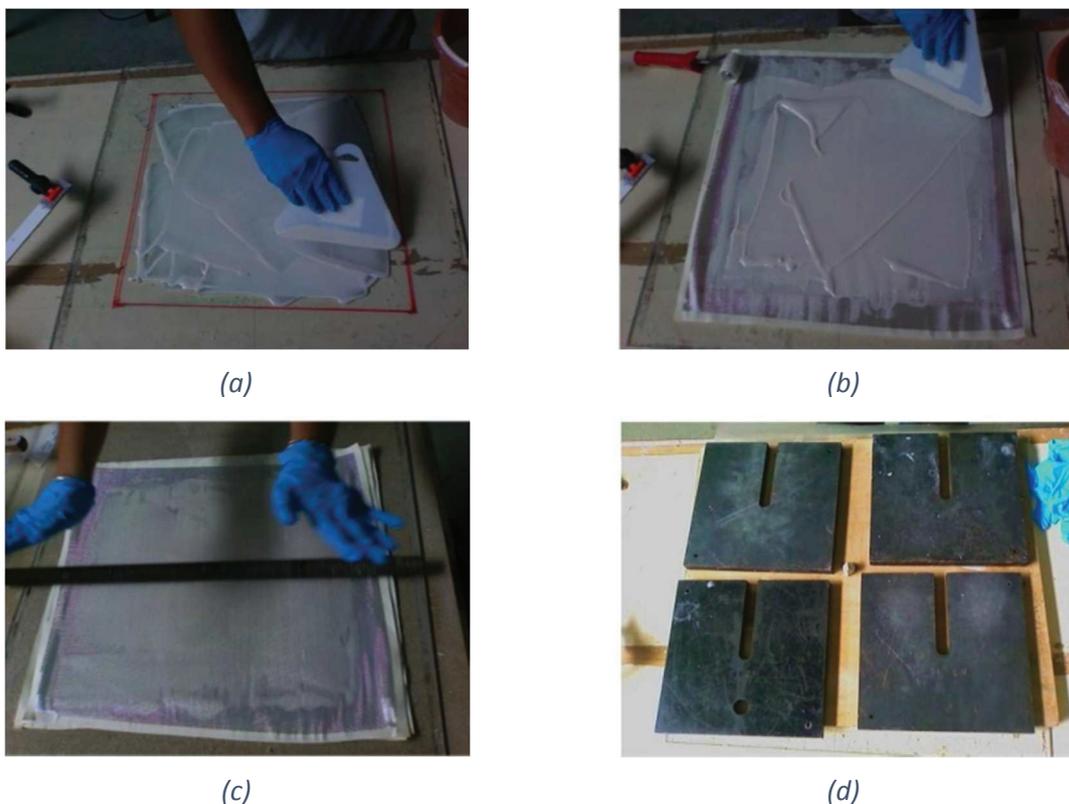


Figure V-3 : Elaboration du composite matrice phosphatique/Verre E (SULITEC)

Tableau V-2: Caractéristiques des éprouvettes

TRC(*)	Longueur L (mm)	Largeur l (mm)	Epaisseur e (mm)	Tissu de renfort	Traitement des tissus de renfort	Taux de renfort V_f (%)
MP-UD	700	45	4	Verre E-UD	Sans traitement	15
MP-UD,PI	700	45	5	Verre E-UD	Pré-imprégné par une résine époxy	12
MP-Crochet	700	45	3	Verre E-Crochet	Sans traitement	14
MP-Crochet,PI	700	45	3.5	Verre E-Crochet	Pré-imprégné par une résine époxy	11

(*) Signification des abréviations utilisées : MP : matrice phosphatique ; UD : tissus unidirectionnels ; PI : pré-imprégnation).

V.1.3 Caractérisation des composites de 1^{ère} famille

Cette section examinera l'effet de la géométrie du textile Verre E utilisé, en forme unidirectionnel UD et en forme de crochet, et l'efficacité de l'imprégnation du textile par enduction d'une résine époxy, sur le comportement mécanique du MP-UD et MP-Crochet. Une série d'essais de traction uniaxiale, à déformation contrôlée (cf. III.2), a été réalisée pour identifier la résistance, la déformation, la rigidité et l'ouverture des fissures des différents TRC à la température ambiante.

Enfin, le comportement du composite le plus performant, MP-UD avec et sans pré-imprégnation, a été identifié en fonction de plusieurs niveaux de température (25 °C, 200 °C, 400 °C et 600 °C).

i. Evaluation du comportement des composites à la température ambiante

Cette sous-section montre tout d'abord l'influence de la géométrie du textile et de la pré-imprégnation du textile sur le comportement mécanique du TRC à la température ambiante. Elle termine par l'évaluation de la fissuration des TRC étudiés en fonction du chargement en traction uniaxiale à la température ambiante.

a) Influence de la géométrie du textile

L'influence des différentes géométries des textiles sur les matériaux composites testés dans cette étude est présentée dans la Figure V-4. Une comparaison du comportement des deux composites, MP-UD et MP-Crochet, montre que la contrainte ultime du composite MP-UD est environ 1,5 fois supérieure à celle du composite MP-Crochet. Alors que la déformation finale du composite MP-UD est 4 fois supérieure à celle du composite MP-Crochet. Ces résultats ont permis de mettre en évidence une meilleure résistance mécanique des renforts de fibres de verre E-UD par rapport aux renforts de fibre de verre E-Crochet.

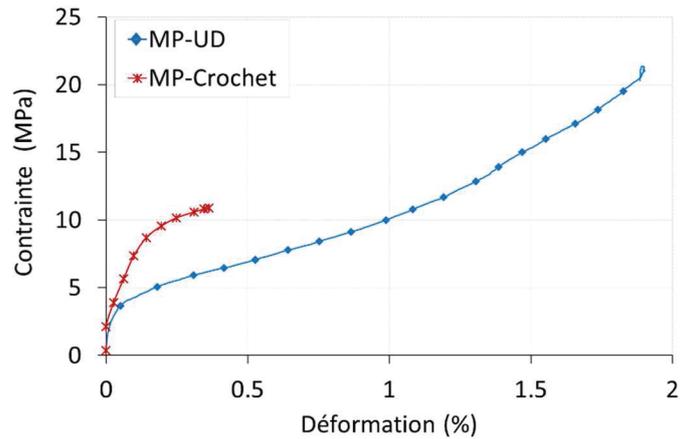


Figure V-4 : Comportement en traction uniaxiale directe de MP-UD et MP-Crochet à 25 °C

b) Influence de la pré-imprégnation du textile

L'interaction entre la matrice et le renfort conduit à un comportement bilinéaire. Les courbes de la Figure V-5 sont formées de deux phases pour les deux types de composites, avec et sans traitement de textile (MP-UD et MP-UD,PI, MP-Crochet et MP-Crochet,PI). La première phase correspond à la réponse semi-élastique du composite et la seconde correspond principalement au comportement mécanique des fibres. La présence de revêtement, qui a permis de redistribuer la charge entre les différents filaments de chaque fil, a quintuplé la contrainte maximale obtenue à partir des essais de traction sur MP-UD,PI. Le mécanisme de transfert de charge des filaments de fibres est alors significativement amélioré par la pré-imprégnation par une résine époxy. Cependant, pour les TRC ayant le textile en forme de crochet (MP-Crochet et MP-Crochet,PI), peu différence a été marquée.

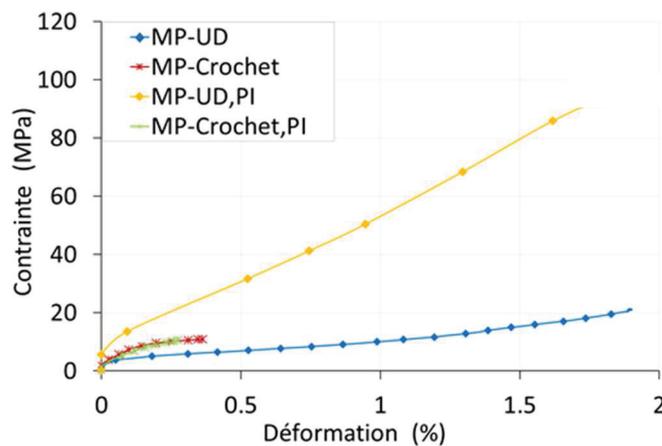


Figure V-5 : Comportement en traction uniaxiale directe à 25°C de MP-UD, MP-Crochet (sans pré-imprégnation) et MP-UD,PI, MP-Crochet,PI (avec pré-imprégnation)

c) Evaluation de la fissuration

Par la technique de la corrélation d'image (DIC) (cf. III.3), l'ouverture des fissures pour chaque niveau de chargement a également été déterminée (Figure V-6). L'ouverture des fissures est de quelques micromètres, elle augmente presque linéairement avec le niveau de contrainte pour tous les composites testés dans cette étude. Les premières fissures apparaissent à environ 5 MPa

pour le composite MP-UD et à 9 MPa pour le composite MP-UD,PI, alors qu'elles apparaissent à environ 3 MPa pour les composite MP-Crochet imprégné ou non.

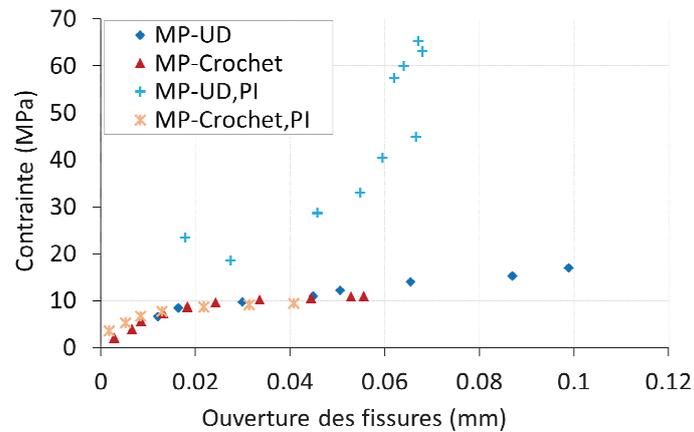


Figure V-6 : Contrainte axiale en fonction de l'ouverture de fissure des composites : MP-UD; MP-UD,PI ; MP-Crochet ; MP-Crochet,PI.

Les modes de rupture des matériaux étudiés sont présentés ci-dessous (Figure V-7 et Figure V-8). Les éprouvettes du composite MP-UD présentent une rupture par délaminage entre les couches de fibres de verre E (Figure V-7 a). Cependant, lorsque le textile a été pré-imprégné par la résine époxy (composite MP-UD,PI), la rupture se fait dans le composite, entre ses deux extrémités (Figure V-7 b) avec des lignes de rupture perpendiculaires à l'axe de l'éprouvette. Le même mode de rupture est également obtenu pour les éprouvettes MP-Crochet et MP-Crochet,PI (Figure V-8 a, b).



(a) MP-UD



(b) MP-UD,PI



(a) MP-Crochet



(b) MP-Crochet,PI

Figure V-7 : Mode de rupture de (a) MP-UD et (b) MP-UD,PI

Figure V-8 : Mode de rupture de (a) MP-Crochet et (b) MP-Crochet,PI

Une comparaison a été faite pour les quatre types de composite en tenant compte du taux de renfort (V_f) introduit dans chacun. La comparaison présentée dans la Figure V-9 montre que le MP-UD,PI est le meilleur par rapport aux autres composites testés pour cette famille.

L'enduction des fibres par la résine époxy affine l'interaction entre les filaments d'une fibre et améliore l'adhérence entre la matrice et les fibres. Par conséquent, une augmentation de la contrainte σ_1 correspondante à l'apparition de la première fissure ainsi que celle de la résistance ultime σ_{UTS} sont observées pour le composite MP-UD,PI ayant des fibres de verre E-UD pré-imprégnées. Un tableau récapitulatif des résultats des essais obtenus à température ambiante est présenté dans le Tableau V-3.

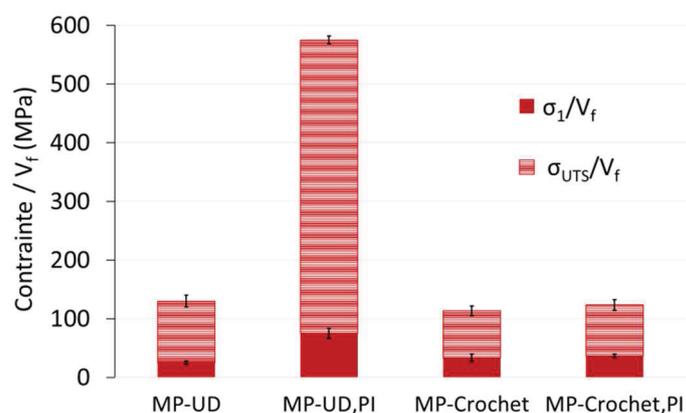


Figure V-9 : Comparaison des contraintes σ_1 et σ_{UTS} de chaque TRC par rapport au taux de renfort V_f

Tableau V-3 : Propriétés mécaniques du MP-UD et du MP-UD,PI, MP-Crochet et MP-Crochet,PI à température ambiante

TRC	Contrainte de pré-fissuration σ_1 (MPa)		Contrainte ultime σ_{UTS} (MPa)		Ouverture maximale de fissure (mm)	
	Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type
MP-UD	5	1	22	2	0.1	0.03
MP-Crochet	3	0.6	12	1.5	0.06	0.008
MP-UD,PI	15	5	75	10	0.08	0.01
MP-Crochet,PI	3	0.7	15	2	0.04	0.005

ii. Comportement des composites MP-UD et MP-UD,PI en fonction de la température

Les composites MP-UD et MP-UD,PI sont caractérisés en fonction de plusieurs niveaux de température (25 °C, 200 °C, 400 °C et 600 °C), l'efficacité de la pré-imprégnation des fibres par la résine époxy a été ainsi évaluée en fonction de la température. La caractérisation du comportement de ces deux composites est déterminée selon le régime thermomécanique à température constante (TMTC) sans durée d'exposition à la température cible (durée d'attente = 0 h) (cf. III.4.1).

Les éprouvettes testées aux différentes températures sont présentées dans le Tableau V-4 (Pour les essais réalisés sur les éprouvettes (*), seule la contrainte axiale ultime a été déterminée).

Tableau V-4 : Essais effectués sur MP-UD et MP-UD,PI à différentes températures

TRC(**)	Température d'essai (°C)	Vitesse de chargement thermique (°C/minute)	Nombre d'essais
MP-UD 25 °C-a,b,c	25	0	3
MP-UD 200 °C-a,b,c	200	6	3
MP-UD 400 °C-a,b*,c	400	13	3
MP-UD 600 °C-a,b*,c	600	20	3
MP-UD,PI 25 °C-a,b,c	25	0	3
MP-UD,PI 200 °C-a,b,c*	200	6	3
MP-UD,PI 400 °C-a,b,c*	400	13	3
MP-UD,PI 600 °C-a,b*,c*	600	20	3

(**) Signification des abréviations utilisées : MP : matrice phosphatique ; UD : tissu unidirectionnels ; PI : pré-imprégnation ; a,b,c : les éprouvettes du même TRC testées dans la même condition.

La forme des courbes de contrainte-déformation aux différentes températures (25 °C, 200 °C, 400 °C et 600 °C) tend à mettre en évidence deux types de courbes qui se distinguent par leur nombre de phases (Figure V-10). Les courbes représentant le comportement du composite MP-UD sont formées de trois phases, alors que celles de MP-UD,PI ne présentent que deux phases, la deuxième phase correspondant à la fissuration est presque disparue quand le tissu de verre a été pré-imprégné.

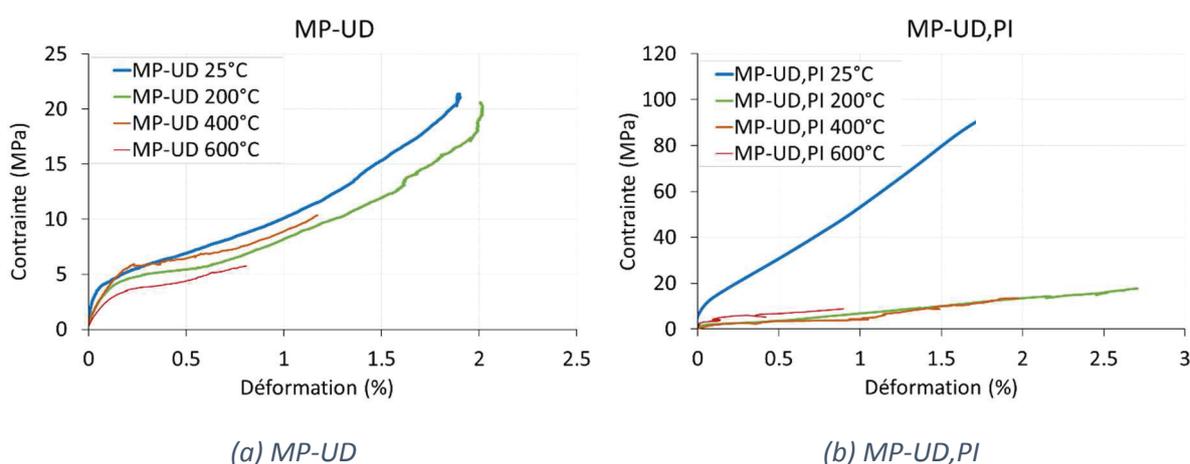


Figure V-10 : Comportement en traction aux différentes températures des composites (a) MP-UD et (b) MP-UD,PI

Afin d'affiner l'analyse de l'influence de la température sur le comportement thermomécanique de ces deux composites, les évolutions de la contrainte ultime σ_{UTS} , du module E_{c3} , et de la déformation ultime ϵ_{UTS} en fonction de la température sont ainsi déterminées. Ces propriétés

mécaniques des composites MP-UD et MP-UD,PI aux différentes températures sont présentées dans le Tableau V-5.

La contrainte ultime σ_{UTS} et le module de composite post-fissuré E_{c3} présenté dans la Figure V-11 montrent les mêmes évolutions en fonction de la température. Les courbes présentent une chute importante entre 25 °C et 200 °C pour le composite MP-UD,PI. Cette chute est forcément liée à la présence de la résine époxy. Ensuite il atteint presque la même résistance que MP-UD pour tous les autres niveaux de température.

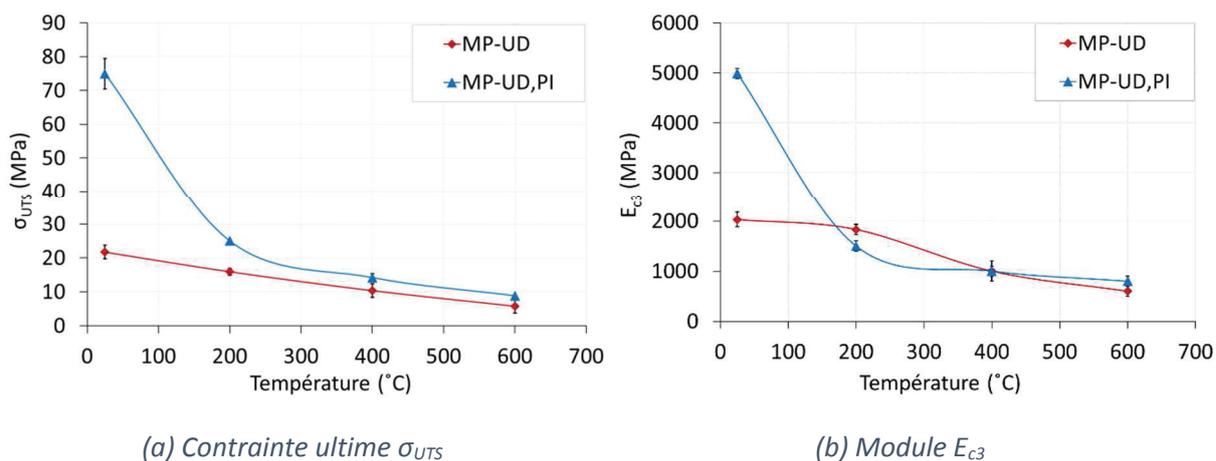


Figure V-11 : Evolution des propriétés mécaniques de la troisième phase du comportement des TRC en fonction de la température (a) la contrainte ultime σ_{UTS} et (b) le module E_{c3}

En ce qui concerne l'évolution de la déformation ϵ_{UTS} des deux composites en fonction de la température présenté dans la Figure V-12, elles varient d'une façon opposée entre 25 °C et 400 °C. Le MP-UD présente un rétrécissement de déformation tandis que le second, MP-UD,PI, présente une augmentation de la déformation jusqu'à 200 °C. Par contre, le contraire de ces évolutions est observé entre 200 °C et 400 °C lorsque la déformation de MP-UD augmente et celle de MP-UD,PI diminue.

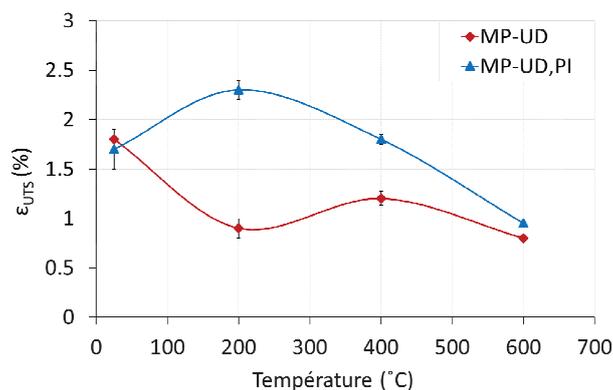


Figure V-12 : Evolution de la déformation ϵ_{UTS} en fonction de la température

Tableau V-5: Propriétés mécaniques de MP-UD et MP-UD,PI aux différentes températures

TRC	Température d'essai (°C)	Contrainte ultime σ_{UTS} (MPa)		Rigidité de la phase post-fissuration E_{c3} (MPa)		Déformation ultime ϵ_{UTS} (%)	
		Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type
MP-UD	25	22	2	2000	200	1.7	0.3
	200	16	1.7	1800	100	0.8	0.5
	400	10.3	1.5	1000	65	1.3	0.2
	600	5.8	1	750	50	0.6	0.1
MP-UD,PI	25	75	10	5000	100	1.3	0.2
	200	26	2	1500	80	2.3	0.3
	400	15	2	1000	100	1.7	0.15
	600	9	0.7	800	70	1	0.1

Le comportement thermomécanique du composites (la rigidité, la résistance et la déformation) dépendent des propriétés des fibres et de la matrice, ainsi que de la liaison qui peut être développée à travers l'interface fibre-matrice. L'efficacité du renfort est améliorée lorsque les fils conservent une géométrie droite et sont pré-imprégnés d'une résine époxy. Dans ce travail, il a été constaté que le textile unidirectionnel (UD) a fortement influencé la résistance des composites par rapport au tissu en forme de crochet. Une telle différence dans la géométrie du textile agit également sur la liaison entre la matrice et le tissu. Il a été montré que le textile en forme de crochet présente avec la matrice une liaison qui permet de mobiliser le renfort dans une proportion telle qu'il induit sa rupture puisque la rupture du TRC soumis à la charge de traction se produit au milieu de l'éprouvette perpendiculairement à son axe et non comme le composite avec les deux couches de textile Unidirectionnel (UD) qui se délamine. Le délaminage entre les couches de renfort vient du mauvais ancrage des tissus dans la matrice. Ce problème a été résolu par une pré-imprégnation du tissu unidirectionnel (UD) avec la résine époxy. De plus, le revêtement, avec de la résine époxy, améliore le comportement du composite à 25 °C et fait plus ou moins disparaître la phase de fissuration. Cependant, la résine époxy perd son effet bénéfique dès que la température atteint 200 °C. Au-delà de 200 °C aucun effet mécanique n'est observé pour la pré-imprégnation du textile, ceci est expliqué par la combustion de la résine vers 200 °C.

V.2 2^{EME} FAMILLE DE TRC : MATRICE ALUMINEUSE - GRILLE DE CARBONE

La deuxième famille correspond à l'utilisation d'une matrice alumineuse et une grille de carbone comme renfort. Cette famille est composée de plusieurs générations. Ces générations présentent le suivi d'amélioration du comportement thermomécanique du TRC, elles ont été améliorées au regard des propriétés physiques et mécaniques de la matrice et du textile pour être efficace au sein du composite.

V.2.1 Génération 1 : ciment alumineux – Carbone 2*6K

Dans cette génération une matrice à base d'un ciment alumineux et une grille de carbone 2*6K sont utilisées. Au regard d'amélioration des propriétés physiques et mécaniques, pour la génération 1, la matrice a été chargée par différentes micro particules avant d'être renforcée par la grille de carbone 2*6K.

i. Ciment alumineux

Pour des raisons de confidentialité du projet PRORETEX II, le détail de la formulation de la matrice retenue ne sera pas abordé.

Trois matrices à base du ciment alumineux ont été préparées et sont appelées comme suit :

- Ciment alumineux sans charge (M0)
- Ciment alumineux chargé d'alumine (MA)
- Ciment alumineux chargé de verre micronique (MV)

Dans un second temps un chargement supplémentaire par des fibres discontinues de Mat AR (Verre alkali-résistant) des matrice MA et MV a été effectué. Le Mat AR a une orientation des fibres discontinues qui est aléatoire dans le plan TRC (Figure V-13). Les principales caractéristiques mécaniques à température ambiante du Mat AR utilisé dans cette thèse sont présentées dans le Tableau V-6 (données fournies par le fournisseur de la fibre Mat AR).

Tableau V-6 : Propriétés physico-mécaniques du Mat AR

Diamètre des fibres (µm)	Poids nominal (g/m ²)	Densité (g/cm ³)	Longueur de fils (mm)	Résistance en traction (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Point de ramollissement (°C)
14	120	2.68	~ 75	1000-1700	72	2.4	860



Figure V-13 : Fibre de Mat AR

ii. Caractéristique de la grille carbone 2*6K enduite

Le renfort textile utilisé dans cette génération est formé d'une grille de carbone 2*6K. Ses caractéristiques présentées dans le Tableau V-7 sont donnés par le fabricant.

*Tableau V-7 : Caractéristiques de la grille de carbone 2*6K ; (*) le nombre de filaments de carbone dans deux fils de carbone superposés et collés, chaque fils contient 6000 filaments*

Textile	Grille carbone 2*6K
Grammage (g/m²)	220
Contexture (fils/cm)	Chaîne : 1 Trame : 1
Nombre de filaments (*)	2*6000
Diamètre du filament (µm)	7
Résistance à la traction d'un filament de carbone $\sigma_{\text{filament théorique}}$ (MPa)	4100
Module de traction d'un filament de carbone (GPa)	240

Un toron de la grille de carbone de type 2*6K est formé de deux fils de carbone superposés et collés (chaque fils contient 6000 filaments). Ces grilles sont utilisées pour les composites de la génération 1 (ciment alumineux – Carbone 2*6K). Elles sont préalablement traitées par une résine époxy et saupoudrées d'agent d'accrochage. La résine choisie pour cette section confère une souplesse après séchage. De plus, elle présente l'avantage d'être diluable dans l'eau ce qui permet de nettoyer les outils à l'eau sans nécessiter de solvant organique.

Des essais de traction directe ont été réalisés sur la grille de carbone 2*6K imprégnée et saupoudrée afin de déterminer sa résistance en traction et de pouvoir déterminer son coefficient d'efficacité (Figure V-14).



Figure V-14 : Essais de traction de la grille de carbone 2*6K



Figure V-15 : Rupture de la grille de carbone 2*6K

La force maximale atteinte par 10 cm (20 fils de carbone) de la grille 2*6K testée ainsi que sa contrainte ultime sont :

La force $F_{\text{test}} = F_{\text{grille}} = 8474$ (N)

La contrainte maximale testée d'un fil de carbone $\sigma_{\text{grille testée}} = 1842$ MPa.

Le coefficient d'efficacité de la grille de carbone testée toute seule est :

$$K'_{(2*6K)} = \frac{\sigma_{\text{grille testée}}}{\sigma_{\text{filament théorique}}} \cdot 100 = 45\%$$

La contrainte maximale testée d'un fil de carbone n'est pas très grand par rapport à la valeur de résistance théorique d'un filament de carbone. Ce résultat peut être expliqué par le phénomène de défibrage où l'ensemble des filaments de carbone dans un fil ne travaillent pas avec un même niveau de contrainte et les filaments ne se rompent pas simultanément sous la sollicitation de traction uniaxiale.

V.2.2 Composites ciments alumineux – Carbone 2*6K testés

Les composites fabriqués à partir du ciment alumineux (identifié en V.2.1i) et de la grille de carbone 2*6K sont divisés en deux séries. La première série évalue l'effet de chargement de la matrice par l'alumine et par le verre micronique sur le comportement mécanique du composite. Alors que la deuxième série caractérise l'effet de double chargement de la matrice, par l'alumine ou le verre micronique et par des couches de Mat AR, sur le comportement thermomécanique des composites. Les détails des composites élaborés pour cette partie sont présentés dans le Tableau V-8.

Tableau V-8 : Composites ciment alumineux - carbone (2*6K) testés

Série	Nom de l'éprouvette	Chargement de la matrice alumineuse (M)	Nombre de couche de renfort de grille carbone 2*6K	Empilement	Nombre d'essais à 25 °C
1	M0-2*6K	Sans charge (0)	1	M/(2*6K)/M	3
	MA-2*6K	Alumine (A)			3
	MV-2*6K	Verre micronique (V)			3
2	MA,MatAR-2.(2*6K)	3 couches Mat AR + Alumine	2	M/Mat AR/M/ (2*6K)	3
	MV,MatAR-2.(2*6K)	3 couches Mat AR + Verre micronique		/M/Mat AR/M/ (2*6K) /M/Mat AR/M	3

V.2.3 Caractéristique mécanique à 25 °C

Les deux séries de cette génération de composite sont caractérisées par des essais de traction simple à la température ambiante.

i. Résultats de la série 1 (sans Mat AR)

Les premiers résultats obtenus pour la première série sont représentés par les courbes contrainte-déformation dans la Figure V-16.

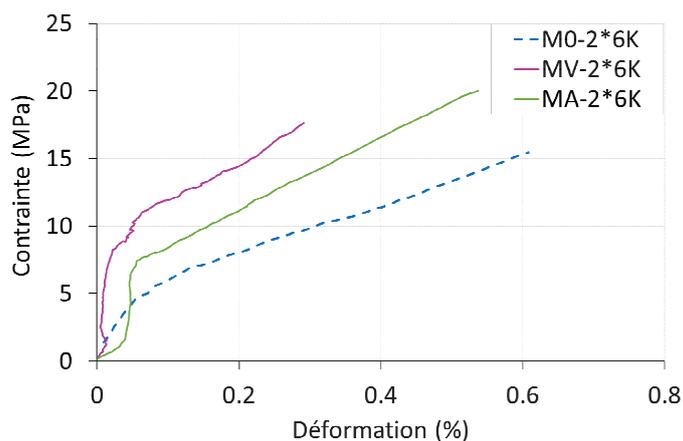


Figure V-16 : Comportement à 25°C des composites de la série 1 (sans Mat AR)

Les courbes représentant le comportement des composites sont quasiment bilinéaires. La deuxième phase n'est pas claire.

L'effet bénéfique du chargement, soit par verre micronique soit par l'alumine, est bien mis en évidence dans la rigidité correspondant à la première phase E_{c1} et la troisième phase E_{c3} , traduites par les pentes initiale et finale de la courbe, et la contrainte ultime obtenue à la rupture de ces composites (Tableau V-9). Les composites MA-2*6K et MV-2*6K ayant la matrice chargée par l'alumine et par du verre respectivement, présente une résistance très proche. Leur contrainte ultime augmente de 25 % environ par rapport à celle M0-2*6K. Par contre, MA-2*6K est le seul composite de cette série qui représente des fissures visibles à la rupture (Figure V-17).

Tableau V-9 : Propriétés mécaniques des composites de la série 1

TRC-Série 1	E_{c1} (MPa)		σ_1 (MPa)		E_{c3} (MPa)		σ_{UTS} (MPa)	
	Valeur moyenne	Ecart-type	Valeur moyenne	Ecart-type	Valeur moyenne	Ecart-type	Valeur moyenne	Ecart-type
M0-2*6K	9834	800	4	1	2430	707	14.5	2
MV-2*6K	36781	1500	8	1.7	3520	510	17	1.5
MA-2*6K	20834	980	7.5	0.9	2660	402	18	2

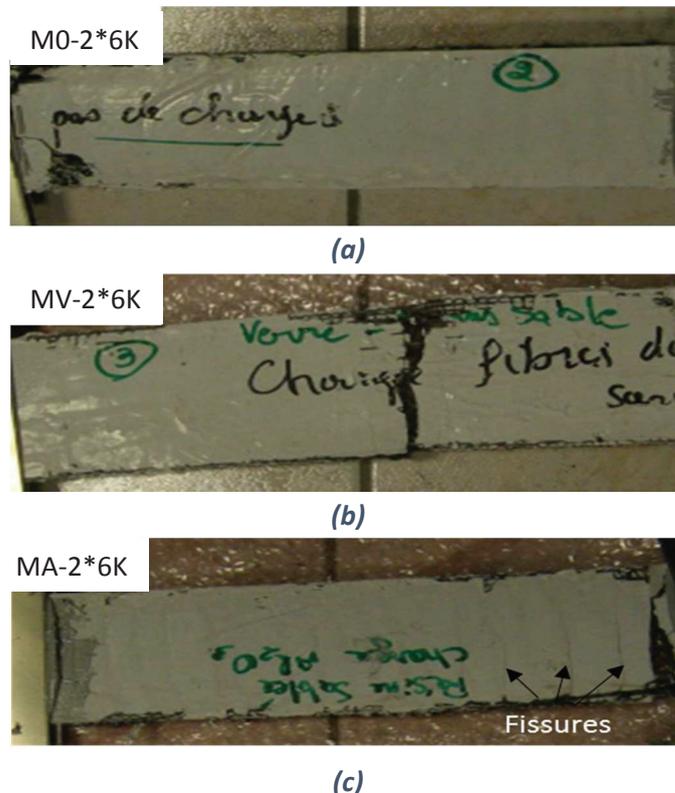


Figure V-17 : Rupture des composites de la série 1 testés en traction uniaxiale à 25°C :(a) M0-2*6K, (b) MV-2*6K et (c) MA-2*6K

ii. Résultats de la série 2

Pour la deuxième série, la Figure V-18 et le Tableau V-10 représentent le comportement et les propriétés mécaniques des deux matériaux composites (de la série 2) à matrice alumineuse chargée différemment et renforcée par deux couches de grille de carbone 2*6K ayant les mêmes dimensions. Le taux de renfort de deux composites est le même ($V_f = 2.5\%$).

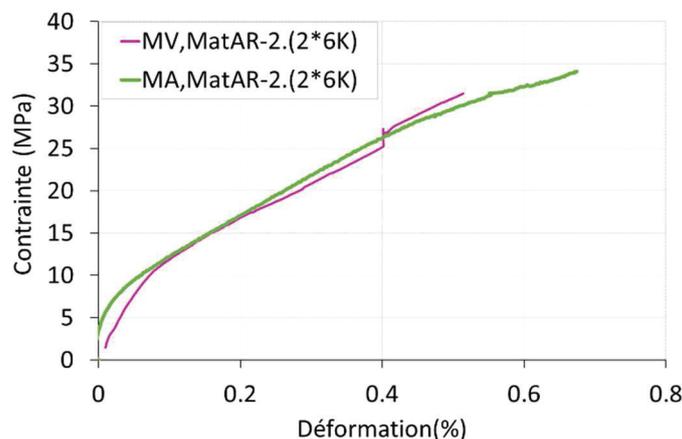


Figure V-18 : Comportement à 25 °C des composites MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K) de la série 2 (avec Mat AR)

Tableau V-10: Propriétés mécaniques des composites MV,MatAR-6K et MA,MatAR-6K de la série 2

TRC-Série 2	E_{c1} (MPa)		σ_1 (MPa)		E_{c3} (MPa)		σ_{UTS} (MPa)	
	Valeur moyenne	Ecart -type	Valeur moyenne	Ecart -type	Valeur moyenne	Ecart-type	Valeur moyenne	Ecart-type
MV,MatAR-2.(2*6K)	13812	812	8	2	4855	650	30	2
MA,MatAR-2.(2*6K)	25403	1652	9	1.7	3500	500	35	2.5

Il n'y a pas une grande différence observée au niveau de la contrainte ultime σ_{UTS} pour les composites MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K). Par contre, le module E_{c1} du composite MA,MatAR-2.(2*6K) est presque le double de celui de MV,MatAR-2.(2*6K).

Une évaluation de la fissuration par la technique de corrélation d'image de cette série a suivi la caractérisation du comportement des composites de la série 2. La Figure V-19 ci-dessous représente la contrainte en fonction de l'ouverture de fissure obtenue. Cette figure permet de comparer l'évolution de l'ouverture de fissure des deux composites MA,MatAR-2.(2*6K) et MV,MatAR-2. (2*6K) jusqu'à la rupture.

