



**HAL**  
open science

**Contribution à la caractérisation multi-échelle de composites textile mortier à inertie thermique renforcée par des matériaux à changement de phase (composite MCP-TRC) : application au bâtiment**

Zakaria Ilyes Djamaï

► **To cite this version:**

Zakaria Ilyes Djamaï. Contribution à la caractérisation multi-échelle de composites textile mortier à inertie thermique renforcée par des matériaux à changement de phase (composite MCP-TRC) : application au bâtiment. Autre. Université de Lyon, 2018. Français. NNT : 2018LYSEE006 . tel-02493510

**HAL Id: tel-02493510**

**<https://theses.hal.science/tel-02493510>**

Submitted on 27 Feb 2020

**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 : 2018LYSEE006

**THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON**  
Opérée conjointement  
**au sein de l'Ecole centrale de Lyon**  
**et de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne**

**Ecole Doctorale N° 488**  
**Science Ingénierie Santé**

**Spécialité**  
Mécanique et Ingénierie

Soutenue publiquement le 13/12/2018, par :  
**Zakaria Ilyes Djamai**

---

Contribution à la caractérisation multi-échelle de composites textile mortier à inertie thermique renforcée par des matériaux à changement de phase (composite MCP-TRC) : application au bâtiment

---

Devant le jury composé de :

M.Arnaud Perrot /Maitre de conférence (HDR) Université de Bretagne sud	Rapporteur
M.Jan Wastiels / Professeur des universités, Université de Bruxelles (VUB)	Rapporteur
MME.Evelyne Toussaint /Professeur des universités Université de Clermont	Examinatrice
MME.Sylvie Yotte/ Professeur des universités Université de Limoge	Examinatrice
M.Amir Si Larbi/Professeur des universités ENISE Saint Etienne	Directeur de thèse
M.Ferdinando Salvatore/Maitre de conférence ENISE Saint Etienne	Co-encadrant de thèse
M.Mohamed El Mankibi/Directeur de recherche ENTPE	Co-encadrant de thèse

**Spécialités doctorales :**  
 MECANIQUE ET INGENIERIE  
 GENIE DES PROCÉDES  
 SCIENCES DE LA TERRE  
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT  
 SCIENCE ET GENIE DES MATERIAUX  
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES INFORMATIQUE  
 IMAGE, VISION, SIGNAL

**Responsables :**  
 K.Wolski Directeur de recherche  
 S.Drapier Professeur  
 F.Gruy Maître de recherche  
 B.Guy Directeur de recherche  
 D.Graillot Directeur de recherche  
 O.Roustant Maître-assistant  
 O.Boissier Professeur

**Mines Saint-Etienne : Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'Etat ou d'une HDR)**

AVRIL	Stéphane	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	PR2	Sciences et génie de l'environn	FAYOL
BENABEN	Patrick	PR1	Sciences et génie des matéria	CMP
BERNACHE-ASSOLLAN	Didier	PR0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean Pierre	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaid	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR1	Informatique	FAYOL
BORBELY	Andras	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environn	SMS
BOUCHER	Xavier	PR2	Génie Industriel	FAYOL
BRODHAG	Christian	DR	Sciences et génie de l'environn	FAYOL
BURLAT	Patrick	PR2	Génie Industriel	FAYOL
COURNIL	Michel	PR0	Génie des Procédés	DIR
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences et génie des matéria	SMS
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR1	Génie Industriel	CMP
DEBAYLE	Johan	CR	Image Vision Signal	CIS
DELAFOSSE	David	PR1	Sciences et génie des matéria	SMS
DESTRAYAUD	Christophe	PR2	Mécanique et ingénierie	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR0	Génie Industriel	FAYOL
DRAPIER	Sylvain	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
FEILLET	Dominique	PR2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR1	Sciences et génie des matéria	CIS
FORMISYN	Pascal	PR0	Sciences et génie de l'environn	DIR
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences et génie des matéria	SMS
GARCIA	Daniel	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
GERINGER	Jean	MA(MDC)	Sciences et génie des matéria	CIS
GIRARDOT	Jean-jacques	MR(DR2)	Informatique	FAYOL
GOEURIOT	Dominique	DR	Sciences et génie des matéria	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences et génie de l'environn	SPIN
GROSSEAU	Philippe	DR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	PR1	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	DR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HAN	Woo-Suck	CR	Mécanique et ingénierie	SMS
HERRI	Jean Michel	PR1	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR2	Microélectronique	CMP
KERMOUCHE	Guillaume	PR2	Mécanique et Ingénierie	SMS
KLOCKER	Helmut	DR	Sciences et génie des matéria	SMS
LAFOREST	Valérie	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environn	FAYOL
LERICHE	Rodolphe	CR	Mécanique et ingénierie	FAYOL
MALLIARAS	Georges	PR1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
MONTHEILLET	Franck	DR	Sciences et génie des matéria	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR2	Génie des Procédés	DFG
PIJOLAT	Christophe	PR0	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean Charles	PR0	Image Vision Signal	CIS
POURCHEZ	Jérémy	CR	Génie des Procédés	CIS
ROUSTANT	Olivier	MA(MDC)		FAYOL
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences et génie des matéria	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environn	CMP
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA(MDC)	Sciences et génie des matéria	SMS
VIRICELLE	Jean Paul	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
<b>ENISE : Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'Etat ou d'une HDR)</b>				
BERGHEAU	Jean-Michel	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
BERTRAND	Philippe	PU	Génie des procédés	ENISE
DUBUJET	Philippe	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
FEULVARCH	Eric	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
FORTUNIER	Roland	PR	Sciences et Génie des matéria	ENISE
HAMDI	Hédi	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
LYONNET	Patrick	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
RECH	Joël	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
SI LARBI	Amir	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
SMUROV	Igor	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
TOSCANO	Rosario	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE

# *Résumé*

Le secteur du bâtiment recèle un fort potentiel d'amélioration en termes de performances thermiques et atténuation de l'empreinte écologique. Une bonne conception de l'enveloppe ainsi que de la structure du bâtiment s'intègre pleinement dans ces objectifs et permet de contribuer efficacement à la réduction des consommations énergétiques. Cela s'accompagne d'un choix pertinent des matériaux et systèmes constructifs composant l'enveloppe ainsi que la structure du bâti.

Le travail de recherche présenté au cours de cette thèse s'inscrit pleinement dans ce contexte et vise le développement d'un composite innovant issu de l'association d'une matrice cimentaire modifiée par l'ajout de matériaux à changement de phase (MCP) et d'un renfort textile, le composite résultant sera communément nommé 'MCP-TRC'.

Une étude approfondie du comportement mécanique et thermique des composites 'MCP-TRC' a été réalisée. Un intérêt particulier a été porté au cours des travaux présentés à la compréhension des interactions entre MCP et matrice cimentaire ainsi qu'entre matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP et renfort textile. Ces interactions régissent le comportement mécanique et thermique des composites MCP-TRC.

Deux concepts à caractère innovant (dalles légères et panneaux sandwichs en MCP-TRC) intégrant les composites MCP-TRC ont été proposés. Les performances mécaniques et thermiques des deux concepts ont été évaluées. Les résultats obtenus sont prometteurs et permettent de jeter les bases de l'émergence de ce type de composites dans l'industrie du bâtiment.

**Mots Clés:** *matériaux à changement de phase (MCP), composite textile mortier (TRC), MCP-TRC, approche locale, caractérisation mécanique, performance thermique, enveloppe du bâtiment, modélisation EF.*

# *Abstract*

The building sector has a strong potential for improvement in terms of thermal performance and attenuation of the ecological footprint. A good design of the envelope as well as the structure of the building is fully integrated into these objectives and can contribute effectively to the reduction of energy consumption. This is accompanied by a relevant choice of materials and constructive systems composing the envelope and the structure of the building

The research work presented in this thesis is fully integrated in this context and aims at the development of an innovative composite resulting from the association of a modified cementitious matrix by the addition of phase change materials (PCM) and a textile reinforcement, the resulting composite will commonly be called 'MCP-TRC'.

A detailed study of the mechanical and thermal behaviour of the 'PCM-TRC' composite was carried out. A particular interest was brought during the work presented to the understanding of the interactions between PCM and cement matrix and between cement matrix modified by the addition of PCM and textile reinforcement. These interactions govern the mechanical and thermal behaviour of PCM-TRC composites.

Two innovative concepts (lightweight slabs and PCM-TRC sandwich panels) integrating the PCM-TRC composites were proposed. The mechanical and thermal performances of the two concepts were evaluated. The results obtained are very encouraging and promote the emergence of this type of composites in the building industry.

***Key words:*** *phase change materials (PCM), textile reinforced concrete (TRC) PCM-TRC, local approach, mechanical characterization, thermal performance, envelope of the building FE modelling.*

## *Remerciements*

Les travaux de recherche réalisés au cours de cette thèse ont été effectués au sein du laboratoire LTDS de l'ENISE de Saint Etienne en collaboration avec l'ENTPE de Lyon. Cette aventure a été riche en rencontres et expériences. Il m'est donc évident d'exprimer mes sincères remerciements aux personnes qui ont contribué de près ou de loin à la bonne conduite de ces travaux de thèse.

Je tiens tout d'abord à adresser mes plus sincères remerciements et considérations envers Mr Si Larbi Amir, mon directeur de thèse. Sa confiance, sa qualité d'encadrement, sa clairvoyance ainsi que ses conseils scientifiques avisés m'ont permis de mener à termes ces travaux de recherche dans les conditions les plus favorables et dans une ambiance des plus apaisantes et sereines grâce à ses qualités humaines. Pour cela, un grand et sincère 'MERCI'.

Je suis très reconnaissant et tiens vivement à exprimer mes remerciements à mon co-encadrant Salvatore Ferdinando pour sa disponibilité, sa confiance et ses précieux conseils scientifiques tout au long de cette thèse.

J'adresse mes remerciements à Mr Arnaud Perrot, Maître de conférences (HDR) à l'Université de Bretagne Sud et Mr Jan Wastiels Professeur des universités à l'Université de Vrije Bruxelles pour avoir accepté de rapporter et d'évaluer mon travail. Je tiens également à remercier Mme Evelyne Toussaint Professeur des universités à l'Université de Clermont Auvergne et Mme Sylvie Yotte Professeur des universités à l'Université de Limoge d'avoir accepté de juger et d'examiner ce travail.

Un grand merci à tout le personnel de l'ENISE de Saint Etienne pour toute l'aide qu'il m'a apporté pendant ces années de thèse.

Enfin, j'exprime ma profonde gratitude envers ma famille : **Nafissa Najah, Sabah Najah et Ferial Djamai** pour avoir été à mes côtés pendant toutes ces années.



# *Table des matières*

Table des matières .....	7
Liste des figures.....	12
Liste des tableaux .....	19
Nomenclature .....	21
<b>Introduction Générale</b> .....	<b>23</b>
<b>Chapitre I : Etat de l'art</b> .....	<b>31</b>
<b>I-1 Introduction</b> .....	<b>31</b>
<b>I.2 Stockage de chaleur</b> .....	<b>31</b>
I.2.1 Stockage par chaleur sensible .....	31
I.2.2 Stockage par chaleur latente.....	33
<b>I.3 Les matériaux à changement de phase (MCPs)</b> .....	<b>35</b>
I.3.1 classification des matériaux à changement de phase (MCPs).....	35
I.3.1.1 Matériaux à changement de phase inorganiques.....	36
I.3.1.2 Matériaux à changement de phase organiques.....	36
I.3.1.3 Matériaux à changement de phase eutectiques .....	39
I.3.2 Incorporation et conditionnement des MCPs dans les matériaux de construction.....	39
I.3.2.1 Macroencapsulation .....	40
I.3.2.2 Microencapsulation .....	41
I.3.2.3 Incorporation directe .....	42
I.3.2.4 Immersion .....	42
I.3.3 Etat de l'art sur l'intégration des MCPs dans l'enveloppe du bâtiment.....	42
I.3.3.1 Intégration des MCPs dans des plaques isolantes .....	42
I.3.3.2 Intégration des MCPs dans les matériaux de construction.....	45
I.3.3.2.1 intégration des MCPs dans les matériaux non cimentaires .....	45
I.3.3.2.2 Intégration des MCPs dans les matériaux cimentaires .....	48
I.3.4 Effet de l'ajout de MCP sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaire .....	52
<b>I.4 Composites Textile-mortier (TRC), définition, constitution</b> .....	<b>54</b>
I.4.1 Types de matrices cimentaires utilisées dans les composites TRC.....	55
I.4.1.1 Mortier de clinker Portland.....	55
I.4.1.2 Mortiers d'aluminate de calcium.....	56
I.4.1.3 Mortiers chargés de polymère .....	56
I.4.1.4 Matrice phosphatique .....	57
I.4.2 Textile de renfort.....	58



I.4.2.1 Classification en fonction de la nature des filaments .....	59
I.4.2.1.1 Verre E et Verre AR.....	59
I.4.2.1.2 Basalte .....	59
I.4.2.1.3 Aramide.....	59
I.4.2.1.4 Carbone .....	60
I.4.2.1.5 Acier inoxydable .....	60
I.4.2.2 Classification en fonction de la technologie de fabrication et de leurs techniques de mise en œuvre.....	62
I.4.2.2.1 Textiles Tricotés.....	63
I.4.2.2.1.1 Canevas .....	63
I.4.2.2.1.2 Textile tricoté à maille jetée .....	64
I.4.2.2.2 Textile tissé .....	65
I.4.2.2.3 Textile tressé .....	66
I.4.2.2.4 Textile collé.....	67
I.4.3 Procédés de production des TRC .....	68
I.4.3.1 Procédés de mise en œuvre in-situ .....	68
I.4.3.1.1 Technique du moulage au contact.....	68
I.4.3.1.2 Technique de projection In-situ.....	69
I.4.3.2 Procédé de mise en œuvre par préfabrication .....	69
I.4.3.2.1 Pultrusion .....	69
I.4.3.2.2 Pultrusion et Compactage .....	70
I.4.3.2.3 Imprégnation mécanique .....	70
I.4.3.2.4 Pompage et injection .....	71
I.4.4 Mécanique des TRC.....	72
I.4.4.1 Etude à l'échelle de l'interface.....	73
I.4.4.1.1 Etude à l'échelle nanoscopique.....	73
I.4.4.1.2 Etude à l'échelle microscopique .....	74
I.4.4.1.2.1 Adhérence 'matrice/filament' .....	74
I.4.4.1.2.2 Adhérence 'matrice/fil' .....	74
I.4.4.1.3 Etude à l'échelle mésoscopique.....	76
I.4.4.2 Etude à l'échelle du TRC .....	77
I.4.5 Applications récentes en TRC.....	79
<b>I.5 Bilan et axes de recherche (verrous scientifiques) .....</b>	<b>81</b>
<b>I.6 Conclusion .....</b>	<b>82</b>
<i>CHAPITRE II (Echelle de la matrice): Etude de l'effet des MCPs sur l'évolution des propriétés thermomécaniques des matrices cimentaires. ....</i>	<i>85</i>

<b>II-1 Introduction.....</b>	<b>85</b>
<b>II.2 Matériaux et méthodes expérimentales.....</b>	<b>85</b>
II.2.1 Matériaux.....	85
II.2.1.1 MCP microencapsulé.....	85
II.2.1.2 Mortier.....	87
II.2.2 Méthodes expérimentales.....	87
II.2.2.1 Préparation des matrices MCP-mortier.....	87
II.2.2.2 Caractérisation mécanique.....	91
II.2.2.3 Analyse thermogravimétrique.....	93
II.2.2.4 Calorimétrie semi-adiabatique.....	94
II.2.2.5 Analyse tomographique et porosimétrie par intrusion de mercure.....	95
II.2.2.6 Analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) et compatibilité chimique MCP vs mortier (analyse FTIR).....	96
II.2.2.7 Performances thermiques des matrices MCP-mortier.....	97
II.2.2.8 Effet de la température et donc l'état du MCP (solide ou liquide).....	98
<b>II.3 Résultats et discussions.....</b>	<b>100</b>
II.3.1 Caractérisation mécanique.....	100
II.3.2 Analyse ATG.....	103
II.3.2.1 ATG sur la poudre de MCP.....	103
II.3.2.2 Analyse ATG-DTG / SDTA des échantillons de matrices en MCP-mortier.....	103
II.3.3 Calorimétrie semi-adiabatique.....	110
II.3.4 Tomographie au rayon X et porosimétrie par intrusion mercure.....	116
II.3.4.1 Tomographie au rayon X.....	116
II.3.4.2 Porosimétrie par intrusion de mercure.....	120
II.3.5 Résultat des analyses MEB et spectroscopie infrarouge (FTIR).....	123
II.3.5.1 Analyse MEB des microcapsules MCP.....	123
II.3.5.2 Observation MEB des matrices MCP-mortier.....	124
II.3.5.3 Résultat de l'analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR).....	129
II.3.6 Résultat de l'analyse DSC.....	133
II.3.7 Explication effet de la température sur les propriétés mécaniques des MCP-mortier ...	136
<b>II.4 Conclusion Chapitre II.....</b>	<b>141</b>
<b><i>CHAPITRE III (échelle du composite MCP-TRC) : Etude des performances mécaniques et thermiques des composites innovants en MCP-TRC.....</i></b>	<b>145</b>
<b>III.1 Introduction.....</b>	<b>145</b>
<b>III.2 matériaux et méthodes expérimentales.....</b>	<b>146</b>
III.2.1 Matériaux.....	146

III.2.1.1 MCP microencapsulé.....	146
II.2.1.2 Mortier.....	146
II.2.1.3 Textile de renfort .....	146
III.2.2 Méthodes expérimentales .....	147
III.2.2.1 Réalisation des corps d'épreuve .....	147
III.2.2.1.1 Corps d'épreuve pour la caractérisation mécanique des composites MCP-TRC .....	147
III.2.2.1.2 Corps d'épreuves pour caractérisation thermique des composites MCP-TRC.....	148
III.2.2.2 Caractérisation mécanique des composites MCP-TRC.....	150
III.2.2.2.1 Effet du taux de MCP .....	152
III.2.2.2.2 Effet de la pré-imprégnation Latex du textile.....	153
III.2.2.2.3 Effet de la température sur le comportement mécanique des MCP – TRC....	154
III.2.2.3 Observations au MEB des interfaces 'matrice/textile' .....	155
III.2.2.4 Caractérisation thermique de composites MCP-TRC .....	155
<b>III.3 Résultats et discussions.....</b>	<b>160</b>
III.3.1 Caractérisation mécanique.....	160
III.3.1.1 Analyse de l'effet du taux de MCP .....	160
III.3.1.1.1 Composites renforcés par du verre AR.....	162
III.3.1.1.2 Composites renforcés par de l'Aramide .....	173
III.3.1.2 Analyse de l'effet de la pré-imprégnation Latex .....	175
III.3.1.3 Analyse de l'effet de la température sur le comportement en traction des MCP-TRC .....	178
III.3.2 Observation au MEB à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' .....	181
III.3.2.1 Effet du MCP sur l'interface 'matrice/textile' .....	181
III.3.2.1.1 Observations MEB sur l'interface 'matrice/textile' sur le composite TRC de référence (sans MCP) .....	181
III.3.2.1.2 Observations MEB sur interface 'matrice/textile' sur composites MCP-TRC.....	183
III.3.2.2 Observation de l'effet de la pré-imprégnation Latex.....	193
III.3.2.3 Observation de l'effet de la température à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' .....	196
III.3.3 Caractérisation thermique des plaques (1010×1010×10 mm) en MCP-TRC.....	197
<b>III.4 Conclusion chapitre III .....</b>	<b>203</b>
<i>CHAPITRE IV (échelle de la structure) : Caractérisation mécanique et thermique des dalles porteuses et panneaux sandwich en MCP-TRC. ....</i>	<i>207</i>
<b>IV.1 Introduction.....</b>	<b>207</b>
<b>IV.2 Matériaux et méthodes expérimentales.....</b>	<b>208</b>
IV.2.1 Matériaux .....	208

IV.2.1.1 MCP microencapsulé .....	208
IV.2.1.2 Mortier.....	208
IV.2.1.3 Textile de renfort.....	208
IV.2.2 Méthodes expérimentales sur dalles légères .....	208
IV.2.2.1 Réalisation des cors d'épreuves .....	208
IV.2.2.2 Caractérisation Mécanique sur dalles légères .....	209
IV.2.2.2.1 Efficacité du renfort textile.....	209
IV.2.2.2.2 Effet du taux de MPC à taux de renfort constant et température constante ...	209
IV.2.2.2.3 Effet du taux de renfort à taux de MCP constant et température constante ...	212
IV.2.2.2.4 Effet de la température à taux de MCP constant et taux de renfort constant .	212
IV.2.2.3 Caractérisation thermique des dalles légères.....	213
<b>IV.3 Résultats et discussions.....</b>	<b>214</b>
IV.3.1 Performances mécaniques des dalles légères .....	214
IV.3.1.1 Volet expérimental .....	214
IV.3.1.1.1 Effet du renfort textile.....	214
IV.3.1.1.2 Effet du taux de MPC à taux de renfort constant et température constante ...	216
IV.3.1.1.3 Effet du taux de renfort à taux de MCP constant et température constante ...	229
IV.3.1.1.4 Effet de la température à taux de MCP constant et taux de renfort constant .	233
IV.3.1.2 Volet modélisation numérique du comportement mécanique des dalles .....	237
IV.3.1.2.1 Présentation du modèle .....	237
IV.3.1.2.2 Validation du modèle .....	241
IV.3.2 Performances thermiques des dalles.....	245
IV.3.2.1 Volet expérimental .....	245
IV.3.2.2 Volet modélisation numérique du comportement thermique des dalles.....	250
IV.3.2.2.1 Présentation du modèle .....	250
IV.3.2.2.2 Validation du modèle .....	252
<b>IV.5 Conclusion chapitre IV.....</b>	<b>254</b>
<i>Conclusions générales et perspectives .....</i>	<i>257</i>
<i>Références Bibliographiques .....</i>	<i>263</i>
Annexe 1 .....	273
Annexe 2 .....	293

# Liste des figures

## Chapitre I

<b>Figure I-1</b> (a) Consommation d'énergie et (b) émissions totales en CO <sub>2</sub> en fonction des secteurs en France [1].....	24
<b>Figure I-2</b> Répartition du marché de l'isolation thermique en France entre 2014 et 2017 .....	25
<b>Figure I-3</b> Stockage inter-saisonnier d'eau chaude .....	33
<b>Figure I-4</b> Enthalpie vs température lors d'un changement d'état solide/liquide .....	34
<b>Figure I-5</b> Classification des matériaux à changement de phase [20].....	35
<b>Figure I-6</b> Evolution de la température de changement de phase en fonction du nombre d'atomes de carbone des MCPs organiques paraffiniques [26] .....	37
<b>Figure I-7</b> Divers technique de macroencapsulation des MCPs .....	40
<b>Figure I-8</b> Schématisation (a) du procédé de microencapsulation et (b) du MCP microencapsulé.....	42
<b>Figure I-9</b> Isolation par plaque isolante à base de MCP Kuznik [31,32] .....	43
<b>Figure I-10</b> Bâtiment Hélios à Lyon rénové avec intégration des panneaux Energain.....	44
<b>Figure I-11</b> Résultats des tests expérimentaux de Kuznik [33].....	44
<b>Figure I-12</b> Rénovation du palais de Tokyo à Paris par panneaux Energain .....	45
<b>Figure I-13</b> MCP et briques utilisées Castell [34].....	46
<b>Figure I-14</b> Cellules expérimentales réalisées par Castell [34].....	46
<b>Figure I-15</b> Température à l'intérieur des cellules en briques alvéolaire avec et sans MCP Castell [34] .....	47
<b>Figure I-16</b> Schéma cellule expérimentale Athienitis [35] .....	47
<b>Figure I-17</b> Plancher en béton avec incorporation des MCP [36].....	49
<b>Figure I-18</b> Cellules de test réalisées par Castellon [37].....	50
<b>Figure I-19</b> Résultats des tests thermiques avec fenêtres ouvertes [37].....	50
<b>Figure I-20</b> Energie calculée par Hunger [39] pour maintenir une température de 23°C dans les échantillons en béton modifiés par différents taux de MCP .....	51
<b>Figure I-21</b> Composites TRC à renfort 2D et 3D.....	54
<b>Figure I-22</b> Loi de comportement de quelques textiles usuels utilisés dans le cadre des applications pour TRC .....	61
<b>Figure I-23</b> Technologies textiles.....	63
<b>Figure I-24</b> Photo illustrant la technique de mise en œuvre en canevas des textiles 2D .....	64
<b>Figure I-25</b> Quelques exemples de tricots à maille jeté utilisés par Peled [56] .....	65
<b>Figure I-26</b> Différentes configuration de mise en œuvre de textile de type tissu .....	66
<b>Figure I-27</b> Quelques exemples de textiles tressés [58].....	67
<b>Figure I-28</b> Illustration d'un textile collé n'ayant subi aucun autre procédé de mise en œuvre .....	68
<b>Figure I-29</b> Technique de moulage au contact.....	69
<b>Figure I-30</b> Schéma procédé de pultrusion utilisé par Promis [57] .....	70
<b>Figure I-31</b> Unité de compactage mécanique mise en place par Wastiels [53] .....	71

<b>Figure I-32</b> Procédé de pompage et injection mis en place par Brockman [61] .....	71
<b>Figure I-33</b> Visualisation des filaments d'un fil de textile en robé dans une matrice cimentaire Kruger [62,63].....	73
<b>Figure I-34</b> Résultat essai d'arrachement sur monofilament Bramshuber [64] .....	74
<b>Figure I-35</b> Schéma d'essai Pull out développé par Banholzer [68].....	75
<b>Figure I-36</b> Essai Pull out à double longueur d'ancrage Ortlepp [72] .....	76
<b>Figure I-37</b> Résultat essai Pull out Ortlepp [72] .....	76
<b>Figure I-38</b> Confrontation des résultats d'essais Pull out sur fil et sur textile Peled [73].....	77
<b>Figure I-39</b> Comportement en traction d'un composite TRC .....	78
<b>Figure I-40</b> Panneau sandwich en TRC réalisés par Hegger et al [82] dans le cadre du projet INSU-SHELL.....	79
<b>Figure I-41</b> Façades ventilées en TRC de l'université d'Aix la chapelle. ....	80
<b>Figure I-42</b> Prototype de toit incurvé réalisé par [84].....	80

## *Chapitre II*

<b>Figure II-1</b> Capacité calorifique spécifique du MCP microencapsulé.....	86
<b>Figure II-2 (a)</b> Test d'absorption après 24 h d'immersion et (b) test au bleu de méthylène ..	88
<b>Figure II-3</b> Etalement à rapport $\frac{\text{eau}}{\text{ciment}}$ constant pour le mortier de référence et le 15% MCP-mortier .....	90
<b>Figure II-4</b> Préparation des matrices MCP-mortier .....	91
<b>Figure II-5</b> Caractérisation mécanique des matrices MCP-mortier .....	93
<b>Figure II-6</b> Analyse ATG sur dispositif Metler Toledo .....	94
<b>Figure II-7 (a)</b> Instrumentation pour calorimétrie semi-adiabatique (b) composition du calorimètre.....	95
<b>Figure II-8</b> Dispositif utilisé lors des tests de porosimétrie par intrusion de mercure.....	96
<b>Figure II-9</b> Dispositif de calorimétrie CALVET utilisé lors du test DSC .....	98
<b>Figure II-10</b> Instrumentation des échantillons introduits dans l'étuve .....	99
<b>Figure II-11 (a)</b> Résistance à la compression (b) résistance à la flexion des matrices MCP-mortier .....	101
<b>Figure II-12</b> Taux de développement de résistance à la compression des échantillons MCP-mortier .....	101
<b>Figure II-13</b> Analyse ATG-DTG/SDTA de la poudre MCP microencapsulé .....	103
<b>Figure II-14 (a)</b> Analyse ATG et (b) analyse DTG des matrices MCP-mortier .....	104
<b>Figure II-15</b> Analyse ATG-DTG/SDTA 10% MCP-mortier .....	107
<b>Figure II-16 (a)</b> $\frac{W_{i\acute{e}e}}{W_{final}}$ ratio, (b) $\frac{W_{non-li\acute{e}e1}}{C_{mix}}$ , $\frac{W_{absor,MCP}}{C_{mix}}$ et $\frac{W_{non-li\acute{e}e2}}{C_{mix}}$ ratios dans les matrices MCP-mortiers.....	109
<b>Figure II-17</b> Evolution de la température des matrices MCP-mortier dans l'essai de calorimétrie semi-adiabatique .....	111
<b>Figure II-18</b> Chaleur dégagée par gramme de ciment dans les matrices MCP-mortier.....	115
<b>Figure II-19</b> Evolution du degré d'hydratation en fonction du temps des matrices MCP-mortier .....	116

<b>Figure II-20</b> Observations 2D (20 mm×20 mm) par tomographie au rayon X des matrices MCP-mortier .....	117
<b>Figure II-21</b> Seuillage par niveau de gris des coupes 2D des matrices MCP-mortier pour visualisation de porosité .....	118
<b>Figure II-22</b> Reconstitution 3D (20mm×20mm×7mm) de la structure poreuse d'un échantillon de Mortier de référence et d'échantillons de matrices 10 et 15% MCP-mortier..	119
<b>Figure II-23</b> Résultats de porosimétrie par intrusion de mercure concernant (a) le volume de mercure introduit (b) la distribution des pores .....	121
<b>Figure II-24</b> Procédure d'endommagement partiel des microcapsules.....	123
<b>Figure II-25</b> Observation au MEB d'un mélange de capsules MCP endommagées et non endommagées .....	123
<b>Figure II-26</b> Observation au MEB des zones d'interface MCP/mortier (a) forte interaction MCP/mortier, (b) faible interaction MCP/mortier dans une matrice 15% MCP-mortier .....	125
<b>Figure II-27</b> (a et b) Observations MEB sur échantillons de matrice 15% MCP-mortier illustrant le dommage d'une partie des capsules MCP lors du malaxage .....	126
<b>Figure II-28</b> Image MEB illustrant la présence de macroporosité (macros bulles d'air) dans un échantillon 15% MCP-mortier .....	127
<b>Figure II-29</b> Image MEB sur un échantillon 10% MCP illustrant l'effet du MCP sur le processus d'hydratation. ....	129
<b>Figure II-30</b> Spectre Fourier pour (a) poudre MCP, (b) mortier de référence (c) 15% MCP-mortier .....	131
<b>Figure II-31</b> Formule chimique du MCP pur .....	133
<b>Figure II-32</b> (a) chaleur spécifique et (b) masse thermique des matrices MCP-mortier .....	134
<b>Figure II-33</b> Evolution de la température de surface et de la déformation longitudinale pour les échantillons (a) 15% MCP-mortier (b) 20% MCP-mortier .....	138
<b>Figure II-34</b> Evolution de la déformation en fonction de la température dans les matrices MCP-mortier .....	139
<b>Figure II-35</b> Image MEB illustrant la création de microfissures dans un échantillon .....	141

### *Chapitre III*

<b>Figure III-1</b> Photos textiles utilisés lors des essais de caractérisation sur composites MCP-TRC .....	147
<b>Figure III-2</b> Réalisation des corps d'épreuves pour les essais de caractérisation mécanique et thermique sur composites MCP-TRC. ....	149
<b>Figure III-3</b> Illustration machine et instrumentation utilisées lors de l'essai de traction .....	151
<b>Figure III-4</b> Illustration des différentes zones sur les éprouvettes en MCP-TRC lors de l'essai de traction .....	152
<b>Figure III-5</b> Illustration de la pré-imprégnation Latex du renfort textile.....	154
<b>Figure III-6</b> Boite chaude gardée du laboratoire LTDS (ENTPE) .....	156
<b>Figure III-7</b> Composition de la boite chaude gardée selon la Norme EN ISO 8990 .....	156
<b>Figure III-8</b> Equipement à l'intérieur de (a) l'enceinte chaudes et (b) l'enceinte froide de la boite chaude gardée .....	157
<b>Figure III-9</b> Instrumentation utilisée lors des essais thermiques sur boite chaude .....	158

<b>Figure III-10</b> Scenarios imposés dans les enceintes chaude et froide de la boîte chaude gradée .....	160
<b>Figure III-11</b> identification de la section de calcul .....	161
<b>Figure III-12</b> Description qualitative de la loi de comportement des TRC en traction .....	161
<b>Figure III-13</b> Courbes moyenne en contraintes vs déformation des composites MCP-TRC renforcés par deux couches de verre AR (non imprégné) .....	163
<b>Figure III-14</b> Illustration des différents modes de rupture des éprouvettes 0, 5, 10,15 et 20% MCP-TRC renforcées par du verre AR non imprégné.....	166
<b>Figure III-15</b> Occurrence du délaminage pour les composites 15 et 20% MCP-TRC .....	166
<b>Figure III-16</b> Méthode d'évaluation de la force reprise par le textile dans les composites TRC .....	168
<b>Figure III-17</b> Force reprise exclusivement par le textile en verre AR non imprégné dans les composites MCP-TRC .....	168
<b>Figure III-18</b> Taux de travail en rigidité et force des composites MCP-TRC renforcés par du Verre AR non imprégné .....	169
<b>Figure III-19</b> a-espacement moyen entre fissures –b –illustration sur éprouvettes testées en MCP-TRC renforcées par du Verre AR .....	172
<b>Figure III-20</b> Courbes contraintes déformation des composites MCP-TRC renforcés par deux couches de textile de type Aramide.....	173
<b>Figure III-21</b> Rupture par délaminage composite 20% MCP-TRC renforcé par de l'Aramide .....	174
<b>Figure III-22</b> Taux de travail en rigidité et force des composites MCP-TRC renforcées par de l'aramide.....	175
<b>Figure III-23</b> Illustration de l'effet de la pré-imprégnation Latex sur le comportement en traction des composites MCP-TRC.....	176
<b>Figure III-24</b> Illustration de l'espacement moyen des fissures sur éprouvettes TRC de référence et 10% MCP-TRC renforcées par du Verre AR (pré-imprégné et non imprégné). 177	
<b>Figure III-25</b> Illustration de l'effet de la température sur le comportement en traction des composites MCP-TRC .....	178
<b>Figure III-26</b> illustration effet de la température sur le mode de rupture des composites 10% MCP-TRC .....	180
<b>Figure III-27</b> Illustration effet de la température sur l'espacement moyen entre fissures des composites 10% MCP-TRC.....	181
<b>Figure III-28 (a, b et c)</b> Images illustrant une interface dans un composite TRC sans MCP .....	183
<b>Figure III-29 (a, b et c)</b> Effet de l'agglomération de MCP sur l'interaction matrice/textile (composite 15% MCP-TRC).....	185
<b>Figure III-30 (a, b et c)</b> Effet du MCP sur l'hydratation du ciment à proximité de l'interface (composite 15% MCP-TRC).....	187
<b>Figure III-31 (a,b et c)</b> Effet du dépôt de MCP pur à proximité de l'interface.....	190
<b>Figure III-32</b> Présence de macropores dans la zone d'interface matrice/textile.....	191
<b>Figure III-33</b> Distribution des contraintes normales dans une section de fil de textile en coupe transversale avant et après intégration des MCPs .....	193



<b>Figure III-34 (a et b)</b> Coupe longitudinale à l'échelle de l'interface avec et sans imprégnation Latex (composite TRC de référence) .....	194
<b>Figure III-35 (a et b)</b> Coupe transversale à l'échelle de l'interface avec et sans imprégnation Latex (composite TRC de référence) .....	195
<b>Figure III-36</b> Image MEB sur composite 15% MCP-TRC illustrant l'effet de la température à l'interface. ....	196
<b>Figure III-37</b> Sollicitation imposée dans les caissons chaud et froid .....	197
<b>Figure III-38</b> Température de surface des échantillons MCP-TRC –(a) côté chaud –(b)- côté froid .....	198
<b>Figure III-39</b> Flux de chaleur dans les échantillons MCP-TRC –(a) côté chaud –(b)- côté froid .....	199
<b>Figure III-40</b> Evolution de la température de surface côté froid en phase 3 pour le composite 20% MCP-TRC .....	202

## *Chapitre IV*

<b>Figure IV-1</b> Moulage au contact des dalles légères en MCP-TRC .....	209
<b>Figure IV-2</b> Test de flexion trois points sur dalles légères en MCP-TRC .....	210
<b>Figure IV-3</b> Instrumentation des tests de flexion sur dalles légères en MCP-TRC .....	212
<b>Figure IV-4</b> Chauffage des dalles 10% MCP-TRC en étuve .....	213
<b>Figure IV-5</b> Schématisation du test d'inertie thermique sur dalles légères en MCP-TRC .....	214
<b>Figure IV-6</b> Illustration de l'effet du renfort textile sur le comportement mécanique des dalles .....	215
<b>Figure IV-7</b> Illustration comportement d'une dalle renforcée et non renforcée .....	216
<b>Figure IV-8</b> Résultat du comportement Force vs Flèche dalles légères en MCP-TRC aux différents taux de MCP .....	217
<b>Figure IV-9</b> Rupture par écrasement de la matrice en face comprimée des dalles 0,5 et 10% MCP-TRC .....	218
<b>Figure IV-10</b> Ensemble de photos montrant la rupture par délaminage de la dalle 15% MCP-TRC .....	219
<b>Figure IV-11</b> Courbes Forces vs déformation axiale face tendue .....	220
<b>Figure IV-12</b> Gain en capacité portante dû au renfort textile en fonction du taux de MCP .....	222
<b>Figure IV-13</b> Etat de déformation et de contrainte dans une section de dalle lors de la phase de reprise des efforts par le renfort textile .....	223
<b>Figure IV-14</b> Déformation de la face tendue au tiers de la portée pour chaque dalle .....	225
<b>Figure IV-15</b> Déformation de la face comprimée au tiers de la portée pour chaque dalle ...	226
<b>Figure IV-16</b> Taux de travail en rigidité du renfort textile des dalles MCP-TRC .....	227
<b>Figure IV-17</b> Espacement moyen entre fissures successives et énergie dissipée pour chaque dalle .....	228
<b>Figure IV-18</b> Disposition des fissures Dalle TRC-MCP en face tendue .....	229
<b>Figure IV-19</b> Courbes force vs flèche dalle 10% MCP-TRC en fonction du taux de renfort .....	229
<b>Figure IV-20</b> Courbes force vs déformation face tendue à mi-portée dalle 10% MCP-TRC en fonction du taux de renfort .....	230

<b>Figure IV-21</b> Mode de rupture dalle 10% MCP-TRC aux différents taux de renforts .....	231
<b>Figure IV-22</b> Disposition des fissures dalle 10% MCP-TRC aux différents taux de renforts .....	232
<b>Figure IV-23</b> effet de la température sur le comportement Force vs flèche des dalles 10% MCP-TRC .....	233
<b>Figure IV-24</b> effet de la température sur le comportement Force vs déformation face tendue à mi-portée des dalles 10% MCP-TRC .....	234
<b>Figure IV-25</b> Mode de rupture des dalles 10% MCP-TRC dans les deux configurations de conditionnement en température .....	235
<b>Figure IV-26</b> Disposition des fissures dalles 10% MCP-TRC dans les deux configurations de conditionnement en température .....	236
<b>Figure IV-27</b> Géométrie et maillage des dalles modélisées.....	237
<b>Figure IV-28</b> Comportement des bétons en (a) traction et (b) compression selon la loi CDP implémentée sous ABAQUS.....	238
<b>Figure IV-29</b> fonction de plastification, loi de comportement CDP sous ABAQUS .....	239
<b>Figure IV-30</b> Loi de comportement en traction de la portion tendue de la dalle (loi de comportement du composite 10% MCP-TRC (avec pré-imprégnation en traction).....	241
<b>Figure IV-31</b> Loi de comportement de la portion comprimée de la dalle (loi de comportement de la matrice 10% MCP-mortier en compression).....	241
<b>Figure IV-32</b> Confrontation du résultat du modèle numérique vs résultat expérimental en termes de Force vs flèche à mi-portée.....	242
<b>Figure IV-33</b> Mode de rupture par écrasement prédit numériquement.....	242
<b>Figure IV-34</b> Variable d'endommagement en traction durant le chargement (10% MCP-TRC) .....	244
<b>Figure IV-35</b> Déformation plastique en face tendue à rupture .....	244
<b>Figure IV-36</b> —a- température de surface des échantillons côté froid (enceinte froide) et —b- température d'air côté froid.....	246
<b>Figure IV-37</b> Evolution des flux de chaleur entrants et sortants dalle TRC de référence.....	247
<b>Figure IV-38</b> Evolution des flux de chaleur entrants et sortants dalle 10% MCP-TRC .....	248
<b>Figure IV-39</b> Flux entrant-flux sortant pour les deux configurations de dalles.....	249
<b>Figure IV-40</b> Chaleur spécifique homogène dalle 10% MCP-TRC .....	251
<b>Figure IV-41</b> Géométrie et maillage dalle 10% MCP-TRC.....	252
<b>Figure IV-42</b> Comparaison résultat expérimental vs résultat numérique en termes de température d'air enceinte froide .....	252
<b>Figure IV-43</b> Simulation d'un test d'inertie thermiques sur dalles à l'échelle 1 (dalles de 12 cm d'épaisseur) et sous sollicitation cyclique .....	254

## *Annexe*

<b>Figure AN-1</b> Confection des panneaux sandwich en MCP-TRC.....	275
<b>Figure AN-2</b> Configurations de test en flexion 4 points sur panneaux sandwichs .....	276
<b>Figure AN-3</b> Instrumentation des tests sur panneaux sandwich en flexion 4 points.....	277
<b>Figure AN-4</b> Courbes Force vs flèche des panneaux sandwichs .....	278

<b>Figure AN-5</b> Résultat Force vs déformation axiale parement tendu dans la zone de moment maximum.....	278
<b>Figure AN-6</b> Mode de rupture des panneaux sandwichs.....	280
<b>Figure AN-7</b> Représentation de la distribution des efforts dans une section de panneau sandwich en flexion.....	281
<b>Figure AN-8</b> Effort Normal en fonction de la déformation des parements tendus .....	282
<b>Figure AN-9</b> Disposition des fissures sur parements tendus des panneaux sandwich dans les deux configurations (10% MCP-TRC, et TRC de référence) .....	283
<b>Figure AN-10</b> Schématisation du test d'inertie thermique sur Panneaux sandwich .....	284
<b>Figure AN-11</b> Température de surface des parements 10% MCP-TRC et TRC de référence des deux configurations de panneaux sandwichs dans l'enceinte froide .....	285
<b>Figure AN-12</b> Maillage et géométrie des panneaux sandwichs MCP-TRC .....	286
<b>Figure AN-13</b> Modélisation des connecteurs métalliques .....	287
<b>Figure AN-14</b> Fonction de plastification de la loi de comportement crushable foam .....	288
<b>Figure AN-15</b> Résultat du test de calibration de la loi crushable foam pour ( $k=0.1$ et $kt = 1.2$ ).....	289
<b>Figure AN-16</b> Confrontation résultat expérimental vs résultat numérique en force vs flèche du panneau 10% MCP-TRC.....	290
<b>Figure AN-17</b> Capture du mode de rupture par cisaillement de l'âme par le modèle numérique.....	291
<b>Figure AN-18</b> Variable d'endommagement et déformation plastique du parement 10% MCP-TRC tendu .....	292
<b>Figure AN-19</b> Loi de comportement théorique mousse polyuréthane .....	294

# *Liste des tableaux*

## *Chapitre I*

<b>Tableau I-1</b> Propriétés physique de quelques matériaux utilisés pour le stockage de chaleur sensible (Laghzaoui. A, 2010 [18]) .....	32
<b>Tableau I-2</b> Propriétés physiques de quelques MCP organique paraffiniques .....	38
<b>Tableau I-3</b> Propriétés physiques de quelques MCP organique non paraffiniques .....	39
<b>Tableau I-4</b> Différents type de matrices développées par Bramshuber et [50,51] dans le cadre de leurs travaux sur les TRC .....	58
<b>Tableau I-5</b> Propriétés physiques et mécaniques de quelques textiles usuels utilisés dans le cadre des TRC .....	62

## *Chapitre II*

<b>Tableau II-1</b> Propriétés physiques de la poudre MCP .....	86
<b>Tableau II-2</b> Résultats des tests d'absorption d'eau et de bleu de méthylène sur MCP .....	88
<b>Tableau II-3</b> Composition des matrices MCP-mortier .....	89
<b>Tableau II-4</b> Distribution de l'eau non liée dans les matrices MCP-mortier.....	110
<b>Tableau II-5</b> Porosité accessible et diamètre critique des pores des matrices en MCP-mortier .....	122
<b>Tableau II-6</b> Facteur de performance thermique des matrices MCP-mortier.....	135
<b>Tableau II-7</b> Contraintes induites dans les matrices MCP-mortier dues au changement de phase du MCP .....	140

## *Chapitre III*

<b>Tableau III-1</b> Caractéristiques des textiles utilisés .....	146
<b>Tableau III-2</b> Paramètres caractéristiques des composites MCP-TRC lors des essais de traction.....	167
<b>Tableau III-3</b> Paramètres caractéristiques des composites TRC de référence renforcés par du verre AR pré-imprégné et non imprégné lors des essais de traction .....	177
<b>Tableau III-4</b> Paramètres caractéristiques des composites 10% MCP-TRC renforcés par du verre AR pré-imprégné et non imprégné lors des essais de traction .....	177
<b>Tableau III-5</b> Paramètres caractéristiques des composites 10% MCP-TRC renforcés par du verre AR imprégné et testés à respectivement 20 et 40°C .....	180
<b>Tableau III-6</b> Calcul de conductivité thermique MCP phase solide.....	200
<b>Tableau III-7</b> Calcul de conductivité thermique MCP lors du changement de phase .....	200
<b>Tableau III-8</b> Calcul de conductivité thermique MCP phase liquide .....	201
<b>Tableau III-9</b> chaleur stockée (expérimentale et théorique) des MCP-TRC .....	203

## ***Chapitre IV***

<b>Tableau IV-1</b> Résultats des tests de flexion sur dalles MCP-TRC aux différents taux de MCP .....	219
<b>Tableau IV-2</b> Taux de sollicitation en déformation du textile des dalles MCP-TRC.....	222
<b>Tableau IV-3</b> Résultats des tests sur dalles 10% MCP-TRC aux différents taux de renfort	232
<b>Tableau IV-4</b> Résultats des tests sur dalles 10% MCP-TRC dans les différentes configurations de conditionnement en température .....	236
<b>Tableau IV-5</b> Chaleurs stockées dans les dalles .....	249

## ***Annexe***

<b>Tableau AN-1</b> Taux de sollicitation en déformation du renfort textile.....	279
<b>Tableau AN-2</b> Résultats caractéristiques des tests de flexion quatre points sur panneaux sandwich dans les deux configurations .....	283
<b>Tableau AN-3</b> Paramètres caractéristique de la loi de comportement de la mousse polyuréthane .....	294

# Nomenclature

## Caractère Latin

$Q_{stockée}$ : chaleur stockée.....	[J]
$C_p$ : chaleur spécifique .....	[kJkg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ]
$m$ : masse de l'échantillon .....	[g]
$Ab$ : coefficient d'absorption d'eau.....	[%]
$S_{spe}$ : surface spécifique.....	[m <sup>2</sup> kg <sup>-1</sup> ]
$R$ :la constante des gaz parfaits.....	[ J mol <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ]
$E$ : module de Young.....	[GPa]
$T$ : température.....	[°C]
$T_E$ : taux de travail en rigidité.....	
$T_\sigma$ : taux de travail en force.....	
$T_{ther}$ : facteur de performance thermique.....	
$E_a$ : énergie d'activation.....	[J mol <sup>-1</sup> ]
$B$ : rigidité flexionnelle .....	[MPa]
$EA$ : rigidité axiale.....	[MPa]
$M$ : moment appliqué.....	[N.m]
$M_{th}$ :masse thermique.....	[kJ/°C]
$F$ :force appliquée.....	[N]
$A$ :surface.....	[m <sup>2</sup> ]
$D_{cr}$ : diamètre critique des pores .....	[mm]
Pore : porosité accessible.....	[%]
$P$ : pression.....	[Pa]

## Caractère grec

$\xi$ : degré d'hydratation du ciment .....	
$\xi_\infty$ : degré d'hydratation à la fin de la réaction d'hydratation.....	
$\sigma$ : contrainte appliquée.....	[MPa]
$\varepsilon$ : déformation axiale.....	[mm/mm]

$\gamma$ : déformation angulaire.....	[mm/mm]
$\lambda$ : conductivité thermique.....	[W/kg.°C]
$\alpha$ : coefficient des déperditions thermiques.....	[Jh <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ]
$\mu$ : chaleur spécifique du calorimètre vide.....	[kJkg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ]
$\emptyset$ : flux thermique	

### **Indices**

DMF : début de multifissuration

FMF : fin de multifissuration

CF : composite Failure (rupture du composite).

u : upper pour parement supérieur

l : lower pour parement inférieur.

s : pour sandwich

### **Abréviations**

MCP : matériaux à changement de phase

TRC : composite textile mortier

MCP-TRC : composite textile mortier avec ajout de matériaux à changement de phase.

ATG : analyse thermogravimétrique

DTG : dérivée thermogravimétrique.

SDTA : analyse thermique différentielle simultanée

MIP : porosimétrie par intrusion de mercure.

DSC : calorimétrie différentielle à balayage.

FTIR : spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

MEB : microscope électronique à balayage.

EDS : spectrométrie par dispersion en énergie.

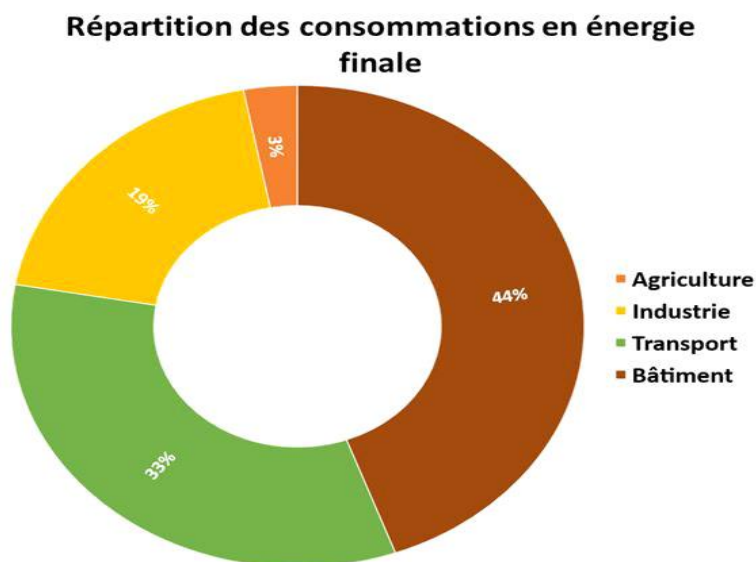
CSH : calcium silicate hydrate

## Introduction Générale

La recherche d'une solution à la crise environnementale actuelle s'impose comme une nécessité impérieuse permettant de préserver les ressources naturelles. Il va sans dire que le développement durable et l'intégration de stratégies et politiques environnementales sont d'un intérêt majeur afin de limiter les répercussions de cette crise à moyen et à long terme.

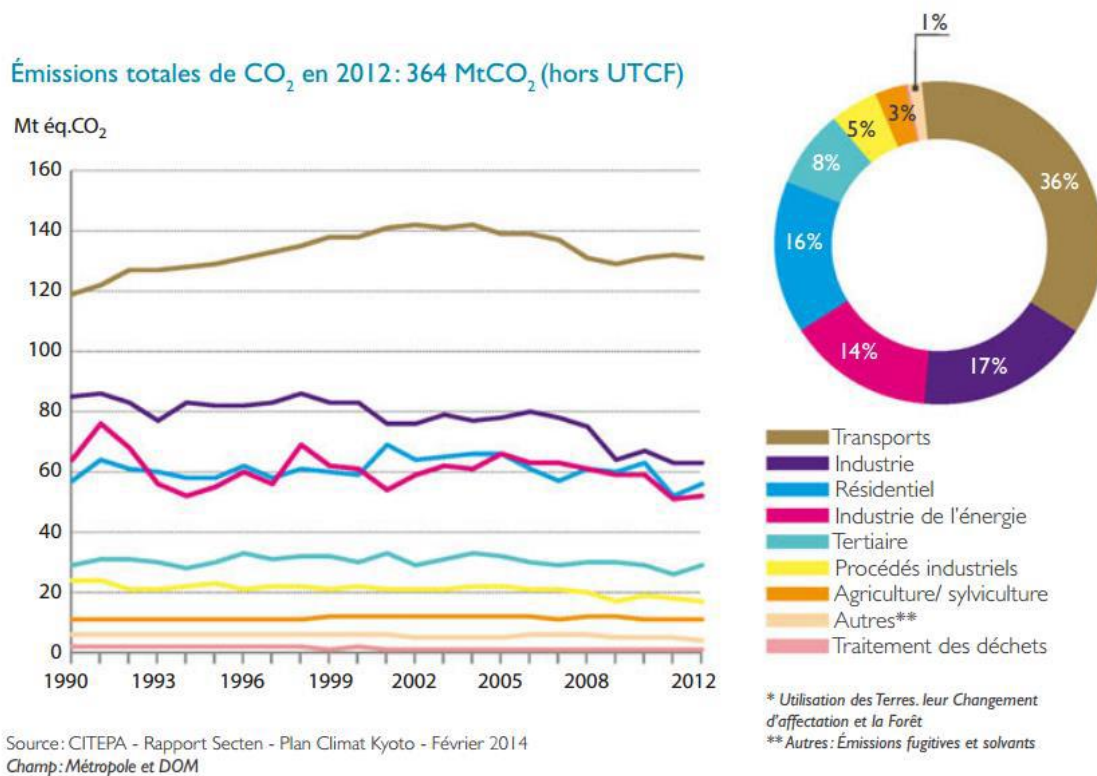
Le secteur du bâtiment en France représente à lui seul 44% de la consommation d'énergie finale et 24 % des émissions de CO2 dans l'atmosphère (4<sup>ème</sup> émetteur en Europe) [1] (**figure I-1**). Ce constat le place donc en tête des secteurs hautement perfectibles (douce litote) pour assurer la transition énergétique visée par les plans grenelles 1 et 2 en France.

Les questions de l'empreinte écologique ainsi que de l'efficacité énergétique des bâtiments sont au cœur des préoccupations de nos sociétés modernes et font sans cesse évoluer nos mœurs et traditions. Elles sont également au centre des politiques énergétiques de nombreux pays.



-a-





-b-

**Figure I-1** (a) Consommation d'énergie et (b) émissions totales en CO<sub>2</sub> en fonction des secteurs en France [1]

Dans ce cadre-là plusieurs mesures règlementaires et législatives ont été adoptées afin de maîtriser les consommations énergétiques ainsi que l'empreinte écologique du bâtiment. La réglementation thermique RT 2012 qui est entrée en vigueur à partir du 1 janvier 2013 vise un plafond de 50kWhEP/(m<sup>2</sup>.an) en termes de consommation en énergie primaire pour toutes les constructions neuves. Le plan rénovation et réhabilitation énergétique des bâtiments annoncé par le gouvernement en 2017 veut faire de la réhabilitation énergétique des bâtiments une "priorité nationale", visant la rénovation de 500.000 logements par an à travers la mise en place d'offres attractives pour les particuliers tels que le crédit impôt transition énergétique (CITE), le prêt ECO-PTZ et les certificats d'économie d'énergie (CEE).

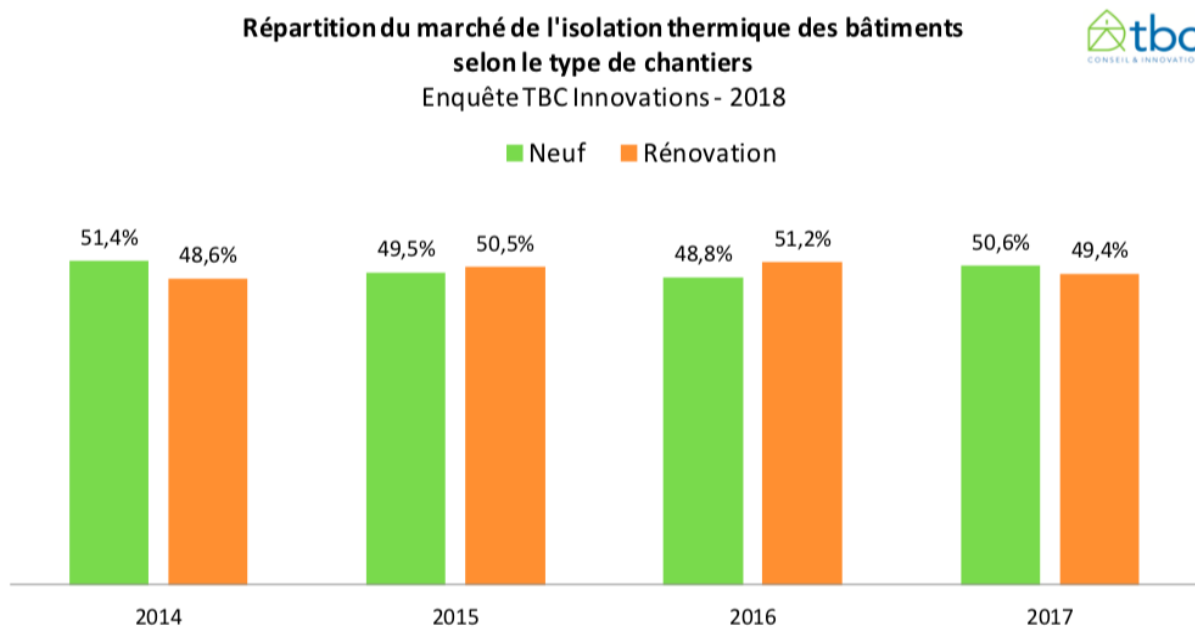
La mise en place de cette politique a été accompagnée par l'établissement de solutions et recommandations visant la maîtrise des consommations énergétiques et la réduction des déperditions d'énergies à l'intérieur du bâtiment. Ces solutions visent aussi bien les constructions neuves que le marché de la réhabilitation des bâtiments anciens.

Les solutions actives ont pour but de diminuer les consommations d'énergies en opérant sur l'optimisation du fonctionnement des systèmes (ventilation, éclairage ....) et équipements (chauffage, climatiseur .....) composant le bâtiment via des initiatives industrielles et innovations technologiques comme le recours aux planchers chauffants et l'automatisation des systèmes de ventilation, climatisation et chauffage.

Les solutions actives ont souvent prouvé leur efficacité en termes de régulation de température et réduction des consommations énergétiques, cependant les contraintes liées au lieu de l'habitat et au coût initial de mise en œuvre de ces solutions souvent élevé constituent un frein pour la réalisation de bâtiments à basse consommation d'énergie en se limitant qu'à ce type de solutions.

Pour cela les solutions passives ont pour objectif de compléter les précédentes à travers :

-L'utilisation d'isolants thermiques tels que les mousses isolantes en polystyrène, polyuréthane, la laine de verre, la laine de roche, la fibre de bois etc..... pour la réhabilitation du bâtiment ainsi que pour les constructions neuves afin de maintenir un bon niveau confort thermique. La **figure I-2** illustre la répartition du marché de l'isolation thermique en France entre neuf et rénovation entre 2014 et 2017 [1].



**Figure I-2** Répartition du marché de l'isolation thermique en France entre 2014 et 2017

-L'orientation des façades de l'enveloppe du bâtiment qui ont une influence importante sur l'éclairage naturel disponible à l'intérieur de l'habitat, cet éclairage a un effet sur les besoins énergétiques. En effet, plus l'apport solaire est important, plus les besoins thermiques pour le chauffage sont réduits. L'objectif étant d'obtenir le confort intérieur recherché de la manière la plus naturelle possible en utilisant les moyens architecturaux, les énergies naturelles disponibles et en utilisant le moins possible les moyens techniques mécanisés et les énergies extérieures au site (concept de la construction bioclimatique).

-L'optimisation des surfaces vitrées à travers le recours à des vitrages à isolation renforcée, dont la surface vitrée ne dépasse pas 30 % de la surface des façades permet d'augmenter significativement les performances thermiques du bâtiment.

-La réhabilitation du bâtiment par les matériaux composites grâce à la capacité de formes exclusives qu'ils offrent tout en garantissant une grande longévité et une facilité de mise en œuvre. Les matériaux composites tels que les composites FRP (fiber reinforced polymer) et TRC (textile reinforced concrete) sont utilisés dans le bâtiment pour la réhabilitation et réparation des structures endommagées qui sont souvent le chemin préférentiel des déperditions de chaleur et le siège de ponts thermiques dans le bâtiment.

-Le recours aux énergies renouvelables à travers l'intégration du stockage thermique directement dans les matériaux constituant l'enveloppe (murs, dalle, planchers, plafond...).

Des études récentes [2,3], se sont intéressées à la recherche de matériaux intelligents ayant la capacité de réguler les variations de température à l'intérieur de l'habitat, ce sont les matériaux à changement de phase (MCP). Les MCPs changent de phase de solide vers liquide en période chaude en stockant de la chaleur, cette même chaleur qui sera restituée en période froide quand le MCP retournera à l'état solide. Ce processus répétitif de stockage/restitution d'énergie peut lisser les variations de température à l'intérieur du bâtiment dans le cas d'une intégration des MCPs dans les matériaux constituant l'enveloppe du bâti.

L'association la plus prometteuse est probablement l'intégration directe des MCPs dans les matériaux cimentaires type béton qui sont les plus utilisés dans la construction. Des recherches récentes ont recensé plusieurs techniques visant l'intégration des MCPs dans les matériaux cimentaires notamment : l'incorporation directe des matériaux à changement de phase brut [4] , l'imprégnation sous vide dans les matériaux cimentaires [5], l'incorporation des MCP par stabilisation de forme [6].Cependant, la technique qui a fait l'objet de plus

d'attention de la part de la communauté scientifique est l'intégration des MCPs après microencapsulation [7,8]. Ce procédé permet d'enduire le MCP brut avec un film polymère sous la forme de capsule qui permet de protéger le MCP d'un possible écoulement en phase liquide et donc d'un potentiel mélange avec les composants cimentaires.

Il a été démontré d'après des investigations récentes [9,10] que l'intégration de MCP microencapsulé dans les matériaux cimentaires peut considérablement améliorer leur capacité de stockage d'énergie, cependant ceci est accompagné d'une baisse remarquable de leurs performances mécaniques [11,12].

Il a également été constaté [13] que l'intégration de MCP microencapsulé dans les matrices cimentaires peut induire une augmentation considérable de la porosité et du diamètre critique des pores des matrices, ce qui peut s'avérer problématique pour des raisons de durabilité dans le cas d'une association d'une matrice en MCP-béton/mortier avec de l'acier de renfort (élément en béton armé) pour la réalisation d'éléments de structure.

De surcroît, le coût déjà onéreux associé au MCP microencapsulé s'il venait s'ajouter au coût élevé des aciers d'armature constituerait un réel frein pour la réalisation d'éléments de structures en MCP-béton/mortier et renfort en armatures d'acier.

Par ailleurs, les composites textile-mortier (TRC) sont en pleine émergence depuis près de 20 ans. Ces derniers sont le fruit d'une combinaison d'une matrice cimentaire à faible granulométrie et d'un renfort textile [14, 15,16] de type Verre, Carbone ..... etc. Cette association permet de combiner la très bonne tenue à la compression de la matrice cimentaire à la résistance souvent très élevée en traction du renfort textile.

Les composites TRCs ont déjà été utilisés dans la réhabilitation et réparation du bâtiment, ainsi que pour la réalisation de structures légères telles que les panneaux de façade pour l'enveloppe du bâti. Le caractère non corrosif d'un large panel de renfort textile (comme le Verre AR) permet de limiter les épaisseurs d'enrobage généralement prescrites dans les structures en béton armé et de ce fait construire des structures légères en TRC. Cependant l'épaisseur réduite des éléments en TRC s'accompagne d'une réduction considérable de leur inertie thermique.

C'est dans ce contexte que s'articule l'idée principale abordée au cours cette thèse dont l'objectif est l'exploration des performances thermomécaniques d'un nouveau composite qui sera nommé 'MCP-TRC' résultant d'une association d'une matrice cimentaire modifiée par

l'ajout de MCP à visée de confort thermique et d'un renfort textile à visée structurelle. En effet le couplage d'une matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP et d'un renfort textile permettrait à priori de combiner les avantages des différents éléments du composite afin de produire :

-Un composite de structure légère du fait de la faible épaisseur d'enrobage nécessaire dans les composites 'TRC'.

-Un composite à inertie thermique améliorée grâce à l'incorporation du MCP dans la matrice cimentaire.

-Un composite permettant d'allier efficacité thermique et résistance mécanique.

-Un composite à coût maîtrisé dû à la substitution des armatures d'acier par un renfort textile.

-Un composite à probable potentiel de durabilité dû au caractère non corrosif d'un large panel de renfort textile.

-Un composite plus en phase avec les critères du développement durable et de l'écoconstruction et des impératifs d'hygiène et sécurité.

Le champ d'application de ce type de composite peut aussi bien toucher la réhabilitation des bâtiments existants que les constructions neuves.

Le travail de recherche présenté ci-dessous s'articule dans une logique multiéchelle et multiphysique. De ce fait il sera présenté sous quatre chapitres.

Un premier chapitre ou une revue bibliographique abordera essentiellement deux thématiques principales, la première étant les divers matériaux à changement de phase, leurs applications dans le domaine de la construction et l'état de l'art sur leur intégration dans les matrices cimentaires. La deuxième thématique traitera des composites textile-mortier (TRC), leurs applications et leur comportement mécanique. A l'issue de ce chapitre, les principaux verrous scientifiques seront identifiés aux diverses échelles d'étude (A l'échelle de la matrice cimentaire ou il conviendra d'identifier l'effet du MCP sur les propriétés mécanique, thermique ainsi que sur l'évolution de la microstructure de la matrice et à l'échelle du composite MCP-TRC ou il conviendra d'identifier l'effet potentiel du MCP sur les propriétés mécaniques et thermiques du TRC).

Dans un deuxième chapitre, à l'échelle de la matrice en MCP-mortier (matrice en mortier modifié par l'ajout de MCP), l'effet de l'ajout des microcapsules de MCP sur les propriétés mécaniques, physiques ainsi que sur l'évolution de la microstructure d'un mortier de référence modifié par l'ajout de différents taux de MCP seront étudiés. Une attention particulière sera portée à l'enrichissement de l'état de l'art sur la compréhension des phénomènes physiques régissant l'évolution des propriétés mécaniques des MCP-mortier et ayant un effet prépondérant par la suite sur l'interaction 'matrice/textile'. L'effet de l'état du MCP (solide ou liquide) sur l'évolution des propriétés mécaniques des matrices en MCP-mortier sera étudié ainsi qu'une campagne expérimentale visant la compréhension de cet effet-là sera présentée. De surcroît, l'effet de l'ajout du MCP sur l'évolution des propriétés thermiques intrinsèques du mortier sera également abordé au cours de ce chapitre.

Dans un troisième chapitre, à l'échelle du composite 'MCP-TRC', l'effet du taux de MCP, l'effet du type d'imprégnation ainsi que celui de la température sur le comportement mécanique des composites MCP-TRC seront étudiés. Une attention particulière sera portée à la compréhension des phénomènes intervenant à l'échelle de l'interface 'matrice modifiée par l'ajout de MCP/textile' et régissant le comportement mécanique du MCP-TRC à l'échelle macroscopique. L'évolution des propriétés thermiques intrinsèques des composites MCP-TRC sera également abordée.

Dans le quatrième chapitre et à l'échelle de la structure, deux concepts constructifs à caractère innovant intégrant les composites MCP-TRC seront proposés. Le premier concept étant des dalles porteuses légères en MCP-TRC alliant résistance mécanique et efficacité thermique. L'effet du taux de MCP, du taux de renfort ainsi que l'effet de la température [et donc l'état du MCP (solide ou liquide)] sur le comportement mécanique des dalles seront abordés. Le deuxième concept étant des panneaux sandwich à âme en mousse polyuréthane et parements en MCP-TRC alliant légèreté, résistance mécanique et efficacité thermique. L'effet du taux de MCP sur le comportement mécanique des panneaux sera étudié. Des tests d'inertie thermique à la boîte chaude gardée sur les deux concepts proposés permettront d'évaluer les performances thermiques de ces derniers. Une modélisation numérique à vocation de dimensionnement sera proposée à la fin du chapitre afin d'approcher le comportement mécanique et thermique des deux applications visées.

Une conclusion générale et des perspectives de travail futur seront présentées à la fin de ce mémoire.



# **Chapitre I : Etat de l'art**

## **I-1 Introduction**

L'objectif du travail scientifique présenté au cours de cette thèse est de développer un composite textile-mortier à inertie thermique améliorée par incorporation de matériaux à changement de phase dans la matrice cimentaire. Ce composite sera nommé MCP-TRC.

Ce travail ambitionne d'évaluer la faisabilité, les performances mécaniques et thermiques de ce nouveau matériau composite et de la possibilité de l'intégrer dans le cadre de nouveaux concepts constructifs dans le bâtiment.

Cependant, avant de s'intéresser au composite MCP-TRC, une réflexion globale sur les matériaux constituant (MCP+ TRC) ce nouveau matériau composite doit être menée.

Pour cela, dans un premier temps nous nous intéresserons au stockage de chaleur dans un sens large puis aux matériaux à changement de phase plus précisément, à leurs natures, leurs propriétés, leurs techniques d'incorporation et leurs effets sur les matériaux cimentaires après incorporation. Nous recenserons au cours de cette partie les verrous scientifique associés à l'intégration des MCPs dans les matrices cimentaires.

Dans un second temps nous nous intéresserons aux composites TRC, leur émergence, leurs propriétés, leurs champs d'application. Une réflexion quant aux effets potentiels des MCPs sur les composites TRC sera également menée.

## **I.2 Stockage de chaleur**

Divers techniques de stockage de chaleur existent :

### **I.2.1 Stockage par chaleur sensible**

C'est la technique de stockage de chaleur la plus ancienne, elle repose sur l'utilisation d'une source de chaleur afin de faire élever la température d'un matériau sans lui faire changer de phase. La quantité de chaleur stockée repose essentiellement sur la masse ainsi que la chaleur spécifique du matériau.