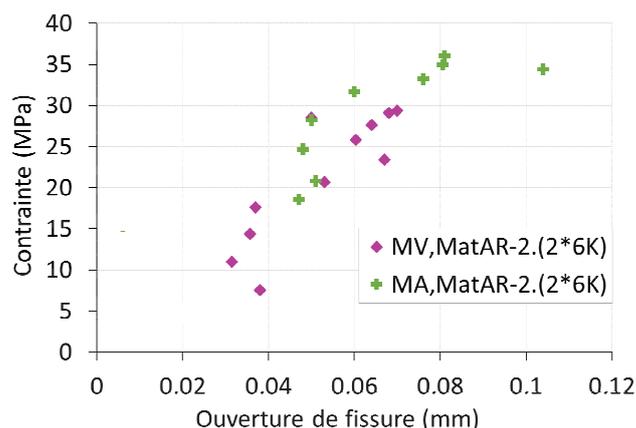


Figure V-19. Contrainte axiale-ouverture de fissure de MA,MatAR-2.6K et MV,MatAR-2.6K

Les micro-fissures commencent à apparaître à un niveau de chargement de 7 MPa pour MV,MatAR-2.(2*6K) et à 10 MPa pour MA,MatA-2.(2*6K). Leurs ouvertures augmentent d’une manière linéaire avec le chargement. L’ouverture de fissure maximale avant la rupture atteint 0.07 mm pour le composite dont la matrice est chargée de verre MV,MatAR-2.(2*6K) et 0.1 mm pour le composite dont la matrice est chargée par d’alumine MA,MatAR-2.(2*6K) (Figure V-19).

iii. Taux de contrainte représentant le travail de la grille de carbone 2*6K

Le taux de travail de la grille de carbone dans le composite est égal au rapport entre la contrainte nette obtenue par le composite [$\sigma_{\text{nette-composite}}=F/S_f$] (cf. III.4.4) et la contrainte maximale de la grille 2*6K testée [$\sigma_{\text{grille testée}}= 1842 \text{ MPa}$] (cf. V.2.1ii) selon la formule suivante :

$$\tau = \frac{\sigma_{\text{nette-Composite}}}{\sigma_{\text{grille testée}}} \cdot 100$$

Le Tableau V-11 suivant présente la valeur de la force maximale des éprouvettes ayant 10 cm de largeur (contient 20 fils de fibre de carbone, chaque fil contient 6000 filaments) et la contrainte nette correspondante qui nous permet de calculer le taux de contrainte τ .

Tableau V-11 : Coefficient d'efficacité de la grille de carbone dans le composite

Composite	F _{max} de 10cm (N)	$\sigma_{\text{nette-Composite}}$ (MPa)	τ (%)
M0-2*6K	5000	1087	59
MV-2*6K	5950	1293,5	70
MA-2*6K	6500	1415	77
MV,MatAR-2.(2*6K)	13264	1442	78
MA,MatAR-2.(2*6K)	15411	1675	90

Le taux de contrainte (τ) traduit d'une manière générale le transfert de charge subit entre la matrice et le textile. Il est bien remarqué que les charges d'alumine et du verre améliorent les propriétés mécaniques de la matrice et ainsi le transfert de charge vers le renfort. Le taux de travail passe de 59 % à 70% et 77 % respectivement pour un chargement d'alumine et de verre.

D'autre part, quand les composites sont renforcés par deux couches de grille carbone (2*6K) et la matrice est chargée par 3 couches de Mat AR, et d'alumine ou de verre (MA,MatAR-2.(2*6K) et MV,MatAR-2.(2*6K), il est remarqué que la résistance maximale obtenue par MA,MatAR-2.(2*6K) est supérieure à celle de MV,MatAR-2.(2*6K). L'amélioration du taux de travail est notée pour les deux composites de la série 2. Cependant, ce dernier augmente de 8% pour MV,MatAR-2.(2*6K) et de 13 % pour MA,MatAR-2.(2*6K). Ceci traduit la meilleure efficacité des charges d'alumine par rapport au verre micronique à la température ambiante.

V.2.4 Caractéristiques thermomécaniques

Les composites de la deuxième série [MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K)] ont été caractérisés en fonction de la température suivant le régime thermomécanique à température constante (TMTc) avec 0 h d'exposition à la température maximale (cf. III.4.1). Les détails des composites testés sont présentés dans le Tableau V-12 suivant. Pour chaque composite, 3 éprouvettes ont été testées à chaque niveau de température. Une seule courbe moyenne du comportement de chacun aux différents niveaux de température est ensuite présentée.

Tableau V-12 : Composites testés en température

TRC-Série 2	Dimension des éprouvettes (mm)	Température d'essai (°C)	Vitesse de chargement thermique (°C/minute)	Nombre d'essais
MV,MatAR-2.(2*6K)	e=4 (±1) l=50(±1) L=700 (±10)	25	-	3
		120	4	3
		200	6	3
		400	13	3
		600	20	3
MA,MatAR-2.(2*6K)	e=4 (±1) l=50(±1) L=700 (±10)	25	-	3
		120	4	3
		200	6	3
		400	13	3
		600	20	3

La Figure V-20 a et la Figure V-20 b présentent les courbes contrainte-déformation aux différents niveaux de températures (25 °C, 120 °C, 200 °C, 400 °C et 600 °C) des composites MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K) respectivement.

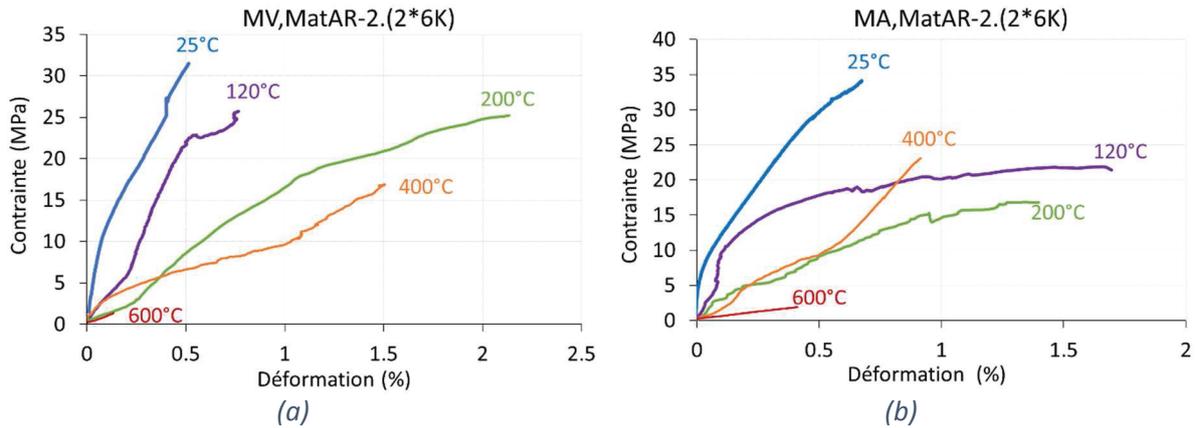


Figure V-20. Comportement des composites aux différentes températures (a) MV,MatAR-2.(2*6K) et (b) MA,MatAR-2.(2*6K)

D'après les courbes « contrainte-déformation » idéalisées, les paramètres caractéristiques des composites aux différents niveaux de température sont déterminés. Ensuite l'évolution de E_{c1} , E_{c3} , σ_{UTS} et ϵ_{UTS} en fonction de la température de chacun des composites a été identifiée. Une comparaison de ces paramètres a été ainsi effectuée pour les deux composites MV,MatAR-2.6K et MA,MatAR-2.6K et présentée dans la Figure V-21 ci-dessous.

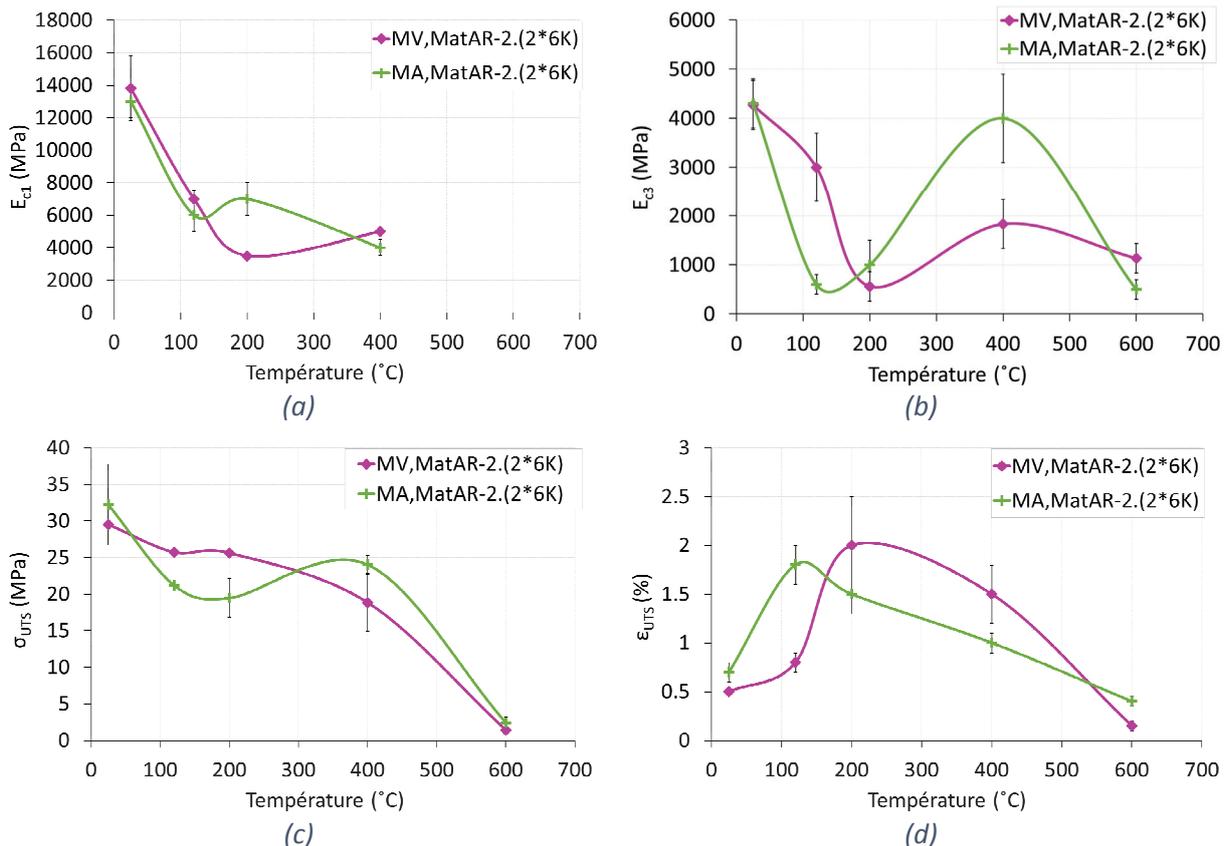


Figure V-21. Comparaison de (a) E_{c1} , (b) E_{c3} , (c) σ_{UTS} et (d) ϵ_{UTS} de MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K) en fonction de la température

La différence de la résistance des composites MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K) est observée entre 25 °C et 400 °C (Figure V-21), la contrainte ultime σ_{UTS} est plus stable pour MV,MatAR-2.(2*6K) entre 25 °C et 400 °C, alors qu'elle présente une légère diminution à 120

°C pour MA,MatAR-2.(2*6K). L'évolution de la rigidité de la première phase E_{c1} et de la troisième phase de la courbe E_{c3} des composites a presque la même tendance, une diminution de E_{c1} et E_{c3} de MV,MatAR-2.(2*6K) entre 25 °C et 200 °C ; la déformation ultime ϵ_{UTS} augmente dans cette gamme de température. Une faible récupération de résistance entre 200 °C et 400 °C est remarquée. Au-delà de 400 °C une chute fondamentale de la résistance maximale σ_{UTS} et E_{c3} est observée. La contrainte ultime σ_{UTS} diminue de 30 % environ entre 25 °C à 400 °C et 93 % environ entre 400 °C et 600 °C pour ces deux matériaux (MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K)).

i. Modes de rupture des matériaux MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K)

Les modes de rupture des matériaux étudiés sont présentés dans la Figure V-22.

- A 25 °C et 120 °C : La rupture se produit au bord des talons. Les fissures autour de la ligne de rupture ne sont pas visibles à l'œil nu.
- A 200 °C : Les éprouvettes présentent des fissures espacées et une ligne de rupture au milieu de l'éprouvette.
- A 400 °C : les éprouvettes de MV,MatAR-2.(2*6K) présentent des fissures désordonnés alors que les éprouvettes de MA,MatAR-2.(2*6K) présentent des fissures équidistantes mais désordonnées perpendiculairement à l'axe de l'éprouvette. La ligne de rupture se produit au milieu de l'éprouvette de ces deux matériaux.
- A 600 °C : les éprouvettes de MV,MatAR-2.(2*6K) présentent des fissures équidistantes perpendiculaires à l'axe de l'éprouvette alors que les éprouvettes de MA,MatAR-2.(2*6K) ne présentent pas des fissures visibles à l'œil nu. La ligne de rupture se produit au milieu de l'éprouvette de ces deux matériaux.



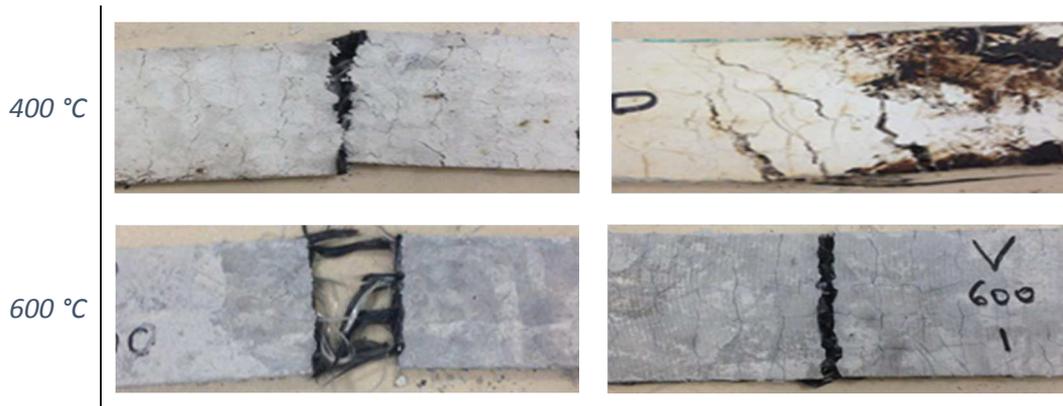


Figure V-22. Mode de rupture de MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K) aux différentes températures

V.2.5 Génération 2 : Ciment alumineux- Carbone 12K

Les résultats obtenus précédemment avec la grille de carbone (2*6K) étant insuffisants au niveau des performances, une nouvelle structure de grille a été mise au point et fabriquée par le fournisseur. Cette grille est dénommée 12K (Figure V-23 et Tableau V-13). Elle a les mêmes propriétés que la grille (2*6K) sauf que le fil est formé dans ce cas de 12000 filaments et la texture est plus grande.

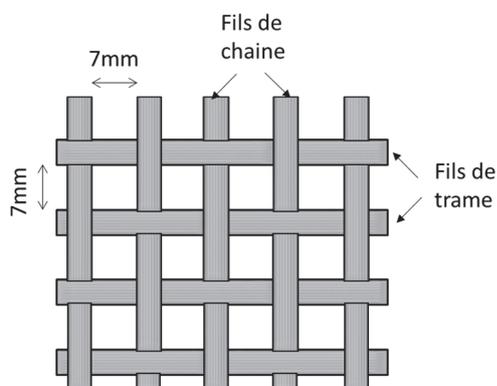


Figure V-23 : Caractéristiques de la grille de carbone 12K

Grille carbone 12K	
Grammage (g/m ²)	280
Contexture (fils/cm)	Chaîne : 1.3 Trame : 1.3
Nombre de filaments	12000
Diamètre du filament (μm)	7
Résistance à la traction d'un fil $\sigma_{\text{filament théorique}}$ (MPa)	4100
Module de traction d'un fil (GPa)	240

Tableau V-13 : Caractéristiques de la grille de carbone 12K (SULITEC)

De ce fait, une nouvelle formulation de composites nommés MA,MatAR-2.12K a été élaborée et caractérisée. Rappelons que ce composite, MA,MatAR-2.12K, est formé du ciment alumineux, chargé d'alumine et des couches de Mat AR, et renforcé par 2 grilles de carbone 12K enduite par une résine époxy.

V.2.6 Caractérisation de la grille de carbone 12K enduite

Les résultats obtenus après un essai de traction sur 10 fils de cette grille de carbone 12K, répété deux fois, sont :

La force ultime de 10 fils: $F_{test} = 11577$ (N)

La contrainte testée $\sigma_{test} = 2507$ (MPa).

Coefficient d'efficacité :

$$K'_{12K} = \frac{\sigma_{test}}{\sigma_{filament\ théorique}} \cdot 100 = \frac{2507}{4100} = 61\%$$



Figure V-24 : La rupture de la grille carbone 12K

i. Caractérisation des composites de ciment alumineux - Carbone 12K

Les nouveaux composites de la génération 2 sont formés, comme précédemment, d'une matrice alumineuse chargée d'alumine et de 3 couches de Mat AR mais cette fois-ci ils sont renforcés par 2 couches de la grille 12K enduites par une résine époxy caractérisée ci-dessus (cf. V.2.6). les composites de cette génération s'appellent MA,MatAR-2.12K. Deux différents traitements, des grilles de carbone et de la cure des composites, sont prises en compte pour cette génération. Les traitements effectués sont présentés en détail dans le Tableau V-14.

Le taux de fibre V_f n'est plus le même pour ces deux composites. L'introduction des grilles de carbone après séchage de la résine rend le composite plus épais et ensuite un taux de fibre plus faible par rapport à la section est obtenu.

Tableau V-14 : Composites de la série MA,MatAR-2.12K testés

Nom du composite	Matrice	Renfort textile	Remarque sur les grilles de carbone	Remarque sur la cure du composite	Taux de fibre V_f
MA,MatAR-2.12K-H	Ciment alumineux chargé (alumine + MatAR)	2 couches de grille carbone 12K	Enduites le matin et introduites l'après-midi (H)	Mise sous eau 48 h après sa fabrication	3.3 %
MA,MatAR-2.12K-S			Enduites au préalable (plusieurs semaines avant) et introduites sèche (S)	Mise sous eau 24 h après sa fabrication	2.4 %

ii. Lois de comportement des composites MA,MatAR-2.12K-H et MA,MatAR-2.12K-S à 25 °C

La Figure V-25 représente la contrainte en fonction de la déformation axiale des deux composites MA,MatAR-2.12K-H et MA,MatAR-2.12K-S qui ont subi une cure différente. Il n'y a pas de grande différence observée au niveau des deux courbes représentant leur

comportement à 25 °C. Ils ont presque la même résistance à la rupture et présente la même pente de la phase post-fissuration E_{c3} .

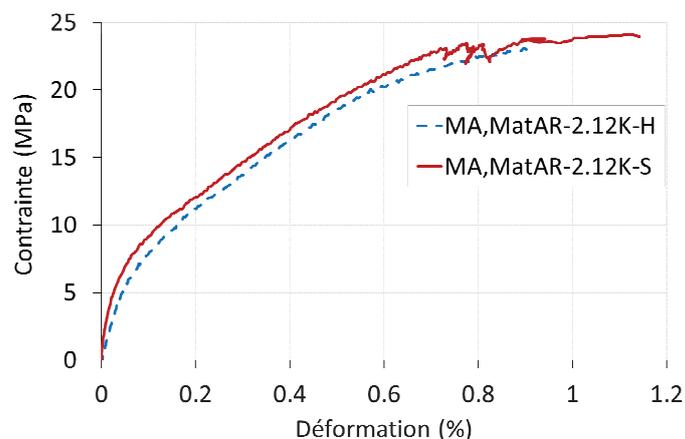


Figure V-25. Comportement des TRC de la génération 2 (MA,MatAR-2.12K-H et MA,MatAR-2.12K-S)

Le Tableau V-15 affiche les paramètres caractéristiques obtenus pour chaque phase du comportement de TRC. Les valeurs caractérisant le composite MA,MatAR-2.12K-S semble meilleur que celles de MA,MatAR-2.12K-H.

Tableau V-15 : Paramètres caractéristiques à 25°C

Paramètre caractéristique	MA,MatAR-2.12K-H		MA,MatAR-2.12K-S	
	Valeur moyenne	Ecart-type	Valeur moyenne	Ecart-type
E_{c1} (MPa)	10024	1176	11740	590
σ_1 (MPa)	6	1.4	8	0.7
ϵ_1 (%)	0.05	0	0.06	0
E_{c3} (MPa)	2202	450	2368	717
σ_{UTS} (MPa)	22	0.7	24	0.4
ϵ_{UTS} (%)	1.1	0.4	1	0.2
F_{max} (/10 cm) (N)	12000	300	15500	707

iii. Evaluation de l'ouverture de fissure

La Figure V-26 ci-dessous représente la contrainte axiale en fonction de l'ouverture de fissure maximale obtenue par 2 essais pour chacun des composites MA,MatAR-2.12K-H et MA,MatAR-2.12K-S.

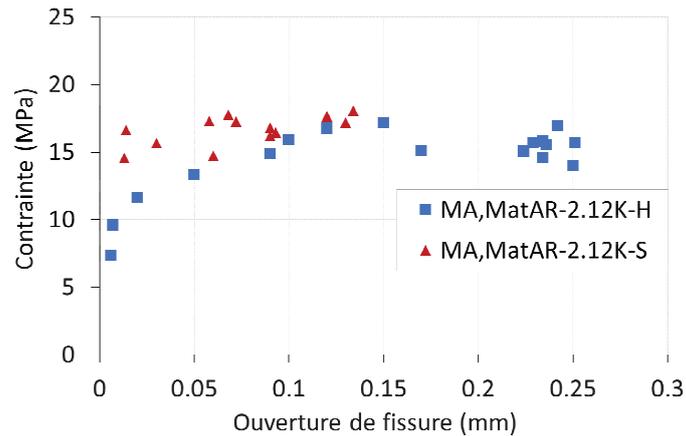


Figure V-26. Contrainte axiale en fonction de l'ouverture de fissure.

L'ouverture de fissure maximale avant la rupture atteint 0.26 mm pour le composite MA,MatAR-2.12K-H dont les grilles de carbone sont enduites juste avant quelques heures de leurs introduction dans le composite et qui s'est mis sous eau après 48 h de sa fabrication. Alors que presque la moitié de cette valeur (0.15 mm) est atteinte pour le composite MA,MatAR-2.12K-S dont l'enduction des grilles de carbone est faite avant plusieurs semaines de leur introduction dans le composite qui s'est immergé dans l'eau 24 h après sa fabrication.

La contrainte ultime σ_{UTS} et la contrainte de pré-fissuration σ_1 sont ensuite comparées suivant le taux de fibres V_f de chaque composite (Figure V-27). Le composite MA,MatAR-2.12K-S présente des propriétés plus importantes que MA,MatAR-2.12K-H d'où l'avantage de l'introduction des grilles enduites dans la matrice après le séchage de la résine et l'immersion du composite dans l'eau 24 h après la fabrication.

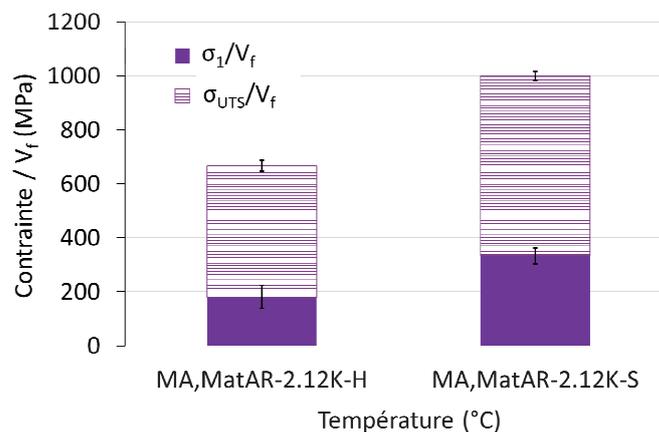


Figure V-27 : Comparaison de σ_1 et de σ_{UTS} en fonction de V_f

iv. Mode de rupture

Les modes de rupture des matériaux étudiés sont présentés ci-dessous. Les éprouvettes de MA,MatAR-2.12K-H testées à 25 °C (Figure V-28) ainsi que celles de MA,MatAR-2.12K-S (Figure V-29) présentent une rupture par délaminage au niveau des grilles de carbone.



Figure V-28. Mode de rupture des éprouvettes de composite MA,MatAR-2.12K-H



Figure V-29. Modes de rupture des éprouvettes de composite MA,MatAR-2.12K-S

Un calcul du taux de contrainte τ représentant le travail des grilles de carbone introduites dans le composite a été fait. A cause du délaminage subit entre les couches de grille de carbone, le taux de contrainte τ ne dépasse pas 52 % (Tableau V-16).

Tableau V-16 : Taux de contrainte τ représentant le travail des grilles de carbone dans les composites

TRC	F_{\max} de 10cm (N)	$\sigma_{\text{nette-Composite}}$ (MPa)	τ (%)
MA,MatAR-2.12K-H	12000	1000	40
MA,MatAR-2.12K-S	15500	1300	52

Le traitement appliqué au composite MA,MatAR-2.12K-S, le plus performant, a été retenu pour la suite de l'étude.

v. Résolution du problème de délaminage

Afin de résoudre le problème de délaminage, une première solution est proposée pour la même formulation de MA,MatAR-2.12K-S : c'est l'amélioration de l'ancrage des filaments en repliant les extrémités de la grille de carbone selon le schéma présenté dans la Figure V-30. Le nouveau composite est nommé MA,MatAR-2.12K-X.

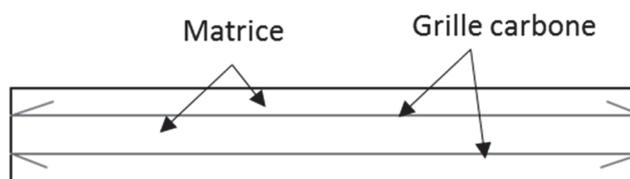


Figure V-30 : Ancrage des grilles de carbone 12K dans la matrice

Un essai de traction direct est appliqué sur le composite MA,MatAR-2.12K-X dont les extrémités des grilles de carbone 12K ont été repliées. La Figure V-31 représente le comportement des deux composites MA,MatAR-2.12K-S et MA,MatAR-2.12K-X à 25 °C.

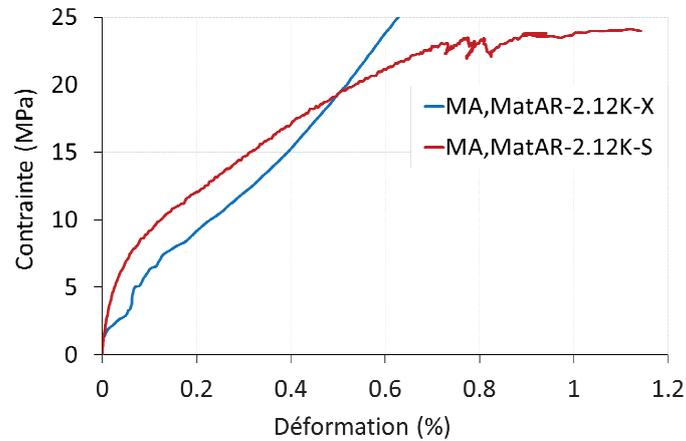


Figure V-31 : Effet de l'augmentation de la longueur d'ancrage sur le comportement du composite

Les deux courbes de la Figure V-31 montrent que la rigidité finale du composite E_{c3} (représentée par la pente finale de la courbe) est améliorée. Quant à la rupture, elle se produit au bord des talons de l'éprouvette sans délaminage (Figure V-32).



Figure V-32 : Rupture du composite MA,MatAR-2.12K-X

V.2.7 Comportement thermomécanique du composite MA,MatAR-2.12K-X

Plusieurs essais thermomécaniques selon le régime thermomécanique à température constante (TMTTC) à des températures cibles différentes (25 °C, 120 °C, 200 °C, 400 °C et 600 °C) sans durée d'attente ont été effectués sur le composite MA,MatAR-2.12K-X. Les résultats sont présentés dans la Figure V-33. Une chute de la contrainte ultime σ_{UTS} et de la rigidité finale E_{c3} est observée quand la température augmente de 25 °C à 120 °C. Cette diminution brusque obtenue à partir de 120 °C est justifiée par la rupture de ce composite qui se fait par délaminage au niveau des couches de Mat AR. Les modes de rupture par délaminage du composite MA,MatAR-2.12K-X aux différentes températures 120 °C, 200 °C, 400 °C, 600 °C sont représentés respectivement dans la Figure V-34.

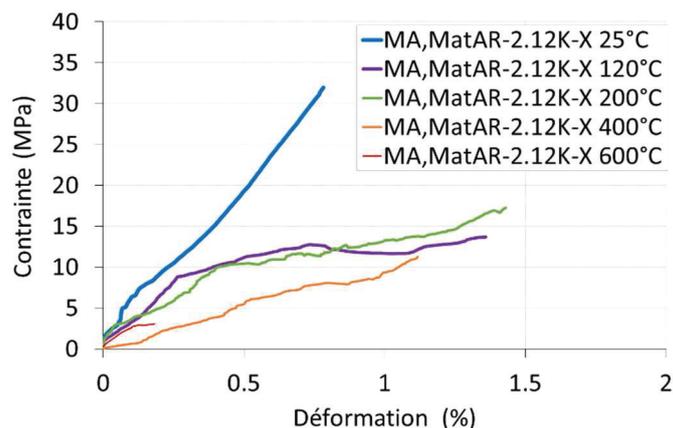


Figure V-33. Comportement thermomécanique de MA, MatAR-2.12K-X aux différents niveaux de température (25°C, 120°C, 200°C, 400°C, 600°C)



Figure V-34. Mode de rupture de MA, MatAR-2.12K-X aux différents niveaux de température (120 °C, 200 °C, 400 °C, 600 °C)

Puisque le problème de délaminage n'a pas été réglé aux niveaux de température, une deuxième solution a été proposée : c'est de retirer les couches de Mat AR et de les remplacer par une matrice à granulométrie étagée dont des fibres de polypropylène ont été ajoutées.

V.2.8 Génération 3 : Mortier alumineux + PP - Carbone 12K

Une optimisation des charges de la matrice a été attribuée à la nouvelle génération du composite par la distribution granulométrique. Des fibres de polypropylène ont été ajoutées en faible quantité (0.5 % par rapport à la masse du ciment) dans le but d'assurer l'évacuation de l'eau et la réduction de pression pendant un chargement thermique. Elles fondent aux alentours de 150 °C créant ainsi des canaux privilégiés favorisant les transferts des fluides au sein du matériau.

i. Matrice employée : MortierA

Afin d'optimiser la répartition granulométrique des charges minérales introduites dans le ciment alumineux, une étude de la distribution granulométrique de la matrice a été menée. Cette nouvelle matrice, formée d'un ciment alumineux ayant une granulométrie étagée, est nommée MortierA. Sa courbe granulométrique est comparée à deux modèles analytiques d'empilement granulaire (*Annexe 1*) couramment utilisés dans le milieu réfractaire (Figure V-35).

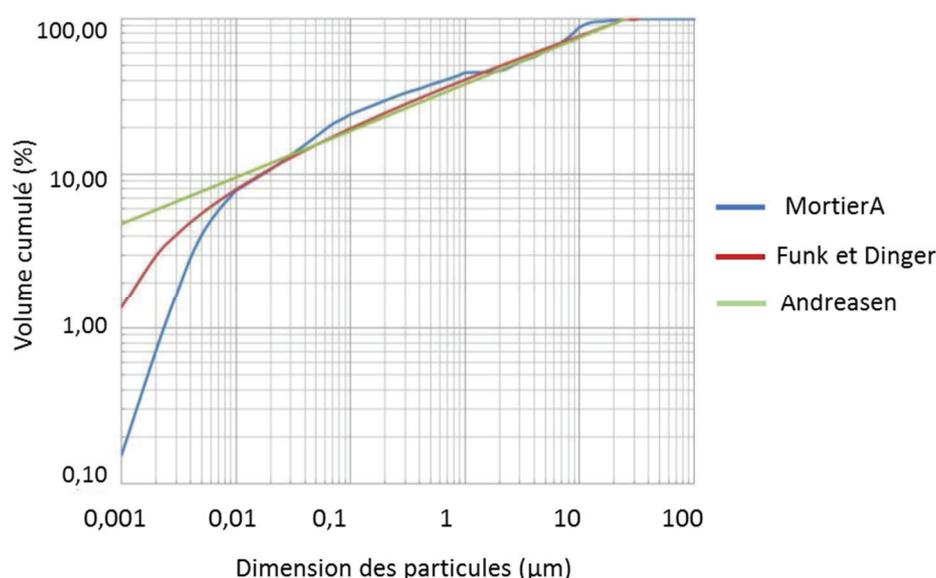


Figure V-35 : Distribution granulométrique du MortierA

ii. Comparaison de MA,MatAR-2.12K et MortierA,PP-2.12K à la température ambiante

Une comparaison entre MA,MatAR-2.12K (matrice : ciment alumineux chargé de Mat AR) et MortierA,PP-2.12K (matrice : MortierA + PP) a été faite dans le but d'évaluer le remplacement du Mat AR par une matrice à granulométrie étagée et des fibres de PP.

Après un essai de traction simple à la température ambiante, la force F_{\max} et la contrainte nette σ_{nette} maximales ainsi que le taux de contrainte τ représentant le travail du textile dans des deux composites ont été identifiés et présentés dans le Tableau V-17.

Tableau V-17 : Comparaison du taux de contrainte τ représentant le travail du textile dans le composite et de la porosité de la matrice des composites

Composite	F_{\max} de 10 cm (N)	$\sigma_{\text{nette-Composite}}$ (MPa)	τ (%)
MA,MatAR-2.12K	15500	1300	52
MortierA,PP-2.12K	20000	1740	70

Le remplacement du Mat AR par une matrice à granulométrie étagée (MortierA) a résolu le problème de délaminage à 25 °C. Le MortierA améliore le comportement du composite, une légère augmentation de la résistance maximale à la rupture est notée. Cette augmentation s'est expliquée par une amélioration de l'interaction matrice-textile traduit par l'amélioration du taux de contrainte τ représentant le travail du textile dans le composite.

iii. Modification de la formulation de la matrice

Avant de caractériser le composite MortierA,PP-2.12K à haute température, un changement dans la formulation de la matrice a été effectué dans le but d'améliorer son comportement et de sa mise en place. Deux paramètres ont été variés :

- **Adjuvants** : différents taux d'adjuvants
- **E/C (eau/ciment)** : le rapport a été ajusté en fonction des adjuvants mais également selon le mode de mise en place.

Pour cette série de composite, la technique de moulage au sac (*Annexe 2*) a été appliquée selon la Figure V-36.

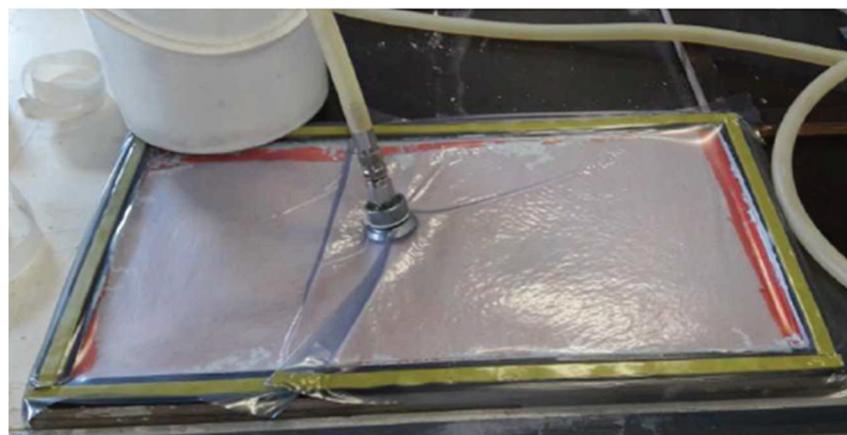


Figure V-36 : Moulage au sac (SULITEC)

Les composites, dont la matrice est chargée de fibres PP et renforcée de deux couches de grille de carbone 12K, sont élaborés et mis sous plastique humide durant 7 jours. Chaque composite TRC a un rapport E/C (eau/ciment) et un pourcentage massique du fluidifiant de la matrice différent. Les formulations utilisées pour chaque matrice sont présentées dans le Tableau V-18.

Tableau V-18 : Modifications de la formulation de la matrice du composite MortierA-2.12K

TRC	Matrice		
	Type	Rapport Eau/Ciment (E/C)	Rapport Fluidifiant/Ciment (%)
MortierA,PP-2.12K 0.45/0	MortierA	0.45	0
MortierA,PP-2.12K 0.35/3		0.35	3
MortierA,PP-2.12K 0.375/3		0.375	3
MortierA,PP-2.12K 0.4/3		0.4	3
MortierA,PP-2.12K 0.375/4		0.375	4

Une comparaison entre les contraintes σ_1 et σ_{UTS} (Figure V-37), et l'ouverture de fissure avec l'augmentation du chargement en traction (Figure V-38) à 25 °C des 5 composites a été faite.

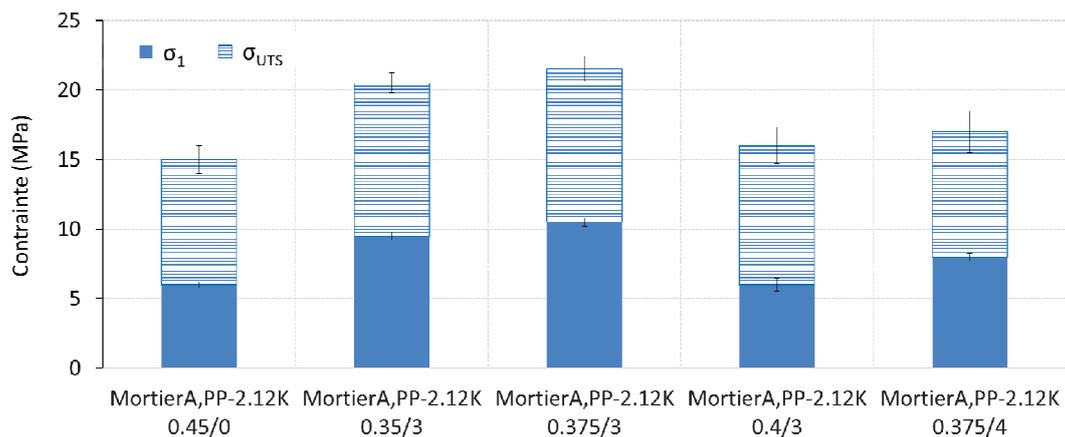


Figure V-37 : Comparaison de σ_1 et σ_{UTS} des composites ayant différent E/C et % fluidifiant

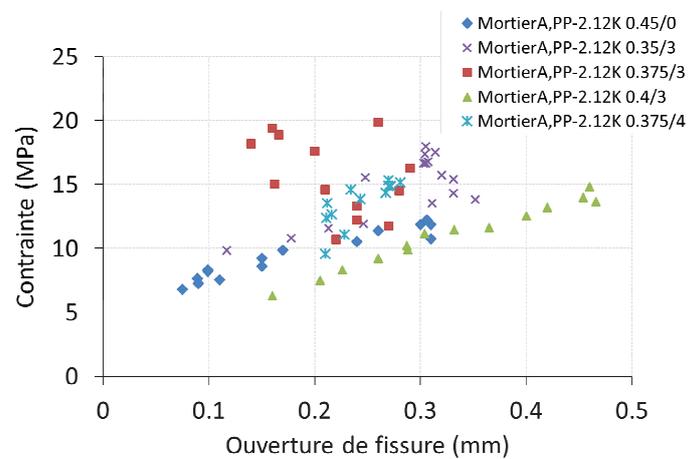


Figure V-38: Contrainte-Ouverture de fissure

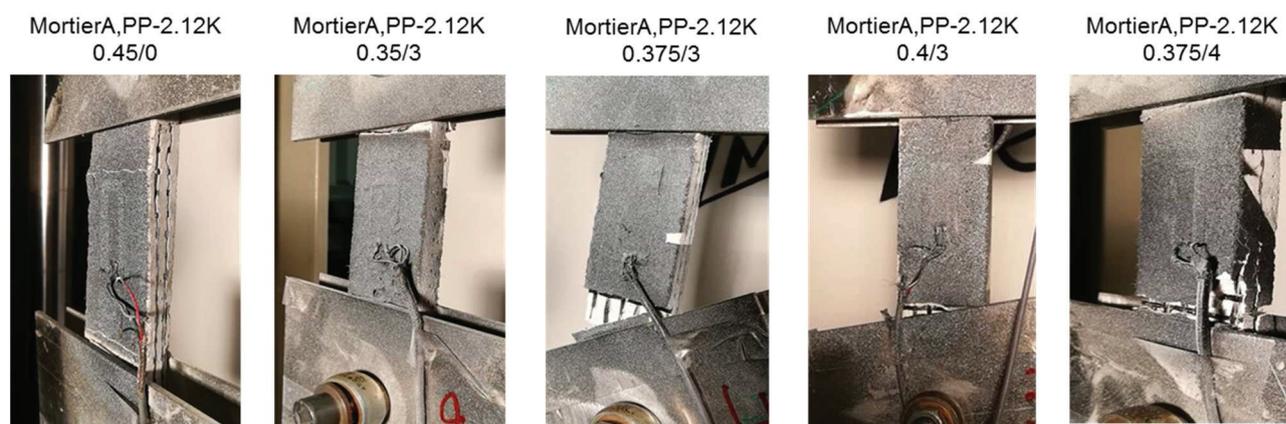


Figure V-39 : Mode de rupture des composites

D'après ces résultats, il est remarqué que le composite **MortierA,PP-2.12K 0.375/3** présente la plus grande résistance à la fissuration σ_1 et à la rupture σ_{UTS} parmi les 5 composites testés, ainsi qu'une ouverture de fissure maximale inférieure à celle des autres. En effet l'optimisation de la résistance et de l'ouverture de fissure est assurée avec un E/C de 0.375 et un pourcentage de fluidifiant de 3 % qui améliore l'interaction fibre/matrice.

La formulation **MortierA,PP-2.12K 0.375/3** a été retenue pour la caractérisation thermomécanique.

V.2.9 Caractérisation thermomécanique de MortierA,PP-2.12K 0.375/3

i. Régime thermomécanique à température constante (TMTC)

Les composites **MortierA,PP-2.12K 0.375/3** testés en régime TMTC sans palier thermique (durée d'attente = 0 h) aux différents niveaux de température sont présentés dans le Tableau V-19.

Tableau V-19 : Eprouvettes **MortierA,PP-2.12K 0.375/3** testées en régime TMTC

Nom de l'éprouvette	Dimensions des éprouvettes (mm)	Température d'essai (°C)	Nombre d'essai
MortierA,PP-2.12K 25 °C a,b,c	e = 11 (±1) l = 50 (±2) L = 480	25	3
MortierA,PP-2.12K 120 °C a,b,c		120	3
MortierA,PP-2.12K 200 °C a,b,c		200	3
MortierA,PP-2.12K 400 °C a,b,c		400	3
MortierA,PP-2.12K 600 °C a,b,c		600	3

Les courbes représentant le comportement du composite **MortierA,PP-2.12K 0.375/3** aux différentes températures observées dans la Figure V-40 sont toujours formées de deux phases. En effet, la phase de fissuration est presque négligeable grâce à l'amélioration de l'interaction

textile-mortier. Les paramètres caractérisant le comportement du MortierA,PP-2.12K 0.375/3 aux différentes températures sont présentés dans le Tableau V-20.

Les pentes des deux phases représentant E_{c1} et E_{c3} varient en fonction de la température (Tableau V-20). Quand la température passe de 25 °C à 120 °C, une chute des contraintes σ_1 et σ_{UTS} ainsi que de la pente de la troisième phase (E_{c3}) est remarquée. Ceci s'explique par le fait que l'augmentation de la température jusqu'à 120 °C diminue la performance mécanique de la matrice, à cause des phénomènes de déshydratation et de conversion, ainsi qu'elle commence à détruire la résine qui couvre le textile. La décomposition de la résine époxy à 120 °C est notée par la rupture du composite qui se manifeste par un arrachement des fibres (Figure V-41). A 200 °C et 400 °C, le comportement du composite est similaire, une diminution importante du module de Young de la première phase (E_{c1}) est aperçue tout en conservant sa rigidité finale E_{c3} . Jusqu'à 400 °C le composite perd 60 % de sa résistance initiale (à 25 °C) (Tableau V-20). A 600 °C, la résistance à la rupture ainsi que le module E_{c3} diminuent brusquement, cela peut être dû au fait que la température élevée endommage la matrice et affecte le comportement du textile. De plus la rupture se fait par défibrage ce qui traduit l'absence de la résine époxy à 600 °C (Figure V-41).

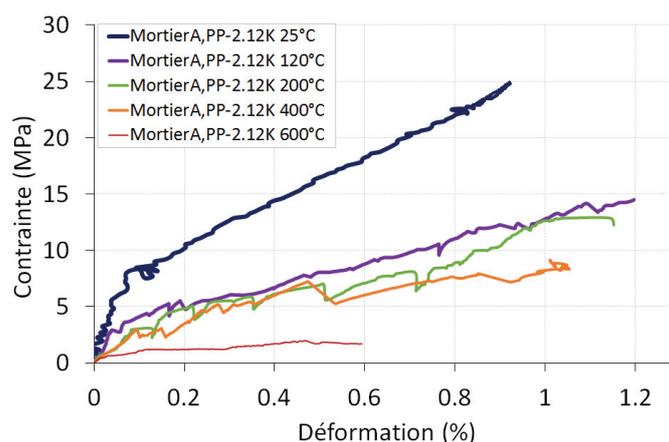


Figure V-40 : Comportement thermomécanique du composite MortierA,PP-2.12K 0.375/3

Tableau V-20 : Les propriétés thermomécanique du MortierA,PP-2.12K 0.375/3

Paramètre caractéristique	Température (°C)				
	25	120	200	400	600
E_{c1} (MPa)	4800	1176	1655	590	X
σ_1 (MPa)	6	3	2	2	X
ϵ_1 (%)	0.05	0.05	0.08	0.1	X
E_{c3} (MPa)	2300	1000	1010	700	330
σ_{UTS} (MPa)	25	15	14	9	2

ϵ_{UTS} (%)	0.9	1.3	1.2	1.1	0.55
F_{max} (/10 cm) (N)	20000	14070	11470	7980	2054
$\sigma_{UTS} / \sigma_{UTS-25^{\circ}C}$ (%)	100	70	57	40	10

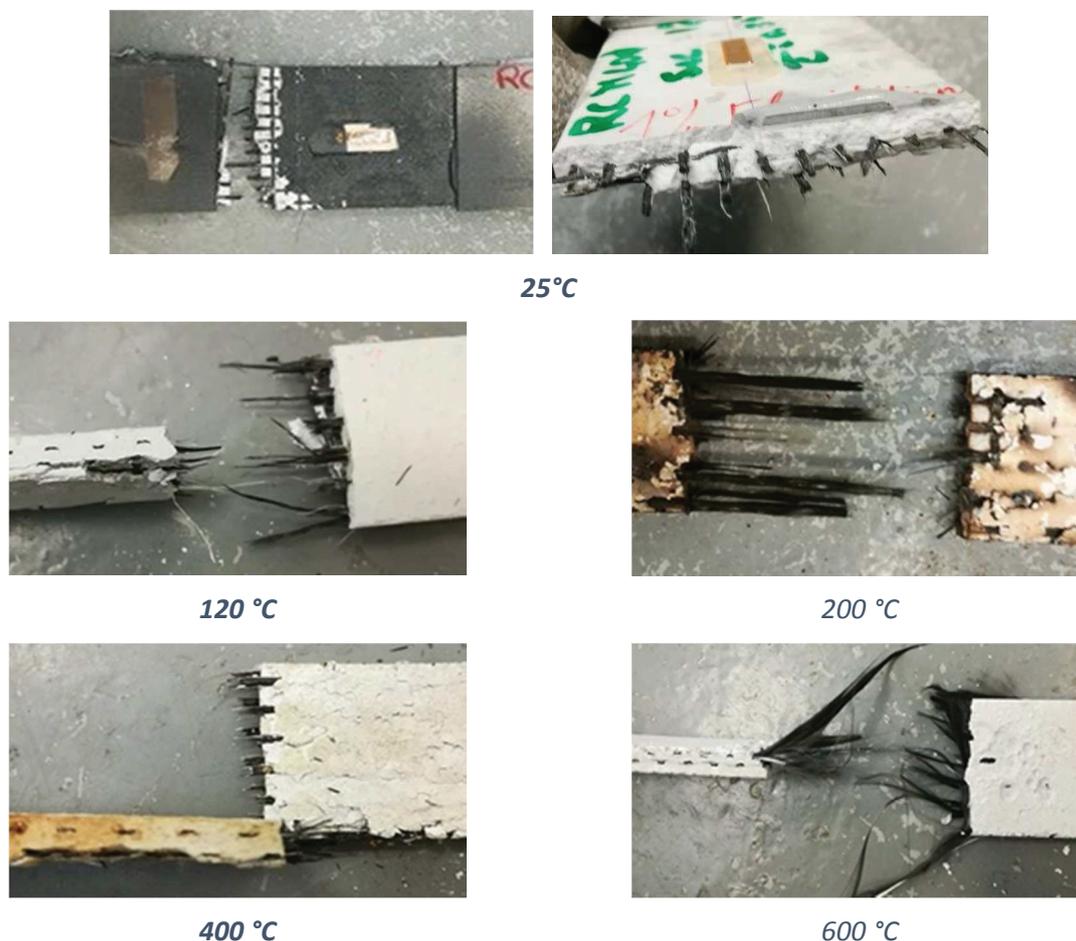


Figure V-41 : Rupture aux différentes températures du composite MortierA,PP-2.12K 0,375/3

ii. Régime thermomécanique à force constante (TMFC)

Afin d'étudier l'influence du chargement mécanique sur la température de rupture du TRC, trois niveaux de chargement mécanique ont été choisis : 30 %, 50% et 70 % de la contrainte maximale obtenue à 25 °C du composite MortierA,PP-2.12K 0.375/3. Pour chaque niveau de chargement, 2 éprouvettes ont été testées en régime TMFC (cf.III.4.3).

La température de rupture obtenue pour chaque éprouvette est représentée dans la Figure V-42 et le Tableau V-21. La rupture s'est produite sans la région exposée à la température (à l'intérieur du four) (Figure V-43).

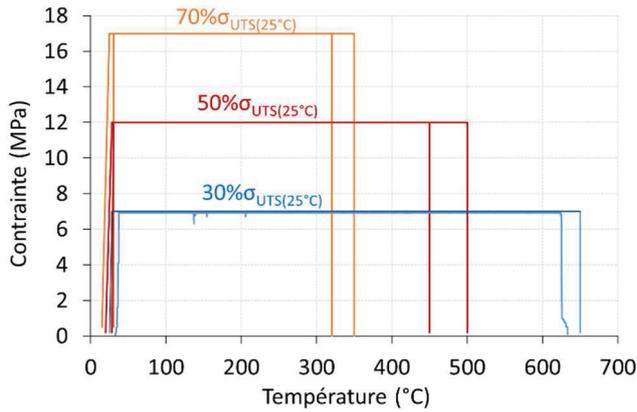


Figure V-42 : Résultats du MortieA,PP-2.12K 0,375/3 en régime TMFC

Niveau de chargement	Température de rupture (°C)
30% $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$ a	623
30% $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$ b	650
50% $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$ a	450
50% $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$ b	500
70% $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$ a	320
70% $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$ b	360

Tableau V-21 : Température de rupture du MortieA,PP-2.12K 0,375/3 aux différents niveaux de chargement mécanique

Avec une vitesse de chauffage de 30 °C/minute, une influence notable du chargement en traction pendant le chauffage est observée. A 30 % de la résistance à la traction à 25 °C, une température de 650 °C est atteinte. Avec l'augmentation du chargement mécanique, la température maximale du composite diminue. Cette dernière atteint 500 °C pour un chargement mécanique de 50 % $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$ et 360 °C pour un chargement mécanique de 70 % $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$. La diminution de la température de rupture est linéaire, elle est de l'ordre de 30 % en passant d'un niveau de chargement à un autre.



(a) 30% $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$



(b) 50% $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$



(c) 70% $\sigma_{UTS}(25^{\circ}C)$

Figure V-43 : Zone de rupture après le chargement thermique

iii. Comparaison entre les régimes TMTC et TMFC

Les résultats obtenus par le régime TMTC dans la section précédente (cf.V.2.9i) sont représentés dans cette partie sous forme de température maximale en fonction du niveau de chargement mécanique afin d'être comparés aux résultats obtenus par le régime TMFC (Figure

V-44). Cette comparaison ne tient pas compte de l'effet de la vitesse de chauffage appliquée dans les deux régimes.

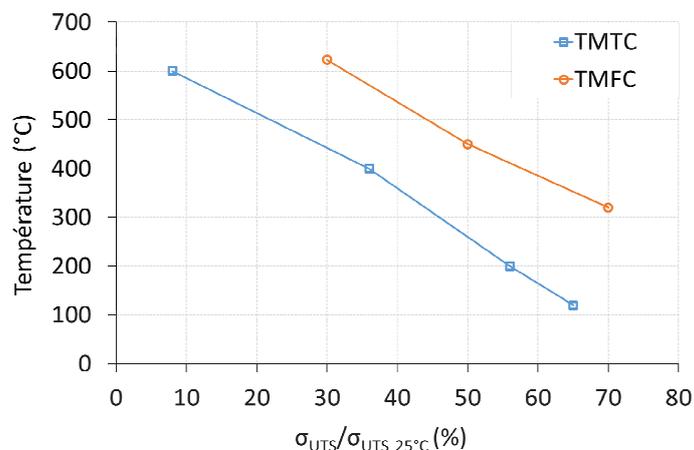


Figure V-44: Comparaison des régimes TMTC et TMFC

La Figure V-44 montre clairement l'influence du régime suivi sur la résistance à la rupture. La tendance de la diminution de la température en fonction du chargement mécanique paraît similaire. Cependant la température maximale atteinte en régime TMFC dépasse celle atteinte en régime TMTC de 200 °C pour le même niveau de chargement.

V.2.10 Comparaison de l'effet de chargement de la matrice en fonction de la température

Cette section présente une comparaison de l'effet de chargement de la matrice en fonction de la température pour les propriétés mécaniques des composites. Elle montre ensuite cette comparaison pour les propriétés thermiques.

i. Propriétés mécaniques

Une comparaison du composite MA,MatAR-2.12K (ayant des fibres de MatAR) et MortierA,PP-2.12K (ayant des fibres de PP) est faite au niveau de la contrainte ultime σ_{ULTS} , en prenant compte du taux de renfort V_f , de la contrainte ultime σ_{ULTS} nette et de la rigidité de la phase finale du textile dans le composite E_{c3} nette. L'évolution de ces paramètres en fonction de la température pour les deux composites est représentée sur les figures suivantes (Figure V-45, Figure V-46, Figure V-47 et Figure V-48).

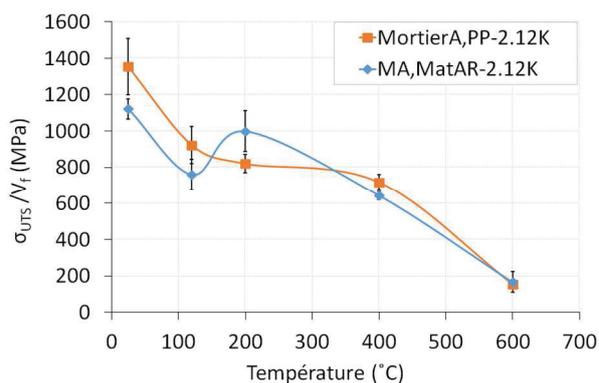


Figure V-45 : Evolution de σ_{ULTS}/V_f en fonction de la température

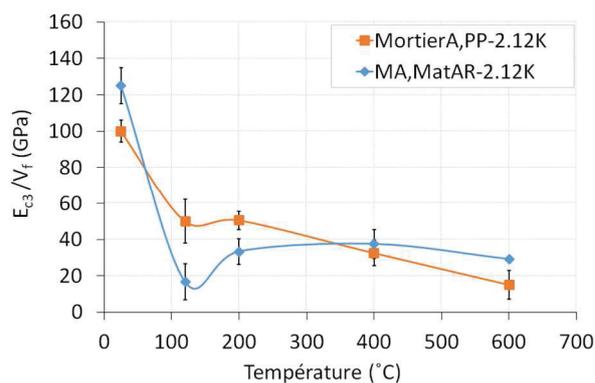


Figure V-46 : Evolution de E_{c3}/V_f en fonction de la température

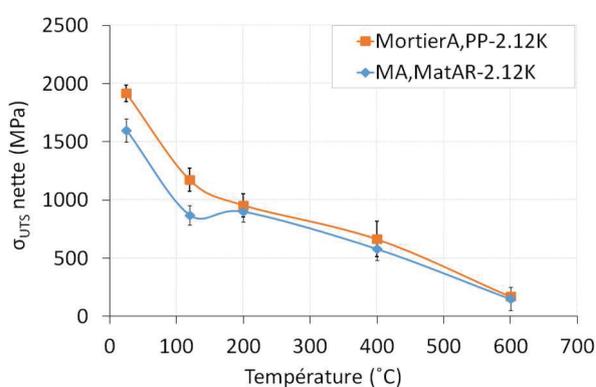


Figure V-47 : Evolution de σ_{ULTS} nette en fonction de la température

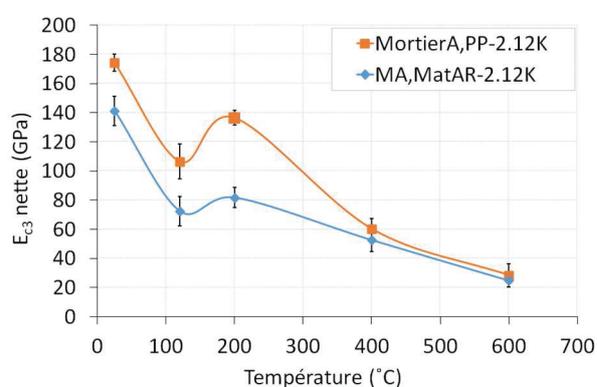


Figure V-48 : Evolution de E_{c3} nette en fonction de la température

L'utilisation d'une matrice à granulométrie étagée et des fibres de PP a présenté un effet positif sur le comportement du composite ciment alumineux-carbone dans la gamme de température comprise entre 25 °C et 200 °C. Une augmentation de la résistance ultime (σ_{ULTS} nette et E_{c3} nette) du MortierA,PP-2.12K (Figure V-45 et Figure V-47) à 25 °C et 120 °C est remarquée par rapport au composite MA,MatAR-2.12K avec des fibres de MatAR. En revanche, le composite MortierA,PP-2.12K présente une chute de ses propriétés mécaniques entre 200 °C et 400 °C, alors que MA,MatAR-2.12K présente une stabilité dans cette gamme de température fournie par les couches de Mat AR.

V.3 CONCLUSION

Des composites TRC susceptibles de présenter des performances thermomécaniques intéressantes ont été développés dans ce chapitre. Les procédures expérimentales suivies ont permis de caractériser plusieurs familles et générations des composites et de faire évoluer leur comportement.

La première famille était formée d'une matrice phosphatique et des fibres de verre E. Deux paramètres ont été étudiés avec cette famille : la géométrie et la pré-imprégnation du textile. L'utilisation de textiles unidirectionnels, orientés dans le sens principal de la charge, conduit à une augmentation des performances mécaniques du composite. Par contre la géométrie ouverte

du textile évite le délaminage entre les couches du textile. Dans un second temps, l'interaction entre la matrice et le renfort textile unidirectionnel a été améliorée par la pré-imprégnation du textile par une résine époxy. La résistance de ce dernier composite a augmenté. Alors que, la pré-imprégnation du textile n'a pas présenté une différence à des températures élevées, une chute sévère entre 25 °C et 200 °C est remarquée et ceci est expliqué par la combustion de la résine vers 200 °C.

La deuxième famille de TRC étudié est formée de 3 générations. La première génération est composée d'une matrice alumineuse et de grille de carbone 2*6K. La matrice alumineuse a été chargée différemment dans cette génération afin d'optimiser la nature de la charge vis-à-vis des performances thermomécaniques. Le chargement de la matrice par l'alumine et par des couches de Mat AR a été validé et utilisé dans la deuxième génération dans laquelle une grille de carbone 12K a été utilisée. Cette génération rencontre de nouveau le problème de délaminage au niveau des couches de carbone 12K et/ou de Mat AR en fonction de la température.

Afin d'améliorer l'interaction matrice-textile, deux solutions ont été proposées : l'une au niveau de la grille de carbone et l'autre au niveau de la matrice. La deuxième solution a été retenue, elle consistait à remplacer le ciment alumineux chargé d'alumine et de Mat AR par un mortier à granulométrie étagée, chargée par des fibres de polypropylène, d'où la formation de la troisième génération de TRC.

Cette dernière génération a présenté les meilleures performances mécaniques vis-à-vis de la température.

CHAPITRE VI. CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE ET THERMIQUE DES TRC

Les analyses physico-chimiques des matériaux permettent la compréhension du comportement des matériaux et de leurs caractéristiques afin de confirmer leurs compositions ou d'identifier des défauts. La connaissance des transformations physico-chimiques s'opérant dans la matrice au cours du traitement thermique est un préalable indispensable au choix des matériaux de renfort. En effet, le matériau de renfort ne doit pas ou très peu réagir chimiquement avec la matrice. Cette condition est nécessaire pour la formation d'une interface présentant les propriétés indispensables au transfert de charge matrice-renfort, évitant ainsi une rupture fragile.

Ce chapitre présente le travail lié à la caractérisation physico-chimique et thermique des TRC. Les résultats issus de cette caractérisation permettent de comprendre mieux les changements des propriétés physico-chimiques et thermiques des TRC ou de la matrice des TRC en fonction de la température. Par conséquent, ces résultats permettent d'expliquer les variations des propriétés thermomécaniques des TRC en fonction de la température qui sont observées dans les chapitres précédents (chapitres IV et V).

Deux types de phénomènes sont considérés dans cette étude afin d'avoir des explications sur le comportement physico-chimique des composites TRC: les modifications microstructurales et les transformations thermiques.

VI.1 ANALYSE MICROSTRUCTURALE

Cette partie présente respectivement les observations au tomographe, l'analyse de diffraction des rayons X (DRX) ainsi que l'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).

VI.1.1 Observations au tomographe

Une sélection de composites étudiés dans le cadre de ces travaux a été faite pour l'observation microstructurale au tomographe. Les observations ont été réalisées sur un tomographe à l'institut MATEIS de l'INSA de Lyon. La tomographie par rayons X est basée sur l'émission d'un faisceau de rayons X traversant un objet, puis un détecteur permet la réception du faisceau résiduel transmis pour visualiser la microstructure de l'objet étudié dans de multiples positions angulaires appelées projections. L'examen des échantillons par tomographie aux rayons X a été effectué à l'aide d'un tomographe GE Phoenix v | tome | xs (Figure VI-1). Ce tomographe est capable d'avoir une résolution de 1 μm . La résolution dépend fortement des dimensions de l'échantillon (plus le volume observé est important plus on perd de résolution) et de la puissance de la source de rayons X. L'analyse des images du tomographe permet de reconstruire le composite en son volume et de visualiser l'état de la matrice, la répartition des fibres, l'interface fibre/matrice et la porosité.

Aucun traitement préalable n'a été effectué sur les échantillons. Le volume observé par le tomographe est de 10 x 10 x 5 mm^3 comme illustré sur la Figure VI-2. Cette taille a permis d'avoir une résolution de 10 μm a priori suffisante pour l'examen de la distribution des fibres

et des vides des échantillons. Le logiciel utilisé pour le traitement des données est « Image J » qui est disponible en libre accès. Les résultats de l'analyse par rayons X se présentent sous forme d'images en niveau de gris (images brutes). Après le traitement des images brutes, les fibres ou les vides peuvent être isolés en sélectionnant leurs intervalles de niveau de gris. La Figure VI-3 représente une image issue de l'observation au tomographe d'un composite TRC contenant des fibres de verre continues avant et après isolation de la porosité. Les porosités apparaissent sur l'image en noir. L'exploitation des images sur « Image J » permet de plus par calcul cumulatif sur chacune des images de calculer le taux de porosité au sein des échantillons observés.



Figure VI-1 : Tomographe GE Phoenix v | tome | xs

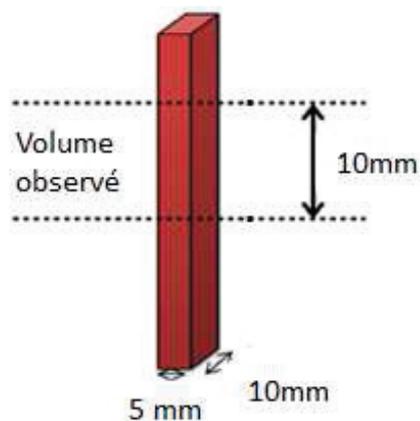


Figure VI-2 : Le volume observé par le tomographe

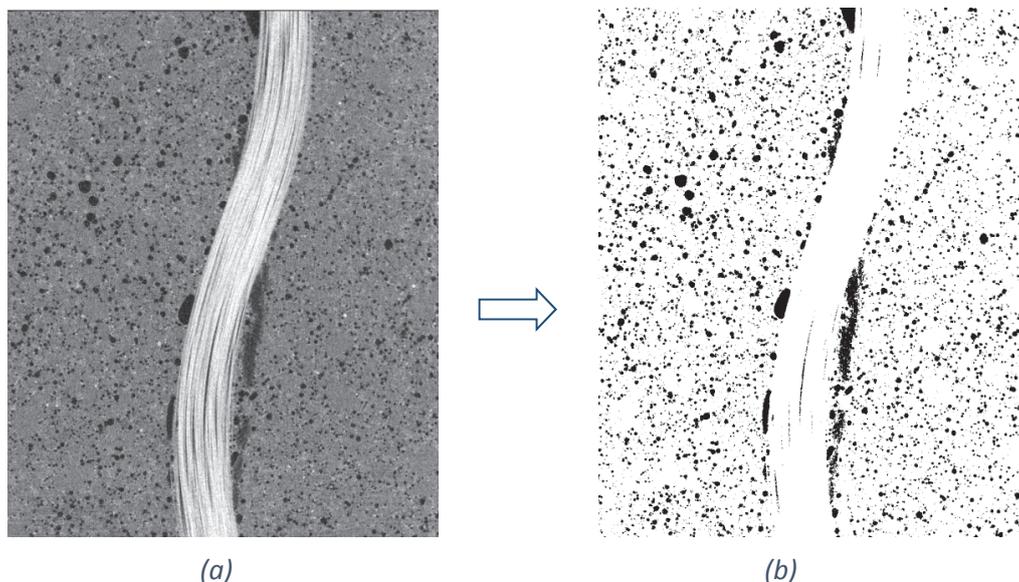


Figure VI-3 : Schéma de l'exploitation par Image J d'une image afin d'avoir accès à la porosité interne du matériau

VI.1.2 Analyse de diffraction des rayons X (DRX)

Cette analyse permet de récupérer des informations sur l'ordre cristallin de la matière et d'identifier les minéraux compositionnels de la matrice. Bien qu'il soit possible de procéder à une analyse quantitative, seule une analyse qualitative est réalisée dans cette étude.

L'analyse DRX est réalisée sur des échantillons réduits en poudres issues du broyage de la matrice des matériaux élaborés depuis plus que 1 mois. Les échantillons sont placés sur le porte-échantillons de façon à former la surface la plus plane possible.

Le matériau est projeté par un faisceau de rayons X monochromatiques et parallèles de longueur d'onde connue produit par une anticathode de cuivre. L'échantillon est ensuite placé au centre d'un dispositif rotatif et tourne lui-même d'un mouvement uniforme autour de l'axe situé dans son plan (cercle goniométrique). Les résultats sont représentés par des diffractogrammes ou spectres DRX (Figure VI-4) qui correspondent à la valeur de l'intensité de diffraction d'un minéral en fonction de l'angle de déviation (2θ).

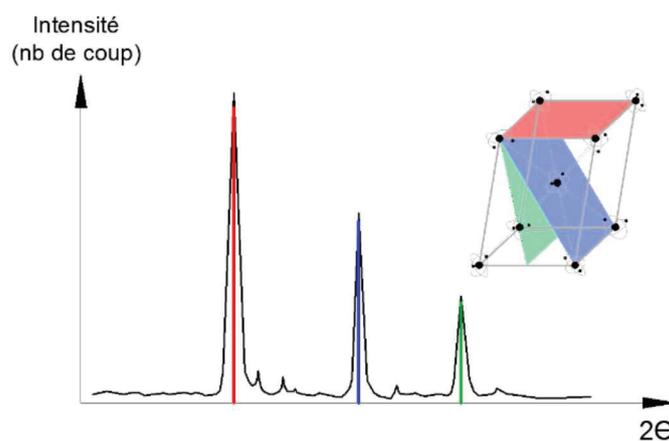


Figure VI-4 : Diffractogramme ou spectre DRX pour un élément

VI.1.3 Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet l'identification de matériaux de natures organiques ou minérales. C'est une technique analytique qualitative d'une molécule composée d'atomes liés entre elles par des liaisons qui possèdent des fréquences de vibration propres. Ainsi, une molécule exposée à un rayonnement infrarouge, absorbe une certaine quantité d'énergie qui, si elle est voisine de l'énergie de vibration d'une partie de cette molécule, sera absorbée par cette dernière. Une diminution de l'intensité lumineuse réfléchie ou transmise sera ainsi enregistrée. L'utilisation de cette technique nécessite l'utilisation des échantillons en poudre, ayant une finesse finale inférieure à $80\ \mu\text{m}$. Pour cela, les échantillons ont été broyés pour obtenir des grains qui sont très fins et tamisés à $80\ \mu\text{m}$.

Le signal collecté par le spectromètre sera ensuite converti en spectre d'absorption et sera représenté par des bandes (ou pics) formant un spectre IRTF (Figure VI-5). Ainsi, les bandes permettent d'identifier les différentes liaisons et les phases qui constituent le matériau.

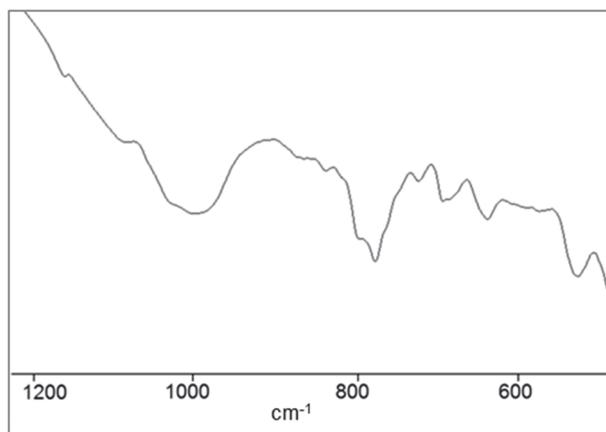


Figure VI-5 : Exemple d'un spectre IRTF

VI.2 ANALYSES THERMIQUES

Cette partie présente respectivement les analyses thermogravimétriques (ATG) et calorimétriques différentielles (DSC) effectuées sur la poudre de la matrice cimentaire du TRC ainsi que l'analyse dilatométrique (TMA) effectuée sur l'échantillon de TRC.

VI.2.1 Analyses thermogravimétrique (ATG) et calorimétrique différentielle (DSC)

Au cours du chauffage de la matrice cimentaire, des phénomènes liés à un processus thermo-hydro-chimique définissent son comportement. L'analyse thermogravimétrique (ATG) couplée à l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) est réalisée sur la machine « METTLER TOLEDO ATG-DSC3+ ».

L'analyse thermogravimétrique (ATG) permet de suivre l'évolution de la masse de l'échantillon en fonction de la température. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) se fait entre un creuset contenant l'échantillon et un autre creuset vide de référence, elle permet de déterminer la température d'une transformation intervenant dans le matériau accompagnée d'un échange de chaleur (Figure VI-6). Les creusets utilisés sont des creusets en alumine pour une analyse à très haute température (~1200°C) et des creusets en aluminium pour les analyses à des températures inférieures à 600°C afin d'augmenter la précision des mesures (Figure VI-7).



Figure VI-6 : Montage d'essai ATG-DSC

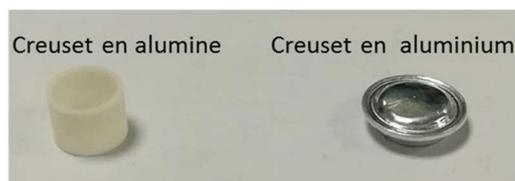


Figure VI-7 : Creuset en alumine et en aluminium pour l'ATG-DSC

Les caractérisations sont réalisées sur des échantillons de poudre d'environ 20 mg avec une montée en température de 10 °C/minute. Une exploitation automatique et une analyse des résultats se fait ensuite à l'aide du logiciel « STARE ».

VI.2.2 Analyse dilatométrique (TMA)

L'analyse dilatométrique permet de suivre au cours d'un cycle thermique, la variation de l'épaisseur d'un échantillon en fonction de la température ou du temps.

Cette analyse est réalisée au moyen de la machine « Mettler Toledo TMA/SDTA 1 IC/ 600 » qui peut atteindre une température de 600 °C. Cette machine est munie d'une sonde à quartz contenant un thermocouple qui mesure la température et d'un transformateur différentiel linéaire variable (LVDT) qui mesure les petits mouvements de la sonde qui est en contact avec l'échantillon. L'analyse est faite sur des échantillons d'une épaisseur de 5 mm, chauffés à une vitesse de 3 °C/minute.



Figure VI-8: Montage TMA

VI.3 ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES ET THERMIQUES DES COMPOSITES 3G.AR ET 3G.AR.FEU

Les transformations physico-chimiques des deux composites 3G.AR et 3G.AR.Feu au cours du traitement thermique sont caractérisées par les études suivantes :

- Analyse au tomographe ;
- Variation dimensionnelle des échantillons via la dilatométrie ;

- Analyses thermogravimétrique (ATG) et calorimétrique différentielle (DSC).

Par ailleurs, des analyses par diffraction des rayons X (DRX) et par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) du mortier normal et mortier feu, ont été réalisés à la température ambiante afin d'identifier leurs hydrates.

VI.3.1 Observations tomographiques

Des observations au tomographe aux rayons X ont été menées afin de visualiser l'impact de la température sur la structure interne du composite. Les échantillons ont subi un traitement thermique préalable aux niveaux de température de 75 °C, 150 °C et 300 °C avec une heure d'exposition. Ces niveaux de température ont été choisis relativement aux résultats obtenus dans la Figure IV-15 qui présente une évolution de contrainte en fonction de la température presque symétrie par rapport à 150 °C.

Les observations faites pour chaque niveau de température sont effectuées deux fois, avant et après le préchauffage, et la même coupe longitudinale est ensuite présentée.