L'énergie emmagasinée dans un matériau de masse ( $m$ ) et de chaleur spécifique ( $C_p$ ) dont la température a été élevée de la température  $T_1$  (°C) vers  $T_2$  (°C) se calcule comme suit :



$$Q_{\text{stockée}} = m \times C_p \times (T_2 - T_1) \quad (\text{I-1})$$

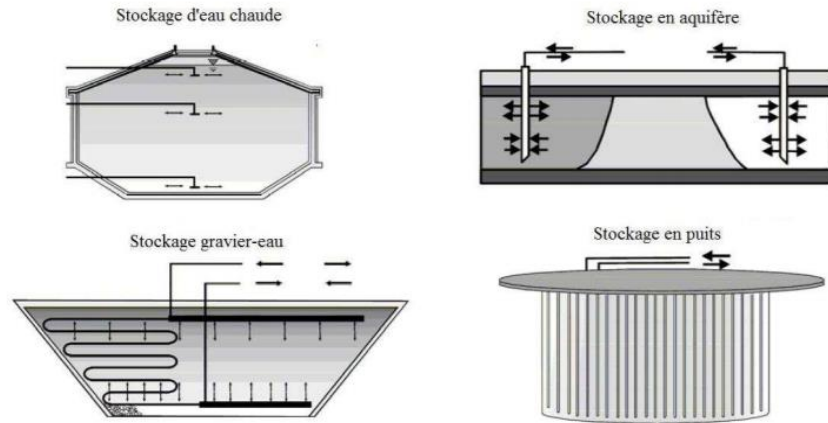
Le **tableau I-1** illustre les propriétés physiques de quelques matériaux utilisés pour le stockage de chaleur sensible

	$\lambda$ (W/m.K)	$C_p$ (350°C) (J/kg.K)	P (kg/m <sup>3</sup> )
Eau liquide (0°C < T < 100°C)	0.6	4186	1000
Eau vapeur (T= 300°C)	0.04	2.026	0.3652
Granite	2.79	775	2630
Céramique réfractaire (programme WESPE, T < 400°C)	1.35	866	3500
Béton haute température (programme WESPE, T < 400°C)	1	916	2750
Béton haute température (Programme WANDA, T < 400°C)	1.3	1100	2250

**Tableau I-1** Propriétés physique de quelques matériaux utilisés pour le stockage de chaleur sensible (Laghzaoui. A, 2010 [18])

Le principal inconvénient de ce type de systèmes de stockage porte sur la nécessité de volumes importants de matériaux pour augmenter les quantités de chaleur emmagasinée, en plus des possibilités de déperdition de chaleur à travers le matériau utilisé du fait de la mauvaise isolation ainsi que l'usure avec le temps du système de stockage.

Le stockage inter-saisonnier d'eau chaude par exemple (**figure I-3**) est l'un des procédés les plus courants du stockage par chaleur sensible, ce dernier peut prendre différentes formes : stockage gravier-eau, stockage en puits, stockage en réservoirs et stockage en aquifères, .....



**Figure I-3** Stockage inter-saisonnier d'eau chaude

Des ouvrages récents puisent leur réserve en énergie du stockage de chaleur sensible d'eau en aquifère tel que le siège du parlement allemand à Berlin qui s'alimente de cette eau pour couvrir 12% de ces besoins annuels en chaud [19].

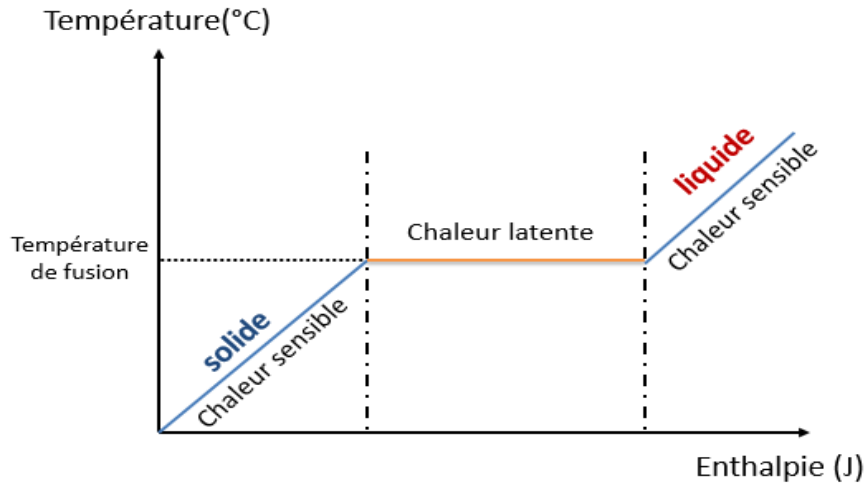
### I.2.2 Stockage par chaleur latente

Ce mode stockage d'énergie permet d'emmagasiner de l'énergie due au changement de phase d'un matériau d'un état à un autre par effet de chaleur latente. Ce changement d'état se passe à une température constante (lorsque le matériau est pur) nommée température de changement de phase.

Les changements de phase possibles sont : gaz/liquide, gaz/solide, solide/solide et solide/liquide, cependant la transition solide/liquide est la plus intéressante du fait du faible changement volumique engendré par cette transition (moins de 10% de changement en volume) et à la forte chaleur latente emmagasinée dans une plage très étroite de variation de température.

Lors d'un changement de température, un matériau stocke/libère en premier lieu de la chaleur sensible, dès qu'il atteint une température de changement d'état il stocke ou libère de la chaleur en fonction de la nature de la transition puis lorsque la température du milieu est supérieure/inférieure à la température de changement de phase il re-stocke/re-libère de l'énergie sous forme de chaleur sensible.

La **figure I-4** illustre l'évolution de l'enthalpie en fonction de la température lors d'un changement d'état solide/liquide d'un matériau.



**Figure I-4** Enthalpie vs température lors d'un changement d'état solide/liquide

L'énergie stockée s'écrit :

$$Q_{\text{stockée}} = m C_{p_s} (T_f - T_0) + m L_f + m C_{p_l} (T_1 - T_f) \quad (\text{I-2})$$

$m$  est la masse du matériau,  $C_{p_s}$  est sa chaleur spécifique à l'état solide,  $C_{p_l}$  est sa chaleur spécifique à l'état liquide,  $L_f$  est la chaleur latente de changement de phase.

Le premier terme de l'équation (I-2) désigne la chaleur sensible stockée lors de l'élévation de la température du matériau qui est toujours à l'état solide, le second désigne l'énergie emmagasinée par chaleur latente de changement phase où l'on voit sur la **figure I-4** l'enthalpie du matériau croître très sensiblement à une température constante, le troisième terme désigne la chaleur sensible stockée lors de l'élévation de la température du matériau qui est cette fois-ci à l'état liquide.

La présentation des deux procédés de stockage de chaleur a montré que le stockage par chaleur latente présente l'avantage de pouvoir emmagasiner des énergies conséquentes sous forme de chaleur latente à de faibles plages de variation de température. Cela peut s'avérer être très intéressant dans le cas d'une application dans le bâtiment, d'autant plus lorsque la température de changement de phase des matériaux utilisés correspond à la plage de température de confort dans l'habitat.

Les matériaux exploitant le concept de stockage par chaleur latente seront plus communément nommés Matériaux à Changement de Phase ou MCP.

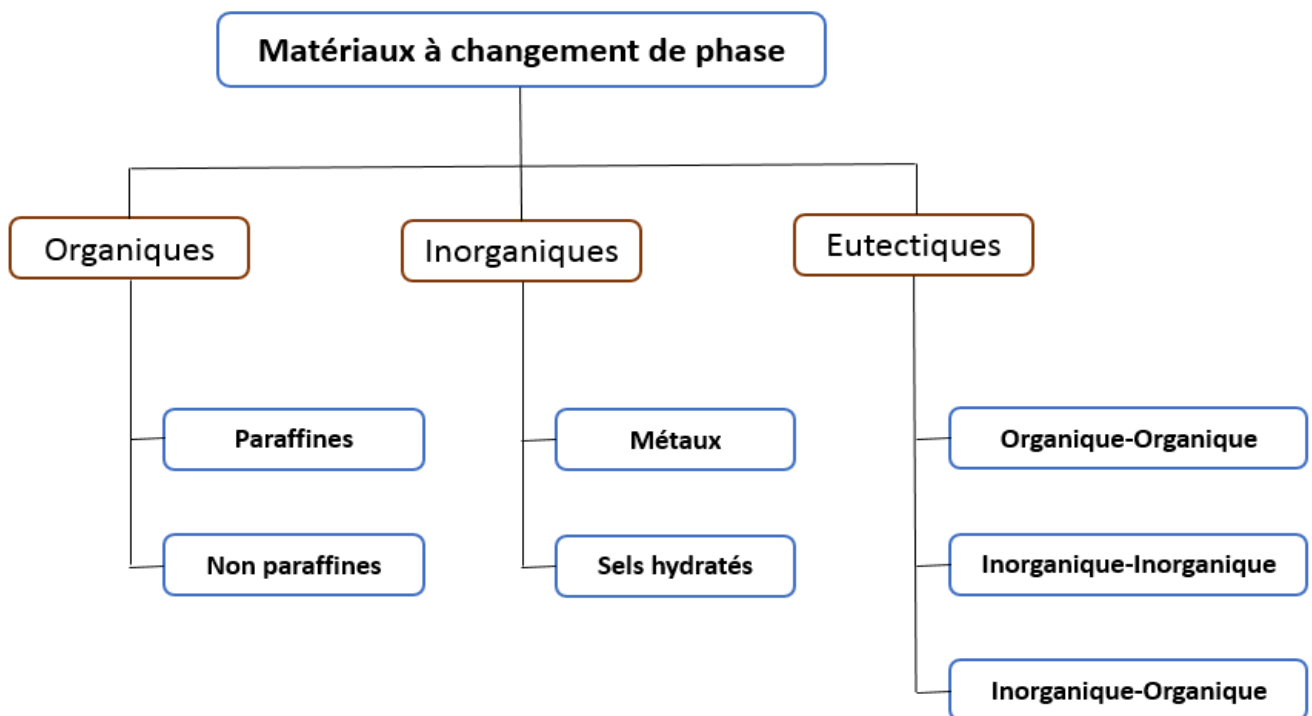
### I.3 Les matériaux à changement de phase (MCPs)

Le concept de matériaux à changement de phase (MCP) dans l'industrie du bâtiment repose sur un principe physique simple : lorsque la température environnante extérieure est supérieure à la température de fusion du MCP, ce dernier change d'état de solide vers liquide emmagasinant de l'énergie qui peut être restituée lorsque la température environnante chute et que le MCP repasse de l'état liquide vers l'état solide, ce changement de phase liquide/solide et vice versa permet d'adoucir l'air ambiant dans l'habitat en période chaude, et de le réchauffer en période froide.

Dans cette optique, les MCPs se sont imposés comme de sérieux candidats pour améliorer le confort thermique dans l'habitat et, à terme, la conception de bâtiments à faible consommation énergétique.

#### I.3.1 classification des matériaux à changement de phase (MCPs)

Les matériaux à changement de phase se subdivisent en trois grandes familles (**figure I-5**) : les MCPs organiques, les MCPs inorganiques ainsi que les MCPs eutectiques [20].



**Figure I-5** Classification des matériaux à changement de phase [20]

### I.3.1.1 Matériaux à changement de phase inorganiques

La famille des MCPs inorganiques comprend : les métaux, les sels et les sels hydratés .Ils existent sur une large gamme de température de changement de phase allant de 10 à 100°C. Les MCPs de cette famille sont caractérisés par une forte chaleur latente de changement de phase, une conductivité thermique élevée et une très faible variation de volume lors du changement de phase [21,22,23].

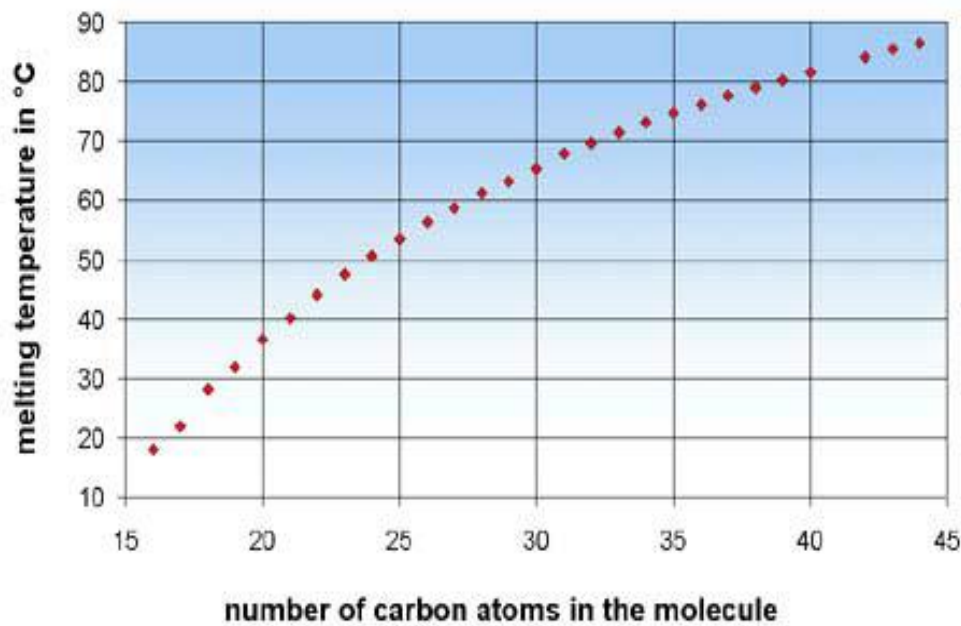
Malgré le fait que la température de changement de phase de cette famille de MCP peut coïncider avec la température de confort dans l'habitat [22 à 25°C], son principal et non des moindres inconvénient est le phénomène de surfusion inhérent à ce type de MCP. La surfusion apparaît lorsque le matériau se maintient à l'état liquide alors que sa température est sous le seuil de fusion du fait d'un retard de cristallisation du matériau. Cela peut engendrer une restitution différée de la chaleur stockée lors de la phase de fusion, et parfois même la non restitution de cette chaleur lorsque la température de solidification est largement inférieure au seuil de fusion. Le phénomène de surfusion dépend de plusieurs facteurs tel que : la vitesse de chauffage/refroidissement du matériau, le nombre de cycle de chauffage /refroidissement ainsi que la pression environnante. Sharma et al [24] ont proposé l'ajout d'agents de nucléation pour faciliter la cristallisation du matériau en phase de solidification afin d'inhiber ce phénomène, cela a permis de le limiter quelque peu mais pas de le stopper pour quelques MCP inorganiques.

### I.3.1.2 Matériaux à changement de phase organiques

La famille des MCPs organiques comprend les MCPs paraffiniques et MCPs non paraffiniques

A- Les MCPs organiques paraffiniques sont des dérivés des hydrocarbures [25] de type alcanes de formule  $C_nH_{2n+2}$  [26]. Ils se présentent sous forme de chaîne (hydrocarbures n-paraffiniques) ou de branches (hydrocarbures iso-paraffiniques). La paraffine est sans saveur et non toxique.

La chaleur latente ainsi que la température de changement de phase des paraffines augmentent avec la longueur de leurs chaînes moléculaires. L'augmentation du nombre des atomes de carbone de 1 à 100 fait croître l'énergie emmagasinée de 58 à 285kJ/kg et la température de changement de phase de 90 à 390°C (**figure I-6**) [26]



**Figure I-6** Evolution de la température de changement de phase en fonction du nombre d’atomes de carbone des MCPs organiques paraffiniques [26]

La chaleur emmagasinée par les MCPs à base de paraffines exploités actuellement dans l’industrie de la construction varie entre 180kJ/kg et 230kJ/kg, ce qui est considérable par rapport à la majorité des matériaux de construction. De surcroit les MCPs paraffiniques ont l’avantage de ne présenter que peu (ou pas) de surfusion, d’être stables chimiquement et d’avoir une faible variation volumique lors du changement de phase (de l’ordre de 10 à 15%). Leur principal inconvénient est leur faible conductivité thermique qui altère ainsi leur taux de stockage/déstockage de chaleur. Cette limite peut être atténuée en augmentant leur surface d’échanges à travers un conditionnement adéquat. De plus, ces MCPs étant des dérivés des hydrocarbures ne sont pas en phase avec les critères du développement durable et de l’écoconstruction.

Le **tableau I-2** résume les propriétés physiques de quelques MCPs organiques paraffiniques

	<b>MCP organique paraffiniques</b>			
	Tétradécane	Héxadécane	Octadécane	Eicosane
Formule	$C_{14}H_{30}$	$C_{16}H_{34}$	$C_{18}H_{38}$	$C_{20}H_{42}$
Température de Fusion (°C)	5,5	16,7	28	36.7
Chaleur latente (kJ/kg)	226	237	244	247
Conductivité (W/m°C)	0.15	0.15	0.15	0.15
Capacité spécifique (kJ/kg°C)	2.07	2.11	2.16	2.21
Masse volumique liquide (kg/m <sup>3</sup> )	825	835	814	856
Masse volumique solide (kg/m <sup>3</sup> )	771	776	774	778
Retard à la solidification (°C)	Aucun	Aucun	Négligeable	Négligeable
Pression de vapeur (Pa)	133 à 75°C	133 à 105°C	133 à 75°C	Aucun
Tension superficielle (N/m)	24,7.10 <sup>-3</sup>	3,4	27,4.10 <sup>-3</sup>	-
Viscosité (Cp)	2,1	-	3,4	-

**Tableau I-2** Propriétés physiques de quelques MCP organique paraffiniques

B- La famille des MCPs organiques non paraffiniques comprend les acides gras, les esters gras, les alcools et les glycols [27]. Les MCPs issus de cette famille ne sont pas tirés des dérivés du pétrole.

Les acides gras par exemple sont extraits des huiles animales et végétales, leur formule chimique générale est :  $C_n(CH_2)_{2n}COOH$  [28].

Les esters gras sont issus de l'estérification directe des acides gras ce qui permet d'en séparer les huiles végétales. Ils existent sous différentes formes telles que le stéarate de vinyle, le stéarate de butyle, le méthyl hexadécanoate (utilisé au cours de cette thèse), Le palmitate d'isopropyle [21,28]

Cette famille de MCP a d'excellentes caractéristiques en termes de stockage d'énergie sans surfusion. De surcroit ces matériaux ne sont pas dérivés des hydrocarbures ce qui leur confère un intérêt particulier en termes de réduction de l'empreinte environnementale. Leur principal inconvénient est également leur faible conductivité thermique.

Le **tableau I-3** résume les propriétés physiques de quelques MCP organiques non paraffiniques

	<b>MCP organique non paraffiniques</b>		
	Polyéthylène Glycol (PEG)	Acide citrique	Tristéarine
Formule	HOCH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> OH	CH <sub>2</sub> COOH	(C <sub>17</sub> H <sub>35</sub> CO <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> C <sub>3</sub> H <sub>5</sub>
Température de Fusion (°C)	20 – 25	16,7	56
Chaleur latente (kJ/kg)	146	187	191
Conductivité (W/m°C)	0.16	0.18	0.15
Capacité thermique massique (kJ/kg °C)	2.26	2.04	2.16
Masse volumique liquide (kg/m <sup>3</sup> )	1.1	1.05	0.85
Retard à la solidification (°C)	Aucun	15	Aucun
Pression de vapeur (Pa)	0,7.10 <sup>-3</sup> à 100°C	1520 à 20°C	133 à 105°C
Tension superficielle (N/m)	44,3.10 <sup>-3</sup>	27,42.10 <sup>-3</sup>	/
Viscosité (Cp)	11,5	1,31	18,5

**Tableau I-3** Propriétés physiques de quelques MCP organique non paraffiniques

### I.3.1.3 Matériaux à changement de phase eutectiques

Les MCPs eutectiques sont issus d'un mélange de deux composants de matériaux à changement de phase (inorganique-inorganique, organique–organique, inorganique-organique).

Le problème de surfusion (de l'ordre de 15 à 30°) limite l'application de ce type de MCP dans le confort thermique de l'habitat. Parmi leurs autres inconvénients, on peut également citer leur caractère très corrosif vis-à-vis d'un large éventail de matériaux de construction [29].

### I.3.2 Incorporation et conditionnement des MCPs dans les matériaux de construction

Afin d'assurer l'intégration des MCPs dans les matériaux et systèmes constructifs, leur conditionnement dans des conteneurs est hautement souhaitée, ces conteneurs doivent assurer :

- Une compatibilité chimique avec le matériau à changement de phase (inertie de l'un par rapport à l'autre).



-L'étanchéité nécessaire pour éviter toute fuite du MCP en dehors du conteneur lors de la transition solide/liquide.

-La flexibilité nécessaire pour absorber le changement de volume, très variable en fonction du type de MCP lors du changement d'état solide/liquide.

Les techniques les plus utilisées pour l'intégration des MCPs sont les suivantes :

### I.3.2.1 Macroencapsulation

La technique de macroencapsulation consiste à intégrer les MCPs dans des macrocapsules avant d'être incorporés dans les matériaux et systèmes constructifs destinataires. Les macrocapsules peuvent avoir la forme de sacs, bouteilles de plastique, sachets, panneaux (**figure I-7**). Les conteneurs ont en général une forte conductivité thermique afin d'augmenter les taux d'échanges thermiques (stockage / restitution) et sont rigides afin de limiter les risques de fuite du MCP lors du changement de phase solide/liquide.



**Capsules en métal**



**Capsules sphériques**



**Plaques en aluminium**



**Conteneurs en plastique**



**Capsules cylindriques**



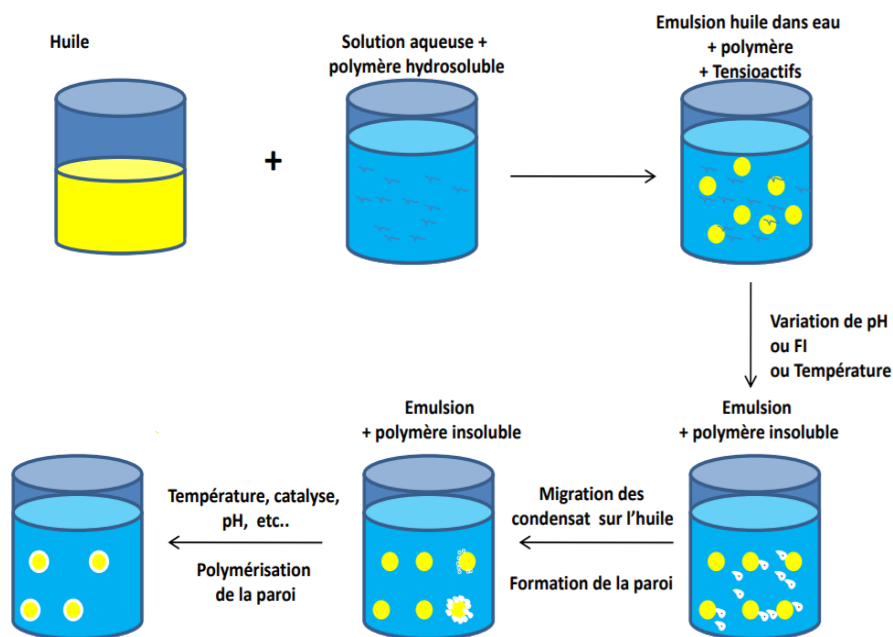
**Sacs en plastique ou aluminium**

**Figure I-7** Divers technique de macroencapsulation des MCPs

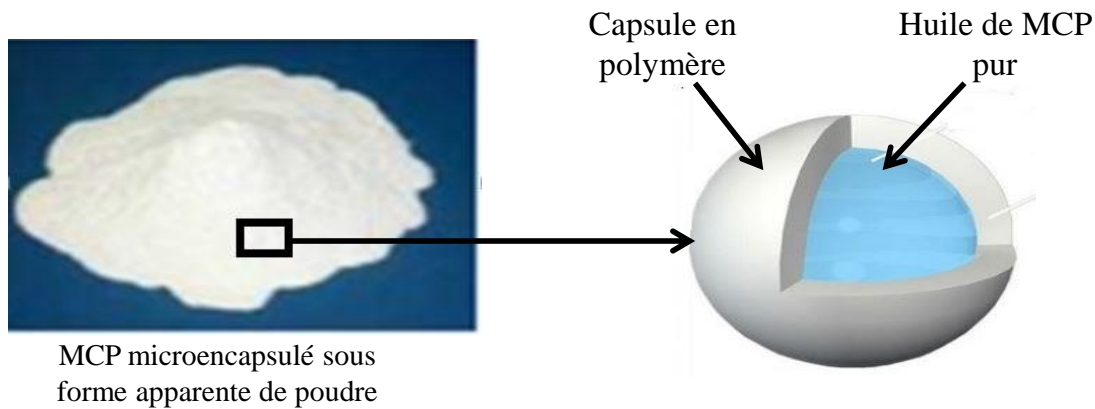
### I.3.2.2 Microencapsulation

La technique de microencapsulation a pour but d'emprisonner le matériau à changement de phase dans des sphères de diamètres allant de 5 à 300 $\mu\text{m}$ , avant d'être incorporées dans le matériau ou système constructif destinataire. Les sphères (capsules) sont généralement en polymère tel que la mélamine formaldéhyde.

La technique de microencapsulation consiste à préparer une émulsion d'huile (le MCP) plus polymère dans l'eau, un tensioactif est ensuite ajouté au mélange avec un catalyseur (variation de PH, variation température, variation de pression). Cela permet la migration d'un condensat de polymère à l'interface huile/eau formant ainsi les microcapsules du MCP, **figure I-8 (a et b)**. Cette technique est la plus adaptée en vue d'une intégration des MCPs dans les matériaux de construction tels que le béton. En effet la forme des MCPs microencapsules peut être assimilée à des additions de granulats fins. De surcroit, le caractère stable de la majorité des polymères utilisés pour la microencapsulation des MCPs après plusieurs cycles de chauffage/refroidissement est un atout pour assurer la durabilité du confort thermique.



**a-** Procédé général de microencapsulation



**b-** Image illustrative du MCP microencapsulé

**Figure I-8** Schématisation (a) du procédé de microencapsulation et (b) du MCP microencapsulé

### I.3.2.3 Incorporation directe

L'incorporation directe consiste à intégrer directement le MCP dans le matériau de construction ou le système constructif destinataire sans procéder au préalable à un pré-conditionnement (microencapsulation ou macroencapsulation). L'inconvénient majeur de cette technique est la possible fuite du MCP lors de son passage à l'état liquide du matériau ou système constructif destinataire en cas d'une faible étanchéité [4]. De plus dans le cas d'incorporation du MCP dans les liants hydrauliques comme le plâtre ou le béton cela peut inhiber le phénomène d'hydratation [30].

### I.3.2.4 Immersion

Cette technique consiste à immerger le matériau destinataire durci dans un bain de MCP en phase liquide, le MCP pénétrera par capillarité dans son réseau poreux [5]. Cette technique a le même inconvénient que la technique d'incorporation directe

## I.3.3 Etat de l'art sur l'intégration des MCPs dans l'enveloppe du bâtiment

### I.3.3.1 Intégration des MCPs dans des plaques isolantes

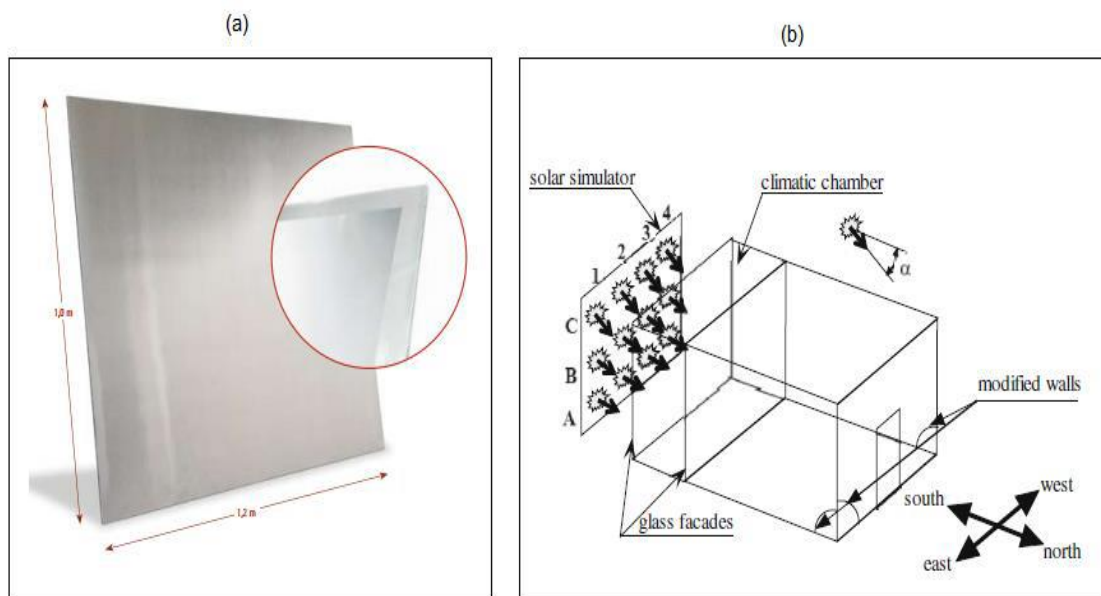
Kuznik et al [31,32] ont développé le concept de plaques isolantes en MCP. Ces plaques sont constituées d'un mélange de polymère (éthylène) et de paraffine à un taux de 60% (MCP organique), le mélange est enveloppé par deux couches minces d'aluminium (macroencapsulation). L'épaisseur des plaques est de 5.6 mm (**figure I-9**).

La paraffine incorporée dans la plaque est caractérisée par une température de changement de phase de 21°C.

Les plaques isolantes développées ont vocation à être intégrées par collage dans les parois internes de l'habitat dans l'objectif d'augmenter le confort thermique.

Les résultats sur des cellules expérimentales (3.1 m x 3.1 m x 2.5 m) avec et sans intégration des plaques isolantes dans les parois intérieures des cellules ont montré que les cellules avec plaques isolantes exhibent une réduction de la température d'air à l'intérieur des cellules test de l'ordre de 4.2°C par rapport aux cellules témoins sous sollicitation thermique équivalente.

Actuellement ce concept de plaques isolantes est commercialisé par l'entreprise Dupont de Nemours sous le nom de panneau Energain.



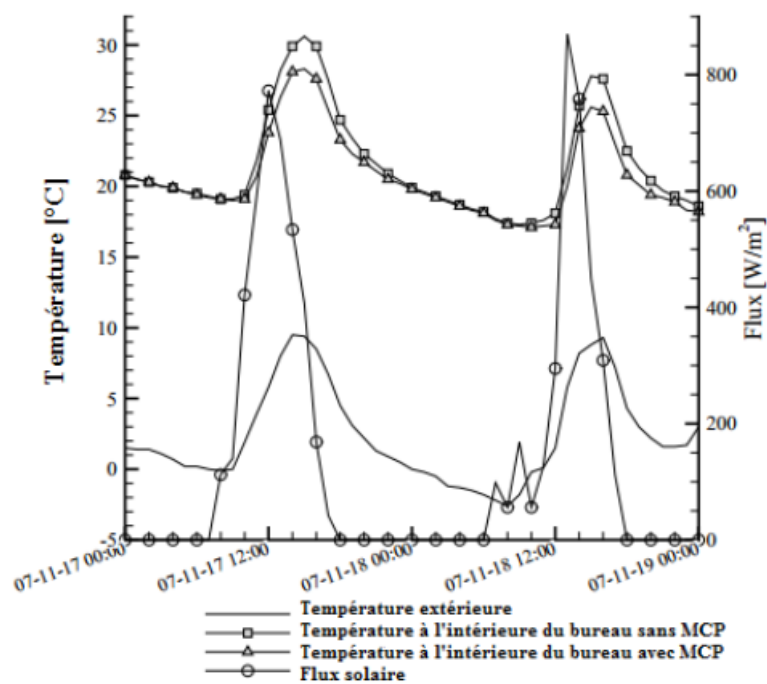
**Figure I-9** Isolation par plaque isolante à base de MCP Kuznik [31,32]

Les panneaux Energain ont été utilisés pour la réhabilitation d'un bureau du bâtiment Hélios à Lyon [33] (**figure I-10**). Les plaques ont été collées sur les parois latérales ainsi que sur le plafond d'un bureau du bâtiment Ouest sur une surface de 42 m<sup>2</sup>. Les autres bureaux ont été rénovés sans intégrer les panneaux Energain.

Les tests expérimentaux menés entre Février et Décembre 2007 ont montré une réduction de près de 3°C [33] du pic de température en période estivale du bureau rénové en intégrant les panneaux Energain par rapport aux bureaux rénovés sans intégration des panneaux (**figure I-11**).



**Figure I-10** Bâtiment Hélios à Lyon rénové avec intégration des panneaux Energain



**Figure I-11** Résultats des tests expérimentaux de Kuznik [33]

Le bâtiment en verre transparent du palais de Tokyo à Paris (**figure I-12**) a également été rénové en y installant des panneaux Energain dans le faux plafond afin d'augmenter son inertie thermique. A ce jour aucun retour d'expérience n'a été communiqué sur leur rendement.



**Figure I-12** Rénovation du palais de Tokyo à Paris par panneaux Energain

### I.3.3.2 Intégration des MCPs dans les matériaux de construction.

#### I.3.3.2.1 intégration des MCPs dans les matériaux non cimentaires

Castell et al [34] ont étudié l'effet du collage de MCP macroencapsulé dans des panneaux en aluminium (voir **figure I-13**) sur des parois en maçonnerie de type briques alvéolaires et perforées de cellules test avec ou sans isolation en polyuréthane.

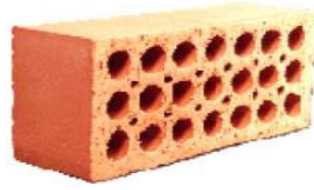
Le MCP utilisé est un MCP organique à base de paraffine de type SP25 (température de changement de phase à 25°C).

Les cellules (2.4 m 2.4 m 2.4 m) témoins sont en briques alvéolaires ou bien perforées avec ou sans isolation en polyuréthane (voir **figure I-14**)

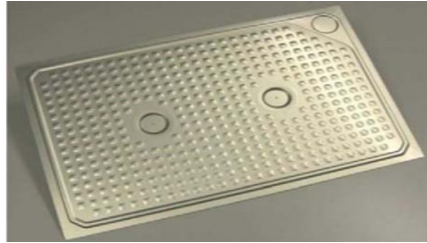
Les résultats des expérimentations menées durant l'été 2008 à Puigverd de Lleida , en Espagne sous sollicitation thermique ambiante ont montré que les cellules intégrant les MCPs ont présenté une réduction des pics de température d'air à l'intérieur des cellules de l'ordre de 1°C (**figure I-15**). De surcroit, les besoins en consommation énergétique ont été réduits de 17% pour les parois en briques alvéolaires tandis qu'ils ont été réduits de 15% pour les parois en briques perforées. Les émissions de gaz à effet de serre ont été réduites de 1.5 kg/an/m<sup>2</sup>.



Brique alvéolaire



Brique perforée



MCP macroencapsulé dans des panneaux

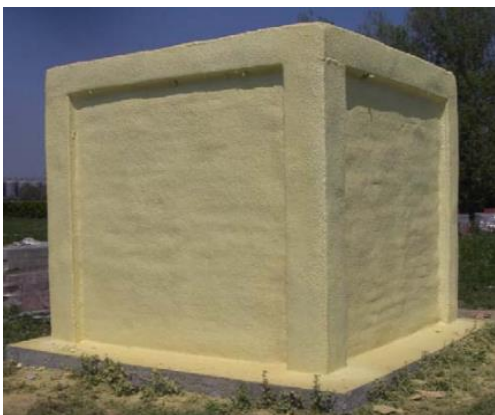
**Figure I-13** MCP et briques utilisées Castell [34]



Cellule en brique alvéolaire



Cellule en brique perforée

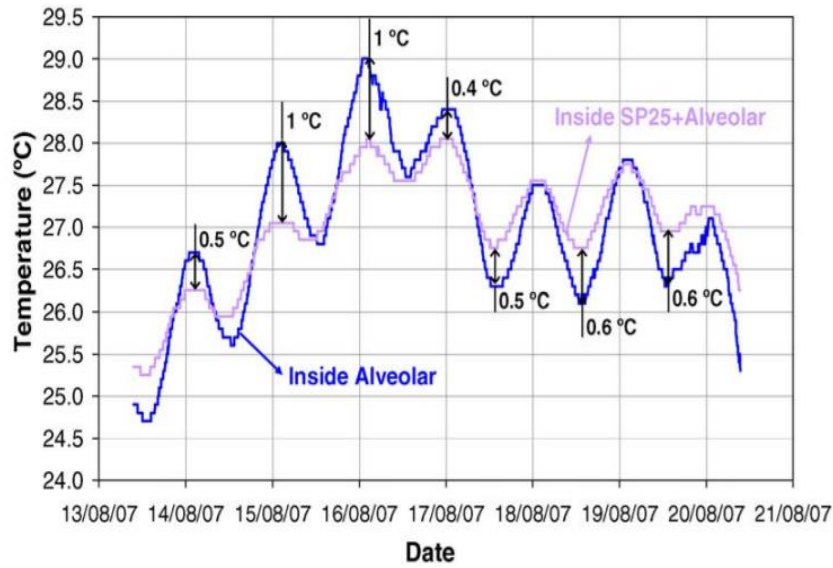


Cellule en brique alvéolaire + isolant



Cellule en brique alvéolaire + isolant +MCP

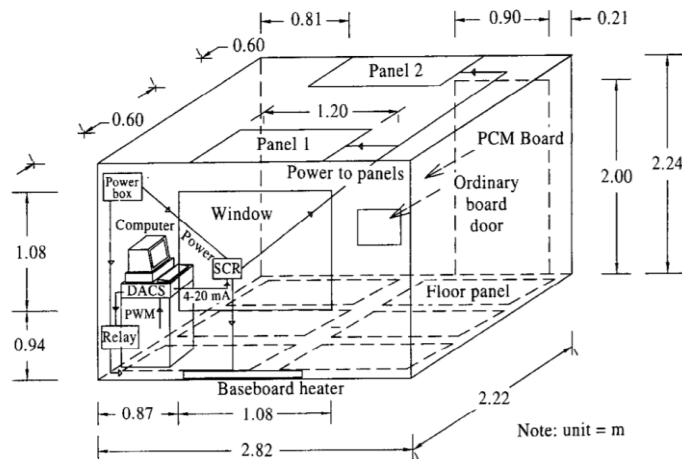
**Figure I-14** Cellules expérimentales réalisées par Castell [34]



**Figure I-15** Température à l'intérieur des cellules en briques alvéolaires avec et sans MCP Castell [34]

Athienitis et al [35] ont réalisé des expérimentations sur des cellules test en béton à l'échelle 1 ( $2\text{ m} \times 2.22\text{ m} \times 2.82\text{ m}$ ), voir schématisation des cellules dans la **figure I-16**. Dans une des cellules réalisées des plaques en plâtre contenant du MCP de type sterate de butyle (MCP organique non paraffinique) à un taux massique de 25% ont été incorporés directement par collage dans les murs intérieurs. Aucune paroi n'a été mise en place dans la cellule témoin.

Les auteurs [35] indiquent que la cellule dans laquelle la plaque en plâtre enduit de MCP a été intégrée a conduit à une réduction des pics de températures intérieures de la cellule de près de  $4^\circ\text{C}$  par rapport à la cellule témoin lors des tests sous sollicitations thermiques ambiantes en saison estivale.



**Figure I-16** Schéma cellule expérimentale Athienitis [35]



#### I.3.3.2.2 Intégration des MCPs dans les matériaux cimentaires

- Hashem J et al [36] ont proposé le concept de plancher en béton incorporant des matériaux à changement de phase.

Les planchers sont en béton dont lesquels des trous ont été réalisés sur toute leurs surfaces et sur une épaisseur de 40% de leur épaisseur totale. Les trous ont été au préalable positionnés dans les moules avant coulage et ont été confectionnés par les auteurs afin de jouer le rôle de réservoir pour stocker le MCP à son état brut (sans microencapsulation), voir **figure I-17**

-Le modèle réduit des planchers (200 mm de long × 200 mm de large × 75 mm d'épaisseur) est présenté **figure I-17**

-Les auteurs [36] ont sollicité au rayonnement solaire pendant 48 h la face du plancher exposée directement aux rayons du soleil (présenté ci-dessous **figure I-17**) en période d'été et sous climat chaud du Koweit. L'autre face non-exposée au rayonnement du soleil n'a été soumise à aucune sollicitation, tous les flux de chaleur latéraux ont été bloqués au cours du test.

Les auteurs ont montré une réduction de près de 17% des flux de chaleur entrants à travers la face non exposée au soleil pour le plancher intégrant les MCPs par rapport à un plancher témoin (sans MCP).

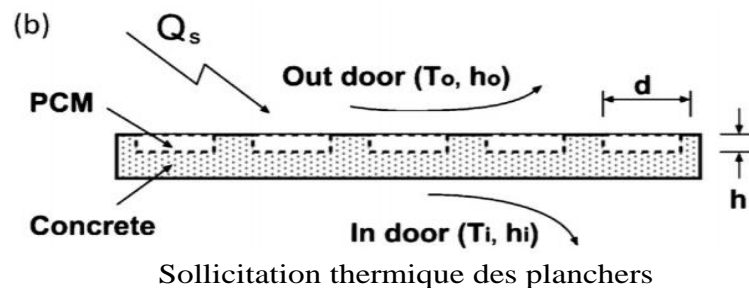
En outre, les auteurs ont également présenté une étude d'optimisation pour déterminer les diamètres, espacements et profondeurs optimaux des trous incorporés dans les planchers.



Plancher en béton intégrant les trous ou seront introduits le MCP



Plancher en béton avec MCP



**Figure I-17** Plancher en béton avec incorporation des MCP [36]

-Castellon et al [37] ont été parmi les premiers à tester l'effet de l'ajout de MCP microencapsulé dans la formulation même des bétons sur le comportement thermique de ces derniers. Pour cela des cellules test ont été construites (2 m x 2 m x 0.12 m), ces cellules ont une épaisseur de 12 cm et sont implantées à Puigverd de Lleida, en Espagne (**figure I-18**).

La première cellule a été construite en béton ordinaire (sans MCP), la seconde en béton modifié par l'ajout de MCP à un taux massiques de 5% par rapport au poids du ciment. Le MCP ajouté est connu sous le nom commercial Micronal DS [38], commercialisé par BASF, avec une température de changement de phase de 26°C et une chaleur latente de 110kJ/kg.

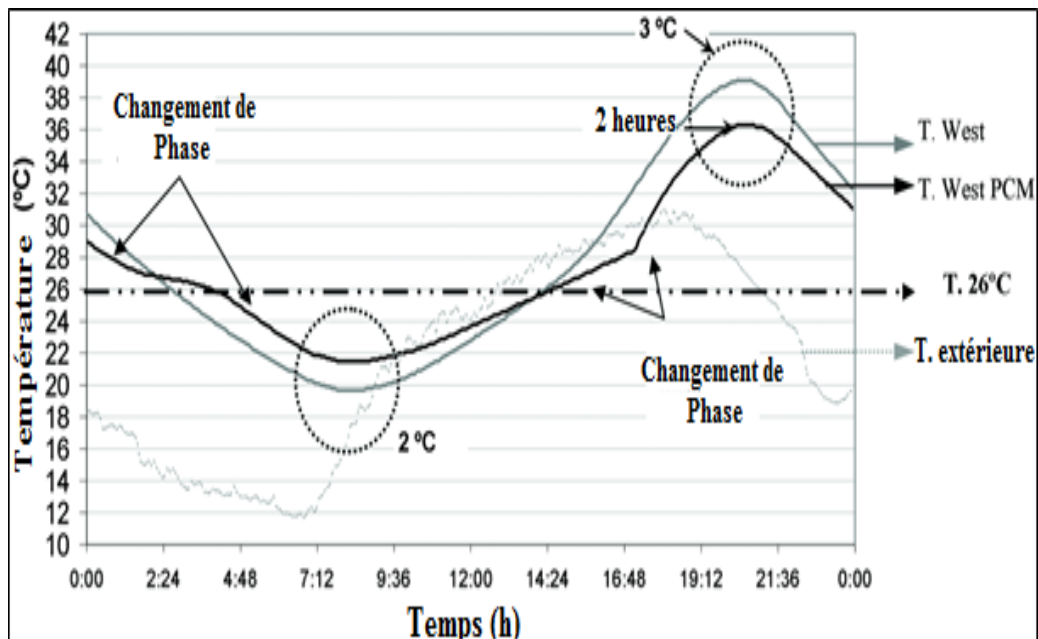
Dans une première série d'essais, durant l'été 2005, les cellules de test avec et sans MCP ont été expérimentées sous sollicitation thermique ambiante en gardant les fenêtres fermées toute la journée. Les résultats ont montré une réduction de la température intérieure des cellules avec MCP de l'ordre de 1°C par rapport aux cellules témoins.

Dans un second temps, les fenêtres ont été ouvertes pendant la nuit et un système de ventilation nocturne a été installé à l'intérieur de toutes les cellules. Les résultats ont montré dans ce cas une réduction des pics de température de l'ordre de 3°C, en plus d'un déphasage (un retard) de l'occurrence des pics de l'ordre de 2h (voir **figure I-19**). Cela s'explique par le fait que l'ouverture nocturne des fenêtres a permis au MCP de pouvoir se solidifier la nuit et

par conséquent de pouvoir stocker de la chaleur lorsqu'il re-fusionnera le matin lorsque la température extérieure dépassera son seuil de fusion et donc exploiter au maximum son potentiel d'absorption de chaleur. A contrario, les cellules ou les fenêtres ont été maintenues fermées n'ont pas permis au MCP de totalement se solidifier pendant la nuit et de ce fait, ne pas exploiter au mieux son potentiel d'absorption de chaleur lors de la phase de fusion.

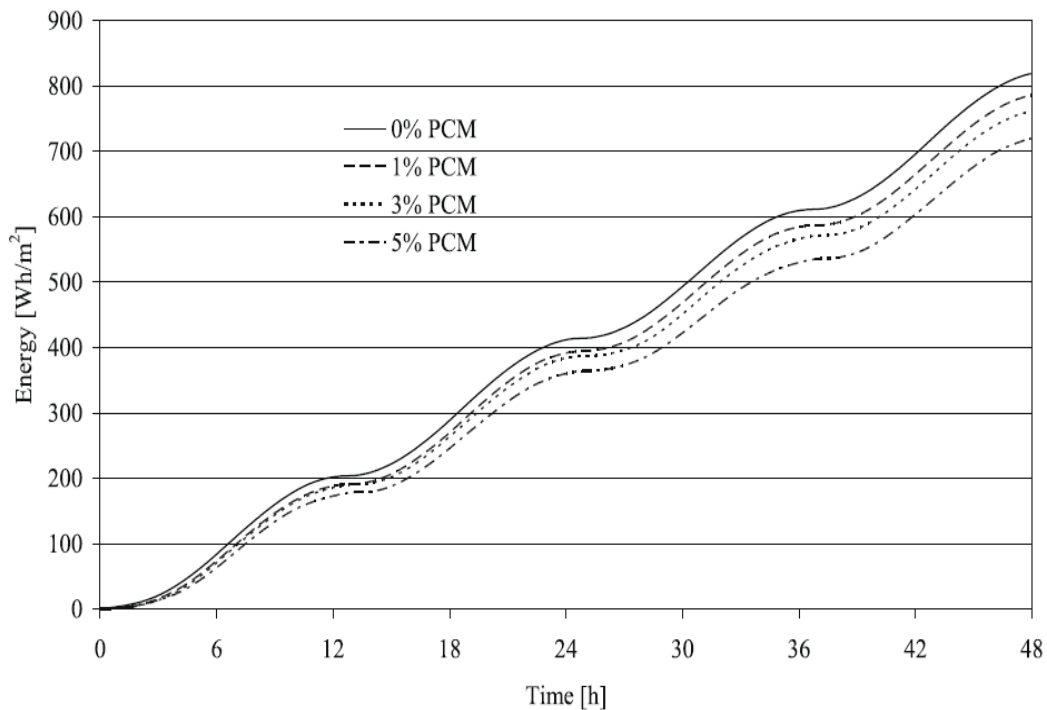


**Figure I-18** Cellules de test réalisées par Castellon [37]



**Figure I-19** Résultats des tests thermiques avec fenêtres ouvertes [37]

-Hunger et al [39] ont constaté une augmentation de la masse thermique de mélanges de béton modifiés avec l'ajout de différentes quantités de MCP de type Micronal microencapsulé (à des taux massiques de 1,3 et 5% du poids du béton) en remplacement des agrégats fins lors d'un test de calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Les auteurs ont également réalisé des simulations numériques sur des échantillons de béton (200 mm de longueur  $\times$  200 mm de large  $\times$  30 mm d'épaisseur) aux différents taux de MCP et soumis à une excitation de température sinusoïdale variant de 18.5°C à 28°C sur une de leur face. La face parallèle et opposée à l'excitation ayant été maintenue à 23°C. Les auteurs indiquent une économie d'énergie de 12% pour maintenir la température à 23°C sur la face opposée à l'excitation thermique pour les échantillons modifiés par l'ajout de MCP à un taux massique de 5% par rapport aux échantillons en béton ordinaire (voir **figure I-20**).



**Figure I-20** Energie calculée par Hunger [39] pour maintenir une température de 23°C dans les échantillons en béton modifiés par différents taux de MCP

-Thiele [40] a examiné les économies d'énergie annuelles réalisées en ajoutant du MCP aux formulations des murs extérieurs en béton d'une maison familiale moyenne à Los Angeles et a déterminé qu'une réduction de l'ordre de 53% des besoins annuels en refroidissement est possible pour une fraction de MCP ajoutée de 10% du volume du béton .

### I.3.4 Effet de l'ajout de MCP sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaire

La section précédente a montré l'intérêt de la modification des formulations des mortiers/ bétons par l'ajout de MCP dans le but d'augmenter le confort thermique et que la méthode de microencapsulation des MCPs était la plus adaptée pour cela. Cependant, bien que les bétons modifiés par l'ajout de MCP aient déjà commencé à prouver leur intérêt en termes d'inertie thermique par rapport aux bétons ordinaires, il convient d'analyser leur comportement mécanique ainsi que l'évolution de leur microstructure, d'autant plus que l'application visée dans le cadre de cette thèse est le développement de composites MCP-TRC dont le comportement mécanique est régi par l'interaction entre le textile et la matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP.

Hunger et al [39] ont rapporté des baisses de 30%, 52% et 70% de résistance mécanique à la compression pour des mélanges de béton avec respectivement 1%,3% et 5% en poids de MCP ajoutés et testés à une température de 20°C

Yang [12] a également constaté que l'augmentation du taux de MPC microencapsulé dans les matériaux cimentaires conduisait à une dégradation de leurs performances mécaniques à même température fixe de 20°C durant des test de compression et a constaté que la méthode de remplacement qui consiste à substituer une partie des agrégats fins du béton par des microcapsules de MCP ne procure pas un gain significatif de résistance mécanique par rapport à la méthode d'addition directe du MCP.

Drissi et al [19] ont constaté une résistance mécanique à la compression plus élevée de l'ordre de 6% pour des bétons modifiés par l'ajout de MPC microencapsulé sous forme saine (non endommagée) par rapport au mêmes bétons modifiés par l'ajout de particules MCP pré-endommagées avant inclusion dans les bétons et ce pour différents taux d'ajouts de MCP et à une température fixe de 20°C durant les tests mécanique.

Pielevar et al [48] ont constaté une dégradation de la résistance mécanique à la compression d'échantillons en béton-MCP lorsque leur température est supérieure au seuil de fusion des MCP (MCP à l'état liquide) et cela pour des échantillons en béton-MCP testés à des températures respectives de 20°C (inférieure au seuil de fusion) et 40°C (supérieure au seuil de fusion)

A ce jour, peu d'études se sont penchés de manière approfondie sur les constatations de Pielevar [48] et ont étudié attentivement l'influence de l'état des MCPs microencapsulés

(solide ou liquide) sur les caractéristiques mécaniques des matériaux cimentaires modifiés par l'ajout de MCP.

La grande majorité de la communauté scientifique [41, 42, 43 et 44] confirme que l'ajout de MCP microencapsulé dégrade les performances mécaniques des matériaux cimentaires. Cependant, peu d'études ont tenté d'expliquer la dégradation sensible des caractéristiques mécaniques résultant de l'ajout de petites quantités de MCP. Hunger [39], Fernandes [45] et Drissi [19] ont suggéré qu'en plus du comportement fragile du MCP, l'endommagement possible des capsules de MCP lors de la phase de préparation et de malaxage du béton peut induire la fuite du MCP par des microcapsules et ainsi perturber la réaction d'hydratation. Dehdezi [46] a pointé la possible décomposition et endommagement des microcapsules de MCP lors de l'occurrence d'un chargement mécanique comme possible raison de ces dégradations drastiques de résistance mécanique des bétons modifiés par l'ajout de MCP. Cao [47] a suggéré que l'ajout de MCP peut augmenter la porosité ainsi que le taux de bulles d'air dans la microstructure des bétons.

Cette brève revue de la littérature souligne que les explications rapportées quant à la dégradation des propriétés mécaniques des bétons modifiés par l'ajout de MCP ne sont pas toujours convergentes. Il est clair que des études complémentaires sont requises pour fournir les descriptions phénoménologiques des interactions existantes entre MCP et matrice cimentaire pouvant expliquer de manière plus convaincante la dégradation des performances mécaniques à l'échelle macroscopique, d'autant plus qu'une connaissance bien plus approfondie de l'effet des MCPs sur la microstructure des matrices cimentaires est nécessaire afin d'appréhender le comportement mécanique des composites MCP-TRC dont l'efficacité dépendra pour large part de l'interaction 'matrice/textile'.

De surcroît, il n'existe pas à notre connaissance d'études ayant fourni des explications phénoménologiques sur l'effet de l'état du MCP (solide ou liquide) sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaire modifiés par l'ajout de MCP. Dès lors, des travaux sur ce volet sont nécessaires dans l'optique du développement de composites MCP-TRC dont les propriétés mécaniques pourraient également être impactées par l'état du MCP microencapsulé ajouté dans la matrice.

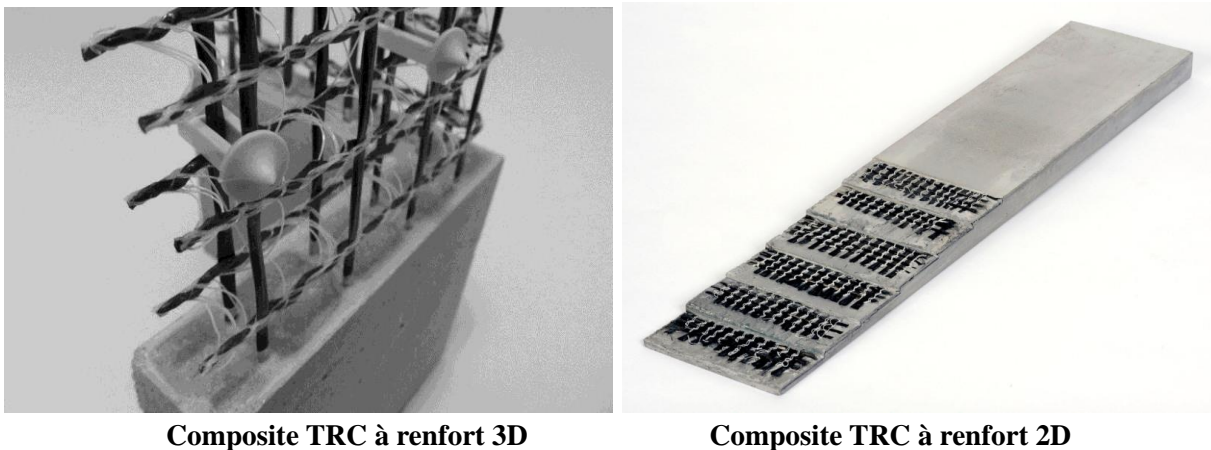
Les sections précédentes ont porté sur la description des matériaux à changement de phase, leurs classifications, leurs techniques d'incorporation ainsi que leur intégration dans l'enveloppe du bâtiment et plus précisément dans les matériaux de construction. Il a

également été montré que la technique de microencapsulation des MCPs est la plus adaptée en vue d'une intégration dans les matrices cimentaires, ce qui correspond à l'application visée au cours de cette étude. Une description de l'état de l'art actuel sur l'effet des MCPs sur les propriétés thermique et mécanique des matériaux cimentaire a également été présentée.

Il convient à ce stade de la revue bibliographique d'avoir une vision plus approfondie des composites textile-mortier (TRC).

#### **I.4 Composites Textile-mortier (TRC), définition, constitution**

Le composite textile-mortier (TRC) est composé d'une matrice cimentaire renforcée par une ou plusieurs couches de textile 2D étroitement espacées les unes des autres, ou bien d'une ou plusieurs couches de textile 3D [49] (**figure I-21**), le cas échéant en mobilisant des fibres courtes. Cette association permet d'allier la très bonne résistance des matrices cimentaires en compression avec la très bonne tenue des renforts textiles en traction.



**Composite TRC à renfort 3D**

**Composite TRC à renfort 2D**

**Figure I-21** Composites TRC à renfort 2D et 3D

Bien que le béton représente un des matériaux les plus utilisés dans l'industrie de la construction, il présente l'inconvénient de contribuer considérablement lors de son processus de production aux émissions de CO<sub>2</sub>. L'émergence récente des composites TRC constitue une alternative très intéressante en vue d'une réduction de la consommation de matrices cimentaires à travers leur renforcement par des armatures textiles non corrosives réduisant ainsi sensiblement les épaisseurs nécessaires d'enrobages. En outre les structures en TRC ont plusieurs atouts dont :

1-La légèreté de ce type de structures.

2-Ce sont des structures peu onéreuses du fait de la substitution d'armatures en acier par des armatures textiles.

3- Ce sont des structures compatibles avec les technologies de préfabrication modernes.

4-Ce sont des structures alliant résistance mécanique (traction+ compression) et souplesse.

5-Des structures de formes complexes peuvent être réalisées avec ce type de composites telles que les structures incurvées en coques dû à la flexibilité et maniabilité du renfort textile

#### I.4.1 Types de matrices cimentaires utilisées dans les composites TRC

Les matrices cimentaires utilisées pour la confection des TRCs doivent permettre une mise en œuvre aisée du renfort textile et assurer la pénétration et l'intégration de la matrice à l'intérieur des mailles du textile ainsi que son enrobage optimum, pour cela des mortiers à consistance fluide et granulométrie fine sont en général utilisés ( $D_{\max} \leq 1.6\text{mm}$ ).

En fonction de leur application et du renfort textile associé à la matrice, d'autres critères peuvent être souhaités tels qu'une prise rapide lors de l'application du TRC pour le renforcement de structures ou dans le cadre d'applications industrielles qui nécessitent un gain de temps donc un démoulage rapide, une bonne résistance au gel dégel peut, parmi d'autres critères également être requise pour des applications à l'extérieur.

Les matrices cimentaires actuellement utilisées pour les TRCs peuvent être subdivisées en quatre groupes :

##### I.4.1.1 Mortier de clinker Portland

Le mortier de clinker Portland est constitué de ciment Portland pouvant être enrichi par des additifs. Le ciment de clinker Portland est lui obtenu après cuisson du calcaire et de l'argile avec des proportions bien définies des éléments ( $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{F}_2\text{O}_3$ ). Le mortier de ciment portland peut contenir plusieurs additifs à caractère inerte (type I) ou à caractère inorganique, et pouzzolanique (type II). Bramshuber [50,51] a développé durant ses investigations sur les TRC quatre matrices à ciment portland (voir **tableau I-4**), une matrice de référence (matrice1), deux matrices (matrices 2 et 3) dans lesquelles une portion du clinker portland a été substituée par des cendres volantes et de la fumée de silice respectivement afin d'augmenter la durabilité de la matrice et du renfort vis-à-vis de la réaction Alkali.



#### I.4.1.2 Mortiers d'aluminat de calcium

Les mortiers d'aluminat de calcium sont issus d'une réaction entre chaux provenant du calcaire et de l'alumine issue des minerais naturels comme la bauxite. Le produit de cette réaction est nommé clinker d'aluminat de calcium qui après broyage donnera le ciment d'aluminat de calcium (CAC). Le ciment d'aluminat de calcium est un ciment hydraulique qui présente des caractéristiques intéressantes vis-à-vis des applications dans le domaine des TRC notamment : le durcissement rapide de ce ciment qui est un atout pour des applications industrielles tel que la préfabrication des éléments en TRC, sa résistance vis-à-vis des attaques chimiques ainsi que son excellente tenue au feu. Cependant, étant donné l'utilisation beaucoup moins fréquente de ce type de mortier par rapport au mortier de clinker portland, il demeure un déficit de connaissances quant à son hydratation ainsi que l'évolution de la microstructure de ce liant.

Le **tableau I-4** présente également une formulation d'un mortier d'aluminat de calcium (matrice 5) développé par Bramshuber [50,51].

#### I.4.1.3 Mortiers chargés de polymère

Les mortiers utilisés en tant que matrice pour TRC peuvent être modifiés par l'ajout de polymères tels que l'Epoxy ou le Latex. Il existe deux techniques d'addition de polymères au mortier. La première consiste à imprégner le mortier dans son état durci (Technique PIC), cette technique permet une augmentation des résistances à la compression et à la traction ainsi qu'un gain en module de rigidité. Cette technique est souvent onéreuse et complexe de mise en œuvre. La deuxième consiste à intégrer le polymère en tant que poudre directement dans la formulation du mortier (Technique PMC). Bien que cette technique induise une baisse des performances mécaniques du mortier (en termes de résistance à la compression et traction et en module de Young) [52], elle est très intéressante dans le cas d'une application pour TRC car le polymère doté de particules très fines peut pénétrer à l'intérieur des espaces vides entre mortier et renfort textile (augmenter l'adhérence 'matrice/textile'). De surcroît, il peut également pénétrer dans les espaces inter filaments du renfort textile (augmenter l'adhérence 'filament/filament').

La matrice identifiée matrice 4 dans le **tableau I-4** est une illustration d'une matrice de ciment clinker dont la formulation a été modifiée par l'ajout de polymère en substituant 20% de la masse du liant dans la matrice de référence identifiée matrice1 par un polymère de type méthyle de méthacrylate de butyle.

#### I.4.1.4 Matrice phosphatique

Une matrice phosphatique dénommée 'Vubonite' a été développée par les Professeurs Wastiels et Patfoort [53 ,54] de la faculté des sciences appliquées de Bruxelles (VUB).

La Vubonite résulte d'une réaction entre la poudre de Walloniste qui est une pierre de contact issue du granite et une solution aqueuse à base d'acide phosphatique. La réaction entre le silicate de calcium de la Wallonite et l'acide phosphatique donne une matrice céramique dotée d'une structure réticulaire 3D.

La Vubonite contrairement aux autres matrices présentées ci-dessus n'est pas considérée comme étant un liant hydraulique, sa grande fluidité permet de s'adapter à n'importe quel type de renfort textile, son PH neutre après durcissement lui confère une bonne durabilité vis-à-vis des réactions alkali et corrosion des fibres de Verre AR. Il faut cependant préciser que cette matrice a un retrait plus de 80% important que le retrait des mortiers de ciment Portland, et qu'elle ne permet pas de moulage au contact directement en sous face de structure pour la réparation en raison de son caractère bien trop fluide.

Constituants	Mortiers de ciment Portland			Mortier chargé de polymères	Mortier d'aluminate de calcium
	Matrice1	Matrice2	Matrice3	Matrice4	Matrice5
Quantité de ciment (kg/m <sup>3</sup> )	490	210	441	430	700
Type de ciment	CEM I 52,5	CEM I 52,5	CEM I 52,5	CEM I 52,5	CAC 42,5
Cendres volantes (kg/m <sup>3</sup> )	175	455	210	154	-
Fumée de silice (kg/m <sup>3</sup> )	35	35	-	31	-
Métacaolin (kg/m <sup>3</sup> )	-	-	49	-	-
Liant (somme) (kg/m <sup>3</sup> )	700	700	700	615	700
Plastifiant (%)	1,5	0,9	2,1 – 2,2	-	1
Polymères(%)	-	-	-	20	-

Stabilisateurs(%)	-	-	-	-	0,25
Fines 0-0.125 (kg/m <sup>3</sup> )	500	470	500	438	520
Sable siliceux 0.2-6 mm (kg/m <sup>3</sup> )	715	670	715	626	740
Eau (kg/m <sup>3</sup> )	280	280	280	245	280
Eau/ciment	0,57	1,33	0.63	0,57	0,4
Eau/liant	0,4	0,4	0,40	0,4	0,4

**Tableau I-4** Différents type de matrices développées par Bramshuber et [50,51] dans le cadre de leurs travaux sur les TRC

#### I.4.2 Textile de renfort

Les textiles sont constitués de plusieurs fils qui sont eux même constitués de plusieurs filaments (de diamètres variant entre 5 et 35µm) qui sont joints les uns aux autres par une opération d'ensimage, cette opération a un effet aussi bien sur l'adhérence entre filaments du textile mais aussi entre filaments du textile et matrice. Les fils de textile sont usuellement caractérisés par leur poids linéaire Tex (exprimé en gramme par mètre) qui est dépendant de la nature des filaments, le nombre de filaments, leurs diamètres ainsi que de l'ensimage

Les propriétés physiques, mécaniques et chimiques des renforts textiles ont une influence prépondérante sur le comportement mécanique des TRC. Les textiles utilisés doivent conférer une adhérence 'matrice/textile' satisfaisante et avoir un module de rigidité assez élevé afin de contrôler l'espacement et l'ouverture des fissures. Leur compatibilité chimique avec la matrice est essentielle afin d'assurer les conditions de durabilité des TRC (vis à vis des réactions alkali et corrosion). Leurs propriétés physiques doivent également être compatibles avec les machines de mise œuvre disponibles afin d'assurer la production de ces derniers.

Les textiles sont classés, dans le cadre de ces travaux, en fonction de la nature de leurs filaments, ainsi que leur technologie de mise en œuvre.

#### I.4.2.1 Classification en fonction de la nature des filaments

Les fibres les plus disponibles sur le marché et usuellement utilisées dans les technologies TRC sont :

##### I.4.2.1.1 Verre E et Verre AR

Le Verre est obtenu par réaction entre argile, silice et calcaire à forte température (plus de 1350°C). Les filaments de verre E sont obtenus après étirage à grande vitesse du verre brut. L'opération d'ensimage permet ensuite de protéger les filaments en verre E de l'abrasion ainsi que du surplus de cristaux de verre en surface. Le Verre AR (alkali résistant) est obtenu à partir du verre E en y ajoutant une masse de zirconium de l'ordre de 15% de sa masse afin de le protéger de la réaction alkali. Le textile en fibre de Verre AR est l'un des textiles les moins onéreux et les plus utilisés dans les technologies TRC.

##### I.4.2.1.2 Basalte

Le Basalte est une roche magmatique refroidie très rapidement au contact de l'air et l'eau terrestre. Les fibres de Basalte sont obtenues par extrusion du basalte fondu à très haute température (1400°C).

Les fibres de Basalte possèdent des résistances mécaniques plus élevées que les fibres de Verre et présentent une très bonne tenue au feu (les fibres de Basalte peuvent résister jusqu'à 820°C) comme les fibres de céramique ou de Carbone tout en étant beaucoup moins chères (de l'ordre de 4 à 5 fois moins onéreuses), ce qui est très intéressant pour leur introduction dans le domaine de la construction. De surcroît, le Basalte n'absorbe que très peu d'eau (très faible coefficient absorption) et a une haute résistance à la corrosion ce qui favorise les associations avec les mortiers pour composites TRC. Le principal inconvénient de ce type de fibres est son caractère instable en milieu alcalin. Dès lors, un traitement spécifique des fibres de Basalte est nécessaire avant d'être intégrées en tant que renfort de matrices à PH alcalin, ou autrement envisager une association du Basalte avec des matrices à PH neutre tel que la Vubonite.

##### I.4.2.1.3 Aramide

L'Aramide est le résultat de la réaction entre le paraphénylènediamine et le chlorure de terephtalyle dans un solvant organique puis d'une dissolution dans l'acide sulfatique. Les filaments d'Aramide sont obtenus après extrusion puis refroidissement par jet d'air et d'eau et finalement bobinage.

Les fibres de par-aramide ont une couleur dorée et se déclinent sous trois formes : normale (N), à haute rigidité (HM) et à haute résistance (HT). Les textiles de type aramide présentent une rigidité plus faible que les textiles de type Verre AR et Baslate. Cependant, ils sont caractérisés par une résistance beaucoup plus élevée en traction, au cisaillement ainsi qu'à l'impact. Les principaux inconvénients des fibres d'Aramide est leur coefficient de dilation négatif qui peut créer des surcontraintes importantes au niveau de l'interface 'matrice/textile' lors de forts gradients de température (solicitation au feu par exemple) ainsi que leur sensibilité en milieu alcalin bien que, de nouvelles générations de textile Aramide de type Technora [55] présentant une meilleur durabilité en milieu alcalin ont émergé ces dernières années.

#### I.4.2.1.4 Carbone

La fibre de Carbone est fabriquée par oxydation et pyrolyse du polyacrylonitrile (PAN), qui est un polymère largement utilisé pour la fabrication de synthétiques. Cette opération se déroule à des températures de 150 à 250°C en présence d'oxygène et a pour objectif de faire transiter la mésophase d'un état thermoplastique à un état thermostable. Cette étape est suivie de la carbonisation de la fibre de Carbone brute qui se déroule sous gaz inerte et à des températures de l'ordre de 1500°C afin de lui allouer ces principales propriétés mécaniques qui sont la très haute résistance et très haut module de rigidité.

Les fibres de carbone sont considérées comme les fibres ayant les meilleures performances mécaniques rapportées à leur densité, ceci en plus de leur très faible sensibilité aux agressions en milieu alcalin, aux solvants acides ainsi que leur très faible coefficient de dilatation. Néanmoins, les textiles de type Carbone présentent des coûts de production très élevés associé au coût de la fibre de Carbone qui est l'une des plus onéreuses ainsi qu'à sa conductivité électrique qui nécessite une isolation des machines de production (machines à tisser et à tricoter), sans oublier les émissions de gaz à effet de serre (essentiellement CO<sub>2</sub>) associés à la production de ce type de textile et leurs effets néfastes sur l'environnement.

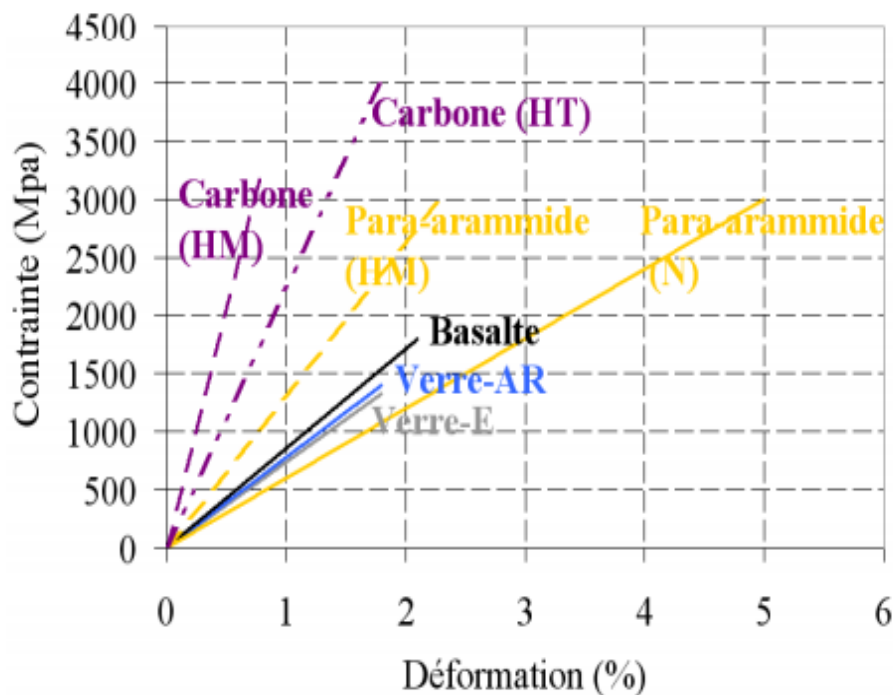
#### I.4.2.1.5 Acier inoxydable

Les aciers inoxydables sont des alliages d'acier et de fer auxquels est ajouté du chrome qui à partir d'un taux de 11% produit la résistance souhaitée contre l'oxydation. Des éléments comme le nickel peuvent également être ajoutés à l'alliage afin d'augmenter sa déformation à rupture.

Les filaments d'acier inoxydable sont obtenus à partir des barres d'acier inoxydable de 6 à 10mm de diamètre après laminage et étirage à chaud pour obtenir des filaments dont le diamètre est de l'ordre du 1mm. Ces filaments (dont le diamètre est de l'ordre de 1 mm) sont ensuite assemblés et mis en tubes (en cuivre ou en acier doux) puis laminés et étirés à chaud jusqu'à obtenir le diamètre de filament souhaité.

L'acier inoxydable a pour principal avantage son caractère ductile ainsi que sa durabilité. De plus son très faible coefficient d'absorption permet de bonnes associations avec des matrices cimentaires. Son principal défaut est le caractère néfaste de sa production vis-à-vis de l'environnement ainsi que le développement durable.

La **figure I-22** ainsi que le **tableau I-5** résumant respectivement les lois de comportement en traction ainsi que les propriétés mécaniques et physiques de quelques renforts textiles susceptibles d'être utilisés dans les TRC.



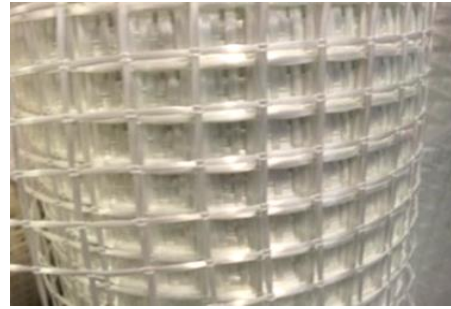
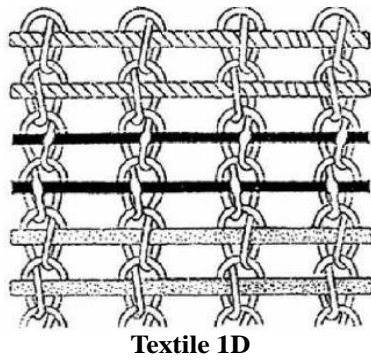
**Figure I-22** Loi de comportement de quelques textiles usuels utilisés dans le cadre des applications pour TRC

Type de fibres	Densité (kg/m <sup>3</sup> )	Résistance en traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Déformation à rupture (%)	Coefficient de Poisson
Verre E	2500	1800	72.4	2,4	0,22
Verre AR	2270	1800-3500	70-76	2-3	-
Carbone Haute rigidité	1650	2500-4000	640	0,5	0,2
Carbone Haute résistance	1750	3500	240	1,1	0,2
Aramide	1440	3620	52	2,2	0,35
Basalte	2800	4840	89	3,1	0,3

**Tableau I-5** Propriétés physiques et mécaniques de quelques textiles usuels utilisés dans le cadre des TRC

#### I.4.2.2 Classification en fonction de la technologie de fabrication et de leurs techniques de mise en œuvre

Les technologies de fabrication textile peuvent être subdivisées en trois grandes familles qui sont les textile unidimensionnel, bidimensionnel et tridimensionnel (la dimension ici est associée aux fils de reprise d'efforts, **figure I-23**), les renforts unidimensionnel et bidimensionnel ne peuvent reprendre d'efforts que dans leur plan dans le cadre d'une application pour composites TRC, les efforts hors plan du textile sont repris exclusivement par la matrice, cela peut rendre les TRC sensibles au mode de rupture par délaminage. Pour y remédier, les technologies textile 3D ont émergé et permettent d'assurer un transfert de charge dans les trois directions. De surcroît, les textiles 3D peuvent également assurer un gain de temps et de précision lors du positionnement du textile à travers le placement d'un renfort unique.



**Figure I-23** Technologies textiles

Pour les trois familles de technologies textiles (unidimensionnel, bidimensionnel et tridimensionnel) divers techniques de mise en œuvre peuvent être distinguées :

#### I.4.2.2.1 Textiles Tricotés

-Les textiles tricotés peuvent être subdivisés en deux familles :

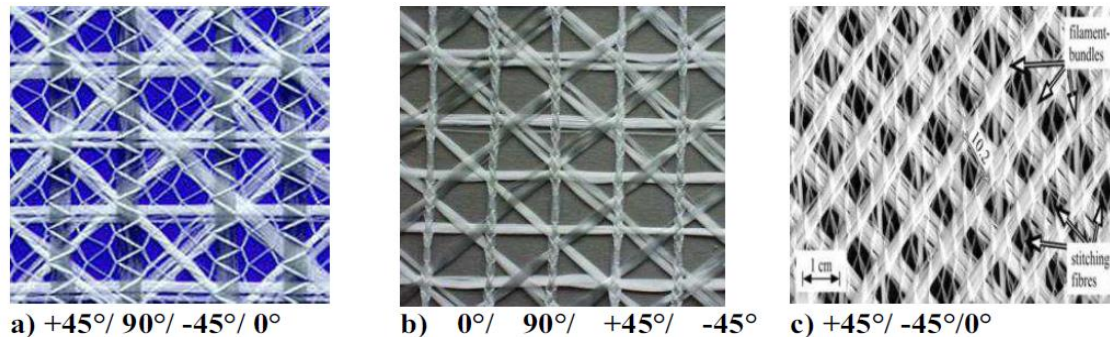
##### I.4.2.2.1.1 Canevas

Les canevas sont des textiles dont les fils de reprise d'efforts sont maintenus parallèles et en position les uns par rapport aux autres dans une, deux ou trois directions (Canevas 1,2et 3D) par l'intermédiaire d'un tricotage (fil de chaînette) à maille jetée. Les mailles du tricot à maille jetée sont produites par des aiguilles alimentées individuellement chacune par un fil distinct à l'inverse de la technique du tricotage en trame qui consiste à réaliser un tricot à partir d'un seul fil. Dans le cas du textile tricoté de type canevas, les mailles des fils de reprise d'efforts sont indépendantes des mailles des fils de chaînettes (à maille jetée), les fils de chaînettes peuvent ainsi transpercer aléatoirement les fils de reprise d'efforts sans qu'il y ait forcément lien entre les deux. L'indépendance entre fils de reprise d'effort et fils de chaînettes laisse entrevoir une grande liberté en termes d'angles et d'espacements entre fils de reprise d'effort, cependant cela risque également de faciliter leur endommagement. C'est



surement une des raisons pour lesquelles ce type de mise en œuvre du textile est peu utilisé dans la production des TRC.

La **figure I-24** illustre quelques exemples de canevas utilisés dans la littérature.



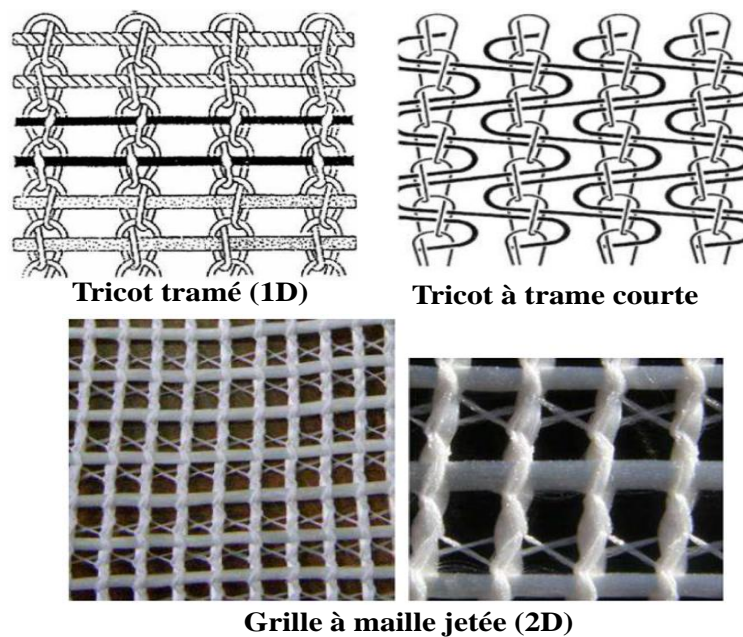
**Figure I-24** Photo illustrant la technique de mise en œuvre en canevas des textiles 2D

#### I.4.2.2.1.2 Textile tricoté à maille jetée

Le Textile tricoté à maille jetée repose sur le même principe du Canevas ou des fils de reprise d'efforts sont maintenus parallèles et en position les uns par rapport aux autres par l'intermédiaire d'un tricot à maille jetée, cependant dans le cas du textile tricoté à maille jetée les fils de reprise d'efforts sont maintenus et serrés à l'intérieur des mailles des fils de chainettes. De ce fait, les deux schémas de maillage des fils de chainettes et de reprise d'efforts sont totalement dépendants les uns des autres. Cela confère moins de liberté en termes d'angles et d'espacement des fils de reprise d'effort mais en contrepartie cela procure au textile une plus grande stabilité géométrique. Le textile tricoté à maille jetée existe dans les trois configurations possibles (1, 2 et 3 Dimensions, les dimensions ici sont relatives aux directions des fils de reprise d'efforts). Le plus simple schéma (1D) consiste à maintenir des fils de reprise d'efforts parallèles les uns aux autres dans leur sens de production par l'intermédiaire du tricot en maille jetée (**figure I-25**). Le second schéma (2D) consiste à maintenir les fils de reprise d'efforts dans les deux sens (trame et chaîne) perpendiculaires les uns aux autres par l'intermédiaire d'un tricot à maille jetée qui viendra créer une jonction à chaque intersection des fils de reprise d'efforts en chaîne et trame (**figure I-25**). Cette configuration de textile est la plus prépondérante dans la littérature car elle confère au textile une stabilité géométrique ainsi qu'une capacité de reprise d'efforts dans les deux directions du plan du renfort. La troisième configuration (3D) consiste à lier deux grilles de textile tricotées à mailles jetée (2D) produite simultanément mais indépendantes (en terme de géométrie ainsi que de caractéristique physique) par l'intermédiaire de fils perpendiculaires à leur plan et

ayant une rigidité importante en flexion. L'espacement entre les deux grilles de textile tricotées devra être précisé au départ en fonction de l'utilisation de ce type de textile. Il convient de souligner que ce type de textile 3D est essentiellement adapté pour la production de TRC par injection (nécessité d'une consistance fluide pour la matrice) et que l'application de ce type de textile pour la production de TRC par moulage au contact en laboratoire est difficilement envisageable.

La **figure I-25** illustre quelques exemples de textiles tricotés à mailles jetées expliqués ci-dessus :

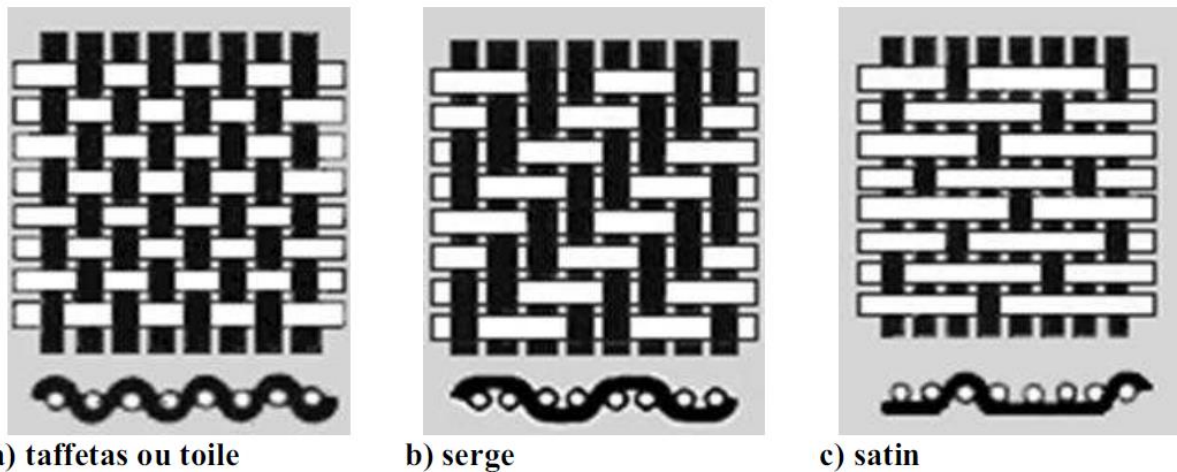


**Figure I-25** Quelques exemples de tricots à maille jeté utilisés par Peled [56]

#### I.4.2.2.2 Textile tissé

Le textile tissé est fabriqué par entremêlement de deux rangées orthogonales de fils (dans la direction chaîne et trame). Le tissage consiste à faire passer un fil de chaîne en dessous et au-dessus d'un fil de trame suivant des séquences répétitives et préétablies (**figure I-26**). Le schéma d'entremêlement a un impact sur les propriétés physiques et mécaniques des tissus. Les trois schémas caractéristiques des textiles tissés sont : le taffetas, le serge et le satin.

Pour les taffetas, les fils de trame et de chaîne s'entremêlent à chaque intersection. Dans le cas des serges, chaque fil de chaîne s'entremêle avec un nombre constant de fils de trame. Pour les satins le fil de chaîne s'entremêle avec un seul fil de trame puis passe une série constante de fils de trame avant de s'entremêler avec un autre fil de trame (**figure I-26**).



**Figure I-26** Différentes configuration de mise en œuvre de textile de type tissu

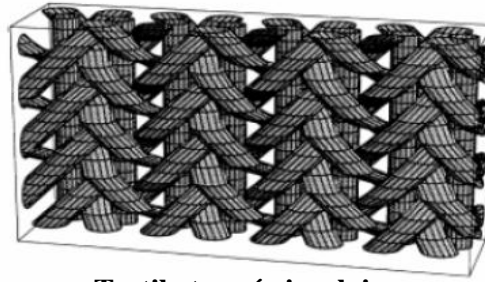
Les taffetas ont une stabilité géométrique plus élevée que les serges et satins. Cependant il convient de souligner la nécessité d'avoir des espaces aérés entre fils de trame et de chaîne pour assurer l'imprégnation des fils de reprise d'efforts par la matrice dans le cadre des TRC, cet espace peut nuire significativement à la stabilité du tissu. Pour remédier à cela le procédé de tissage est souvent accompagné d'un collage aux points d'entremêlement entre fils de chaîne et de trame afin d'augmenter la stabilité géométrique dans le cas du renforcement pour TRC.

#### I.4.2.2.3 Textile tressé

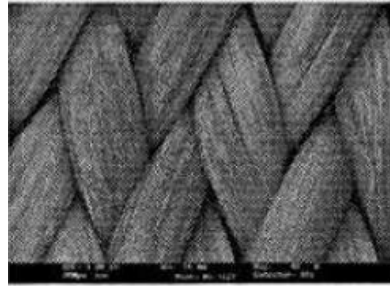
Les textiles tressés sont fabriqués par entrelacement de mèches de fils entre elles en parcourant une trajectoire qui n'est pas forcément rectiligne. Techniquement ce procédé est réalisé par un changement de position des porteurs de bobines de chaque mèche de fil. Les textiles tressés offre une large variabilité de conceptions géométriques et sont souvent utilisés pour la conception de textiles 3D (voire **figure I-27**). Le principal inconvénient des textiles tressés est la lenteur et le coût du processus de fabrication. A ce jour, il semblerait que ce procédé de mise en œuvre de textile n'a pas été utilisé pour le renfort de TRC, cependant il a été utilisé pour le confinement de poutres réalisées en TRC, dans le cadre des travaux de Promis [57].



**Textile tressé axiale à 5 mèches**



**Textile tressé circulaire**



**Textile tressé triaxial à trois orientation**

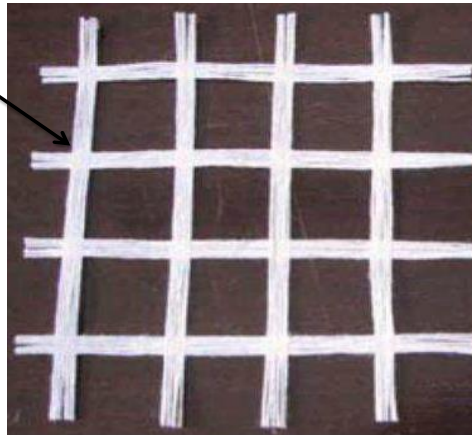
**Figure I-27** Quelques exemples de textiles tressés [58]

#### I.4.2.2.4 Textile collé

La technique de collage consiste à lier les fils de textile entre eux dans les points de jonction (généralement dans deux positions orthogonales, trame et chaîne dans le cas d'un textile 2D) par un liant polymère ou par un procédé thermique afin d'assurer la stabilité géométrique du renfort textile (voir **figure I-28**)

Il convient de souligner que les mises en œuvre par tricotage, tissage ou tressage peuvent être également complétées d'un procédé de collage afin d'assurer la stabilité géométrique du textile dans ses zones de faiblesse. Ce procédé de mise en œuvre est bien adapté au renforcement pour composites TRC. Les travaux de Peled [59] et Mobasher [60] ont été réalisés sur des textiles collés.

Liant polymère à la jonction entre fil de trame et chaîne



**Figure I-28** Illustration d'un textile collé n'ayant subi aucun autre procédé de mise en œuvre

#### I.4.3 Procédés de production des TRC

Les techniques de production des composites TRC diffèrent en fonction du renfort textile, de la matrice ainsi que l'utilisation du TRC. A cet effet les procédés sont divisés en deux grandes familles :

##### I.4.3.1 Procédés de mise en œuvre in-situ

Le composite TRC peut directement être mis en œuvre sur son lieu de destination finale à travers :

###### I.4.3.1.1 Technique du moulage au contact

Aussi appelée stratification manuelle, cette technique est l'une des plus accessibles et moins onéreuses. Elle consiste à appliquer une fine couche de la matrice dans un moule conçu au préalable en fonction des dimensions du TRC. Ensuite, le renfort textile est soigneusement imprégné par la matrice par l'intermédiaire d'une truelle ou d'un rouleau débouleur. Une seconde couche de matrice est appliquée et une autre couche de renfort est imprégnée de la même manière (**figure I-29**). Ce procédé est répété jusqu'à atteindre le taux de renfort ciblé. Un film en polyane est placé sur le mortier de la dernière couche afin de limiter le retrait différentiel entre la face du composite en contact direct avec le moule et celle en contact avec l'air ambiant. Bien que relativement aisée à mettre en place, cette technique nécessite une vigilance accrue de l'utilisateur afin de limiter les défauts excessifs susceptibles de créer une dispersion importante entre les échantillons réalisés.



**Figure I-29** Technique de moulage au contact

#### I.4.3.1.2 Technique de projection In-situ

Cette technique est voisine de la mise en œuvre par moulage au contact, cependant la matrice est appliquée dans le cas d'espèce par projection sur le renfort textile. Cette technique est bien adaptée à la production de « masse ». Elle est souvent utilisée pour la réparation structurelle. Bien que cette technique permette d'augmenter les taux de production, elle peut engendrer des défauts d'imprégnation du renfort textile. Pour limiter voire éviter ces inconvénients les matrices utilisées pour la projection doivent présenter une consistance très fluide mais thixotropique ainsi qu'une très bonne compatibilité avec le renfort textile.

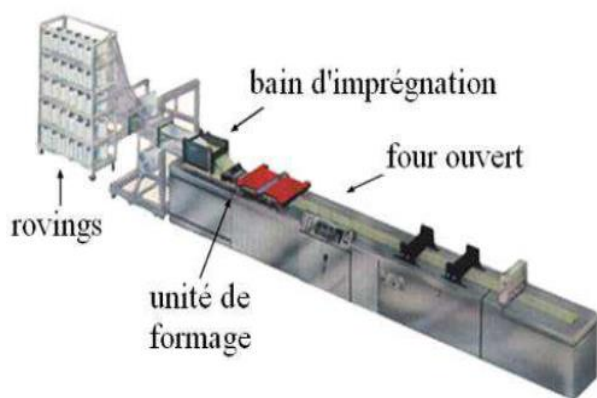
#### I.4.3.2 Procédé de mise en œuvre par préfabrication

Les techniques de préfabrication ont pour objectif de produire des composites TRC à destination industrielle. Elles ont pour avantage par rapport aux procédés de mise en œuvre in-situ de garantir une faible dispersion des propriétés mécaniques et physiques des composites TRC produits ainsi qu'une possibilité d'optimiser leurs performances mécaniques.

Diverses techniques de préfabrication existent, les plus connues sont :

##### I.4.3.2.1 Pultrusion

Lors de ce procédé, les renforts textiles sont conditionnés en bobines, ils sont façonnés à la forme souhaitée par passage au travers de filières réglées en température, puis imprégnés par la matrice après leurs passages dans des bains ou sont stockées les matrices des composites TRC désirés (voir **figure I- 30**).



**Figure I-30** Schéma procédé de pultrusion utilisé par Promis [57]

#### I.4.3.2.2 Pultrusion et Compactage

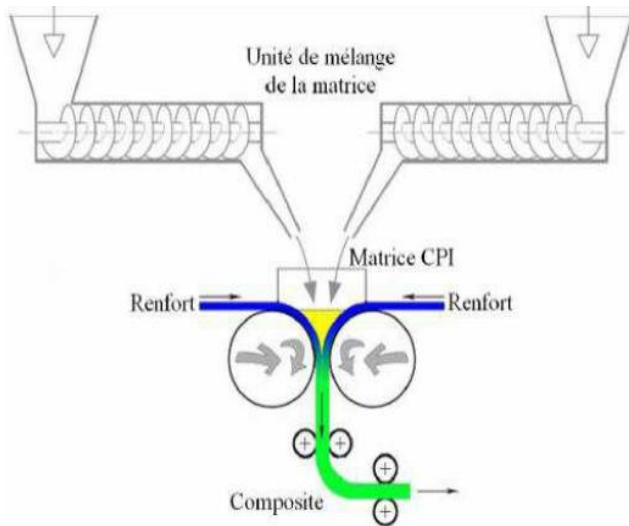
Les composites TRC pultrudés peuvent être comprimés par compactage à la sortie du bain d'imprégnation afin d'augmenter le taux de renfort et améliorer les performances mécaniques des composites,

Un taux de renfort maximum de 27% d'un composite TRC à matrice de type Vubonite a pu être atteint par pultrusion et compactage contre 21% par simple pultrusion lors des travaux de Promis [57].

Mobasher et al [60] ont également fait ressortir l'impact de la pression de compactage après pultrusion sur les performances mécaniques des composites TRC. En effet, les auteurs [60] ont testé en traction directe la même configuration de TRC pultrudé puis compacté aux pressions respectives de 1.7 et 15.3 KPa. Il ont constaté que le composite ayant été compacté avec la plus grande pression après pultrusion présente une résistance plus élevée de 40%, un espacement de fissures plus resserré ainsi qu'une plus grande rigidité.

#### I.4.3.2.3 Imprégnation mécanique

Wastiels [53] a mis en place une unité de compactage composée de deux cylindriques qui permettent l'imprégnation de textile de renfort juste après sortie du bain d'imprégnation contenant la matrice (**figure I-31**). Cette technique a permis d'atteindre des taux de renfort de 25% pour des matrices de type Vubonite.



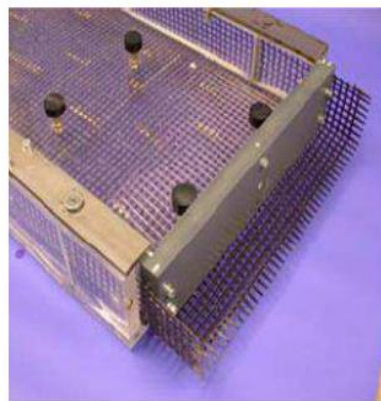
**Figure I-31** Unité de compactage mécanique mise en place par Wastiels [53]

#### I.4.3.2.4 Pompage et injection

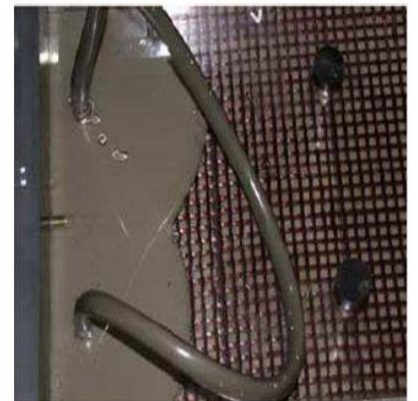
Ce procédé de mise en œuvre développé par Brockman [61] consiste à injecter du mortier par pompage dans un moule dans lequel aura été placé au préalable le renfort textile (**figure I-32**). Cette technique nécessite une étude préliminaire afin de déterminer les points d'injections de mortier. Elle permet la mise en œuvre de pièces de formes complexes en TRC, cependant elle ne permet pas d'atteindre des taux volumiques de renfort aussi élevés que les trois techniques de mise en œuvre par préfabrication précédentes [61].



a) Pompe à mortier



b) moule en verre organique



c) Injection du mortier

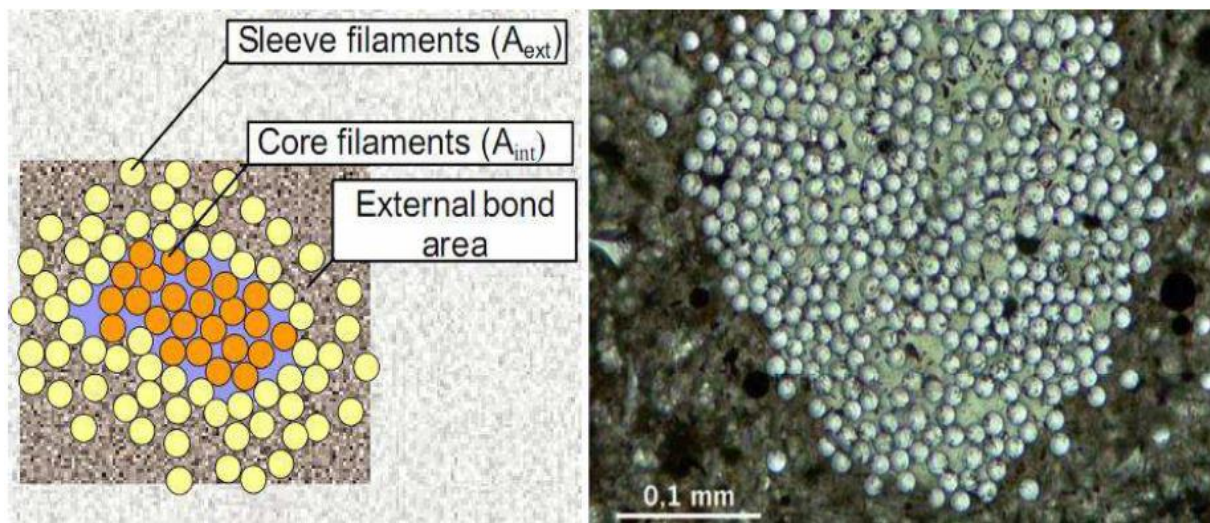
**Figure I-32** Procédé de pompage et injection mis en place par Brockman [61]



#### I.4.4 Mécanique des TRC

La section des fils de reprise d'efforts est constituée de quelques milliers de filaments. En fonction du type de textile, de l'ensimage ainsi que de la technique de mise en œuvre, les filaments sont plus ou moins resserrés entre eux. Néanmoins, l'espacement entre filaments reste beaucoup trop faible (de l'ordre du  $\mu\text{m}$ ) pour que la matrice puisse pénétrer à l'intérieur des filaments de cœur du fil. La pénétration du mortier à l'intérieur du fil reste donc limitée à cause de la rhéologie de la matrice, les filaments extérieurs bénéficieront donc d'une surface enrobée de matrice beaucoup plus élevée que les filaments intérieurs [62,63]. La surface de contact 'matrice/textile' s'amointrira donc à mesure que l'on s'approchera des filaments de cœur (voir **figure I-33**).

Les performances mécaniques des composites TRC ne dépendent pas seulement des caractéristiques intrinsèques du renfort textile et de la matrice mais également de la qualité d'interaction 'textile/matrice' qui joue un rôle primordial dans le transfert de charge de la matrice fissurée sous sollicitation mécanique vers le renfort textile. Dans le cas des composites TRC et si l'on considère une modélisation simplifiée, l'adhérence 'matrice/textile' est restreinte aux filaments situés au pourtour des fils du textile. Les efforts sont ainsi transmis de la matrice vers les filaments extérieurs (de pourtour) via l'interface 'matrice/filament extérieurs' (adhérence 'matrice/filament'), les filaments extérieurs retransmettent ensuite les efforts aux filaments intérieurs par contact frictionnel (adhérence filament/filament). La bonne compréhension des mécanismes d'adhérence est donc primordiale afin d'analyser le comportement des TRC. Dans cette optique, l'étude de la mécanique des composites TRC prendra en compte deux volets essentiels qui sont l'étude à l'échelle de l'interface et l'étude à l'échelle du composite TRC.



A-Modélisation simplifiée de l'interaction 'matrice/textile'

B-Visualisation au microscope d'une interface 'matrice/textile'

**Figure I-33** Visualisation des filaments d'un fil de textile en robé dans une matrice cimentaire Kruger [62,63]

#### I.4.4.1 Etude à l'échelle de l'interface

##### I.4.4.1.1 Etude à l'échelle nanoscopique

L'interface est une zone située à la transition entre deux phases, en l'occurrence entre le renfort textile et la matrice cimentaire dans le cas des TRC. La composition physicochimique ainsi que les caractéristiques de cette dernière diffèrent de celles des deux phases dont elle est la transition. L'épaisseur de l'interface donc l'interphase varie de quelques dizaines de nanomètres à quelques micromètres en fonction de la structure de la matrice, des filaments ainsi que de l'ensimage des filaments. Etant donné le rôle majeur que joue l'interface dans le transfert de charge 'matrice/textile', sa caractérisation à une échelle très fine 'échelle nanoscopique' peut souvent aider à comprendre le comportement du composite TRC à l'échelle macroscopique.

Les techniques de caractérisation de l'interface à l'échelle nanoscopique se résument dans l'identification physico-chimique de cette dernière à travers :

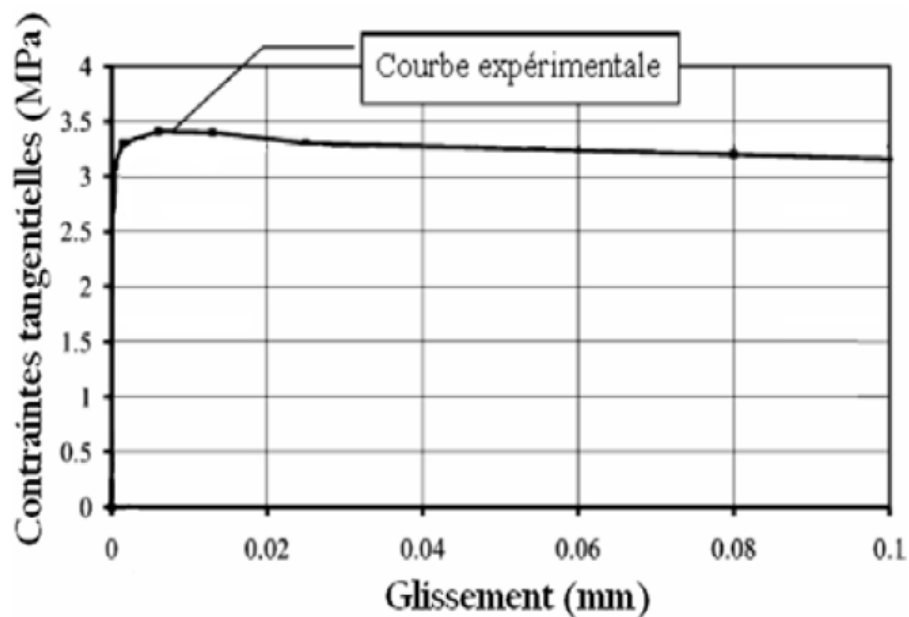
1/Des analyses optiques, microscopiques et nanoscopiques permettant de visualiser l'interface et les interactions 'matrice/textile'.

2/Des analyses physico-chimiques à l'échelle nanoscopique de l'interface permettant la détermination de la nature et la concentration des éléments chimiques ainsi que la stabilité des chaînes moléculaires.

#### I.4.4.1.2 Etude à l'échelle microscopique

##### I.4.4.1.2.1 Adhérence 'matrice/filament'

L'adhérence 'matrice/textile' peut être étudiée à l'échelle du filament. Pour se faire Bramshuber et al [64] ont noyé des monofilaments dans des mortiers et après durcissement, le glissement des monofilaments en fonction de l'effort appliqué à leurs extrémités a été étudié. Une des courbes caractéristiques des résultats [64] en termes de contrainte tangentielle à l'interface 'matrice/filament' en fonction du glissement du filament est présentée **figure I-34**. Il y apparaît une contrainte de friction quasi constante après atteinte du pic en contrainte tangentielle à l'interface.

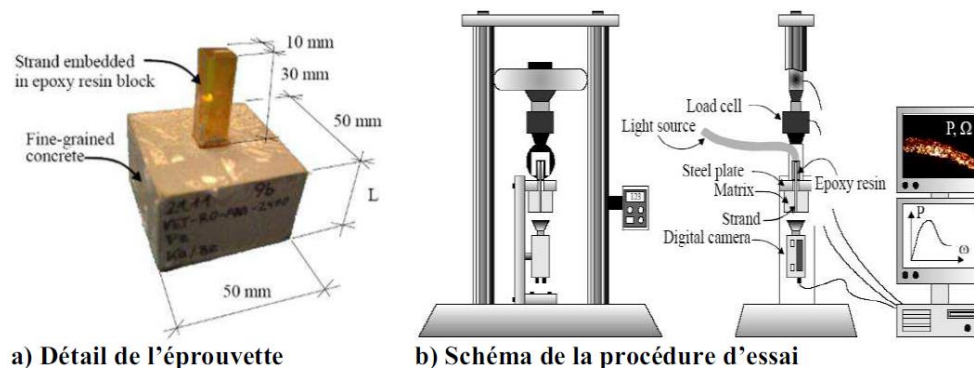


**Figure I-34** Résultat essai d'arrachement sur monofilament Bramshuber [64]

##### I.4.4.1.2.2 Adhérence 'matrice/fil'

La loi de comportement en contrainte tangentielle en fonction du glissement à l'interface peut également être déterminée par un essai d'arrachement sur fil (essai Pull out). Différentes configurations ont été imaginées pour ce type d'essai dans la littérature. Elles peuvent être déclinées en deux grandes familles :

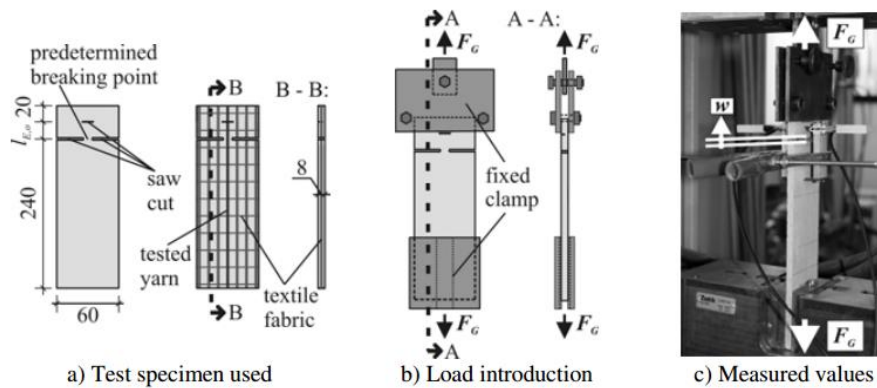
A- Les essais d'arrachement à simple longueur d'ancrage : Dans ce type d'essais le fil est noyé dans la matrice dans une seule portion de sa longueur et soumis à son extrémité non noyée à l'effort d'arrachement. Peled et al [65, 66,67] ont étudié le comportement à l'arrachement de fils de textile en verre AR et en carbone noyés dans des matrices de ciment portland à diverses longueurs d'adhérence. Banholzer et al [68] ont également développé un essai où il est possible de déduire le glissement à l'interface matrice/fil par LSM (Laser Scanning Microscopy) ainsi que la dégradation des filaments par FILT (Failure Investigation using Light Transmission properties). Bien que très intéressant, le dispositif d'essai reste compliqué à mettre en œuvre (**figure I-35**)



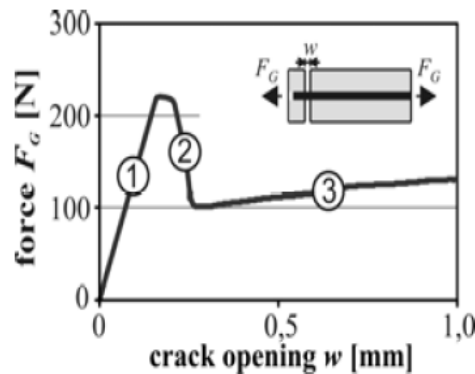
**Figure I-35** Schéma d'essai Pull out développé par Banholzer [68]

B- Les essais d'arrachement à double longueur d'ancrage : D'autres chercheurs [69, 70,71] ont mis au point des essais pull out à double longueur d'ancrage. Lors de ces essais le fil de textile est noyé dans la matrice sur deux parties distinctes. Une discontinuité entre ces deux parties où le fil n'est pas en contact avec la matrice est créée par sciage ou pré-fissuration de la matrice. Plusieurs chercheurs [63,72] ont privilégié le noyage du fil sur deux longueurs de contact 'matrice/fil' différentes. La première longueur plus importante servant d'ancrage du fil et ne permettant quasiment aucun glissement 'fil/matrice', la seconde beaucoup moins importante où l'effort d'arrachement est appliqué et où il est possible de déterminer la contrainte tangentielle à l'interface en fonction du glissement. L'essai pull out à double longueur d'ancrage est souvent privilégié car il permet de s'approcher de ce qui est susceptible de se passer à l'interface 'matrice/fil' au droit d'une fissure créée lors du chargement en traction du composite TRC.

La **figure I-37** représente une courbe Force d'arrachement appliquée vs glissement à l'interface 'matrice/fil' lors d'un essai pull out à double longueur d'ancrage réalisé par Ortlepp et al [72] (**figure I-36**), la courbe peut être subdivisée en trois zones :



**Figure I-36** Essai Pull out à double longueur d'ancrage Ortlepp [72]



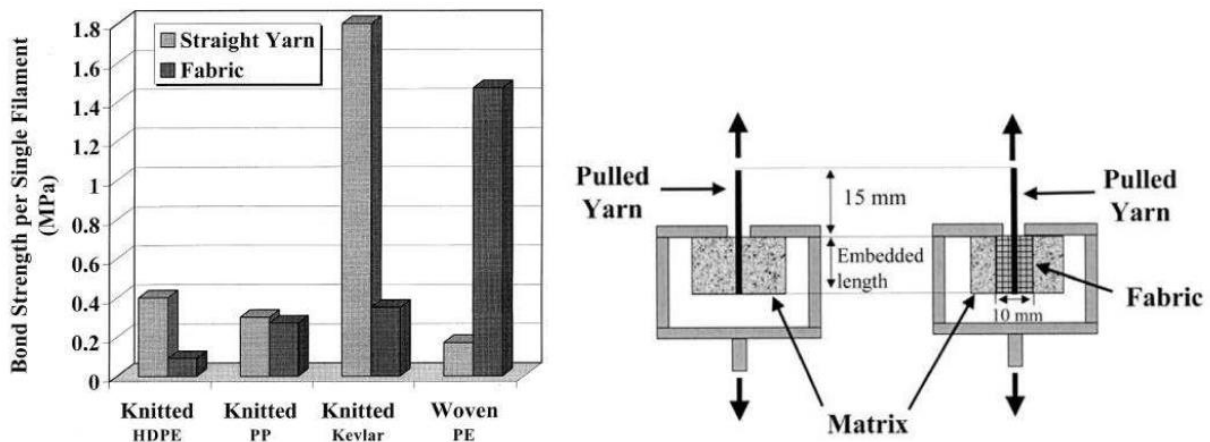
**Figure I-37** Résultat essai Pull out Ortlepp [72]

Une première zone (phase I) élastique jusqu'à atteindre la contrainte tangentielle maximum ou l'évolution du glissement du fil est régi par la rigidité élastique de l'interface. Une seconde zone (phase II) ou l'endommagement de l'interface est initié et ou la contrainte tangentielle décroît avec le glissement du fil puis une troisième zone (phase III) ou la cohésion 'matrice/fil' est totalement rompue et ou le glissement continue par friction entre le fil et les rugosités internes de la matrice à l'interface. La contrainte tangentielle au cours la phase III est quasi constante et représente la contrainte tangentielle de friction.

#### I.4.4.1.3 Etude à l'échelle mésoscopique

Les textiles sont souvent faussement considérés comme un unique moyen de garantie de stabilité géométrique relative des fils dans le composite TRC. Afin d'analyser l'influence de la structure du textile sur l'adhérence 'fil/matrice' lors d'essais d'arrachement sur textiles. Peled et al [73] ont comparé les résultats d'essais d'arrachement sur textiles tissés en polyéthylène

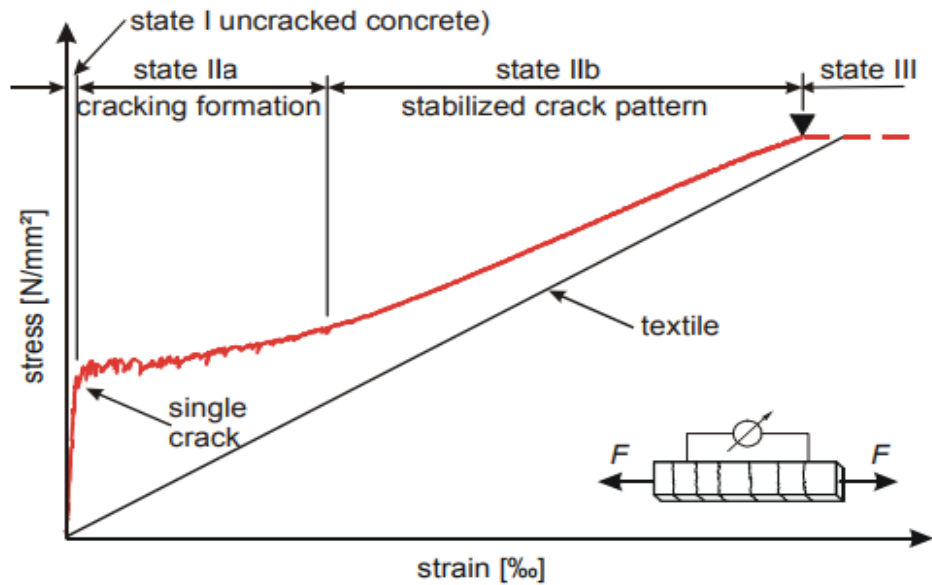
(PE) de type taffetas avec ceux issus d'un test d'arrachement sur fil de polyéthylène (PE) seul en termes de contrainte tangentielle moyenne par fil en fonction du glissement à l'interface. Il en ressort que la contrainte tangentielle maximale transmise par fil à l'interface dans la configuration "textile" est près de huit fois plus élevée que la contrainte tangentielle transmise dans la configuration "fil seul". Les auteurs [73] attribuent cela aux ondulations des fils de chaîne qui passent par alternance en dessous et au-dessus des fils de trame et qui engendrent une nette augmentation du frottement interfilaments à chaque intersection des fils entre eux. En revanche, pour des textiles tricotés à maille jetée de type polypropylène, polypropylène haute densité et Kevlar les mêmes auteurs [73] indiquent des contraintes tangentielles maximales par fil de 20 à 85% plus faibles pour les textiles à maille jetée par rapport aux fils noyés seuls dans la matrice (**figure I-38**).



**Figure I-38** Confrontation des résultats d'essais Pull out sur fil et sur textile Peled [73]

#### I.4.4.2 Etude à l'échelle du TRC

De nombreuses études ont traité le comportement en traction directe des TRC [74-77]. La loi de comportement mécanique d'un composite textile mortier sollicité en traction directe peut être décrite par la courbe tri-linéaire en contrainte moyenne en fonction de la déformation axiale (**figure I-39**).



**Figure I-39** Comportement en traction d'un composite TRC

La courbe contrainte –déformation peut être subdivisée en trois phases :

Phase I : elle correspond à la phase élastique, où la rigidité du composite est essentiellement régie par le module d'élasticité de la matrice. Cette étape prend fin à l'apparition de la première macro-fissure transversale (coalescence de plusieurs micro-fissures) marquant la limite élastique en traction de la matrice.

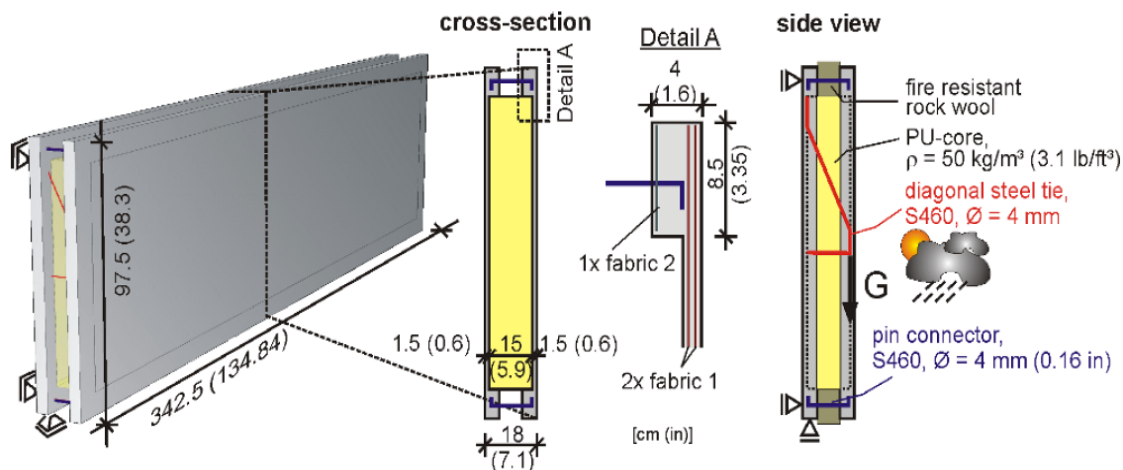
Phase II-a : cette phase est caractérisée par une baisse nette de la rigidité du composite due à la multifissuration de la matrice à chaque occurrence d'une fissure. L'effort se transmet au cours de cette phase de la matrice fissurée vers le renfort textile qui redistribue l'effort vers la matrice jusqu'à occurrence d'une nouvelle fissure. Ce processus répétitif induit la "multifissuration" de la matrice. L'espacement ainsi que l'ouverture des fissures au cours de cette phase est en lien direct avec l'efficacité de l'interaction 'matrice/textile' [78].

Phase II-b : Au cours de cette phase, l'effort est quasiment transmis en sa totalité au renfort textile. La rigidité du composite au cours de cette phase est essentiellement dictée par la rigidité, le taux de renfort ainsi que le taux de travail du renfort textile.

#### I.4.5 Applications récentes en TRC

Les composites TRC, en plus d'être utilisés dans la réparation et le renforcement de structures [79, 80,81], émergent dans les constructions neuves et plus précisément dans des applications dans l'enveloppe du bâtiment.

Hegger et al [82] ont développé dans le cadre d'une collaboration entre l'université technique d'Aachen et les entreprises Durapact et Saint-Gobain Technical Fabrics (projet INSU-SHELL) des panneaux sandwich de façade autoporteurs de dimensions (3,425 m × 0,975 m × 0,18 m) pour les nouvelles salles de laboratoire de l'Institut pour les technologies textile de l'Université RWT Aachen en Allemagne (**figure I-40**). Les panneaux sont composés d'une âme en polyuréthane de 15 cm d'épaisseur et de peaux en TRC renforcées par des tissus en Verre alkali résistant de 1.5 cm d'épaisseur. Le coefficient de conductivité thermique du panneau composite est inférieur à 0.3W/m.K. L'analyse du cycle de vie de ces panneaux a fait ressortir une réduction de 70% des émissions de CO<sub>2</sub> par rapport à des panneaux en béton armé.



**Figure I-40** Panneau sandwich en TRC réalisés par Hegger et al [82] dans le cadre du projet INSU-SHELL

Les composite TRC ont également été utilisés pour la réalisation de façades ventilées (2.68 × 325×25 mm) composées de mortier à granulométrie très fine renforcé par deux couche de textile de type Verre AR. Les panneaux ont été utilisés en tant que revêtement lors de l'extension de l'institut du béton de l'Université d'Aix-la-Chapelle en 2002 [83] (**figure I-41**).





**Figure I-41** Façades ventilées en TRC de l'université d'Aix la chapelle.

Des panneaux de façades en TRC ont également été employés dans le cadre de projets récents tels qu'un immeuble résidentiel à Arnhen au Pays Bas et des bureaux à Dortmund en Allemagne.

Cuypers et Wastiels [83] ont développé des panneaux sandwich à parements minces (3 à 4 mm d'épaisseur) en TRC à matrice inorganique de type Vubonite renforcée par du textile en Verre AR (unidirectionnel et de type MAT 2D) et âme polyuréthane. Les panneaux ont pour vocation d'être utilisés en tant que panneaux de façade autoporteurs.

En raison de leurs propriétés matérielles, les TRC peuvent également s'adapter à la production de géométries complexes par exemple pour la constructions de toits légers sous forme de coques dont la courbure peut augmenter la capacité portante et compenser le caractère léger du TRC. Un prototype de toit incurvé en TRC à double couche de mortier renforcé par du Verre alkali résistant est présenté **figure I-42**, ce prototype a été réalisé à l'université RWT Aachen [84].



**Figure I-42** Prototype de toit incurvé réalisé par [84]

A travers les divers exemples cités ci-dessus, il peut être conclu que l'émergence des structures en TRC ainsi que les avantages associés à ce type de structures tels que : la légèreté, le caractère non onéreux et (relativement) écologique ainsi que l'adaptabilité aux techniques de préfabrication modernes sont indéniables. Néanmoins le principal inconvénient de ce type de structures est leur faible inertie thermique due à leurs épaisseurs très réduites. Dès lors, l'incorporation des MCPs directement dans la matrice cimentaire des composites TRC apparaît comme une option séduisante afin d'améliorer leur inertie thermique sans altérer leur principal atout qui est leur caractère léger. Cependant, il va sans dire que l'incorporation des MCP dans les composites TRC peut avoir un effet néfaste sur leurs performances mécaniques, qu'il conviendra d'apprécier et d'analyser.

### **I.5 Bilan et axes de recherche (verrous scientifiques)**

Les Matériaux à Changement de Phase (MCP) constituent une voie privilégiée pour réduire les consommations énergétiques dans le bâtiment et semblent être une solution très intéressante afin de palier la faible inertie thermique des TRC. Néanmoins, au regard de l'étude bibliographique sur les matériaux à changement de phase et leur incorporation dans les matériaux cimentaires ainsi que sur les TRC, de nombreuses interrogations et verrous scientifiques subsistent :

1-L'incorporation des MCPs dans les matériaux cimentaires induit une dégradation de leur propriétés mécaniques. Pour autant, l'effet des MCPs sur l'hydratation de ces matrices ainsi que sur l'évolution de leur microstructure est, à notre connaissance très insuffisamment exploré et gagnerait à être clarifié, d'autant plus que l'évolution de la microstructure de la matrice modifiée par l'ajout de MCP est susceptible d'avoir un effet prépondérant sur l'interaction 'matrice/textile' dans les composites TRC et, corollairement, sur les propriétés mécaniques intrinsèques des TRC à l'échelle macroscopique.

2-L'effet de la température et indirectement l'état du MCP (solide ou liquide) sur les performances mécaniques ainsi que sur la microstructure des matrices cimentaires n'est que très peu abordé dans la littérature. Il est à élucider dans l'optique d'une compréhension plus approfondie de l'effet de la température et donc l'état du MCP sur les propriétés mécaniques des TRC ainsi que sur l'interaction 'matrice/textile'.

3- L'incorporation des MCPs peut à priori améliorer les performances thermiques des matériaux cimentaires, cependant le potentiel de stockage/restitution de chaleur des MCP après incorporation dans les matrices cimentaires est-il totalement conservé ?

4-L'effet de l'incorporation de MCP sur les propriétés mécaniques intrinsèques des TRC en traction directe n'a à notre connaissance jamais été étudié dans la littérature et gagnerait à être investigué et expliqué.

5-Les composites innovants MPC-TRC ouvrent-ils un champ potentiel d'applications dans l'enveloppe ainsi que la structure du bâtiment ? Si oui, quelles sont ces applications et quelles sont leurs performances thermomécaniques?

## **I.6 Conclusion**

Le présent chapitre consacré à l'état de l'art, a permis, d'une part, de dresser l'état des connaissances sur les matériaux à changement de phase (MCP) ainsi que l'intérêt de leur introduction dans l'enveloppe du bâtiment et plus précisément dans les matériaux cimentaires. D'autre part, cette revue bibliographique a également permis de présenter les composites textile-mortier (TRC), leurs propriétés ainsi que leur émergence récente dans les constructions modernes.

L'agencement des deux matériaux (TRC et MCP) apparait être une solution prometteuse permettant de viser l'augmentation des performances thermiques de l'enveloppe du bâtiment tout en maintenant une robustesse mécanique dans une perspective de réduction de l'empreinte écologique.

Les divers verrous scientifiques mis en évidence au cours de cette étude bibliographique nous a conduit à suivre une démarche multiéchelle et multiphysique afin de répondre aux diverses interrogations que suscite le développement d'un composite innovant issu de l'association d'une matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP et d'un renfort textile (composite MCP-TRC), de ce fait :

-A l'échelle de la matrice cimentaire modifiée par l'ajout du MCP (chapitre II) nous nous intéresserons à évaluer l'effet de l'ajout des MCP sur les performances mécaniques des matériaux cimentaire et ceci à diverses conditions de température [à température inférieure à la température de changement de phase (MCP à l'état solide) et supérieure à la température de changement de phase du MCP (MCP à l'état liquide)]. Il s'agira de comprendre l'évolution de

ces propriétés mécaniques. Une attention particulière sera portée à la compréhension de l'évolution de la cinétique d'hydratation ainsi que la microstructure de ce type de matrice. Il convient en effet de souligner qu'une compréhension fine de l'effet de l'ajout de MCP sur les propriétés mécaniques, physiques et également sur la microstructure de la matrice cimentaire peut être d'un intérêt majeur afin de comprendre l'effet de l'ajout de MCP à l'échelle du TRC. Au cours de cette partie (chapitre II, matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP) l'effet du MCP sur les propriétés thermique intrinsèques des matrices sera également analysé. Une approche critique sera également menée afin d'évaluer le rendement de stockage/restitution de chaleur des MCP après incorporation dans les matrices cimentaires.

-A l'échelle du composite MCP-TRC (chapitre III), nous nous intéresserons à évaluer l'effet de l'ajout des MCP sur les performances mécaniques des TRC à diverses conditions de température ainsi qu'à comprendre l'évolution de ces propriétés mécaniques. Une attention particulière sera portée à la compréhension des phénomènes intervenant à l'échelle de l'interface "matrice (modifiée par l'ajout de MCP) /textile" et régissant le comportement mécanique du composite MCP-TRC à l'échelle macroscopique. Au cours de cette partie l'effet du MCP sur les propriétés thermiques intrinsèques des composites MCP-TRC sera également analysé.

- A l'échelle de la structure et l'enveloppe du bâtiment (chapitre III), nous nous intéresserons à l'exploitation du composite MCP-TRC dans le cadre de deux concepts à caractère innovant qui sont des dalles légères en MCP-TRC ainsi que des panneaux sandwich à parement en MCP-TRC. Une étude détaillée des performances mécaniques et thermiques sera menée.



# **CHAPITRE II (Echelle de la matrice): Etude de l'effet des MCPs sur l'évolution des propriétés thermomécaniques des matrices cimentaires.**

## **II-1 Introduction**

L'évolution des propriétés mécaniques des composites MCP-TRC est régie par la qualité de l'interaction 'matrice/textile' laquelle est tributaire de l'évolution de la microstructure de la matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP.

Malgré les travaux récents [11,12,39] recensés dans l'état de l'art en lien avec l'effet des MCPs sur les matériaux cimentaires, de nombreuses interrogations et verrous scientifiques subsistent, et de nouveaux travaux sont nécessaires afin de mieux comprendre l'effet des MCPs sur l'évolution des propriétés mécaniques des matrices cimentaires. Une attention particulière sera portée au cours de ce chapitre à la compréhension des interactions phénoménologiques 'MCP /ciment' régissant la cinétique d'hydratation ainsi que l'évolution de la microstructure des matrices cimentaire modifiées par l'ajout de MCP. De même, un intérêt particulier sera porté à lever le verrou scientifique inhérent à l'effet de la température et donc l'état du MCP (solide ou liquide) sur l'évolution des propriétés mécaniques ainsi que la microstructure des matrices MCP-mortier

Dans une optique multiphysique, l'effet du MCP sur l'évolution des propriétés thermiques intrinsèques des matrices MCP-mortier sera abordé et analysé au cours de ce chapitre.

## **II.2 Matériaux et méthodes expérimentales**

### II.2.1 Matériaux

#### II.2.1.1 MCP microencapsulé

Le matériau à changement de phase mobilisé au cours de ces travaux de recherche est une cire végétale de type ester gras (MCP organique non paraffinique) afin de minimiser l'impact environnemental.

Le MCP utilisé est chimiquement identifié comme étant le Méthyl hexadécanoate. Son nom commercial étant l'INERTEK 23P, produit par la société WINCO Technologie, France [84]. La cire de MCP brute étant microencapsulée dans un polymère de type mélamine formaldéhyde par le processus de polymérisation in situ.

La polymérisation in situ consiste en une émulsion d'huile (cire de MCP) et d'eau dans une solution aqueuse continue stabilisée par un tensioactif (substance permettant la solubilisation de deux phases non miscibles). Un monomère est ajouté à la solution avec un catalyseur pour induire la création de capsules en polymère qui grandissent à l'interface huile/eau.

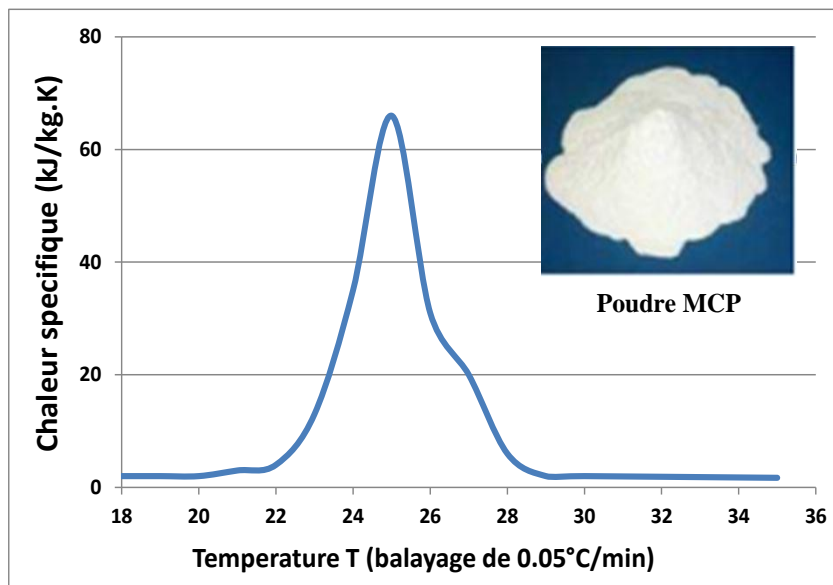
Les propriétés physiques de la poudre en MCP microencapsulé fournies par la société WINCO sont résumées **Tableau II-1**.

Forme	Densité(kg/m <sup>3</sup> )	Taille (µm)	T <sub>f</sub> (°C)	Chaleur latente (kJ/Kg)
poudre	350	5-25	25	160

**Tableau II-1** Propriétés physiques de la poudre MCP

Le MCP ci-dessus a été sélectionné parmi d'autres car sa température de changement de phase se situe dans la plage de confort thermique à l'intérieur des bâtiments. De plus, il ne présente que très peu de surfusion du fait qu'il appartient à la famille des MCPs organiques non-paraffiniques (n'est pas issu des dérivés du pétrole et donc minimise l'empreinte environnementale)

La plage de fusion du MCP s'étend de 23°C à 27°C, avec un pic détecté à 25°C sur la calorimétrie différentielle à balayage à 0,05°C/ min réalisée en laboratoire sur un calorimètre de type Perkin ELMER. (**Figure II-1**).



**Figure II-1** Capacité calorifique spécifique du MCP microencapsulé

**Pour des raisons de commodité sémantique, lorsqu'il sera désormais question de MCP, il conviendra de comprendre qu'il s'agit exclusivement de celui qui a été retenu dans le**

**cadre du présent manuscrit. Ainsi, nous sommes bien conscients que bien que certaines conclusions puissent prétendre à une relative généralisation (selon la nature et le conditionnement), il n'est pas question de suggérer que les résultats et/ou enseignements sont extensibles à tous les MCP, loin s'en faut.**

#### II.2.1.2 Mortier

Le mortier utilisé pour étudier l'influence du MCP sur les propriétés des matrices cimentaires et par la suite pour la confection des composites MCP-TRC est un mortier de ciment Portland avec une granulométrie maximale de 1,6 mm et une densité de  $2400 \text{ kg/m}^3$ . Le mortier utilisé a été sélectionné parmi un panel de différents mortiers en se basant sur les critères suivant :

-La matrice doit assurer l'imprégnation adéquate du textile par la technique du moulage au contact à la truelle ainsi que la meilleure pénétrabilité possible à l'intérieur des mailles du renfort lors de la confection des composites MCP-TRC (chapitre III). Pour cela, un mortier à consistance fluide et faible granulométrie ( $D_{\text{max}} \approx 1.6 \text{ mm}$ ) doit être employé.

- La matrice doit avoir de très bonnes caractéristiques d'adhérence afin d'assurer la meilleure interaction possible avec le renfort textile.

-La matrice doit avoir un temps de prise suffisamment long pour assurer la confection des composites MCP-TRC (à voir chapitre III) par la technique conventionnelle du moulage au contact à la truelle en laboratoire. Ce critère sera davantage prépondérant lors de la réalisation d'éléments constructifs (dalles + panneaux sandwich) en MCP-TRC par moulage au contact.

-La matrice ne doit pas constituer un milieu chimiquement agressif pour le renfort textile sélectionné (à voir chapitre III).

#### II.2.2 Méthodes expérimentales

##### II.2.2.1 Préparation des matrices MCP-mortier

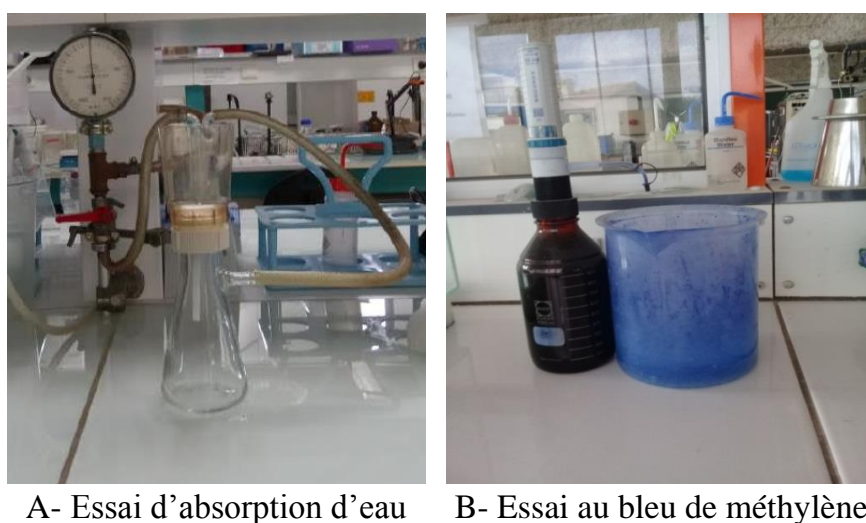
Quatre mélanges de mortiers modifiés par l'ajout de MCP ont été développés. Les quantités retenues de MCP ajouté au mortier de référence sont (0,5, 10 et 15%) du poids du mortier.

Ces quantités de MCP ont été sélectionnées sur la base d'une revue de la littérature sur les performances thermiques des bétons/mortiers modifiés par l'ajout de MCP. Les recherches récentes [37,39] ont montré qu'une concentration minimum de MCP de 5% en poids de béton/mortier est nécessaire pour produire un réhaussement notable du potentiel de stockage thermique d'un béton/mortier modifié par l'ajout de MCP.



L'étude de la performance thermique des cellules expérimentales en MCP-béton réalisés par Castellon [37] (voir état de l'art) sous sollicitations thermiques ambiantes a également indiqué que de plus petites concentrations en MCP (<5% en poids de la matrice) nécessiteraient des épaisseurs de parois des cellules très importantes pour produire une amélioration significative des performances thermiques (inadapté à l'industrie du bâtiment).

Avant la fixation des formulations des matrices MCP-mortier caractérisées expérimentalement, un test d'absorption après 24 heures d'immersion dans l'eau a été réalisé selon la norme EN 1097-6 [86] sur la poudre hydrophile de MCP afin d'évaluer la quantité d'eau absorbée par 100 grammes de MCP (**Figure II-2**).



**Figure II-2** (a) Test d'absorption après 24 h d'immersion et (b) test au bleu de méthylène

Un test au bleu de méthylène selon la norme EN 933-9 [87] a permis également d'évaluer la surface spécifique du MCP (**Figure II-2**).

Les résultats des tests d'absorption d'eau (coefficient d'absorption) et de bleu de méthylène (surface spécifique) sont résumés dans le **tableau II-2**

Masse MCP avant saturation $M_1$ (g)	Masse MCP après saturation $M_2$ (g)	Coefficient absorption d'eau $A_b$ (%)	Surface spécifique $S_{spe}$ ( $m^2/kg$ )
100	153	53	1100

**Tableau II-2** Résultats des tests d'absorption d'eau et de bleu de méthylène sur MCP

A partir du coefficient d'absorption d'eau déterminé (**tableau II-2**), la demande en eau du MCP peut être estimée. Elle est nécessaire pour établir les compositions des matrices MCP-mortier données dans le **tableau II-3**

En accord avec le test d'absorption d'eau sur MCP, le **tableau II-3** ou sont présentées les formulations des matrices MCP-mortier utilisées lors des différents tests de caractérisation présentés ci-dessous, indique qu'un rapport  $\frac{e}{c}$  (eau/ciment) constant ne peut être maintenu pour toutes les formulations des matrices MCP-mortier. En effet, une quantité croissante d'eau de gâchage est nécessaire en augmentant le taux de MCP dans les matrices, cela est dû à la nature hautement hydrophile de la poudre MCP (attestée par le test d'absorption d'eau sur le MCP **tableau II-2**).

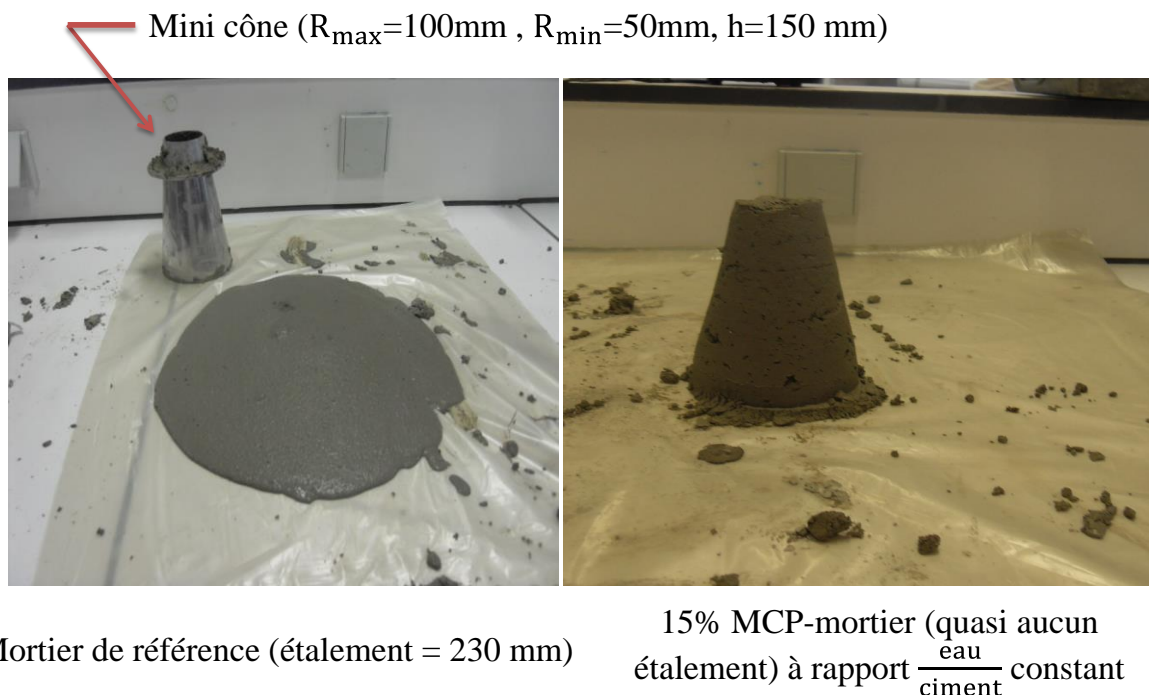
MCP-mortier	Reference	5wt%	10wt%	15wt%
MCP (kg)	0	0.3	0.6	0.9
Ciment (kg)	1.65	1.65	1.65	1.65
Agrégats fins (kg)	4.35	4.35	4.35	4.35
eau (L)	0.80	0.96	1.12	1.29
$\frac{e}{c}$	0.48	0.58	0.68	0.78
<u>eau non absorbée par le MCP</u> ciment	0.48	0.48	0.48	0.48
Affaissement cone Abrams (mm)	182	185	178	179
Etalement au mini cône Pour $\frac{e}{c}$ constant	230	110	1	0

**Tableau II-3** Composition des matrices MCP-mortier

Le caractère hydrophile du MCP est dû à la surface spécifique extrêmement élevée des capsules MCP ( $S_{spe} = 1100 \text{ m}^2/\text{kg}$ , **tableau II-2**), qui requiert donc une importante quantité d'eau pour remplir les micropores inter granulaires du MCP et pour couvrir les surfaces des microcapsules, en plus de l'existence de groupes hydroxyle (-OH) et imino (-NH-) dans la

coquille externe du polymère utilisé pour la microencapsulation qui créent des liaisons hydrogènes avec l'eau (adsorption chimique, voir sections II.3.5.3 et **figure II-31**).