Les résultats de l'analyse par rayons X sont présentés dans la Figure VI-9 et la Figure VI-10 pour 3G.AR et 3G.AR.Feu respectivement. D'après ces images, les fibres et la matrice peuvent être distinguées avant et après le traitement des échantillons aux différents niveaux de température.

A première vue, ces images ne permettent pas de détecter une dégradation des composites 3G.AR et 3G.AR.Feu aux niveaux de la matrice, des fibres et de leur l'interface. Seul un changement des niveaux de gris dans la matrice est observé. Ce phénomène correspond à la décomposition chimique ou à la transformation d'un hydrate à un autre. Pourtant, il est remarqué que les grains du mortier feu utilisé dans le composite 3G.AR.Feu (Figure VI-10) ne sont pas très fins et ils ont des tailles plus grandes que ceux du mortier normal du composite 3G.AR. Cette taille des grains influence la cohésion entre les particules de la matrice et à l'interface matrice-textile, ce qui explique la différence de résistance entre les composites 3G.AR et 3G.AR.Feu (cf. IV.3.2i).

L'exploitation des images obtenues par tomographie conduisent à déterminer aussi la porosité des composites 3G.AR et 3G.AR.Feu. La porosité des deux composites a été ensuite comparée dans le Tableau VI-1. Une augmentation de la porosité de + 30 % environ est observée pour les deux composites 3G.AR et 3G.AR.Feu entre 25 °C et 150 °C, puis une diminution de 20 % environ est notée quand la température passe de 150 °C à 300 °C.

La variation de la porosité semble être principalement localisée à l'intérieur de la matrice cimentaire pour cet intervalle de température (25 °C - 300 °C).

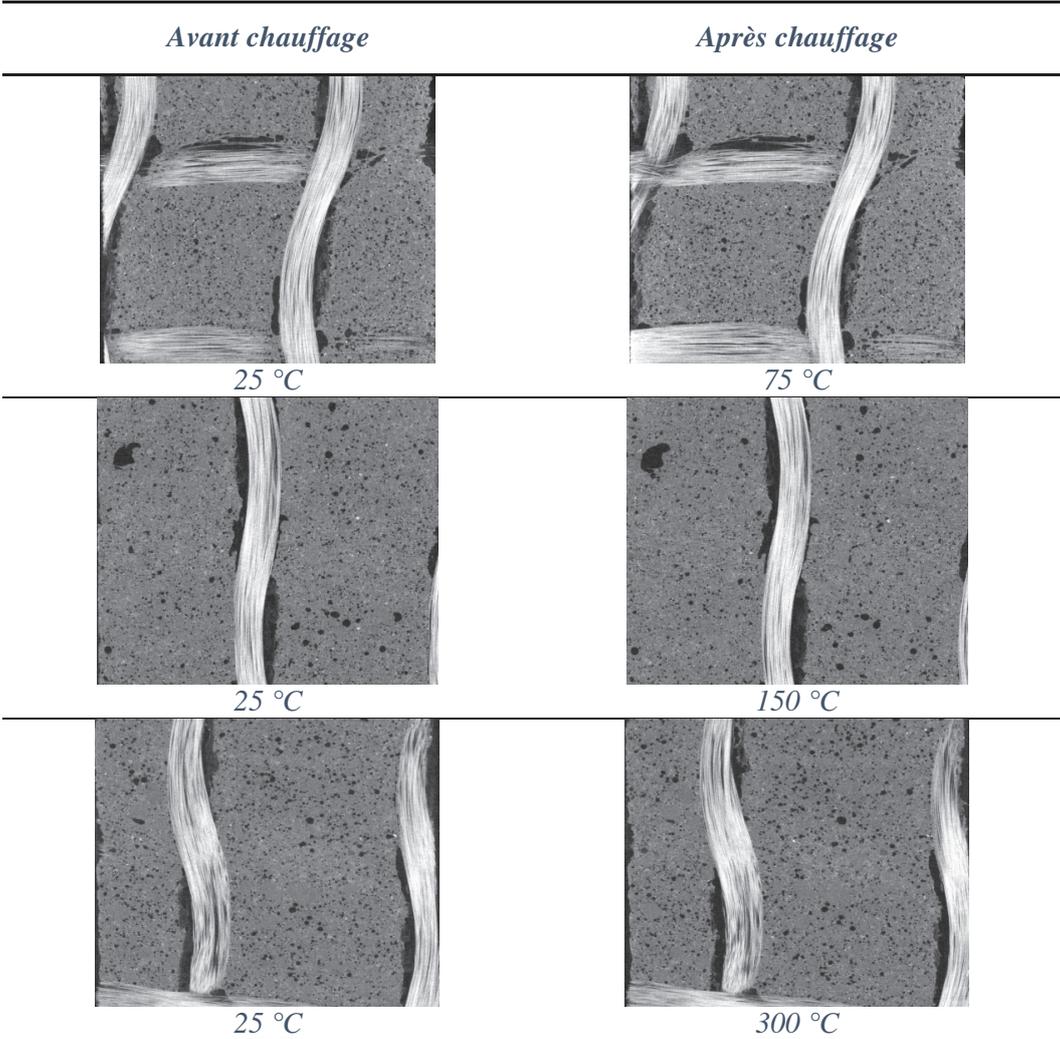
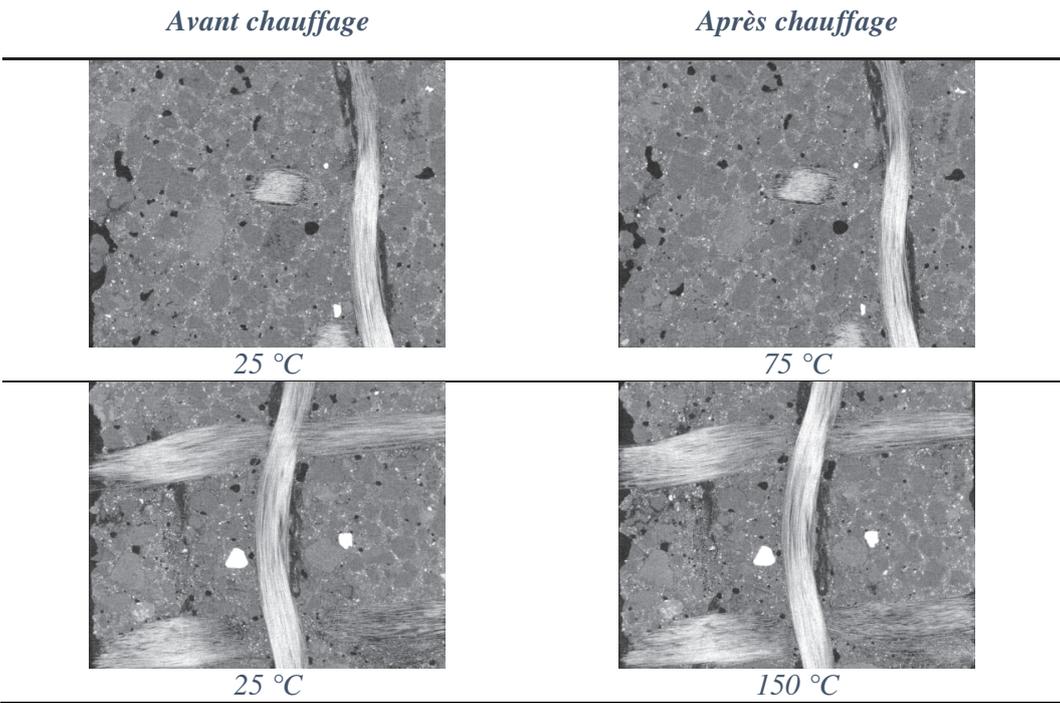


Figure VI-9 : Observations au tomographe de 3G.AR



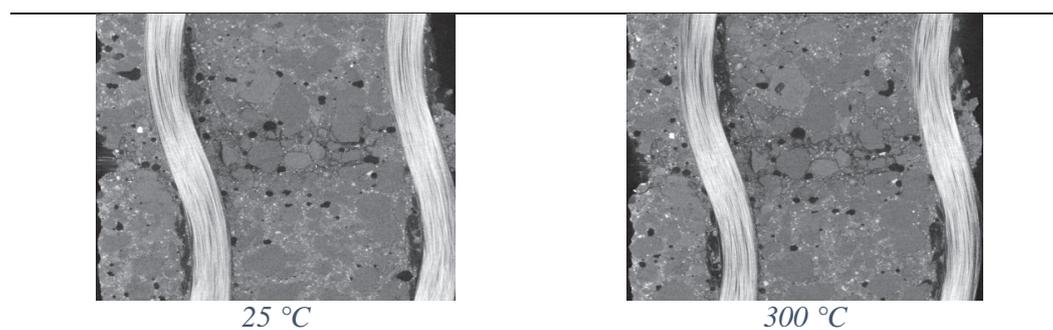


Figure VI-10 : Observation au tomographe de 3G.AR.Feu

Tableau VI-1 : Evolution de la porosité de 3G.AR et 3G.AR.Feu en fonction de la température

Température d'essai	Porosité (%) mesurée à partir des images tomographiques	
	3G.AR	3G.AR.Feu
25 °C	12	10
75 °C	13	11
150 °C	16	13
300 °C	12	11

VI.3.2 Analyse de diffraction des rayons X (DRX) et de spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

Les phases composant les deux mortiers utilisés dans 3G.AR et 3G.AR.Feu ont été déterminées par DRX et par IRTF. La DRX permet l'identification des phases minérales bien cristallisées. La spectroscopie IRTF complète l'information sur des éléments faiblement cristallisés.

La caractérisation des poudres du mortier Normal (de 3G.AR) montre la présence de phases basiques de ciment Portland : les phases de silicate (alite C_3S , belite C_2S), les phases d'aluminate (C_3A , C_4AF) et les phases de sulfate ($C\hat{S}H_{0.5}$, $C\hat{S}H_2$, $C\hat{S}$). Bien que le mortier Feu (de 3G.AR.Feu) contienne les éléments de base du ciment alumineux (CA , $C_{12}A_7$, C_3A), il contient également la phase de silicate (C_2S), l'anhydrite ($C\hat{S}$) et la phase de ferrite (C_3FT). Les phases correspondant aux deux mortiers, à l'état anhydre et à l'état hydraté, sont présentées dans la Figure VI-11 et la Figure VI-12 pour le mortier Normal et dans la Figure VI-13 et la Figure VI-14 pour le mortier Feu. L'hydratation de ces mortiers se fait principalement avec les silicates d'une part et entre les aluminates et les sulfates d'autre part. Cette hydratation conduit à la formation d'une variété d'hydrates, ce qui est montré par l'analyse DRX et IRTF. Le monosulfoaluminate de calcium (Afm), le silicate de calcium hydraté (C-S-H) et la portlandite (CH) sont les hydrates principaux du mortier Normal (Figure VI-11 et Figure VI-12). La portlandite (CH) n'existe pas dans le mortier Feu. La présence de C-S-H est détectée par DRX et présentée dans la Figure VI-14. La présence en excès d'aluminate provoque la formation de phases stables de monosulfoaluminate de calcium (Afm), de stratlingite (C_2ASH_8) et de gibbsite (AH_3) (Figure VI-13 et Figure VI-14).

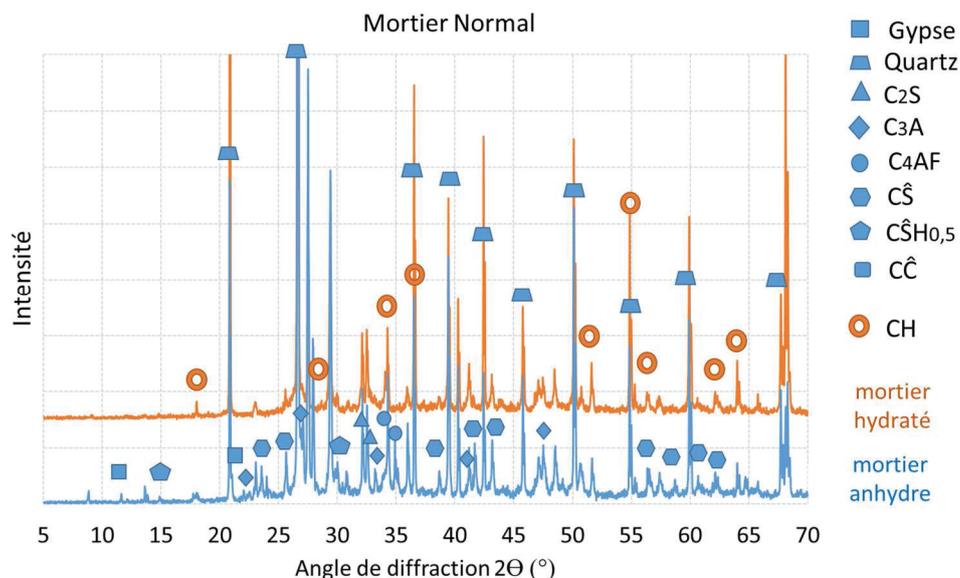


Figure VI-11: DRX du mortier normal aux états anhydre et hydraté

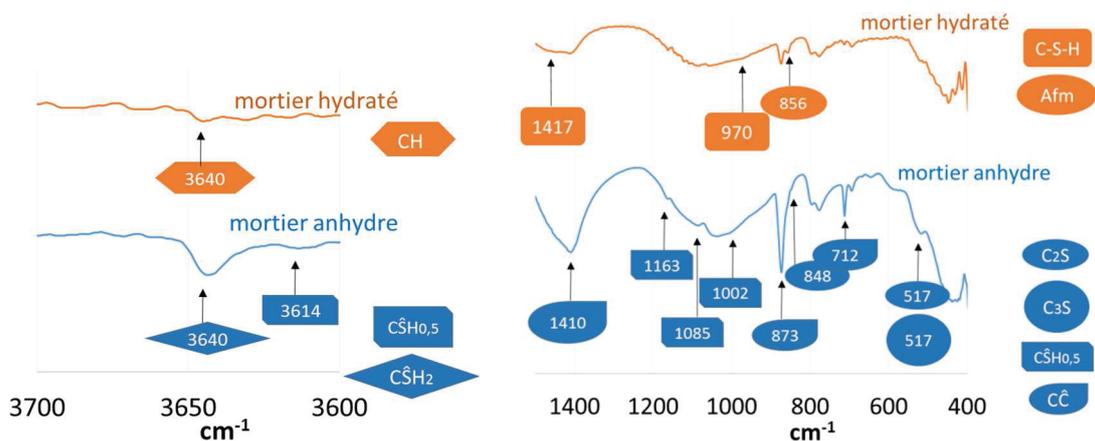


Figure VI-12 : Spectrogramme du mortier Normal aux états anhydre et hydraté

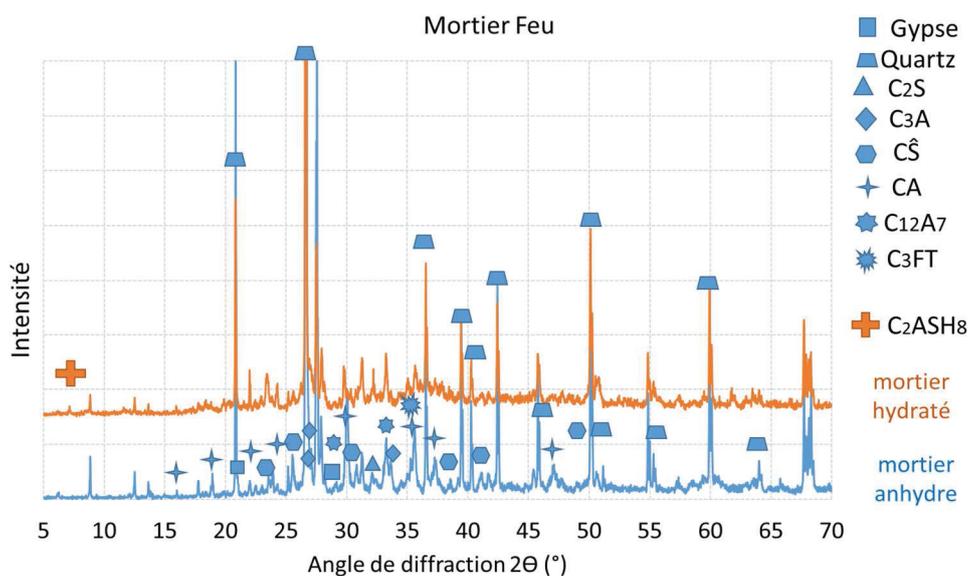


Figure VI-13 : DRX du mortier Feu aux états anhydre et hydraté

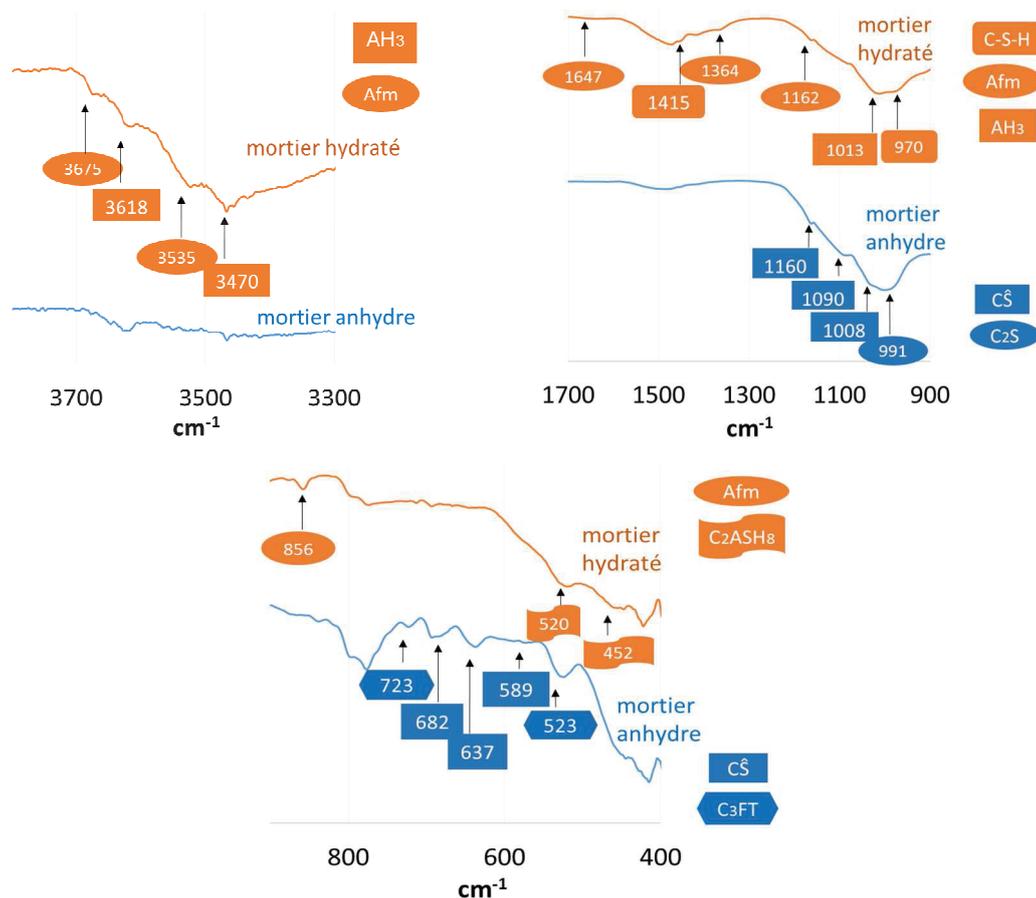


Figure VI-14 : Spectrogramme du mortier Feu aux états anhydre et hydraté

VI.3.3 Analyses thermiques

Cette section présente tout d'abord l'analyse ATG-DSC des mortiers des composites 3G.AR et 3G.AR.Feu. Elle montre ensuite l'analyse TMA sur ces mortiers.

i. Analyse ATG-DSC des mortiers

L'ATG et le DSC ont été réalisés afin de comprendre les mécanismes qui se produisent dans le mortier normal (de 3G.AR) et le mortier feu (de 3G.AR.Feu) en fonction de la température. Par chauffage, avec une vitesse de 10 °C/minute, la pâte de ciment subit une séquence continue de réactions de décomposition plus ou moins irréversibles. Afin d'effectuer l'ATG sur les échantillons, les mortiers ont été concassés en poudre et 20 mg environ ont été utilisés.

D'abord, les analyses ATG et DSC ont été effectuées sur une poudre de mortier anhydre d'une part et hydratée d'autre part pour le mortier Normal (Figure VI-15 a, b) et le mortier Feu (Figure VI-15 c, d). Il montre que la première perte de poids située à 150 °C pour les deux mortiers résulte de réactions de déshydratation du monosulfoaluminate de calcium (Afm) et peut s'accompagner d'une déshydratation de C-S-H. Pour le mortier Feu, une chute en masse ainsi qu'un pic entre 200 °C et 250 °C ont été observés (Figure VI-15 c, d). Ceci n'est pas présent dans les courbes représentant le mortier Normal. Cette modification correspond à la décomposition de la stratlingite (C₂ASH₈). En plus, la décomposition de la gibbsite (AH₃) est observée dans le mortier feu à 300 °C (voir Figure VI-15 c, d). A 400 °C, il s'est produit une

dihydroxylation de la portlandite (CH) existant dans le mortier Normal et pas dans le mortier Feu (Figure VI-15).

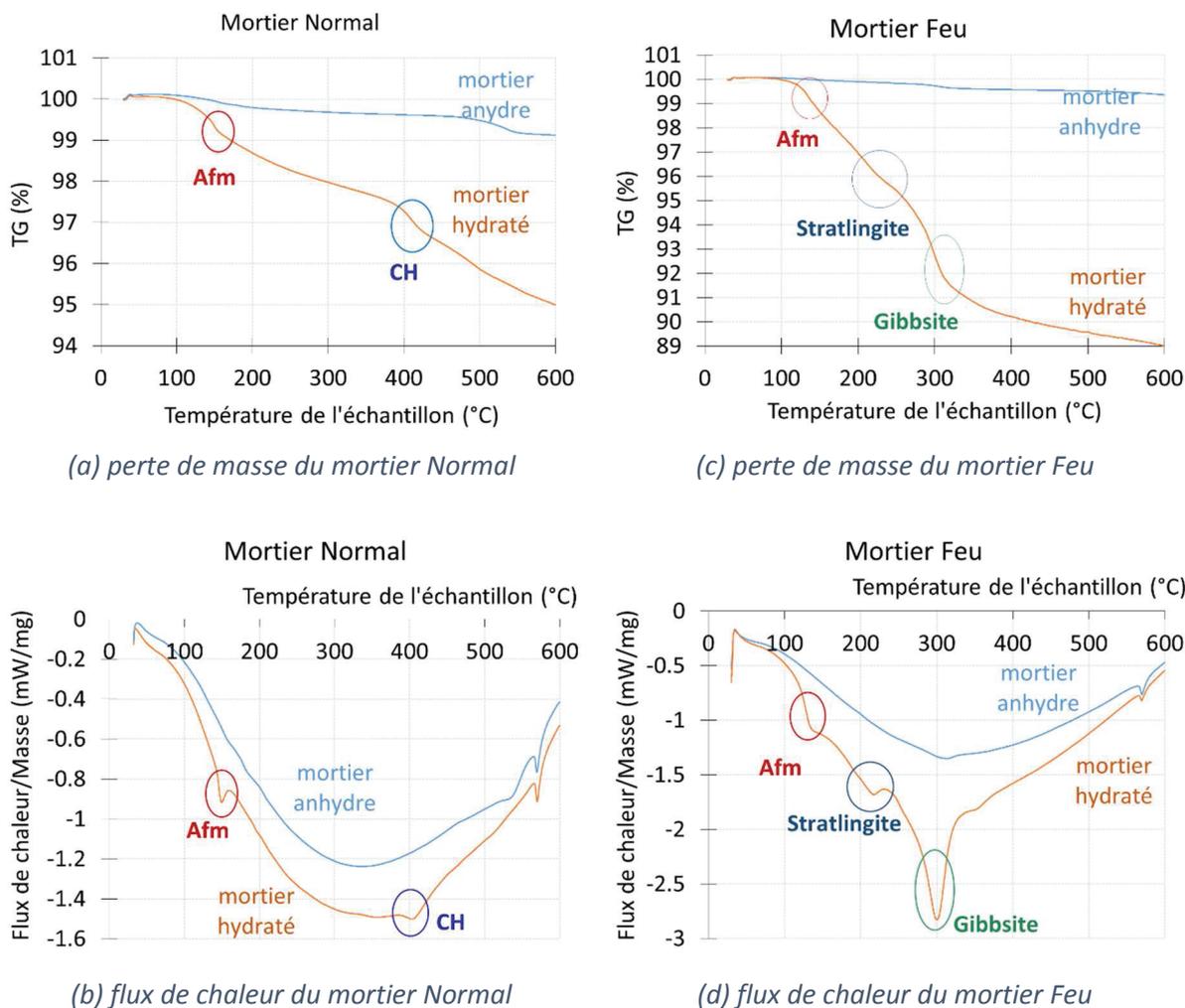


Figure VI-15 : Analyse ATG-DSC du (a) et (b) mortier Normal, (c) et (d) mortier Feu

Après avoir identifié les phases du mortier en chauffant la poudre à 600 °C, l'effet de différents niveaux de température (25 °C, 75 °C, 150 °C et 300 °C) sur la composition minéralogique des produits d'hydratation du mortier a été étudié. Les résultats ATG et DSC pour les échantillons du mortier Normal et du mortier Feu, préalablement chauffés aux différents niveaux de température, sont résumés dans la Figure VI-16.

Une comparaison entre les courbes représentant les deux mortiers aux différentes températures révèle que les hydrates se décomposent avec l'augmentation de la température et disparaissent pour les échantillons préchauffés à 300 °C pour le mortier normal (Figure VI-16 a, b) et le mortier de feu (Figure VI-16 c, d). Les résultats montrent que les échantillons préchauffés à 300 °C ne présentent aucune perte de masse ni un pic de flux de chaleur correspondant avant 300 °C. Les hydrates du mortier Normal (Afm, C-S-H) ainsi que le mortier feu (Afm, stratlingite C_2ASH_8 et gibbsite AH_3) se sont décomposés avant ce niveau de température. En revanche, la portlandite (CH) qui existait dans le mortier normal se décompose entre 400 °C et 450 °C et apparaît toujours dans l'échantillon préchauffé à 300 °C (Figure VI-16 a, b). La recristallisation

de la silice se produit à 580 °C pour les deux mortiers, et la décarbonatation du carbonate de calcium (CĈ) se produit à 700 °C pour le mortier Normal.

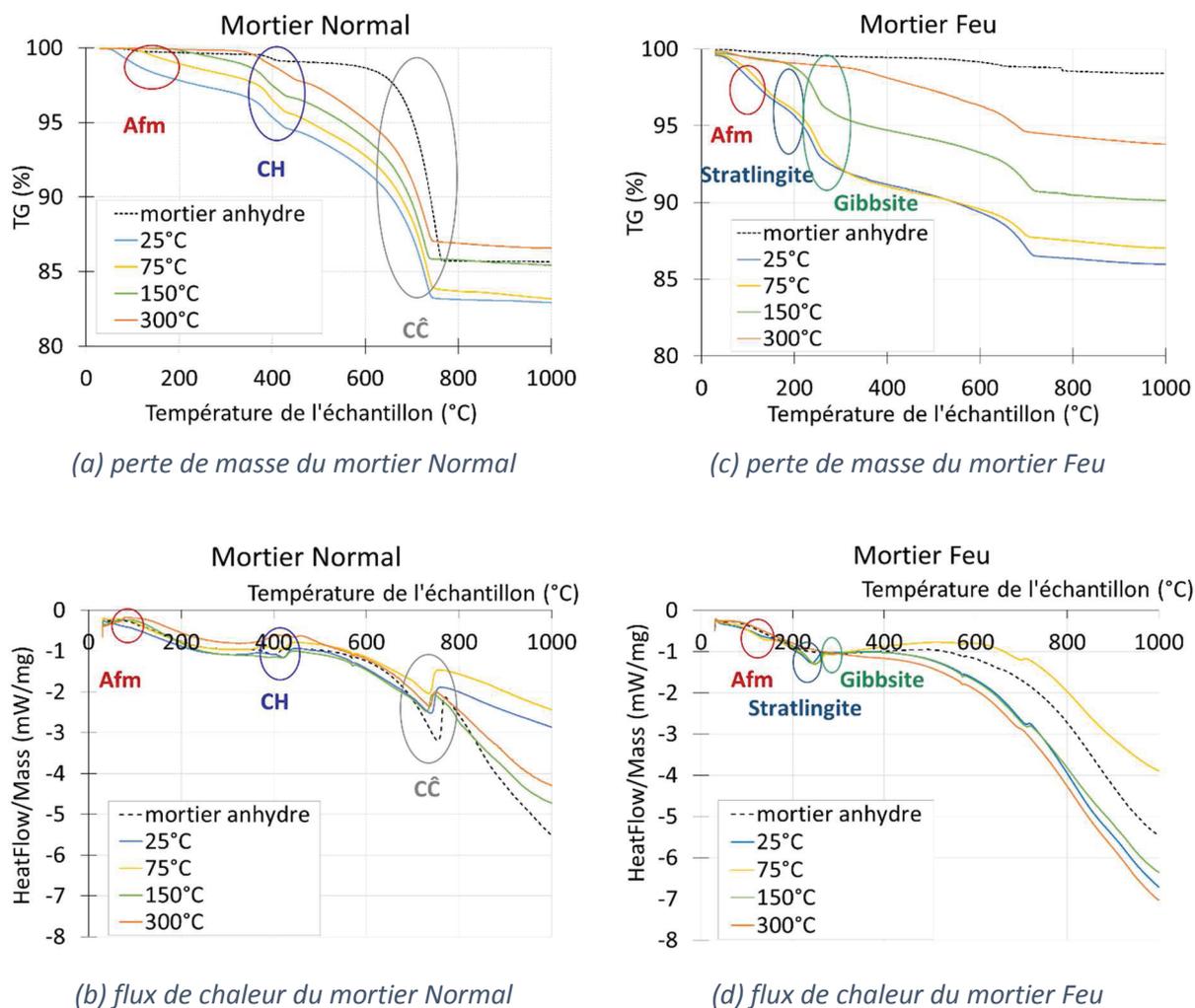


Figure VI-16 : Analyse ATG-DSC après préchauffement des échantillons aux différentes températures 25°C, 75°C, 150°C et 300°C du (a) et (b) mortier normal, (c) et (d) mortier Feu

ii. Analyse TMA

La différence du comportement des composites 3G.AR et 3G.AR.Feu vue avant [cf. IV.3.2i (Figure IV-15 et Figure IV-16)], entre 25 °C et 300 °C, peut également être liée au chargement thermique. La Figure VI-17 montre l'évolution dilatométrique de 3G.AR et de 3G.AR.Feu en fonction de la température obtenue par une analyse thermomécanique (TMA) (cf. VI.2.2).

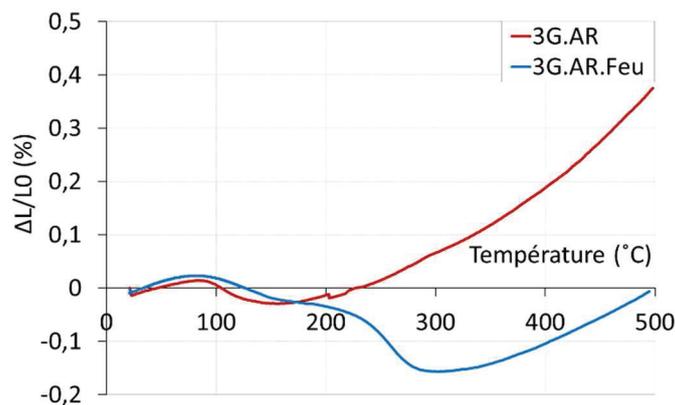


Figure VI-17 : Evolution dilatométrique de 3G.AR et 3G.AR.Feu

Une dilatation est marquée dans les deux matériaux composites 3G.AR et 3G.AR.Feu entre 25 °C et 90 °C environ. Cette dilatation correspond à une libération substantielle d'eau, créant une porosité dans la matrice. Ensuite, entre 90 °C et 150 °C, 3G.AR et 3G.AR.Feu présentent un léger retrait thermique. La résistance mécanique ultime σ_{UTS} et la rigidité E_{c3} du matériau diminuent généralement entre 25 °C et 150 °C. Cependant, entre 150 °C et 300 °C, le matériau 3G.AR.Feu subit un deuxième retrait attribué à la déshydratation de la stratlingite et de la gibbsite (perte d'eau libre et transformation des hydrates). Alors que, entre 150 °C et 300 °C, 3G.AR se dilate de nouveau sans phénomène notable. Après 300 °C les deux TRC subissent une forte expansion.

VI.3.4 Analyse des résultats obtenus

Cette étude expérimentale a permis une comparaison entre le comportement de 3G.AR et 3G.AR.Feu et l'identification de l'effet de la nature de la matrice cimentaire. Les différents résultats expérimentaux représentant les évolutions microstructurales sont corrélés dans ce paragraphe.

La résistance et la première pente de la courbe contrainte-déformation des TRC étudiés dans la partie précédente (cf. IV.3.2i) sont liées à la porosité et à la granulométrie de la matrice. Le composite 3G.AR est le plus dense et qui a une granulométrie plus fine que celle de 3G.AR.Feu (Figure VI-9 et Figure VI-10). Le composite 3G.AR présente une résistance mécanique plus importante que celle du 3G.AR.Feu. Par contre, la taille des grains ainsi que la porosité plus ou moins stable en fonction de la température de la matrice Feu ont un rôle positif dans la tenue en température des composites déjà chargés mécaniquement, déterminée à partir du régime thermomécanique à force constante (TMFC) (cf. IV.3.2ii).

Le comportement des composites 3G.AR et 3G.AR.Feu testés en fonction de la température et spécifiquement la réduction de la résistance entre 25 °C et 150 °C et son augmentation entre 150 °C et 300 °C est justifié par des analyses chimiques et thermiques.

Entre 25 °C et 110 °C, une chute prononcée de la contrainte ultime σ_{UTS} et de la rigidité E_{c3} est observée. Cette chute correspond à une dilatation du matériau de l'ordre de 0,02 % pour 3G.AR et 0,04 % pour 3G.AR.Feu, accompagnée d'une perte de masse d'environ 1 % pour les deux

mortiers. Cette étape correspond à la déshydratation d'Afm avec une libération d'eau. L'augmentation de la porosité entre 25 °C et 150 °C mise en évidence par les observations au tomographe témoigne de l'évaporation de l'eau capillaire et ainsi la microfissuration créée.

Cependant, entre 110 °C et 300 °C avec les molécules d'eau libérées, l'hydratation des particules anhydres du mortier se produit. En particulier avec les phases d'aluminate (CA, C₃A, C₄AF et C₁₂A₇) des phases stables se forment (comme AH₃ et C₂ASH₈) dans le mortier Feu (Soro, 2005), et l'hydratation additionnelle de C₂S et C₃S du mortier Normal fait augmenter faiblement la quantité de CH (Piasta, 1984). En parallèle un ramollissement de l'ensimage du textile se produit aussi (Soro, 2005). A ces températures les matériaux subissent un léger retrait et les micro-fissures se ferment (Figure VI-17). Tous ces phénomènes contribuent à une augmentation de la cohésion entre les particules et de l'adhérence fibre/matrice, par conséquent, un gain dans la résistance se manifeste.

Pour les niveaux de température supérieurs à 300 °C, une déshydratation des phases stables se produit jusqu'à 400 °C et la contrainte ultime σ_{UTS} diminue progressivement. Alors que l'augmentation de la rigidité E_{c3} vue dans la Figure IV-16 est liée au comportement du textile de verre AR seul qui commence à se décomposer à partir de 600 °C (Soro, 2005).

VI.4 ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES ET THERMIQUES DES COMPOSITES MP-UD ET MP-UD,PI

Cette section montre les observations tomographiques et l'analyse thermique effectuées sur des composites MP-UD et MP-UD,PI.

VI.4.1 Observations tomographiques

Les composites à fibre de verre E unidirectionnel (Verre E-UD) ont été observés au tomographe selon la Figure VI-18. Deux observations ont été réalisées pour chacun des composites MP-UD et MP-UD,PI: une observation a été réalisée sans que le composite soit traité thermiquement (à 25 °C), et une deuxième a été effectuée sur un autre échantillon après un pré-échauffement à 200 °C. La Figure VI-19 et la Figure VI-20 représente les images issues de l'observation au tomographe des composites MP-UD et MP-UD,PI respectivement à 25 °C et après un pré-échauffement à 200 °C.

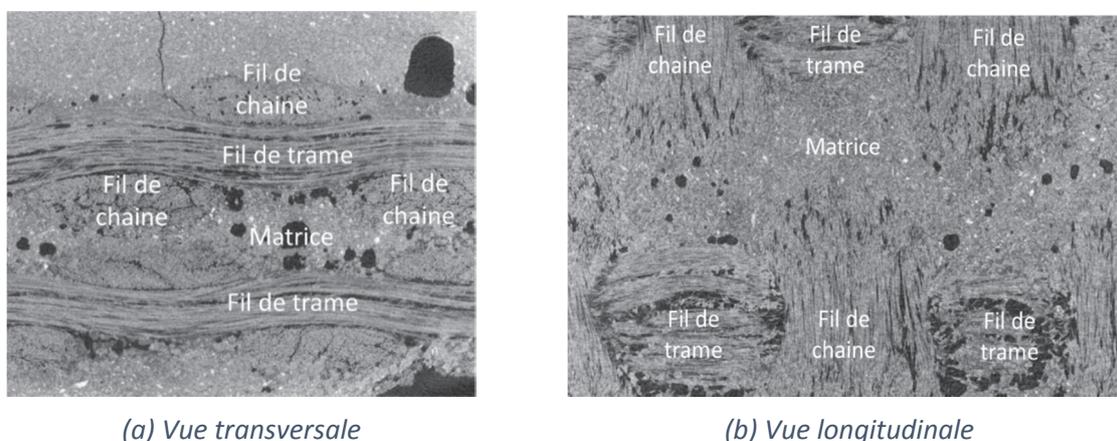
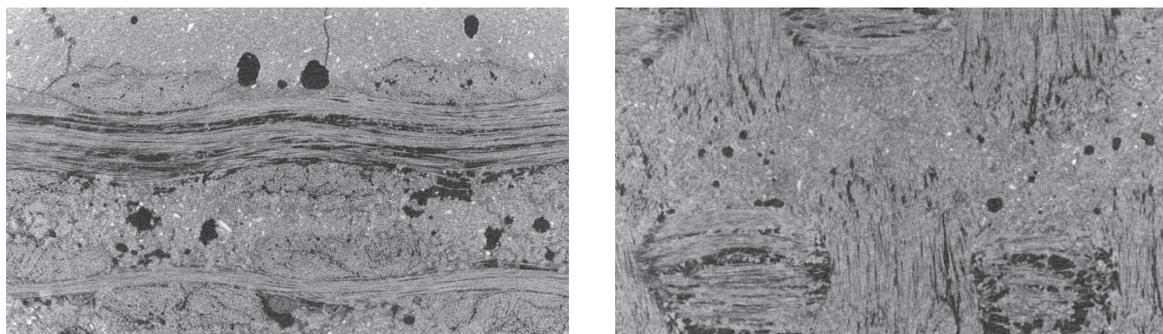
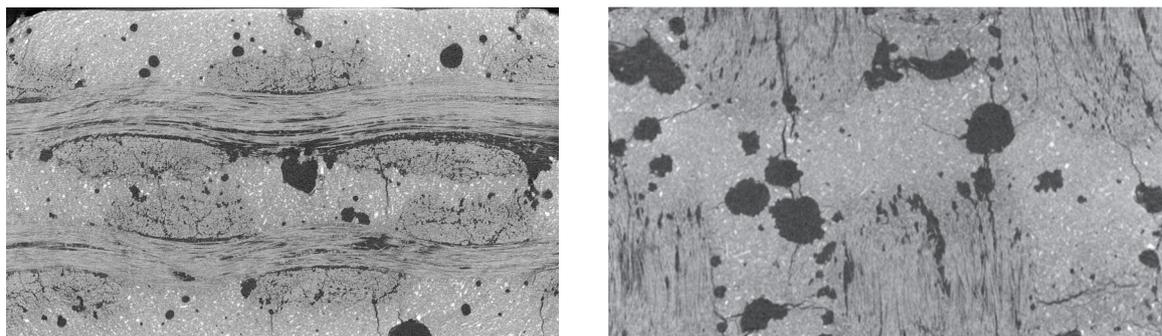


Figure VI-18 : Observation au tomographe des composites à fibre de verre E unidirectionnel (Verre E-UD)

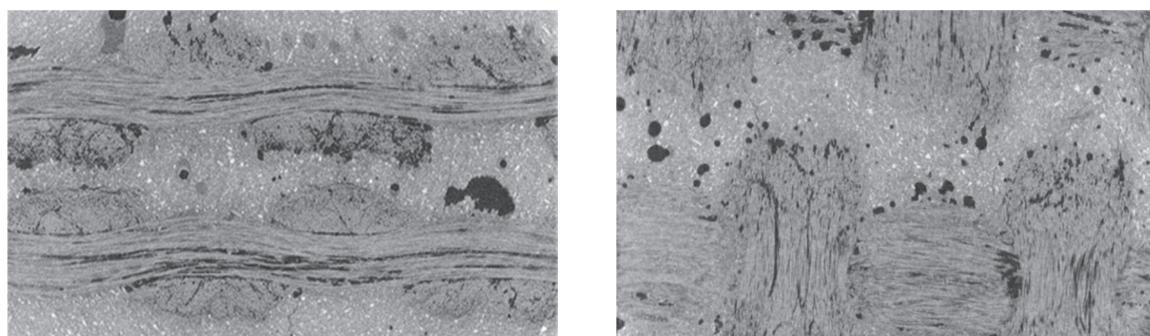


(a) MP-UD à 25 °C

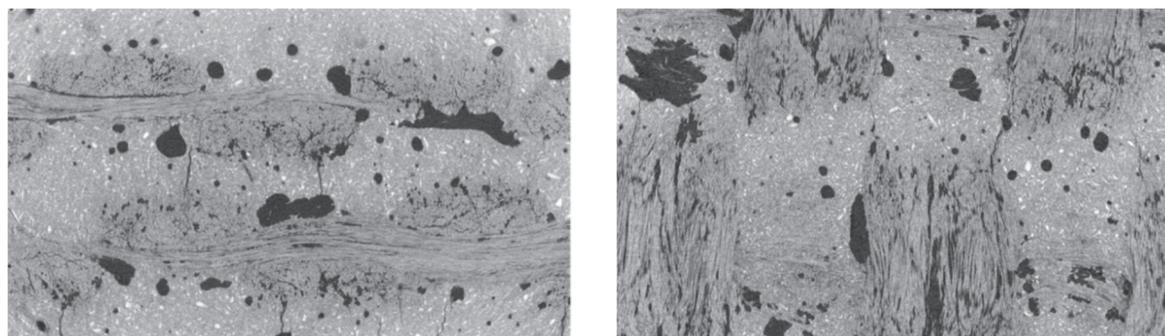


(b) Echantillon MP-UD après un pré-échauffement à 200 °C

Figure VI-19 : Observation au tomographe de MP-UD à (a) 25 °C et (b) après un pré-échauffement à 200 °C



(a) MP-UD,PI à 25 °C



(b) MP-UD,PI après un pré-échauffement à 200 °C

Figure VI-20 : Observation au tomographe de MP-UD,PI (a) à 25 °C et (b) après un pré-échauffement à 200 °C

L'effet de la pré-imprégnation se manifeste sur les observations tomographiques à 25 °C plus qu'après un pré-échauffement à 200 °C.

Pour le composite MP-UD,PI ayant les tissus de renfort pré-imprégné, l'interface entre la matrice et le renfort n'est pas bien nette à 25 °C, moins de couleur noire est présentée par le textile et moins de vide apparaîtra à l'interface fibre/matrice par rapport à MP-UD. Après un pré-échauffement à 200 °C, MP-UD et MP-UD,PI sont presque en même état, le volume des pores augmente dans la matrice des deux composites et un vide à l'interface fibre-matrice apparaîtrait pour MP-UD,PI (Figure VI-20 b).

Manifestement, la porosité de la matrice des deux composites augmente quand la température de pré-échauffement passe de 25 °C à 200 °C. Les valeurs de porosité obtenues par l'exploitation des images de tomographie avant et après le traitement thermique sont comparées sur la Figure VI-21. La pré-imprégnation des tissus de renfort a permis de diminuer légèrement la porosité des composites étudiés à 25 °C et après un pré-échauffement à 200 °C. Par contre la porosité des deux composites (MP-UD et MP-UD,PI) augmente de 34 % quand la température de pré-échauffement passe de 25 °C à 200 °C.

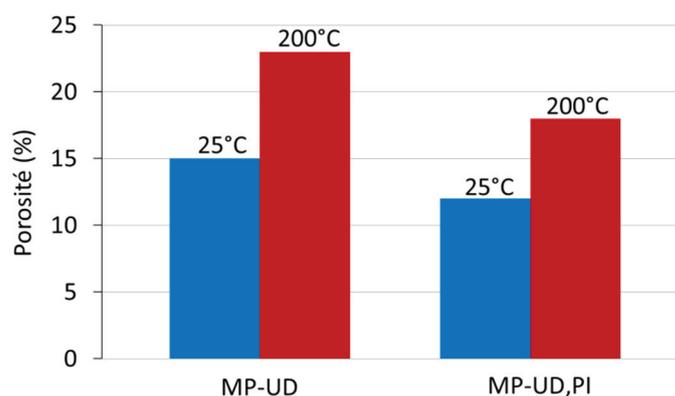


Figure VI-21 : Porosité des composites MP-UD et MP-UD,PI à 25°C et après un pré-échauffement à 200°C

VI.4.2 Analyses thermiques

Cette sous-section montre tout d'abord l'évolution dilatométrique effectuée sur les composites MP-UD et MP-UD,PI. L'analyse ATG-DSC de la matrice phosphatique des composites MP-UD et MP-UD,PI est ensuite détaillée.

i. Evolution dilatométrique

L'évolution dilatométrique en fonction de la température appliquée par une analyse thermomécanique (TMA) atteignant une température de 500 °C avec une vitesse de 3 °C/minute (Figure VI-22) suit la caractérisation du comportement des MP-UD et MP-UD,PI. Lorsque la température augmente de 25 °C à 75 °C, MP-UD,PI subit un gonflement plus marqué que MP-UD. De 75 °C à 200 °C, les deux composites subissent une contraction significative. A 200 °C, le retrait subit par MP-UD,PI est d'environ 0,1 % (selon la mesure de l'épaisseur du TRC) qui

est égale à la moitié du retrait atteignant du MP-UD (0,2 %). Ensuite, le même retrait est obtenu pour les deux TRC lorsque la température passe de 200 °C à 400 °C.

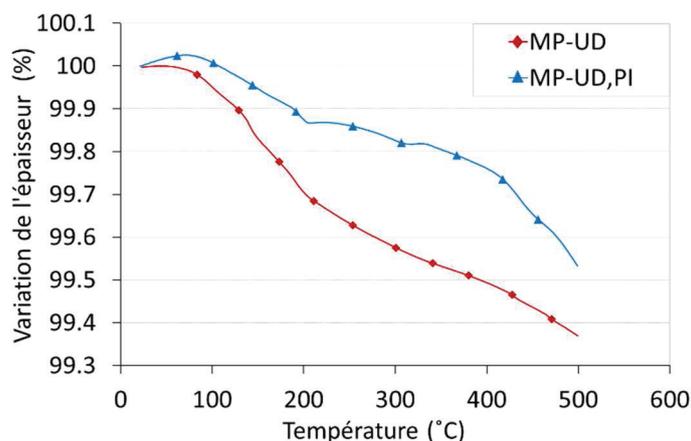


Figure VI-22 : Variation de l'épaisseur des échantillons de MP-UD et MP-UD,PI en fonction de la température

Cette différence dans la variation de l'épaisseur des deux composites est généralement due à un changement d'état de la résine de pré-impregnation (Silva, et al., 2014). A une température d'environ 75 °C, il est probable que le comportement mécanique de la résine se transforme de l'état viscoélastique en état plastique. En même temps une dilatation de cette résine époxy a lieu. Cette transformation justifie aussi la chute dans la résistance et l'augmentation de la déformation obtenue entre 25 °C et 200 °C pour MP-UD,PI (Figure V-12). Un échauffement supplémentaire jusqu'à 400 °C provoque la détérioration presque complète de la résine, l'effet de revêtement disparaît complètement. Ceci provoque un endommagement de l'interface matrice-fibre puis un abaissement dans la rigidité initiale E_{c1} du composite.

ii. Analyse ATG-DSC de la matrice phosphatique

Une évaluation des changements de phase de la matrice phosphatique utilisée pour cette famille des composites a été également réalisée.

Au début, une diffractométrie aux rayons X (DRX) a été réalisée sur quelques milligrammes de la matrice phosphatique en poudre afin de trouver ses composants.

Le diagramme DRX de l'échantillon en poudre affiche les pics de diffraction des phases cristallines correspondantes à la brushite $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et à la wollastonite restante (Figure VI-23). Aucun autre produit cristallin n'est manifesté. Mais aussi une bosse est observée dans le diffractogramme entre 15 ° et 40 °. Cette bosse implique la présence de la silice amorphe et éventuellement de la phosphate de calcium amorphes résiduelle (Mosselmans, et al., 2007) et (Alshaaer, et al., 2011). On peut donc conclure qu'en première approximation, les produits de la réaction sont comparables à ceux obtenus avec des travaux antérieurs (Mosselmans, et al., 2007) et (Alshaaer, et al., 2011).

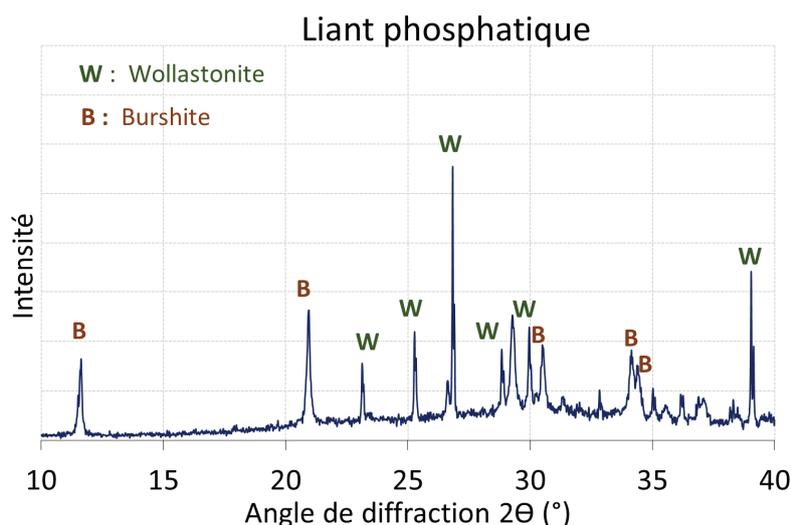


Figure VI-23 : DRX du liant phosphatique

La déshydratation de cette matrice phosphatique est alors pilotée par la déshydratation de la brushite. Une analyse thermogravimétrique ATG et DSC couplée permet de caractériser l'évolution de la décomposition de la brushite en fonction de la température.

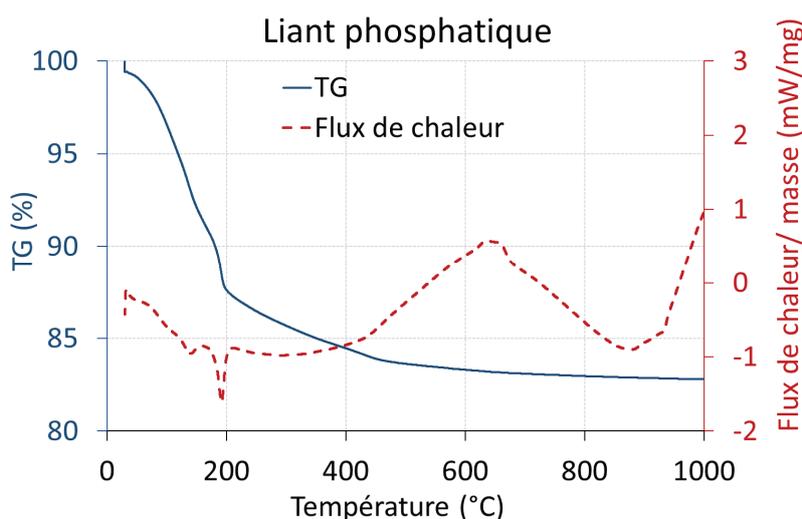


Figure VI-24 : ATG-DSC du liant phosphatique

La décomposition de cet hydrate (la brushite) se produit en plusieurs étapes (Figure VI-24). La première étape est rapportée à l'eau libre et adsorbée qui s'évapore avant 105 °C, une perte en masse continue est observée en dessous de cette température, et finie par la formation d'une phase intermédiaire. La seconde étape est observée entre 105 °C et 220 °C, elle est définie par la déshydratation complète de la phase intermédiaire (Alshaaer, et al., 2011). Cette étape s'achève par la transformation de la brushite ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en monétite (CaHPO_4) (éq.1). La dernière transition, entre 220 °C et 500 °C, est définie comme la déshydratation de la monétite (CaHPO_4) en pyrophosphate de calcium ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$) (éq.2) (Alshaaer, et al., 2011).



VI.5 ANALYSES THERMIQUES DES MATRICES ALUMINEUSES (M0, MV ET MA) DES COMPOSITES DE LA 2EME FAMILLE DE TRC

Une analyse DRX a été faite afin de vérifier les hydrates présents dans le ciment alumineux sans charge (M0) à la température ambiante (Figure VI-25). Comme attendu, la phase métastable CAH₁₀ est présente et la phase C₂AH₈ a été encore formée. Il reste également une fraction de ciment anhydre n'ayant pas réagi (CA et CA₂).

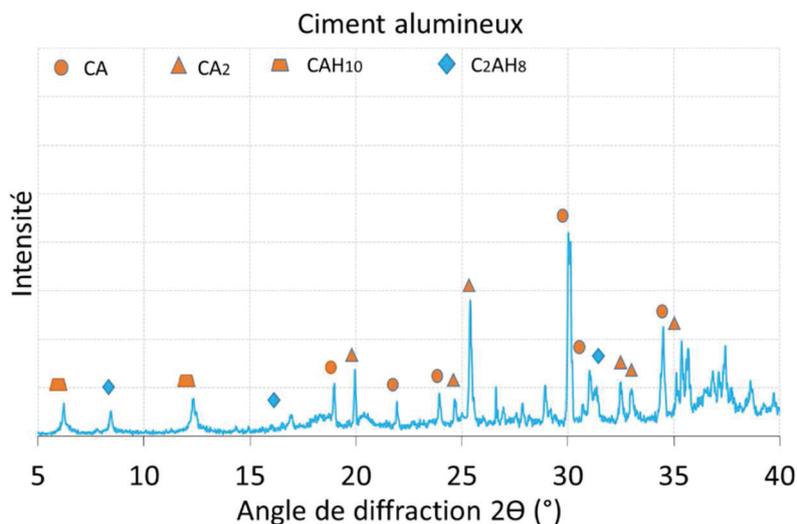


Figure VI-25 : DRX de la matrice alumineuse sans charge M0

Des analyses thermiques différentielles ATG et DSC sont réalisées sur les matrices alumineuses hydratées : M0 (sans charges), MV (chargée de verre micronique) et MA (chargée d'alumine) afin de comparer la dégradation ou les changements de phase qui peuvent subir en fonction de la température (Figure VI-26). Elles sont ensuite suivies d'une analyse dilatométrique (Figure VI-27).

Les différentes réactions chimiques qui se produisent dans un ciment alumineux sont présentées dans le Tableau VI-2.

Tableau VI-2 : Résumé des différentes réactions chimiques possibles

Réactions	Numéro
$3\text{CAH}_{10} \rightarrow \text{C}_3\text{AH}_6 + 2\text{AH}_3 + 18\text{H}$	I
$2\text{CAH}_{10} \rightarrow \text{C}_2\text{AH}_8 + \text{AH}_3 + 9\text{H}$	II
$3\text{CA} + 12\text{H} \rightarrow \text{C}_3\text{AH}_6 + 2\text{AH}_3$	III
$3\text{C}_2\text{AH}_8 \rightarrow 2\text{C}_3\text{AH}_6 + \text{AH}_3 + 9\text{H}$	IV
$\text{AH}_3 \rightarrow \text{A} + 3\text{H}$	V

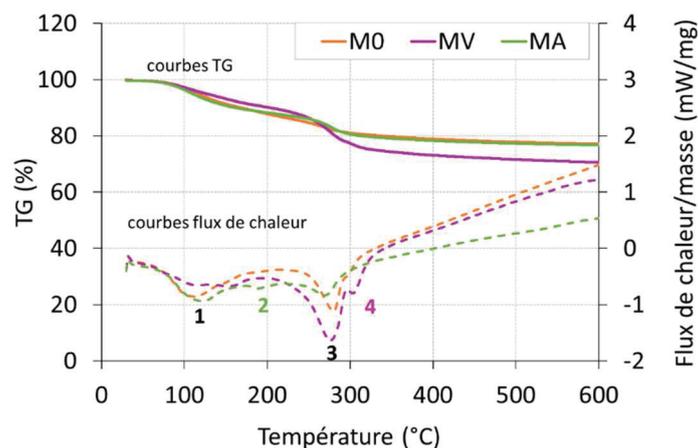


Figure VI-26 : ATG-DSC réalisée sur des échantillons hydratés des matrices M0, MV et MA ; (1) déshydratation de CAH_{10} ; (2) déshydratation de C_2AH_8 ; (3) déshydratation de AH_3 ; (4) décomposition d'une phase liée au verre micronique

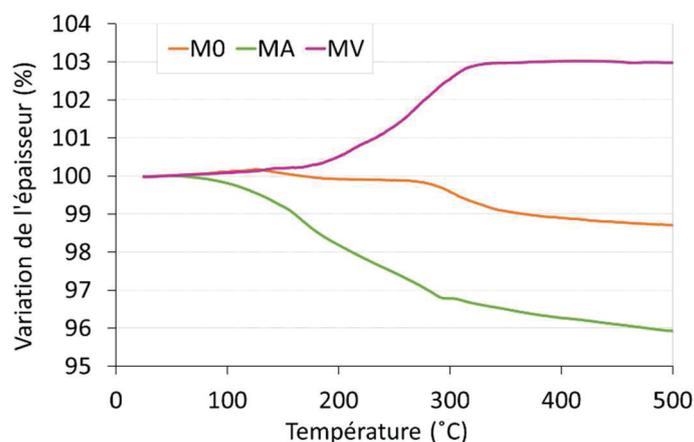


Figure VI-27 : Evolution dilatométrique des matrices M0, MV et MA

Les deux composants CAH_{10} et C_2AH_8 sont connus pour être métastables à la température ambiante et se convertir en C_3AH_6 plus dense (Soro, et al., 2007), ce qui entraîne des changements de volume de matière, une augmentation de la perméabilité et une perte de résistance. La conversion est accélérée par la température et la disponibilité de l'humidité (Schmitt, et al., 2000). Ainsi, l'inhibition ou le retard de la transformation de CAH_{10} et de C_2AH_8 en C_3AH_6 est donc d'une importance cruciale.

Dans notre cas, la diminution du module et de la résistance (Figure V-21) est associée à la conversion de CAH_{10} (réactions I et II, Tableau VI-2). Les analyses de l'ATG-DSC sur les échantillons des 3 matrices confirment qu'entre la température ambiante et 120 °C, le CAH_{10} se décompose par une réaction endothermique (1) (Figure VI-26). La perte des caractéristiques mécaniques n'est que transitoire puisque le module augmente à nouveau lorsque la température dépasse 120 °C en raison de l'hydratation du CA anhydre restant (réaction III, Tableau VI-2) avec l'eau produite par les réactions I et II.

Cette diminution varie entre les matrices MA et MV. Vers 180 °C, C_2AH_8 se décompose par la réaction IV (Tableau VI-2) pour donner C_3AH_6 et AH_3 . C_2AH_8 peut provenir de deux sources:

(i) il existe déjà dans les échantillons testés. Les spectres DRX indiquent la présence de C_2AH_8 cristallin dans ces spécimens (Figure VI-25); (ii) il provient de la conversion de CAH_{10} (réaction II, Tableau VI-2). Cette réaction est plus marquée pour la matrice MA, qui est chargée par l'alumine, que pour MV. Ce qui varie leur comportement mécanique autour de cette température et justifie la faible récupération des propriétés mécaniques du composite MA,MatAR-2.(2*6K) (Figure V-21).

Entre 180 °C et 250 °C, les nouvelles phases d'hydrates (AH_3 et C_3AH_6) contribue à une augmentation de la cohésion entre les particules et par conséquent à un retrait dans la matrice. Par contre ce retrait est masqué par la présence des molécules de micro verre qui contribuent à une forte expansion dans la matrice dans cette gamme de température.

Avant d'atteindre 300 °C la déshydratation d' AH_3 et C_3AH_6 se produit dans les trois matrices, les résultats de l'ATG-DSC montrent un pic endothermique à cette température (3) (Figure VI-26). Ensuite une décomposition d'une phase à 300 °C est marquée seulement pour la matrice MV. Au-delà de cette température la matrice MV ne déforme plus sous effet thermique, tandis que M0 et MA subissent un léger retrait linéaire en fonction de la température (Figure VI-27).

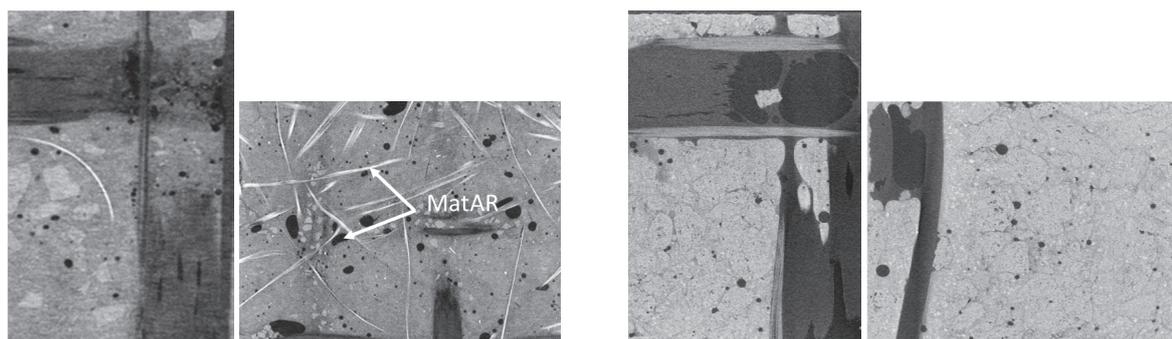
VI.6 ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES ET THERMIQUES DES COMPOSITES MORTIERA,PP-2.12K ET MA,MATAR-2.12K ET DE LEUR MATRICE

Cette sous-partie montre en premier temps la microstructure des deux composites MortierA,PP-2.12K et MA,MatAR-2.12K. Ensuite une caractérisation des propriétés thermiques des matrices MortierA et MA par des analyses ATG-DSC et TMA sont présentés. Enfin une comparaison de la diffusivité thermique ainsi que la conductivité thermique des deux composites est faite.

VI.6.1 Observations tomographiques du MortierA,PP-2.12K et MA,MatAR-2.12K

La Figure VI-28 présente les images issues de l'observation au tomographe de chacun des composites MA,MatAR-2.12K et MortierA,PP-2.12K. Les fibres de Mat AR, ayant la couleur blanche, apparaissaient dans la matrice du composite MA,MatAR-2.12K. Le textile des deux composites, formé fibres de carbone, a la couleur noire. Ce textile aura une couleur plus claire quand il est revêtu par la résine.

Les deux matrices des deux composites imprègnent bien le textile, pas de vide visible à l'interface matrice-textile. Une identification de la porosité à partir des images issues de la tomographie montre que la matrice du composite MA,MatAR-2.12K présente 14% de pores alors que celle du composite MortierA,PP-2.12K est de 11%.



(a) MA, MatAR-2.12K

(b) MortierA, PP-2.12K

Figure VI-28 : Observation des composites (a) MA, MatAR-2.12K et (b) MortierA, PP-2.12K au tomographe

VI.6.2 Analyses ATG – DSC et TMA

Une analyse ATG-DSC a été réalisée sur la matrice MortierA, utilisée dans le composite MortierA, PP-2.12K, pour être ensuite comparée à celle de la matrice alumineuse MA, utilisée dans le composite MA, MatAR-2.12K. De plus, une analyse thermomécanique (TMA) a été utilisée pour déterminer la déformation des mêmes matrices sous chargement thermique. Les deux figures suivantes (Figure VI-29 et Figure VI-30) présentent les résultats obtenus par les deux analyses.

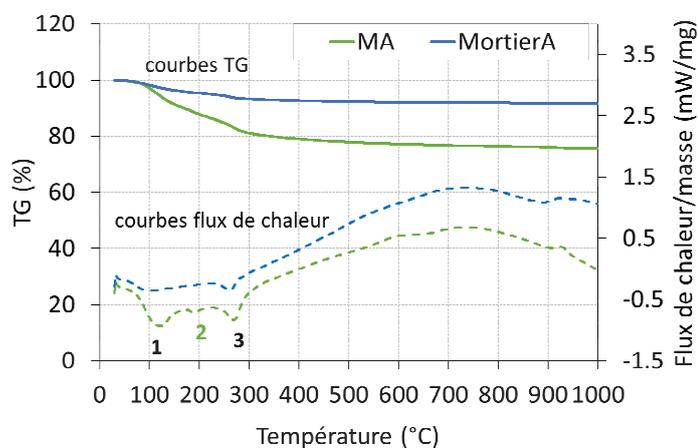


Figure VI-29 : Analyse ATG-DSC des matrices MA et MortierA ; (1) : déshydratation de CAH_{10} ; (2) la décomposition de C_2AH_8 ; (3) déshydratation d' AH_3 et C_3AH_6

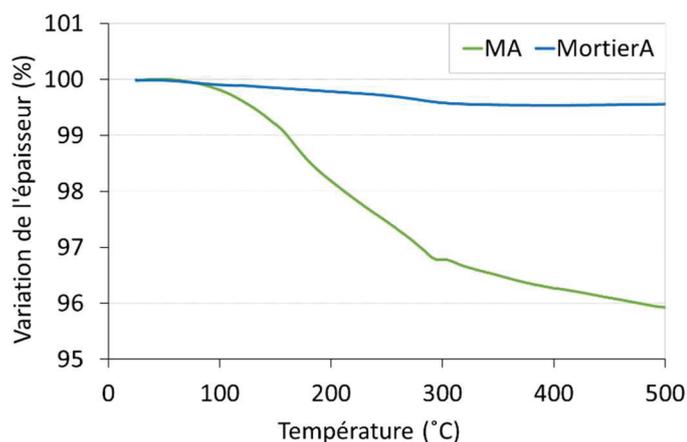


Figure VI-30 : Evolution dilatométrique des matrices MA et MortierA

Entre 25 °C et 120 °C, la déshydratation de CAH_{10} est marquée aussi pour le MortierA (1) (Figure VI-29). Vers 180 °C, la décomposition de C_2AH_8 n'est que présente pour la matrice MA (2) (Figure VI-29). Un retrait très faible est observé pour la matrice MortierA par rapport à MA entre 25 °C et 200 °C (Figure VI-30). Ces phénomènes justifient la récupération des propriétés mécaniques du composite MA,MatAR-2.6K et la stabilisation de celle de MortierA,PP-2.12K dans cette gamme de température (Figure V-45).

Une deuxième décomposition du MortierA est notée vers 280 °C, similaire à celle du MA (3 : déshydratation d' AH_3 et C_3AH_6), accompagnée d'un retrait exprimé par un petit saut dans la courbe de dilatométrie (Figure VI-30).

VI.6.3 Diffusivité thermique - Conductivité thermique

La diffusivité thermique et la conductivité thermique d'un matériau sont deux paramètres intervenant lors du développement des gradients de température au sein d'un matériau lorsqu'il est soumis à un chargement thermique. La diffusivité « a » caractérise la vitesse à laquelle la chaleur se propage par conduction dans un corps. Plus la valeur de « a » est faible, plus la chaleur met de temps à traverser le matériau. La conductivité thermique « λ » caractérise le transfert thermique d'un matériau. Plus λ est faible, plus le produit est isolant.

La méthode « Flash » (*Annexe 3*) a été choisie pour mesurer la diffusivité thermique apparente des composites MA,MatAR-2.12K et MortierA,PP-2.12K. La détermination de cette diffusivité thermique est réalisée par identification du thermogramme expérimental à un modèle théorique effectué par la société « Influtherm ».

A partir de la diffusivité thermique « a », la chaleur massique « C_p » et la masse volumique « ρ », on peut déterminer la conductivité thermique « λ » des composites en fonction de la température selon la relation suivante :

$$\lambda(T) = a(T) \cdot \rho(T) \cdot C_p(T)$$

Le calcul de la conductivité thermique dans notre cas exige quelques hypothèses :

- L'évolution de la chaleur massique C_p en fonction de la température du TRC est pilotée par celle de la matrice cimentaire.

- L'évolution de la chaleur massique C_p varie très peu en fonction de la nature du béton (Figure VI-31) ;

L'évolution de C_p du béton donnée par l'Eurocode 2 :

$$C_p(T) = 900 + 80(T/120) - 4(T/120)^2$$

L'évolution de C_p du béton alumineux déterminée par Collignon (Collignon, 2009) :

$$C_p(T) = 0.8545(T) + 914$$

- L'évolution de la masse volumique en fonction de la température est déterminée à partir de l'évolution de la masse (identifié par ATG) et l'évolution du volume (identifié par TMA) en fonction de la température

A partir de ces hypothèses, on obtient l'évolution de la chaleur spécifique C_p et de la masse volumique de chaque composite ρ en fonction de la température (Figure VI-31).

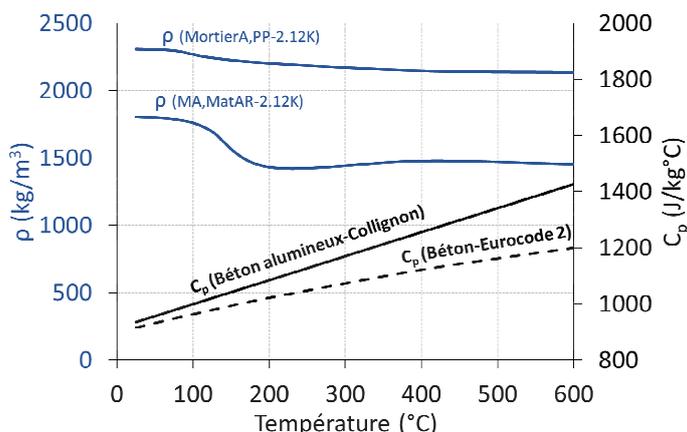


Figure VI-31 : Evolution de la masse volumique ρ et de la chaleur massique C_p en fonction de la température

La Figure VI-32 et la Figure VI-33 représentent respectivement l'évolution de la diffusivité thermique « a » et la conductivité thermique « λ » en fonction de la température des deux composites MA,MatAR-2.12K et MortierA,PP-2.12K.

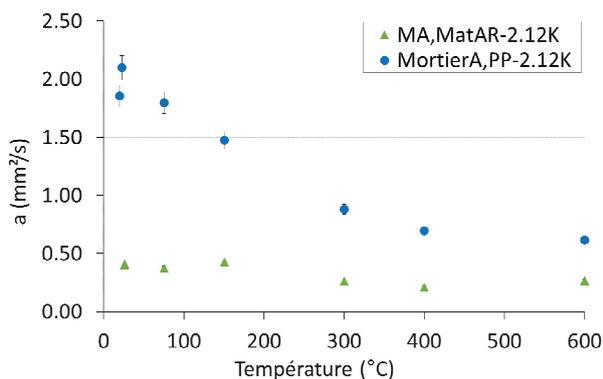


Figure VI-32 : Evolution de la diffusivité thermique des deux composites MA,MatAR-2.12K et MortierA,PP-2.12K en fonction de la température

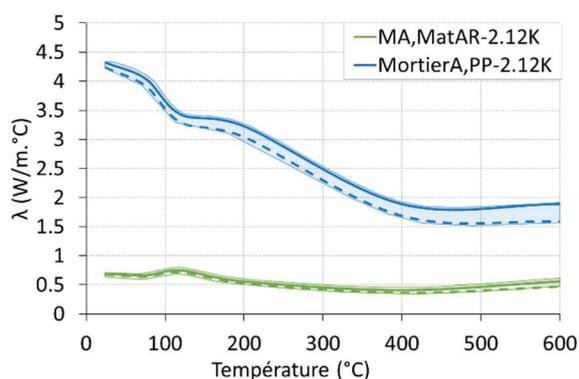


Figure VI-33 : Evolution de la conductivité thermique des deux composites MA,MatAR-2.12K et MortierA,PP-2.12K en fonction de la température

La diffusivité thermique « a » et la conductivité thermique « λ » des deux composites évoluent de la même manière en fonction de la température.

En général ces deux paramètres diminuent en fonction de la température. Ceci est dû au départ de l'eau présent dans la matrice, qui présente une conductivité thermique élevée.

Cependant, le composite MA,MatAR-2.12K, ayant des couches de Mat AR et une porosité de la matrice plus élevée que celle du composite MortierA,PP-2.12K, présente une diffusivité et une conductivité thermique beaucoup plus faible que celle du MortierA,PP-2.12K entre 25 °C et 400 °C. Le composite MortierA,PP-2.12K présente des valeurs quadruple à 25 °C et double à 400 °C à celles du composite MA,MatAR-2.12K. Au-delà de 400 °C, ces deux propriétés se stabilisent pour les deux TRC.

En résumé, le composite MortierA,PP-2.12K présente des propriétés mécaniques à des températures élevées plus encourageantes que celles du composite MA,MatAR-2.12K. La granulométrie étagée de la matrice ainsi que l'ajout des fibres de PP améliorent la rigidité et la résistance du composite (cf. V.2.10).

Par rapport aux propriétés thermiques, le MortierA assure une stabilité de masse et du volume en fonction de la température plus élevée que celle de la matrice MA chargée de Mat AR (Figure VI-29 et Figure VI-30). Cependant il diffuse la chaleur plus rapidement. Le Mat AR et la porosité créent une isolation plus satisfaisante dans le composite MA,MatAR-2.12K, ce qui rend le matériau plus isolant.

VI.7 CONCLUSION

Ce chapitre explore les propriétés thermo-physico-chimiques de différentes familles de TRC.