Le fort taux d'absorption du MCP impose donc le besoin en quantités d'eau supplémentaires, sans lesquelles l'ouvrabilité des matrices MCP-mortier serait fortement dégradée (composites cimentaires inutilisables, voir étalement à rapport  $\frac{\text{eau}}{\text{ciment}}$  constant dans le **tableau II-3** et **figure II-3**) et sans lesquelles l'imprégnation du renfort textile pour composites MCP-TRC est impossible. Les mêmes observations ont été vérifiées dans la littérature [88,89].



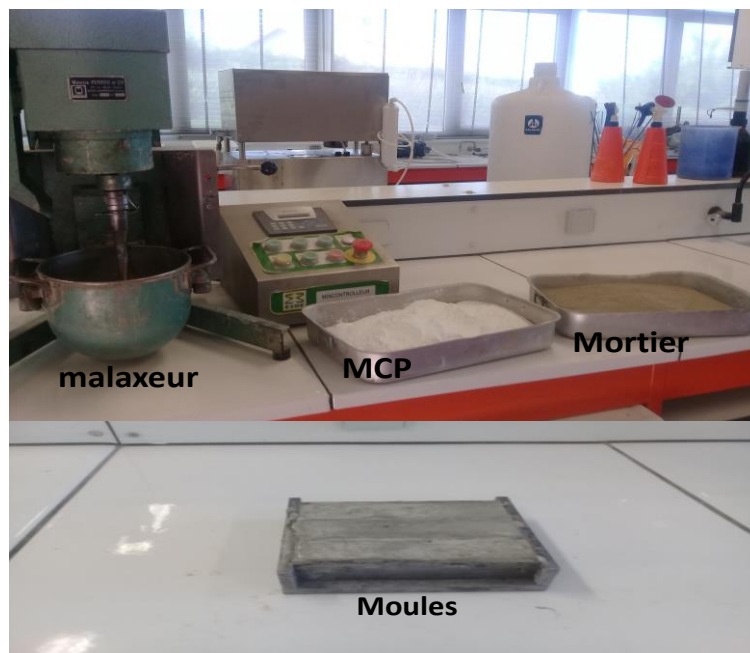
**Figure II-3** Etalement à rapport  $\frac{\text{eau}}{\text{ciment}}$  constant pour le mortier de référence et le 15% MCP-mortier

La quantité d'eau supplémentaire dans chaque matrice MCP-mortier (**tableau II-3**) correspond à l'eau absorbée par le MCP donnée dans le **tableau I-2** ( $\approx 53\text{ ml}$  d'eau pour 100 g de MCP ajouté). Ainsi, un rapport constant  $\frac{\text{eau non absorbée par MCP}}{\text{Ciment}} = 0,48$  est maintenu pour toutes les matrices MCP-mortier, induisant un affaissement quasi-constant dans les essais au cône d'Abrams (voir affaissement, **tableau II-3**).

La possibilité de remplacer les quantités d'eau additionnelles par du superplastifiant a été étudiée sans succès. En effet, à  $\frac{\text{eau}}{\text{ciment}}$  constant et avec utilisation de superplastifiant à la place

de l'eau additionnelle, des zones d'agglomérat de MCP insaturées ont été créées et ont absorbé le superplastifiant pour atteindre la saturation ce qui a entraîné une augmentation drastique de la quantité de superplastifiant ajouté (quasi égale à l'eau additionnelle pour chaque taux de MCP).

La procédure de malaxage des matrices MCP-mortier commence avec un mélange sec du mortier auquel on ajoute (80% - 90%) d'eau de gâchage. L'échantillon est ensuite mélangé pendant 2 min. La quantité restante d'eau avec le taux adéquat de MCP sont ensuite ajoutés pour minimiser l'exposition du MCP aux pales du malaxeur et ainsi réduire son potentiel dommage. Les matrices MCP-mortier sont coulées dans des moules (40 mm x 40 mm x 160 mm) et la maturation a été opérée dans des conditions de laboratoire à température constante de 20°C. (**Figure II-4**)



**Figure II-4** Préparation des matrices MCP-mortier

#### II.2.2.2 Caractérisation mécanique

Les essais présentés ci-dessous ont pour objectifs d'évaluer :

1/L'effet du taux de MCP sur l'évolution des propriétés mécaniques des matrices MCP-mortier

2/L'effet de la température et donc l'état du MCP (solide ou liquide) sur l'évolution des propriétés mécaniques des matrices MCP-mortier aux différents taux de MCP.

3/L'effet du taux de MCP sur l'évolution au cours du murissement des performances mécaniques des matrices MCP-mortier.

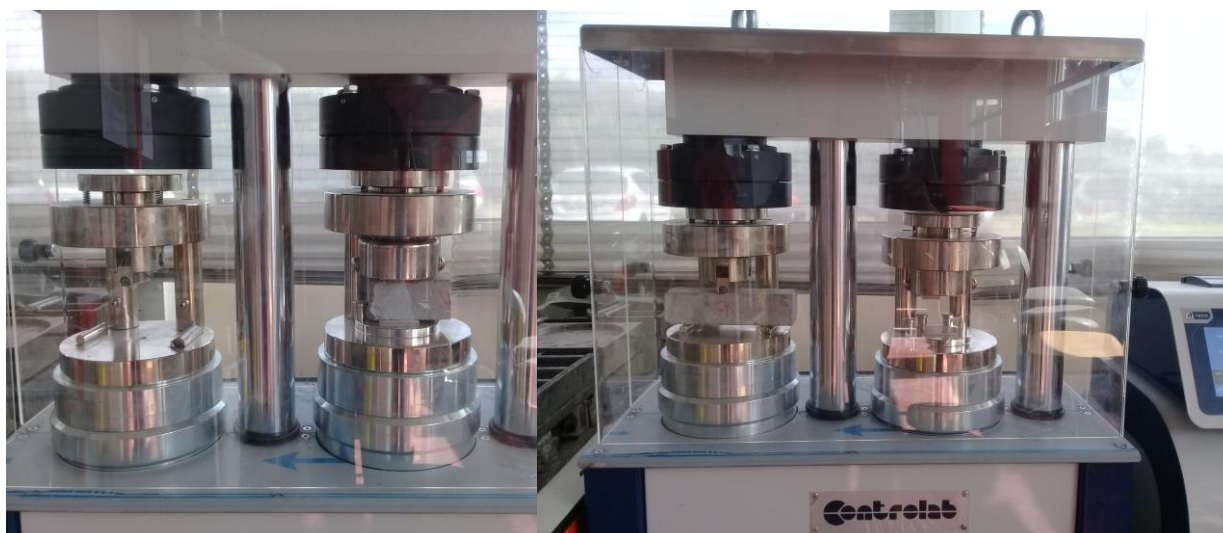
Des tests de résistance à la compression et à la flexion trois points ont été effectués selon la norme EN 196-1 [90] sur les éprouvettes (40 mm×40mm×160mm) en MCP-mortier. L'essai de compression quasi-statique monotone a été effectué à une vitesse de chargement de 2,4 kN/s jusqu'à la rupture, tandis que l'essai de flexion a été effectué sous une vitesse de charge de 50 N /s (**figure II-5**)

Les essais de compression et de flexion trois points ont été réalisés sur les éprouvettes contenant 0, 5,10 et 15% MCP en considérant deux températures d'éprouvettes : température ambiante au plus égale à 20°C et une température proche de 40 °C (La température de 40°C a été choisie suffisamment haute pour assurer la fusion totale du MCP et limiter l'aléa de la baisse de température risquant de conduire à des essais avec le MCP en phase de transition liquide à solide et également suffisamment basse pour que l'hypothèse de non endommagement des MCPs ou du mortier avant les essais soit réaliste). L'âge des éprouvettes lors des essais était de 28 jours. Cinq échantillons pour chaque taux de MCP et pour chaque configuration de conditionnement en température ont été testés.

Les éprouvettes testées à 40°C ont été introduites pendant 6 heures dans un four soumis à une température de 40°C pour induire un changement de phase du MCP de l'état solide vers l'état liquide. Les tests de compression et de flexion trois points ont été réalisés trois minutes après le retrait du four (cinq échantillons pour chaque taux de MCP) pour préserver l'homogénéité de la température dans l'éprouvette tout en garantissant une température sensiblement supérieure à celle de fusion du MCP.

Cinq échantillons de chaque taux de MCP dont la température a été élevée à 40°C ont été refroidis à 15°C pendant 6 heures dans une chambre froide pour assurer la re-solidification homogène du MCP (température de surface des échantillons= 20°C). Les essais de compression et de flexion trois points sur les éprouvettes chauffées puis refroidies ont été ensuite effectués trois minutes après leur retrait de la chambre froide

En plus des essais mécaniques décrits ci-dessus, la résistance à la compression à 20°C des échantillons MCP-mortier a été mesurée après 7, 14, 21 et 28 jours de cure en laboratoire à une température de 20°C pour évaluer le taux de développement de résistance au cours du murissement (cinq échantillons pour chaque teneur en MCP).



**A-Test de compression**

**B-Test de flexion 3 points**

**Figure II- 5** Caractérisation mécanique des matrices MCP-mortier

### II.2.2.3 Analyse thermogravimétrique

Les produits présents dans les matrices en MCP-mortier durcies peuvent être identifiés en utilisant l'analyse thermogravimétrique-dérivée thermogravimétrique/analyse thermique différentielle simultanée (ATG-DTG/SDTA) [91]. Les échantillons de mortier contenant respectivement (0, 5,10 et15%) MCP à 28 jours de durcissement ont été broyés en une poudre fine, puis 21 milligrammes ont été aléatoirement prélevés (trois prélèvements pour chaque matrice MCP-mortier) et introduits dans un dispositif Metler Toledo TGA instrument (**figure II-6**). Les échantillons ont été chauffés de 30°C à 1000°C à une vitesse de 10°C.min<sup>-1</sup>. Les échantillons étudiés et une référence inerte ont subi des cycles thermiques identiques et toute différence de température entre les échantillons et la référence inerte a été enregistrée.

Pour obtenir une signature de la poudre de MCP et identifier la plage de température de décomposition de ses différents composants, une analyse ATG-DTG / SDTA a été réalisée sur la poudre en MCP microencapsulé dans la plage de température de 30°C à 500°C à une vitesse de 10°C.min<sup>-1</sup>



**Figure II- 6** Analyse ATG sur dispositif Metler Toledo

#### II.2.2.4 Calorimétrie semi-adiabatique

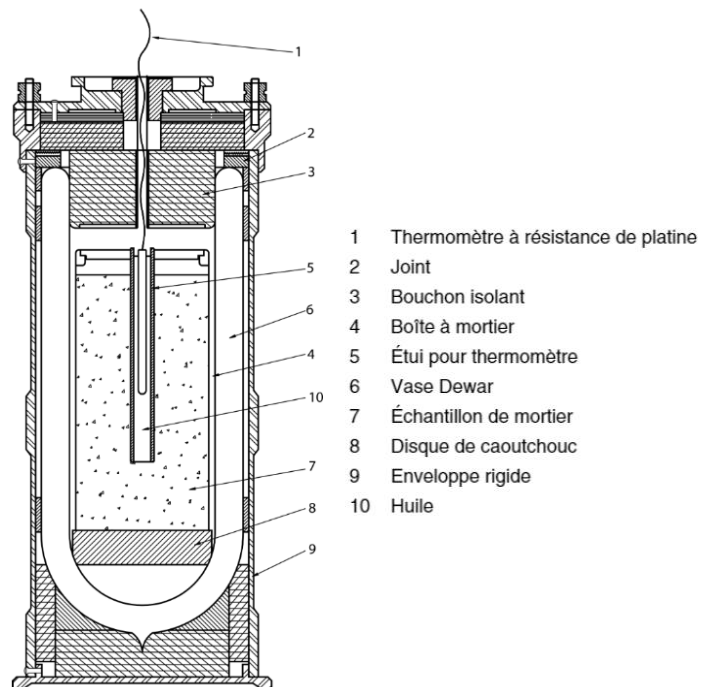
Un test de calorimétrie semi-adiabatique [92, 93,94] normalisé selon NF EN 196-9 [95] a été réalisé sur les matrices en MCP-mortier à l'état frais (juste après confection) afin de mesurer le dégagement de chaleur durant la réaction exothermique d'hydratation au jeune âge. Après avoir préparé les matrices aux formulations présentées dans le **tableau I-3**, elles ont été introduites dans quatre calorimètres (un calorimètre pour chaque matrice en MCP-mortier à 0, 5,10 et 15% MCP) constitués d'un flacon de Dewar (95 mm de diamètre, 280 mm de profondeur) scellé et enfermé dans un boîtier rigide servant de support (**figure 7-b**). Le flacon de Dewar permet l'introduction d'une boîte métallique (boite à mortier) remplie d'environ 800 cm<sup>3</sup> de matrice fraîche en MCP-mortier. L'isolation interne du calorimètre permet de minimiser les pertes de chaleurs [95]. La température interne du laboratoire où sont stockés les calorimètres est maintenue à 20°C (**figure II-7-b**).

Dans chaque boîte métallique de calorimètre contenant une matrice MCP-mortier, un capteur de température relié à un système d'acquisition de données est mis en contact avec la matrice pour mesurer l'évolution de la température durant l'essai.

Un échantillon de référence entièrement durci (ayant un âge de 10 ans) a été placé dans un calorimètre témoin pour évaluer le changement de température des matrices MCP-mortier dans chaque calorimètre par rapport à l'échantillon de référence entièrement durci.



-a- Calorimètres + chaîne d'acquisition



b- Composition du calorimètre suivant la norme NF EN 196-9

**Figure II- 7** (a) Instrumentation pour calorimétrie semi-adiabatique (b) composition du calorimètre

#### II.2.2.5 Analyse tomographique et porosimétrie par intrusion de mercure

Plusieurs échantillons (40 mm×40mm×160mm) de matrices en MCP-mortier sélectionnés aléatoirement ont été découpés en cubes (30mm x 30mm x 30mm) et analysés en utilisant un tomographe de type Skyscan avec une tension d'accélération de 85 kV, un temps d'exposition de 500 ms et un angle de rotation de 0,5 par coupe.



En utilisant le logiciel image J, un seuillage d'image basé sur le niveau de gris a été réalisé pour convertir les images brutes du tomographe en binaires (noir et blanc), ce qui a permis de distinguer la porosité et d'analyser la structure poreuse 3D des matrices MCP-mortier

Un test de porosimétrie par intrusion de mercure (MIP) a été réalisé sur les matrices MCP-mortier après 28 jours d'hydratation pour évaluer la porosité accessible et les diamètres des pores critiques. La plage de diamètre des pores détectée par le prosimètre est de 0,002  $\mu\text{m}$  à 450  $\mu\text{m}$  (**figure II-8**).



**Figure II- 8** Dispositif utilisé lors des tests de porosimétrie par intrusion de mercure

Préalablement à l'essai de porosimétrie par intrusion de mercure, les échantillons de matrices MCP-mortier durcies à 28 jours ont été carottés au cœur des échantillons (40mm x 40mm x 160mm) et séchés dans un four à 100°C pendant 24h pour éviter toute interaction entre le mercure injecté et l'eau capillaire. Le volume en vrac des échantillons a été mesuré puis introduit dans une chambre automatisée avec une pression de mercure croissante. Après chaque incrément de pression; l'instrument fait une pause pour permettre au volume introduit de se stabiliser. La pression maximale d'intrusion de mercure est de 300 MPa. Trois tests ont été effectués pour chaque taux de MCP dans les matrices MCP-mortier pour assurer la cohérence des résultats.

#### II.2.2.6 Analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) et compatibilité chimique MCP vs mortier (analyse FTIR)

Les capsules de MCP ont été observées avec un microscope de type TESCAN MIRA3 FEG. Avant l'imagerie, les capsules MCP ont été partiellement endommagées par pression de

cisaillement manuel entre deux morceaux de verre dans le but d'assurer la différenciation entre la cire de MCP pur et le film polymère de la microcapsule MCP. En effet, Le risque de rupture des capsules MCP pendant le malaxage et la possibilité d'interaction entre la cire de MCP pur et les phases hydratées du ciment nécessite une capacité de distinction entre la capsule de MCP non endommagée et la cire de MCP pur.

Pour enrichir l'état de compréhension sur l'évolution de la microstructure des matrices cimentaires après introduction du MCP. Des échantillons de matrices MCP-mortier ont été dégazés et recouverts d'une poudre d'or-palladium. Ces échantillons ont ensuite été observés à l'aide du microscope électronique à balayage (TESCAN MIRA3 FEG) avec une tension d'électrons de 10 kV.

Un détecteur d'électrons rétrodiffusés (BSE basé sur la composition chimique) a été utilisé pour identifier les différentes phases existantes dans les matrices MCP-mortier ainsi que dans la poudre MCP.

Pour étudier les interactions chimiques entre les particules de MCP et le mortier, les spectres infrarouges de l'analyse FTIR (spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier) dans une gamme de fréquences de  $500\text{ cm}^{-1}$  à  $4200\text{ cm}^{-1}$ , ont été recueillis pour la poudre de MCP, pour le mortier de référence (sans MCP) à 28 jours de durcissement et pour un échantillon 15% MCP-mortier à 28 jours de durcissement.

#### II.2.2.7 Performances thermiques des matrices MCP-mortier

La capacité calorifique spécifique des matrices en MCP-mortier à 28 jours d'âge a été évaluée par un calorimètre à balayage 3D de type CALVET (**figure II-9**) qui intègre un ensemble de capteurs thermocouples entourant totalement l'échantillon testé dans les trois directions et permet ainsi l'introduction d'environ 2g de chaque matrice MCP-mortier [trois échantillons par taux de MCP, les 2g sont obtenus par carottage au cœurs des échantillons (40mm×40mm×160mm)] sans procéder à l'écrasement des échantillons en poudre avant introduction dans le calorimètre (évitant donc tout endommagement potentiel ou additionnel des microcapsules).



**Calorimètre CALVET**

**Figure II-9** Dispositif de calorimétrie CALVET utilisé lors du test DSC

La plage de réchauffement des matrices durcies en 0, 5, 10 et 15% MCP-mortier lors d'un test endothermique de calorimétrie différentielle à balayage (test de chauffage) était de 5°C à 40°C avec une vitesse de chauffage de 0.05°C /min sous une pression de vide très faible et une purge à l'azote (20 ml /min).

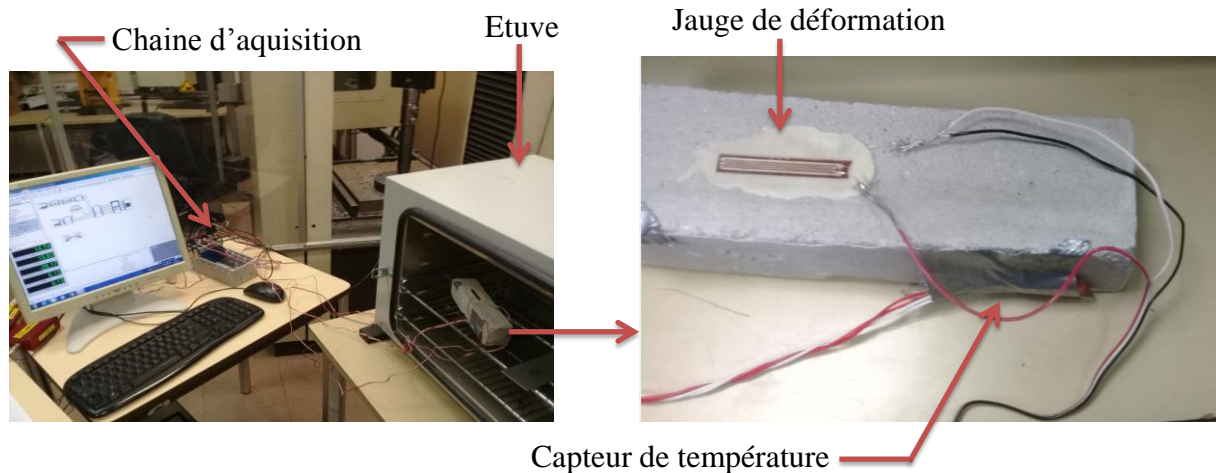
Une cellule témoin thermiquement inerte (vide) a été chauffée simultanément avec chaque échantillon de matrice MCP-mortier (pour chaque taux de MCP) et a permis de quantifier la chaleur échangée par les matrices en MCP-mortier pendant l'essai (le flux thermique échangé est le flux thermique de l'échantillon testé moins le flux thermique de la cellule témoin).

#### II.2.2.8 Effet de la température et donc l'état du MCP (solide ou liquide)

Les expériences décrites ci-dessus (ATG, Calorimétrie, Tomographie, MEB, MIP, FTIR) visent à fournir les explications phénoménologiques régissant l'évolution de la cinétique d'hydratation et de la microstructure des matrices MCP-mortier et, partant de leurs performances mécaniques. Ces expériences ne tiennent pas compte de l'effet de l'état du MCP (solide ou liquide) sur l'évolution de la microstructure des matrices MCP-mortier. Cependant l'état du MCP pourrait avoir un impact sur le comportement mécanique des matrices MCP-mortier ainsi que sur l'évolution de leurs microstructures et in fine sur le comportement mécanique des composites MCP-TRC.

L'hypothèse qu'un changement de volume des microcapsules de MCP contrôlé par l'état du MCP pur (solide ou liquide) pouvant engendrer des contraintes locales à l'intérieur des matrices a été explorée.

Pour évaluer la pertinence de cette hypothèse, les échantillons (40 mm x 40 mm x 160 mm) de 0, 5, 10 et 15% MCP-mortier à 28 jours d'âge ont d'abord été refroidis dans une chambre froide à 15°C pour assurer la solidification de tous le MCP pur dans le mortier durci. Les échantillons ont ensuite été instrumentés avant d'être introduits dans une étuve à 45°C pendant 80 minutes (**figure II-10**)



**Figure II-10** Instrumentation des échantillons introduits dans l'étuve

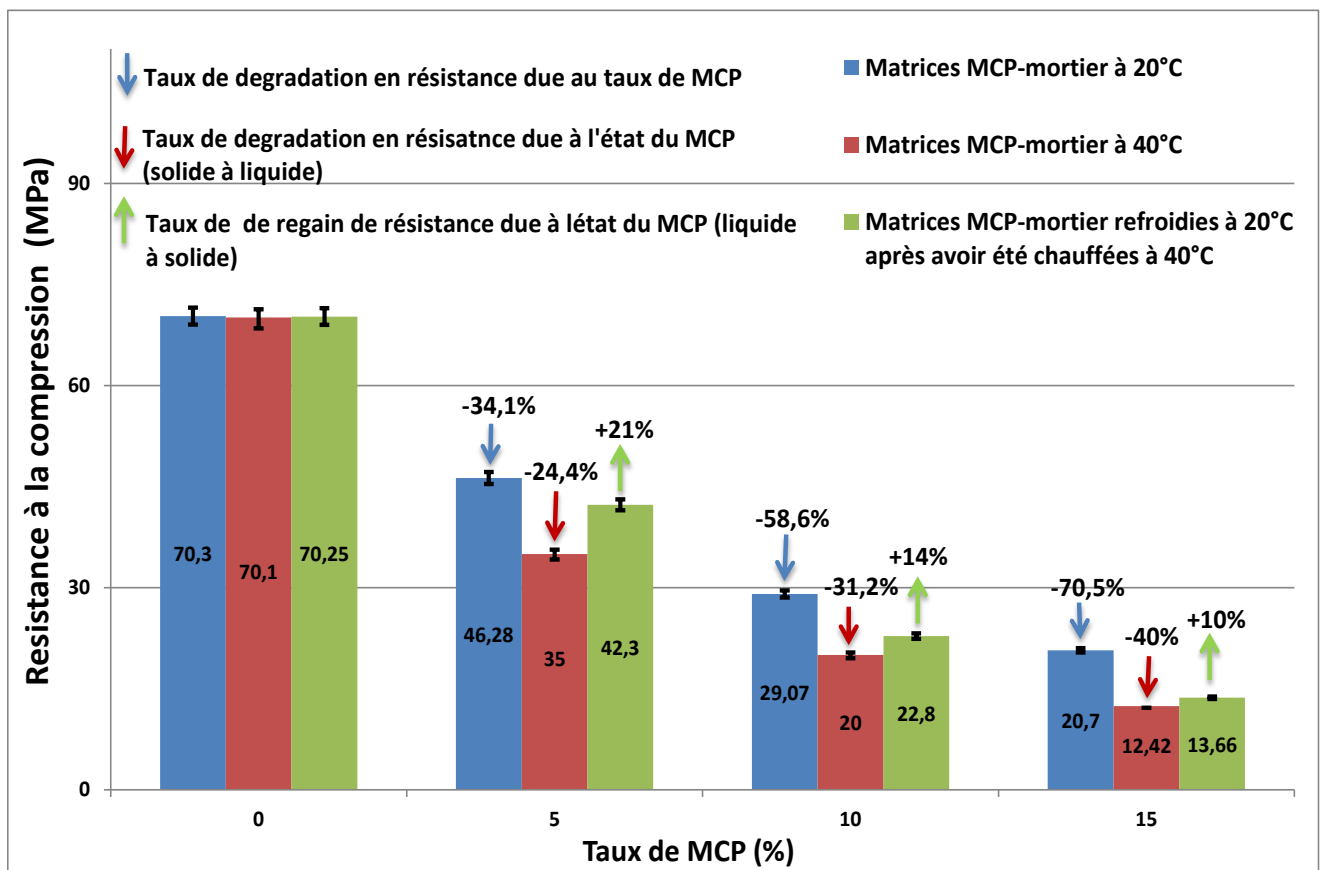
L'instrumentation des échantillons dans l'étuve (**figure II-10**) consiste en une jauge de déformation (30 mm de longueur) placée dans une des faces des échantillons MCP-mortier et un capteur de température de surface placé sur une autre face afin de corréliser l'évolution de la déformation des échantillons avec leur température de surface. Les deux capteurs (jauge de déformation et capteurs de température de surface) sont connectés à une chaîne d'acquisition. Les jauges de déformations utilisées dans cette expérience ont été choisies de sorte que leur facteur de dilatation thermique soit approximativement identique au facteur de dilatation du mortier ordinaire (de façon à ne calculer aucune déformation due à la dilatation thermique du mortier seul (sans MCP) dans les matrices MCP-mortier à l'intérieur de l'étuve). Les échantillons de MCP-mortier sont ensuite placés dans une étuve à 45°C pendant environ 80 minutes tandis que le système d'acquisition des données enregistre l'évolution de la déformation axiale et l'évolution de la température de surface des échantillons.

## II.3 Résultats et discussions

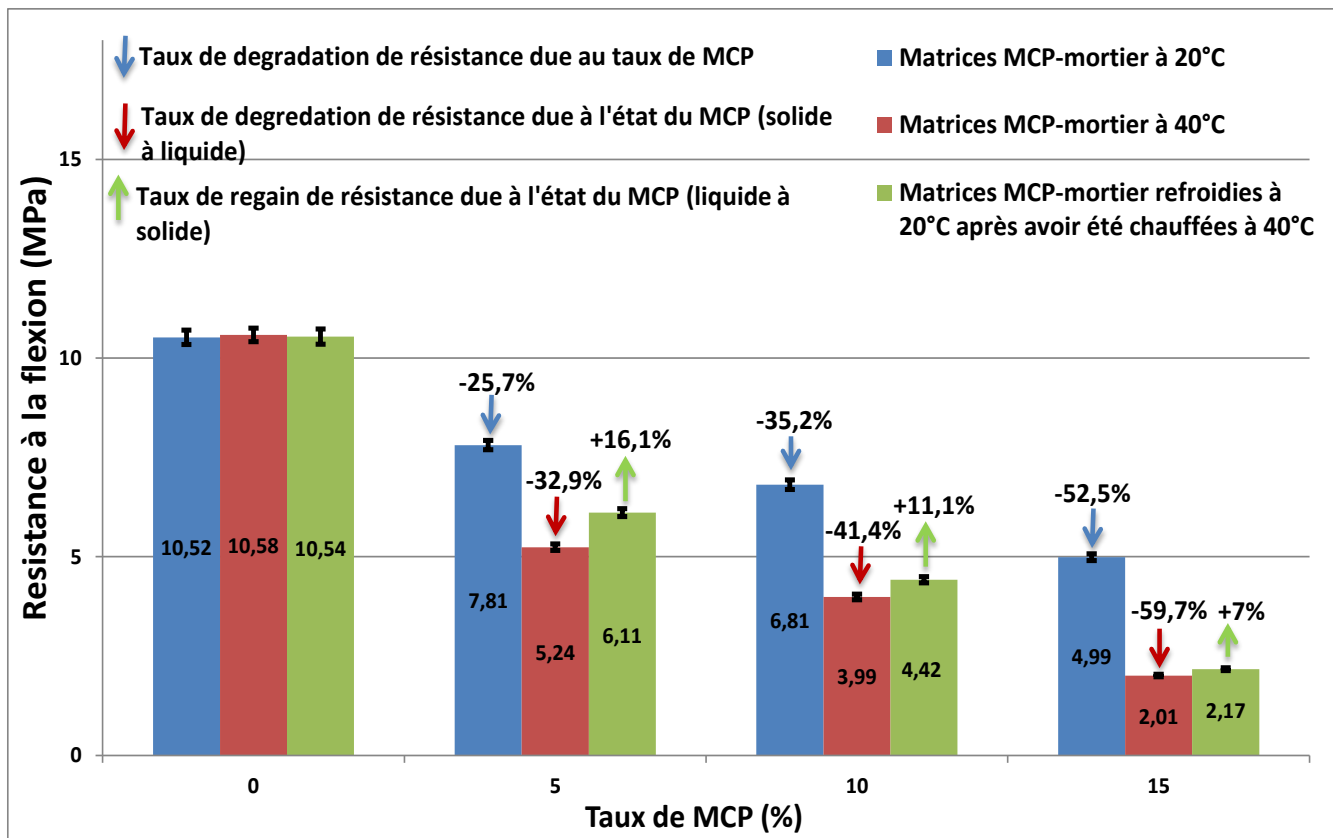
### II.3.1 Caractérisation mécanique

La **figure II-11** (a et b) montre l'évolution de la résistance mécanique des matrices en MCP-mortier sous compression et flexion trois points à 28 jours de durcissement. Les tests ont été effectués sur les échantillons dont la température a été maintenue à 20°C, les échantillons dont la température a été élevée à 40°C et les échantillons qui ont été refroidis à 20°C après avoir été réchauffés à 40°C.

La **figure II-12** illustre le taux de développement de résistance à la compression des matrices en MCP-mortier dont la température de surface est à 20°C à 7, 14, 21 et 28 jours de cure en laboratoire à 20°C (un taux de développement de résistance de 100% dans la **figure II-12** correspond à la résistance à la compression des échantillons à 28 jours).



(a)



(b)

Figure II- 11(a) Résistance à la compression (b) résistance à la flexion des matrices MCP-mortier

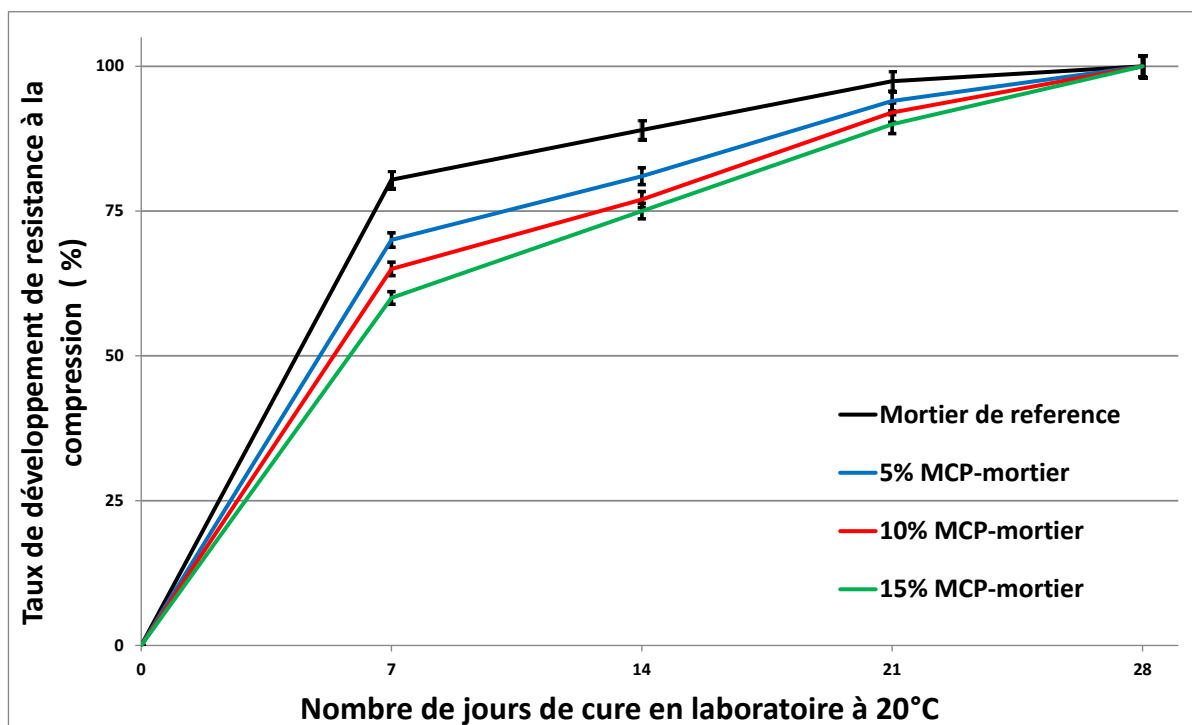


Figure II- 12 Taux de développement de résistance à la compression des échantillons MCP-mortier

Les principaux enseignements des tests expérimentaux présentés ci-dessus peuvent être énumérés comme suit:

(a) -Une diminution très significative et d'autant plus importante que le taux de MCP augmente de la résistance mécanique des matrices MCP-mortier a été constatée lors des tests mécaniques de compression et de flexion trois points dans les trois cas définis ci-dessus (échantillons maintenus à 20°C, échantillons dont la température a été élevée à 40°C, échantillons refroidis à 20°C après un chauffage à 40°C).

(b) -Une dégradation sensible de la performance mécanique des matrices MCP-mortiers a été observée lorsque le MCP est passé de l'état solide à l'état liquide après avoir placé les échantillons de matrices MCP-mortier dans le four. Le degré de dégradation de résistance des matrices dû au changement d'état du MCP augmente avec l'accroissement du taux de MCP dans les échantillons (**figure II-11**).

(c) -Les essais mécaniques effectués sur les matrices MCP-mortier refroidies à 20°C après avoir été chauffées dans un four à 40°C pendant 6 heures indiquent que les résistances mécaniques initiales des matrices ne sont que partiellement recouvrées (**figure II-11**).

(d) -Le taux de regain en résistance des matrices MCP-mortier refroidies à 20°C après avoir été chauffées au préalable à 40 °C diminue avec l'augmentation de la teneur en MCP (**figure II-11**). La flexion, comparativement à la compression exhibe un taux de recouvrement des propriétés moins important (**Figure II-11**).

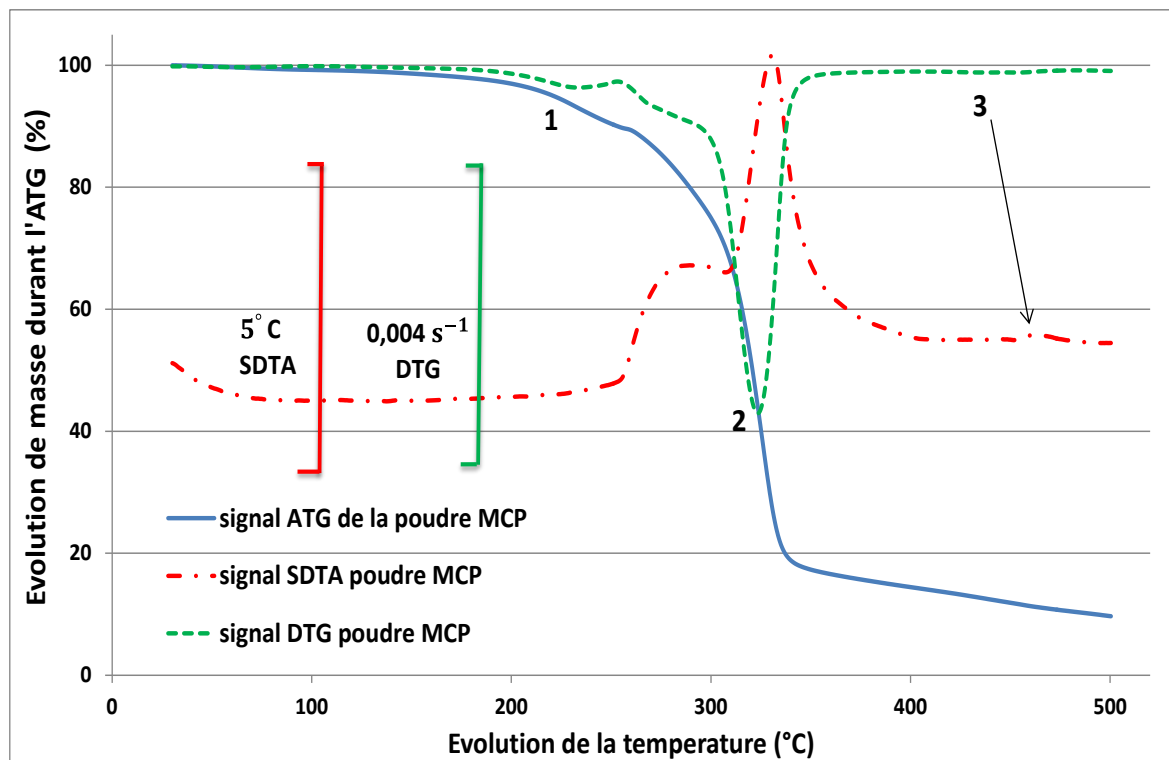
(e) -La **figure II-12** montre que le taux de développement de résistance à la compression au cours du murissement des matrices MCP-mortier (à 7,14 et 21 jours) diminue avec l'augmentation de la teneur en MCP.

La dégradation de la résistance mécanique des matrices MCP-mortier est due en partie à la présence de capsules fragiles de MCP en substitut des granulats. Cependant l'effet du MCP sur l'évolution de la microstructure du mortier ainsi que sur sa cinétique d'hydratation doit être clarifié et pourrait avoir un effet prépondérant sur les propriétés mécaniques des matrices MCP-mortier et sera l'objet des prochaines sections.

## II.3.2 Analyse ATG

### II.3.2.1 ATG sur la poudre de MCP

La courbe ATG-DTG/SDTA de la poudre de MCP est présentée sur la **figure II-13**, dans laquelle trois phases de décomposition peuvent être observées. Après une légère perte de poids attribuée à l'eau libre, la première perte de masse se produit dans la plage de 175-225°C (pic DTG 1 sur la **figure II-13**) et correspond à la décomposition de la coquille du polymère utilisé pour la microencapsulation du MCP. Celui-ci est également détecté dans le premier pic exothermique du signal SDTA. La seconde perte de masse se situe dans la plage de 270-360°C (pic DTG 2 sur la **figure II-13**). Elle est attribuée à la décomposition de l'hexadécanoate de méthyle (l'huile d'ester gras qui est le MCP pur). Celui-ci est également détecté dans le second pic exothermique du signal SDTA. Le troisième léger pic (pic DTG et SDTA numéro 3 sur la **figure II-13**) est attribué au tensioactif utilisé pour stabiliser l'émulsion huile-eau dans le processus d'encapsulation.



**Figure II- 13** Analyse ATG-DTG/SDTA de la poudre MCP microencapsulé

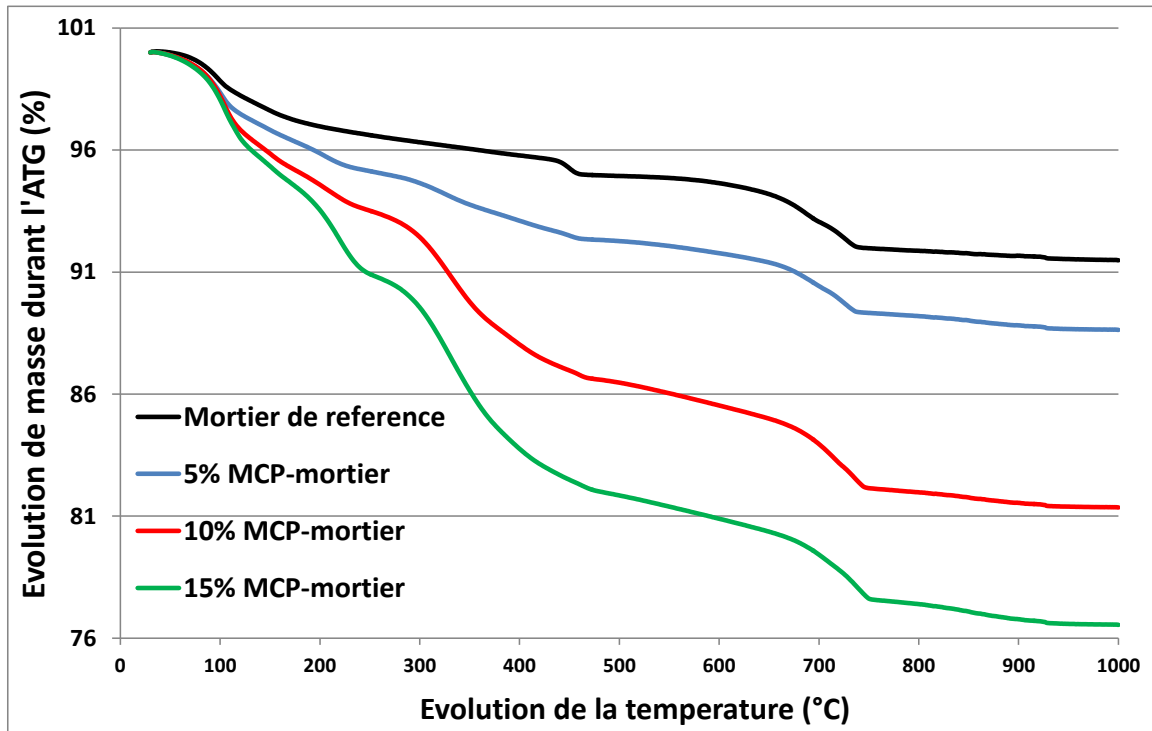
### II.3.2.2 Analyse ATG-DTG / SDTA des échantillons de matrices en MCP-mortier

La réaction entre le ciment des matrices en MCP-mortier et l'eau forme plusieurs produits hydratés. La décomposition de ces produits survient à des températures spécifiques. L'analyse ATG- DTG/SDTA permet de déterminer les quantités d'hydrates, et d'identifier les frontières

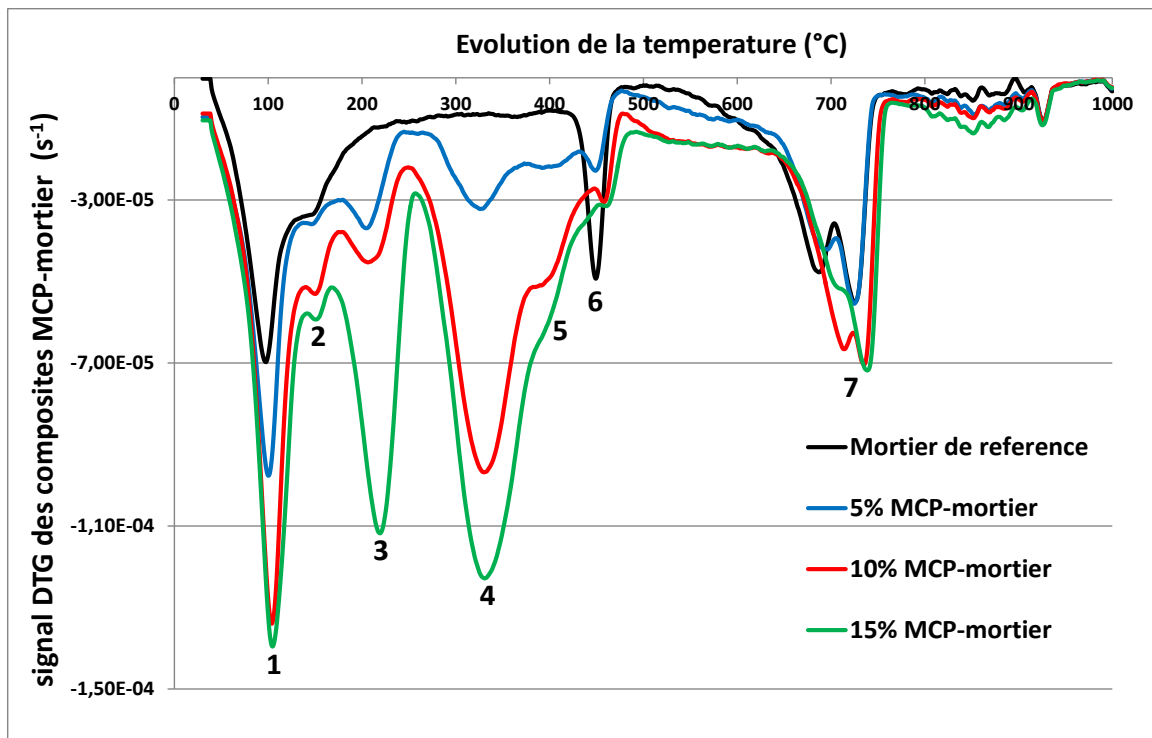


de températures auxquelles les différentes décompositions des produits présents à l'intérieur des matrices MCP-mortiers se produisent.

Les résultats de l'analyse ATG et DTG pour les différentes matrices MCP-mortier durcies à l'âge de 28 jours sont présentés sur la **figure II-14** (a et b)



(a)



(b)

**Figure II- 14** (a) Analyse ATG et (b) analyse DTG des matrices MCP-mortier

Une perte de masse croissante a été détectée en augmentant la teneur en MCP dans les échantillons. L'analyse DTG a indiqué la présence de trois nouvelles phases (pics 3, 4 et 5 sur la courbe DTG de la **figureII-14**) qui n'ont pas été détectées dans le mortier de référence (0% MCP).

La perte de masse des échantillons de matrices MCP-mortier se décompose comme suit :

**A: 30-130°C** : La perte de masse dans cette plage correspond à l'évaporation de l'eau libre capillaire (pour les échantillons avec et sans MCP) ainsi que de l'eau absorbée par le MCP et l'eau adsorbée dans la coquille du polymère utilisé pour la microencapsulation due aux liaisons hydrogène (pour les échantillons contenant du MCP uniquement). Le seuil de 130°C a été choisi comme limite (au lieu du 100°C conventionnel) pour assurer la prise en compte de toute l'eau adsorbée par le polymère (du fait des groupes hydroxyle et imino sur la coquille du polymère, qui créent des liaisons hydrogène avec l'eau voir Section II.3.5.3 et **figureII-31**).

**B: 130-430°C**: Dans cette plage de température, la perte de masse est subdivisée en deux cas:

B-1 Pour le mortier de référence (sans MCP) : la perte de masse correspond à l'eau liée aux phases hydratées CSH, et un pic détecté sur la courbe DTG à 155°C correspond à la déshydratation du monocarboaluminate de calcium (AFm).

B-2 Pour les mortiers avec des teneurs croissantes en MCP (5, 10 et 15% de teneur en MCP):

**130-165°C** (pic 2 sur la **figureII-14-b** à 155°C): déshydratation du monocarboaluminate de calcium (AFm).

**175-225°C** (pic 3 sur la **figureII-14-b** à 210°C): décomposition de l'enveloppe du polymère utilisé pour l'encapsulation du MCP (également détecté dans le signal DTG du MCP encapsulé sur la **figure II-13**).

**270-360°C** (pic 4 sur la **figureII-14-b** à 320°C): décomposition de la cire de MCP pur (hexadécanoate de méthyle également détectée dans le signal DTG du MCP encapsulé sur la **figure II-13**).

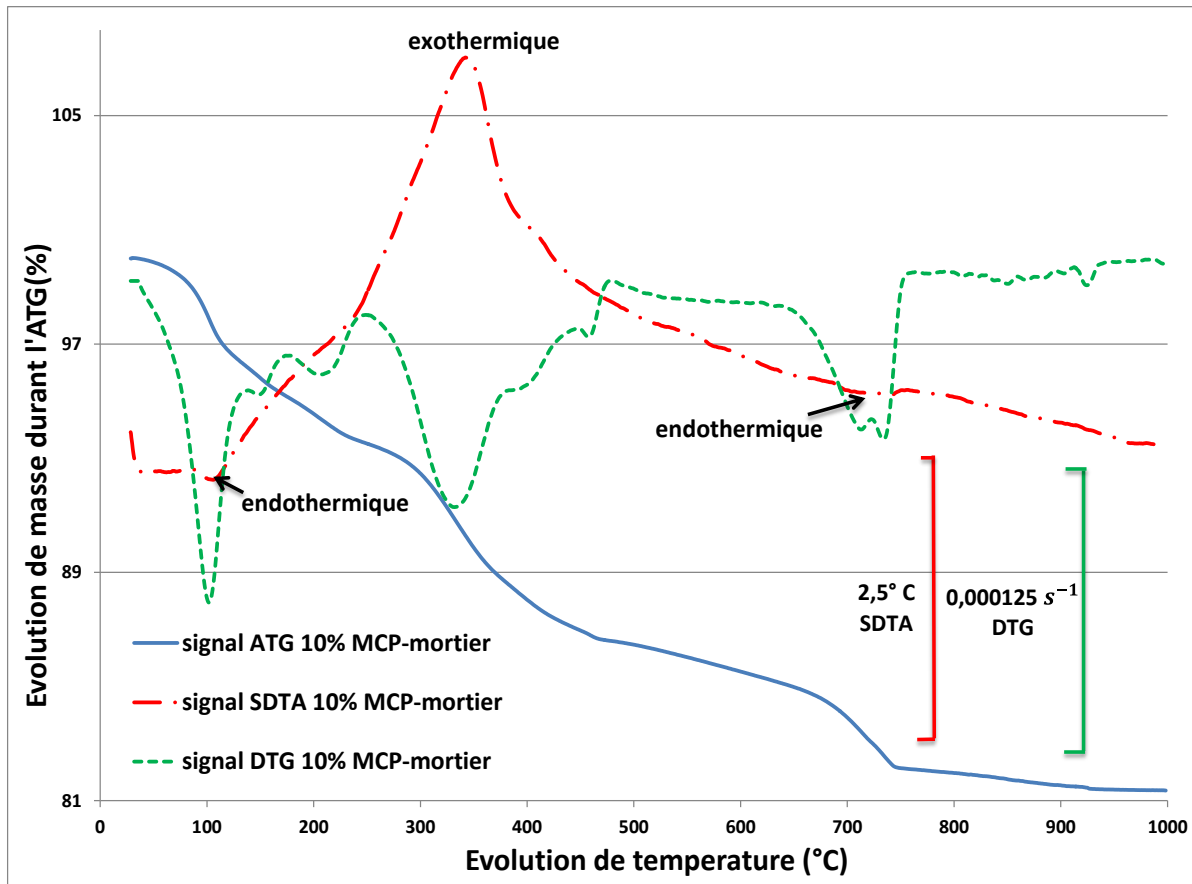
**375-410°C** (pic 5 sur la **figureII-14-b** à 400°C): décomposition du tensioactif utilisé pour stabiliser l'émulsion huile-eau dans le procédé d'encapsulation (correspondant au léger pic détecté dans le signal DTG du MCP encapsulé sur la **figureII-13**)

La perte de masse dans la plage de **130-430°C** dans les matrices contenant du MCP (5 ,10 et 15% MCP) et qui ne correspond pas à la décomposition des composants du MCP encapsulé est attribuée à l'eau liée aux phases hydratées de type CSH dans les matrices MCP-mortier.

**C: 430-480°C** (pic 6 sur la **figure II-14-b** à 460°C). La perte de masse dans cette plage correspond à la déshydroxylation de la phase d'hydroxyde de calcium ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) représentant la portlandite dans les échantillons (avec et sans MCP).

**D: 600-780°C** (doubles pics 7 sur la **figure II-14-b** à 680 °C et 730 °C). La perte de masse dans cette plage correspond à la décarbonatation du carbonate de calcium hydraté par évaporation du  $\text{CO}_2$  des échantillons.

Une analyse détaillée du signal ATG-DTG/SDTA pour la matrice 10% MCP-mortier (**Figure II-15**) permet une identification claire des frontières de décomposition des différents composants présents dans la matrice. Le signal SDTA (différence de température durant l'analyse ATG entre l'échantillon testé et la référence inerte) peut en effet indiquer si la décomposition d'une phase est due à une réaction endothermique (**pic vers le bas du signal SDTA** : évaporation d'eau libre, déshydratation de CSH, déshydroxylation de  $\text{Ca(OH)}_2$  et décarbonatation du carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  sur la **figure II-15** ) ou réaction exothermique (**pic vers le haut du signal SDTA** :décomposition du polymère utilisé pour l'encapsulation, décomposition de la cire de MCP pur et décomposition du tensioactif sur la **figure II-15**) et donc d'identifier précisément les différentes limites de décomposition des éléments présents dans les matrices MCP-mortier.



**Figure II-15** Analyse ATG-DTG/SDTA 10% MCP-mortier

De lors que les différentes plages de décomposition des produits présents dans les matrices MCP-mortier sont définies, l'eau liée aux hydrates peut être calculée.

L'eau liée ( $w_{\text{liée}}$ ) aux hydrates ( $\text{CSH} + \text{Ca}(\text{OH})_2$ ) qui sont les principaux responsables de la résistance mécanique peut être évaluée dans les matrices MCP-mortier comme suit:

$$W_{\text{liée}} = W_{130-500} - W_{\text{poly}} - W_{\text{huile}} - W_{\text{surfactant}} \quad (\text{II-1})$$

$W_{130-500}$  est la perte de masse totale dans le signal ATG entre 130°C et 500°C [une partie de l'ettringite et des CSH se décompose dans la plage de 100 à 130°C, cependant 130°C a été sélectionné comme référence (au lieu du 100°C conventionnel) pour le calcul de la quantité d'eau liée aux phases hydratées dans tous les échantillons en MCP-mortier et également dans le mortier de référence pour assurer la non-prise en compte de l'eau adsorbée chimiquement par le polymère utilisé pour l'encapsulation due aux groupes hydroxyles et imino sur la coquille du polymère (il est assumé que cette eau adsorbée sera totalement évaporée à 130°C)].

$w_{\text{poly}}$  est la perte de masse due à la décomposition de la coquille en polymère du MCP.

$w_{\text{huile}}$  est la perte de masse due à la décomposition de l'hexadécanoate de méthyle (cire de MCP pur), et

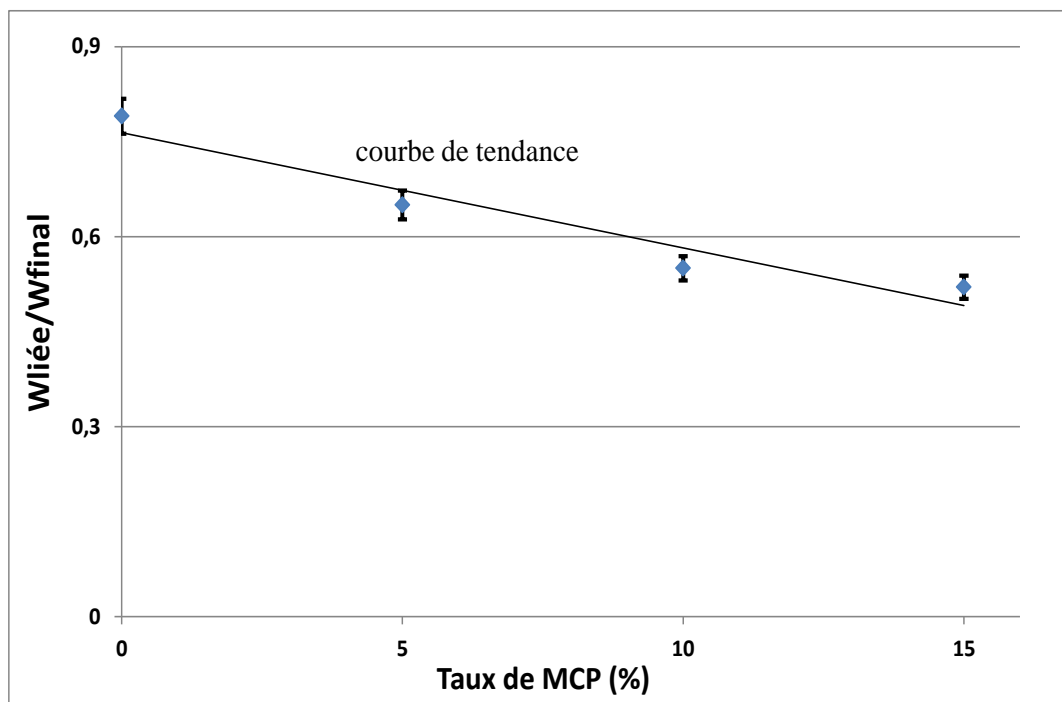
$w_{\text{surfactant}}$  est la perte de masse due à la décomposition du tensioactif (surfactant).

$$w_{\text{poly}} = w_{\text{huile}} = w_{\text{surfactant}} = 0 \text{ pour le mortier de référence (sans MCP)}$$

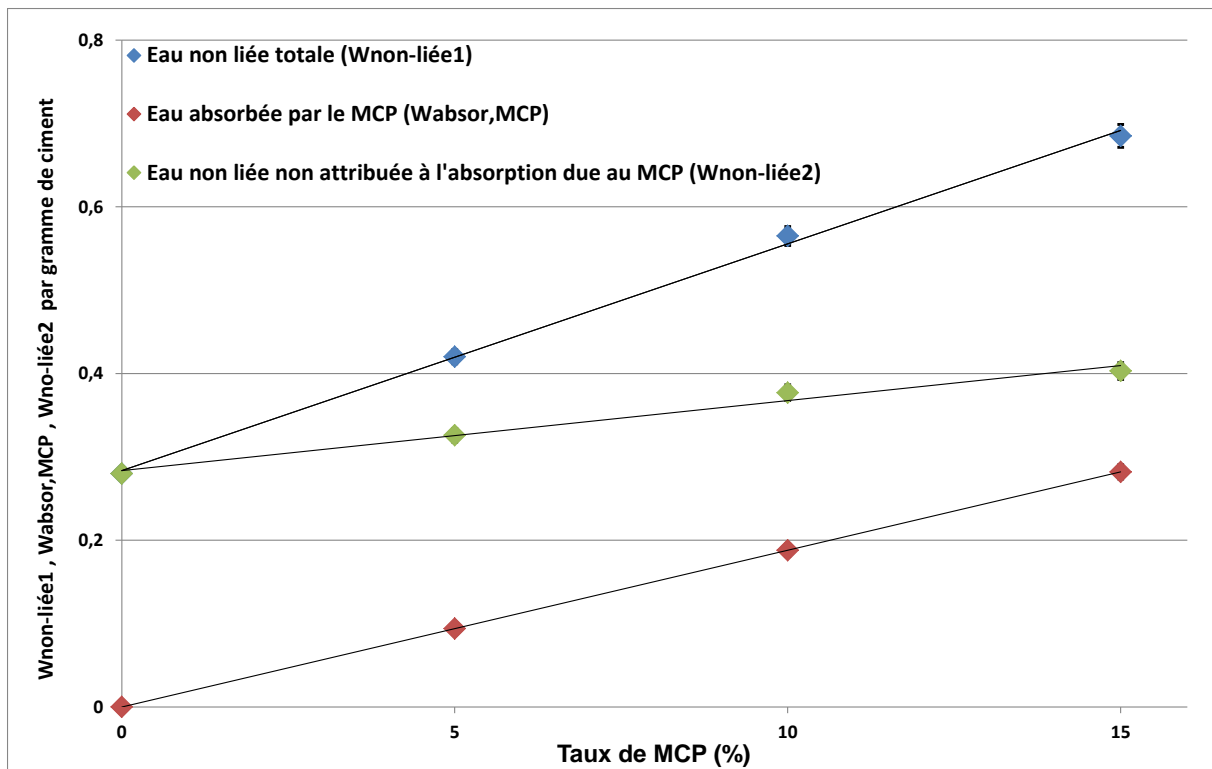
La **figure II-16-a** présente l'évolution du rapport  $\frac{w_{\text{liée}}}{w_{\text{final}}}$  pour les matrices en MCP-mortier.

Ici,  $w_{\text{liée}}$  est l'eau liée (g) aux phases hydratées à 28 jours,  $w_{\text{final}}$  est l'eau liée à l'hydratation finale et est évaluée comme étant  $0.23C_{\text{mix}}$  [93, 96], où  $C_{\text{mix}}$  est le dosage en ciment (g) pour chaque matrice en MCP-mortier (ré-évalué pour chaque taux de MCP dans les matrices).

La **figure II-16-b** montre l'évolution des rapports  $\frac{w_{\text{non-liée1}}}{C_{\text{mix}}}$ ,  $\frac{w_{\text{absor,MCP}}}{C_{\text{mix}}}$ ,  $\frac{w_{\text{non-liée2}}}{C_{\text{mix}}}$  ou  $w_{\text{non-liée1}}$  est la quantité d'eau totale non liée aux phases hydratées dans les matrices MCP-mortier (mg) (extraite de l'analyse ATG qui est la perte de masse dans la plage 30-130°C),  $w_{\text{absor,MCP}}$  est la quantité d'eau absorbée par le MCP (mg) (due à son caractère hydrophile) dans chaque matrice en MCP-mortier (revenir aux **tableaux II-2 et II-3**, eau absorbée  $\approx 53$  ml d'eau pour 100 g de MCP).  $w_{\text{non-liée2}}$  est la quantité d'eau non liée (mg) non attribuée à l'absorption d'eau par le MCP ( $w_{\text{non-liée2}} = w_{\text{non-liée1}} - w_{\text{absor,MCP}}$ ).



-a-



-b-

**Figure II-16** (a)  $\frac{W_{liéé}}{w_{final}}$  ratio, (b)  $\frac{W_{non-liée1}}{C_{mix}}$ ,  $\frac{W_{absor,MCP}}{C_{mix}}$  et  $\frac{W_{non-liée2}}{C_{mix}}$  ratios dans les matrices MCP-mortiers

Une diminution du rapport  $\frac{W_{liéé}}{w_{final}}$  avec l'augmentation du taux de MCP est observée sur la **figure II-16-a**, ce qui implique une diminution du degré d'hydratation avec l'augmentation du taux de MCP dans les matrices MCP-mortier. Cette constatation est accréditée par la nette diminution de la quantité de portlandite  $Ca(OH)_2$  dans les courbes DTG (**figure II-15-b**) pour les échantillons contenant du MCP par rapport au mortier de référence.

La **figure II-16-b** montre également que la quantité d'eau non liée non attribuée à l'absorption d'eau par le MCP ( $w_{non-liée2}$ ) augmente avec l'augmentation de la teneur en MCP dans les matrices. Ce résultat met en évidence l'influence significative des interactions 'MCP/ciment' sur la réaction d'hydratation et par conséquent sur la microstructure ainsi que sur les performances mécaniques des matrices MCP-mortier (les raisons seront discutées dans les sections II.3.3, II.3.4 et II.3.5.2).

Le **tableau II-4** résume la répartition de l'eau non liée (en mg) dans les matrices MCP-mortier (extraite de la **figure II-16-b**)

Distribution de l'eau non-liée ( $w_{\text{non-liée}}$ )	$w_{\text{non-liée}}$ (mortier de référence), mg	$w_{\text{non-liée}}$ (absorption par le MCP), mg	$w_{\text{non-liée}}$ (interaction MCP/ciment), mg
Mortier de référence	0.32±0.014	0	0
5% MCP-mortier	0.30±0.015	0.10±0.004	0.05±0.001
10% MCP-mortier	0.28±0.014	0.19±0.007	0.09±0.002
15 % PCM-mortar	0.26±0.012	0.26±0.012	0.12±0.004

**Tableau II-4** Distribution de l'eau non liée dans les matrices MCP-mortier

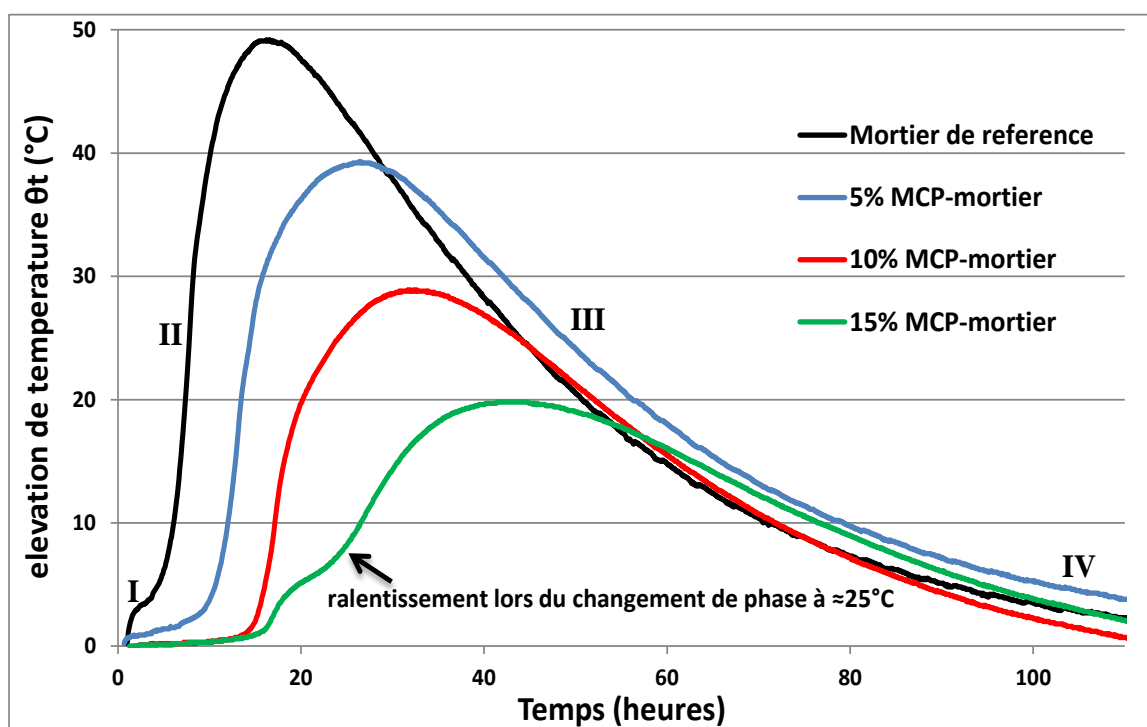
A partir la **figure II-16** et du **tableau II-4**, des conclusions claires peuvent être établies. Il est manifeste que les inclusions fragiles de MCP encapsulé contribuent à la dégradation des caractéristiques mécaniques des matrices MCP-mortier. Cependant, l'augmentation de la quantité d'eau non liée non attribuée à l'absorption d'eau par le MCP et la diminution du degré d'hydratation (phénomènes interdépendants) (**figure II-16**) mettent clairement en évidence le rôle prépondérant des interactions phénoménologiques 'MCP/ciment' sur la réaction d'hydratation et par conséquent sur l'évolution de la microstructure ainsi que sur les performances mécaniques des matrices MCP-mortier (les raisons sont discutées ci-dessous dans les sections II.3.3 , II.3.4 et II.3.5). Il convient également de souligner que l'eau non liée attribuée aux interactions 'MCP/ciment' (voir **tableau II-4**, cette eau augmente avec la teneur en MCP) contribue dans des proportions beaucoup plus élevées que l'eau additionnelle due au caractère hydrophile du MCP [eau supplémentaire dans les formulations  $\approx 53$ ml d'eau pour 100g de MCP due au fort taux d'absorption du MCP] à la dégradation des performances mécaniques des matrices MCP-mortiers. En effet, la première contribue à l'augmentation de la porosité interne des matrices MCP-mortier (voir sections II.3.4 et II.3.5) lorsque la seconde contribue au remplissage des micropores internes du MCP seulement.

### II.3.3 Calorimétrie semi-adiabatique

Bien que l'analyse ATG ait établi une tendance globale de la cinétique d'hydratation pour les matrices MCP-mortier, la quantité de matière utilisée dans l'analyse ATG (quelques mg) peut être considérée comme insuffisamment représentative du degré d'hydratation à l'échelle structurelle

Les essais de calorimétrie semi-adiabatique sur les matrices MCP-mortier effectués dans les calorimètres, décrits section (II.2.2.3) permettent d'établir un degré d'hydratation représentatif au niveau structural des matrices MCP-mortier et d'améliorer davantage la compréhension des interactions phénoménologiques 'MCP/ciment' discutées ci-dessus.

Les courbes d'élévation de température des échantillons frais de matrices MCP-mortier par rapport au mortier témoin (dont l'hydratation est arrivée à terme et maintenu à 20°C) au cours des essais de calorimétrie semi-adiabatiques sont représentées **figure II-17**.



**Figure II-17** Evolution de la température des matrices MCP-mortier dans l'essai de calorimétrie semi-adiabatique

Les graphiques **figureII-17** montrent que l'augmentation des teneurs en MCP dans les matrices induit une diminution considérable de la température maximale atteinte résultant de la réaction exothermique d'hydratation et conduit à un retard dans le temps de prise.

Les graphiques de l'évolution de la température en fonction du temps dans les calorimètres peuvent être subdivisés en quatre étapes (**figure I-17**).



I-La phase dormante (I, **figure II-17**): au contact de l'eau, les silicates tricalciques et dicalciques du ciment se dissolvent pour former les ions  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{SiO}_4^{-2}$  et  $\text{OH}^{-1}$ . Ces ions interagissent entre eux en phase II (la phase d'accélération) pour former des silicates de calcium hydratés (CSH) et de la portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ). La durée de la phase dormante augmente avec le taux de MCP dans les matrices. Cela peut s'expliquer par le fait que les MCPs (beaucoup plus petits que les particules de ciment, de dimension 5 à 20 $\mu\text{m}$ ) entourent les grains de ciment et réduisent ainsi la capacité de l'eau à accéder aux particules de ciment anhydres, retardant ainsi leur dissolution dans l'eau (également observé dans l'analyse au MEB dans la section II.3.5).

II-La phase d'accélération (II, **figure II-17**): dans cette phase, l'eau en contact avec les grains de ciment est saturée d'ions  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{SiO}_4^{-2}$  et  $\text{OH}^{-1}$ , ces ions précipitent sous forme de CSH et de portlandite. Cette réaction est fortement exothermique, ce qui provoque une élévation de la température des matrices. La diminution de la vitesse d'élévation de température ainsi que la température maximale des matrices MCP-mortier en augmentant le taux de MCP peut être expliqué par trois facteurs : (i) le premier est la plus petite quantité de grains de ciment dissous dans la première phase (en raison des effets du MCP expliqués ci-dessus en phase dormante); (ii) la seconde est que les particules de ciment enrobées de MCP ne peuvent pas se dissoudre ou sont dissoutes en plus petites quantités et ne peuvent également pas être utilisées comme sites de nucléation des phases hydratées (voir section II.3.5), ce qui réduit ainsi la quantité de produits résultant de la réaction d'hydratation ; (iii) le troisième facteur est la réaction endothermique de fusion du MCP qui se produit à 25°C. En effet, la fusion du MCP absorbe une partie de la chaleur libérée lors de la réaction exothermique d'hydratation sous forme de chaleur latente, ce qui provoque une diminution de la vitesse d'élévation de température ainsi que le plafond de température des matrices MCP-mortier [la fusion du MCP induisant un ralentissement de la vitesse d'augmentation de la température vers les 25°C est clairement visible pour la matrice 15% MCP-mortier, (voir **figure II-17**, ralentissement dû au changement de phase à 25°C)]

III - la phase de décélération (III, **figure II-17**): dans cette phase, la couche d'hydrates formée autour des grains de ciment anhydre limite la capacité de l'eau à accéder aux grains de ciment anhydres restants, ce qui réduit le taux d'hydratation et induit une baisse de la température des matrices fraîches en MCP-mortier.

IV- phase de continuation lente (IV, **Figure II-17**): dans cette phase, la réaction d'hydratation se poursuit très lentement. L'eau se diffuse dans la porosité interne des couches d'hydrates pour atteindre les grains de ciment anhydres. Cette phase peut durer des mois ou des années.

Les courbes d'évolution de la température en fonction du temps peuvent être utilisées pour évaluer la chaleur totale dégagée lors de la réaction d'hydratation selon l'essai semi-adiabatique normalisé EN 196-9 [95].

La chaleur dégagée  $Q$ , dans l'essai semi-adiabatique normalisé pour un mortier standard (sans MCP) est exprimée comme suit [95]:

$$Q = \frac{C_m}{m_c} \theta_t + \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \theta_t dt = A+B \quad (\text{II-2})$$

Où  $A$  est la chaleur accumulée dans le calorimètre, et le terme  $B$  est les déperditions de chaleur à travers le calorimètre.

$$C_m = cp_c m_c + cp_s m_s + cp_w m_w + cp_b m_b + \mu \quad (\text{II-3})$$

Où  $m_c$ ,  $m_s$ ,  $m_w$  et  $m_b$  sont respectivement la masse (g) du ciment, du sable, de l'eau et de la boîte métallique contenant les matrices MCP-mortier.

$cp_c$ ,  $cp_s$ ,  $cp_w$  et  $cp_b$  sont respectivement la chaleur spécifique du ciment, du sable, de l'eau et de la boîte métallique contenant les matrices MCP-mortier ;  $cp_c = cp_s = 0,8 \text{ Jg}^{-1}\text{K}^{-1}$ ;  $cp_w = 3,8 \text{ Jg}^{-1}\text{K}^{-1}$ ;  $cp_b = 0,5 \text{ Jg}^{-1}\text{K}^{-1}$ .

$\mu$  est la chaleur spécifique du calorimètre vide.

Dans l'équation (II-2),  $\theta_t$  est l'élévation en température des matrices MCP-mortier par rapport au mortier inerte dont l'hydratation est arrivée à terme (**figure II-17**), définie comme :

$$\theta_t = T_{\text{MCP-mortier}} - T_{\text{finale}} \quad (\text{II-4})$$

$T_{\text{MCP-mortier}}$  est la température interne dans les matrices MCP-mortier, indiquée par les capteurs de température noyés dans les matrices.

$T_{\text{finale}}$  est la température du mortier dont l'hydratation est arrivée à terme ( $\approx 20^\circ\text{C}$ ).

$\alpha$  est le coefficient des pertes thermique par conduction à travers le calorimètre ( $\text{Jh}^{-1}\text{K}^{-1}$ )

L'équation (II-2) de l'EN 196-9 [95] est utilisée pour un mortier standard sans tenir compte de l'effet du MCP. Cependant, lorsque le MCP fusionne entre 23 et 27°C, une partie de l'énergie libérée (énergie exothermique) pendant la réaction d'hydratation est absorbée par le MCP sous forme d'énergie endothermique pour induire sa fusion.

Pour considérer ce phénomène, l'équation (II-2) a été modifiée pour inclure l'énergie absorbée par le MCP pendant sa fusion comme suit:

$$Q = \frac{c_m}{m_c} \theta_t + \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \theta_t dt + Q_{\text{absorb MCP}} \quad (\text{II-5})$$

Avec la chaleur absorbée par le MCP  $Q_{\text{absorb MCP}} = C_{p\text{MCP}}(T) m_{\text{MCP}}$

Où  $C_{p\text{MCP}}(T)$  est la chaleur spécifique du MCP, et  $m_{\text{MCP}}$  sa masse (g). Il en résulte que :

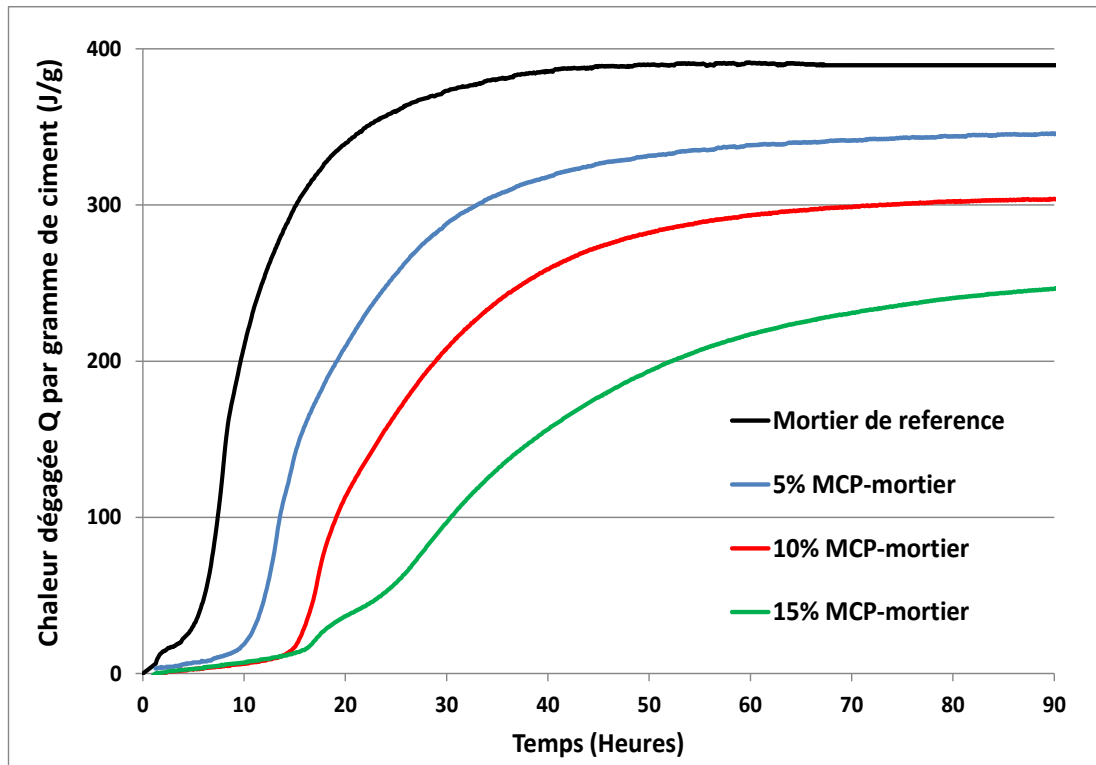
$$Q = \frac{C_{\text{MCP-mortier}}}{m_c} \theta_t + \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \theta_t dt \quad (\text{II-6}) \quad \text{avec :}$$

$$C_{\text{MCP-mortier}} = C_m + C_{p\text{MCP}}(T) m_{\text{MCP}} = 0.8 (m_c + m_s) + 3.8 m_w + 0.5 m_b + \mu + C_{p\text{MCP}}(T) m_{\text{MCP}}$$

La chaleur spécifique du MCP  $C_{p\text{MCP}}(T)$  varie en fonction de la température (voir **figure II-1**, calorimétrie différentielle sur MCP microencapsulé déterminée expérimentalement), ce qui est pris en compte dans l'équation (II-6).

La mobilisation de l'équation (II-6) en considérant les quantités de chaque constituant dans les matrices MCP-mortier disponibles **tableau II-3** ainsi que l'évolution de chaleur spécifique du MCP illustrée en fonction de la température sur la **figure II-1** permet une évaluation de la chaleur totale dégagée pendant l'hydratation des matrices (0,5,10 et 15% MCP-mortier)

La **figure II-18** présente la chaleur dégagée par gramme de ciment de chaque matrice en MCP-mortier (Q) en fonction du temps durant l'hydratation.



**Figure II- 18** Chaleur dégagée par gramme de ciment dans les matrices MCP-mortier

L'évolution du degré d'hydratation  $\xi$  des matrices MCP-mortier peut être exprimée selon l'équation d'Arrhenius [97] comme suit:

$$\frac{d\xi}{dt} = f(\xi) \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) = \frac{dQ(t)}{dt} \frac{\xi_\infty}{Q_\infty} \quad (\text{II-7})$$

Où  $f(\xi)$  est l'affinité chimique,  $E_a$  est l'énergie apparente d'activation,  $R$  est la constante des gaz parfaits et  $T$  est la température.

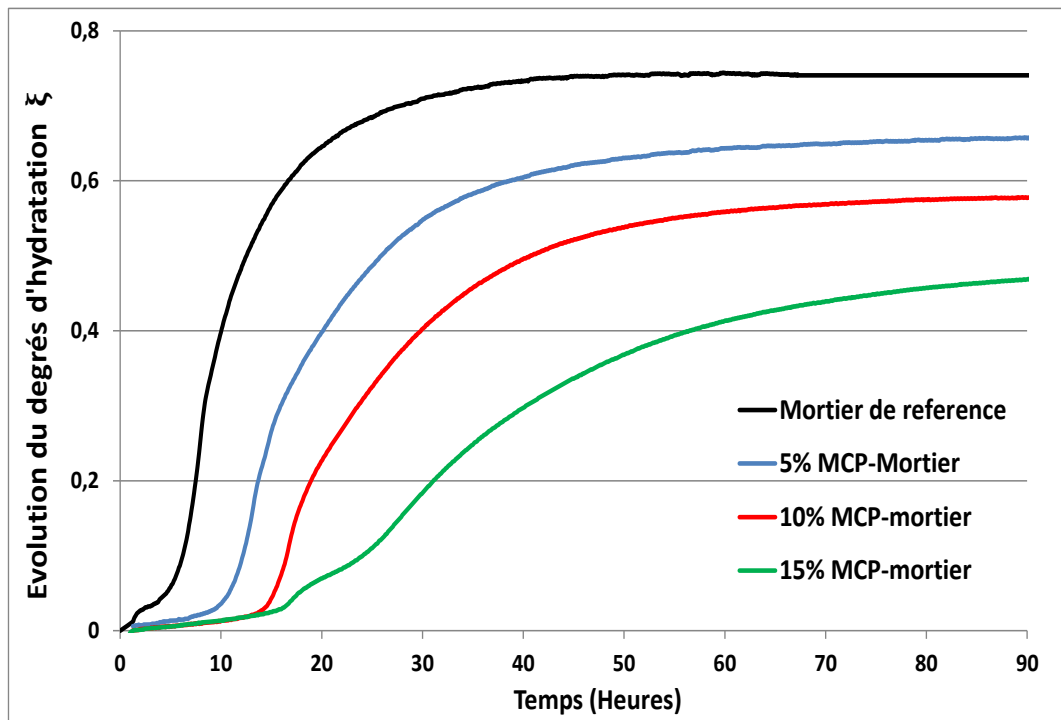
Dans l'équation (II-7),  $\xi_\infty$  est le degré d'hydratation à la fin de la réaction d'hydratation, qui peut être exprimé comme suit (équation II-8) pour une large gamme de ciments [98]:

$$\xi_\infty = 1 - \exp\left(-3.33\frac{w}{c}\right) \quad (\text{II-8})$$

Où  $\frac{w}{c}$  est le rapport  $\frac{\text{eau}}{\text{ciment}}$  dans la matrice en mortier de référence (sans MCP).

Dans l'équation II-7,  $Q_\infty$  est la chaleur finale libérée par gramme de ciment à la fin de la réaction d'hydratation, qui est évaluée par extrapolation à  $t_\infty$  pour le mortier de référence dans la **figure II-18**

La **figure II-19** montre l'évolution du degré d'hydratation  $\xi$  extrait de l'équation II-7 pour les matrices MCP-mortier lors de l'hydratation du ciment.



**Figure II- 19** Evolution du degré d'hydratation en fonction du temps des matrices MCP-mortier

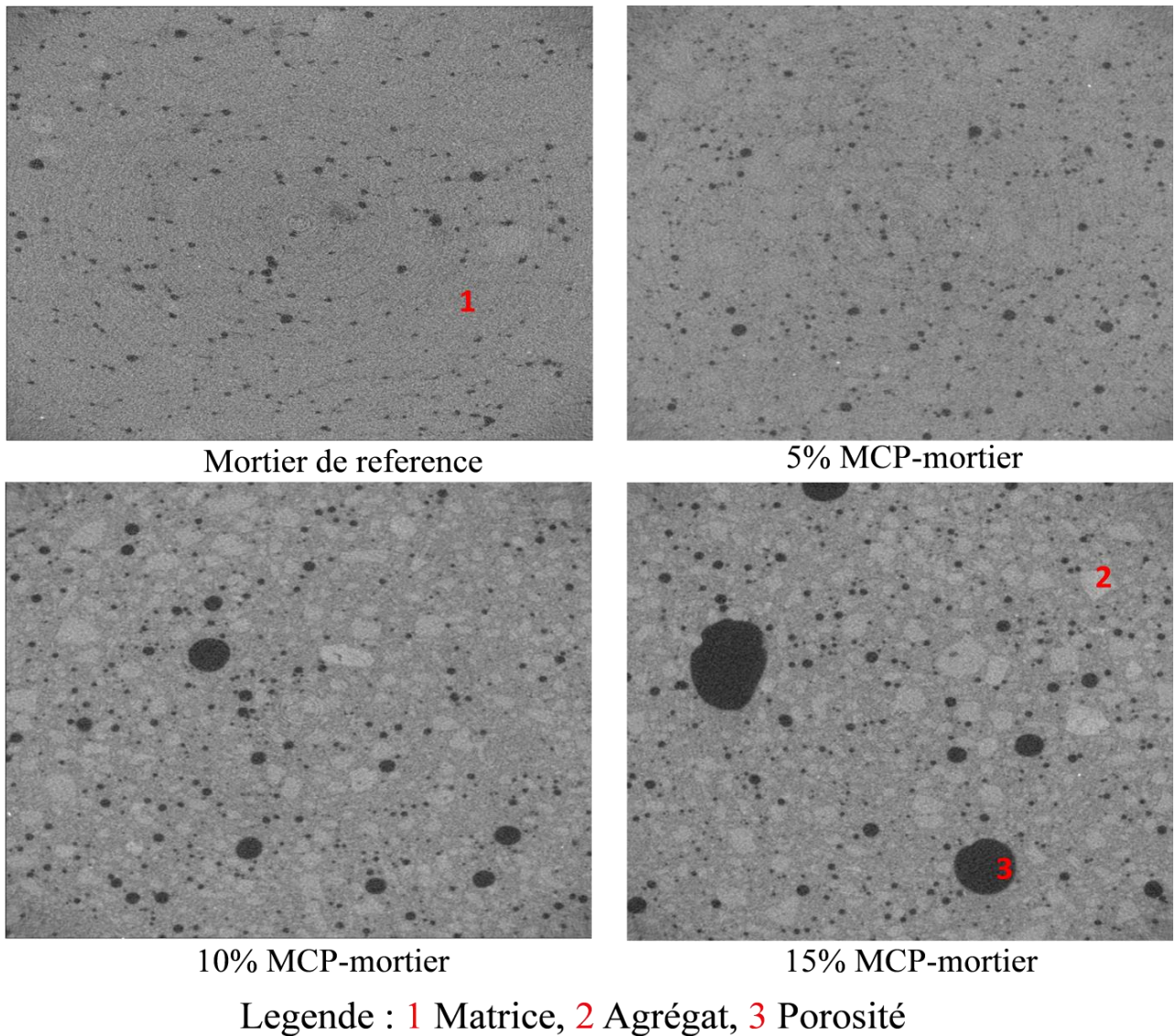
Une diminution du degré d'hydratation est observée (**figure II-19**) en augmentant le taux de MCP dans les matrices, ce qui conforte les déductions tirées de l'analyse ATG et explique, pour une large part, la dégradation globale des performances mécaniques des matrices MCP-mortier attribuée aux interactions 'MCP/ciment'.

Le temps de retard dans la réaction d'hydratation (**figure II-19** et **figure II-17**) entraîne une diminution de la vitesse de développement de résistance des matrices 5,10 et 15% MCP-mortier pendant le murissement à 7, 14 et 21 jours par rapport au mortier de référence (**figure II-12**).

### II.3.4 Tomographie au rayon X et porosimétrie par intrusion mercure

#### II.3.4.1 Tomographie au rayon X

Des coupes 2D (20 mm x 20 mm) de microtomographie au rayons X dans les échantillons (40×40×160mm) du mortier de référence et des matrices 5, 10 et 15% MCP-mortier sont présentées **figure-II-20**. Les images tomographiques présentées ci-dessous sont des coupes représentatives de populations (d'échantillons) dominantes dans chaque matrice.



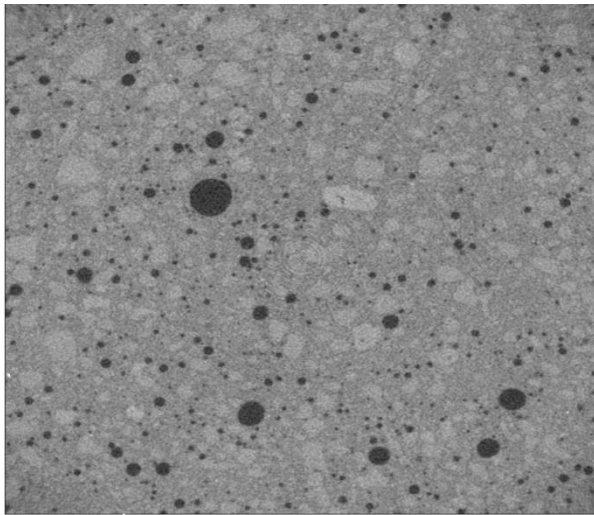
**Figure II-20** Observations 2D (20 mm×20 mm) par tomographie au rayon X des matrices MCP-mortier

A partir des coupes 2D (**figure II-20**), on peut conclure que le facteur d'atténuation des rayons X des MCPs ne permet pas de les différencier de la porosité car leur densité extrêmement faible peut être assimilée à de l'air (remarque : la porosité apparaît en noir sur la **figure II-20** du fait de la faible densité de l'air à l'intérieur des pores, ce qui signifie un faible facteur d'atténuation des rayons X).

On peut également observer à partir des coupes 2D (**figure II-20**) qu'à mesure que la teneur en MCP augmente, une distinction nette entre la matrice en MCP-ciment et les agrégats de sable peut être établie. Cela peut s'expliquer par le fait que lorsque le MCP est intégré dans la matrice de ciment, il réduit sa densité et induit une diminution du degré d'hydratation et une réduction de la rigidité de la matrice due à une plus petite quantité de produits hydratés

formés. Il en résulte une diminution du facteur d'atténuation des rayons X ( $\mu$ ) de la matrice (qui dépend du nombre atomique ( $z$ ) et de la densité du matériau analysé) créant ainsi un contraste de luminosité entre les agrégats de sable et la matrice en MCP-ciment. L'agrégat de sable apparaît ainsi plus clair que la matrice à mesure que la teneur en MCP augmente.

La **figure II-22** montre une reconstitution 3D d'une zone ( $20\text{ mm} \times 20\text{ mm} \times 7\text{ mm}$ ) observée par tomographie au centre du mortier de référence et des mortiers à 10 et 15% MCP. La reconstitution 3D a été réalisée via un seuillage d'images basé sur le niveau de gris afin de visualiser uniquement la porosité (voir principe du seuillage par niveau de gris dans la **figure II-21**).

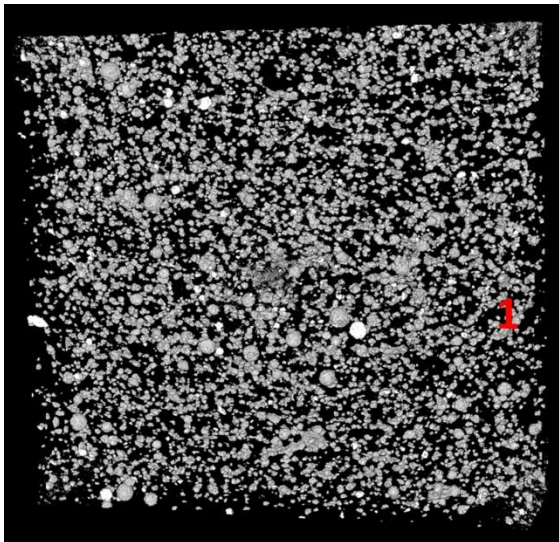


Coupe 2D avant seuillage (20mm×20mm)

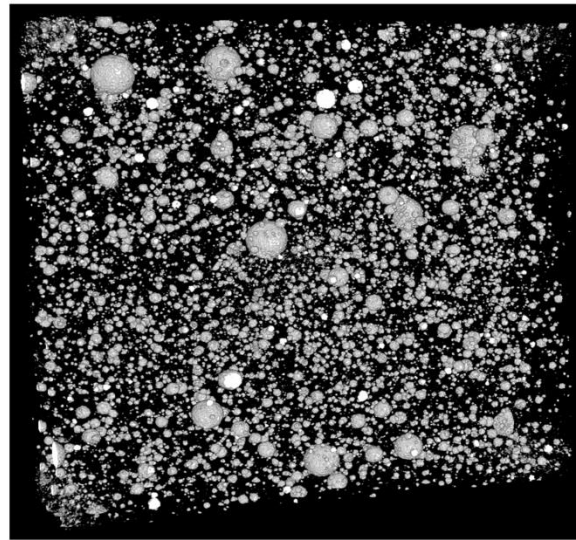


Coupe 2D après seuillage (20mm×20mm)

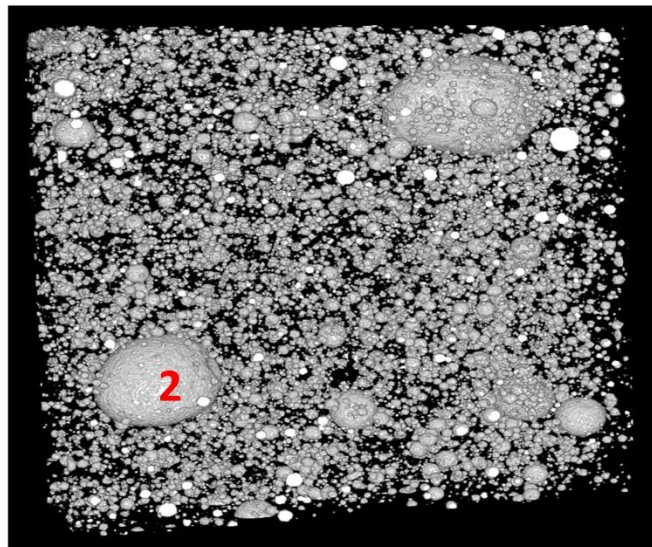
**Figure II-21** Seuillage par niveau de gris des coupes 2D des matrices MCP-mortier pour visualisation de porosité



Mortier de reference



10% MCP-mortier



15% MCP-mortier

Legende : 1 Microporosité , 2 Macro bulle d'air

**Figure II-22** Reconstitution 3D (20mm×20mm×7mm) de la structure poreuse d'un échantillon de Mortier de référence et d'échantillons de matrices 10 et 15% MCP-mortier

Une inspection visuelle des **figures II-20 et II-22** (reconstitution 3D) suggère une nette augmentation du volume des pores (cumulé) des matrices MCP-mortiers à mesure que la teneur en MCP augmente. Ce constat est dû à la diminution du degré d'hydratation (vue section II.3.2 et II.3.3)



De plus, la présence de macroporosité dans les échantillons 10 et 15% MCP-mortier (macro pores de 0,2-2,5 mm, **figure II-20 et 22**) suggère la possible présence de MCPs agglomérés dans ces vides ou la présence de quantités de capsules de MCP endommagées, ce qui peut augmenter la viscosité de la solution interstitielle induisant ainsi des macros bulles d'air. Il s'agit d'une hypothèse (inadaptation des rayons X à la visualisation des MCP) qui sera discutée plus en détail dans la section II.3.5 (visualisation au MEB).

#### II.3.4.2 Porosimétrie par intrusion de mercure

Selon l'équation de Washburn [99], qui suppose des pores cylindriques pour toute la structure poreuse, la pression de mercure injecté est directement liée au diamètre moyen des pores accessibles des échantillons de MCP-mortier comme suit:

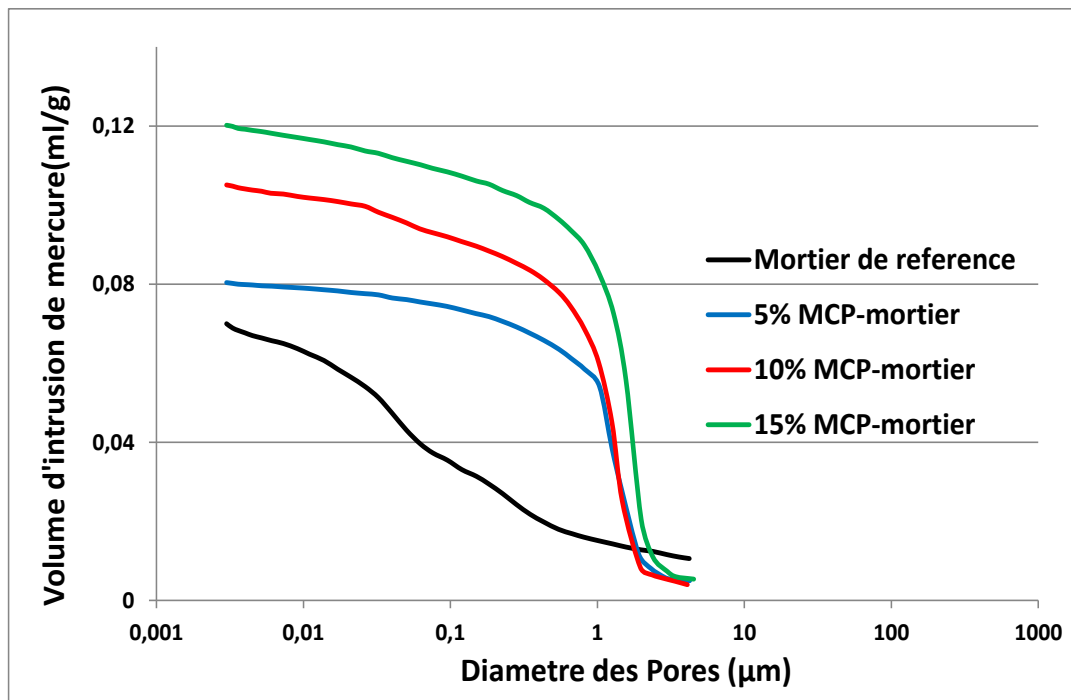
$$D = - \frac{2 \sigma_{Hg} \cos \theta}{P_{Hg}} \quad (\text{II-9})$$

D est le diamètre moyen des pores.

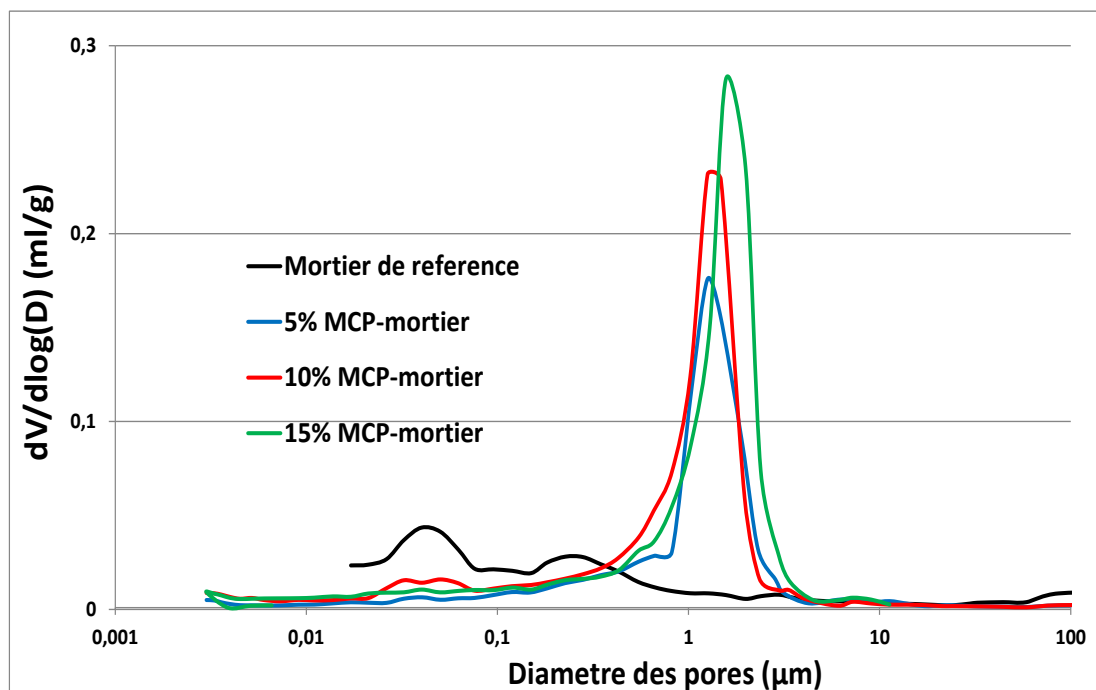
$P_{Hg}$  est la pression d'injection de mercure.

$\sigma_{Hg}$  est la tension superficielle du mercure ( $0.48 \text{ N}\cdot\text{m}^{-10}$ ), et  $\theta$  est l'angle de contact du mercure ( $\theta \approx 130^\circ$ ).

Les résultats du test concernant l'évolution du volume de mercure introduit et de la distribution de la taille des pores (courbe de la dérivée du volume de mercure introduit en fonction du diamètre des pores) sont présentés dans la **figure II-23 (a et b)**



-a-



-b-

**Figure II-23** Résultats de porosimétrie par intrusion de mercure concernant (a) le volume de mercure introduit (b) la distribution des pores

La porosité accessible (Pores) et les diamètres des pores critiques ( $D_{cr}$ ) peuvent être dérivés de la **figure II-23** (a et b); les valeurs correspondantes sont résumées dans le **tableau II-5**

MCP-mortier	Reference	5% MCP	10% MCP	15% MCP
Pore (%)	15.23±0.38	16.39±0.44	19.64±0.49	21.65±0.56
D <sub>cr</sub> (µm)	0.04±0.0008	1.25±0.026	1.29±0.027	1.56±0.034

**Tableau II-5** Porosité accessible et diamètre critique des pores des matrices en MCP-mortier

Une augmentation de la teneur en MCP entraîne donc une augmentation du volume de la porosité accessible. L'étalement du spectre de pores est plus important pour les échantillons contenant du MCP que pour le mortier de référence. Cela s'explique par l'existence dans les matrices contenant du MCP d'un réseau poral résultant de l'hydratation du ciment seul cohabitant avec un autre réseau poral hautement affecté par l'effet du MCP sur l'hydratation du ciment (ce réseau est beaucoup plus prépondérant que le premier, **figure II-23**). De plus, les diamètres critiques des pores des matrices contenant du MCP augmentent considérablement par rapport au diamètre critique de la matrice en mortier de référence. Cette augmentation consécutive de D<sub>cr</sub> est beaucoup plus due à l'eau non liée attribuée aux interactions 'MCP/ciment' (**figure II-17**) que l'eau supplémentaire dans les compositions des matrices MCP-mortier due au caractère hydrophile du MCP (qui contribue au remplissage des micro-vides inter granulaires du MCP et recouvre les surfaces des microcapsules de MCP). En effet, l'eau non liée attribuée aux interactions MCP/ciment résulte du fait que les grains de ciment enrobés de particules MCP ne peuvent pas participer au processus d'hydratation car le MCP empêche ou limite l'accès de l'eau au ciment. Les grains de ciment enduits de MCP ne peuvent pas non plus servir de sites de nucléation des cristaux d'hydrates (voir section II.3.5.2). Ceci conduit à la disponibilité de moins de produits d'hydratation pour remplir les pores, ce qui conduit à des diamètres de pores critiques beaucoup plus élevés que le mortier de référence.

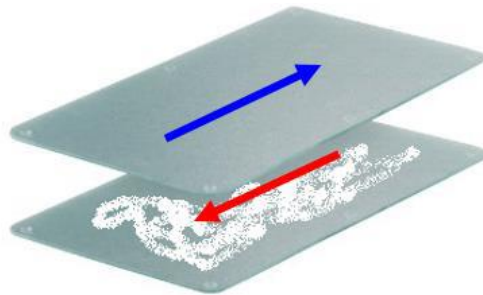
Il convient de souligner que l'augmentation du diamètre critique des matrices MCP-mortier renforce l'intérêt d'une association de ce type de matrices avec des armatures textiles non-corrosives. En effet le renforcement de ce type de matrices avec des armatures en acier 'corrosives' nécessiterait des épaisseurs d'enrobage beaucoup trop élevées (à titre indicatif le coefficient de diffusion des chlorures évolue de façon linéaire avec le diamètre critique des pores quand le coefficient de perméabilité évolue de façon exponentielle [100]).

## II.3.5 Résultat des analyses MEB et spectroscopie infrarouge (FTIR)

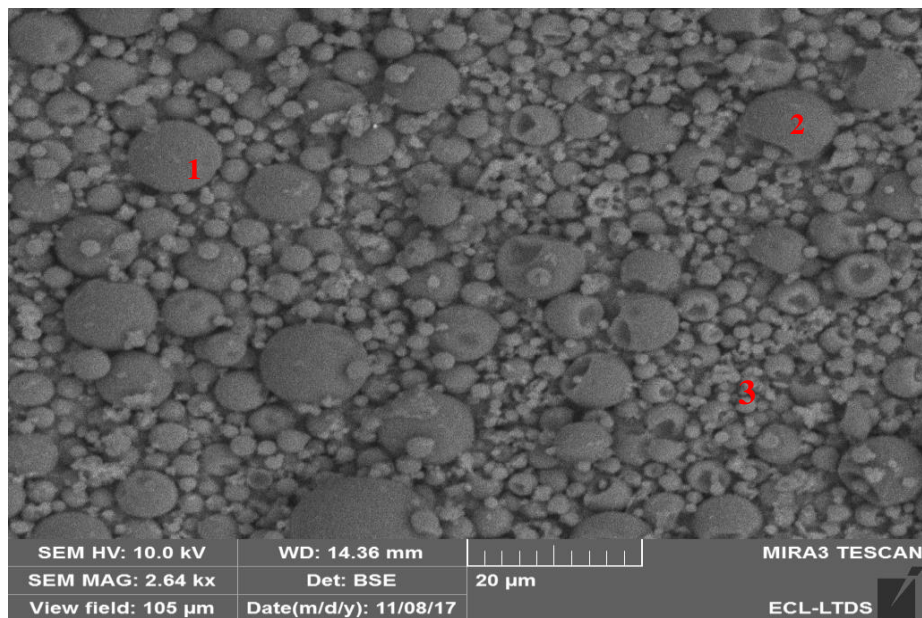
### II.3.5.1 Analyse MEB des microcapsules MCP

La **figure II-25** montre la microstructure de capsules de MCP non endommagées et d'autres partiellement endommagées (les capsules endommagées résultent d'une pression de cisaillement manuel de la poudre de MCP entre deux morceaux de verre, **figure II-24**).

Le détecteur BSE basé sur la densité du matériau permet de distinguer clairement les petits nodules ( $\approx 1 \mu\text{m}$  de diamètre) formant la cire de MCP pur (hexadécanoate de méthyle) des particules MCP non endommagées car la cire de MCP pur apparaît plus brillante que la capsule en polymère en raison de sa densité plus élevée. La distinction entre la cire de MCP pur et la microcapsule MCP permettra une interprétation approfondie des futures observations MEB sur matrices MCP-mortier.



**Figure II-24** Procédure d'endommagement partiel des microcapsules

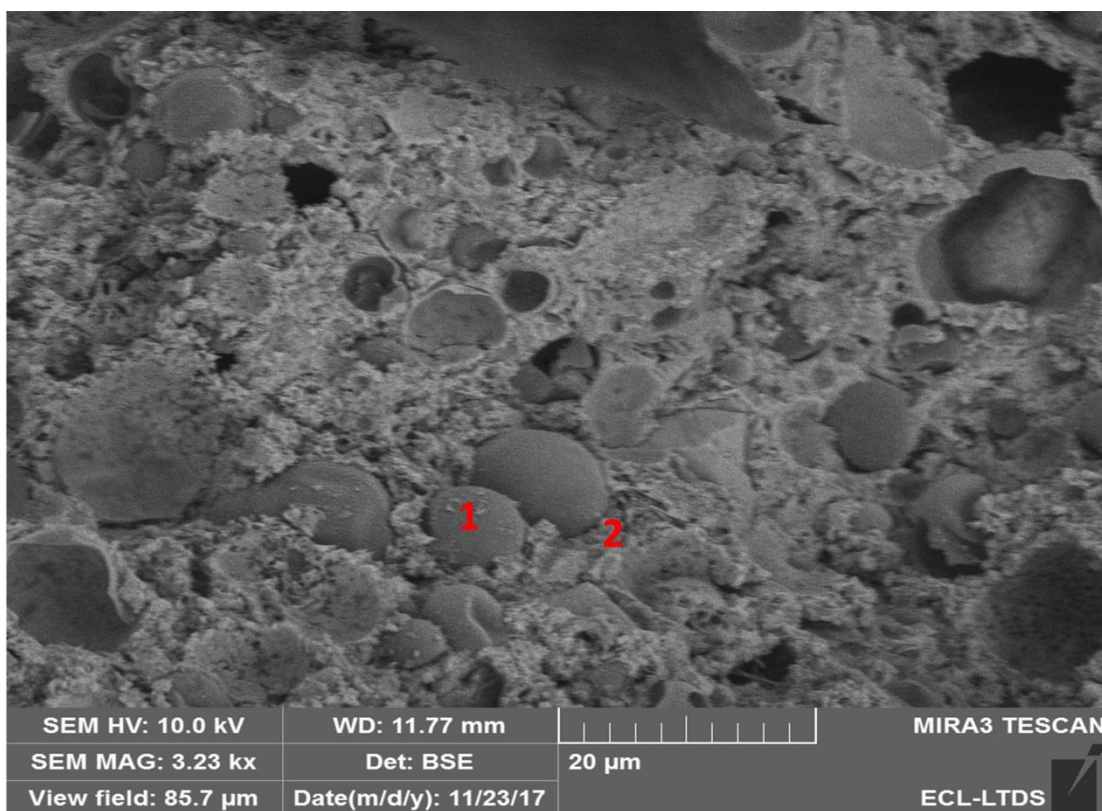


Legende: **1** Capsules MCP intactes , **2** Capsules MCP endommagées  
**3** Nodules de MCP pur

**Figure II-25** Observation au MEB d'un mélange de capsules MCP endommagées et non endommagées

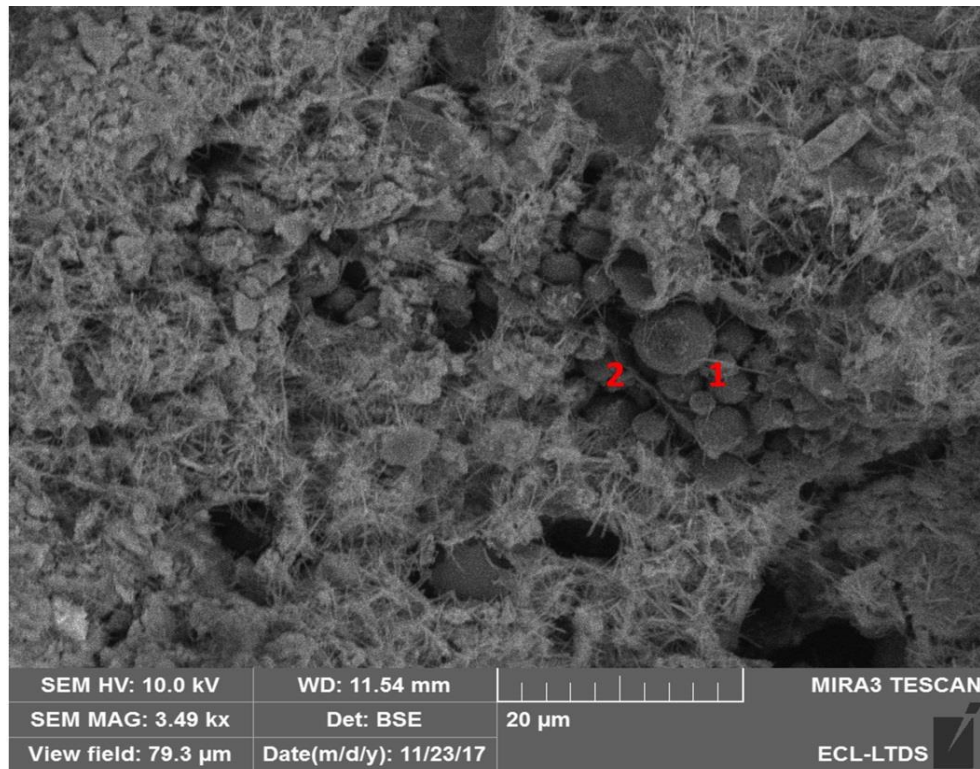
### II.3.5.2 Observation MEB des matrices MCP-mortier

L'analyse des images MEB des matrices MCP-mortier indique la présence de deux zones d'interfaces (MCP/mortier): une zone d'interface à forte interaction qui se produit entre les particules de MCP individuelles et les produits d'hydratation (**figure II-26-a**) et une zone d'interface à faible interaction qui se produit lorsque les particules de MCP s'agglomèrent (**figure II-26-b**). En effet, l'agglomération des particules MCP réduit leur capacité à remplir les cavités.



Legende: **1** Capsule MCP non endommagée , **2** Zone de forte liason matrice/capsule MCP

-a-

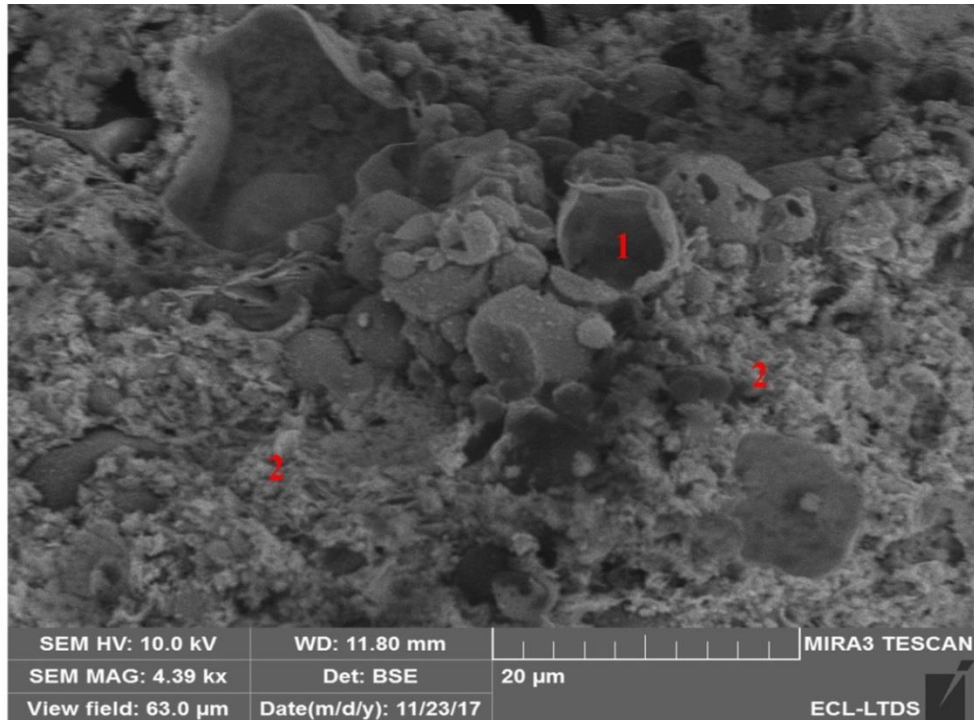


Legende : **1** Agglomeration de MCP , **2** Porosité (zone de faible liaison)

-b-

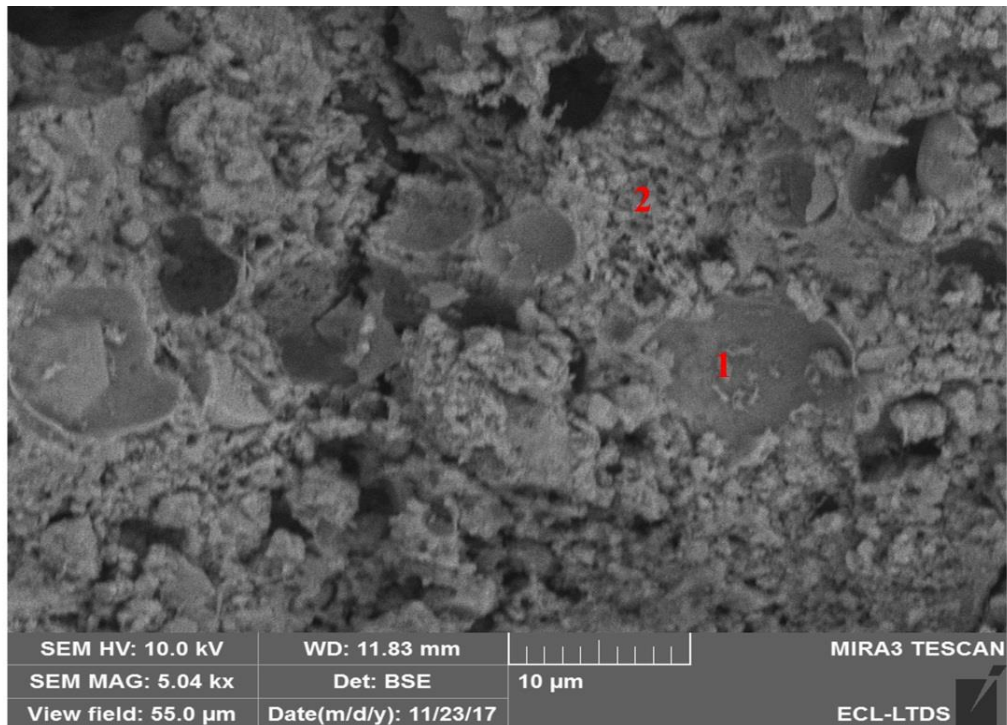
**Figure II-26** Observation au MEB des zones d'interface MCP/mortier (a) forte interaction MCP/mortier, (b) faible interaction MCP/mortier dans une matrice 15% MCP-mortier

Les images MEB (**figure II-27**) ci-dessous révèlent l'occurrence d'un endommagement à une partie des microcapsules de MCP pendant le processus de malaxage et la fuite de la cire de MCP pur des microcapsules endommagées [les petits nodules ( $\approx 1 \mu\text{m}$  de diamètre) de la cire en MCP pur détectés sur la **figure II-25** (image sur la poudre de MCP) sont clairement visibles dans l'échantillon 15% MCP-mortier sur la **figure II-27** (a et b) ]



Legende : **1** Particules MCP endommagées , **2** Nodules de MCP pur s'échappant des capsules endommagées

-a-

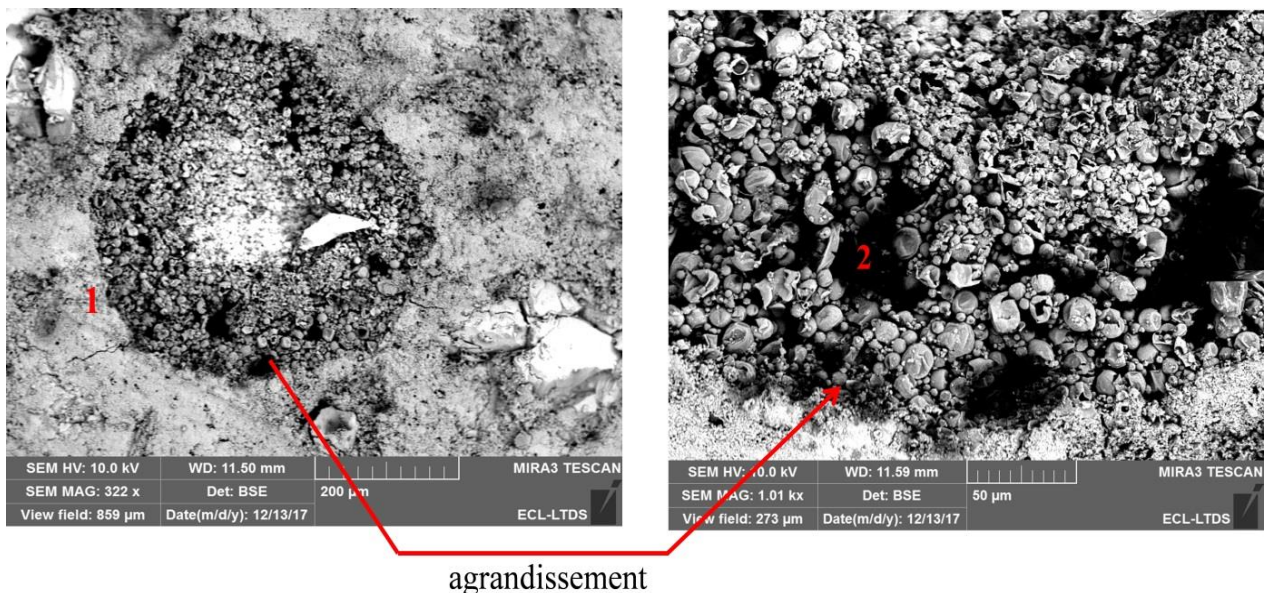


Legende : **1** Particules MCP endommagées , **2** Nodules de MCP pur s'échappant des capsules endommagées

-b-

**Figure II-27** (a et b) Observations MEB sur échantillons de matrice 15%MCP-mortier illustrant le dommage d'une partie des capsules MCP lors du malaxage

La **figure II-28** montre l'existence de macroporosité dans un échantillon 15% MCP-mortier; les macropores sont remplis de capsules de MCP agglomérées. Beaucoup de ces capsules sont endommagées (**voir agrandissement**), et l'agglomération d'un grand nombre des capsules est due à la présence de cire de MCP non encapsulé (provenant de la fuite des nodules de MCP pur des capsules endommagées), qui agit comme un adhésif entre les différentes capsules. La grande quantité d'agglomérat de MCP due à la fuite du MCP pur augmente la viscosité du milieu poreux, accroissant ainsi la capacité à piéger l'air à l'intérieur des pores, et peut ainsi créer les macros bulles d'air (macroporosité) observées sur la **figure II-28** et dans l'analyse par tomographie aux rayons X (**figure II-23** structure 3D des pores). Les macros bulles d'air créées contribuent aussi à la dégradation globale des performances mécaniques des matrices MCP-mortier.



Legende : 1 Macro bulle d'air , 2 Agglomération de capsules endommagées

**Figure II-28** Image MEB illustrant la présence de macroporosité (macros bulles d'air) dans un échantillon 15% MCP-mortier

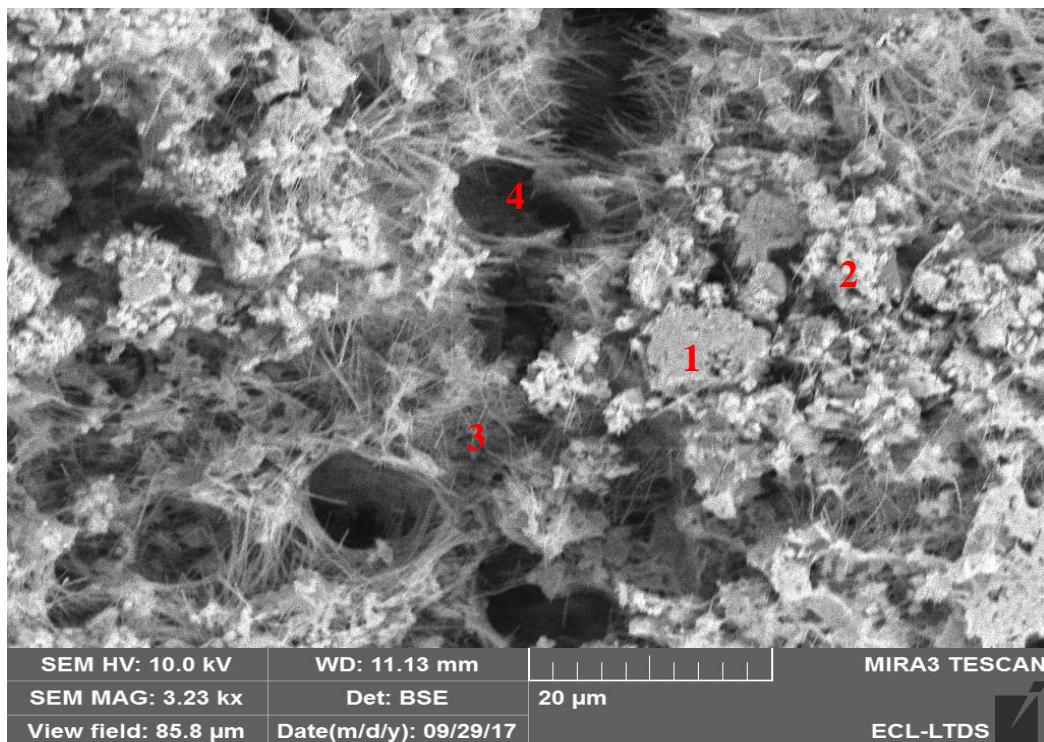
La **figure II-29** (a et b) sur un échantillon 10% MCP-mortier illustre l'effet des nodules de MCP pur (s'échappant des capsules MCP endommagées) sur le processus d'hydratation.

La **figure II-29-a** montre que la longue chaîne de nodules de MCP pur entourant les grains de ciment anhydres peut limiter leur accessibilité à l'hydratation en raison de la non-miscibilité de l'huile (MCP pur) dans l'eau. Cela provoque une réduction de la quantité de



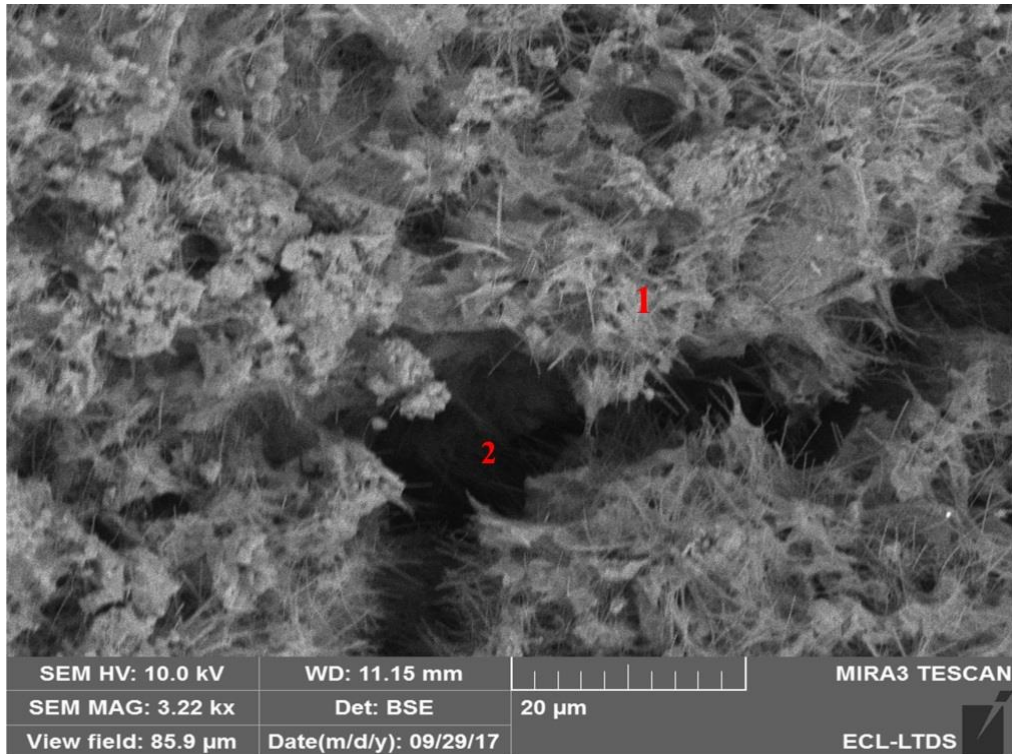
grains de ciment dissous et entraîne une diminution du degré d'hydratation. Le processus d'hydratation des grains de ciment enrobés de capsules de MCP non endommagées peut être inhibé de la même manière (une limitation de l'accès à l'eau des grains de ciment enduits de microcapsules MCP, sans négliger le caractère hydrophile du MCP ayant tendance à limiter les quantités d'eau disponibles pour les grains de ciment).

La **figure II-29-b** montre également que les nodules de MCP pur s'échappant des capsules endommagées peuvent également inhiber la progression de la croissance des cristaux d'hydrates, créant ainsi une microporosité. Ceci peut s'expliquer par le fait que les grains de ciment enrobés de MCP ne peuvent pas être utilisés pour l'hydratation et ne peuvent pas non plus être utilisés comme sites de nucléation pour la croissance des cristaux d'hydrates (cristaux d'Ettringite sur la figure **II-29-b**), entraînant une augmentation sensible du diamètre critique des pores (également vu section II.3.4). Les mêmes constatations (effet du MCP sur la nucléation des hydrates) sont également observées **figure II-29-a**.



Legende: **1** Grain de ciment anhydre, **2** Nodules de MCP pur entourant le grain de ciment, **3** Cristaux d'Ettringite, **4** Microporosité

-a-



Legende : **1** Nodules de MCP pur inhibant la progression des cristaux d'Ettringite , **2** Microporosité induite

-b-

**Figure II-29** Image MEB sur un échantillon 10% MCP illustrant l'effet du MCP sur le processus d'hydratation.

Les phénomènes expliqués ci-dessus, en lien avec l'effet des MCPs sur la cinétique d'hydratation pourraient avoir un impact direct sur l'interaction à l'interface 'matrice/textile' à l'échelle du composite MCP-TRC. Cela sera examiné au cours du chapitre III.

### II.3.5.3 Résultat de l'analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) fournit de l'information sur les liens chimiques et les structures moléculaires. Elle permet d'obtenir la composition moléculaire qualitative ou semi-qualitative des matériaux organiques.

Lors de cette technique, le matériau est irradié par de la lumière infrarouge et chaque molécule présente dans le matériau analysé absorbe la lumière à des longueurs d'onde caractéristiques de ses modes de vibration. Une mesure du spectre infrarouge permet donc

d'identifier le ou les composés présents dans le matériau à travers la position et la forme des bandes d'absorption caractéristiques des groupements chimiques d'où elles proviennent.

Lors de l'analyse, le rayonnement infrarouge provenant de la source via un interféromètre modulant les longueurs d'ondes, est transmis à l'échantillon puis réfléchi sur un détecteur. Ce dernier restitue le signal sous forme d'interférogramme qui est par la suite converti en spectre infrarouge. L'amplitude des bandes d'ondes absorbées est proportionnelle à la concentration des groupements chimiques concernés.

L'analyse FTIR dans notre étude peut permettre de détecter si une liaison chimique a été créée entre les nodules de la cire de MCP pur (s'échappant des capsules endommagées de MCP) et les produits hydratés.

Les spectres FTIR de la poudre de MCP, du mortier de référence (sans MCP) à 28 jours de durcissement et un mortier à 15% de MCP à 28 jours de durcissement sont présentés sur la **figureII-30**, en termes de transmittance  $T$  en fonction de la longueur d'onde (avec  $T = \frac{I}{I_0}$ ,  $I$  et  $I_0$  sont respectivement les intensités des faisceaux énergétiques avant et après traversée du milieu. L'absorbance  $A$  est inversement proportionnelle à la transmittance,  $A = \log_{10}\left(\frac{I_0}{I}\right)$ ). La présentation en transmittance permet une meilleure visibilité des plus petits pics présents dans les échantillons analysés, c'est pour cela qu'elle est la plus souvent utilisée.

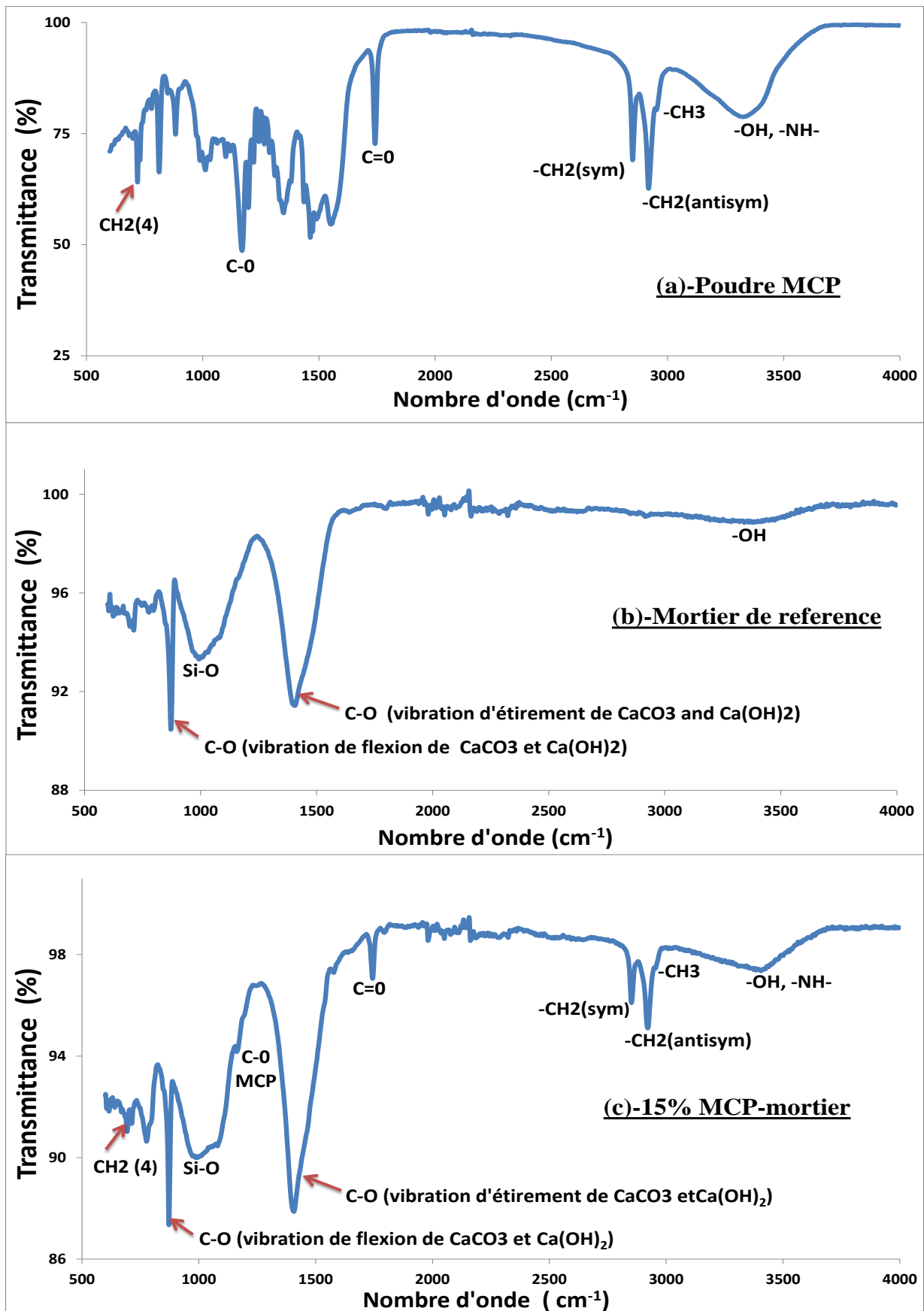


Figure II-30 Spectre Fourier pour (a) poudre MCP, (b) mortier de référence (c) 15% MCP-mortier

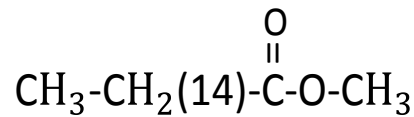
Pour le MCP encapsulé (**figure II-30-a**), le pic à  $3329\text{ cm}^{-1}$  est lié à la vibration d'étirement des groupes hydroxyle (-OH) et imino (-NH-) [101] de l'enveloppe du polymère utilisé pour l'encapsulation. Les groupes hydroxyle et imino sont responsables de la grande quantité d'eau adsorbée chimiquement par le MCP en raison de la création de liaisons hydrogènes avec l'eau dans ces groupes (voir **figure II-31**). Comme la formule chimique de la cire de l'hexadécanoate de méthyl (MCP pur, voir **figure II-31**) est  $\text{CH}_3\text{-CH}_2(14)\text{-C(O)-O-CH}_2$ , le pic à  $2958\text{ cm}^{-1}$  est attribué à la vibration antisymétrique de  $-\text{CH}_3$ , tandis que les pics à  $2920\text{ cm}^{-1}$  et  $2854\text{ cm}^{-1}$  correspondent aux vibrations antisymétriques et symétriques de  $-\text{CH}_2$ , respectivement [101]. Le pic à  $1740\text{ cm}^{-1}$  est lié à la liaison double carbone-oxygène (C=O) dans la fonction ester (R-COO-R') de l'hexadécanoate de méthyl (**figure II-31**) [102], alors que le pic à  $1166\text{ cm}^{-1}$  est lié à la liaison simple C-O de la fonction ester [102]. Le pic à  $720\text{ cm}^{-1}$  est attribué à la vibration oscillante du  $-\text{CH}_2$ , qui signifie qu'il y a quatre groupes de  $-\text{CH}_2$  ou plus collés ensemble dans la chaîne moléculaire de l'hexadécanoate de méthyle [102]. Les pics restants sont associés aux produits du polymère et du tensioactif utilisés pendant la microencapsulation.

Pour le mortier de référence sans MCP (**figure II-30-a**), la liaison hydroxyle (-OH) est détectée à  $3352\text{ cm}^{-1}$ , la liaison sulfate SO à  $1645\text{ cm}^{-1}$ . Les vibrations d'étirement et de flexion de la liaison C-O de  $\text{CaCO}_3$  et de  $\text{Ca(OH)}_2$  sont identifiées à  $1412\text{ cm}^{-1}$  et  $874\text{ cm}^{-1}$  respectivement, et Si-O est identifiée à  $970\text{ cm}^{-1}$  [103]

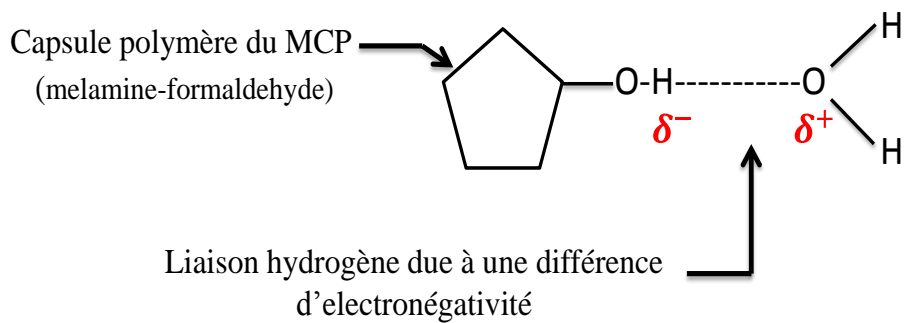
Pour l'échantillon de matrice 15% MCP-mortier (**figure II-30-c**), les pics d'absorption à 2958, 2920, 2854, 1740, 1645, 1166, 1412, 1166, 970, 874 et  $720\text{ cm}^{-1}$  correspondent à des pics déjà détectés dans le MCP encapsulé ou dans le mortier de référence. Aucun nouveau pic d'absorption n'est créé.

De plus, le rapport de transmittance  $\frac{(C=O)}{(CH_2)}$  est le même pour le MCP à l'état poudre et dans l'échantillon de matrice 15% MCP-mortier, ce qui signifie qu'aucune interaction chimique n'a eu lieu entre les produits durcis du ciment et les nodules de la cire de MCP pur (issus des capsules endommagées). Cela suggère que le MCP pur agit comme une barrière étanche entre l'eau libre et les grains de ciment, et que le stockage thermique du MCP ne devrait pas être affecté, puisque la composition chimique du MCP pur est conservée. L'intensité de la bande -OH augmente considérablement pour l'échantillon de matrice 15% MCP-mortier par rapport au mortier de référence, ce qui peut s'expliquer par la présence des groupes hydroxyle et imino dans la coquille de la microcapsule en polymère du MCP et aussi par l'augmentation de

l'eau libre dans les matrices en MCP-mortier. L'intensité de la bande Si-O est plus faible dans le mortier de référence que l'échantillon 15% MCP-mortier, indiquant la polymérisation des groupes de silice et la formation de plus de liaisons CSH dans le mortier de référence que le 15% MCP-mortier.