Une observation tomographique aux rayons X a été utilisée pour évaluer la microstructure des composites et de déterminer la porosité. Il est observé que, indépendamment de la nature de la matrice, la porosité augmente entre 25 °C et 150 °C, puis diminue quand la température passe de 150 °C à 300 °C. Cette variation est traduite aussi par l'évolution dilatométrique du composite ou de la matrice qui se dilate à une température modérée et subit un retrait à une température plus importante.

Les phénomènes qui peuvent être à l'origine du changement des propriétés physiques de la matrice ont été identifiés par des analyses thermogravimétriques et thermiques différentielles (ATG-DSC). Ces phénomènes sont résumés par : la déshydratation des hydrates métastables ($T < 150$ °C), la conversion d'hydrates métastables en hydrates stables et la formation d'hydrates stables (150 °C $< T < 300$ °C), puis la déshydratation des hydrates stables (300 °C $< T < 1000$ °C).

CHAPITRE VII. BOUCLIER THERMIQUE

Après avoir validé la formulation du composite TRC, une étude est effectuée sur la protection thermique du composite afin d'augmenter le temps de tenue lors d'une sollicitation thermique.

Le travail effectué dans ce chapitre s'est concentré sur le comportement résiduel du composite de la dernière génération Mortier alumineux - Carbone 12K (MortierA,PP-2.12K 0.375/3) fabriqué par moulage au sac. Les plaques de composites ont été isolées par différents boucliers thermiques avant d'être chauffées au four par SULITEC. Ensuite le comportement mécanique résiduel est identifié au laboratoire LMC2.

L'objectif de ce chapitre est d'évaluer l'efficacité du bouclier thermique sur la tenue au feu et l'effet de sa nature et de son épaisseur sur la variation de la résistance résiduelle du composite après un cycle thermique.

VII.1 CUISSON AU FOUR

Deux types d'isolation sont évalués dans cette partie : une isolation par Refratex seul (R) et une isolation couplée par Refratex et Insulfrax (RI). Les caractéristiques de ces deux isolants, Refratex et Insulfrax, sont présentés en (*Annexe 4*). Des chaussettes en Refratex ou/et Insulfrax ont été réalisées, dans lesquelles ont été glissées les plaques de composite avant d'être cuites lentement au four jusqu'à 600 °C. Une heure d'exposition à 600 °C est ensuite appliquée aux systèmes composites isolés. Les différentes protections appliquées à chaque plaque de TRC sont détaillées dans le Tableau VII-1 suivant.

La notation CF désigne le composite MortierA,PP-2.12K cuit au four.

Tableau VII-1: Plaques des composites cuites au four

TRC isolé	Bouclier thermique		Température de cuisson maximale T_{max} (°C)	Vitesse de chauffage (°C/minute)	Durée d'exposition à T_{max}
	Nature	Epaisseur (mm)			
CF-600°C-1h	-	-	600	2	1 h
CF-R-600°C-1h	Refratex R	5	600	2	1 h
CF-RI-600°C-1h	Refratex R	5	600	2	1 h
	+	+			
	Insulfrax I	10			

VII.1.1 Effet du bouclier thermique sur la diffusion de température

Les premiers essais ont été menés par SULITEC afin d'étudier l'impact d'une barrière thermique sur la montée en température du composite. Des thermocouples ont été placés à la surface de la plaque et à la surface de la chaussette de bouclier thermique avant que l'ensemble soit soumis à une cuisson dans le four avec une vitesse de 2 °C/minute. L'évolution de la

température mesurée dans différentes positions en fonction du temps est présentée dans la Figure VII-1. La température mesurée à la surface de la plaque du composite est un peu plus faible que celle mesurée à la surface de la chaussette après 4 heures environ (250 minutes). L'efficacité du Refratex commence à diminuer à partir de 250 °C.

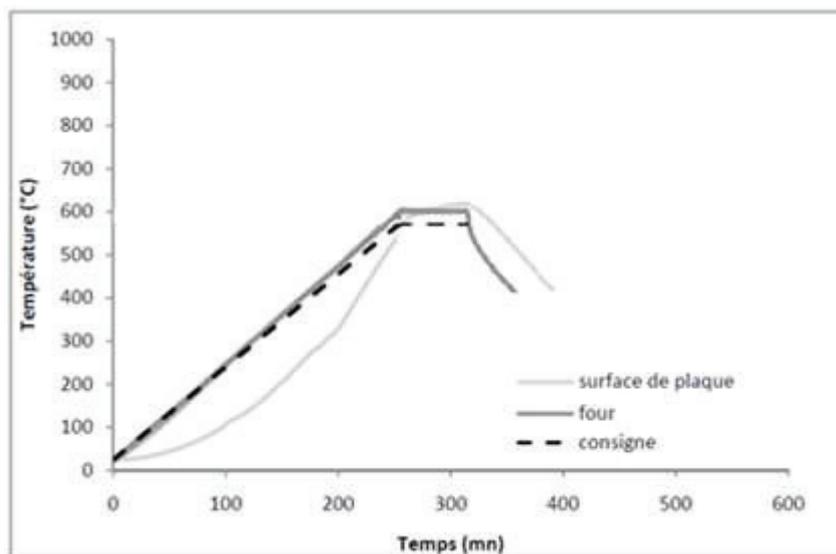


Figure VII-1: La variation de la température en fonction du temps du composite protégé par Refratex (SULITEC)

Vu le faible impact de la chaussette, une couche intermédiaire d'un panneau Insulfrax a été rajoutée. Ensuite l'ensemble (composite, Refratex + Insulfrax RI) est soumis au même chargement thermique qu'avant. Les résultats, Figure VII-2, montrent que le composite met un peu plus de temps pour atteindre la température imposée, le gain reste aussi faible. De plus, le bouclier thermique RI commence à perdre son efficacité à partir de 400 °C.

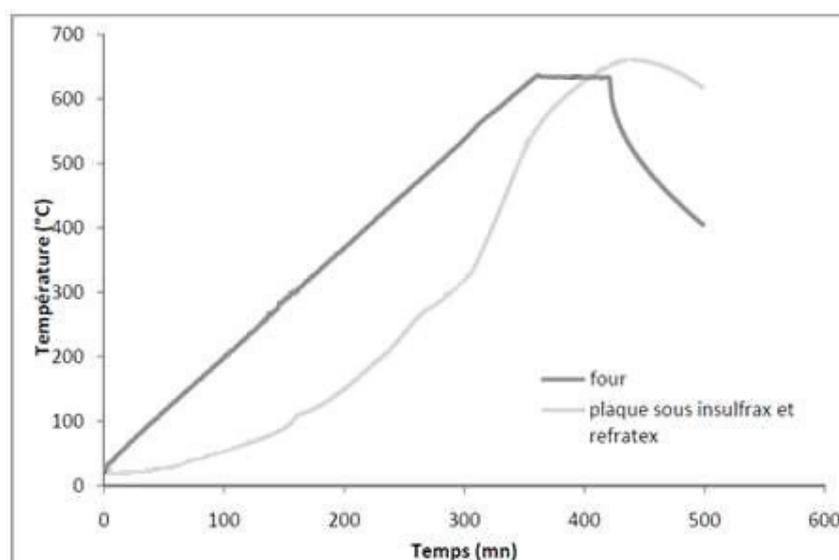


Figure VII-2 : La variation de la température en fonction du temps du composite protégé par Refratex + Insulfrax (SULITEC)

VII.1.2 Effet du bouclier thermique sur la résistance résiduelle du composite

Les composites isolés qui ont suivi le chargement thermique de la partie précédente (cf. VII.1) sont refroidis naturellement (sans contrôle) et coupés plus tard pour être testés en traction à la température ambiante. Sachant qu’après la cuisson à 600 °C, le textile seul résiste à la traction, un calcul de la contrainte nette σ_{nette} (en fonction de la section des fibres) a été fait et une comparaison des TRC, avec et sans isolation, est présentée dans la Figure VII-3. Les valeurs des contraintes maximales réelles $\sigma_{réelle}$ (en fonction de la section du composite) et nettes σ_{nette} ainsi que la résistance relative du composite définit comme le rapport entre la résistance résiduelle obtenu après le chauffage et la résistance du composite initiale obtenue à 25 °C ($R = \frac{\sigma_{TRC\ isolé}}{\sigma_{TRC-25\ ^\circ C}} \cdot 100$) sont affichées dans le Tableau VII-2.

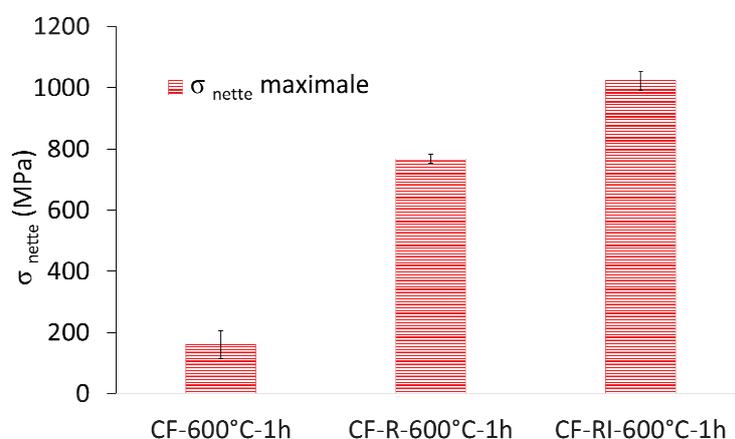


Figure VII-3 : Résistances résiduelles réelles et nettes des composites cuits au four/refroidis

Tableau VII-2 : Résistances maximales réelle et nette des composites

TRC isolé	F_{max} (/10 cm) (N)		$\sigma_{réelle}$ maximale (MPa)		σ_{nette} maximale (MPa)		R (%)
	Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type	
CF-600°C-1h	2100	500	2	0.8	190	45	10
CF-R-600°C-1h	8574	200	6.7	0.5	715	15	37
CF-RI-600°C-1h	11000	400	11.5	0.9	916	30	47

En utilisant 5 mm de Refratex comme isolant durant la montée en température jusqu’à 600°C, le composite conserve 37 % environ de sa résistance initiale, une augmentation de 27 % de la résistance à la rupture est notée. Ce gain s’élève à 47 % quand le composite est isolé par 5 mm de Refratex et 10 mm d’Insulfrax.

La protection thermique n’a pas influencé sur le mode de rupture des composites (Figure VII-4). La rupture s’effectue par arrachement de fibres, traduisant la décomposition complète de la

résine de pré-imprégnation, pour les trois composites (CF-600°C-1h, CF-R-600°C-1h et CF-RI-600°C-1h).

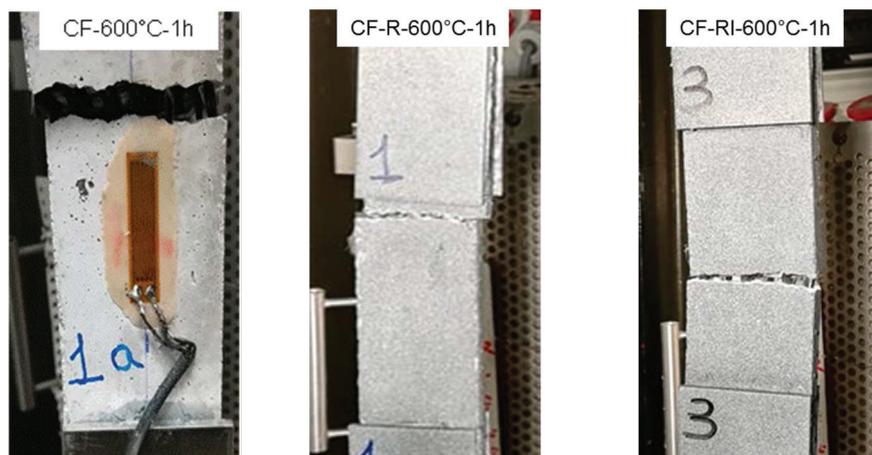


Figure VII-4 : Modes de rupture des composites cuits au four sous isolant

VII.2 PORTE DE FOUR

Des expositions à des températures élevées qui traduisent mieux le cas réel d'un incendie ont été effectuées sur le composite MortierA,PP-2.12K. Différents panneaux de composites, avec ou sans bouclier thermique accroché sur une face, ont été utilisés en porte de four pendant l'essai thermique. La face comportant le bouclier thermique a été seulement exposée au feu. Les deux types d'isolant, Refratex et Insulfrax, sont aussi évalués dans cette partie. Les caractéristiques de ces deux isolants sont présentées en (Annexe 4). De plus, l'effet de l'épaisseur du Refratex sur la température maximale atteinte par le composite ainsi que sur la résistance résiduelle maximale a été évalué.

Pendant le chargement thermique, la température s'élève et atteint celle souhaitée (400 °C, 600 °C, 800 °C et 1000 °C) et reste stable pendant 2 h. Deux séries ont été testées. La série 1 a pour objectif d'évaluer l'effet de deux boucliers thermiques Refratex et Insulfrax. L'épaisseur des deux isolants de cette série est de 10 mm et le temps mis pour atteindre 600 °C est de 1h 30'. La série 2 prend en compte l'effet de l'épaisseur de l'isolant Refratex avec une vitesse de montée en température plus puissante. Les épaisseurs choisies sont 10 mm et 20 mm et les températures cibles de cette série sont 400 °C, 600 °C, 800 °C et 1000 °C.

Les détails des boucliers thermiques effectués et de la cuisson sont présentés dans le Tableau VII-3.

La notation TRC désigne le composite MortierA,PP-2.12K utilisé comme porte de four.

Tableau VII-3 : Composites avec les boucliers thermiques effectués

TRC-bouclier thermique	Bouclier thermique		Température de cuisson maximale (°C)	Durée pour atteindre T _{max} (minute)	Durée d'exposition
	Nature	Epaisseur (mm)			
1	TRC	-	600	90	2 h
	TRC-Refratex	Refratex	10	90	2 h
	TRC-Insulfrax	Insulfrax	10	90	2 h
2	TRC-Refratex,10-400°C	Refratex	10	13	2 h
	TRC-Refratex,20-400°C	Refratex	20	13	2 h
	TRC-Refratex,10-600°C	Refratex	10	37	2 h
	TRC-Refratex,20-600°C	Refratex	20	37	2 h
	TRC-Refratex,10-800°C	Refratex	10	83	2 h
	TRC-Refratex,20-800°C	Refratex	20	83	2 h
	TRC-Refratex,10-1000°C	Refratex	10	142	2 h
	TRC-Refratex,20-1000°C	Refratex	20	142	2 h

VII.2.1 Evaluation de la nature du bouclier thermique (Série 1)

L'isolant, Refratex ou Insulfrax, a été déposé sur un seul côté de la plaque à l'état frais afin de bien s'accrocher sur le composite. Les plaques durcies recouvertes des boucliers thermiques Refratex et Insulfrax sont présentées respectivement dans la Figure VII-5 et la Figure VII-6.



Figure VII-5 : Composite recouvert de Refratex (SULITEC)



Figure VII-6: Composite recouvert d'Insulfrax (SULITEC)

Dans un second temps, des thermocouples ont été placés pour mesurer la température du côté froid (extérieur du four) de l'ensemble composite avec ou sans bouclier thermique (Figure VII-7).

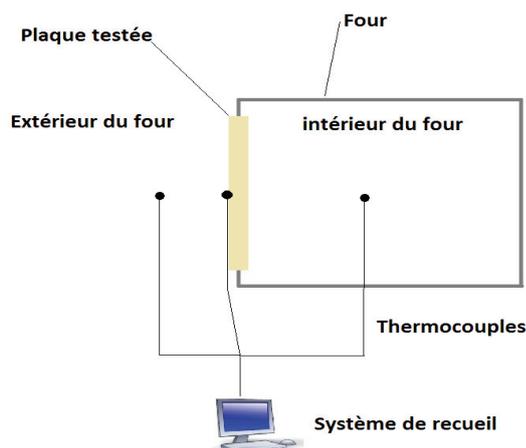


Figure VII-7 : Montage de la plaque du composite en porte de four (SULITEC)

Les températures mesurées pour chaque plaque sont représentées dans les figures suivantes. La Figure VII-8 présente l'évolution de la température du composite sans protection, alors que la Figure VII-9 et la Figure VII-10 montrent l'effet d'utilisation du Refratex (10 mm) et Insulfrax (10 mm) respectivement sur l'évolution de la température de la face extérieure de la plaque isolée.

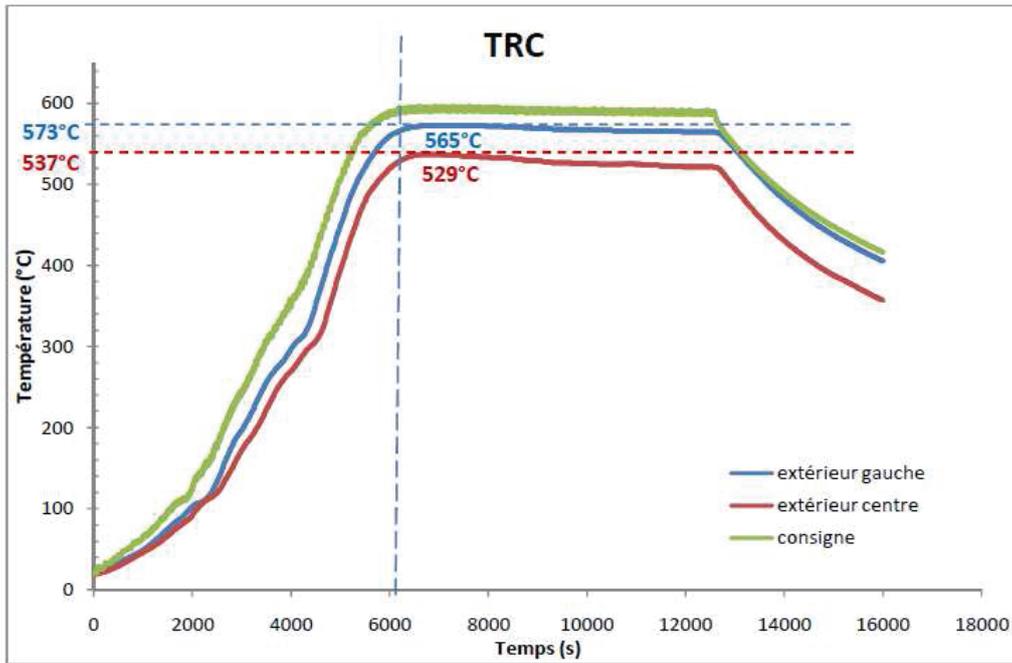


Figure VII-8 : Evolution de la température du TRC sans bouclier thermique (SULITEC)

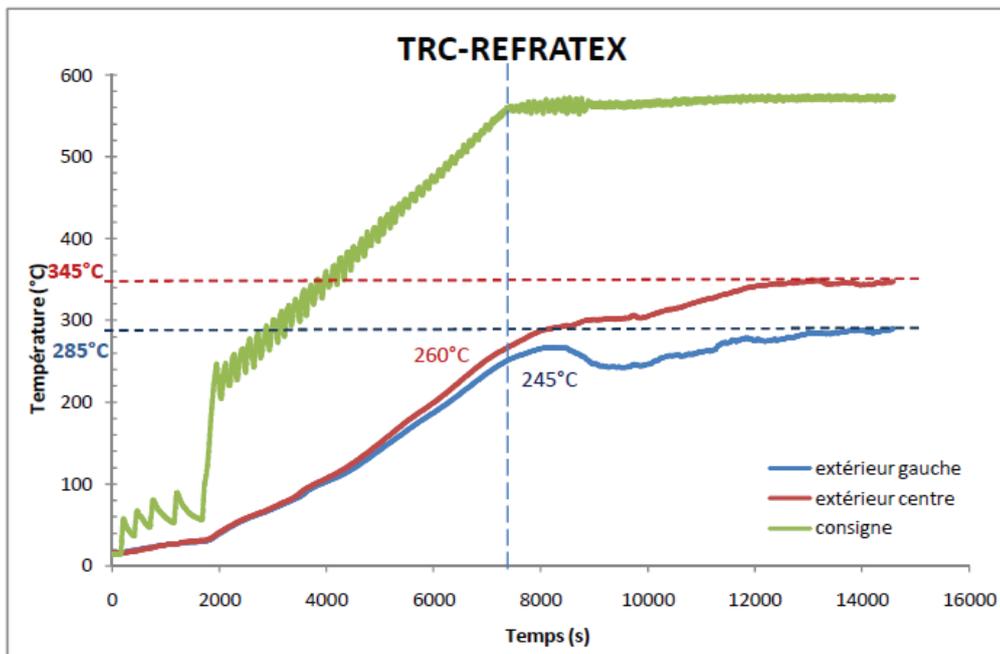


Figure VII-9 : Evolution de la température du TRC- Refratex (SULITEC)

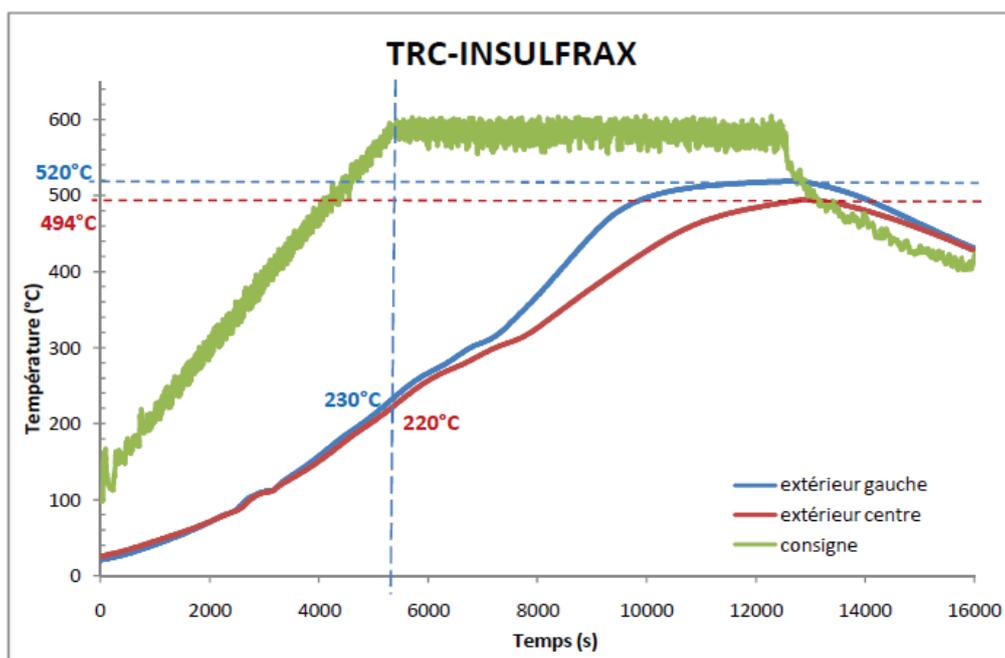


Figure VII-10 : Evolution de la température du TRC-Insulfrax (SULITEC)

A travers ces mesures, l'effet positif du bouclier thermique a été bien identifié. Les valeurs de température maximale atteinte pour chaque plaque sont représentées dans le Tableau VII-4.

Une durée de 9 minutes est requise pour que le TRC transfère la température du côté feu (exposé directement au feu) au côté froid (extérieur du four). Alors que la température du côté froid de TRC-Refratex et TRC-Insulfrax n'atteint pas 600 °C même après 2 h d'exposition. De plus, il est montré que la température extérieure maximale atteinte par TRC-Refratex est encore plus faible de 150 °C de celle du TRC-Insulfrax après 2 h d'exposition à 600 °C.

Tableau VII-4 : Température maximale atteinte sur la face extérieure du TRC

	TRC	TRC-Refratex	TRC-Insulfrax
Température extérieure au début du palier à 600 °C	529-565 °C	245-260 °C	220-230 °C
Température extérieure maximale atteinte	537-573 °C	285-345 °C	494-520 °C
Temps mis pour atteindre la température maximale	9 min	2 h	2 h

VII.2.2 Effet du bouclier thermique sur la résistance résiduelle du TRC

Les plaques du composite utilisées au préalable comme porte de four, avec ou sans isolant (Refratex et Insulfrax), ont été coupées et testées en traction à la température ambiante. La comparaison des contraintes résiduelles nette σ_{nette} des différents TRC est présentée dans la Figure VII-11 suivante. Les valeurs des résistances résiduelles [force maximale F_{max} , contrainte

réelle $\sigma_{réelle}$ (en fonction de la section du composite) et contrainte nette du textile σ_{nette} (en fonction de la section des fibres)] ainsi que du rapport de la résistance relative ($R = \frac{\sigma_{résiduelle\ TRC-bouclier\ thermique}}{\sigma_{TRC-25\ ^\circ C}} \cdot 100$) sont affichés dans le Tableau VII-5.

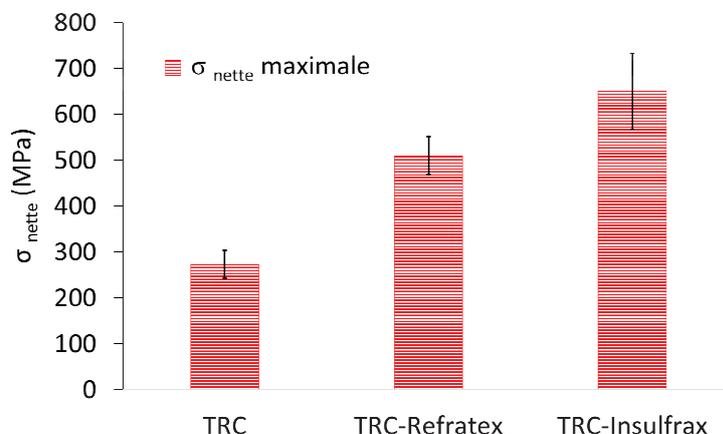


Figure VII-11: Résistances résiduelles réelles et nettes des composites mis comme porte de four

Tableau VII-5 : Résistances maximales réelle et nette des composites avec et sans isolant thermique

TRC-bouclier thermique	F_{max} (/10 cm) (N)		$\sigma_{réelle}$ max (MPa)		σ_{nette} max (MPa)		R (%)
	Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type	
TRC	3277	350	2.8	0.4	273	30	16
TRC-Refratex	7100	500	7.1	0.6	510	41	31
TRC-Insulfrax	8100	1000	8.1	1	650	83	37

Le TRC gagnera au moins 15 % de résistance avec les boucliers Refratex et Insulfrax. Il conserve plus que 30 % de sa résistance initiale (à 25 °C) quand il est protégé par un isolant et soumis à une température de 600 °C.

Les modes de rupture des composites sont présentés dans Figure VII-12 pour TRC, Figure VII-13 pour TRC-Refratex et Figure VII-14 pour TRC-Insulfrax. Pour les trois composites, la résine époxy a disparu, par conséquent la rupture s’effectue par l’arrachement des fibres de la matrice.



Figure VII-12: Rupture du TRC



Figure VII-13: Rupture du TRC-Refratex



Figure VII-14: Rupture du TRC-Insulfrax

VII.2.3 Effet de l'épaisseur du bouclier thermique (Série 2)

L'évolution de la température en fonction du temps pour chaque cycle de cuisson des composites avec bouclier thermique de la série 2 est présentée dans le Tableau VII-6. Les valeurs de températures sont relevées toutes les 30 minutes à partir du début du palier.

Tableau VII-6: Evolution de la température en fonction du temps

Température de cuisson	400 °C		600 °C		800°C		1000°C	
	10	20	10	20	10	20	10	20
Epaisseur de Refratex (mm)	10	20	10	20	10	20	10	20
Température au début du palier (°C)	65	38	125	80	385	195	745	595
Différence de température (%)	41		36		49		20	
A 30 min	135	78	255	125	547	270	785	715
Différence de température (%)	42		51		50		9	
A 1h	191	111	340	202	605	360	800	757
Différence de température (%)	42		40		40		5	
A 1h30	226	152	450	240	630	430	807	767
Différence de température (%)	33		46		32		5	
A 2h	245	179	500	305	637	482	818	780
Différence de température (%)	27		39		24		4	

L'épaisseur de l'isolant joue un rôle important aux différentes températures de cuisson. En doublant l'épaisseur de Refratex, la température en face extérieure du composite s'abaisse entre 20 % et 49 % selon la température maximale de cuisson. Avec le temps (après le début du palier), la différence de température obtenue à partir de 10 mm et 20 mm de Refratex varie presque de la même manière pour les températures de cuisson de 400 °C, 600 °C et 800°C. Elle reste toujours supérieure à 24 % après 2h du palier thermique. Pourtant, pour une cuisson à 1000 °C, l'effet de l'épaisseur diminue brusquement à partir de 30 minutes de cuisson à 1000 °C. Néanmoins, l'utilisation de 20 mm de Refratex conduit à un abaissement de température de 200 °C environ après 2 h du palier thermique même pour une cuisson à 1000 °C.

Après la cuisson des différentes plaques de composites avec bouclier thermique aux différentes températures, ces plaques sont coupées et testées en traction à la température ambiante. La comparaison des contraintes résiduelles nette σ_{nette} des différents TRC est présentée dans la Figure VII-15 suivante. Les valeurs des résistances résiduelles [force maximale F_{max} , contrainte réelle $\sigma_{réelle}$ (en fonction de la section du composite) et contrainte nette du textile σ_{nette} (en fonction de la section des fibres)] ainsi que du rapport de la résistance relative ($R = \frac{\sigma_{résiduelle\ TRC-bouclier\ thermique}}{\sigma_{TRC-25\ ^\circ C}} \cdot 100$) sont affichés dans le Tableau VII-7.

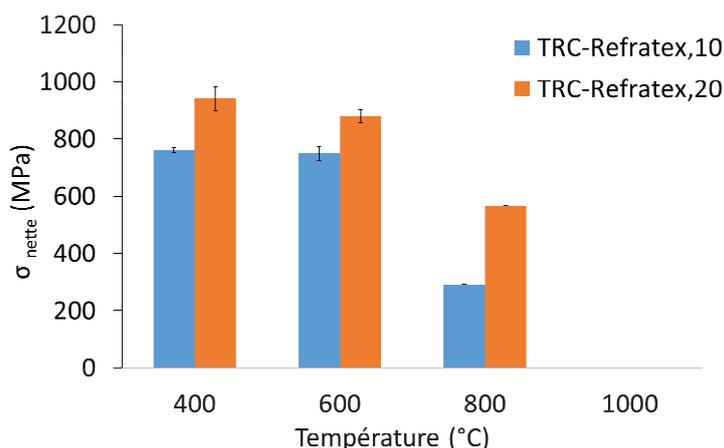


Figure VII-15: Résistance résiduelle σ_{nette} des TRC avec différentes épaisseurs de bouclier thermique en fonction de la température

Tableau VII-7: Résistances maximales réelle et nette des composites avec différentes épaisseurs d'isolant thermique

TRC isolé	F_{max} (/10 cm) (N)		$\sigma_{réelle\ max}$ (MPa)		$\sigma_{nette\ max}$ (MPa)		R (%)
	Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type	Valeur moyenne	Écart-type	
TRC-Refratex,10-400°C	9144	113	10.5	0.63	762	9.4	46
TRC-Refratex,20-400°C	11305	502	13.7	0.6	942	41.8	57
TRC-Refratex,10-600°C	8400	280	9	1.5	750	23	45
TRC-Refratex,20-600°C	10566	280	10.5	0.2	880	23.3	53
TRC-Refratex,10-800°C	3500	-	4	-	300	-	18

TRC-Refratex,20-800°C	6802	-	8	-	566	-	34
TRC-Refratex,10-1000°C	-	-	-	-	-	-	0
TRC-Refratex,20-1000°C	-	-	-	-	-	-	0

Avec une double épaisseur d'isolant Refratex, le TRC gagne au moins 10 % de résistance. Il conserve plus que 45 % de sa résistance initiale (à 25 °C) quand il est protégé par 10 mm ou 20 mm de Refratex et soumis à une température de 400 °C ou 600 °C (Tableau VII-7). Cependant 18 % de cette résistance est trouvée à 800 °C avec 10 mm de Refratex. Cette résistance accroit jusqu'à 34 % quand l'épaisseur de Refratex utilisé est 20 mm.

Par rapport au TRC testé à 400 °C sans isolant avec un palier de 0 h, la résistance σ_{nette} augmente de 665 MPa à 762 MPa pour 10 mm de Refratex et à 942 MPa pour 20 mm de Refratex même après 2 h d'exposition à cette température.

En effet, la résistance augmente de 15 % à 38 % selon l'épaisseur de Refratex (Figure VII-16). Néanmoins l'effet d'isolation thermique est beaucoup plus marqué à 600 °C. La résistance s'accroît de 40 % à 70 % avec 10 mm et 20 mm de Refratex respectivement. Elle passe de 171 MPa à 300 MPa avec 10 mm de Refratex et à 566 MPa avec 20 mm de Refratex (Figure VII-16).

La résistance résiduelle mesurée d'après ces essais présente une stabilité entre 400 °C et 600 °C quel que soit l'épaisseur d'isolant utilisé.

Les modes de rupture des composites sont présentés dans la Figure VII-17. Le TRC qui a été isolé par 10 mm ou 20 mm de Refratex durant la cuisson présente une délamination et un écaillage traduisant la perte d'adhésion au niveau de l'interface matrice/textile à 400 °C et 600 °C (Figure VII-17 a,b). Pour le TRC isolé cuit à 800 °C, la résine époxy qui enrobait le textile étant décomposé complètement, la rupture s'effectue plus ou moins par l'arrachement des fibres de la matrice (Figure VII-17 c). A 1000 °C le TRC a été cassé même avant d'être testé ; le composite était très fragile et le textile de carbone s'était fondu (Figure VII-17 d).

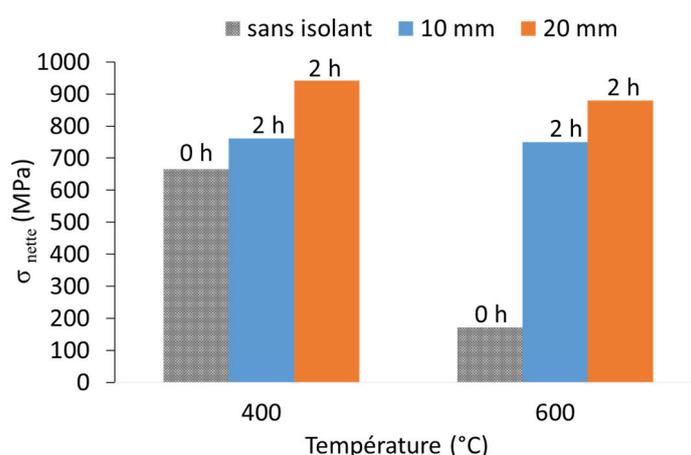


Figure VII-16: Comparaison des TRC avec et sans isolants thermiques

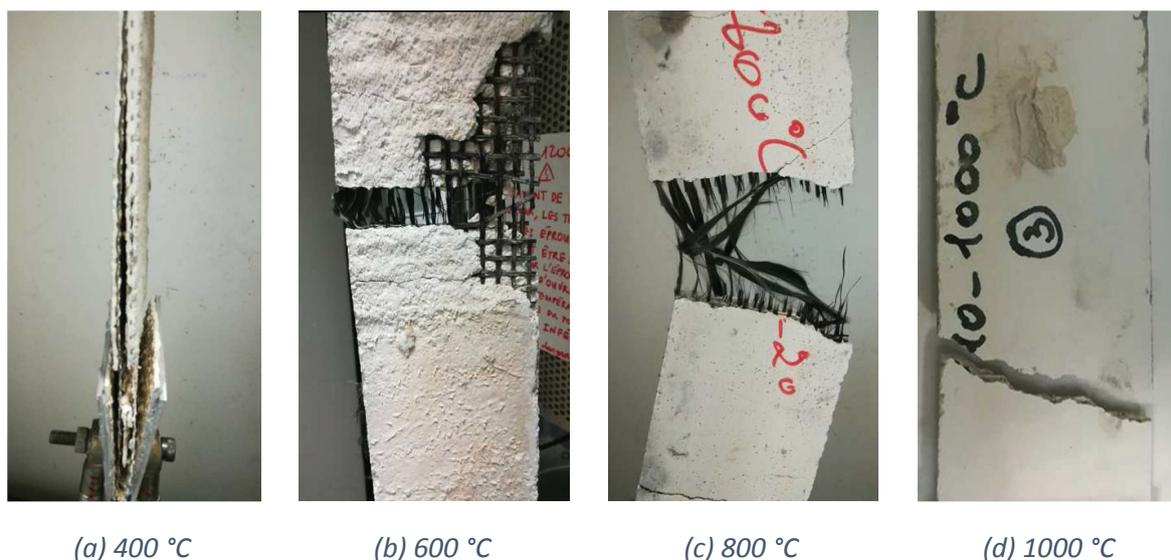


Figure VII-17 : Rupture des TRC isolés déjà cuits aux différentes températures

VII.3 CONCLUSION

Les essais thermiques conduits dans ce sous-chapitre mettent en évidence l'efficacité d'un système qui peut être utilisé dans une situation impliquant à la fois une augmentation de charge et une tenue au feu. L'ajout d'un isolant au TRC permet un gain de temps en diminuant forcément la température atteinte par le TRC, et une conservation de résistance. L'effet positif du Refratex a été évalué en le comparant à celui d'Insulfrax, la température extérieure maximale atteinte par TRC-Refratex est encore plus faible de 150 °C de celle du TRC-Insulfrax après 2 h d'exposition à 600 °C.