### Formule semi développée de l'hexadécanoate de methyl (MCP pur)



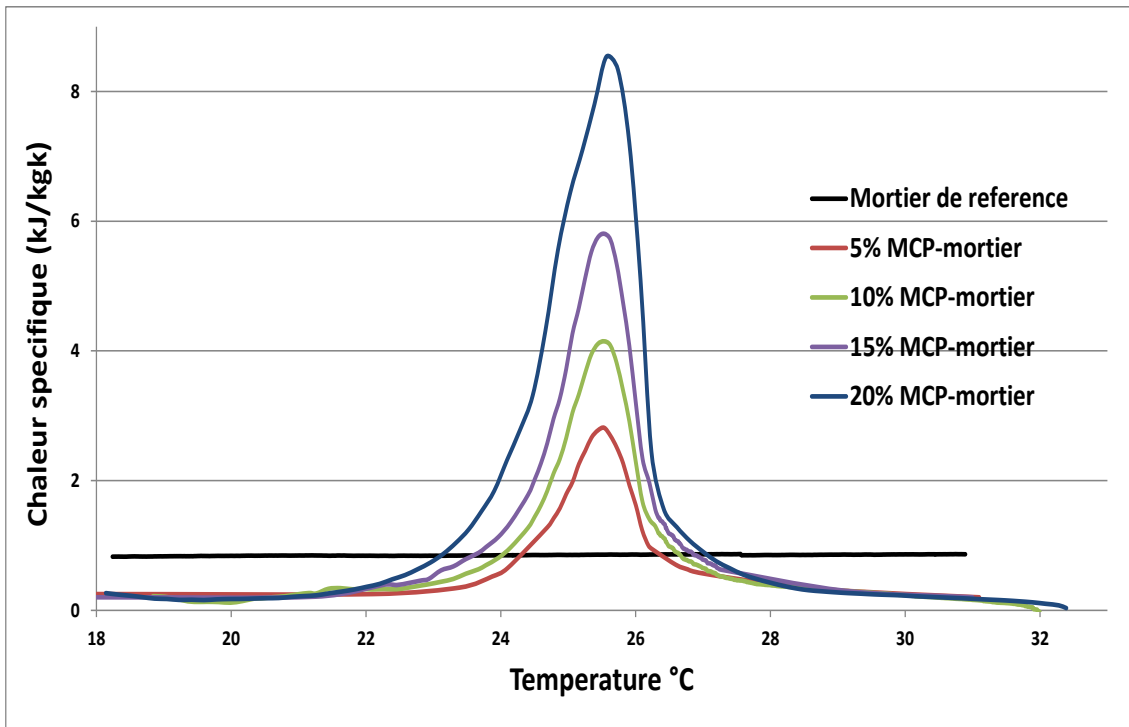
### Création de liaison hydrogène entre capsule polymère et eau

**Figure II-31** Formule chimique du MCP pur

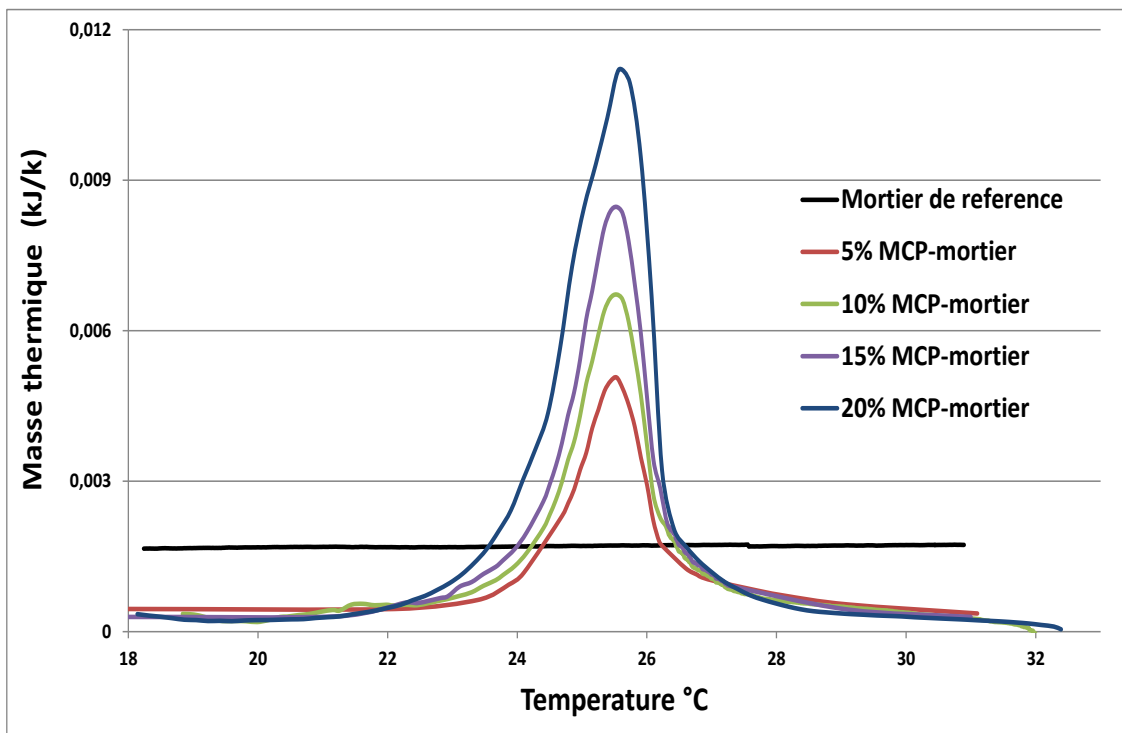
#### II.3.6 Résultat de l'analyse DSC

L'évolution de la chaleur spécifique en fonction de la température des matrices 0, 5, 10, 15 et 20% MCP-mortier établie à partir des analyses de calorimétrie différentielle à balayages sur calorimètre CALVET est présentée **figure II-32-a**

La masse thermique des matrices MCP-mortier  $M_{th} = C_p \times m$  ( $C_p$  est la chaleur spécifique des matrices MCP-mortier,  $m$  est la masse des échantillons introduits dans le calorimètre CALVET lors de l'analyse DSC  $\approx 2g$ ) est également présentée **figure II-32-b**



-a-



-b-

Figure II-32 (a) chaleur spécifique et (b) masse thermique des matrices MCP-mortier

Le changement de phase du MCP se produit dans la plage de [23°C-27°C] avec un pic endothermique à 25°C. L'analyse DSC démontre que le MCP augmente considérablement la capacité thermique des matrices MCP-mortier dans la plage de température de changement de phase du MCP. Une augmentation de l'intensité du pic endothermique dans les courbes DSC (**figure II-32-a**) a été observée avec l'augmentation du taux de MCP.

La masse volumique très faible des capsules MCP conduit à la réduction de la densité des matrices MCP-mortier, il en résulte une atténuation de l'effet du MCP en termes de masse thermique (**figure II-32-b**) qui est un facteur clé pour la caractérisation de la performance thermique des matrices MCP-mortier.

Le facteur de performance  $T_{ther}(\%)$  défini comme étant le ratio de la chaleur stockée durant un cycle endothermique [aire sous la courbe DSC (**figure II-32-a**) pour chaque matrice MCP-mortier  $\times$  la masse des matrices ] sur la chaleur stockée théorique  $Q_{Theorique}$ .

$$\text{Facteur de performance } (T_{ther}) = \frac{\int_5^{40} m \times C_p (\text{matrice}) dT}{Q_{Theorique}} \quad (\text{II-10})$$

$Q_{Theorique}$  est déterminée par la loi des mélanges :

$$Q_{Theorique} = m \times \left( \int_5^{40} C_{p_{mortier}} \eta_{mortier} dT + \int_5^{40} C_{p_{MCP}} \eta_{MCP} dT \right) \quad (\text{II-12})$$

$m$  est la masse de la matrice MCP-mortier introduite dans le calorimètre CALVET.

$C_{p_{mortier}}$   $C_{p_{MCP}}$  sont respectivement la chaleur spécifique (kJ/Kg.K) du mortier et de la poudre MCP.

$\eta_{mortier}$   $\eta_{MCP}$  sont respectivement les taux massique du mortier et la poudre MCP dans les matrices MCP-mortier

Les facteurs de performance  $T_{ther}(\%)$  des matrices MCP-mortiers aux différents taux de MCP sont résumés **tableau II-6**

MCP-mortier	Reference	5% MCP	10% MCP	15% MCP
$T_{ther}(\%)$	94.27±2.82	98.58±3.45	102.65±3.79	97.62±3.41

**Tableau II-6** Facteur de performance thermique des matrices MCP-mortier



A partir du **tableau II-6**, il peut être constaté que les facteurs de performance sont très proches de 100 % à une légère incertitude près due à l'erreur relative sur le taux réel de MCP dans les échantillons de matrices MCP-mortier [prélevés dans des échantillons de (40×40×160 mm)] caractérisés lors de l'analyse DSC.

Il peut donc être conclu que les performances thermiques des matrices MCP-mortier sont grosso modo conservées malgré l'endommagement constaté sur une partie des microcapsules MCP lors du malaxage. Ceci est en accord avec les prédictions de la spectroscopie fourrier (FTIR, section II.3.5.3). Ce résultat est d'un intérêt majeur dans l'optique d'une optimisation thermomécanique d'une paroi en MCP-TRC pour la réhabilitation du bâtiment ainsi que pour les constructions neuves et valide l'intérêt du recours aux MCP (plus précisément le MCP organique non paraffinique de type ester gras 'hexadécanoate de méthyle') pour le stockage de chaleur.

### II.3.7 Explication effet de la température sur les propriétés mécaniques des MCP-mortier

Les résultats présentés ci-dessus (dans les sections II.3.2 à II.3.5) fournissent les explications phénoménologiques liées aux interactions 'MCP/ciment' qui régissent l'évolution de la cinétique d'hydratation ainsi que la microstructure des matrices MCP-mortier et induisent par conséquent la dégradation de leurs performances mécaniques. Ceux-ci comprennent la diminution du degré d'hydratation (ATG, calorimétrie semi-adiabatique, tomographie aux rayons X), l'augmentation du volume poreux total et la création de macrospores avec une augmentation conséquente du diamètre critique des pores (tomographie aux rayons X, porosimétrie par intrusion de mercure, analyse MEB). Les analyses et explications proposées ci-dessus ne tiennent pas compte de l'effet de la température (état solide ou liquide du MCP) sur l'évolution de la microstructure ainsi que des propriétés mécaniques des matrices MCP-mortier.

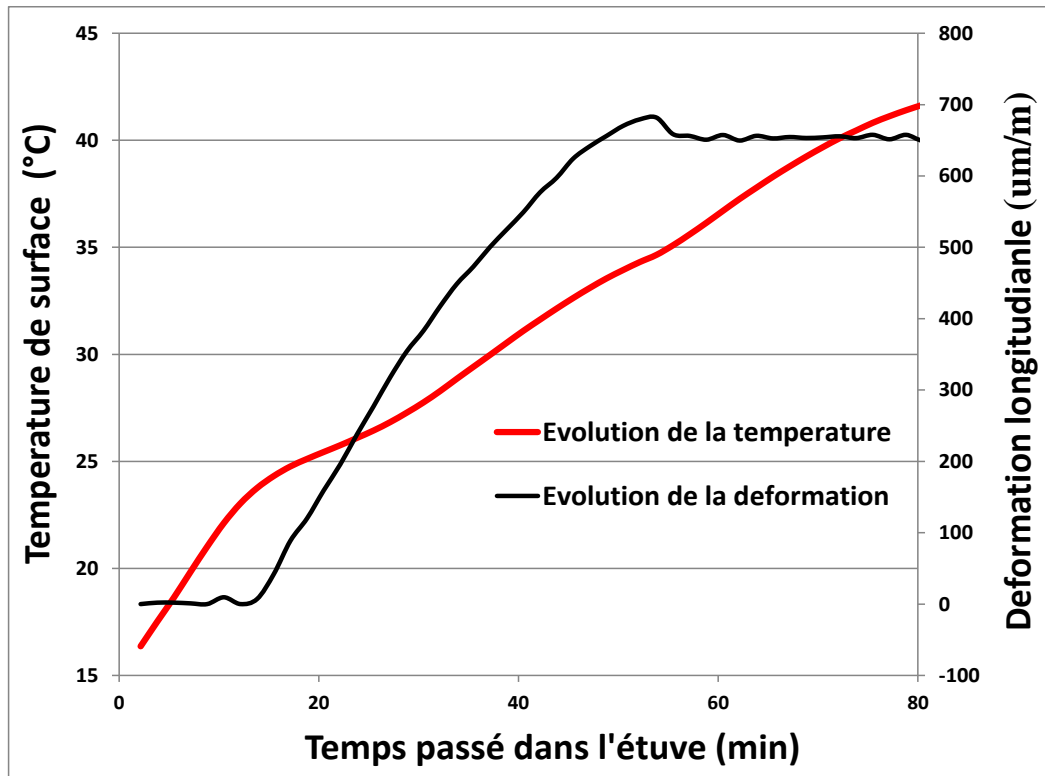
Il a cependant été démontré à travers les essais de caractérisation mécanique (essais de compression et flexion trois points, section II.3.1) que la température (et donc l'état du MCP) a un effet sur l'évolution des propriétés mécaniques des matrices MCP-mortier.

Les résultats présentés ci-dessous visent à lever le verrou scientifique lié à l'effet de la température sur le comportement mécanique ainsi que sur l'évolution de la microstructure des matrices MCP-mortier.

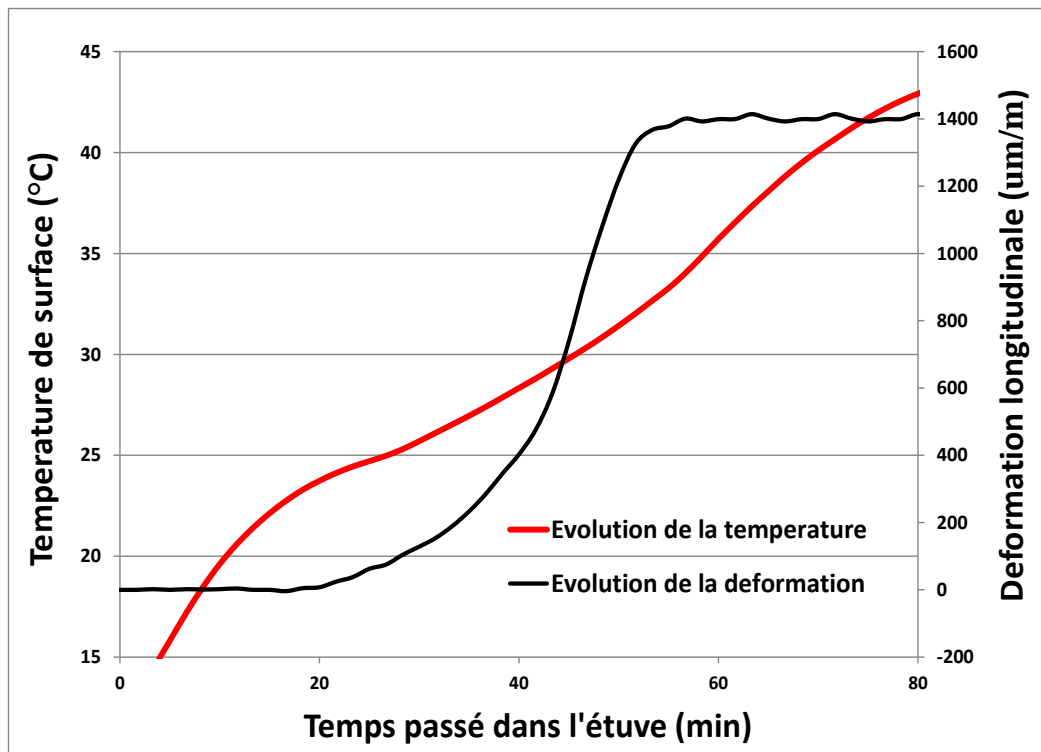
La **figure II-33** montre l'évolution de la déformation longitudinale et de la température de surface en fonction du temps passé dans le four à 45°C pour les échantillons de matrices (40 x 40 x 160 mm) 15 et 20% MCP-mortier à 28 jours d'âge (revoir description et instrumentation de l'essai section II.2.2.8 et **figure II-10**). Ces échantillons ont été placés dans un four à 45°C pendant 80 min (pour induire un changement d'état du MCP de solide à liquide) après avoir tout d'abord été refroidis à 15°C pendant 6 heures (pour s'assurer que tous les MCPs sont à l'état solide lorsque les échantillons sont placés dans le four). L'échantillon contenant 20% en poids de MCP a été testé en plus des échantillons 0, 5, 10 et 15% MCP-mortier afin de confirmer le phénomène observé. Pendant que les échantillons étaient dans le four, aucune charge mécanique ne leur a été appliquée.

La **figure II-33** (a et b) montre que les échantillons 15 et 20% MCP-mortier présentent une augmentation de la déformation longitudinale commençant dans la plage de 24-25°C (indiquée par la courbe température de surface en fonction du temps). Cette plage de température correspond au changement de phase du MCP de l'état solide à l'état liquide (voir **figure II-1**). Aucune variation de déformation n'a été observée entre 15 et 23°C (tous les MCPs dans le mortier sont à l'état solide) ou entre 34 et 40°C (tous les MCPs dans le mortier ont fusionné et sont à l'état liquide). Dans la plage de température de 25-34°C, le MCP fusionne progressivement de la surface jusqu'au volume interne des échantillons.

En parallèle, l'analyse de l'évolution de la température de surface des deux échantillons (15 et 20% MCP-mortier) en fonction du temps passé dans le four [voir **figure II-33** (a et b)] montre une augmentation à vitesse constante de la température pour les deux échantillons jusqu'à atteindre des températures de 24-25°C ou un ralentissement de la vitesse d'augmentation de la température est observé. Ceci s'explique par le fait qu'à 24-25°C, le MCP absorbe la chaleur du four (sous forme de chaleur latente) pour induire son changement de phase, ce qui provoque un ralentissement de la vitesse d'augmentation de la température (les matrices MCP-mortier présentent une augmentation de leur chaleur spécifique dans la plage de changement de phase, comme évoqué lors de l'analyse DSC, section II.3.6). Une fois le changement de phase du MCP terminé, la vitesse d'augmentation de la température croît dans les deux échantillons.



-a-



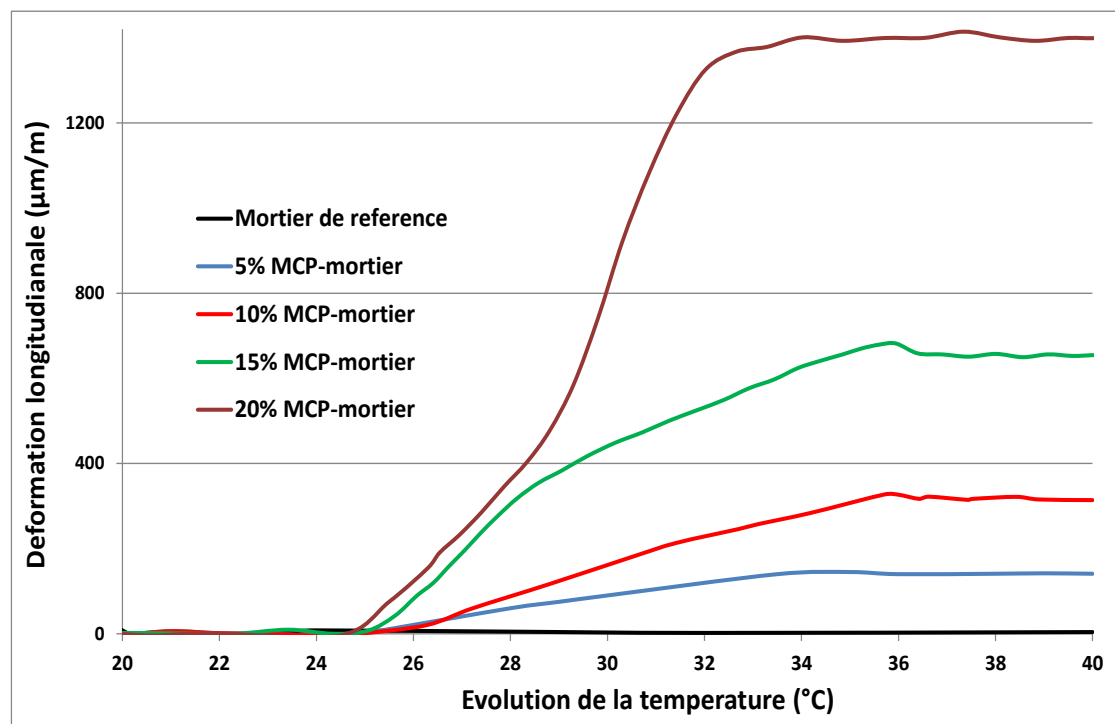
-b-

**Figure II-33** Evolution de la température de surface et de la déformation longitudinale pour les échantillons (a) 15% MCP-mortier (b) 20% MCP-mortier

La **figure II-34** montre l'évolution de la déformation longitudinale en fonction de la température de surface des échantillons de matrices 0, 5, 10,15 et 20% MCP-mortier introduites dans le four.

On peut constater que la déformation longitudinale due au changement de phase du MCP (expansion en volume lors de la transition solide/liquide) dans les matrices augmente avec la teneur en MCP.

La contrainte interne de traction  $\sigma = E \varepsilon$  (on admet que la matrice MCP-mortier est soumise à une sollicitation de traction due à l'expansion volumique du MCP), résultant du changement de phase du MCP et la limite d'élasticité en traction directe (évaluée expérimentalement pour chaque matrice MCP-mortier) sont résumées dans le **tableau II-7** [A titre informatif, la déformation à l'initiation de la fissuration de la matrice en mortier de référence (sans MCP) est de l'ordre de  $135\mu\text{m/m}$ ]



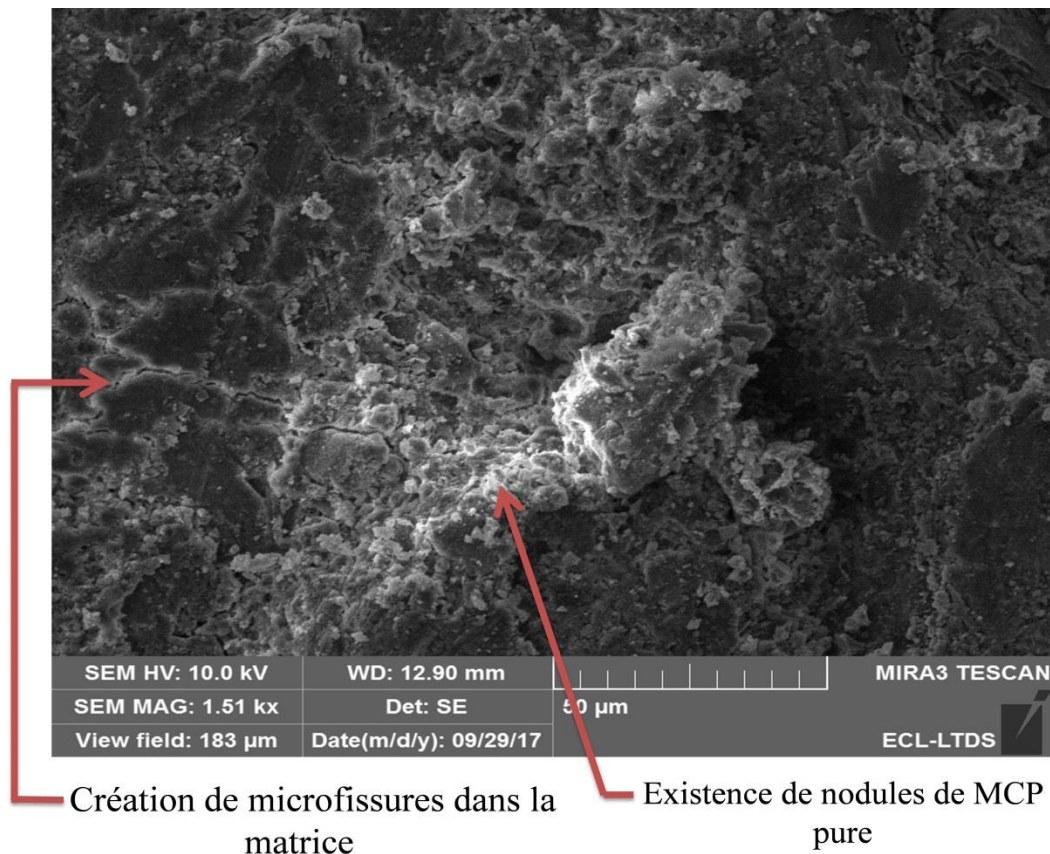
**Figure II-34** Evolution de la déformation en fonction de la température dans les matrices MCP-mortier

MCP-mortier	5%	10%	15%	20 %
Module élastique E (GPa)	20.1±0.410	9.2±0.170	3.1±0.06	1.3±0.03
Déformation induite due au changement de phase du MCP (µm/m)	149±80	315±14	654±31	1400±70
Contrainte induite (MPa)	3± 0.08	2.9±0.08	2.03±0.06	1.82±0.05
Limite élastique (MPa)	2.8±0.07	2.05±0.05	1.08 ±0.03	0.62 ±0.02

**Tableau II-7** Contraintes induites dans les matrices MCP-mortier dues au changement de phase du MCP

On peut conclure après analyse du **tableau II-7** que la présence de MCP lors de sa fusion s'accompagne d'une probabilité de multifissuration interne du mortier (contrainte interne > limite élastique) d'autant plus importante que le volume de MCP est élevé. Ce constat est de nature à expliquer la diminution significative des performances mécaniques des matrices MCP-mortier lors des essais mécaniques à des températures de 40°C (voir la section II.3.1). Le nombre de fissures créées augmente avec l'augmentation de la teneur en MCP, ce qui entraîne une diminution plus importante de la performance mécanique des matrices MCP-mortier avec l'augmentation du taux de MCP. Le regain partiel des performances mécaniques initiales des matrices MCP-mortier (l'apparition des microfissures empêche les matrices MCP-mortier de recouvrer la totalité de leurs performances mécaniques initiales) lorsque le MCP est re-solidifié est dû à la refermeture partielle des lèvres des fissures (causée par la contraction du MCP) et à un gain en résistance dû au passage du MCP à l'état solide. La flexion, comparativement à la compression, étant davantage pilotée par le mode d'endommagement et de rupture en traction exhibe un taux de recouvrement des propriétés moins important (**Figure II-11**).

La **figure II.35** montre une image MEB d'un mortier à 15% MCP placé dans un four à 45°C pendant 6 heures. L'observation MEB montre la création de microfissures dans la matrice 15% MCP-mortier.



**Figure II-35** Image MEB illustrant la création de microfissures dans un échantillon 15% MPC-mortier placé une étuve à 40°C.

## II.4 Conclusion Chapitre II

Le présent chapitre présente la caractérisation mécanique des matrices MCP-mortier et fournit les explications phénoménologiques régissant l'évolution des propriétés physiques, mécaniques et microstructurales attribuées à l'ajout du MCP dans ce type de matrices.

-La nature hautement hydrophile du MCP encapsulé a nécessité un ajustement des ratios  $\frac{\text{eau totale}}{\text{ciment}}$  pour les différentes formulations de matrices en MCP-mortier afin de satisfaire l'exigence d'ouvrabilité nécessaire afin de garantir l'imprégnation adéquate des renforts textile utilisés pour le développement des composites MCP-TRC (Chapitre III suivant).

Sur la base des investigations expérimentales présentées ci-dessus, les conclusions suivantes peuvent être tirées:

-L'ajout de MCP encapsulé au mortier entraîne une réduction significative de sa résistance à la compression et à la flexion. Des diminutions de 34,1, 58,6 et 70,5% de la résistance à la compression ont été observées pour des ajouts de 5,10 et 15% en poids de MCP, respectivement.

- La dégradation des performances mécaniques des matrices MCP-mortier n'est pas seulement due aux inclusions fragiles de MCP, mais aussi aux interactions phénoménologiques entre mortier et MCP énumérées ci-dessous:

a - Une diminution de la quantité de produits hydratés formés en plus de l'augmentation de la quantité d'eau non liée dans les matrices avec l'augmentation du taux de MCP ont été établies par analyse ATG.

b- La diminution du degré d'hydratation avec l'augmentation du taux de MCP dans les matrices en plus du retard dans le temps de prise ont été vérifiés avec la calorimétrie semi-adiabatique. Ce constat est imputé au fait que les grains de ciment enrobés de particules de MCP (MCP encapsulé et sous forme de cire) ne peuvent pas participer (ou avec des quantités moindres) au processus d'hydratation et ne peuvent pas être utilisés comme sites de nucléation.

c- L'augmentation du volume de porosité accessible avec l'augmentation conséquente du diamètre critique des pores dans les matrices contenant du MCP par rapport au mortier de référence (sans MCP) ont été établies par des analyses MIP, tomographie aux rayons X et MEB. Cela est directement lié à la diminution du degré d'hydratation et aux interactions MCP/ciment expliquées ci-dessus pendant le processus d'hydratation.

d- Les analyse MEB et tomographie au rayon X ont révélé l'existence de macroporosité dans les matrices contenant du MCP (10 et 15% MCP-mortier). Cette tendance augmente avec la teneur en MCP dans les matrices. Elle est due à l'agglomération des capsules de MCP à cause de la cire de MCP pure qui s'échappe des capsules endommagées et qui agit comme un adhésif entre capsules. La cire de MCP et l'agglomération des capsules qui en résulte augmentent la viscosité de la solution poreuse et augmentent la capacité à piéger l'air, créant des macros bulles d'air qui contribuent à la dégradation des performances mécanique des matrices MCP-mortier.

3-L'état du MCP (solide ou liquide) affecte les propriétés mécaniques des matrices MCP-mortier. En effet, une diminution des performances mécaniques des MCP-mortiers a été

observée lorsque le MCP passe d'un état solide à un état liquide. Cette tendance augmente avec la teneur en MCP dans les matrices. L'incapacité des matrices à 5,10 et 15% MCP-mortier de recouvrer l'intégralité de leurs résistances mécaniques initiales lors de la resolidification du MCP est due aux microfissures induites par l'augmentation de volume du MCP lors de son changement de phase de l'état solide vers l'état liquide.

4- Une partie des particules de MCP ont été endommagées au cours du processus de malaxage, ce qui a entraîné la fuite de la cire de MCP pur des capsules endommagées. Cependant, selon l'analyse FTIR, aucune liaison chimique n'a eu lieu entre la cire de MCP et les produits d'hydratation. Cela confirme que la cire de MCP agit comme une barrière étanche entre l'eau libre et les grains de ciment et que les grains de ciment enrobés de cire de MCP pur ne peuvent pas être utilisés comme sites de nucléation pour la croissance des hydrates. L'analyse FTIR indique également que l'efficacité du stockage thermique du MCP ne devrait pas être affectée par l'endommagement des capsules, car la composition chimique du MCP pur reste inchangée. Cela a été confirmé lors des analyses de calorimétrie différentielle à balayage sur les matrices MCP-mortier.

Les conclusions établies au cours de ce chapitre seront d'un intérêt majeur dans l'optique d'une compréhension approfondie du comportement mécanique et thermique des composite MCP-TRC dans le chapitre suivant.





# **CHAPITRE III (échelle du composite MCP-TRC) :** *Etude des performances mécaniques et thermiques des composites innovants en MCP-TRC*

## **III.1 Introduction**

Le précédent chapitre a permis d'enrichir l'état de l'art sur l'effet de l'ajout des microcapsules de MCP sur l'évolution des propriétés mécaniques et thermiques des matrices cimentaires. Il en ressort que l'ajout de MCP dans les matrices cimentaires a certes pour effet d'augmenter leur capacité de stockage et restitution de chaleur, cependant les propriétés mécaniques de ces dernières sont sensiblement affaiblies, de surcroît le diamètre critique des pores dans les matrices en MPC-mortier augmente considérablement par rapport à un mortier témoin (dénué de MCP). Cette augmentation sensible du diamètre critique des pores des matrices MCP-mortier peut avoir pour effet de hautement affaiblir leurs propriétés de durabilité, perspective d'autant plus probable dans le cas d'une association avec des renforts classiques en acier à cause de la corrosion précoce de ces derniers. De plus le coût onéreux des microcapsules MCP (essentiellement dû au procédé de microencapsulation) dans les matrices MCP-mortier s'il venait s'ajouter au coût d'armatures en acier conduirait à des composites à des coûts bien trop élevés pour être introduits dans l'industrie de la construction.

D'un autre côté, les composites TRC résultant de l'association d'un renfort textile et d'une matrice cimentaire sont essentiellement utilisés pour la réparation et pour la construction d'éléments légers. Ce type d'éléments de construction a pour principale limite sa faible inertie thermique, due aux faibles épaisseurs des composites TRC. En effet, le caractère non corrosif d'un large panel de renfort textile permet de limiter les épaisseurs d'enrobage.

C'est dans ce contexte que l'objectif de ce chapitre est de proposer un composite à caractère innovant issu de l'association d'une matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP (matrices MCP-mortier, chapitre II) et d'un renfort textile (composite 'MCP-TRC'). Nous nous intéresserons dans cette partie à la caractérisation mécanique et thermique du composite 'MCP-TRC'. Des explications à de fines échelles seront fournies (échelle de l'interface 'textile/mortier') afin d'éclairer les résultats obtenus.

## III.2 matériaux et méthodes expérimentales

### III.2.1 Matériaux

#### III.2.1.1 MCP microencapsulé

Le MCP microencapsulé utilisé au cours de ces tests sur les composites MCP-TRC est l'INERTEK 23P (même MCP que celui utilisé lors des tests de caractérisation sur les matrices MCP-mortier, chapitre II).

#### II.2.1.2 Mortier

Le mortier utilisé lors des tests de caractérisation sur composites MCP-TRC est un mortier de ciment portland à faible granulométrie ( $D_{\max} = 1.6$  mm) et à consistance fluide afin d'assurer l'imprégnation optimale du renfort textile par la matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP (ce mortier est identique en tout point à celui utilisé lors des essais de caractérisation sur matrices MCP-mortier).

#### II.2.1.3 Textile de renfort

Deux types de textile ont été utilisés au cours des essais de caractérisation, un textile de type Verre AR (alkali résistant) et un autre en Aramide (de type Technora), **figure III-1**. Ces deux types de renforts ont été sélectionnés car ils constituaient un très bon compromis entre coût de production et performances mécaniques ainsi que pour leur résistance aux agressions chimiques du milieu alcalin que représente la matrice cimentaire. Les caractéristiques de ces deux textiles sont résumés **tableau III-1**.

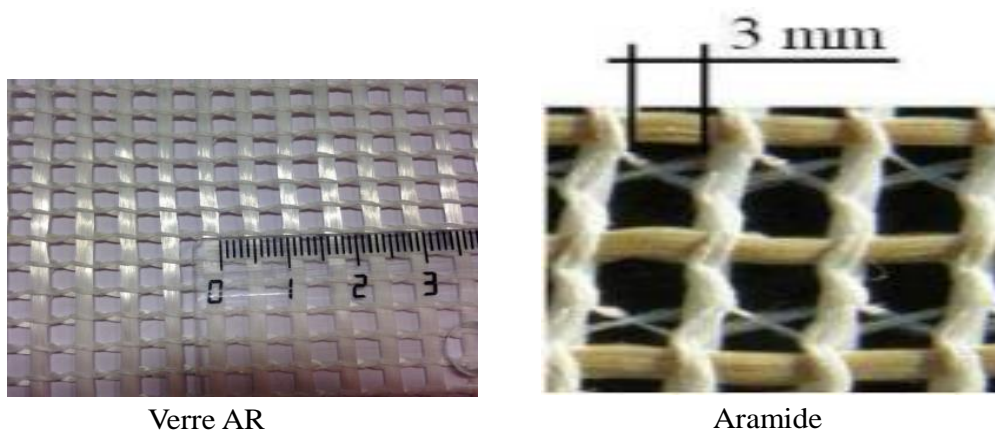
Textile utilisé	Largeur de maille (mm) (sens des fils de reprise d'efforts)	$\sigma_{\text{text}}$ (MPa)	$\varepsilon_{\text{text}}$ (MPa)	$E_{\text{text}}$ (GPa)	Technique de mise œuvre
Verre AR	5	800	0.015	53	Tricot à maille jetée (2D)
Aramide	3	1660	0.032	52	Tricot à maille jetée (2D)

**Tableau III-1** Caractéristiques des textiles utilisés

Les paramètres  $\sigma_{\text{text}}$ ,  $\varepsilon_{\text{text}}$  et  $E_{\text{text}}$  (**tableau III-1**) sont respectivement la contrainte de traction à rupture, la déformation en traction à rupture ainsi que le module élastique des textiles (Ils ont été déterminés expérimentalement).

Le renfort Verre AR (alkali résistant) est un textile bidimensionnel qui a été produit par l'entreprise TEXINOV (France) par la technique de tricotage à maille jetée qui confère une stabilité géométrique au fils de reprise d'efforts. Il présente les mêmes propriétés mécaniques dans les deux sens chaîne et trame.

Le textile de type Aramide a également été réalisé par la technique de tricotage à maille jetée (2D) avec du fil de type para-aramide (couleur dorée, **figure III-1**) dans le sens trame et méta-aramide (couleur blanchâtre, **figure III-1**) dans le sens chaîne. Le textile a été exploité lors des essais de traction sur composites MCP-TRC dans son sens fort (sens trame des fils de para-aramide nettement plus rigides que les fils de méta-aramide)



**Figure III-1** Photos textiles utilisés lors des essais de caractérisation sur composites MCP-TRC

## III.2.2 Méthodes expérimentales

### III.2.2.1 Réalisation des corps d'épreuve

#### III.2.2.1.1 Corps d'épreuve pour la caractérisation mécanique des composites MCP-TRC

Une forme parallélépipédique (500 mm long×70 mm large×10 mm épaisseur) a été adoptée pour les éprouvettes MCP-TRC utilisées lors des essais de caractérisation mécanique en traction sur composites MCP-TRC, la largeur de 70mm a été choisie afin de limiter l'effet poisson lors de l'essai de traction [78] (**figure III-2-a**).

Les éprouvettes (500×70×10 mm) sont réalisées de la manière suivante :

Pour chaque configuration de composite MCP-TRC (pour les taux de 5,10 ,15 et 20% MCP), une plaque de (600x400×10mm) en MCP-TRC est réalisée dans un moule en bois de coffrage contreplaqué rigide.

Les plaques (600x400x10 mm) 0, 5, 10, 15 et 20% MCP-TRC sont confectionnées par la technique du moulage au contact (**figure III-2-a**). Cette technique consiste à étaler une couche de matrice MCP-mortier au taux désiré de MCP dans le moule ensuite le renfort textile est placé puis imprégné par la matrice avec une truelle de façon à ce que la matrice MCP-mortier pénètre à l'intérieur des mailles du renfort textile. La procédure est répétée de façon à ce que les composites soient renforcés par deux couches de renfort textile (**figure III-2-a**). Le composite est ensuite enveloppé par un film polyane afin limiter le retrait différentiel (entre les faces du composite respectivement en contact avec l'air et avec le moule), limitant ainsi le phénomène de tuilage (courbure créée dans les plaques à cause du retrait différentiel entre la face en contact du moule et la face en contact de l'air).

Les plaques décrites ci-dessus aux divers taux de MCP ont toutes été démoulées après 14 jours, et ont été conservées dans une ambiance de laboratoire à 20°C et humidité de 60%.

Les plaques (600x400x10 mm) sont ensuite découpées en cinq échantillons (500x70x10 mm) à 28 jours d'âge avec une scille à diamant en veillant à éliminer à chaque fois deux centimètres de bordure, soit les singularités potentielles sources de biais, (à gauche et à droite) sur la largeur et cinq centimètres de bordure (en haut et en bas) sur la longueur de la plaque (600x400x10 mm), **figure III-2-b**.

#### III.2.2.1.2 Corps d'épreuves pour caractérisation thermique des composites MCP-TRC

Une forme parallélépipédique (1010 mm long × 1010 mm large × 10 mm épaisseur) a été adoptée pour les éprouvettes 0, 5,10 ,15 et 20% MCP-TRC utilisées lors des essais de caractérisation thermique à la boîte chaude gardée (**figure III-2-c**).

Les dimensions des éprouvettes ont été calquées sur la taille du porte échantillon de la boîte chaude gardée (dispositif utilisé pour les tests de caractérisation thermique décrits en détail section III.2.2.3)

Les éprouvettes décrites ci-dessus ont toutes été réalisées par la technique de moulage au contact et démoulées après 14 jours, toutes les éprouvettes ont été conservées dans une ambiance de laboratoire à 20°C et humidité de 60% et testées à 28 jours.

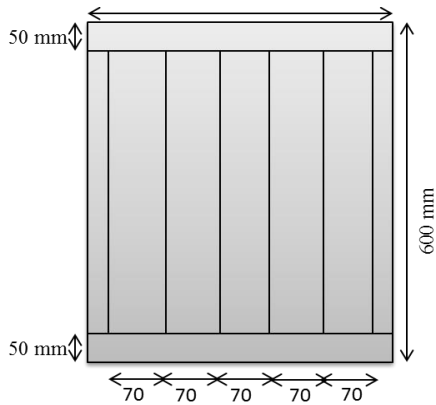


**-1-Placement du textile**

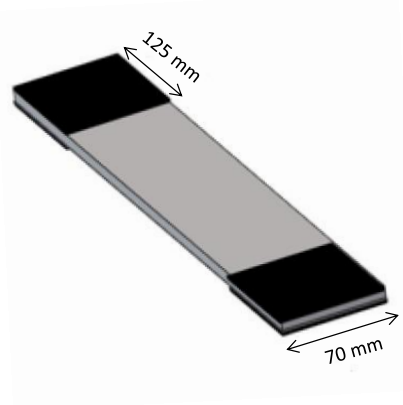


**-2-Imprégnation du textile par la matrice**

-a- procédé de moulages au contact



**-1-Plaque (600×400×10 mm)**



**-2-Eprouvette (500×70×10 mm)**

-b- Corps d'épreuve pour essai de caractérisation mécanique



**Plaques (1010×1010 ×10 mm) en MCP-TRC pour caractérisation thermique**

-c- réalisation des plaques pour essai de caractérisation thermique

**Figure III-2** Réalisation des corps d'épreuves pour les essais de caractérisation mécanique et thermique sur composites MCP-TRC.

Il convient de souligner que les formulations des matrices des composites MCP-TRC (pour chaque taux de MCP) sont identiques à celles mobilisées lors des tests de caractérisation sur matrices MCP-mortier (voir chapitre II, **tableau II-3**).

Deux types de renforts textile (Verre AR et Aramide) ont été utilisés pour les plaques (600×400×10 mm) aux divers taux de MCP utilisés pour les essais de caractérisation mécanique sur composites MCP-TRC, alors qu'un seul type de renfort textile (Verre AR) a été utilisé pour les plaques (1010×1010×10 mm) lors des tests de caractérisation thermique sur composites MCP-TRC.

### III.2.2.2 Caractérisation mécanique des composites MCP-TRC

La caractérisation mécanique des composites MCP-TRC a été centrée essentiellement sur la caractérisation en traction directe. En effet, la résistance des composites à la compression repose essentiellement sur la résistance des matrices en MCP-mortier caractérisées lors du chapitre II.

L'essai de traction quasi-statique monotone sur les éprouvettes (500 × 70 × 10 mm) en composite MCP-TRC a été conduit sur une machine de traction de type TESTWELL à capacité maximale en force appliquée de 100kN.

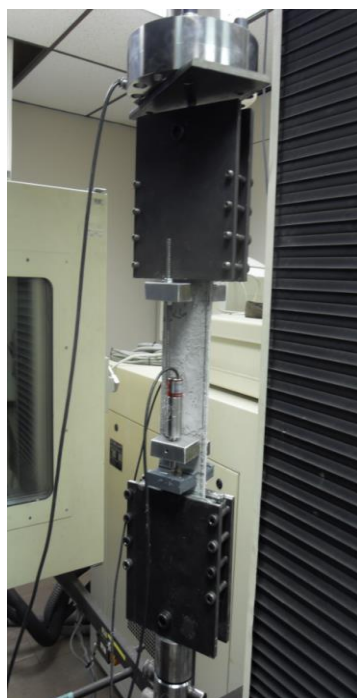
L'essai est réalisé en déplacement imposé à une vitesse de chargement de 1 mm/min. L'effort est transmis aux éprouvettes par l'intermédiaire de mors sur une longueur d'adhérence de 125 mm. Cette longueur a été recommandée par le RILEM [105] de façon à minimiser les risques de rupture de type pull-out du textile au voisinage des mors. Des plaques en caoutchouc de dimensions (125 mm x 70 mm) ont été collées aux extrémités des faces des éprouvettes (correspondant à la zone de chargement en contact avec les mors) afin d'homogénéiser la répartition des efforts et de minimiser la localisation des contraintes. La pression de serrage appliquée évitera tout glissement entre le caoutchouc et les mors. La liaison rotulée entre les mors de chargement et le vérin évitera toute flexion parasite au cours de l'essai.

La déformation du composite MCP-TRC dépend essentiellement de l'ouverture et l'espacement moyens entre fissures. Pour la mesurer (la déformation moyenne), les éprouvettes en MCP-TRC ont été instrumentées par deux capteurs de déplacement LVDT (**figure III-3**) sur une longueur de mesure de 200 mm au centre et sur les deux faces des éprouvettes (un espacement de 25 mm a été considéré entre les talons des mors et la zone de

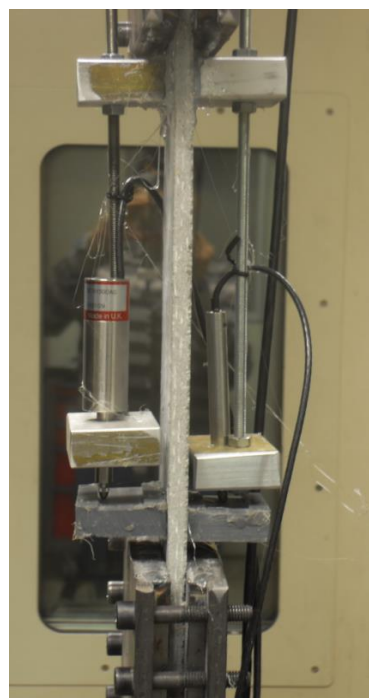
mesure, de façon à ne mesurer aucune déformation parasite au voisinage des mors, voir **figure III-4**). La force quant à elle est recueillie grâce au capteur de force de la machine de traction.

Les capteurs LVDT et le capteur de force sont liés à une chaîne d'acquisition qui enregistrera les résultats au cours de l'essai.

La déformation moyenne des composites au cours de l'essai est calculée en moyennant le déplacement mesuré par les deux capteurs LVDT divisé par la longueur de la zone de mesure (200 mm). La contrainte moyenne quant à elle est calculée en divisant la force appliquée par la section moyenne du composite (section nominale considérée comme constante durant la totalité de l'essai).



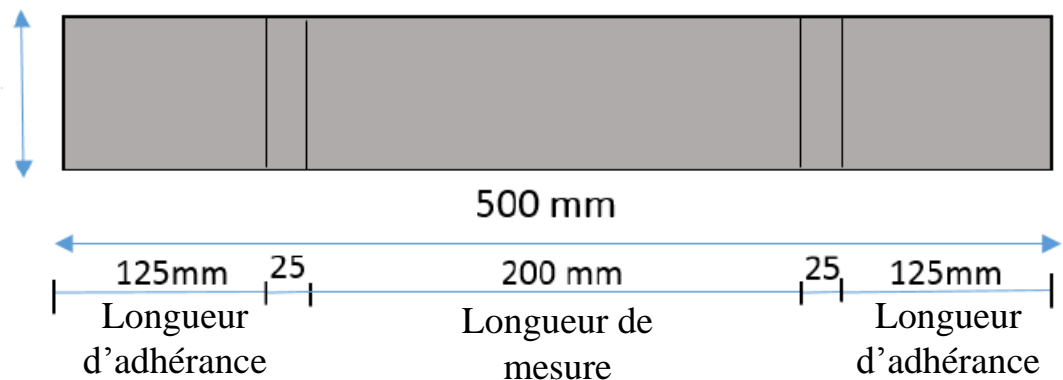
**Machine de traction**



**Instrumentation (2 capteurs LVDT)**

**Figure III-3** Illustration machine et instrumentation utilisées lors de l'essai de traction





**Figure III-4** Illustration des différentes zones sur les éprouvettes en MCP-TRC lors de l'essai de traction

#### III.2.2.2.1 Effet du taux de MCP

L'effet du taux de MPC sur le comportement mécanique des composites MCP-TRC, toutes choses égales par ailleurs, soit à même taux de renfort (et pour la même nature de renfort textile) et à la même température a été analysé.

Pour se faire, le comportement en traction directe des éprouvettes (500×100×70 mm) en MCP-TRC renforcées par 2 couches de renfort textile et aux pourcentages de 0,5,10,15 et 20% MCP a été étudié.

Par souci de commodité, les éprouvettes en TRC auront, par la suite, une dénomination intégrant le taux de MCP. Exemple, les matrices avec 15% d'addition en MCP seront nommées 15% MCP-TRC.

Deux séries de tests, correspondant aux deux types de renforts textiles présentés **tableau III-1** ont été effectués.

A-Série 1 : composites 0, 5, 10,15 et 20% MCP-TRC renforcés par deux couches de textile de type Verre alkali résistant (Verre AR), maintenus à température ambiante (voisine de 20°C) pendant 28 jours puis testés en traction à la même température

B-Série 2 : composites 0, 5, 10,15 et 20% MCP-TRC renforcés par deux couches de textile de type Aramide maintenus à température ambiante (voisine de 20°C) pendant 28 jours puis testés en traction à la même température

Cinq échantillons par taux de MCP et par type de renfort textile ont été testés au cours de cette campagne expérimentale afin d'assurer la reproductivité des résultats.

**Remarque** : Du fait de l'incidence, désormais établie, de la température sur les performances mécaniques des matrices MCP-mortier, une attention particulière a été portée à ce paramètre. Par exemple à 20°C, température maximale effectivement mesurée lors des tests mécaniques présentés ci-dessus, il est admis que le MCP est à l'état solide.

#### III.2.2.2.2 Effet de la pré-imprégnation Latex du textile

Les performances mécaniques des composites MCP-TRC dépendent dans une large mesure de l'efficacité de la liaison entre le renfort textile et la matrice en MCP-mortier. Cependant, l'interaction entre matrice et multifilaments du textile conduit souvent à des taux d'imprégnation assez faibles. En effet, les filaments intérieurs des fils du textile ont moins d'interaction avec la matrice que les filaments extérieurs qui sont directement en contact avec cette dernière.

L'imprégnation époxy des textiles de renfort a souvent été utilisée dans les TRC [70] pour augmenter l'interaction 'textile/mortier' via l'imprégnation marquée des filaments intérieurs et donc l'efficacité de la liaison 'matrice/textile' et par conséquent les performances mécaniques du composite TRC. Cependant le coût élevé de l'époxy, sa toxicité et son impact environnemental conduisent à rechercher des produits de substitution [106]. Une alternative possible est la pré-imprégnation du textile par le Latex. Ce dernier est couramment utilisé comme adjuvant dans le béton pour améliorer sa maniabilité et ses propriétés d'adhérence. Les principaux avantages de ce produit sont son très faible coût et le fait qu'il ne présente pas de danger établi pour la santé humaine et l'environnement.

Dans la présente campagne expérimentale, l'effet de la pré-imprégnation Latex du textile sur les performances mécaniques en traction directe d'un composite TRC témoin (sans MCP) et un autre 10% MCP-TRC renforcés par deux couches de textile de type Verre AR a été étudié.

L'imprégnation du renfort textile au Latex se fait 24 h avant la confection des composites MCP-TRC (**figure III-5**), le lendemain après séchage de la résine Latex sur le textile, les composites MCP-TRC sont fabriqués par la technique traditionnelle du moulage au contact à la truelle puis conservés en laboratoire à une température voisine de 20°C.

Cette méthode de pré-imprégnation (imprégnation sèche du Latex) du textile a été préférée à l'imprégnation fraîche [surtout utilisée dans le cas de la pré-imprégnation du textile par de l'époxy, et qui consiste en la confection des composites TRC avec le textile pré-imprégné du produit d'imprégnation frais (sans attendre son séchage) ] car lors des tests exploratoires (non

décrits dans le présent mémoire) de traction sur composites MCP-TRC avec pré-imprégnation fraîche au Latex et en raison de l'existence de MCP fragile dans la matrice cimentaire et du caractère très léger du Latex frais, des ruptures systématiques par délaminage ont été constatées.

Les composites avec et sans pré-imprégnation Latex sont démoulés 14 jours après leur confection puis testés à 28 jours en traction directe monotone quasi-statique à une température de 20°C dans le même dispositif et selon les mêmes modalités décrites ci-dessus [trois composites pour les deux configurations (imprégné et non-imprégné de Latex)]



**Figure III-5** Illustration de la pré-imprégnation Latex du renfort textile

#### III.2.2.2.3 Effet de la température sur le comportement mécanique des MCP – TRC

La température affecte l'état du MCP, quand la température est inférieure à la température de fusion [23-27°C], le MCP est à l'état solide, il sera à l'état liquide à des températures au-dessus de cette plage.

A l'image des tests effectués sur matrices MCP-mortier, l'effet de la température a également été étudié sur les composites MCP-TRC sollicités en traction directe quasi-statique monotone.

Pour ce faire deux configurations ont été analysées :

A-Eprouvettes (500×70×10mm) à 10% MCP-TRC maintenues en laboratoire à une température de 20°C puis testées en traction à la même température

B- Eprouvettes (500×70×10mm) à 10% MCP-TRC, initialement à 20°C introduites dans une étuve à 40°C pendant 6h afin d'induire le changement de phase du MCP (de solide à liquide) puis testées en traction directe 3min après la sortie de l'étuve (conformément aux modalités relatives aux matrices MCP-mortier susmentionnées chapitre II)

Il convient de souligner que trois éprouvettes par configuration de conditionnement en température ont été testées afin d'assurer la reproductivité des résultats et de disposer d'éléments statistiquement représentatifs.

#### III.2.2.3 Observations au MEB des interfaces 'matrice/textile'

Afin d'approfondir la compréhension du comportement mécanique des composites MCP-TRC, des analyses MEB à l'échelle de l'interface "matrice MCP-mortier/ textile" ont été effectuées sur un composite TRC témoin (sans MCP) et des composites MCP-TRC à divers taux de MCP.

Des analyses MEB à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' ont également été réalisées sur un composite TRC (sans MCP) avec et sans imprégnation Latex afin d'approfondir la compréhension des résultats des tests mécaniques sur composites MCP-TRC avec et sans imprégnation Latex.

Un microscope de Type TESCAN MIRA FEG avec un détecteur de type BSE avec une tension d'électrons de 10kV a été utilisé au cours des observations microscopiques décrites ci-dessus.

#### III.2.2.4 Caractérisation thermique de composites MCP-TRC

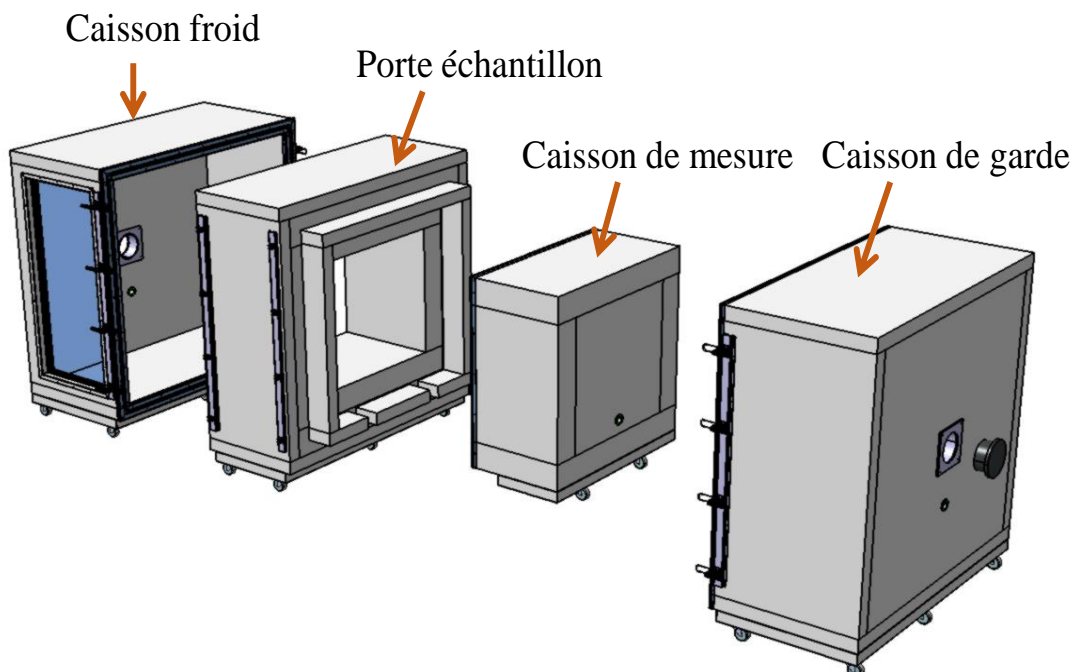
Le but de cette partie est d'étudier les caractéristiques thermiques intrinsèques (essentiellement la conductivité thermique) des composites MCP-TRC aux pourcentages de (0,5, 10, 15 et 20%) MCP. Dans cette optique, le laboratoire LTDS a été équipé d'un dispositif de boîte chaude gardée (**figure III-6**), instrumentée selon les prescriptions de la Norme EN ISO 8990 [107].

La boîte chaude gardée est composée de deux enceintes (une enceinte chaude et la seconde froide), ces deux enceintes étant séparées par un porte échantillon ou vient se placer la paroi

testée. Les dimensions du porte échantillon correspondent exactement aux dimensions des plaques (1010×1010×10 mm) en MCP-TRC devant être caractérisées (**figure III-7**).



**Figure III-6** Boite chaude gardée du laboratoire LTDS (ENTPE)



**Figure III-7** Composition de la boite chaude gardée selon la Norme EN ISO 8990

L'enceinte chaude (**figure III-8-a**) est composée d'un caisson de mesure qui sera encerclé et isolé par un caisson de garde, qui permettra de minimiser les déperditions thermiques à travers le caisson de mesure grâce à ces parois constituées de polystyrène extrudé (de 30 cm d'épaisseur). Des résistances chauffantes sont placées à l'intérieur du caisson de mesure et permettront d'imposer le scénario de chauffage ciblé à l'intérieur de l'enceinte chaude. Un écran réfléchissant a été placé en face des résistances chauffantes afin de minimiser le rayonnement vers l'échantillon testé.

L'enceinte froide (**figure III-8-b**) est composée d'un refroidisseur à eau glycolée et d'un échangeur d'eau. Cette enceinte permet d'imposer des températures allant de 18°C en limite haute à 0°C en limite basse.



a- Equipement enceinte chaude



-1- Refroidisseur à eau glycolée

-2- Echangeur d'air

b- Equipement enceinte froide

**Figure III-8** Equipement à l'intérieur de (a) l'enceinte chaude et (b) l'enceinte froide de la boîte chaude gardée

Des capteurs de température de surface de type PT 100 avec une résolution de 0.1 °C ont été positionnés sur les surfaces des composites MCP-TRC, du côté chaud et coté froid des échantillons. Un minimum de 10 capteurs de chaque côté de l'échantillon installé a été respecté à chaque reproduction de l'essai suivant les recommandations de l'NF EN ISO 8990 (**figure III-9**).

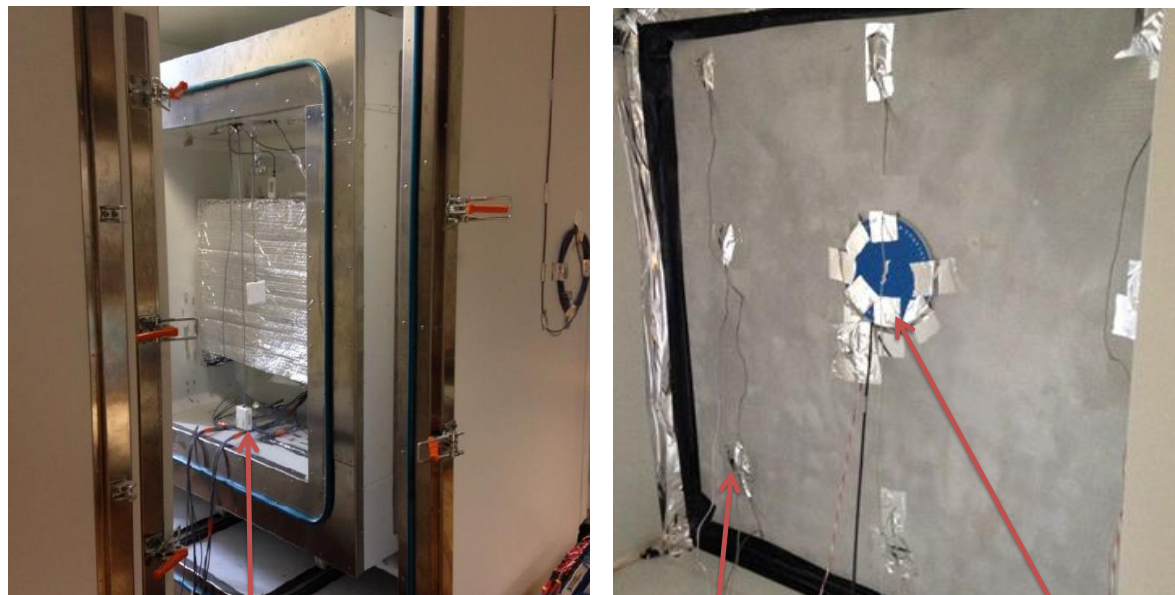
Des capteurs de température d'air ont également été positionnés dans les deux enceintes chaude et froide. Un minimum de deux capteurs de température d'air par enceinte a été mis en œuvre suivant les recommandations de NF EN ISO 8990 (**figure III-9**).

De plus, deux fluxmètres d'une précision de 6% ont été installés sur les surfaces des échantillons testés du côté chaud afin de mesurer le flux entrant et du côté froid afin de mesurer le flux sortant (**figure III-9**)



Capteur de température de surface    Capteur de température d'air

Fluxmètre



Capteur de température d'air dans l'enceinte

Capteur de température de surface sur échantillon

Fluxmètre sur échantillon

**Figure III-9** Instrumentation utilisée lors des essais thermiques sur boîte chaude

L'instrumentation est connectée à une chaîne d'acquisition de type National Instrument, le tout est contrôlé sous un environnement LabVIEW.

La conductivité thermique des composites MCP-TRC peut être déterminée en régime stationnaire en imposant un gradient de température entre l'enceinte chaude et l'enceinte froide.

Pour se faire, le scénario suivant a été imposé aux plaques en MCP-TRC (2 échantillons par taux de MCP), voir **figure III-10**

-Les échantillons en 0, 5, 10,15 et 20% MCP-TRC au début du test sont tous à une température de 20°C, correspondant à la température à l'intérieur du laboratoire.

-Au court de la phase 1 (**figure III-10**), une température de 48°C est imposée au niveau de l'enceinte chaude tandis que l'enceinte froide est maintenue à 10°C. L'objectif étant de faire passer la température des deux faces des échantillons (côté chaud et côté froid) à une température supérieure à la température de fusion du MCP. Ceci permettra ensuite de déduire la conductivité thermique des échantillons en MCP-TRC en régime stationnaire avec le MCP à l'état liquide.

-Au court de la phase 2 (**figure III-10**), les résistances chauffantes de l'enceinte chaude sont éteintes tandis que l'enceinte froide est maintenue à 10°C, cela permettra de faire re-solidifier le MCP qui était passé à l'état liquide au cours de la phase 1

- Au court de la phase 3 (**figure III-10**), les résistances chauffantes sont rallumées et un cycle de chauffage progressif au niveau de l'enceinte chaude est effectué (de 12 à 45°C en une durée de 60 h), tandis que la température au niveau de l'enceinte froide est maintenue à 17°C. Cette étape permettra de visualiser clairement le changement de phase du MCP à l'intérieur des échantillons en MCP-TRC au cours de la phase de chauffage progressif.

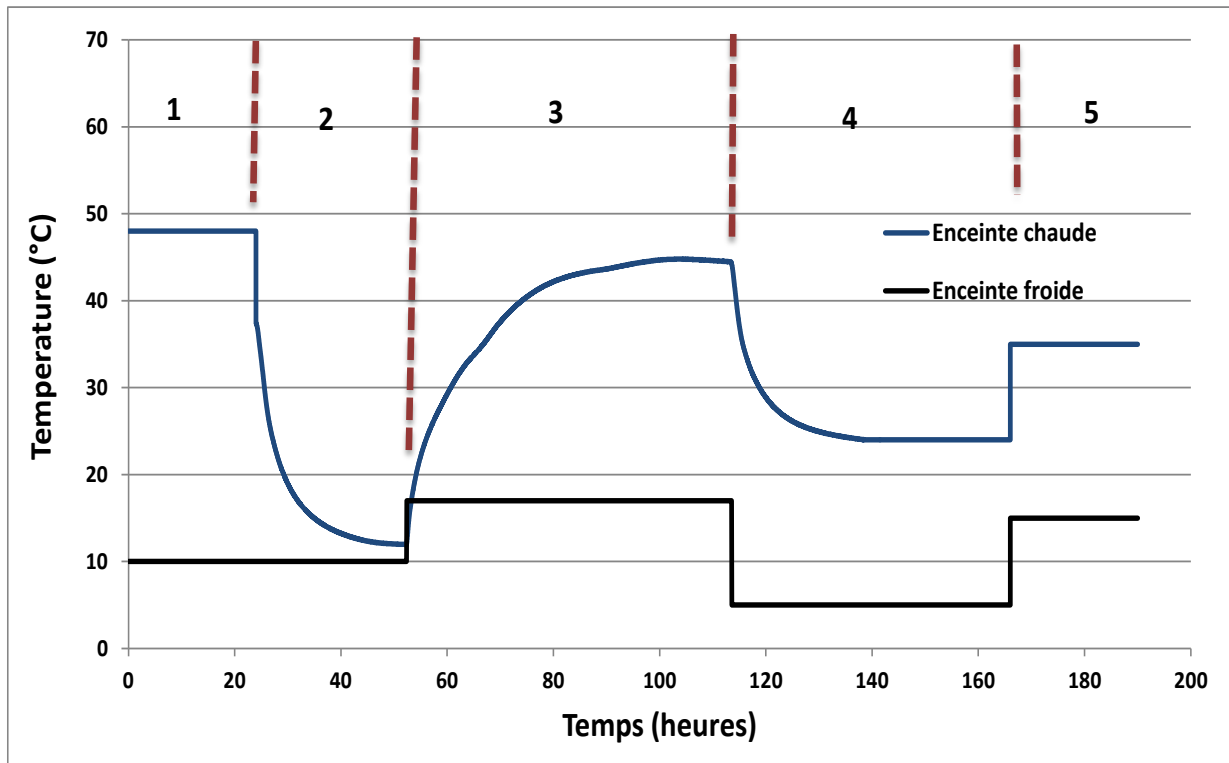
-Au court de la phase 4 (**figure III-10**), une température de 24°C est imposée au niveau de l'enceinte chaude tandis que l'enceinte froide passera à 5°C. Au cours de cette phase, la température des deux parois des échantillons (côté chaud et côté froid) passera à une température inférieure à la température de solidification du MCP. Ceci permettra ensuite de déduire la conductivité thermique des échantillons en MCP-TRC en régime stationnaire avec le MCP à l'état solide.

Au court de la phase 5 (**figure III-10**) une température de 35°C est imposée au niveau de l'enceinte chaude tandis que l'enceinte froide est maintenue à 15°C, l'objectif étant de faire passer la température dans les deux faces des échantillons à une température correspondant à



la plage de changement de phase du MCP c'est-à-dire [23 à 27°C]. Ceci permettra ensuite de déduire la conductivité thermique des échantillons en MCP-TRC en régime stationnaire avec le MCP dans la plage de changement de phase (MCP en phase de transition solide/liquide).

Les scénarios décrits ci-dessus sont résumés **figure III-10**



**Figure III-10** Scénarios imposés dans les enceintes chaude et froide de la boîte chaude gradée

### III.3 Résultats et discussions

#### III.3.1 Caractérisation mécanique

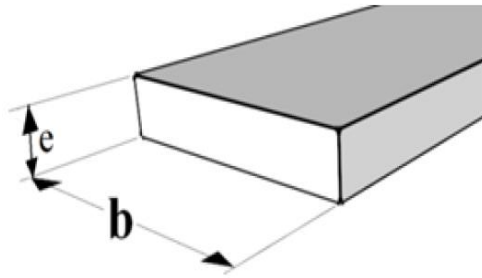
##### III.3.1.1 Analyse de l'effet du taux de MCP

L'exploitation des résultats obtenus lors des essais de traction sur composites MCP-TRC aux différents taux de MCP (0, 5, 10, 15 et 20%) consiste principalement à analyser leur loi de comportement macroscopique en termes de contrainte vs déformation

La contrainte ( $\sigma_{moy}$ ) et déformation ( $\epsilon_{moy}$ ) moyennes dans les éprouvettes (500×100×70mm) en MCP-TRC se calcule comme suit :

$$\sigma_{moy} = \frac{F}{b.e} \quad (III-1)$$

$$\epsilon_{moy} = \frac{d_1 + d_2}{l_m} \quad (III-2)$$

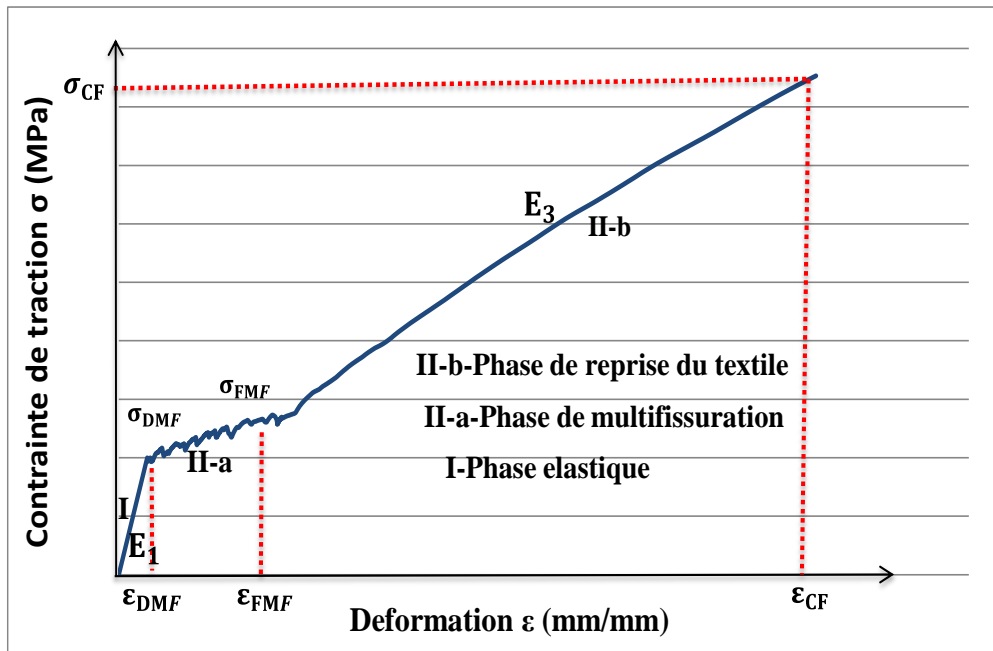


**Figure III-11** identification de la section de calcul

Où :  $F$  est la force appliquée,  $b$  et  $e$  sont respectivement la largeur et l'épaisseur des éprouvettes.

$d_1, d_2$  sont les mesures de déplacement des deux capteurs LVDT placés au centre de la longueur des éprouvettes,  $l_m$  est la longueur de mesure =200 mm.

L'allure de la courbe contrainte déformation dans les composites TRC (sans tenir compte de l'effet du MCP à ce stade de l'étude) est qualitativement semblable à la courbe présentée **figure III-12**.



**Figure III-12** Description qualitative de la loi de comportement des TRC en traction

Sur la courbe contrainte vs déformation (**figure III-12**), trois phases peuvent clairement être identifiées

La Phase (I, **figure III-12**) du comportement du composite correspond à une évolution parfaitement linéaire régie par les propriétés mécanique de la matrice jusqu'au point ( $\epsilon_{DMF}, \sigma_{DMF}$ ). Au cours de la phase (II-a, **figure III-12**) la limite élastique de la matrice est atteinte progressivement sur la longueur de l'éprouvette, et à chaque fois qu'une fissure se crée l'effort est transmis progressivement de la matrice vers le textile à l'endroit de la fissure, cette étape arrive à sa fin au point ( $\epsilon_{FMF}, \sigma_{FMF}$ ). En phase (II-b, **figure III-12**) le textile reprend la quasi-totalité des efforts et le module de rigidité du composite est régi par le module élastique du textile de renfort ainsi que son taux de travail.

Les points caractéristiques de la loi de comportement du TRC dans la **figure III-12** sont définis ci-dessous :

$E_1$  est le module élastique du composite en phase I, attribué au module de Young de la matrice.

$\epsilon_{DMF}, \sigma_{DMF}$  sont respectivement la déformation et la contrainte de début de multifissuration de la matrice cimentaire.

$\epsilon_{FMF}, \sigma_{FMF}$  sont respectivement la déformation et la contrainte à la fin de la phase de multi fissuration de la matrice cimentaire.

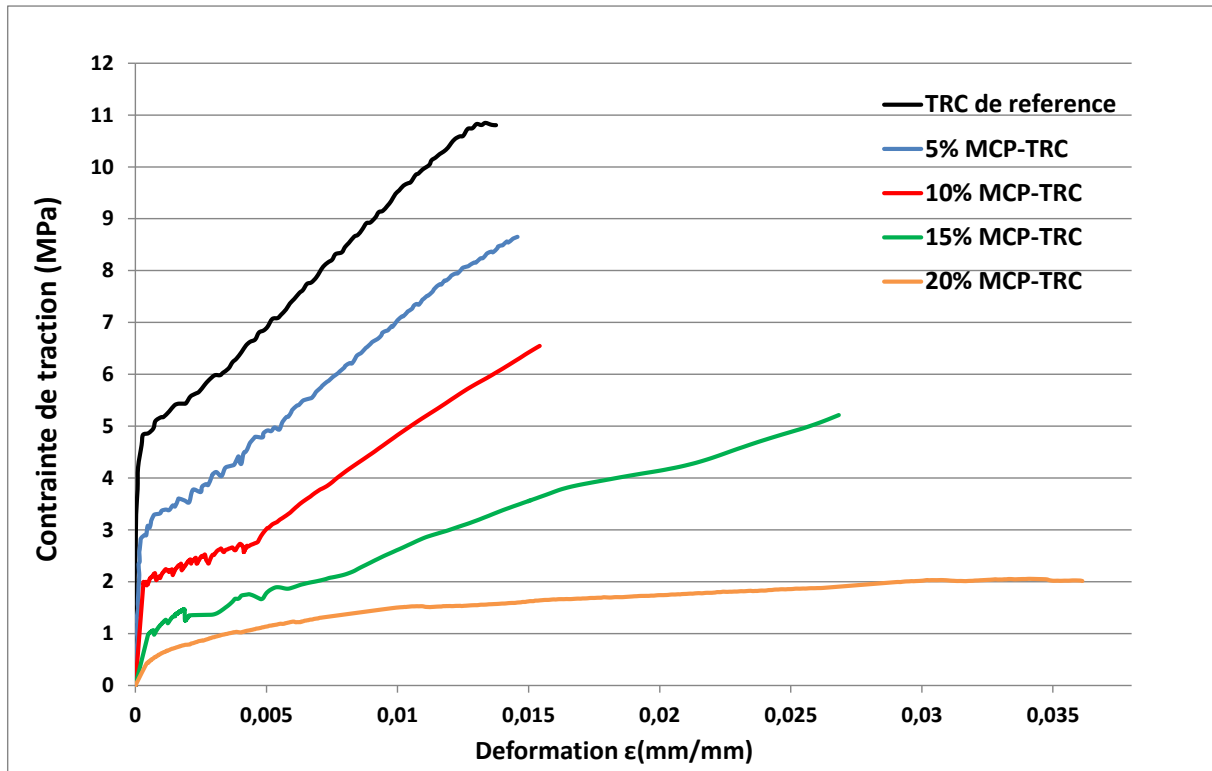
$\epsilon_{CF}, \sigma_{CF}$  sont respectivement la déformation et la contrainte à la rupture du composite TRC.

$E_3$  est le module de rigidité du composite en phase III.

#### III.3.1.1.1 Composites renforcés par du verre AR

Les courbes contrainte vs déformation des composites (0, 5, 10,15 et 20% MCP-TRC) renforcés par deux couches de textile en verre AR (non imprégné par du Latex) et testés en traction directe quasi-statique monotone à une température de 20°C sont présentées **figure III-13**

Il convient de souligner que les courbes présentées ci-dessous sont des courbes moyennes en contrainte vs déformation sur cinq échantillons testés pour chaque taux de MCP (il convient de préciser également que la dispersion modérée des résultats nous permet de présenter les résultats en courbes moyennes pour chaque taux de MCP par commodité d'analyse)



**Figure III-13** Courbes moyenne en contraintes vs déformation des composites MCP-TRC renforcés par deux couches de verre AR (non imprégné)

La première constatation qui peut être faite en analysant les courbes contrainte vs déformation est que la résistance en traction des composites MCP-TRC décroît en augmentant le taux de MCP.

En analysant plus en détail les courbes contrainte vs déformation on peut noter que :

En phase I, la contrainte à l'apparition de la première fissuration ( $\sigma_{DMF}$ ) correspondant à la limite élastique des matrices MCP-mortier diminue avec l'augmentation du taux de MCP, ce qui s'explique logiquement par le fait que l'ajout de MPC dans le mortier affaiblit ses performances mécaniques. De même, le module élastique en phase I ( $E_1$ ) décroît avec le taux de MCP dû à l'affaiblissement de la rigidité des matrices en MCP-mortier. Il peut également être constaté que la déformation à la limite élastique ( $\epsilon_{DMF}$ ) augmente avec l'augmentation de la teneur en MCP, ce qui peut s'expliquer par l'augmentation de la flexibilité des matrices MCP-mortier par l'ajout des particules plus déformables de MCP.

La phase II-a de multifissuration est clairement visible dans la majorité des composites MCP-TRC, cependant aucune conclusion particulière ne peut être déduite quant à l'effet du taux de MCP sur cette phase.

Pendant la phase II-b, celle de reprise de l'effort par le textile, on peut constater après calcul (voir **tableau III-2**) que le module de rigidité du composite ( $E_3$ ) décroît avec l'augmentation du taux de MCP. Le module de rigidité du composite MCP-TRC en phase II-b est un indicateur direct du taux de travail du textile à l'intérieur du composite MCP-TRC et de l'efficacité de l'interaction 'MCP-mortier/textile'.

Il peut également être constaté dans la phase III que la déformation à rupture des composites MCP-TRC est quasi constante jusqu'au taux de 15% MCP, où on constate une augmentation de la déformation à la rupture. Cela s'explique par le fait que pour les composites 0, 5, 10% MCP-TRC le mode de rupture est survenu par rupture du textile en traction alors que pour les composites 15 et 20% MCP-TRC la rupture est survenue par délaminage entre couches de textile du fait de l'affaiblissement de la résistance au cisaillement de la couche interlaminaire par l'ajout de MCP (voir **figure III-14 et III-15**). En effet, Les capteurs LVDT positionnés sur les faces des composites 15 et 20% MCP-TRC comptabilisent le déplacement parasite dû au glissement interlaminaire à l'occurrence du délaminage, ce qui explique les augmentations des déformations à rupture pour les composites 15 et 20% MCP-TRC par rapport au composites 0,5 et 10% MCP-TRC.

Pour les composite de 0 à 10 % MCP-TRC la rupture a eu lieu par une rupture en traction du textile. Cependant des différences et nuances subsistent entre la rupture du textile en traction dans le composite TRC de référence (sans MCP) et sa rupture en traction dans les deux composites 5 et 10% MCP-TRC. En effet, dans le composite TRC de référence, une rupture quasi simultanée de l'ensemble des fils du textile a été constatée, cette rupture est initiée dans les filaments de pourtour du textile (en contact direct avec la matrice) suivie par les filaments de cœurs des fils du textile. En revanche, dans les composites 5 et 10% MCP-TRC des dégradations localisées du textile ont pu être constatées (une partie des filaments rompant en plusieurs endroits avant que la rupture ne survienne). Les dégradations localisées du textile pour les composites 5 et 10% MCP suggèrent une distribution clairement hétérogène des contraintes dans les fils du textile après incorporation du MCP dans le composite TRC.

La **figure III-14** illustre les modes de rupture des composites MCP-TRC aux différents taux de MCP.

**TRC de référence**



Rupture quasi simultanée  
des fils du textile en  
traction

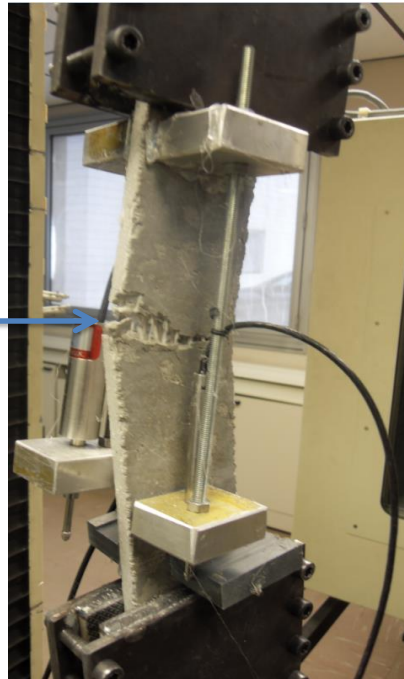
**5% MCP-TRC**



**Rupture  
localisée sur  
quelques fils**

Rupture localisée sur quelques  
fils entraînant la rupture totale  
du textile en traction

**10% MCP-TRC**



**Rupture  
localisée sur  
quelques fils**

Rupture localisée sur quelques  
fils entraînant la rupture totale  
du textile en traction

**15% MCP-TRC**



Rupture par délaminage  
entre couches du textile

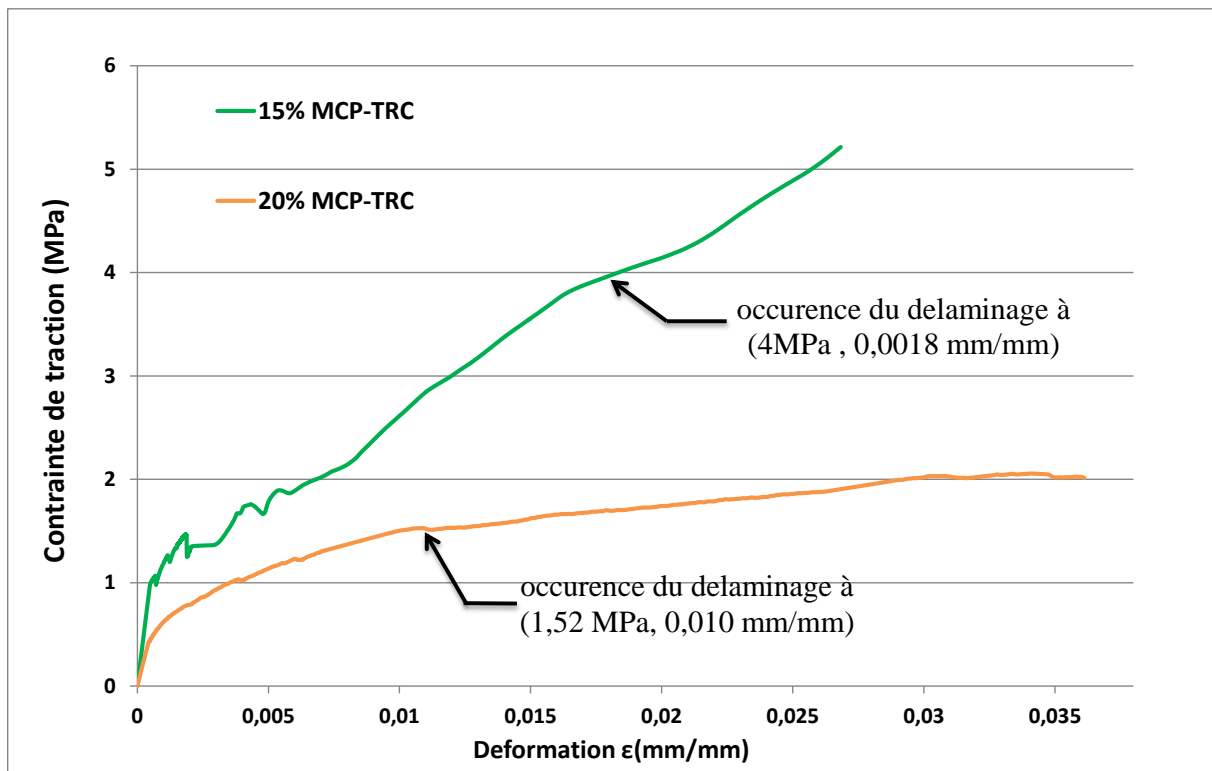
### 20% MCP-TRC



Rupture par délaminage entre couches du textile

**Figure III-14** Illustration des différents modes de rupture des éprouvettes 0, 5, 10,15 et 20% MCP-TRC renforcées par du verre AR non imprégné

La **figure III-15** illustre les coordonnées ( $\sigma$ ,  $\epsilon$ ) où il y a occurrence du délaminage dans les composites 15 et 20% MCP-TRC (identifiables par les inflexions de pentes sur les graphiques)



**Figure III-15** Occurrence du délaminage pour les composites 15 et 20% MCP-TRC

Les valeurs moyennes des paramètres caractéristiques ( $E_1, \epsilon_{DMF}, E_3, \epsilon_{CF}, \sigma_{CF}$ ) avec les incertitudes associées sur les mesures pour les différents composites MCP-TRC sont résumées **tableau III-2** (remarque : le module de rigidité  $E_3$  est calculé avant l'occurrence du délaminage pour les composites 15 et 20% MCP-TRC)

Eprouvette	$E_1$ (GPa)	$\sigma_{DMF}$ (MPa)	$\epsilon_{DMF}$ ( $\times 10^{-4}$ )	$E_3$ (MPa)	$\sigma_{CF}$ (MPa)	$\epsilon_{CF}$ ( $\times 10^{-2}$ )
TRC référence	31.2 $\pm$ 1.2	4.15 $\pm$ 0.18	1.33 $\pm$ 0.06	516 $\pm$ 23	10.85 $\pm$ 0.5	1.4 $\pm$ 0.09
5% MCP-TRC	20.1 $\pm$ 0.8	2.92 $\pm$ 0.13	1.46 $\pm$ 0.06	448 $\pm$ 27	8.64 $\pm$ 0.51	1.4 $\pm$ 0.09
10% MCP-TRC	9.2 $\pm$ 0.4	2.0 $\pm$ 0.09	2.17 $\pm$ 0.1	348 $\pm$ 21	6.54 $\pm$ 0.4	1.5 $\pm$ 0.1
15% MCP-TRC	3.1 $\pm$ 0.1	1.05 $\pm$ 0.05	3.30 $\pm$ 0.14	233 $\pm$ 19	5.17 $\pm$ 0.41	2.7 $\pm$ 0.25
20% MCP-TRC	1.3 $\pm$ 0.1	0.52 $\pm$ 0.02	3.84 $\pm$ 0.17	30 $\pm$ 3	2.02 $\pm$ 0.21	3.6 $\pm$ 0.38

**Tableau III-2** Paramètres caractéristiques des composites MCP-TRC lors des essais de traction

La **figure III-17** représente la force reprise exclusivement par le renfort textile pour chaque composite MCP-TRC au moment de la rupture. Cette force a été évaluée en traçant une droite parallèle à la droite de pente  $E_3$  de loi de comportement du MCP-TRC en phase II-b (voir **figure III-16**). Cette droite représente la loi de comportement du renfort textile seul. La force lue sous cette droite à rupture représente la force reprise exclusivement par le textile au cours de l'essai (pour les composites 15 et 20% la force reprise par le textile est évaluée jusqu'à occurrence du délaminage)

La **figure III-18** représente les taux de travail en force ( $T_f$ ) et en rigidité ( $T_E$ ) des composites MCP-TRC aux divers pourcentages de MCP, avec :

$$T_f = \frac{\sigma_{CF}}{\sigma_{\text{text}} \times v_{T,\text{eff}}} \quad , \quad T_E = \frac{E_3}{E_{\text{text}} \times v_{T,\text{eff}}} \quad \text{Avec}$$

$\sigma_{CF}$  est la contrainte à rupture du composite MCP-TRC durant l'essai de traction.

$\sigma_{\text{text}}$  et  $E_{\text{text}}$  sont respectivement la contrainte de traction à rupture ainsi que le module de Young du renfort textile (voir **tableau III-1**)



$V_{T,eff}$  est le taux de renfort volumique effectif dans le sens des fils de reprise d'efforts des composites MCP-TRC renforcés par du Verre AR ( $V_{T,eff} = 2.66\%$ )

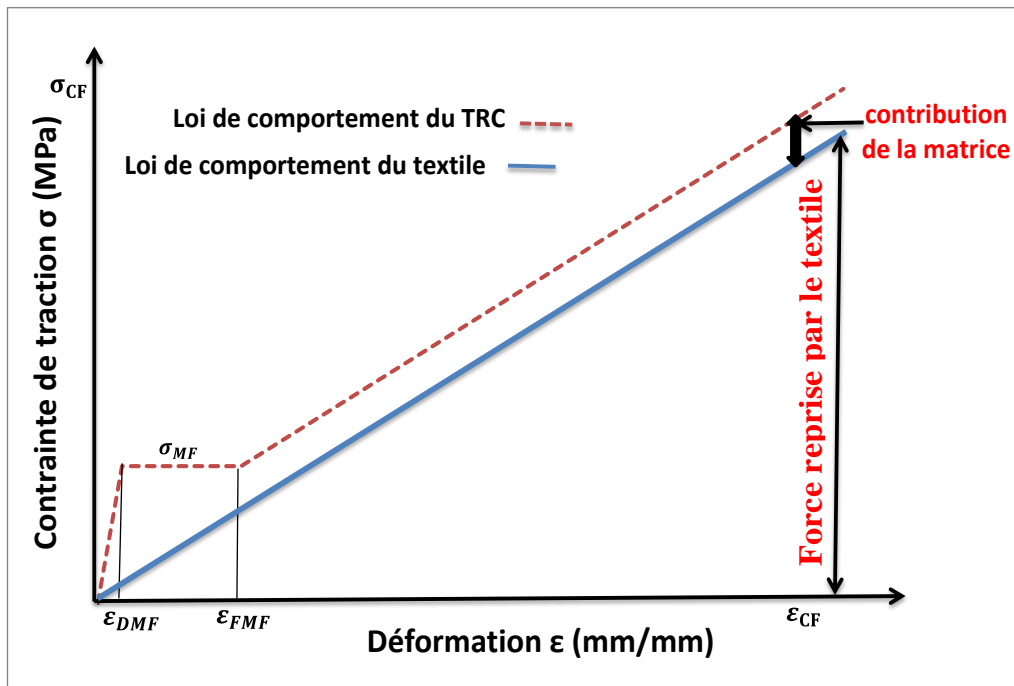


Figure III-16 Méthode d'évaluation de la force reprise par le textile dans les composites TRC

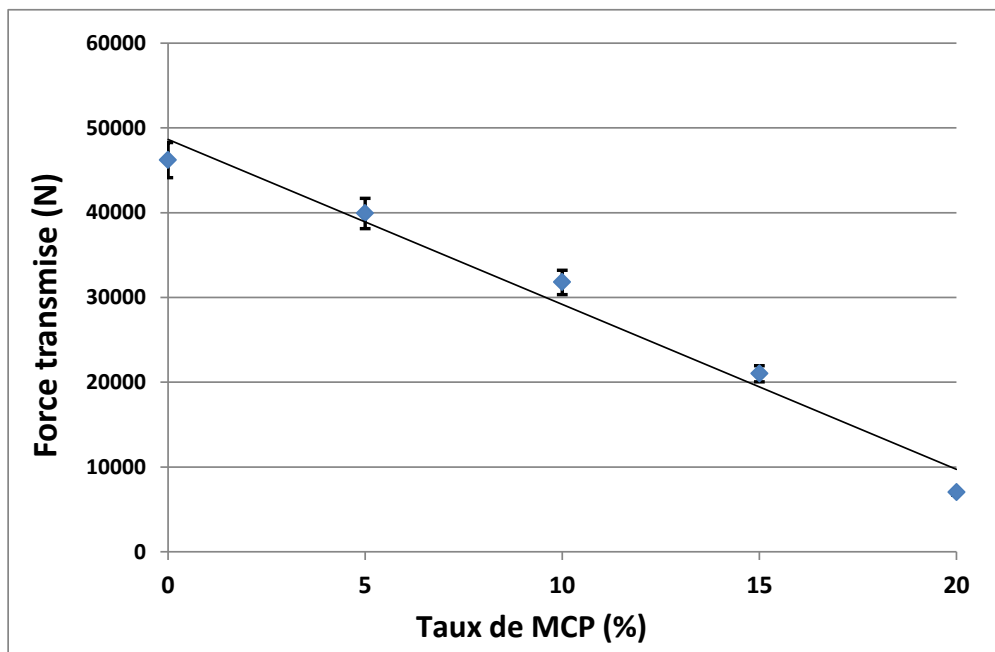
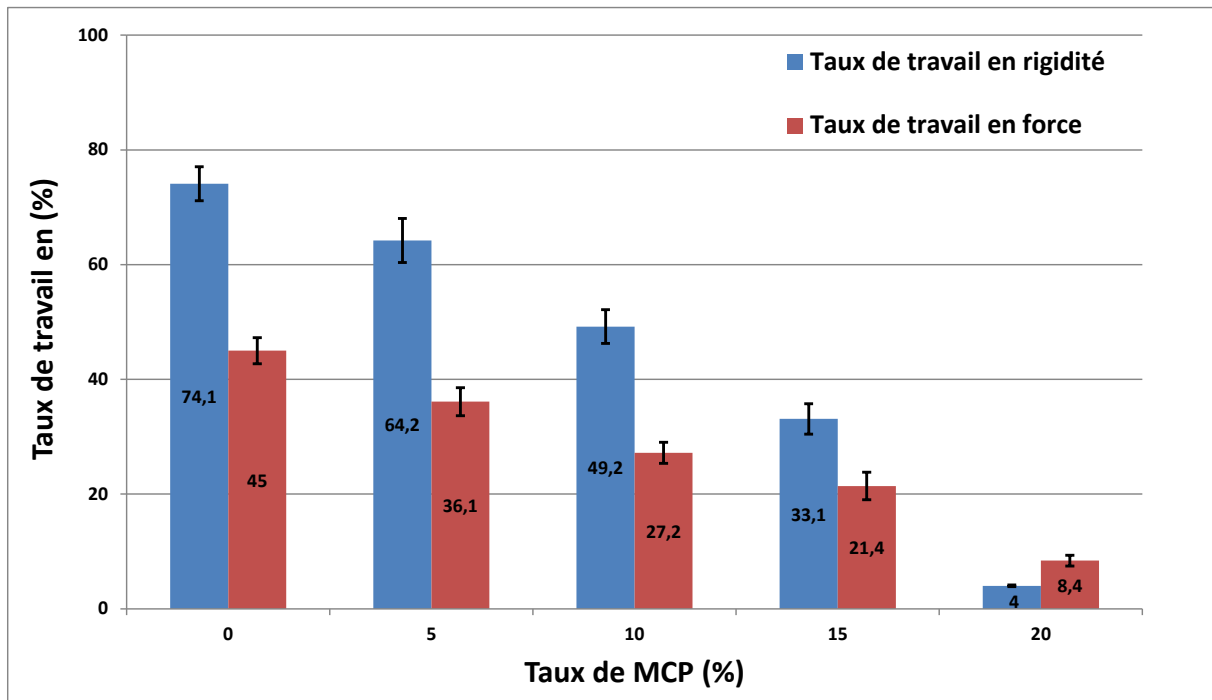


Figure III-17 Force reprise exclusivement par le textile en verre AR non imprégné dans les composites MCP-TRC



**Figure III-18** Taux de travail en rigidité et force des composites MCP-TRC renforcés par du Verre AR non imprégné

La **figure III-17** montre une décroissance de l'effort repris par le textile avec l'augmentation du taux de MCP. Ce qui suppose une dégradation de l'interaction 'matrice MCP-mortier/textile' conduisant à une mobilisation moins importante du renfort textile avec l'augmentation du taux de MCP.

En analysant plus en détail :

-Entre 0 et 10% MCP la décroissance de l'effort repris par le textile est due à une distribution inhomogène des efforts dans les fils du textile après introduction du MCP dans les composites 5 et 10% MCP-TRC. Cela se traduit par une rupture localisée au niveau de quelques fils du textile conduisant par la suite à la rupture totale du renfort textile par traction dans les composites 5 et 10% MCP-TRC alors qu'une rupture quasi simultanée des fils du textile a été constatée pour le composite TRC de référence (sans MCP). La distribution inhomogène des contraintes dans les fils du textile des composites 5 et 10% MCP-TRC est attribuée à l'effet du MCP qui par sa présence plus accrue au niveau de certaines zones de l'interface 'matrice/textile' peut conduire à une mobilisation moins importante des filaments du textile et par ce fait, induit une distribution hétérogène des contraintes entre fils du textile. La distribution disparate des MCPs à l'échelle très fine de l'interface 'matrice/textile' (échelle du nanomètre à micromètre) est imputée comme susmentionnée (chapitre II) aux phénomènes

d'agglomération ainsi qu'à l'endommagement d'une partie des MCPs, l'huile de MCP pur s'échappant des capsules endommagées joue également un rôle d'adhésif entre microcapsules et favorise l'agglomération des microcapsules (vu chapitre II). L'agglomération des microcapsules de MPC ainsi que l'endommagement d'une partie des microcapsules peuvent engendrer des effets très variables à l'échelle de l'interface matrice/textile et de ce fait induire des distributions inhomogènes des contraintes dans les fils de textile (L'ensemble de ces explications seront étayés par des explications à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' dans la section III.3.2, observation MEB). Pour le composite TRC de référence (sans MCP), une mobilisation plus importante des filaments du textile ainsi qu'une distribution plus homogène des contraintes entre fils du textile (qui s'est traduit par une rupture quasi simultanée des fils du textile en traction) ont pour effet une reprise d'effort plus importante du renfort textile.

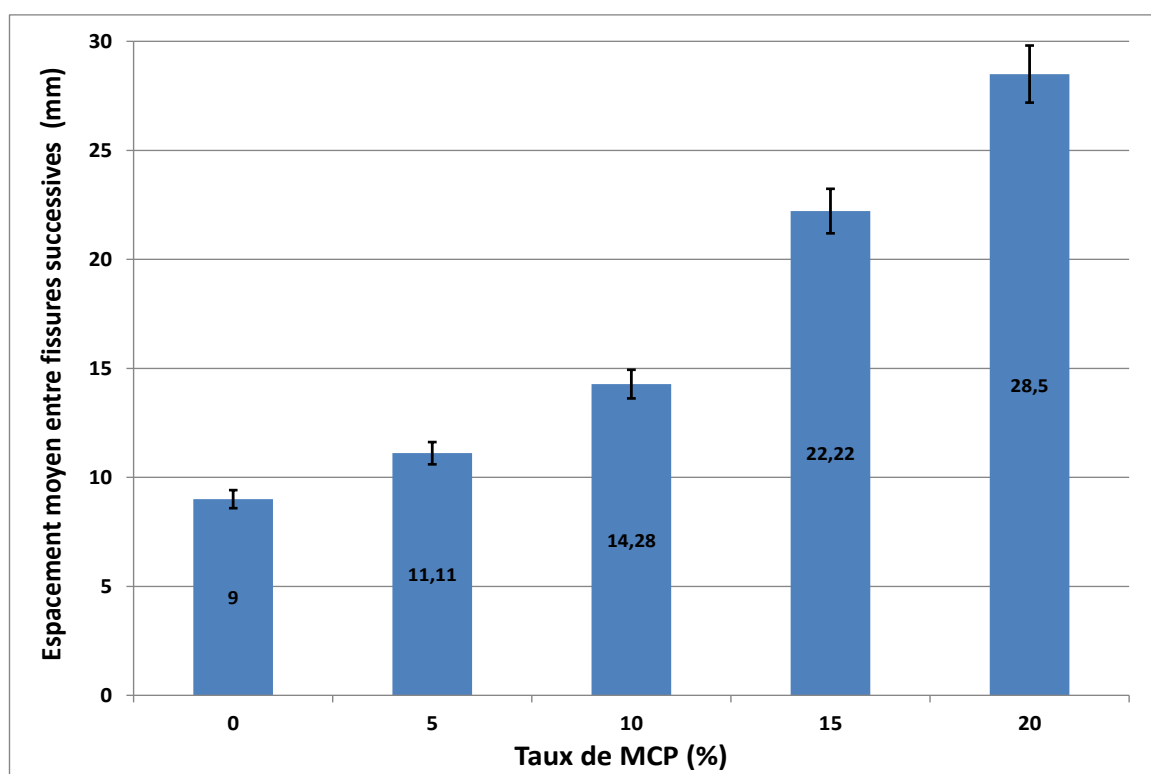
-A partir de 15% MCP, la décroissance de l'effort repris par le textile est due à la rupture caractéristique par délaminage des composites 15 et 20% MCP, qui traduit une dégradation de la résistance au cisaillement de la couche interlaminaire en MCP-mortier entre couches de textile sollicitées en traction. Il convient également de souligner que l'occurrence de la rupture par délaminage est aussi un indicateur de disparité de distribution des contraintes de traction entre couches mêmes de textile due à l'effet du MCP, cette disparité de distribution des contraintes de traction entre couches de renfort induit des contraintes de cisaillement dans la couche interlaminaire pour les composites 15 et 20% MCP-TRC et du fait de la plus faible résistance au cisaillement de cette dernière (de la couche interlaminaire entre renforts dans les composites 15 et 20% MCP-TRC) conduit à des ruptures par délaminage avant même que textile ait atteint sa résistance maximale en traction.

La **figure III-18** montre une baisse respective des taux de travail en rigidité et en force du textile avec l'augmentation du taux de MCP. Le taux de travail en rigidité  $T_E$  est l'indicateur directe de l'intensité d'interaction "matrice MCP-mortier/textile". En effet le taux de travail en rigidité ( $T_E$ ) est directement proportionnel au taux de travail du textile ainsi qu'à la surface de contact et interaction "matrice MCP-mortier/textile" dans les composites MCP-TRC. Cela signifie que la surface d'interaction 'matrice/textile' décroît avec l'augmentation du taux de MCP dans les composites MCP-TRC (plus d'explications seront données dans les observations MEB au niveau de l'interface "matrice MCP-mortier/textile" des composites MCP-TRC, section III.3.2 pour étayer ces conclusions ).

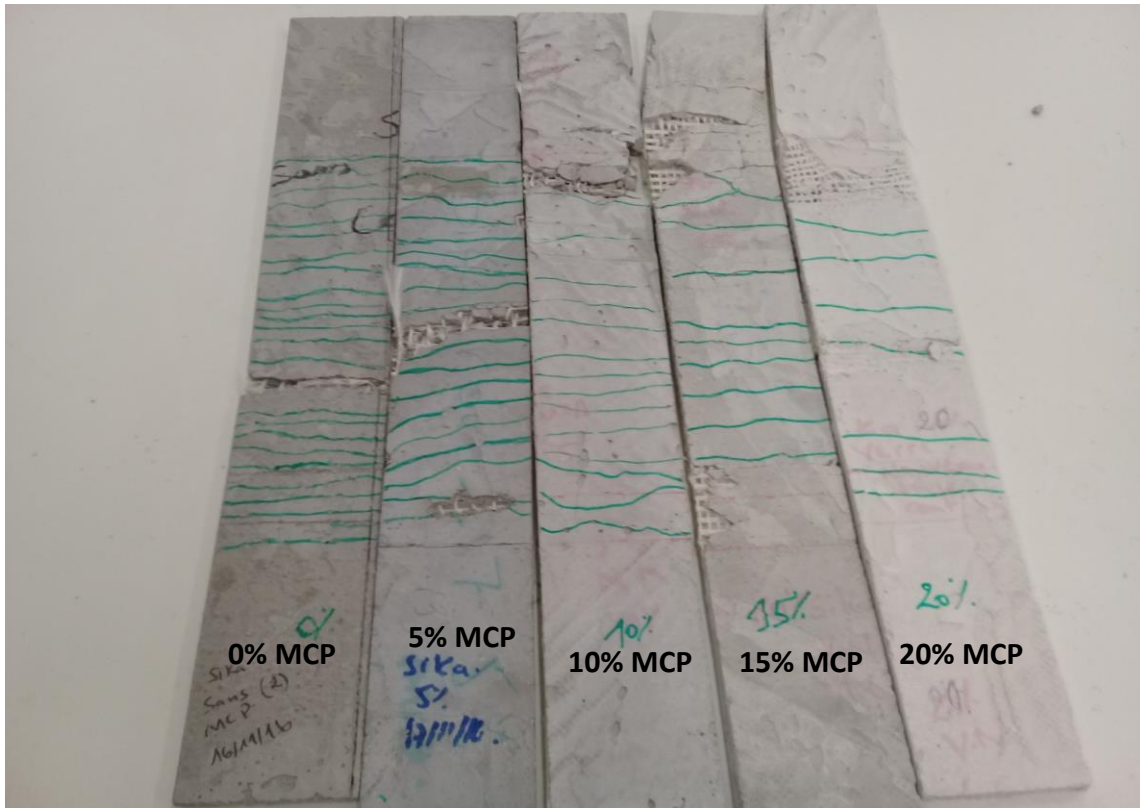
Il convient également de souligner que le taux de travail en rigidité est plus élevé que le taux de travail en force dans les composites MCP-TRC (à part pour le composite à 20% MCP-TRC où il a été constaté une dégradation conséquente du taux de travail en rigidité). Cela est dû au fait que la résistance des composites MCP-TRC est attribuée en grande partie à la résistance des filaments extérieurs du textile (filaments de pourtour) qui sont en contact direct avec la matrice en MCP-mortier, les filaments intérieurs étant tendanciellement moins mobilisés, les taux de travail en force sont ainsi plus faibles que les taux de travail en rigidité dans les composites MCP-TRC. De surcroît, le taux de travail en force est plus sensible à l'hétérogénéité et voit sa valeur amoindrie par des sollicitations élevées sur quelques filaments du textile (dès qu'un certain nombre de filaments casse "seuil critique", le textile rompt) alors que le taux de rigidité est une moyenne de contribution des filaments (peu importe que ce soit très hétérogène).

La **figure III-19-a** présente l'espacement moyen entre fissures successives dans la zone de mesure des capteurs LVDT (200mm au centre des éprouvettes) lors des essais de traction sur composites MCP-TRC.

La disposition des fissures sur les éprouvettes MCP-TRC testées est également présentée **figure III-19-b**.



-a-



-b-

**Figure III-19** a-espacement moyen entre fissures –b –illustration sur éprouvettes testées en MCP-TRC renforcées par du Verre AR

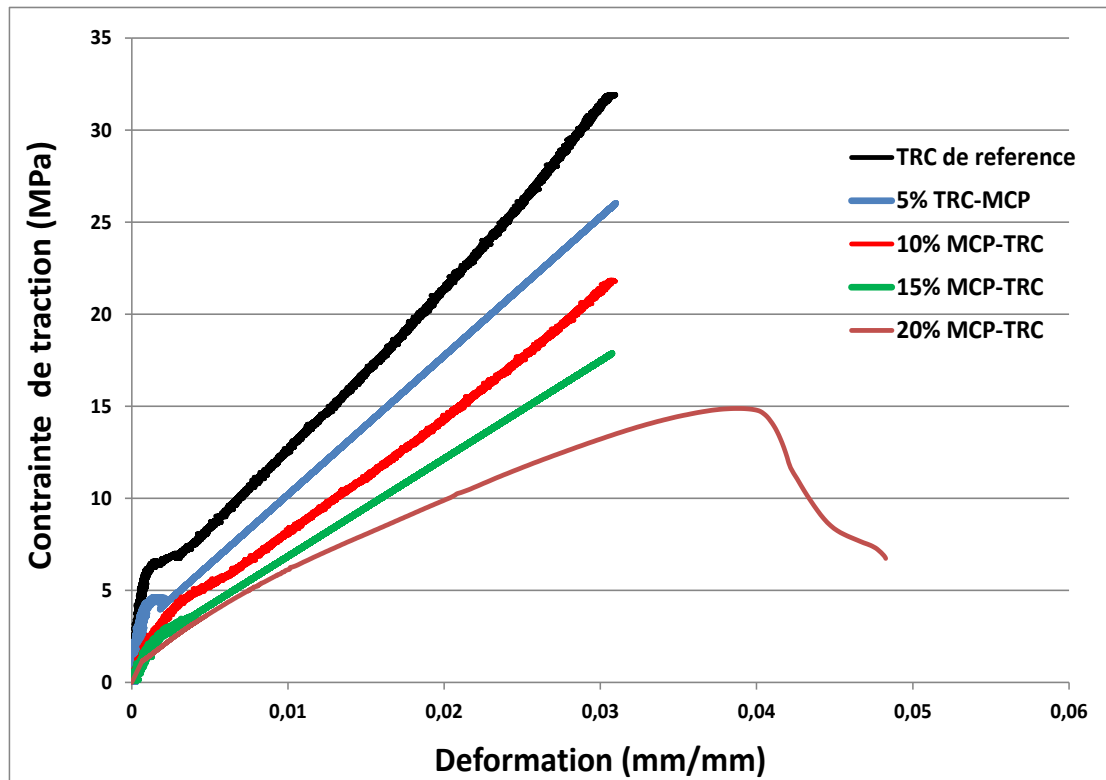
Il peut être constaté d’après la **figure III-19 (a et b)**, que l’espacement moyen entre fissures augmente avec l’augmentation du taux de MCP ou autrement dit que le nombre total de fissures décroît avec le taux de MCP dans les composites MCP-TRC.

L’espacement moyen entre fissures dans la zone de mesure est directement lié à l’intensité de l’interaction ‘matrice/textile’ et plus précisément à la surface de contact ‘matrice/textile’, car l’apparition d’une fissure est synonyme d’un transfert de charge ‘matrice/textile’ au droit de la fissure, et ce transfert de charge croît à mesure que le nombre de fissures augmente et donc que l’espacement moyen entre fissures successives diminue.

De ce fait, l’augmentation de l’espacement moyen entre fissures (ou la diminution du nombre total de fissures) avec l’augmentation du taux de MCP confirme la dégradation de l’interaction ‘matrice/textile’ et du transfert de charge associé à mesure que le taux de MCP augmente dans les composites MCP-TRC.

### III.3.1.1.2 Composites renforcés par de l'Aramide

Les courbes moyennes en contrainte vs déformation des composites (0, 5, 10,15 et 20% MCP-TRC) renforcés par deux couches de textile de type Aramide et testés en traction directe monotone quasi statique à 20°C sont présentées **figure III-20**



**Figure III-20** Courbes contraintes déformation des composites MCP-TRC renforcés par deux couches de textile de type Aramide

Au même titre que pour les composites MCP-TRC renforcés par du Verre AR, il peut être constaté que la résistance des composites MCP-TRC renforcés par de l'Aramide décroît avec l'augmentation du taux de MCP.

La résistance en traction des MCP-TRC renforcés par de l'Aramide est nettement supérieure à la résistance des composites renforcés par du Verre AR due à la taille de maille plus serrée et à la résistance plus élevée du textile Aramide.

En analysant plus en détail les courbes contrainte vs déformation on peut noter que :

En phase I, la contrainte à l'apparition de la première fissure correspondant à la limite élastique des matrices MCP-mortier diminue avec l'augmentation du taux de MCP, ce qui s'explique logiquement par le fait que l'ajout de MPC dans le mortier affaiblit ses performances mécaniques.

Pendant la phase II-b, celle de reprise d'effort par le renfort textile, on peut constater également après calcul (voir **tableau III-5**) que le module de rigidité  $E_3$  du composite MCP-TRC décroît avec l'augmentation du taux de MCP.

Il peut également être constaté dans la phase II-b que la déformation à rupture des composites MCP-TRC est quasi constante jusqu'au taux de 20% MCP, ou on constate une augmentation de la déformation à la rupture. Cela s'explique par le fait que pour les composites (0,5,10 et 15% MCP-TRC) le mode de rupture est survenu par rupture du textile en traction alors que pour le composite 20% MCP-TRC la rupture est survenue par délaminage entre couches de textile accompagné d'un pull out au voisinage des mors pour trois éprouvettes sur cinq testées (**figure III-21**).

La rupture par délaminage pour les éprouvettes MCP-TRC renforcées par de l'Aramide a eu lieu à un taux de MCP de 20% (**figure III-21**), alors que ce même type de rupture s'est produit à un taux de MCP de 15% pour les éprouvettes renforcées par du verre AR. Cela pourrait s'expliquer par le fait que la largeur de la maille du textile Aramide étant bien plus resserrée que celle du textile Verre AR (3mm pour l'aramide, 5 mm pour le verre) entraîne une distribution plus homogène des efforts entre couches de textile (existence d'un plus grand nombre de fils par couche de textile), qui pourrait en effet retarder l'occurrence de la rupture par délaminage.

#### 20% MCP-TRC



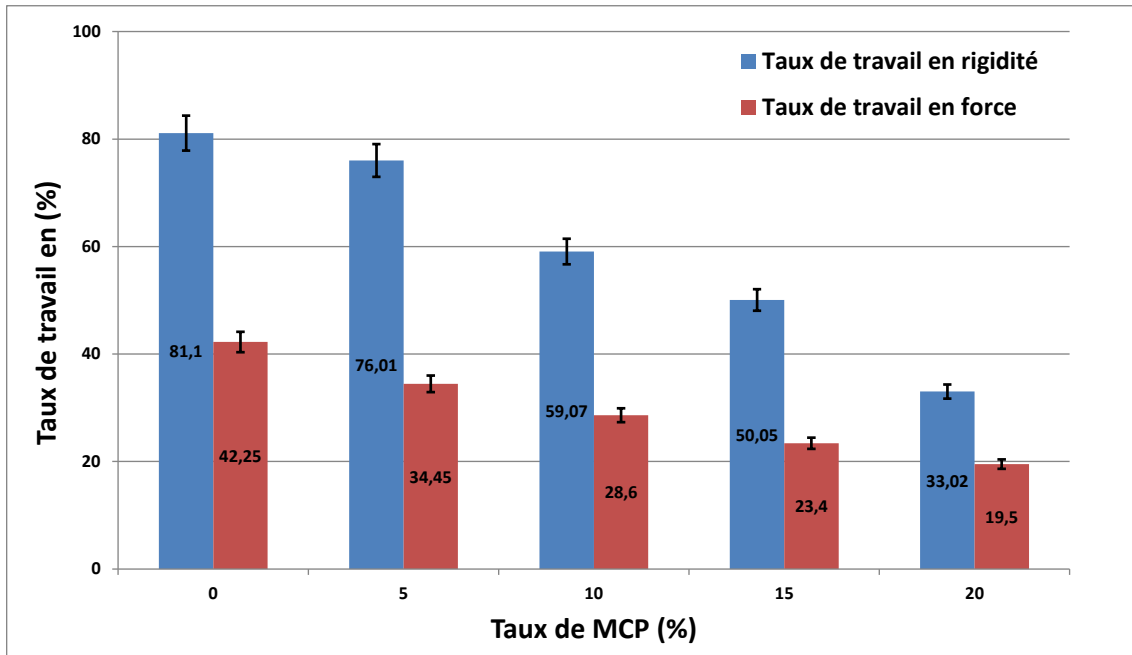
Rupture par délaminage



Occurrence d'un pull out  
(voisinage des mors)

**Figure III- 21** Rupture par délaminage composite 20% MCP-TRC renforcé par de l'Aramide

La **figure III-22** présente les taux de travail en force ( $T_f$ ) et en rigidité ( $T_E$ ) des composites MCP-TRC renforcés par de l’Aramide aux divers pourcentages de MCP ( le taux de renfort volumique effectif dans le sens des fils de reprise d’efforts des composites MCP-TRC renforcés par du textile de type Aramide  $V_{T,eff}= 4\%$  ).



**Figure III-22** Taux de travail en rigidité et force des composites MCP-TRC renforcées par de l’aramide

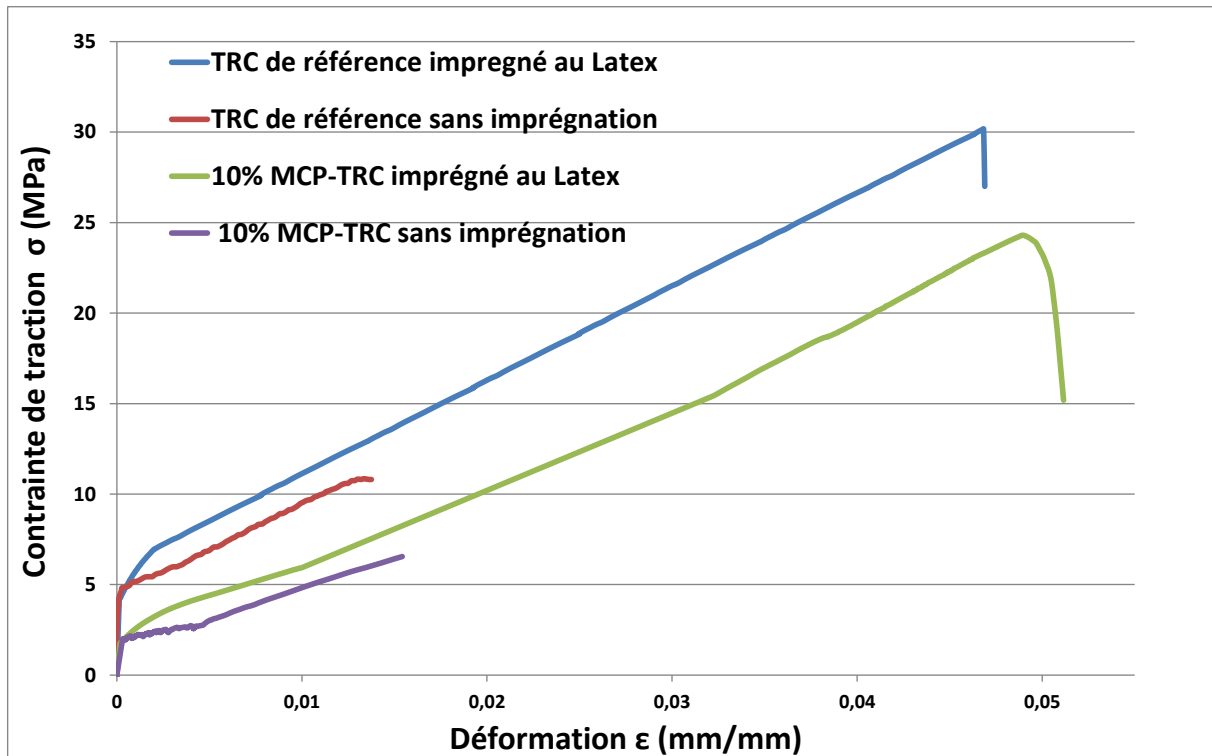
La dégradation des taux de travail en force et rigidité avec l’augmentation du taux de MCP confirme les constatations faites pour le composites MCP-TRC renforcés par du Verre AR et valide l’effet nuisible du MCP sur l’interaction ‘matrice/textile’ et donc sur le taux travail du renfort textile.

### III.3.1.2 Analyse de l’effet de la pré-imprégnation Latex

L’effet de la pré-imprégnation au Latex du textile sur le comportement en traction directe d’un composite TRC de référence et un autre 10% MCP-TRC renforcés respectivement par deux couches de textile de type Verre AR est présenté **figure III-23**.

Les courbes présentées ci-dessous sont les courbes moyennes en contrainte vs déformation sur trois échantillons testés pour les deux configurations présentées ci-dessus (composite TRC de référence et 10% MCP-TRC avec et sans pré-imprégnation). Les essais ont été effectués à une température fixe de 20°C.





**Figure III-23** Illustration de l'effet de la pré-imprégnation Latex sur le comportement en traction des composites MCP-TRC

Il peut être constaté à partir de la **figure III-23** une nette augmentation de la contrainte à rupture pour les composites TRC de référence (sans MCP) et 10%MCP-TRC avec pré-imprégnation Latex par rapport aux composites non imprégnés (de l'ordre de 170% et 270% pour les composite TRC de référence et 10% MCP-TRC respectivement). Ce constat est dû à une augmentation de la section de textile sollicitée attribuée à la pré-imprégnation Latex. En effet le Latex par sa grande fluidité peut pénétrer entre les filaments intérieurs (filaments de cœur) du textile ou la matrice est incapable de pénétrer et de ce fait augmenter la section de textile qui contribue à la reprise des efforts et par conséquent améliorer la résistance à rupture des composites MCP-TRC.

Le gain en déformation à rupture pour les composites TRC témoin et 10% MCP-TRC pré-imprégnés de Latex s'explique par la déformation du textile rendue possible par une mobilisation plus homogène de ses filaments (taux de déformation du textile à rupture est plus important a fortiori celui du composite)

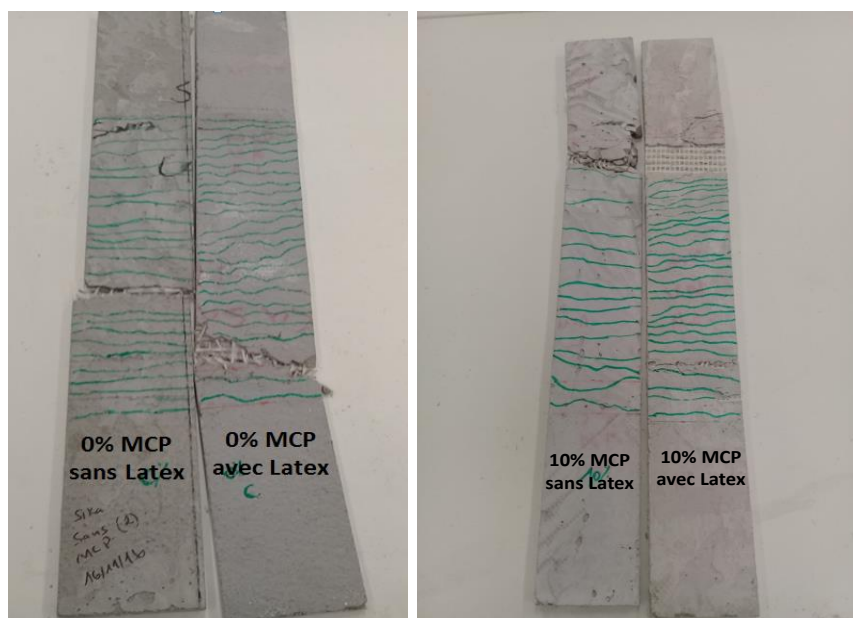
Les **tableaux III-3** et **4** résument les principaux résultats caractéristiques des composites TRC de référence et 10% MCP-TRC dans les deux configurations pré-imprégnés et non imprégnés La **figure III-24** présente la disposition des fissures dans les deux configurations (avec et sans pré-imprégnation) et pour les deux composites (TRC de référence et 10% MCP-TRC)

Composite	TRC de référence (non-imprégné)	TRC de référence (imprégné)
$\epsilon_{cf} (\times 10^{-2})$	1.4±0.09	4.7±0.2
$\sigma_{cf}$ (MPa)	10.85±0.5	30.1±1.1
$E_3$ (MPa)	516±23	520±23
Taux de travail en rigidité (%)	74±3.3	76±3.1
Taux de travail en force (%)	45±2.0	132±5.2
Espacement moyen fissures (mm)	9±0.4	6.9±0.31

**Tableau III- 3** Paramètres caractéristiques des composites TRC de référence renforcés par du verre AR pré-imprégné et non imprégné lors des essais de traction

Composite	10% MCP-TRC (non-imprégné)	10% MCP-TRC (imprégné)
$\epsilon_{cf} (\times 10^{-2})$	1.5±0.1	4.8±0.2
$\sigma_{cf}$ (MPa)	6.54±0.4	24.3±0.8
$E_3$ (MPa)	348±21	350±27
Taux de travail en rigidité (%)	49±2.9	51±3.7
Taux de travail en force (%)	27±1.6	100±4.6
Espacement moyen fissures (mm)	14.28±0.6	7.9±0.3

**Tableau III-4** Paramètres caractéristiques des composites 10% MCP-TRC renforcés par du verre AR pré-imprégné et non imprégné lors des essais de traction



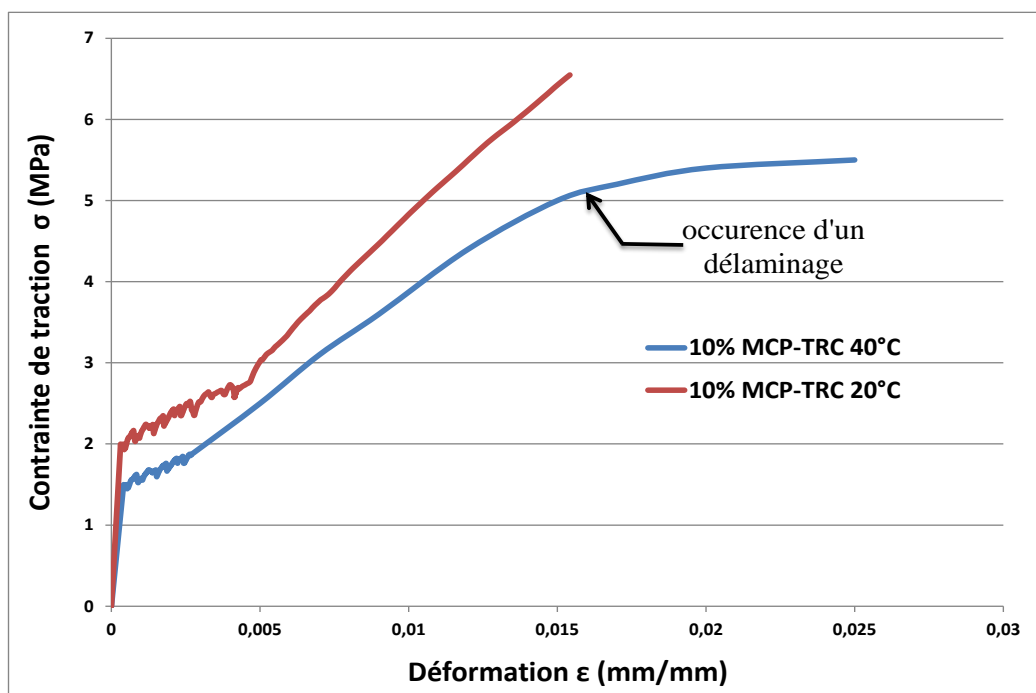
**Figure III-24** Illustration de l'espacement moyen des fissures sur éprouvettes TRC de référence et 10% MCP-TRC renforcées par du Verre AR (pré-imprégné et non imprégné)

Le module de rigidité  $E_3$  des composites avec textile pré-imprégné de Latex ne change que très peu par rapport aux composites avec textile non imprégné et ce malgré la mobilisation des filaments de cœur du textile, ce qui peut s'expliquer par l'effet de glissement du textile pré-imprégné de Latex à l'interface 'matrice/textile' dû à sa surface plus lisse après imprégnation au Latex. Cependant, il est constaté un espacement moyen entre fissures successives beaucoup plus faible pour les composites avec textile pré-imprégné de Latex par rapport aux composites non-imprégnés, ce qui confirme un taux de travail du textile ainsi qu'une intensité d'interaction 'matrice/textile' plus importants pour les composites avec textile pré-imprégné de Latex par rapport aux composites avec textile non-imprégné dû à la mobilisation des filaments de cœur du textile.

Le mode de rupture des composites TRC de référence et 10% MCP-TRC dans le cas du renfort pré-imprégné comme pour le cas du renfort non imprégné est intervenu par rupture du textile en traction

### III.3.1.3 Analyse de l'effet de la température sur le comportement en traction des MCP-TRC

Les courbes moyennes (contrainte vs déformation sur trois échantillons) du comportement en traction du composite 10% MCP-TRC maintenu à 20°C et testé en traction à la même température ainsi que du composite 10% MCP-TRC chauffé à 40°C après avoir été introduit pendant 6h dans une étuve à 40°C puis testé en traction 3 min après sa sortie sont présentées **figure III-25**



**Figure III-25** Illustration de l'effet de la température sur le comportement en traction des composites MCP-TRC

A partir des graphiques **figure III-25**, il peut être constaté que les éprouvettes 10% MCP-TRC chauffées à 40°C présentent une résistance plus faible de 20% que celle des éprouvettes dont la température a été maintenue à 20°C

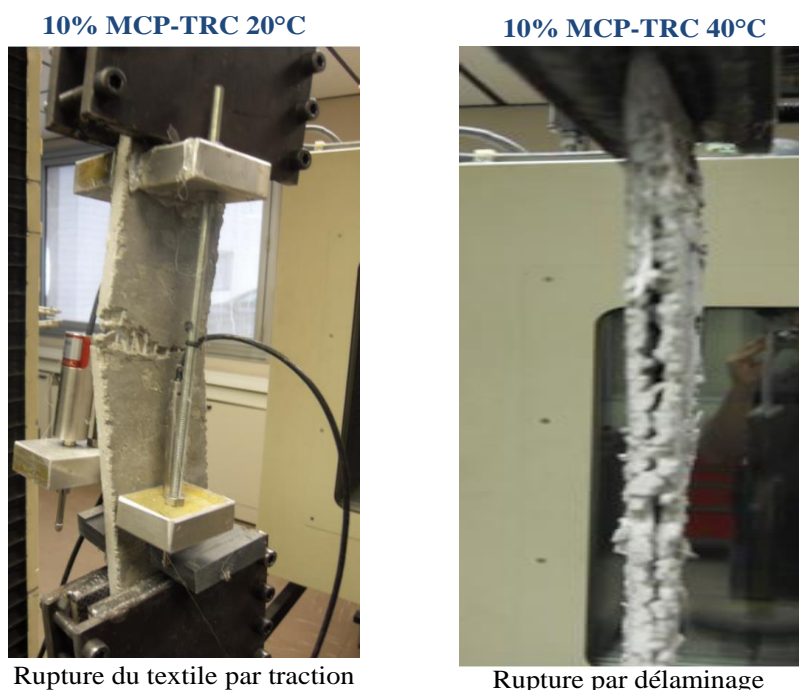
En analysant plus en détail :

En phase I, le composite 10% MCP-TRC chauffé à 40°C présente une baisse en contrainte à l'initiation de la fissuration  $\sigma_{DMF}$  de 25% et en module élastique  $E_1$  de 33% de par rapport au composite maintenu à 20°C, cela s'explique par la dégradation des performances mécaniques de la matrice en MCP-mortier à des températures supérieures à la température de changement de phase du MCP due à la création de microfissures internes dans celle-ci, ces microfissures sont dues au changement de phase du MCP de la phase solide vers la phase liquide qui par effet d'expansion crée des contraintes internes induisant la fissuration de la matrice (vu chapitre II, section II.3.7).

En phase II-b, le module de rigidité  $E_3$  du composite 10% MCP-TRC chauffé à 40°C présente une baisse de  $\approx 30\%$  par rapport au composite maintenu à 20°C (voir tableau III-5, ci bas), cela s'explique par une dégradation de l'interface 'matrice/textile' due à la création de microfissures internes dans cette dernière. En effet la création de microfissures à l'interface 'matrice/textile' peut atténuer la contribution effective du textile, due à la dégradation du transfert de charge de la matrice vers l'interface fissurée jusqu'au textile. Cette tendance se confirme en analysant le mode de rupture du composite 10% MCP-TRC chauffé à 40°C, la rupture de ce dernier est intervenue par délaminage entre couches de renfort due à la dégradation de la résistance au cisaillement de la couche interlaminaire par effet de fissuration lors du placement en étuve (Le mode rupture du composite 10% MCP-TRC maintenu à 20° est intervenu par rupture du textile en traction, vu section III.3.1.1).

L'augmentation de la déformation à rupture pour le composite 10% MCP-TRC chauffé à 40°C s'explique par le mode de rupture caractéristique de ce dernier par délaminage (en effet, un glissement interlaminaire est comptabilisé par les capteurs de déplacement ce qui explique cette augmentation de déformation à contrainte transmise quasi constante, l'occurrence du délaminage est caractérisé par une inflexion significative de pente sur le digramme contrainte déformation, voir **figure III-25**).

Les modes de rupture dans les deux configurations de conditionnement en température sont présentés **figure III-26**



**Figure III-26** illustration effet de la température sur le mode de rupture des composites 10% MCP-TRC

Les résultats caractéristiques des composites 10% MCP-TRC testés en traction dans les deux configurations de conditionnement en température sont résumés **tableau III-5**

Composite	10% MCP-TRC (20°C)	10% MCP-TRC (40°C)
$\sigma_{DMF}$ (MPa)	2.0±0.09	1.49±0.07
$E_1$ (GPa)	9.2±0.4	6.1±0.3
$\epsilon_{cf}$ ( $\times 10^{-2}$ )	1.5±0.1	2.5±0.15
$\sigma_{cf}$ (MPa)	6.54±0.40	5.5±0.45
$E_3$ (MPa)	348±21	250±20
Taux de travail en rigidité (%)	49±2.9	35±2.8
Taux de travail en force (%)	27±1.6	23±2.3
Espacement moyen fissures (mm)	14.28±0.6	20.15±0.9

**Tableau III-5** Paramètres caractéristiques des composites 10% MCP-TRC renforcés par du verre AR imprégné et testés à respectivement 20 et 40°C

L'espace moyen entre fissures plus faible pour le composite maintenu à 20°C (**tableau III-5**) traduit une dégradation du transfert de charge à l'interface 'matrice/textile' pour le composite 10% MCP-TRC chauffé à 40°C (la disposition des fissures est présentée **figure III-27**)



**Figure III-27** Illustration effet de la température sur l'espace moyen entre fissures des composites 10% MCP-TRC.

### III.3.2 Observation au MEB à l'échelle de l'interface 'matrice/textile'

#### III.3.2.1 Effet du MCP sur l'interface 'matrice/textile'.

##### III.3.2.1.1 Observations MEB sur l'interface 'matrice/textile' sur le composite TRC de référence (sans MCP)

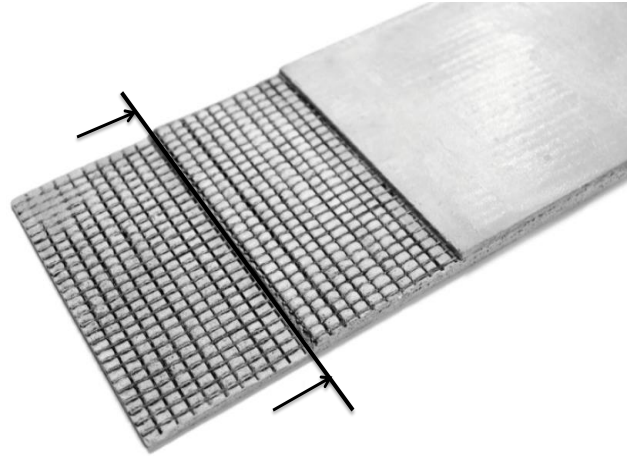
Il a été démontré lors des sections précédentes que l'ajout de MCP a pour effet de dégrader l'interaction 'matrice/textile', cela se traduit par une baisse des performances mécaniques des composites MCP-TRC en termes de résistance à la rupture et de taux de travail du textile de renfort, cependant la question qui subsiste est la suivante : à quoi est due cette dégradation ?

Les observations suivantes au MEB peuvent aider à comprendre à une échelle plus fine l'effet du MCP sur le transfert de charge à l'interface 'matrice/textile'.

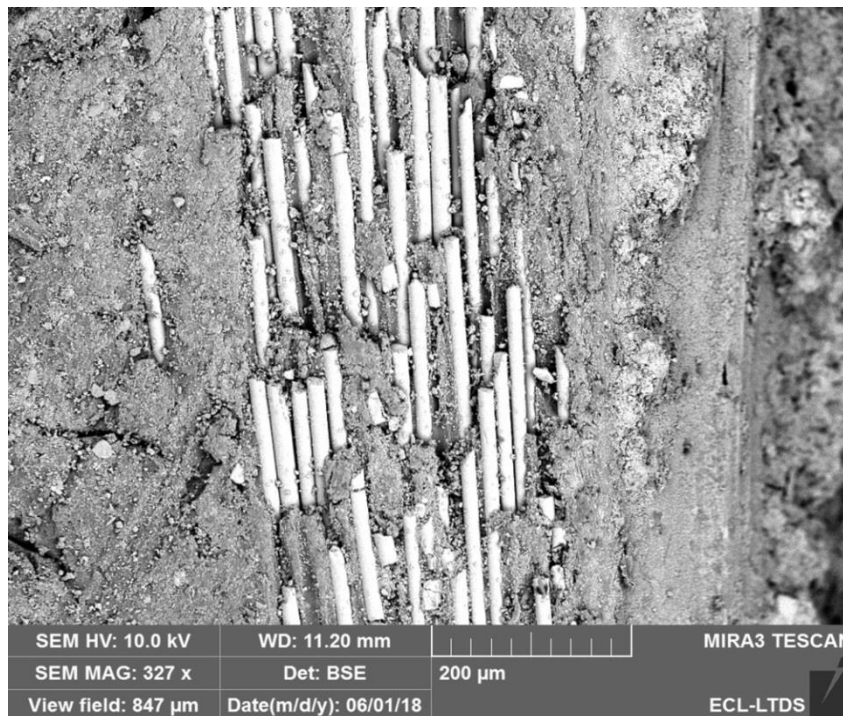
Les observations MEB présentées ci-dessous à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' ont été réalisées avec un détecteur d'électrons rétrodiffusés de type BSE (dont le principe de fonctionnement est basé sur la distinction des éléments à partir de leur densité et du numéro atomique Z) dans le but d'obtenir un maximum de contraste de couleurs permettant de distinguer les différents éléments souhaités (matrice cimentaire, MCP et textile de renfort).

La **figure III-28** présente une image MEB représentative d'une coupe longitudinale à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' dans un composite TRC de référence (sans MCP),

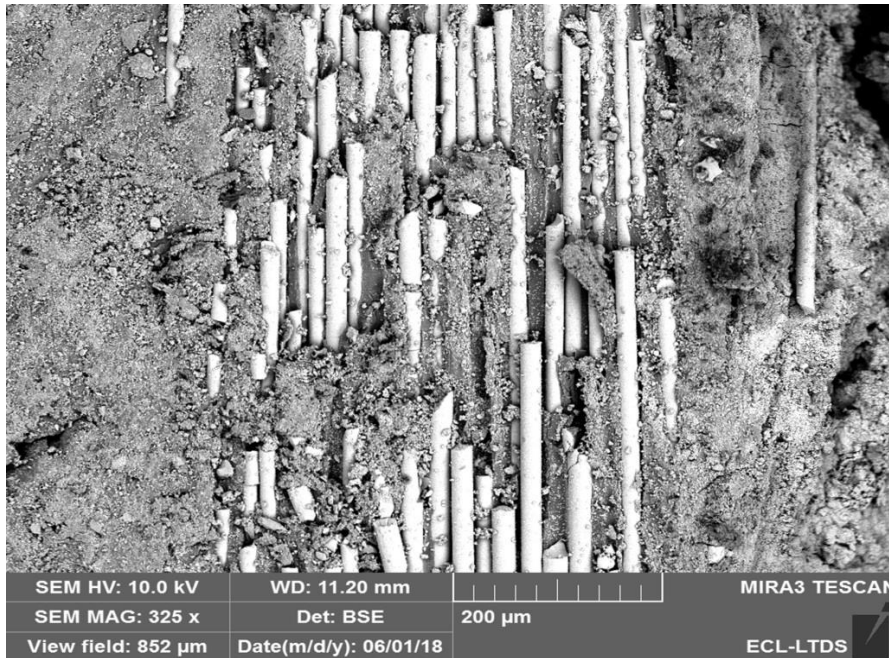
voir schéma de coupe **figure 28-a**. Le textile est en blanc, la matrice de référence (sans MCP) en gris sur les **figures III-28 (b et c)**



-a- Coupe longitudinale dans le composite MCP-TRC pour visualisation de l'interface 'matrice/textile'



-b-Image MEB à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' dans un TRC de référence (sans MCP)



-c- Deuxième image MEB à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' dans un TRC de référence (sans MCP)

**Figure III-28 (a, b et c)** Images illustrant une interface dans un composite TRC sans MCP

Il peut être constaté à partir de la **figure III-28** (b et c) qu'une très faible porosité subsiste au niveau de la zone de transition entre matrice en mortier de référence (sans MCP) et textile et que de ce fait des taux de travail en rigidité élevés peuvent être atteints dans le composite TRC de référence (sans MCP). La très faible porosité à l'interface permet également une sollicitation plus homogène entre fils du textile (distribution des contraintes répartie de manière plus équilibrée entre fils du textile).

#### III.3.2.1.2 Observations MEB sur interface 'matrice/textile' sur composites MCP-TRC

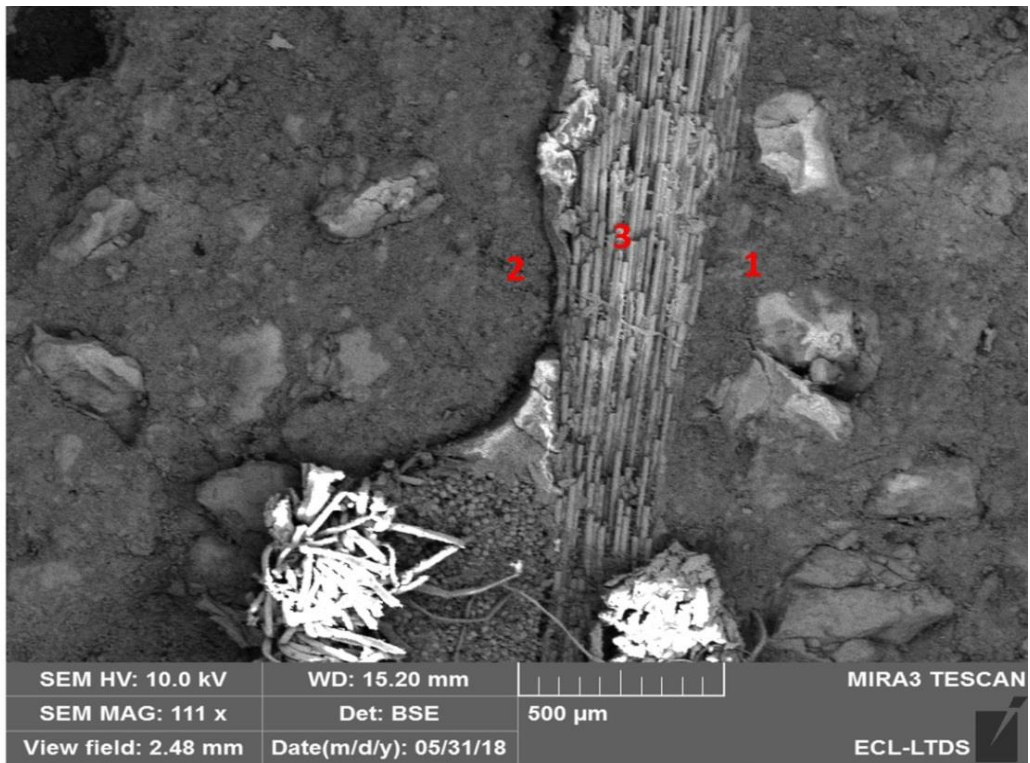
##### **A/ Effet de l'agglomération des microcapsules de MCP sur l'interaction 'matrice/textile'**

La **figure III-29-a** illustre une image MEB représentative d'une coupe longitudinale à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' dans un composite 15% MCP-TRC.