L'effet de l'épaisseur de Refratex a été ensuite apprécié à plusieurs niveaux de températures (400 °C, 600 °C, 800 °C et 1000 °C). Après 2 h d'exposition à chaque niveau de température, l'utilisation de 20 mm de Refratex conduit à un abaissement de température de 200 °C environ. La différence de température obtenue après utilisation de 10 mm et 20 mm de Refratex ne dépasse pas 27 % à 400 °C et 39 % à 600 °C et elle est presque nulle (4 %) pour une cuisson à 1000 °C. Ces épaisseurs influencent ensuite la résistance résiduelle du TRC.

Les résistances résiduelles en traction du TRC-Refratex préalablement chauffé à 400 °C et à 600 °C sont presque les mêmes. Une conservation de résistance en traction du TRC pré-chauffé par rapport à sa résistance initiale à température ambiante est autour de 45 % pour 10 mm d'isolant Refratex, et autour de 55 % pour 20 mm d'isolant Refratex. Alors que l'effet d'isolant Refratex diminue quand la température passe à 800 °C. À 1000 °C le composite TRC ne résiste plus.

Conclusions & Perspectives

Synthèse-Conclusions générales

Cette étude visait le développement de formulation des matériaux TRC dans le cadre des travaux de recherche engagés pour le projet FUI PRORETEX II. La performance mécanique de ces matériaux pour le renforcement/réparation des structures et ses propriétés physico-chimiques sont évaluées vis-à-vis de températures élevées.

Les matériaux composites qui nous préoccupent sont des composites à matrice minérale et fibres continues susceptibles d'être utilisés dans la réparation des structures en béton armé vis-à-vis des différents chargements thermique et mécanique. Ces composites sont développés et choisis pour leurs double fonctions : protection et résistance thermiques. Les propriétés obtenues sont généralement meilleures que celles de la matrice seule. Bien évidemment, il est impossible de réunir l'ensemble de ces propriétés dans un même composite mais, par rapport aux caractéristiques recherchées, on peut trouver des solutions optimales. La progression des connaissances sur les différents matériaux constitutifs (fibres, mortier, textile...) permet un contrôle permanent des différents paramètres de conception, ce qui a pour effet d'améliorer considérablement les propriétés des matériaux composites résultants.

Dans cette optique les principales études sont synthétisées comme suit :

- **Etude bibliographique**

La revue bibliographique a mis en évidence l'intérêt des composites TRC dans la réparation des structures grâce à sa crédibilité en termes performentiels. De nombreuses études ont porté sur la caractérisation des propriétés mécaniques des TRC et rares sont les études faites sur leur comportement thermomécanique.

La caractérisation en traction des composites TRC révèle un comportement multilinéaire complexe. Ce comportement dépend essentiellement des mécanismes de transfert de charge entre la matrice et le textile qui se développent de l'échelle du nanomètre entre les fibres élémentaires de quelques micros à l'échelle de l'interface, entre l'armure textile et la matrice.

Par conséquent, le comportement mécanique des composites peut être influencé par plusieurs paramètres. On peut citer : la nature de la matrice, la nature des filaments, la structure du renfort textile (nombre de filaments et géométrie du textile), le taux de renfort, la pré-imprégnation du textile, et le procédé de cure du composite... Une forte liaison conduit généralement à la rupture du renfort, fournissant un composite à haute résistance avec une faible ductilité et un comportement relativement fragile; tandis que la liaison faible conduit à l'arrachement des fibres, fournissant un composite plus ductile avec une résistance plus basse.

D'autre part, l'exposition des TRC à des températures élevées provoque des processus chimiques, physiques et mécaniques complexes. Ces processus peuvent être modifiés selon plusieurs paramètres et être bénéfiques à des températures modérées. L'effet conjugué du retrait

irréversible du mortier conduisant à l'augmentation de l'adhérence fibre-matrice, et l'effet d'accroche généré par la transformation de la résine d'imprégnation du textile d'un état viscoélastique à un état plastique lors d'un chauffage à une température modérée ($T=100\text{ °C}$ à 200 °C), conduit à une meilleure interaction entre les fils du textile et le mortier. Une augmentation significative de la résistance maximale et de l'ouverture de fissure correspondante ont été observées dans cette gamme de température. Les premières indications prononcées de dégradation du matériau ont pu être observées lors du préchauffage des éprouvettes jusqu'à une température de 400 °C . Ceci met en relief le relâchement de l'interface fibre-matrice dû aux changements dans la morphologie de la matrice, les propriétés physiques de la matrice et l'interface fil-matrice.

Cette étude met en évidence l'importance de l'optimisation des performances et de la compatibilité des composants (matrice et textile), qui vise à améliorer les limites de conception plutôt que la performance thermomécanique absolue du TRC.

- **Etude expérimentale**

Tout d'abord, une méthodologie de caractérisation du comportement en traction à haute température a été développée et validée. Plusieurs régimes de chargements thermique et mécanique couplés ont été suivis afin de déterminer les propriétés du composite (contrainte, rigidité, déformation et la tenue maximale en température). L'ouverture des fissures et leur densité, en fonction du chargement mécanique, ont été évaluées par la technique de mesure de champs par corrélation d'image.

Afin de répondre à l'exigence visant à affiner la compréhension du comportement thermomécanique des composites, une identification des transformations physico-chimiques et une analyse thermique ont été déployées. Une observation tomographique a été menée dans le but d'évaluer l'état du composite et d'identifier sa porosité. Pour une connaissance approfondie des transformations physico-chimiques s'opérant dans la matrice au cours de traitement thermique, les analyses thermogravimétriques différentielles (ATG-DSC), la diffractométrie aux rayons X (DRX) et la spectrométrie Infrarouge (IRTF) ont été utilisées afin d'étudier l'effet de la température sur la composition minéralogique des produits d'hydratation de la matrice. Elles ont été suivies d'une analyse dilatométrique (TMA) qui permet de détecter la variation de la longueur de l'échantillon en fonction de la température.

Les essais thermomécaniques effectués sur des composites TRC de référence ont permis de montrer l'effet bénéfique du refroidissement avant une exposition à une température de 400 °C . Il apparaît aussi que les résistances thermomécaniques des composites non refroidis se dégradent entre 25 °C et 150 °C puis s'améliorent entre 150 °C et 300 °C . Les phénomènes à l'origine de ces variations sont attribués au changement d'état de l'ensimage du textile et du changement physique et morphologique de la matrice. De plus, une comparaison entre le comportement thermomécanique d'un TRC à matrice normale et celui d'un autre TRC à matrice réfractaire a été effectuée. La différence entre les deux TRC met en évidence l'effet de la granulométrie du mortier alors que leur comportement en fonction de la température se différencie en fonction de leur nature minéralogique.

Enfin, afin de trouver un composite TRC qui présente une stabilité thermomécanique, le comportement de plusieurs familles de composite a été examiné.

La première famille de TRC est formée d'une matrice phosphatique et des fibres de verre E. La géométrie et l'effet de pré-imprégnation du textile par une résine époxy ont été testés. Les résultats ont montrés que le TRC ayant des fibres de verre E unidirectionnelles présente les caractéristiques mécaniques les plus élevées. De plus, le revêtement, avec de la résine époxy, améliore le comportement du composite à 25 °C (sa résistance à la rupture est augmentée de 3 fois) et résout le problème de délaminage. Cependant, la résine époxy perd son effet bénéfique dès que la température atteint 200 °C. Le TRC perd 65 % de sa résistance maximale entre 25 °C et 200 °C.

La deuxième famille des TRC a été élaborée avec une matrice alumineuse et deux couches de grille de carbone. Plusieurs générations ont été formées afin de trouver la meilleure formulation. Le choix finale porte sur une matrice alumineuse à granulométrie compacte, fluidifiée par des adjuvants (afin d'améliorer la mise en œuvre) et renforcée par des fibres de polypropylène. Cette matrice est renforcée par 2 couches de grille de carbone 12K enduite au préalable par une résine époxy. Les propriétés mécaniques en fonction de la température présentaient une stabilité jusqu'à 400 °C environ. Les fibres de polypropylène permettent l'évacuation de l'eau libre pendant le chargement thermique, ce qui réduit les pressions internes dans la matrice et facilite la récupération de la résistance.

Après la validation de la première étape au niveau matériau. La deuxième étape consiste à concevoir l'augmentation de la durée et de la température de tenue lors d'une sollicitation thermique. Dans ce but, la fonction de la protection thermique (bouclier thermique) du composite a été traitée. L'utilisation de 20 mm d'un isolant thermique, le Refratex, a permis de réduire la température maximale atteinte par le composite, après un palier de 2 h, de 200 °C. Par conséquent la protection thermique du composite améliore notablement ses propriétés mécaniques par rapport à un composite non isolé.

Perspectives

Ce travail a permis d'apporter des outils nécessaires à la conception liée à l'application des composites TRC dans le cadre de la réparation/renforcement des structures en béton, bien que des questions restent ouvertes et soient de nature à constituer une suite logique de cette thèse. On citera les points marquants suivants :

- Au niveau des méthodes de caractérisation, il sera conseillé d'affiner la caractérisation du composite par des essais de cisaillement à haute température. Ces essais permettent ainsi une prise en compte plus fine des mécanismes d'endommagement dans le cadre de la réparation vis-à-vis de l'effort tranchant. L'évaluation de l'effet du vieillissement, de l'effet des conditions de conservation similaires aux changements climatiques (gel-dégel) et de durabilité sur le comportement thermomécanique des TRC sera encore nécessaire.
- Evaluation du type minéral de pré-imprégnation du textile sur le comportement thermomécanique du composite TRC.

- Mise en place de procédure d'aide au dimensionnement intégrant les considérations d'Etats Limites de Services (ELS) par la prise en compte de seuils de fissuration limite compatible avec l'environnement d'exposition.
- Etude de la méthode de mise en œuvre des systèmes composites. Deux technologies pourraient être étudiées :
 - La projection de mortier et le marouflage de renforts textile après traitement de surface du substrat, évaluation de l'adhérence mortier/substrat,
 - Le collage du composite avec des colles minérales stables en température

A la lumière des résultats des essais de caractérisation, une modélisation des lois de comportement en traction et en cisaillement peut être menée afin de prédire les propriétés des TRC en fonction de la température.

Références bibliographiques

- Al Nahhas, F., 2004. *Comportement thermo-mécanique des murs en maçonnerie de blocs creux en béton sous l'action d'un feu conventionnel*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Marne La Vallée.
- Al Najim, A., 2004. *Modélisation et simulation du comportement du béton sous hautes températures par une approche thermo-hygro-mécanique couplée. Application à des situations accidentelles*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Marne La Vallée.
- Alshaaer, M. et al., 2011. Evaluation of a low temperature hardening Inorganic Phosphate Cement for high-temperature applications. *Cement and Concrete Research*, Volume 41, pp. 38-45.
- Ambroise, J., Dejean, J., Foubi, J. & Pera, J., 1989. Metakaoline blended cement improve GRC durability and ductility. *Construction and Building Materials*, Volume 3, pp. 73-77.
- Badanoiu, A. & Holmegren, J., 2003. Cementitious composites reinforced with continuous carbon fibers for strengthening of concrete structures. *Cement and Concrete Composites*, 25(3), pp. 387-394.
- Balaguru, P. & Shah, S. P., 1992. *Fiber Reinforced Cement Composites*. New York, McGraw Hill.
- Bamonte, P. & Felicetti, R., 2007. On tensile behavior of thermally-damaged concrete. *Proceedings of the 6th International conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structure - FraMCoS6*.
- Banthia, N. & Gupta, R., 2004. Hybrid fiber reinforced concrete (HyFRC) : fiber synergy in high strength matrices. *Materials and Structures*, Volume 37, pp. 707-716.
- Barhum, R. & Mechtcherine, V., 2012. Effect of short, dispersed glass and carbon fibers on the behavior of textile-reinforced concrete under tensile loading. *Engineering Fracture Mechanics*, Volume 92, pp. 56-71.
- Bazant, Z. P. & Kaplan, M. F., 1996. Concrete at high temperatures : material properties and mathematical models. *Longman group limited edition*.
- Behloul, M., Chanvillard, G., Casanova, P. & Orange, G., 2002. Fibre resistance of Ductal Ultra High Performance Concrete. *1st fib Congress*, Volume 1, pp. 421-430.
- Benali, F., Hamidouche, M. & Belhouchet, H., 2016. Cinétique de deshydratation d'un coulis réfractaire. *Verre, Céramiques et Composites*, 5(1), pp. 1-6.
- Bentur, A. & Mindess, S., 1990. *Fibre reinforced cementitious composites*. London, Elsevier Science Publishers Ltd.
- Bernier, G., 1991. *Caractérisation de controle des bétons renforcés de fibres*, s.l.: Annales de l'Institut Technique Du Batiment et des Travaux Publics.

- Bertolesi, E., Carozzi, F. G., Milani, G. & Poggi, C., 2014. Numerical modeling of Fabric Reinforce Cementitious Matrix composites (FRCM) in tension. *Construction and Building Materials*, Volume 70, pp. 531-548.
- Bisby, L. A., Green, M. F. & Kodur, V. K. R., 2005. Response to fire of concrete structures that incorporate FRP. *Progress in Structural Engineering and Materials*, 7(3), pp. 136-149.
- Brameshuber, 2006. Textile Reinforced Concrete State-of-the Art Report of Rilem TC 201. *RILEM Publications*.
- Brameshuber, W., 2001. Calcium aluminate cement as binder for textile reinforced concrete. *International Conference Textile Reinforced Concrete Edimbourg*.
- Brameshuber, W., 2006. Report 36 : Textile Reinforced Concrete-State-of-the-Art Report of RILEM TC 201-TRC. *RILEM publications*, Volume 36.
- BS EN 196-1, 2005. *European standard BS EN 196-1 : Methods of testing cement. Determination of strength*, s.l.: s.n.
- BS EN 413-2, 2005. *European standard BS EN 413-2 : 2005 January 2006: Masonry cement - Part 2 : test methods*, s.l.: s.n.
- Butler, M., Mechtcherine, V. & Hempel, S., 2009. Experimental investigations on the durability of fiber-matrix interfaces concrete. *Cement and Concrete Composites*, 31(4), pp. 221-231.
- Carcasses, M., 2011. *La durabilité des BFUP / recommandations AFGC*, s.l.: Caractériser et dimensionner les Bétons Fibrés à Ultra Hautes Performance BFUP.
- Castellote, M. et al., 2004. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cement and Concrete Research*, 34(9), pp. 1633-1644.
- Chefdebien, A. D. & Robert, F., 2008. Mechanical properties of ultra high performance fiber reinforced concrete at high temperature. In *7th International Congress 'Concrete: Construction's Sustainable Option', Concrete for fire Engineering*, pp. 139-148.
- Collet, Y., 1977. Etude des propriétés du béton soumis à des températures élevées entre 200 et 900°C. Dans: *Annales des Travaux Publics Belges*. s.l.:s.n., pp. 332-338.
- Collignon, B., 2009. *Séchage de bétons réfractaires : expérimentation, modélisation et influence d'un ajout de fibres polymère*, s.l.: Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine.
- Colombo, I. et al., 2011. Textile Reinforced Mortar at High Temperatures. *Applied Mechanics and Materials*, Volume 82, pp. 202-207.
- Colombo, I. G., 2013. Textile Reinforced Concrete : experimental investigation on design parameters. *Materials and Structures*, pp. 1933-1951.
- Colombo, I. G. et al., 2013. Textile Reinforced Concrete : experimental investigation on design parameters. *Materials and Structures*, 46(11), pp. 1953-1971.

- Contamine, R., 2011. *Contribution à l'étude du comportement mécanique de composites textile-mortier: application à la réparation et/ou renforcement de poutres en béton armé vis-à-vis de l'effort tranchant*, Thèse de doctorat, Université Claude Bernard Lyon1: s.n.
- Degallaix, S. & Ilshnier, B., 2007. *Caractérisation expérimentale des matériaux : propriétés physiques, thermiques et mécaniques*, s.l.: Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, ISBN 2-88074-567-7.
- Derombise, G., Van Schoors, L. V. & Davies, P., 2009. Degradation of Technora aramid fibers in alkaline and neutral environments. *Polymer Degradation and Stability*, 94(10), pp. 1615-1620.
- Dias, W. P. S., Khoury, G. A. & Sullivan, P. J., 1990. Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperatures up to 700°C (1292 F). *ACI Materials Journal*, pp. 160-166.
- Dilthey, U., Schleser, M., Moller, M. & Weichold, O., 2006. Applications of polymers in textile reinforced concrete-From the interface to construction elements. Dans: *Proceedings of the 1st International RILEM conference on textile reinforced concrete*. Aachen: s.n., pp. 55-65.
- Du, Y., Zhang, M., Zhou, F. & Zhu, D., 2017. Experimental study on basalt textile reinforced concrete under uniaxial tensile loading. *Construction and Buildings Materials*, Volume 138, pp. 88-100.
- Dvorkin, D. & Peled, A., 2016. Effect of reinforcement with carbon fabrics impregnated with nanoparticles on the tensile behavior of cement based composites. *Cement and Concrete Research*, Volume 85, pp. 28-38.
- E.R.Tech, s.d. *Technical textiles*. [En ligne] Available at: <http://et-tech.fr/22/la-fibre-de-verre.html>
- Ehlig, F., Jesse, F. & Curbach, M., 2010. *High temperature tests on textile reinforced concrete (TRC) strain specimens*. Aachen, International RILEM Conference on Material Science-MATSCI.
- El Hachem, M., 1990. *Etude de l'influence de la fibre de fonte sur le retrait et le fluage du béton*, s.l.: Thèse de doctorat, Université Ecole Centrale de Paris.
- Fares, H., 2009. *Propriétés mécaniques et physico-chimiques des bétons autoplacants exposés à une température élevée*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise.
- Feih, S. & Mouritz, A., 2012. Tensile properties of carbon fibers and carbon fiber-polymer composites in fire. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 43(5), pp. 765-772.
- Glinicki, M. A., Vautrin, A., Soukatchoff, P. & François-Brazier, J., 1994. Plate impact testing method for GRC composites. *Cement and Concrete Composites*, Volume 16, pp. 241-251.
- Green, M. F., Kodur, V. K. R. & Bisby, L. A., 2007. Design guidelines for fire resistance of FRP strengthened concrete structures. *Eighth International Conference on FRP in Reinforced Concrete Structures (FRPRCS-8)*, Greece.

- Hager, I. G., 2004. *Comportement à haute température des bétons à haute performance - évolution des principales propriétés mécanique*, s.l.: Thèse de doctorat, Ecole nationale des Ponts et Chaussées et Ecole Polytechnique de Cracovie.
- Hatta, H., Aoki, T., Kogo, Y. & Yarii, T., 1999. High temperature oxidation behavior of SiC-coated carbon fiber reinforced carbon matrix composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 30(4), pp. 515-520.
- Hegger, J., Voss, S. & Bruckermann, O., 2005. AR-Glass and Carbon Fibers for Textile Reinforced Concrete - Acomparison of Efficiency. *Spring-Concrete Soars, Spans and Supports, ACI Convention, New York*.
- Hegger, J., Voss, S., di Prisco, M. & Felicetti, R. P. G. A., 2004. Textile reinforced concrete under biaxial loading. *6th International RILEM Symposium on Fibre reinforced Concretes*, pp. 1463-1472.
- Hegger, J., Will, J., Bruckermann, O. & Voss, S., 2005 . Load and bearing behaviour and simulation of textile reinforced concrete. *Materials and Structures*, 39(8), pp. 765-776.
- Hegger, J., Will, N. & Bruckermann, O., 2006. Load-bearing behaviour and simulation of textile reinforced concrete. *Materials and structures*, 39(8), pp. 765-776.
- Hempel, R., Butler, M., Hempel, S. & Schorm, H., 2007. Durability of textile reinforced concrete. *Special Publications*, Volume 244, pp. 87-108.
- Hertz, K., 1984. *Heat-induced explosion of dense concretes*, s.l.: Technical University of Denmark, Institute of Building Design.
- Homoro, O., 2016. *Caractérisation expérimentale du comportement thermomécanique à haute température des composites textile-mortier (TRC): role des fibres courtes discontinues en verre*, s.l.: Mémoire de MAster 2, Université Claude Bernard Lyon 1.
- IREX, 2005. *Proposition d'étude de faisabilité d'un projet national de recherche et développement sur les matériaux composites en Génie Civil*, s.l.: Projet COMAC.
- ISO_834-10, 2014. *Essais de résistance au feu - Eléments de construction - Partie 10 : Exigences spécifiaues pour déterminer la contribution des matériaux de protection appliqués aux éléments des structures en acier*. s.l.:s.n.
- Jonatka, I. & Nurnbergerova, T., 2005. Effect of temperature on structure quality of cement paste and high-strength concrete with silica fume. *Nuclear Engineering and Design*, Volume 235, pp. 2019-2032.
- Kalifa, P., Chéné, G. & Gallé, C., 2001. High-temperature behaviour of HPC with polypropylène fibers: From spalling to microstructure. *Cement and Concrete Research*, 31(10), pp. 1487-1499.
- Kanéma, M., 2007. *Influence des paramètres de formulation sur le composrtement à haute température des bétons*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise.

- Katz, A., Li, V. C. & Kazmer, A., 1995. Bond properties of carbon fibers in cementitious matrix. *Journal of Materials in Civil Engineering*, Volume 7, pp. 125-128.
- Keil, A. & Raupach, M., 2007. Improvement of the load-bearing capacity of textile reinforced concrete by the use of polymers. *12 th International Congress on Polymer in Concrete. Chuncheon, Korea, 27-28 September*.
- Khoury, G. A., 1995. Strain components of nuclear-reactor-type concretes during first heat cycle. *Nuclear Engineering and Design*, Issue 156, pp. 313-321.
- Khoury, G. A., 2008. Polypropylene fibres in heated concrete. part 2 : pressure relief mechanisms and modelling criteria. *Magazine of Concrete Research*, 60(3), pp. 189-204.
- Khoury, G. A. & Sullivan, G. P. E. G. B. N., 1985. Strain of concrete during first heating to 600°C under load. *Magazine of Concrete Research*, 37(133), pp. 195-215.
- Kodur, V., 2014. Properties of Concrete at elevated temperatures. *ISRN Civil Engineering*, pp. 1-15.
- Kok, M. A. D., 2013. *Textile reinforced double curved concrete elements*, Delft: University of Technology.
- Kong, K. et al., 2017. Comparative characterization of the durability behaviour of textile-reinforced concrete (TRC) under tension and bending. *Composite Structures*, Volume 179, pp. 107-123.
- Kruger, M., 2004. *Prestressed textile reinforced concrete*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Stuttgart.
- Kruger, M. & Reinhardt, H. W., 2001. Prestressed textile reinforced cement composites. *Proceeding 11th International techtextil Symp. fur technische Textilien, Vlieddtoffe, und textilaemierte Werkstoffe*.
- Laneyrie, C., 2014. *Valorisation Des Déchets de Chantiers Du BTP : Comportement à Haute Température Des Bétons de Granulats Recyclés*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise.
- Lucas, T., 2005. *Les composites s'immiscent dans le B-TP*, s.l.: usinenouvelle.com.
- Mader, E., R. P. & Gao, S. L., 2003. Coatings for Fiber and Interphase Modification in a Cementitious Matrix. *2nd Colloquium on tetile Reinforced Structures (CTRS2)*, pp. 121-132.
- Matray, P. & Hamelin, P., 1991. Etude de l'influence du rapport MgO/Sol sur les propriétés des liants magnésiens. *Materials and Structures, RILEM publications*, Volume 24, pp. 106-114.
- Mechtcherine, V., 2013. Novel cement-based composite for the strengthening and repair of concrete structures. *Construction and Building Materials*, Volume 41, pp. 365-373.
- Menou, A., 2004. *Etude du comportement thermomécanique des bétons à haute température: approche luti-échelles de l'endommagement thermique*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Pau.

- Michel, M., 2009. *Accélération de ciment au laitier par du ciment sulfo-alumineux*, s.l.: Thèse de doctorat, INSA de Lyon.
- Mindeguia, J. C., 2009. *Contribution Expérimentale à la compréhension des risques d'instabilité thermiques des bétons*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Pau et des Pays de l'Adour.
- Mindess, S., Young, J. F. & Darwin, D., 2003. *Concrete, 2e edition, Peaeson education*, s.l.: s.n.
- Missemer, L., 2012. *Etude du comportement sous très hautes températures des bétons fibrés à ultra performances : application au BCV*, s.l.: Th8se de doctorat, Université de Grenoble.
- Mobasher, B., Peled, A. & Pahilajani, J., 2005. Distributed cracking and stiffness degradation in fabric-cement composites. *Materials and Structures*, 39(3), pp. 317-331.
- Mobasher, B., Peled, A. & Pahilajani, J., 2006. Distributed cracking and stiffness degradation in fabric-cement composites. *Materials and Structures*, 39(3), pp. 317-331.
- Molter, M., 2001. Load-bearing capacity and serviceability of textile reinforced cending beams. *Proceedings of First Colloquium on Special Research Areas 528 and 532, Aachen University*, pp. 205-219.
- Mosselmans, G. et al., 2007. Thermal hardening and structure of a phosphorus containing cementitious model material phosphoric acid–wollastonite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 88(3), pp. 723-729.
- Naaman, A. E., 1998. New fiber technology: Cement, Ceramic and polymeric composites. *Concrete International*, 20(7).
- NF P15-437, 1987. *French standard NF P15-437 June 1987: Hydraulic binders. testing technics. Characterization of cements by fluidity measurement under mortar vibration*, s.l.: s.n.
- Nguyen, T. H., 2015. *Contribution à l'étude du comportement thermomécanique à très haute température des matériaux composites pour la réparation et/ou le renforcement des stures de Génie Civil*, s.l.: Thèse de doctorat, Université Claude Bernard Lyon 1.
- Nguyen, T. H., Vu, X. H. & Si Larbi, A., 2016. Experimental Study of the effect of simultaneous mechanical and high-temperature loadings on the behaviour of textile-reinforced concrete (TRC). *Construction and Building Materials*, Volume 125, pp. 253-270.
- Nguyen, V. T., 2013. *Comportement des bétons ordinaire et à hautes performances soumis à haute température : application à des éprouvettes de grandes dimensions*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise.
- Nobili, A. & Signorini, C., 2017. On the effect of curing time and environmental exposure on impregnated. *Composite Part B : Engineering*, Volume 112, pp. 300-313.
- Nodal, 2002. *Etude stratégique réalisée pour le compte de la DiGITIP/SIM*, s.l.: L'industrie française des matériaux composites.

- Noumowé, A., 1995. *Effet des hautes températures (20-600°C) sur le béton. Cas particulier du béton à hautes performances*, s.l.: Thèse de doctorat, INSA de Lyon.
- Park, C. K., Kim, G. D., Lee, S. H. & Sohn, Y. S., 2007. The effect of thermal characteristics of organic fibers on the spalling of high-strength concrete. *In Consec'07, Tours, France*, pp. 1627-1632.
- Peled, A. & Bentur, A., 2000. Geometrical characteristics and efficiency of textile fabrics for reinforcing cement composites. *Cement and Concrete Research*, 30(5), pp. 781-790.
- Peled, A. & Bentur, A., 2003. Fabric structure and its reinforcing efficiency in textile reinforced cement composites. *Composite Part Application Scientific Manufacturer*, 34(2), pp. 107-118.
- Peled, A., Bentur, A. & Yankelevsky, D., 1998. Effects of woven fabric geometry on the bonding performance of cementitious composites : mechanical performance. *Advanced Cement Based Materials*, 7(1), pp. 20-27.
- Peled, A. et al., 2008. Influences of textile characteristics on the tensile properties of warp knitted cement based composite. *Cement and Concrete Composites*, 30(3), pp. 174-183.
- Piasta, J., 1984. Heat deformation of cement phases and microstructure of cement paste. *Materials and Structures*, 17(102), pp. 415-420.
- Piasta, J. & Piasta, W. G., 1994. *Beton zwykly : dobor kruszyw i cementow, projektowanie betonu, trwalosc betonu, odpornosc chemiczna i termiczna*. Warszawa, Arkady.
- Pliya, P., 2010. *Contribution des fibres de polypropylène et métalliques à l'amélioration du comportement du béton soumis à une température élevée*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise.
- Pliya, P., Beaucour, A. L. & Noumowé, A., 2011. Contribution of cocktail of polypropylene and steel fibers in improving the behaviour of high strength concrete subjected to high temperature. *Construction and Building Materials*, 25(4), pp. 1926-1934.
- Preveraud, J. F., 2009. *JEC Composites Show*. Paris, s.n.
- Promis, G., 2010. *Composites fibres / matrice minérale : du matériau à la structure*, Thèse de doctorat, Université Claude Bernard Lyon1: s.n.
- Rambo, D. A. S., Silva, F. D. A., Filho, R. D. T. & Fonseca Martins Gomez, O., 2015. Effect of elevated temperatures on the mechanical behavior of basalt textile reinforced refractory concrete. *Materials and Design*, 65(0), pp. 24-33.
- Rambo, D. A. S. et al., 2016. Tensile strength of a calcium-aluminate cementitious composite reinforced with basalt textile in a high-temperature environment. *Cement and Concrete Composites*, Volume 70, pp. 183-193.
- Raupach, M. et al., 2006. Epoxy-impregnated textiles in concrete + Load bearing capacity and durability. *ICTRC'2006 - 1st International RILEM Conference on Textile Reinforced Concrete ; RILEM Publication SARL*, pp. 77-88.

- Scheffler, C. et al., 2009. Aging of alkali-resistant glass and basalt fibers in alkaline solutions : Evaluation of the failure stress by Weibull distribution function. *Journal Non Crystalline Solids*, 355(52), pp. 2588-2595.
- Schmitt, N. et al., 2000. Coupling between kinetics of dehydration, physical and mechanical behaviour for high alumina castable. *Cement and Concrete esearch*, 30(10), pp. 1597-1607.
- Schneider, U., 1988. Concrete at high temperature : A general review. *Fire Safety Journal*, Volume 13, pp. 55-68.
- Schneider, U., Diederichs, U. & Ehm, C., 1982. Effect of temperatures on steel and concrete for PCRV's. *Nuclear Engineering and Design*, Volume 67, pp. 245-258.
- Si Larbi, A., Agbossou, A. & Hamelin, P., 2013. Experimental and numerical investigations about textile-reinforced concrete and hybrid solutions for repairing and/or strengthening reinforced concrete beams. *Composite Structures*, Volume 99, pp. 152-162.
- Silva, F. A. et al., 2014. Effects of elevated temperatures on the interface properties of carbon textile-reinforced Concrete. *Cement and Concrete Composites*, Volume 48, pp. 26-34.
- Simonn, F., 2000. *Comportement thermomécanique de bétons réfractaires alumineux contenant du spinelle de magnésium*, s.l.: Thèse de doctorat, INSA Lyon.
- Soro, J., 2005. *Elaboration par coulage en bande et caractérisation de composites fibreux à matrice à base de ciments alumineux*, s.l.: Thèse de doctorat, Université de Limoges.
- Soro, J., Smith, A. & Gault, C., 2007. Processing by tape casting and mechanical behaviour of aluminous cement-based matrix alumina fibers composites. *Journal of the European Ceramic Society*, Volume 27, pp. 1469-1474.
- Tolentino, E. et al., 2002. Effects of high temperature on the residual performance of Portland cement concretes. *Materials Research*, 5(3), pp. 301-307.
- ULM, F. J., 1999. *Couplages thermo-mécaniques dans le béton*, s.l.: Un premier bilan, Etudes de Recherche des Laboratoires des Ponts et Chaussées.
- Van de Velde, K., Kiekens, P. & Van Langenhove, L., 2003. Basalt fibres as reinforcement for composites. Dans: *Proceedings of 10th International Conference on composite/nanoengineering*. University of New Orleans, LA, USA: s.n.
- Wallenberger, F. T. & Brown, S. D., 1994. High-modulus glass fibers for new transportation and infrastructure composites and new infrared uses. *Composites Science Technology*, Volume 51, pp. 243-263.
- Wastiels, J., 1999. Sandwich panels in construction with HPFRCC-faces : New possibilities and adequate modelling. *Third International RILEM Workshop on High Performance Fiber Reinforced Cement Composites*, pp. 143-151.
- Wulfhorst, B. et al., 2006. Textile technology. *Wiley Online Library*.

Xing, Z. et al., 2011. Influence of the nature of aggregates on the behaviour of concrete subjected to elevated temperature. *Cement and Concrete Research*, 41(4), pp. 392-402.

Xu, S., Shen, L. & Wang, J., 2016. Shilang Xu, Linghua Shen, Jiyang Wang.” The high-temperature resistance performance of TRC thin-plates with different cementitious materials: Experimental study.. *Construction and Building Materials*, Volume 115, pp. 506-519.

Younes, A. et al., 2013. Mechanical behavior of carbon and glass filament yarns under high temperatures for composite applications. *The Journal of the Textile Institute*, 104(3), pp. 251-259.

Zongjin, L. I., Liu, A. C. P. & Leung, C. K. Y., 2002. Polymer Modified Glass Fiber Reinforced Cementitious Composites. *Special Publication*, Volume 206, pp. 401-410.

ANNEXE 1. DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

- **Funk et Dinger**

Le calcul de la courbe granulaire optimale selon Funk & Dinger (1994) s'effectue comme suit :

$$CPFT(\%) = (D^n - D_s^n) / (D_L^n - D_s^n)$$

Avec :

- CPFT : Pourcentage de passant cumulé (Cumulative Percent Finer Than)
- D : Taille de la particule
- DS : Taille de la plus petite particule
- DL : Taille de la plus grosse particule
- n : module de distribution

Dans un premier temps, le pourcentage de passant cumulé est calculé pour chaque taille de tamis D avec un module de distribution « n » fixé arbitrairement. Pour un empilement granulaire classique, la meilleure distribution en terme de compacité est obtenue pour un module **n=0,37** d'après Funk & Dinger (1994).

Dans un second temps, on calcule la combinaison du mélange granulaire (notée Combi mélange) ajusté pour que la variation des valeurs se fasse entre 0% et 100% sur les tamis considérés.

Dans un troisième temps, on utilise la méthode des moindres carrés, pour évaluer l'écart existant entre les courbes CPFT et Combimélange.

- **Andreasen**

La fonction de distribution d'Andreasen s'exprime de la manière suivante :

$$P_{AA}(d) = \left(\frac{d}{D_{max}}\right)^q$$

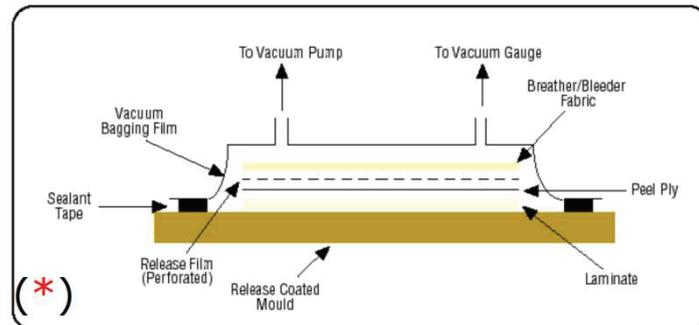
Avec :

- D_{max} est la plus grosse taille de particule
- D est la taille de particule considérée
- P(d) est la fraction des solides de tailles inférieures à d

Andreasen et Andersen ont conclu que l'exposant q devrait être compris entre 1/3 et 1/2 pour obtenir l'empilement le plus dense.

ANNEXE 2. MOULAGE AU SAC

Le moulage sous vide ou par dépression ou « au sac » est un procédé de mise en forme par moulage de pièces en matériaux composites.



- Principe :

Le moulage au sac s'effectue entre moule et contre-moule rigide, semi-rigide ou souple suivant les caractéristiques des pièces.

Le renfort est placé à l'intérieur du moule ; la matrice est versée sur le renfort. On utilise la pression qui s'exerce sur le moule lors de la mise sous vide pour répartir la matrice et imprégner le renfort. La matrice peut également être admise ponctuellement par l'aspiration consécutive au vide.

Couverture de l'ensemble par une membrane souple et étanche

- Caractéristiques principales :

Avantages	Limites
Deux faces lisses	Possibilités de formes plus réduites qu'au contact
Qualité non tributaire de la main d'œuvre	Mise au point parfois difficile
Qualité constante	Coût plus important que le moulage au contact
Bonne cadence de production	
Nécessite peu de surface	
Investissements très modérés	
Bonnes conditions de travail et d'hygiène	

ANNEXE 3. MESURE DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE

Mesure de la diffusivité apparente : Méthode « Flash » (**Précision de mesure : ~ 5 %**)

Présentation du dispositif de mesure :

Appareil utilisé : Diffusivimètre DHT Influtherm [amb-1000°C]

Calibration : Echantillon de carbone de référence

Préparation de l'échantillon :

- Usinage et préparation (Disque Ø 25 mm et épaisseur 4 mm maximum)
- Mise en place de l'échantillon
- Lancement de la stabilisation thermique à T_{mesure}
- Mesure sous vide

Acquisition : Dépôt d'un dirac d'énergie face avant, mesure de l'élévation de la température en fonction du temps en face arrière

Dépouillement : Logiciel spécifique → calcul de la diffusivité thermique



Appareil et logiciel de mesure

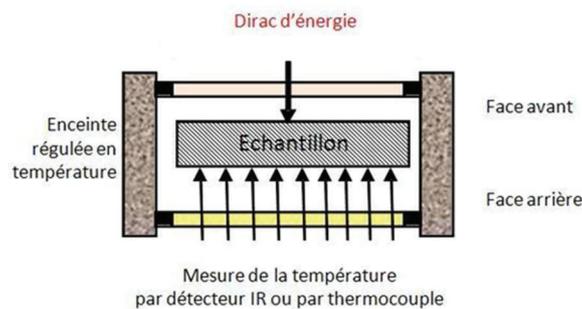


Echantillons standards

Principe de mesure :

Pour un matériau Solide, homogène et isotrope ;

- L'échantillon est stabilisé à une température (T_{cible}),
- L'acquisition du thermosignal est lancée,
- L'élévation de température de la face arrière, en fonction du temps, est enregistrée.



©Influtherm

Principe de mesure

ANNEXE 4. LES ISOLANTS THERMIQUES

Insulfrax 10 mm



*Economisez l'énergie sans plus attendre.
Contactez votre distributeur local.*

DESCRIPTION

Les Panneaux Insulfrax 110ZK et 110LD sont fabriqués à partir de la laine de silicate alcalino-terreux Insulfrax mélangée à des liants organiques et inorganiques spécialement sélectionnés pour obtenir un panneau rigide aux propriétés exceptionnelles. Les panneaux 110ZK sont faciles à découper et à usiner avec un équipement standard. Ces panneaux présentent une résistance et une rigidité élevées associées à un excellent pouvoir isolant et une bonne stabilité à haute température. Les panneaux 110LD sont particulièrement adaptés aux applications où un très faible dégagement de fumée et/ou une découpe à la machine ultra précise sont demandées. Les Panneaux Insulfrax sont disponibles dans une grande variété de dimensions et d'épaisseurs.

CARACTERISTIQUES GENERALES

Les panneaux Insulfrax possèdent les caractéristiques remarquables suivantes:

- Stabilité à haute température
- Faible conductivité thermique
- Résistance aux chocs thermiques
- Excellente résistance aux manipulations
- Faciles à découper avec des équipements standard

APPLICATIONS TYPES

- Revêtements de conduites de gaz chaud
- Joints et garnissage rigides haute température
- Ecrans thermiques
- Pièces de forme pour chaudières domestiques
- Systèmes de transfert de métal en fusion

Toute utilisation nouvelle et/ou particulière de ces produits pour une application figurant (ou non) dans la liste des applications mentionnées dans notre document, est soumise à l'accord préalable écrit de notre bureau technique.

Panneaux Insulfrax®

 U-220 FR
Rev: 1 Nov 15
Page 2 of 2

CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT

Insulfrax	110ZK	110LD
Analyse chimique type (% du poids/seibre)		
SiO ₂	61.0 - 67.0	61.0 - 67.0
CaO	27.0 - 33.0	27.0 - 33.0
MgO	2.5 - 6.5	2.5 - 6.5
Al ₂ O ₃	<1.0	<1.0
Fe ₂ O ₃	<0.6	<0.6
Propriétés chimiques		
Couleur	Blanc / Beige	Blanc / Beige
Point de fusion (°C)	>1330	>1330
Densité (kg/m ³)	360	270
Module de rupture (kPa)	>700	>700
Limite d'utilisation (°C)*	1100	1100
Perte au feu	<9.0	<7.0
Conductivité thermique (W/mK)		
Temp. moyenne		
400 °C	0.10	0.07
600 °C	0.12	0.10
800 °C	0.15	0.14
Retrait linéaire permanent (%) après 24 heures		
1100 °C	<4.0	<4.0

*La limite d'utilisation correspond à la température maximale à court terme. La température maximale continue, en particulier pour les panneaux, dépend des conditions de l'application. Pour certaines applications, les limites opérationnelles peuvent être considérablement réduites. En pareil cas, nous vous recommandons de demander conseil au bureau technique Unifrax le plus proche. Propriétés physiques mesurées selon la norme EN1094-1.

DISPONIBILITE

Epaisseur (mm)	110ZK 110LD		Panneaux par palette		Panneaux par palette	
	1000 x 610mm	1250 x 1000mm	1000 x 610mm	1250 x 1000mm	1000 x 610mm	1250 x 1000mm
3	✓		32	704	32	352
5	✓	✓	20	440	20	220
6	✓	✓	16	352	16	176
10	✓	✓	10	220	10	110
12	✓	✓	8	176	8	88
15	✓	✓	6	132	6	66
18	✓	✓	5	110	5	55
20	✓	✓	5	110	5	55
25	✓	✓	4	88	4	44
30	✓	✓	3	68	3	34
40	✓	✓	2	44	2	22
50	✓	✓	2	44	2	22

Autres épaisseurs/dimensions disponibles sur demande, sous réserve de quantités minimum.

INFORMATIONS SECURITE

Une Fiche de Données de Sécurité est disponible. Elle décrit les propriétés de ce produit en lien avec la santé, la sécurité et l'environnement. Elle précise les risques potentiels et indique les précautions de manipulation ainsi que les procédures d'urgence. Lire attentivement cette fiche avant tout stockage, manipulation ou utilisation de ce produit.

Distribue par:

Refratex 5 mm



TECHNICAL DATA SHEET REFRALEX

INSULATING MATERIALS TO HIGH TEMPERATURE

Réf : 13150

General Characteristics

- Width (mm) : 1200
- Thickness (mm) : 4-6
- Weight (gr/m²) : 1800
- Length off roll (m) : 25 or 30
- Density : 250 à 300 kg / m³

Thermal Conductivity Data

- Thermal conductivity (W / mK) :
 - Mean Temp 400° C : 0,08
 - Mean Temp 600° C : 0,12
- Maximum rec. Operating Temp : 1100° C

Information on the components

-Needled mats :

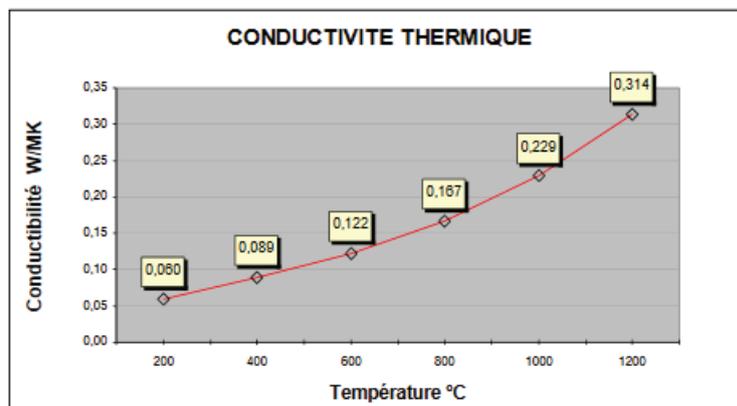
Components (% weight / fibre) :

SiO ₂	61-67
CaO	27-33
MgO	2,5-6,5
Al ₂ O ₃	< 1,0
Fe ₂ O ₃	< 0,6

- Glass fabric :Components : E glass 290gr/m²

Warp : ET 136 / 10 yarn/cm
Weft : ET 136 / 10 yarn/cm

Weave : Plain



Refratex 10 mm



CARACTERISATION PRODUIT Sulitec® Silica

COMPLEXE ISOLANT HAUTE TEMPERATURE

Réf : 5209.26

Caractéristiques générales

- Largeur (mm) : 900 et 1200
- Epaisseur (mm) : 10 à 12
- Poids (gr/m²) : 3000
- Longueur des rouleaux (ml) : 15
- Densité : 150-160 kg / m³

Caractéristiques thermiques

- Valeur de conductivité (W/mK) :
 - Temp. Moyenne 400° C : 0,07
 - Temp. Moyenne 600° C : 0,12
- Température maximale d'utilisation : 1100° C
- Diamètre des fibres : > 6 - 9 µm

Composition du produit

-Nappe aigilletée :

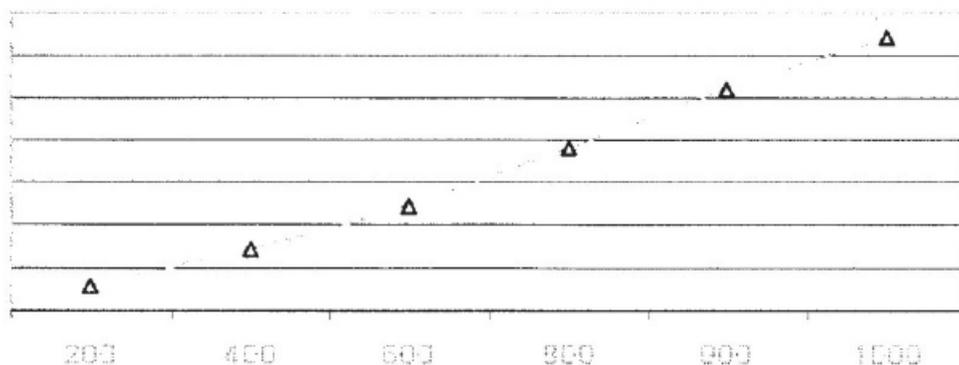
Composition (% poids / fibre) :

SiO ₂	95 %
Al ₂ O ₃	4 %
Autre	1 %

Tissu de silice : épaisseur 0.7mm**1 tissu sur chaque face**Composition : SiO₂>94%

Chaîne : 26 x 8 / 19 fils/cm

Trame : 26 x 8 / 13 fils/cm

Heat conductivity data (specimen raw DIN 51046 densité de 150-160kg/m³)

LISTE DES FIGURES

<i>Figure I-1 : Quelques exemples de structures (a) composites souples (b) composites rigides à matrice polymère (c) TRC</i>	3
<i>Figure I-2 : Renforcement par matériaux composites</i>	4
<i>Figure I-1 : Principales technologies de textiles utilisées</i>	11
<i>Figure I-2 : Courbe du comportement typique en traction : (1) de la matrice cimentaire, (2) du composite TRC et (3) du renfort textile</i>	13
<i>Figure I-3 : Courbes contrainte-déformation et espacement des fissures-déformation (Mobasher, et al., 2006)</i> 14	
<i>Figure I-4 : Influence de la nature de la matrice sur le comportement en traction du TRC (a) de la phase élastique, (b) de la phase post-fissuration (Contamine, 2011)</i>	15
<i>Figure I-5 : Influence de la nature des fibres (a) Aramide, Verre-AR, HDPE et PP, (b) hybrides (Peled, et al., 2008)</i>	16
<i>Figure I-6 : Essai de traction directe selon les renforts textiles testés (Si Larbi, et al., 2013)</i>	17
<i>Figure I-7 : Comportement en traction de composite où seul le nombre de filament par fils varie (Hegger, et al., 2005)</i>	18
<i>Figure I-8 : Direction du textile tricoté et comportement du composite TRC (Hegger, et al., 2005)</i>	18
<i>Figure I-9 : Effet du taux de renfort sur le comportement du TRC (a) (Rambo, et al., 2015) (b) (Colombo, et al., 2013)</i>	19
<i>Figure I-10 : Influence du taux de renfort sur la capacité de chargement (Hegger, et al., 2005)</i>	20
<i>Figure I-11 : Relations contrainte-déformation du TRC renforcées par 2 couches de fibres et 6 couches de fibres dans un essai de traction (Kong, et al., 2017)</i>	20
<i>Figure I-12 : Comportement effort-glissement du textile dans un mortier (a) (Dilthey, et al., 2006), (b) (Kruger, 2004)</i>	21
<i>Figure I-13 : Contrainte-déformation (a) des fils (Raupach, et al., 2006), (b) du TRC (Hegger, et al., 2005)</i>	22
<i>Figure I-14 : Comportement de 3 TRC ayant le textile pré-imprégné; REF (sans modification), EPX (organique), and MSL (minérale), (a) Contrainte-déformation (b) Espacement des fissures (ACS)-déformation (Dvorkin & Peled, 2016)</i>	23
<i>Figure I-15 : Rupture du composite à fibres imprégnés d'époxy (EPX) (Dvorkin & Peled, 2016)</i>	23
<i>Figure I-16 : Influence des conditions de conservation sur le comportement en traction du composite (Mobasher, et al., 2005)</i>	25
<i>Figure I-17 : Propriétés mécaniques du composite ayant une cure régulière ou accélérée (Dvorkin & Peled, 2016)</i>	25
<i>Figure I-18 : Conditions de conservation et comportement en traction du composite (Colombo, et al., 2013)</i>	26
<i>Figure I-19 : Performance mécanique du TRC sous l'effet de différents environnements de cure CC : témoin, AK : alcalin, SW : salin, DW : eau distillée, HA : acide HCl et FT : cycles de congélation-décongélation (Nobili & Signorini, 2017)</i>	26
<i>Figure II-1 : Développement d'un incendie</i>	29
<i>Figure II-2 : Courbe température/temps normalisé (ISO_834-10, 2014)</i>	30
<i>Figure II-3 : Analyse thermique d'une matrice à base de ciment Portland (Silva, et al., 2014)</i>	31
<i>Figure II-4 : Analyse thermique du ciment réfractaire (Rambo, et al., 2016)</i>	31
<i>Figure II-5 : Evolution du coefficient de dilatation thermique apparent de la pâte de ciment et des granulats en fonction de la température (Al Nahhas, 2004)</i>	32
<i>Figure II-6 : Courbes dilatométriques du béton et de la matrice (Simonn, 2000)</i>	32
<i>Figure II-7 : Influence de la vitesse de chauffage sur les déformations thermiques de la pâte de ciment (Hager, 2004)</i>	33
<i>Figure II-8 : Evolution avec la température de la dilatation longitudinale de différents types de a : roches, b : calcaire et d : basalte (Khoury & Sullivan, 1985)</i>	34
<i>Figure II-9 : Déformation thermique des bétons avec différents types de granulat 1 : silicieux, 2 : grès, 3 : calcaire, 4 : basaltes, 5 : argiles expansées, 6 : pâte du ciment (Piasta, 1984)</i>	34

Figure II-10 : Déformation thermique des bétons de granulats silico-calcaire et calcaire (Hager, 2004)	34
Figure II-11 : Comparaison des déformations résiduelles du béton après un cycle de l'échauffement-refroidissement (Hager, 2004)	35
Figure II-12 : Conductivité thermique en fonction de la masse volumique et de la teneur en eau des bétons (Mindess, et al., 2003).....	35
Figure II-13 : Evolution de la conductivité thermique mesurée sur différents types de béton en fonction de la température étudiée par (a) (Collet, 1977) (b) (Al Najim, 2004).....	36
Figure II-14 : Évolution de la porosité relative des BO et BHP (Pliya, 2010).....	37
Figure II-15 : Evolution comparée de la porosité des bétons (a) de fibres de polypropylène et (b) de fibres métalliques (Pliya, 2010).....	37
Figure II-16: Perte de masse du béton et de la matrice (Simonn, 2000)	38
Figure II-17 : Perte de masse des bétons étudiés durant l'échauffement. Béton ordinaire : M30C, BHP : M75C-M100C-M75SC et BHP fibrés : M100C (Hager, 2004)	38
Figure II-18 : Différents résultats de résistance à la traction du béton	39
Figure II-19 : Résistances résiduelles en traction en fonction de la température de chauffage (Kanéma, 2007) .	39
Figure II-20 : Evolution de la résistance en traction du béton testé à chaud par traction directe (Hager, 2004) .	40
Figure II-21 : Evolution du module d'élasticité (Bamonte & Felicetti, 2007).....	41
Figure II-22 : Evolution de la résistance des fibres nues (Bisby, et al., 2005)	42
Figure II-23 : Evolution du module d'Young au cours du traitement thermique jusqu'à 750°C des fibres de verre (Soro, 2005).....	43
Figure II-24 : Répartition des pores dans un BFUP et dans deux BHP (Carcasses, 2011)	43
Figure II-25 : Courbes typiques de résistance en traction directe des différents bétons.....	44
Figure II-26 : Evolution du comportement en traction directe d'un BFUP pour différentes températures (Chefdebien & Robert, 2008).....	44
Figure II-27 : Evolution en fonction de la température de la résistance en traction directe d'un BFUHP (Behloul, et al., 2002).....	45
Figure II-28 : Evolution avec la température de la résistance en traction (Missemer, 2012).....	45
Figure II-29 : Propriétés mécaniques relatives des bétons à 300°C et 600°C (a) Résistance résiduelle (b) Module d'élasticité (Pliya, et al., 2011).....	46
Figure II-30 : Influence de la température sur le comportement à la traction des TRC (a) Ciment Portland / Verre AR (Colombo, et al., 2011), (b) Ciment alumineux / Basalte (Rambo, et al., 2015)	47
Figure II-31 : Espacement des fissures aux différentes températures des TRC (a) Ciment Portland / Verre AR (Colombo, et al., 2011), (b) Ciment alumineux / Basalte (Rambo, et al., 2015).....	48
Figure II-32 : Influence de la température sur le comportement thermomécanique à la traction des composites TRC (a) CSM : renfort Mat AR, (b) GRI : renfort Mat AR et Grille verre AR (Nguyen, et al., 2016).....	49
Figure II-33 : Effet de la vitesse de chargement thermique sur le comportement de TRC (a) Résistance, (b) mode de fissuration (Ehlig, et al., 2010).....	50
Figure II-34 : Résistance du filament de carbone revêtu de polymère (a) contrainte, (b) module d'Young (Younes, et al., 2013)	51
Figure II-35 : Influence de la température sur l'arrachement des filaments de carbone d'une matrice cimentaire (a) fibres non imprégnés, (b) fibres imprégnés (Silva, et al., 2014).....	51
Figure II-36 : Analyse microstructurale de la fibre de carbone et de son interface avec la matrice (a) fibre non imprégné à 150 °C, (b) fibre imprégné a : 25°C, b : 150°C, c : 200°C et d : 400°C (Silva, et al., 2014).....	52
Figure II-37 : Effet de la température sur la résistance de la matrice (Xu, et al., 2016).....	53
Figure II-38 : Relation charge déviation pour les TRC à matrice alumineuse CAC et à matrice ciment Portland OPC à : (a) température ambiante, (b) 200°C, (c) 400°C, (d) 600°C et (e) 800°C (Xu, et al., 2016)	54
Figure II-39 : Effet de la durée d'exposition à une température sur le comportement thermomécanique d'un TRC ; (a) (Nguyen, et al., 2016), (b) (Rambo, et al., 2015)	55
Figure II-40 : Comportement d'un TRC avec et sans fibres courtes (a) physique, (b) mécanique	56

Figure II-41 : Influence de la température sur le comportement thermomécanique à la traction des composites TRC (a) Contrainte ultime, (b) Module d'élasticité initiale $E_{1\text{équiv}}$ (Homoro, 2016).....	56
Figure III-1 : Résultats obtenus sur des éprouvettes ayant deux largeurs différentes	64
Figure III-2 : Découpage des éléments d'une plaque de composite	64
Figure III-3 : Illustration d'une éprouvette TRC	65
Figure III-4 : Machine Zwick 20kN-four 1200 °C.....	66
Figure III-5 : Détails des mors rotulés.....	66
Figure III-6 : (a) Four de la machine thermomécanique « Zwick 20 kN-1200 °C»; (b) : Schémas du four.....	66
Figure III-7 : Mesure de la déformation par le capteur laser sur la surface latérale de l'éprouvette.....	68
Figure III-8 : Mesure de la déformation d'une éprouvette d'aluminium par laser et par jauges de déformation; (a) Procédure de mesure, (b) Résultats de mesure.....	68
Figure III-9 : Mesure de la déformation par le capteur laser, LVDT et par corrélation d'images sur une éprouvette de TRC ; (a) Dispositifs de mesure, (b) Résultats de mesure.....	69
Figure III-10 : Mesure de la déformation par le capteur laser et par jauges de déformation sur une éprouvette de TRC à 120°C; (a) Schémas de mesure, (b) Résultats de mesure	70
Figure III-11 : L'éprouvette TRC (a) avant et (b) après l'application de mouchetis	71
Figure III-12 : Montage de la corrélation d'image	71
Figure III-13 : Champ de déplacement de la zone étudié	71
Figure III-14 : (a) Courbes du déplacement longitudinal pour différents niveaux de charge ; (b) mesure de l'espacement et ouverture des fissures le long de la zone étudiée pour une charge donnée	72
Figure III-15 : Régime thermomécanique à température constante (TMTC)	73
Figure III-16 : Régime Thermomécanique Résiduel (TMR)	73
Figure III-17 : Régime thermomécanique à force constante (TMFC).....	74
Figure III-18 : Identification des paramètres caractéristiques du composite aux différentes températures	74
Figure III-19 : Schéma explicatif des sections utilisées pour les calculs de contraintes et modules.	76
Figure IV-1 : Caractérisation du mortier à l'état frais ; (a) Mesure de l'étalement du mortier frais à la table secousse, (b) Mesure de la pénétrabilité à l'aide du plongeur, (c) Contrôle du volume d'air entraîné.....	78
Figure IV-2 : Caractérisation du mortier à l'état durci : (a) essai de flexion 3 points caractérisant la résistance en traction du mortier ; (b) essai caractérisant la résistance en compression du mortier.....	78
Figure IV-3 : Grille de verre alkali-résistant (AR)	79
Figure IV-4. Illustration de la mise en œuvre d'une plaque de composite ; (a) moulage au contact ; (b) La plaque du composite comportant 3 couches de textile ; (c) cure du composite sous un film plastique (polyane) dans l'air ambiant au laboratoire.	80
Figure IV-5 : Comportement thermomécanique à température constante (TMTC) et comportement thermomécanique résiduel TMR du composite 3G.AR à (a) 25°C, (b) 75°C, (c) 150°C, (d) 300°C, (e) 400°C et (f) 600°C.....	82
Figure IV-6 : Evolution de la contrainte σ_1 correspondante à l'apparition des fissures pour les régimes TMTC et TMR.....	84
Figure IV-7: Evolution de la rigidité E_{c1} correspondante à la 1 ^{ère} phase du comportement pour les régimes TMTC et TMR.....	84
Figure IV-8 : Evolution de (a) contrainte ultime σ_{UTS} , (b) rigidité E_{c3} de la 3 ^{ème} phase du comportement, (c) de la déformation ultime ε_{UTS} ; de 3G.AR pour les régimes TMTC et TMR.....	85
Figure IV-9 : Mode de rupture de 3G.AR dans les deux régimes (a) thermomécanique à température constante (TMTC) et (b) thermomécanique résiduel (TMR).....	86
Figure IV-10: Ouverture de fissure de chaque éprouvette (préalablement chauffée-refroidie) en fonction de la charge mécanique et de la température.....	87
Figure IV-11 : Contrainte de composite 3G.AR (préchauffé-refroidi) correspondante à l'apparition des fissures σ_1 et à la rupture σ_{UTS} en fonction de la température	87
Figure IV-12 : Ouverture de fissure maximale et la distance entre les fissures en fonction de la température pour le composite 3G.AR (préchauffé-refroidi).....	87

Figure IV-13 : Comportement de 3G.AR soumis au régime thermomécanique à température constante (TMTC)	89
Figure IV-14 : Comportement de 3G.AR.Feu soumis au régime thermomécanique à température constante (TMTC)	89
Figure IV-15 : Evolution de la contrainte ultime σ_{UTS} de 3G.AR et 3G.AR.Feu en fonction de la température	90
Figure IV-16 : Evolution de la rigidité E_{c3} de 3G.AR et 3G.AR.Feu en fonction de la température	90
Figure IV-17 : Résultats du régime thermomécanique à force constante (TMFC) de 3G.AR et 3G.AR.Feu	91
Figure IV-18 : Comparaison entre les régimes TMTC et TMFC	92
Figure V-1 : Mélange du liant phosphatique (SULITEC)	94
Figure V-2 : Géométries des renforts textile (a) Tissus Unidirectionnels (UD); (b) Tissus en crochet	94
Figure V-3 : Elaboration du composite matrice phosphatique/Verre E (SULITEC)	95
Figure V-4 : Comportement en traction uniaxiale directe de MP-UD et MP-Crochet à 25 °C	97
Figure V-5 : Comportement en traction uniaxiale directe à 25°C de MP-UD, MP-Crochet (sans pré-imprégnation) et MP-UD,PI, MP-Crochet,PI (avec pré-imprégnation)	97
Figure V-6 : Contrainte axiale en fonction de l'ouverture de fissure des composites : MP-UD; MP-UD,PI ; MP-Crochet ; MP-Crochet,PI	98
Figure V-7 : Mode de rupture de (a) MP-UD et (b) MP-UD,PI	98
Figure V-8 : Mode de rupture de (a) MP-Crochet et (b) MP-Crochet,PI	98
Figure V-9 : Comparaison des contraintes σ_1 et σ_{UTS} de chaque TRC par rapport au taux de renfort V_f	99
Figure V-10 : Comportement en traction aux différentes températures des composites (a) MP-UD et (b) MP-UD,PI	100
Figure V-11 : Evolution des propriétés mécaniques de la troisième phase du comportement des TRC en fonction de la température (a) la contrainte ultime σ_{UTS} et (b) le module E_{c3}	101
Figure V-12 : Evolution de la déformation ϵ_{UTS} en fonction de la température	101
Figure V-13 : Fibre de Mat AR	103
Figure V-14 : Essais de traction de la grille de carbone 2*6K	105
Figure V-15 : Rupture de la grille de carbone 2*6K	105
Figure V-16 : Comportement à 25°C des composites de la série 1 (sans Mat AR)	106
Figure V-17 : Rupture des composites de la série 1 testés en traction uniaxiale à 25°C :(a) M0-2*6K, (b) MV-2*6K et (c) MA-2*6K	107
Figure V-18 : Comportement à 25 °C des composites MV,MatAR-2.(2*6K) et MV,MatAR-2.(2*6K) de la série 2 (avec Mat AR)	108
Figure V-19. Contrainte axiale-ouverture de fissure de MA,MatAR-2.6K et MV,MatAR-2.6K	109
Figure V-20. Comportement des composites aux différentes températures (a) MV,MatAR-2.(2*6K) et (b) MA,MatAR-2. (2*6K)	111
Figure V-21. Comparaison de (a) E_{c1} , (b) E_{c3} , (c) σ_{UTS} et (d) ϵ_{UTS} de MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K) en fonction de la température	111
Figure V-22. Mode de rupture de MV,MatAR-2.(2*6K) et MA,MatAR-2.(2*6K) aux différentes températures	113
Figure V-23 : Caractéristiques de la grille de carbone 12K	113
Figure V-24 : La rupture de la grille carbone 12K	114
Figure V-25. Comportement des TRC de la génération 2 (MA,MatAR-2.12K-H et MA,MatAR-2.12K-S)	115
Figure V-26. Contrainte axiale en fonction de l'ouverture de fissure.	116
Figure V-27 : Comparaison de σ_1 et de σ_{UTS} en fonction de V_f	116
Figure V-28. Mode de rupture des éprouvettes de composite MA,MatAR-2.12K-H	117
Figure V-29. Modes de rupture des éprouvettes de composite MA,MatAR-2.12K-S	117
Figure V-30 : Ancrage des grilles de carbone 12K dans la matrice	117
Figure V-31 : Effet de l'augmentation de la longueur d'ancrage sur le comportement du composite	118
Figure V-32 : Rupture du composite MA,MatAR-2.12K-X	118
Figure V-33. Comportement thermomécanique de MA,MatAR-2.12K-X aux différents niveaux de température (25°C, 120°C, 200°C, 400°C, 600°C)	119

Figure V-34. Mode de rupture de MA,MatAR-2.12K-X aux différents niveaux de température (120 °C, 200 °C, 400 °C, 600 °C).....	119
Figure V-35 : Distribution granulométrique du MortierA.....	120
Figure V-36 : Moulage au sac (SULITEC)	121
Figure V-37 : Comparaison de σ_1 et σ_{UTS} des composites ayant différent E/C et % fluidifiant	122
Figure V-38: Contrainte-Ouverture de fissure	122
Figure V-39 : Mode de rupture des composites.....	123
Figure V-40 : Comportement thermomécanique du composite MortierA,PP-2.12K 0.375/3.....	124
Figure V-41 : Rupture aux différentes températures du composite MortierA,PP-2.12K 0,375/3.....	125
Figure V-42 : Résultats du MortierA,PP-2.12K 0,375/3 en régime TMFC	126
Figure V-43 : Zone de rupture après le chargement thermique	126
Figure V-44: Comparaison des régimes TMTC et TMFC	127
Figure V-45 : Evolution de σ_{UTS}/V_f en fonction de la température.....	128
Figure V-46 : Evolution de E_{c3}/V_f en fonction de la température.....	128
Figure V-47 : Evolution de σ_{UTS} nette en fonction de la température.....	128
Figure V-48 : Evolution de E_{c3} nette en fonction de la température.....	128
Figure VI-1 : Tomographe GE Phoenix v tome xs.....	132
Figure VI-2 : Le volume observé par le tomographe	132
Figure VI-3 : Schéma de l'exploitation par Image J d'une image afin d'avoir accès à la porosité interne du matériau.....	132
Figure VI-4 : Diffractogramme ou spectre DRX pour un élément.....	133
Figure VI-5 : Exemple d'un spectre IRTF	134
Figure VI-6 : Montage d'essai ATG-DSC	134
Figure VI-7 : Creuset en alumine et en aluminium pour l'ATG-DSC.....	135
Figure VI-8: Montage TMA.....	135
Figure VI-9 : Observations au tomographe de 3G.AR	137
Figure VI-10 : Observation au tomographe de 3G.AR.Feu	138
Figure VI-11: DRX du mortier normal aux états anhydre et hydraté.....	139
Figure VI-12 : Spectrogramme du mortier Normal aux états anhydre et hydraté	139
Figure VI-13 : DRX du mortier Feu aux états anhydre et hydraté.....	139
Figure VI-14 : Spectrogramme du mortier Feu aux états anhydre et hydraté	140
Figure VI-15 : Analyse ATG-DSC du (a) et (b) mortier Normal, (c) et (d) mortier Feu.....	141
Figure VI-16 : Analyse ATG-DSC après préchauffement des échantillons aux différentes températures 25°C, 75°C, 150°C et 300°C du (a) et (b) mortier normal, (c) et (d) mortier Feu	142
Figure VI-17 : Evolution dilatométrique de 3G.AR et 3G.AR.Feu.....	143
Figure VI-18 : Observation au tomographe des composites à fibre de verre E unidirectionnel (Verre E-UD)	144
Figure VI-19 : Observation au tomographe de MP-UD à (a) 25 °C et (b) après un pré-échauffement à 200 °C..	145
Figure VI-20 : Observation au tomographe de MP-UD,PI (a) à 25 °C et (b) après un pré-échauffement à 200 °C	145
Figure VI-21 : Porosité des composites MP-UD et MP-UD,PI à 25°C et après un pré-échauffement à 200°C.....	146
Figure VI-22 : Variation de l'épaisseur des échantillons de MP-UD et MP-UD,PI en fonction de la température.....	147
Figure VI-23 : DRX du liant phosphatique	148
Figure VI-24 : ATG-DSC du liant phosphatique.....	148
Figure VI-25 : DRX de la matrice alumineuse sans charge M0.....	149
Figure VI-26 : ATG-DSC réalisée sur des échantillons hydratés des matrices M0, MV et MA ; (1) déshydratation de CAH_{10} ; (2) déshydratation de C_2AH_8 ; (3) déshydratation de AH_3 ; (4) décomposition d'une phase liée au verre micronique	150
Figure VI-27 : Evolution dilatométrique des matrices M0, MV et MA.....	150
Figure VI-28 : Observation des composites (a) MA,MatAR-2.12K et (b) MortierA,PP-2.12K au tomographe	152

Figure VI-29 : Analyse ATG-DSC des matrices MA et MortierA ; (1) : déshydratation de CAH_{10} ; (2) la décomposition de C_2AH_8 ; (3) déshydratation d' AH_3 et C_3AH_6	152
Figure VI-30 : Evolution dilatométrique des matrices MA et MortierA	153
Figure VI-31 : Evolution de la masse volumique ρ et de la chaleur massique C_p en fonction de la température	154
Figure VI-32 : Evolution de la diffusivité thermique des deux composites MA, MatAR-2.12K et MortierA, PP-2.12K en fonction de la température	154
Figure VI-33 : Evolution de la conductivité thermique des deux composites MA, MatAR-2.12K et MortierA, PP-2.12K en fonction de la température	154
Figure VII-1: La variation de la température en fonction du temps du composite protégé par Refratex (SULITEC)	158
Figure VII-2 : La variation de la température en fonction du temps du composite protégé par Refratex + Insulfrax (SULITEC)	158
Figure VII-3 : Résistances résiduelles réelles et nettes des composites cuits au four/refroidis	159
Figure VII-4 : Modes de rupture des composites cuits au four sous isolant	160
Figure VII-5 : Composite recouvert de Refratex (SULITEC)	162
Figure VII-6: Composite recouvert d'Insulfrax (SULITEC)	162
Figure VII-7 : Montage de la plaque du composite en porte de four (SULITEC)	162
Figure VII-8 : Evolution de la température du TRC sans bouclier thermique (SULITEC)	163
Figure VII-9 : Evolution de la température du TRC- Refratex (SULITEC)	163
Figure VII-10 : Evolution de la température du TRC-Insulfrax (SULITEC)	164
Figure VII-11: Résistances résiduelles réelles et nettes des composites mis comme porte de four	165
Figure VII-12: Rupture du TRC	165
Figure VII-13: Rupture du TRC-Refratex	166
Figure VII-14: Rupture du TRC-Insulfrax	166
Figure VII-15: Résistance résiduelle σ_{nette} des TRC avec différentes épaisseurs de bouclier thermique en fonction de la température	167
Figure VII-16: Comparaison des TRC avec et sans isolants thermiques	168
Figure VII-17 : Rupture des TRC isolés déjà cuits aux différentes températures	169

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I-1 : Caractéristiques techniques des fils de fibre	11
Tableau II-1 : Valeurs des températures en fonction du temps pour la courbe normalisée ISO 834 (ISO_834-10, 2014)	30
Tableau III-1 : Vitesse du chargement thermique pour chaque niveau de température.....	67
Tableau IV-1 : Propriétés du mortier normal et du mortier feu à l'état frais et à l'état durci après 28 jours	77
Tableau IV-2 : Propriétés physiques et mécaniques d'un seul filament de fibre de verre AR.....	79
Tableau IV-3 : Propriétés mécaniques de la grille de verre AR.....	79
Tableau IV-4 : Essais effectués sur le composite 3G.AR ; e, l, L : épaisseur, largeur, longueur d'éprouvette.....	81
Tableau IV-5 : Température finale atteinte à la rupture de 3G.AR et 3G.AR.Feu.....	91
Tableau V-1 : Caractéristiques des tissus de renfort étudiés (SULITEC)	94
Tableau V-2 : Caractéristiques des éprouvettes.....	96
Tableau V-3 : Propriétés mécaniques du MP-UD et du MP-UD,PI, MP-Crochet et MP-Crochet,PI à température ambiante.....	99
Tableau V-4 : Essais effectués sur MP-UD et MP-UD,PI à différentes températures	100
Tableau V-5 : Propriétés mécaniques de MP-UD et MP-UD,PI aux différentes températures.....	102
Tableau V-6 : Propriétés physico-mécaniques du Mat AR.....	103
Tableau V-7 : Caractéristiques de la grille de carbone 2*6K ; (*) le nombre de filaments de carbone dans deux fils de carbone superposés et collés, chaque fils contient 6000 filaments	104
Tableau V-8 : Composites ciment alumineux - carbone (2*6K) testés	106
Tableau V-9 : Propriétés mécaniques des composites de la série 1	107
Tableau V-10: Propriétés mécaniques des composites MV,MatAR-6K et MA,MatAR-6K de la série 2.....	108
Tableau V-11 : Coefficient d'efficacité de la grille de carbone dans le composite.....	109
Tableau V-12 : Composites testés en température	110
Tableau V-13 : Caractéristiques de la grille de carbone 12K (SULITEC).....	113
Tableau V-14 : Composites de la série MA,MatAR-2.12K testés.....	114
Tableau V-15 : Paramètres caractéristiques à 25°C.....	115
Tableau V-16 : Taux de contrainte τ représentant le travail des grilles de carbone dans les composites	117
Tableau V-17 : Comparaison du taux de contrainte τ représentant le travail du textile dans le composite et de la porosité de la matrice des composites.....	121
Tableau V-18 : Modifications de la formulation de la matrice du composite MortierA-2.12K	122
Tableau V-19 : Eprouvettes MortierA,PP-2.12K 0.375/3 testées en régime TMTC	123
Tableau V-20 : Les propriétés thermomécanique du MortierA,PP-2.12K 0.375/3	124
Tableau V-21 : Température de rupture du MortierA,PP-2.12K 0,375/3 aux différents niveaux de chargement mécanique.....	126
Tableau VI-1 : Evolution de la porosité de 3G.AR et 3G.AR.Feu en fonction de la température	138
Tableau VI-2 : Résumé des différentes réactions chimiques possibles.....	149
Tableau VII-1: Plaques des composites cuites au four	157
Tableau VII-2 : Résistances maximales réelle et nette des composites.....	159
Tableau VII-3 : Composites avec les boucliers thermiques effectués	161
Tableau VII-4 : Température maximale atteinte sur la face extérieure du TRC	164
Tableau VII-5 : Résistances maximales réelle et nette des composites avec et sans isolant thermique	165
Tableau VII-6: Evolution de la température en fonction du temps	166
Tableau VII-7: Résistances maximales réelle et nette des composites avec différentes épaisseurs d'isolant thermique.....	167