Il peut être distingué dans la **figure III-29-a** l'existence de deux zones de transition 'matrice/textile', une zone 1 de transition à très faible porosité (zone de forte interaction 'matrice /textile', voir **figure III-29-a, légende 1**) et une zone de transition à forte porosité (zone de faible interaction 'matrice/textile', voir **figure III-29-a, légende 2**), la porosité apparaît en couleur noire dans l'image.

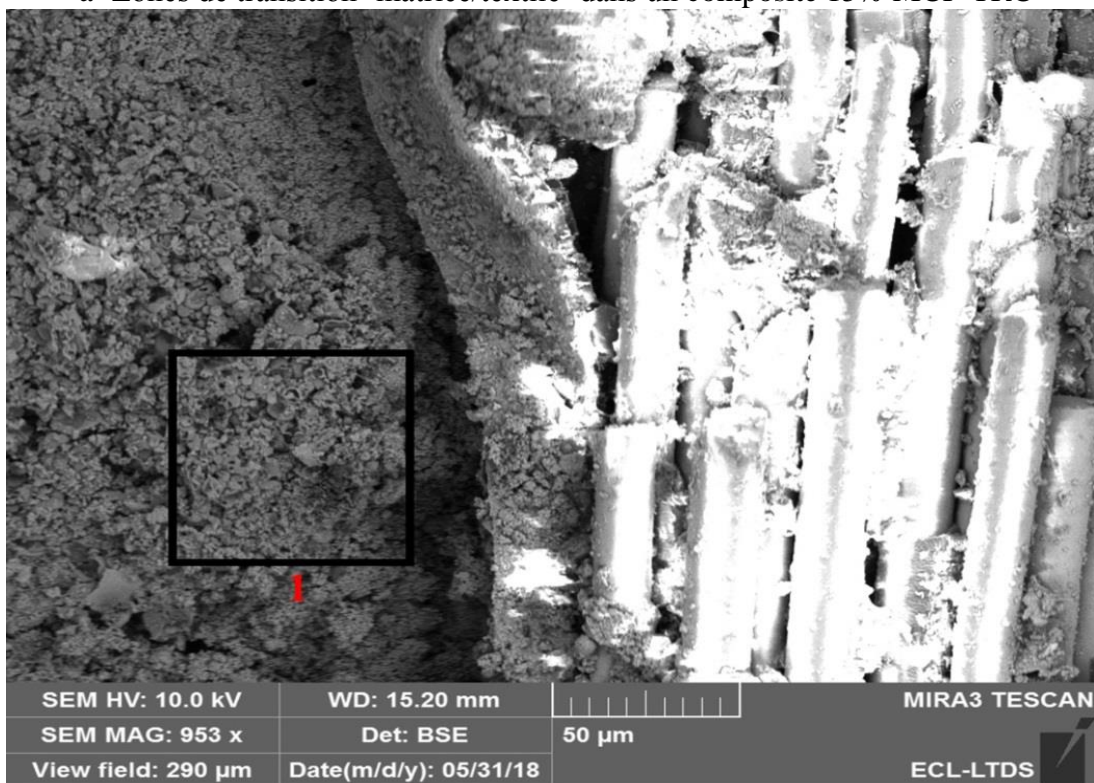
La **figure III-29-b** ci-dessous représente un agrandissement de la **figure III-29-a** au niveau de la zone de transition à forte porosité (zone 2, **figure III-29-a**). La **figure III-29-c** représente un agrandissement au niveau de la zone d'intérêt 1 encadrée dans la **figure III-29-b**.





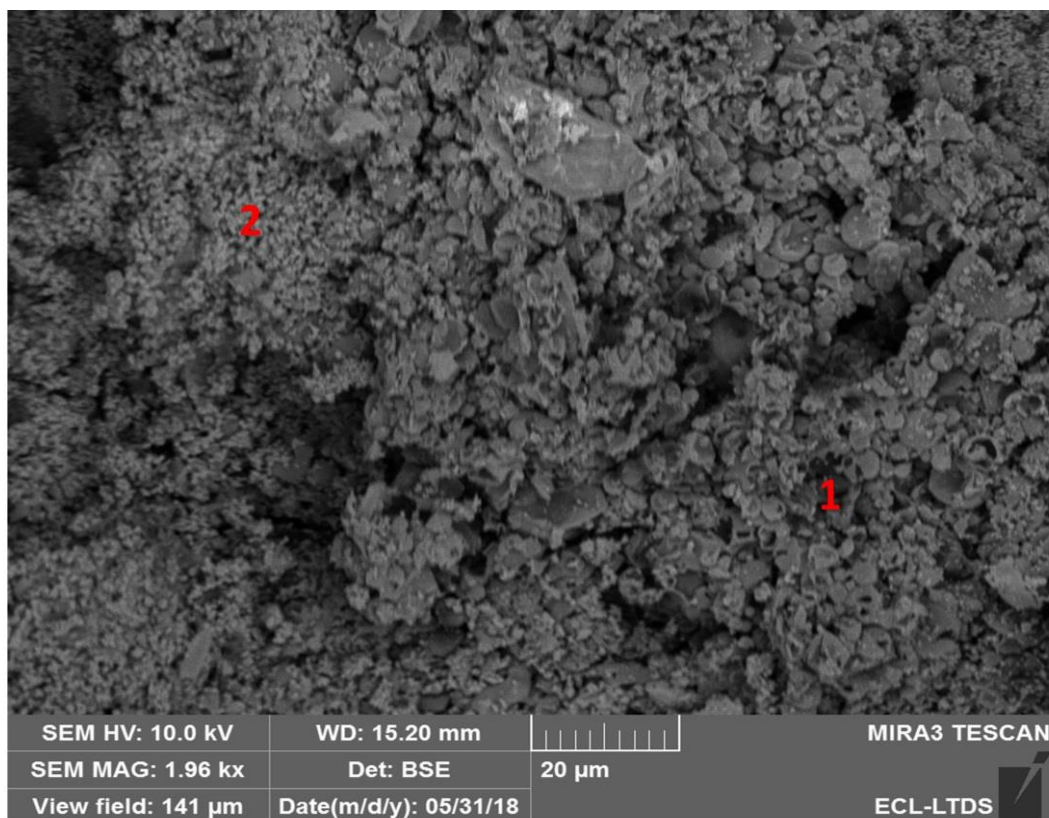
Legende : **1** Zone à forte interaction matrice/Textile, **2** Zone à faible interaction matrice/Textile , **3** Textile

-a- Zones de transition ‘matrice/textile’ dans un composite 15% MCP-TRC



Legende : **1** Zone d’interet

-b- Agrandissement au niveau de la zone d’interaction ‘matrice/textile’ à forte porosité (figure III-29-a)



Legende : **1** Agglomération de capsules MCP endommagées **2** Nodules de MCP purs issus de capsules endommagées

-c- Agrandissement au niveau de la zone intérêt 1 de la figure III-29-b

**Figure III-29 (a, b et c)** Effet de l'agglomération de MCP sur l'interaction matrice/textile (composite 15% MCP-TRC).

A partir de l'analyse de la **figure III-29-c**, il peut être conclu que la porosité au niveau de la zone de transition à forte porosité (faible interaction matrice/textile, sur **figure III-29-b**, **légende 2**) est due à une forte agglomération de capsules MCP, dont une grande proportion est endommagée. La présence de nodules de MCP pur (identifiés chapitre II, section II.3.5.2) confirme ce constat. L'agglomération des capsules de MCP (voir **figure III-29-b**) est due à la cire de MCP pur qui augmente la viscosité à l'intérieur des pores et agit comme un adhésif entre microcapsules favorisant ainsi l'agglomération.

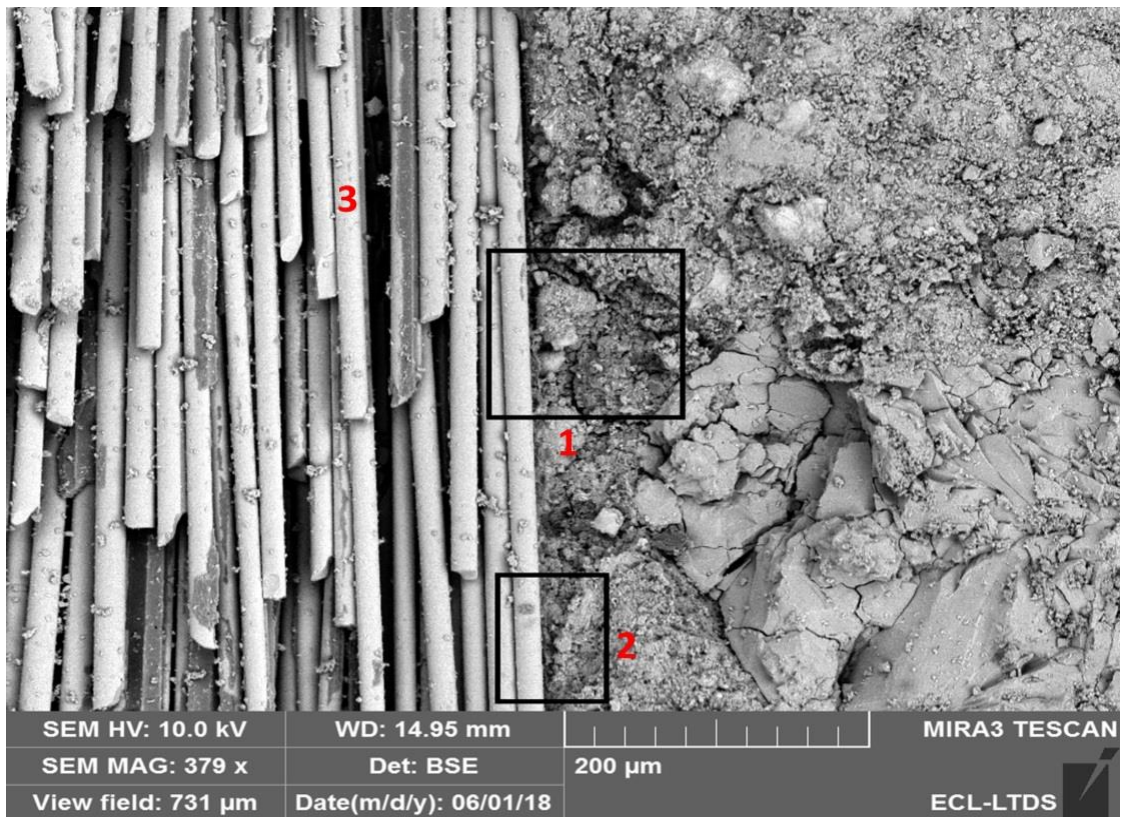
L'agglomération de particules MCP dans la zone d'interface 'matrice/textile' agit comme une barrière et empêche toute interaction entre produits issus de l'hydratation du ciment (essentiellement les CSH) et le renfort textile, augmentant donc la porosité à l'interface et réduisant ainsi la surface effective du textile participant à la reprise des efforts.

A travers la **figure III-29-a** on peut également conclure sur la variabilité de l'intensité d'interaction 'matrice/textile' au sein d'un même fil de textile due à l'effet du MCP.

## B/ Effet du MCP sur l'hydratation du ciment au voisinage de l'interface 'matrice/textile'

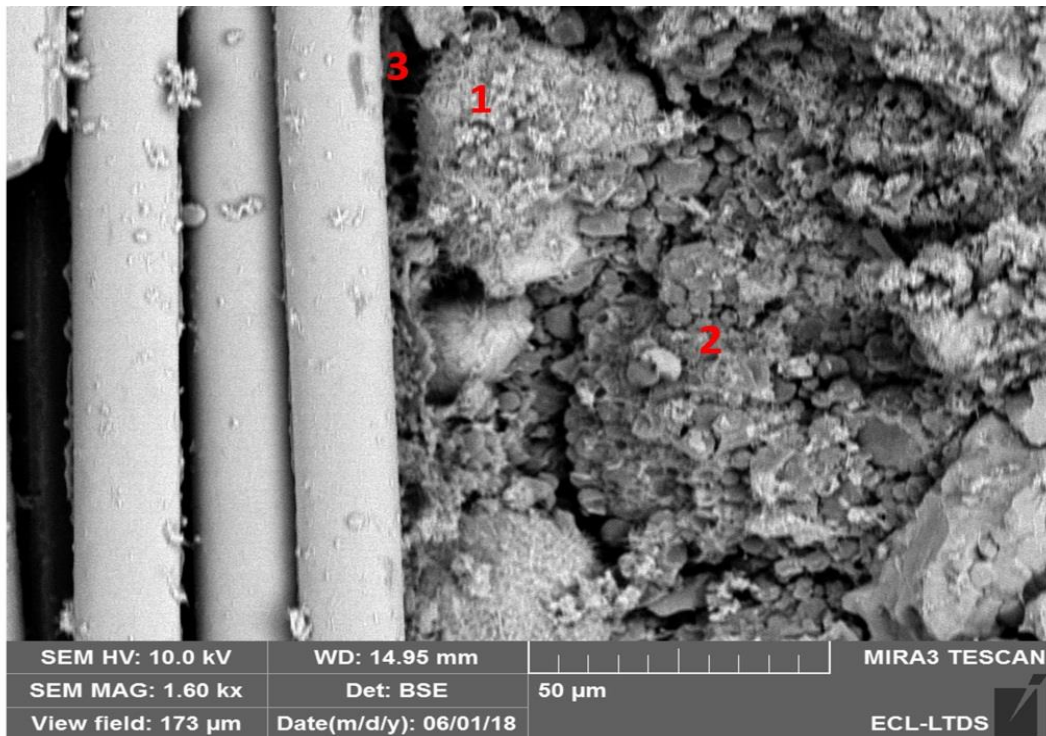
La **figure III-30-a** présente une image MEB représentative d'une coupe longitudinale à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' dans un composite 15% MCP-TRC dont l'objectif est de pointer l'effet du MCP sur l'hydratation du ciment à proximité de l'interface 'matrice/textile'

Les **figures III-30-b et III-30-c** représentent respectivement des agrandissements aux niveaux des zones d'intérêt 1 et 2 pointées dans la **figure III-30-a**.



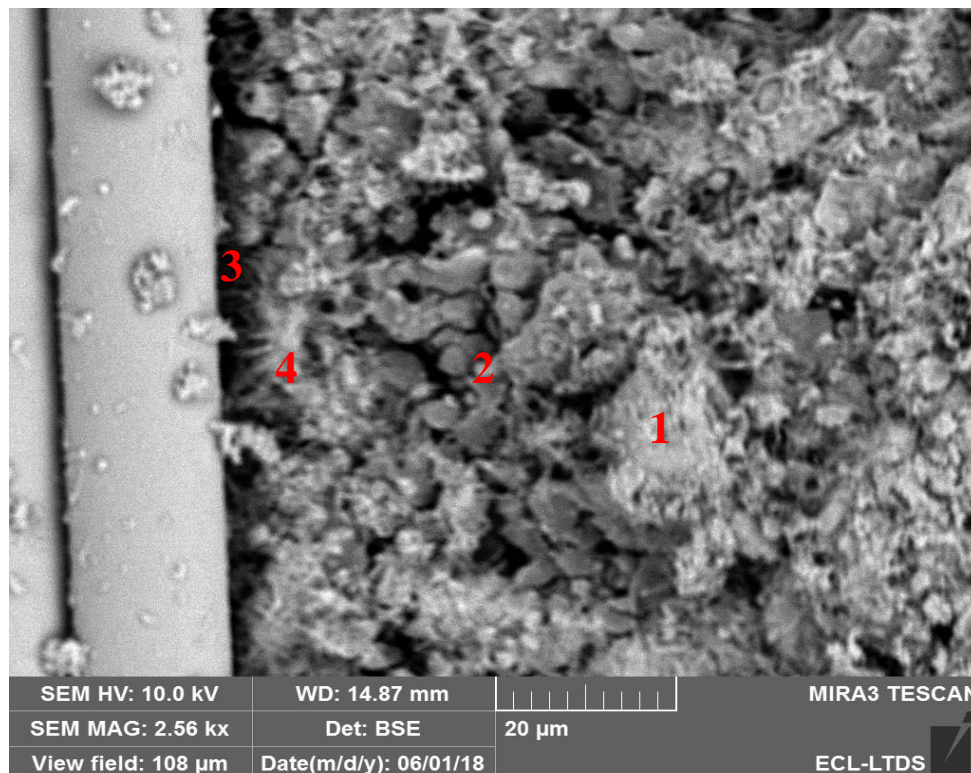
Legende : **1** Zone d'intérêt 1 , **2** Zone d'intérêt 2, **3** Textile

-a-Interface matrice/textile dans un composite 15% MCP-TRC



Legende : **1** Grain de ciment anhydre , **2** Agglomérat de MCP inhibant l'hydratation du ciment, **3** Porosité au niveau de l'interface matrice /textile

-b-Agrandissement dans la zone d'intérêt 1 figure III-30-a



Legende : **1** Grain de ciment anhydre , **2** Capsules de MCP , **3** Porosité au niveau de l'interface matrice/textile, **4** Faible formation d'Ettringite

c- Agrandissement dans la zone d'intérêt 2 figure III-30-a

**Figure III-30 (a, b et c)** Effet du MCP sur l'hydratation du ciment à proximité de l'interface (composite 15% MCP-TRC).

A partir de la **figure III-30-b**, il peut être constaté que la longue chaîne de capsules de MCP entourant les grains de ciment anhydres dans la zone d'interface 'matrice/textile' peut limiter, voire empêcher leur hydratation, en restreignant leur accès à l'eau et donc leur dissolution. Cela a pour effet de réduire la quantité de produits hydratés issus du ciment dans la zone d'interface 'matrice/textile' et par conséquent limiter la contribution du renfort textile à la reprise des efforts (le fort taux de porosité dans la zone d'intérêt 1 dans la **figure III-30-a** en est l'illustration, voir **légende 3** dans la **figure III-30-b**).

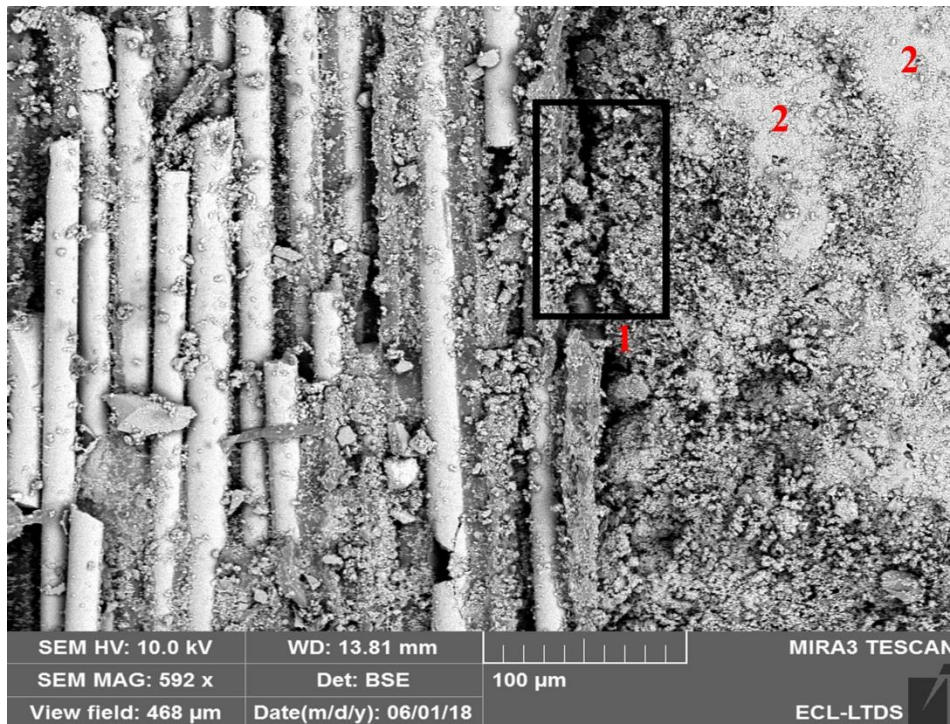
La **figure III-30-c** montre à proximité directe du textile, un mélange de grains de ciment anhydres entourés par un agglomérat de capsules de MCP dont une partie est endommagée. On peut également constater la très faible formation de produits hydratés (très faible formation de cristaux d'Ettringite, quasiment pas de gel CSH ou portlandite). En effet, à l'image de ce qui a été observé pour les matrices MCP-mortier dans le chapitre II, le MCP inhibe la réaction d'hydratation du ciment au voisinage de l'interface 'matrice/textile', ce qui fait croître la porosité (comme observé **légende 3** dans la **figure III-30-c**) et induit de faibles contributions du renfort textile dans ces zones-là (réduction de la surface d'interaction 'matrice/textile')

### **C/ Effet du dépôt de la cire de MCP pur au niveau de l'interface 'matrice/textile'**

La **figure III-31-a** présente une autre image MEB représentative d'une coupe longitudinale à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' dans un composite 10% MCP-TRC dont l'objectif est de pointer l'effet du dépôt de la cire de MCP pur dans la zone de transition 'matrice/textile'

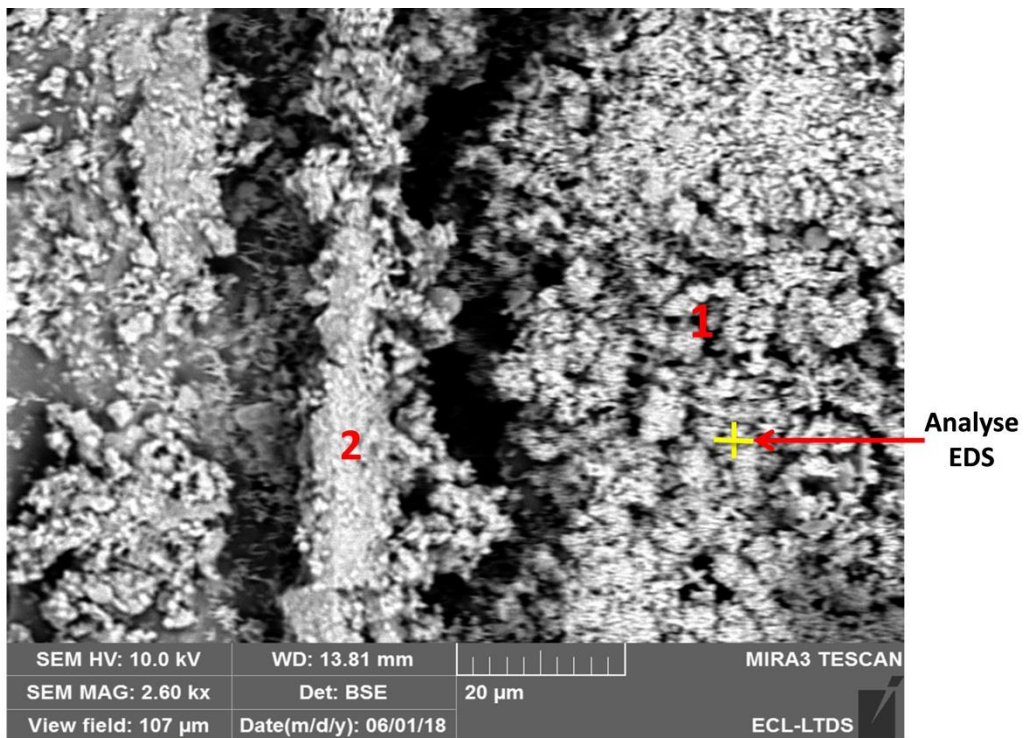
La **figure III-31-b** qui est un agrandissement dans la zone d'intérêt 1 pointée dans la **figure III-31-a** montre clairement l'existence de dépôts de grandes quantités de nodules de MCP pur issus de l'endommagement des microcapsules de MCP dans la zone d'interface 'matrice/textile'.

La **figure III-31-c** montre le résultat d'une analyse EDS (spectroscopie à rayon X à dispersion d'énergie couplée directement avec l'analyse MEB) au niveau d'un point sur la zone d'intérêt 1 (le point analysé en EDS est visible en couleur dorée sur la **figure III-31-b**)



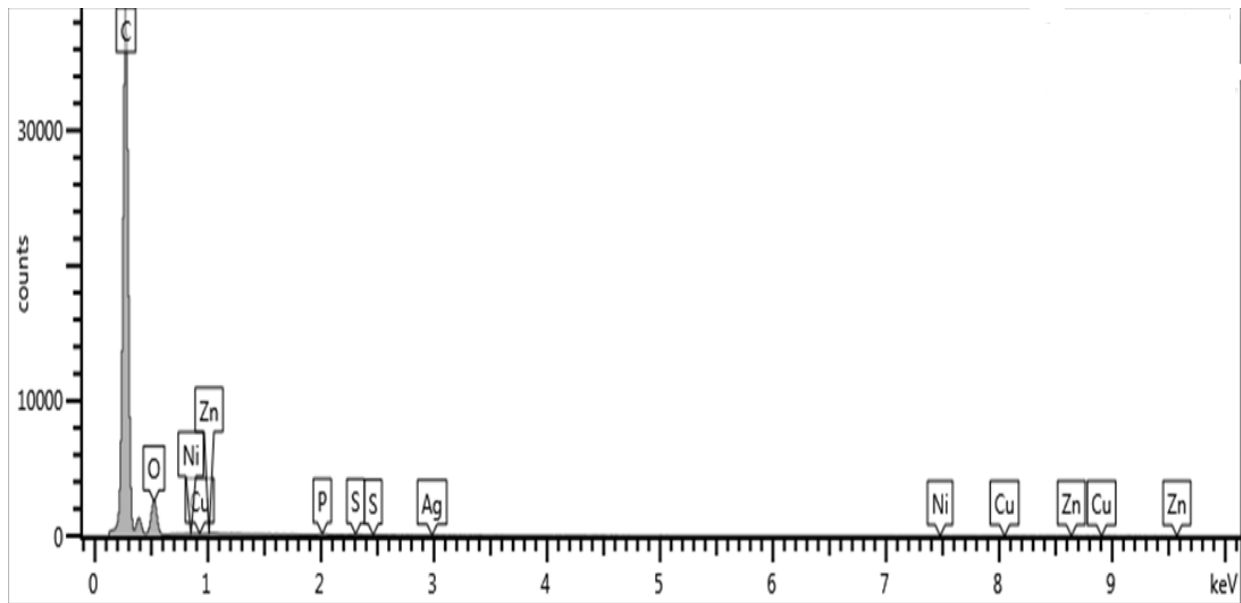
Legende : **1** Zone d'intérêt, **2** Gel CSH

-a-Image d'une interface matrice/textile dans un composite 10% MCP-TRC



Legende : **1** Agglomerat de nodules de MCP purs issus de capsules endommagées , **2** Filament d'un textile

-b-Agrandissement zone d'intérêt 1 pointée dans la figure III-31-a



c-Résultat Analyse EDS sur zone pointée dans la figure III-31-b

**Figure III-31 (a,b et c)** Effet du dépôt de MCP pur à proximité de l'interface

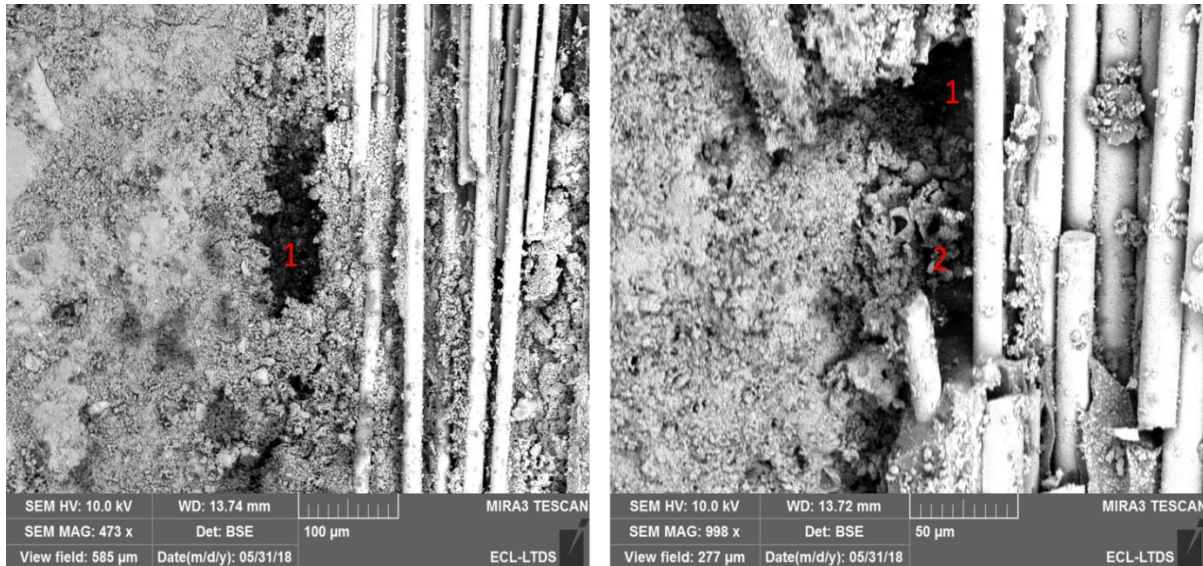
L'analyse EDS (**figure III-31-c**) sur la zone pointée en dorée sur la **figure III-31-b** confirme la présence accrue de nodules de MCP pur dans la zone d'intérêt 1 (**figure III-31-a**) à proximité directe de la zone d'interface. Cela se traduit sur le spectre EDS par un pic largement prédominant de carbone dû aux composants ( $\text{CH}_3$  et  $\text{CH}_2$ ), ainsi qu'un pic moins prédominant d'oxygène, les deux pics sont attribués à l'huile de MCP pur dont la formulation chimique semi-développée est :  $\text{CH}_3\text{-CH}_2(14)\text{-C(O)-O-CH}_2$

Le dépôt de grande quantité de nodules de MCP pur au voisinage direct de l'interface 'matrice /textile' pointé **figure III-31 (a et b)** est très probablement dû à l'endommagement des microcapsules de MCP lors du moulage au contact à la truelle du composite MCP-TRC. Le caractère non miscible dans l'eau de l'huile de MCP pur inhibe également l'hydratation du ciment et favorise la formation de porosité au voisinage de l'interface [On peut clairement observer dans la **figure III-31-a** que la progression du Gel CSH (**légende 2** de la **figure III-31-a**) est inhibé dans la zone de dépôt de l'huile de MCP pur à proximité directe de l'interface 'matrice/textile'].

#### **D/ Effet de la présence de macroporosité dans la zone d'interface 'matrice/textile'**

La **figure III-32** montre dans un composite 15% MCP-TRC la formation de macros pores (cavités, macros bulles d'air) dues à la présence d'agglomérat de MCP (favorisé par la

présence de la cire de MCP pur qui agit en tant qu'adhésif entre capsules) dans la zone d'interface (également observée à l'échelle de la matrice MCP-mortier dans le chapitre II) qui contribuent à la dégradation de l'efficacité de l'interaction 'matrice/textile'.



Legende : 1 Macropores (cavité) , 2 Agglomerat de MCP

**Figure III-32** Présence de macropores dans la zone d'interface matrice/textile

L'ensemble des phénomènes observés sur les figures **III-29**, **30**, **31** et **32** peuvent être résumés comme suit :

a- L'agglomération des particules de MCP dans la zone d'interface 'matrice/textile' agit comme une barrière et empêche toute interaction entre produits issus de l'hydratation du ciment (essentiellement les CSH) et le renfort textile réduisant ainsi la surface effective du textile participant à la reprise des efforts

b- La longue chaîne de capsules de MCP entourant les grains de ciment anhydres dans la zone d'interface matrice/textile peut limiter, voire empêcher leur hydratation en restreignant leur accès à l'eau et donc leur dissolution. Cela a pour effet de réduire la quantité de produits hydratés issus du ciment dans la zone d'interface 'matrice/textile' et par conséquent limiter la contribution du renfort textile.

c- Le dépôt de l'huile de MCP pur à proximité directe de la zone d'interface 'matrice/textile' dû à l'endommagement des microcapsules de MCP lors la procédure du moulage au contact à la truelle qui inhibe la progression des hydrates favorisant ainsi la formation de porosité dans la zone d'interface.



d- La formation de macrospores (cavités) due à la présence d'agglomérat de MCP dans la zone d'interface qui contribuent à la dégradation de l'efficacité de l'interaction 'matrice/textile'.

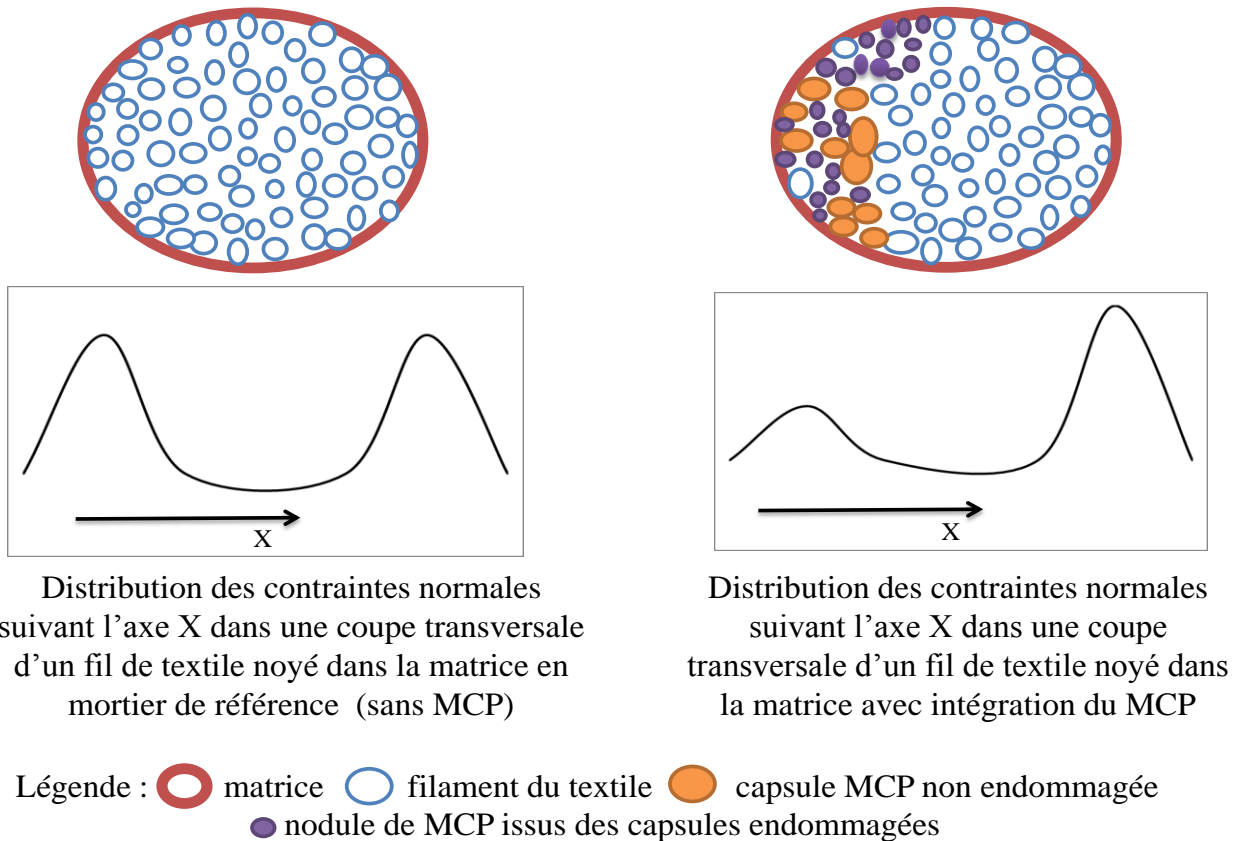
-L'ensemble des phénomènes énumérés ci-dessus mettent clairement en relief l'effet du MCP sur la microstructure de la matrice cimentaire (constaté chapitre II) qui se répercute directement à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' et régit le comportement mécanique du composite MCP-TRC.

-Les phénomènes expliqués ci-dessus ont pour effet de réduire la surface d'interaction 'matrice/textile' et de ce fait atténuer la contribution du textile à mesure que le taux de MPC augmente, ce qui explique la baisse des taux de travail en rigidité du textile avec l'augmentation du taux de MCP lors des essais de traction sur composites MCP-TRC.

-Les phénomènes observés accréditent également l'augmentation de la disparité des distributions des contraintes dans les fils du textile à mesure que le taux de MCP augmente dans les composites MCP-TRC. Cela est dû à la variabilité des effets du MCP à l'échelle de l'interfaces présentés ci-dessus et qui contribuent de manières très diverses à l'altération de l'intensité d'interaction 'matrice/textile'. Cela s'est traduit par des ruptures localisées dans quelques fils induisant par la suite la rupture totale du textile dans les composites 5 et 10% MCP-TRC renforcés par du Verre AR alors qu'une rupture plus homogène et quasi simultanée des fils du textile a été constatée pour le composite TRC de référence renforcé par du Verre AR.

-Les mêmes désordres causés par le MCP dans la zone d'interface 'matrice /textile' peuvent également être observés dans la zone interlaminaire et de ce fait pour de forts taux de MCP causer des ruptures par délaminage des composites MCP-TRC dû à l'affaiblissement de la résistance au cisaillement de la couche interlaminaire (c'est ce qui a été observé pour les composites 15% MCP-TRC renforcés par du Verre AR et 20% MCP-TRC renforcés par de l'Aramide).

La **figure III-33** illustre un schéma qualitatif qui explique de manière simplifiée (idéalisée) la distribution des contraintes normales dues à l'interaction 'matrice/textile' dans une section transversale d'un fil de textile avant et après intégration des MCPs dans la matrice cimentaire. On y distingue la disparité de distribution des contraintes normales dans les filaments de pourtour (filaments extérieurs du fil) due à l'effet du MCP.

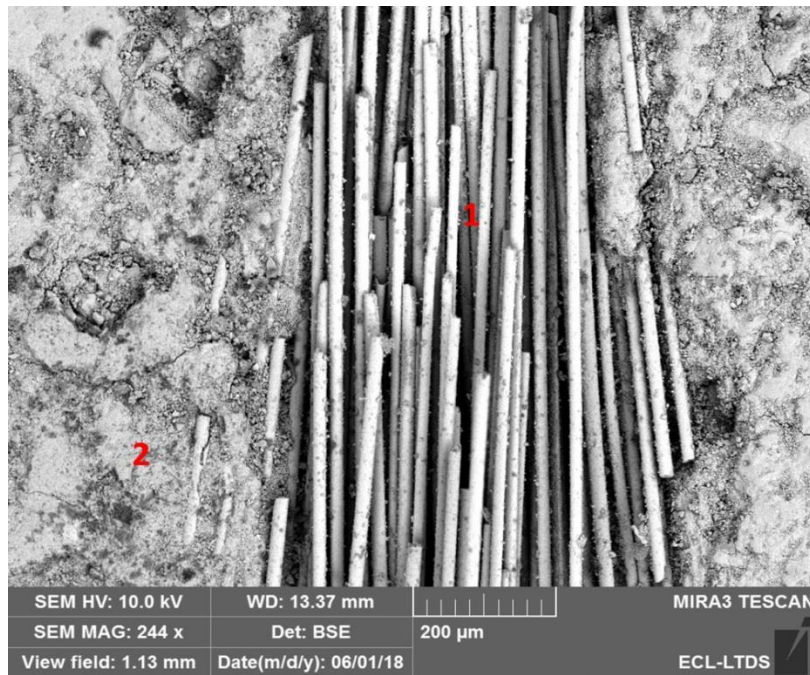


**Figure III- 33** Distribution des contraintes normales dans une section de fil de textile en coupe transversale avant et après intégration des MCPs

### III.3.2.2 Observation de l'effet de la pré-imprégnation Latex.

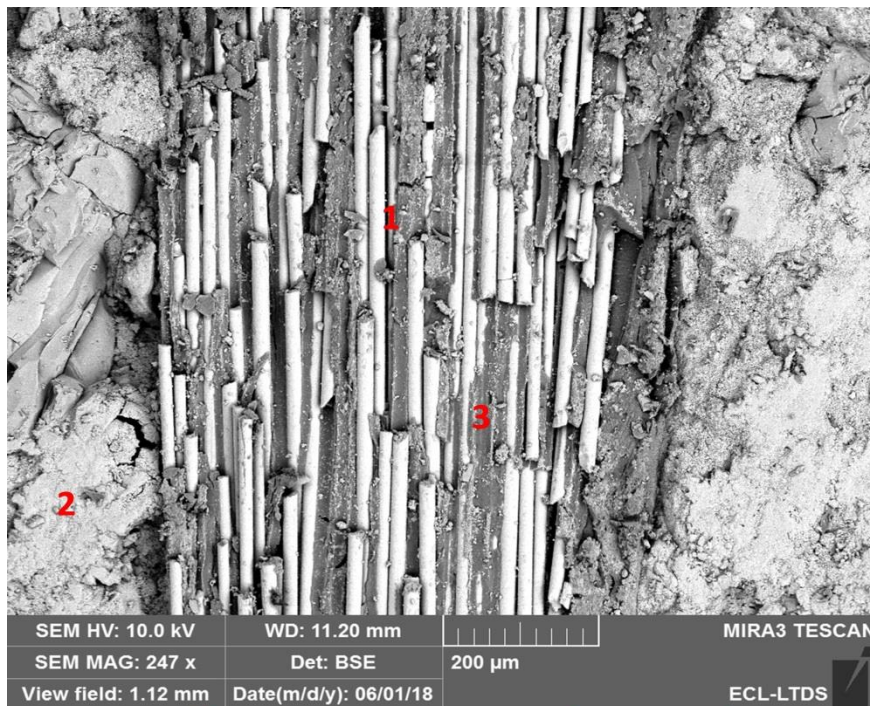
Les **figures III-34 et III-35** présentées ci-dessous représentent des images MEB prises respectivement en coupes longitudinale et transversale sur des échantillons en TRC de référence (sans MCP) au niveau de l'interface 'matrice/textile' dans les deux configurations : textile pré-imprégné de Latex et textile non imprégné.

A/ Coupe longitudinale



Legende : **1** Textile non imprégné , **2** Matrice

a-TRC sans imprégnation Latex

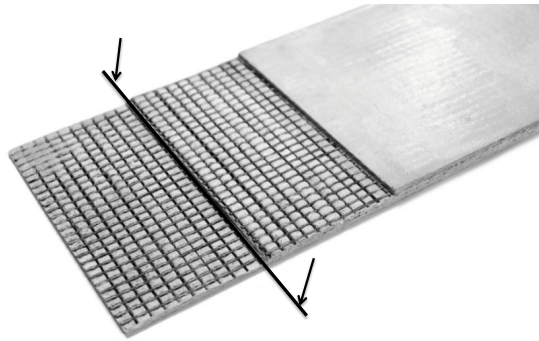


Legende : **1** Textile imprégné Latex, **2** Matrice, **3** Latex

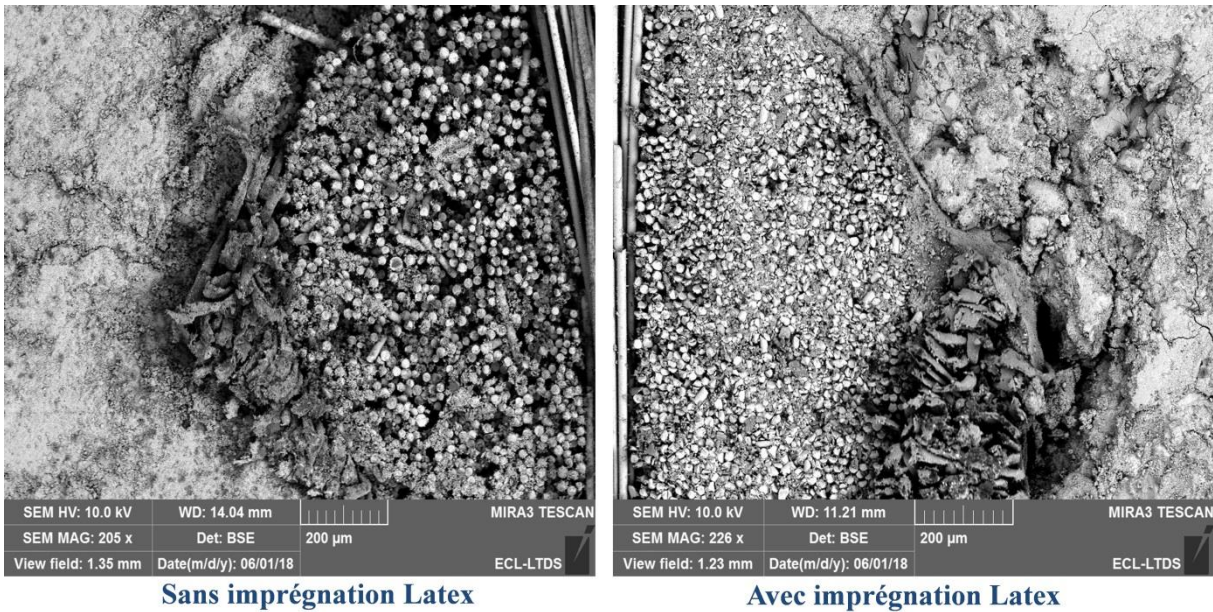
b-TRC avec pré-imprégnation Latex

**Figure III-34(a et b)** Coupe longitudinale à l'échelle de l'interface avec et sans imprégnation Latex (composite TRC de référence)

B/ coupe transversale



-a- Schématisation coupe transversale à l'échelle de l'interface



-b- Visualisation coupe transversale à l'échelle de l'interface avec et sans Latex

**Figure III- 35 (a et b)** Coupe transversale à l'échelle de l'interface avec et sans imprégnation Latex (composite TRC de référence)

Le latex entre les filaments du textile sur la **figure III-34-b** (coupe longitudinale) et **figure III-35** (coupe transversale) apparaît en gris foncé à cause de sa très faible densité. La porosité qui est la moins dense des constituants apparaît en noir en accord avec la sensibilité du détecteur BSE du microscope.

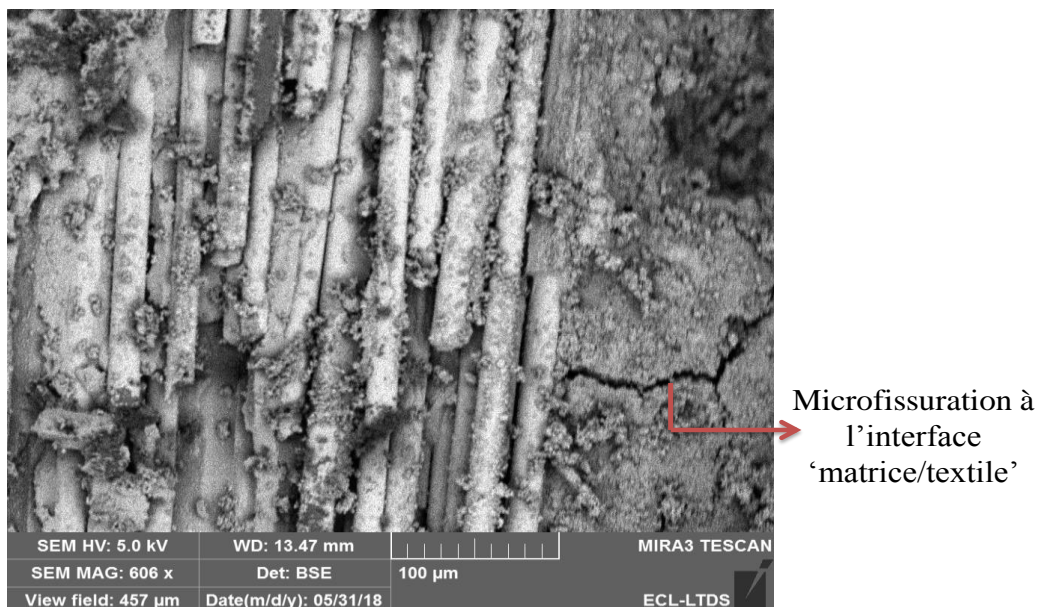
A travers l'observation de la **figure 34-a**, il peut être constaté que le textile non imprégné de Latex présente une interaction avec la matrice essentiellement localisée au niveau des filaments externes (en contact direct avec la matrice), les filaments internes (de cœur du textile) ne sont quasiment pas imprégnés par la matrice et contribuent beaucoup moins à la reprise des efforts.

Il peut être constaté après analyse de la **figure III-34-b** (coupe longitudinale) que l'imprégnation du textile par le Latex, qui est caractérisé par son caractère très fluide, permet de mobiliser les filaments internes (de cœur du textile) et d'augmenter la section effective du textile (expliquant ainsi les claires augmentations en contrainte à la rupture des composites MCP-TRC pré-imprégnés).

La **figure III-35** qui présente une coupe transversale d'un TRC de référence avec textile pré-imprégné de Latex (droite) et avec textile non imprégné (gauche) permet de conclure sur une pénétration quasi intégrale du latex à travers la section du fil de textile et l'imprégnation quasi totale des filaments internes (les points blancs sur les figures droite et gauche représentent les filaments, le Latex apparait en gris foncé). Cela a permis de nous conforter sur la méthodologie utilisée et de confirmer le clair potentiel de l'imprégnation Latex par rapport à l'imprégnation conventionnelle par époxy.

### III.3.2.3 Observation de l'effet de la température à l'échelle de l'interface 'matrice/textile'

La **figure III-36** est une observation MEB sur un composite 15% MCP-TRC placé sous étuve à 40°C pendant 6h qui illustre l'occurrence de microfissuration à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' (attribuée à l'expansion de volume du MCP due à son changement de phase sous effet de la température) et qui par ce fait explique la dégradation du transfert de charge à l'interface 'matrice/textile' due à l'effet de la température.

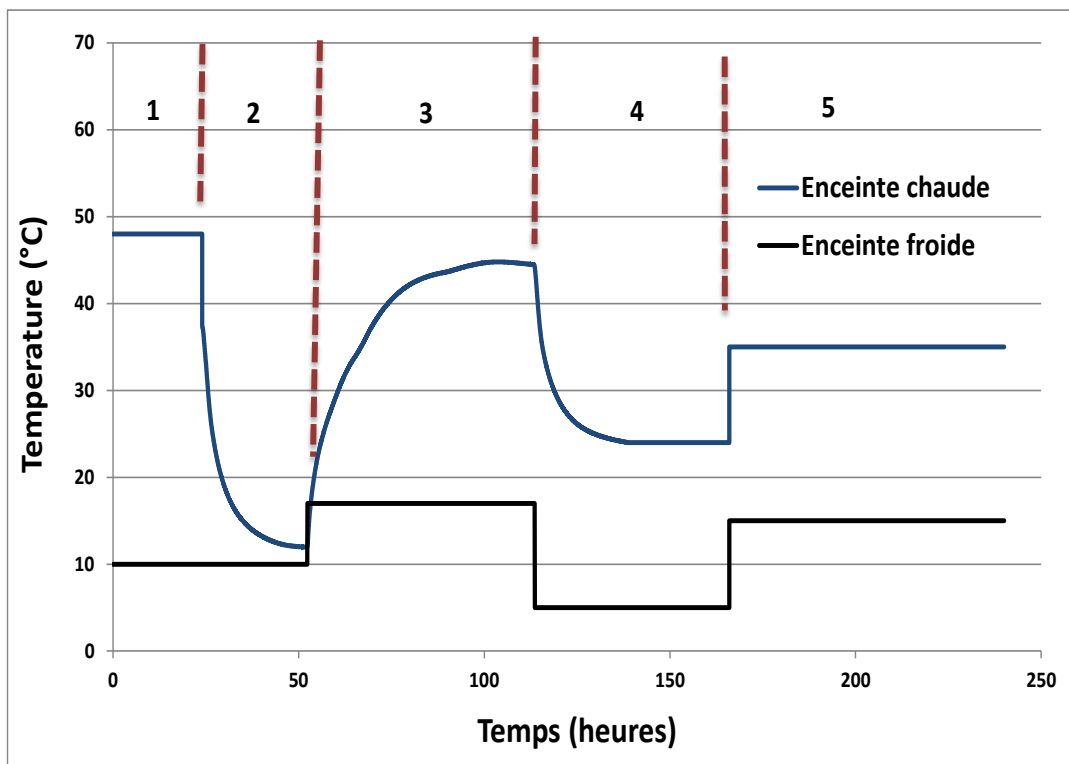


**Figure III-36** Image MEB sur composite 15% MCP-TRC illustrant l'effet de la température à l'interface.

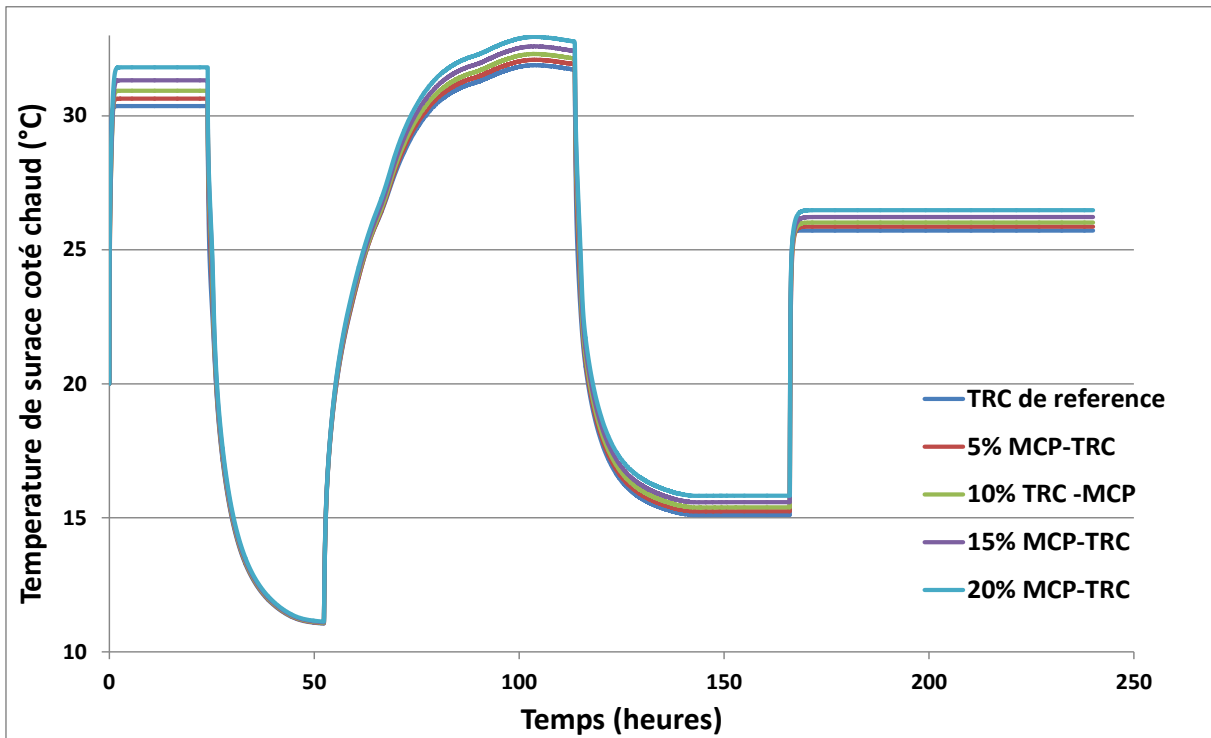
### III.3.3 Caractérisation thermique des plaques (1010×1010×10 mm) en MCP-TRC

L'évolution de la température de surface (moyenne sur les 10 capteurs installés dans chaque surface) des échantillons (0, 5, 10,15 et 20% MCP-TRC) dans les enceintes chaude et froide suite au scénario imposé dans les caissons chaud et froid (scénario imposé représenté **figure III-37** et disponible également section III.2.2.3, matériaux et méthodes expérimentales) est présentée **figure III-38 (a et b)** .

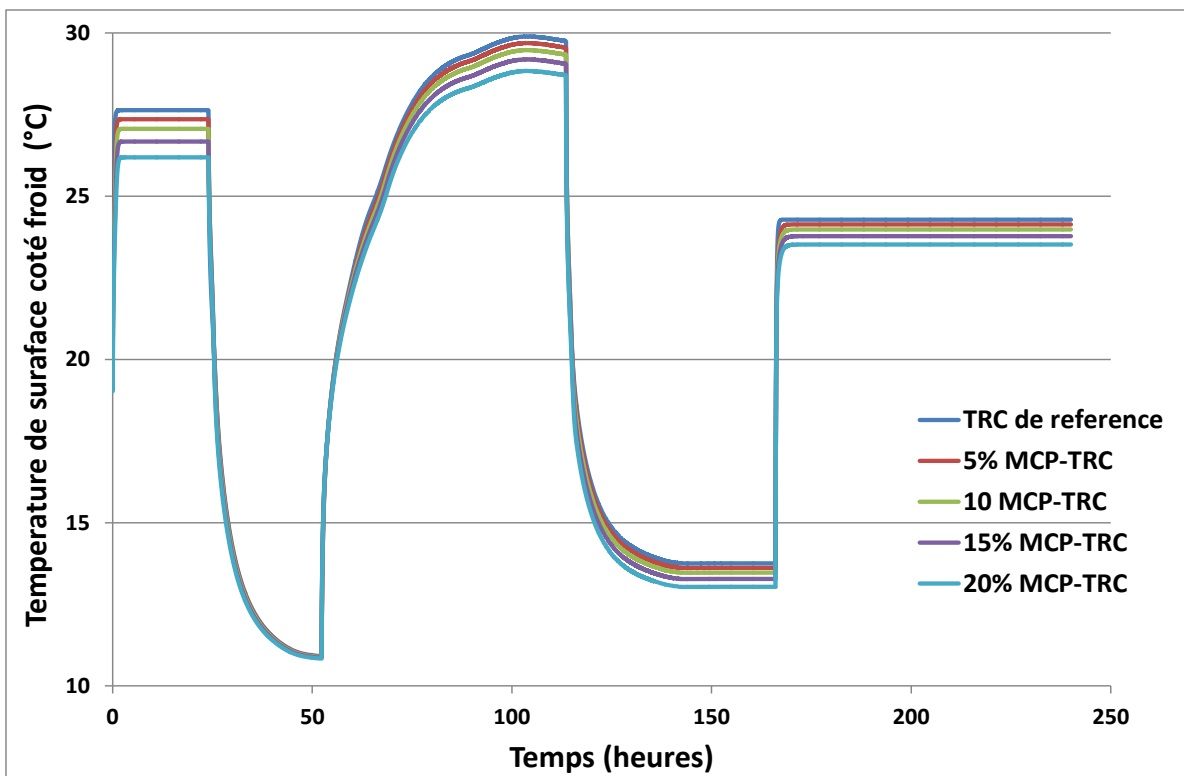
L'évolution des flux de chaleur entrant et sortant des composites 0, 5, 10,15 et 20% MCP-TRC dans les enceintes chaude et froide suite au scénario imposé dans les caissons chaud et froid est présentée **figure III-39 (a et b)**.



**Figure III-37** Sollicitation imposée dans les caissons chaud et froid

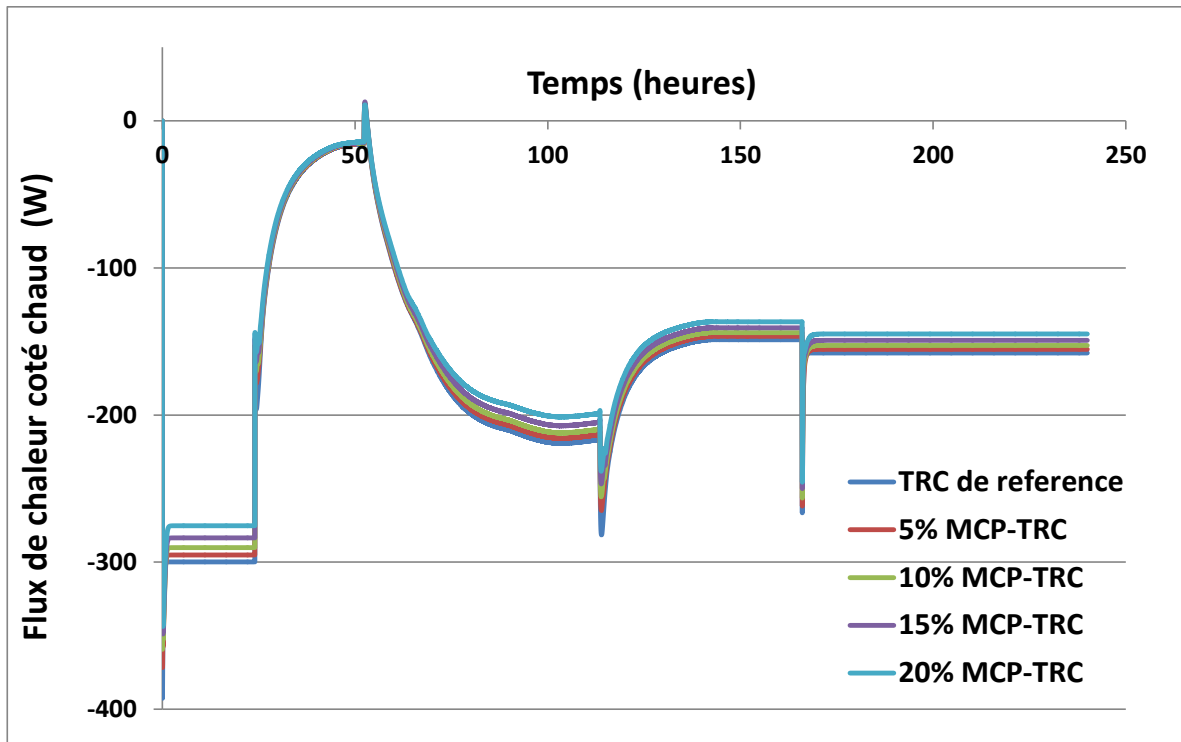


-a-

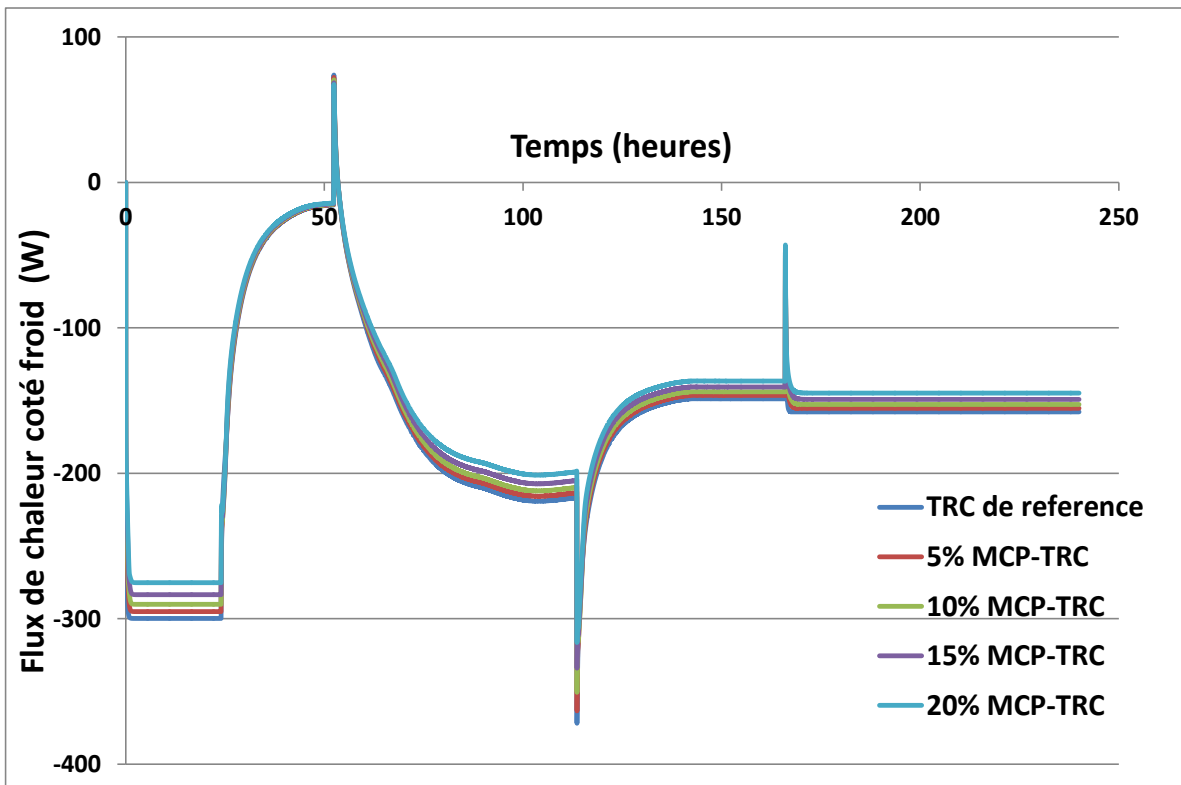


-b-

**Figure III-38** Température de surface des échantillons MCP-TRC –(a) côté chaud –(b)- côté froid



-a-



-b-

**Figure III-39** Flux de chaleur dans les échantillons MCP-TRC –(a) côté chaud –(b)- côté froid



La conductivité thermique des échantillons MCP-TRC se déduit comme suit dans les zones (1, **figure III-37** MCP à l'état liquide), zone (4, **figure III-37** MCP à l'état solide), zone (5, **figure III-37** MCP dans la plage de changement de phase) en régime stationnaire.

$$\lambda = \frac{Q_P \times h}{S(T_C - T_f)} \quad (\text{III-3})$$

Avec :

$\lambda$ : Conductivité thermique [ $\text{W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ ]

$T_C$ : Température de surface de l'échantillon du côté chaud [ $\text{°C}$ ]

$T_f$ : Température de surface de l'échantillon du côté froid [ $\text{°C}$ ]

$\phi_P$ : Flux de chaleur en régime stationnaire passant à travers l'éprouvette [ $\text{W}$ ]

$h$  : épaisseur de la paroi testée [ $\text{m}$ ]

$S$  : Surface de la paroi [ $\text{m}^2$ ]

Les résultats des calculs de conductivité thermique au niveau des zones (1,4 et 5) sont résumés **tableaux III-6, III-7 et III-8**

Composites	$Q_P$ [W]	$T_C - T_f$ [ $\text{°C}$ ]	$\lambda$ [ $\text{W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ ]
TRC de référence	148.8±2.7	1.23±0.1	1.20±0.05
5% MCP-TRC	146.5±2.6	1.57±0.1	0.93±0.04
10% MCP-TRC	144.0±2.5	1.94±3.1	0.74±0.03
15% MCP-TRC	140.7±2.4	2.22±0.1	0.63±0.03
20% MCP-TRC	136.1±2.3	2.89±0.1	0.47±0.02

**Tableau III-6** Calcul de conductivité thermique MCP phase solide

Composites	$Q_P$ [W]	$T_C - T_f$ [ $\text{°C}$ ]	$\lambda$ [ $\text{W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ ]
TRC de référence	157.8±3.1	1.41±0.1	1.12±0.05
5% MCP-TRC	155.3±3.0	1.71±0.1	0.91±0.04
10% MCP-TRC	152.7±2.9	2.10±0.1	0.76±0.03
15% MCP-TRC	149.2±2.7	2.51±0.1	0.60±0.03
20% MCP-TRC	144.9±2.5	2.90±0.1	0.49±0.02

**Tableau III-7** Calcul de conductivité thermique MCP lors du changement de phase

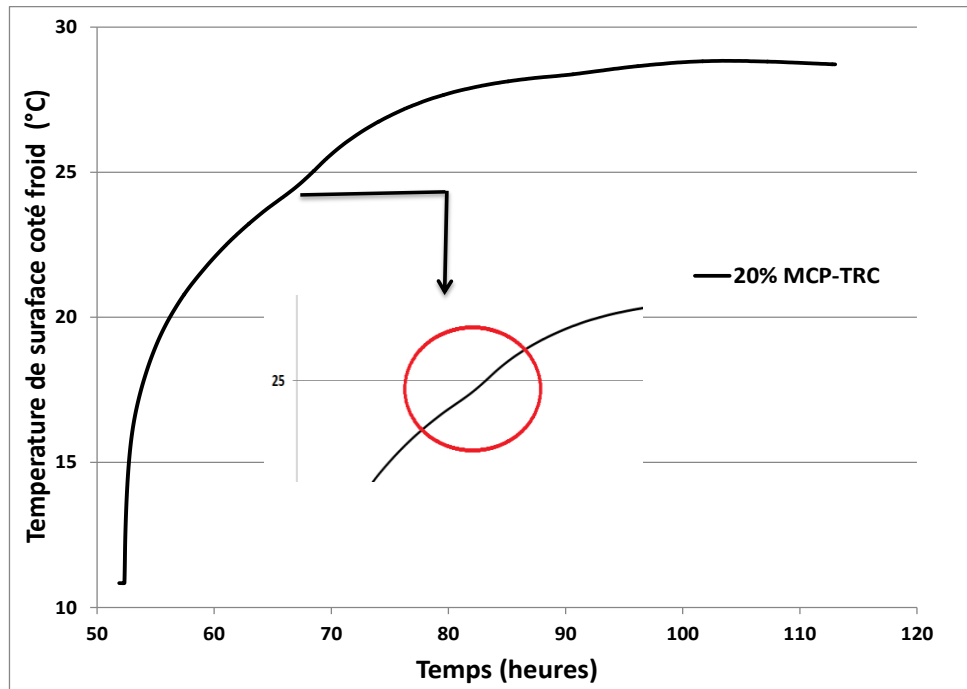
Composites	$\phi_p$ [W]	$T_c - T_f$ [°C]	$\lambda$ [W.m <sup>-1</sup> .°C <sup>-1</sup> ]
TRC de référence	299.8±5.5	2.39±0.1	1.25±0.05
5% MCP-TRC	295.1±5.3	3.13±0.1	0.94±0.04
10% MCP-TRC	290.1±5.2	3.81±0.1	0.76±0.03
15% MCP-TRC	283.5±5.0	4.56±0.1	0.62±0.03
20% MCP-TRC	275.2±4.9	6.11±0.1	0.45±0.02

**Tableau III-8** Calcul de conductivité thermique MCP phase liquide

A partir des **tableaux III-6, III-7 et III-8**, il peut être conclu que la conductivité thermique des composites MCP-TRC décroît avec le taux de MCP ajouté. Aucune tendance ne ressort clairement quant à l'effet de l'état du MCP (solide ou liquide ou lors du changement de phase) sur la conductivité thermique des composites MCP-TRC.

La baisse de la conductivité thermique des MCP-TRC avec l'augmentation du taux de MCP s'explique par la faible conductivité thermique du matériaux à changement de phase lui-même (conductivité thermique du MCP  $\lambda \approx 0.15 \text{ Wm}^{-1} \text{ °C}^{-1}$ ) d'une part et d'une autre par l'augmentation de la porosité à l'intérieur des composites MCP-TRC (chapitre II, section II.2.4) et de ce fait la substitution d'une partie des transferts thermiques par conduction par des transferts thermiques par convection à travers l'air dans la porosité créée due à l'effet du MCP.

La **figure III-40** illustre l'évolution de la température de surface côté froid pour le composite 20% MCP-TRC lors de la phase 3 (chauffage progressif, voir scénario imposé **figure III-37**)



**Figure III-40** Evolution de la température de surface côté froid en phase 3 pour le composite 20% MCP-TRC

Il peut être constaté que lors de la phase de chauffage progressif du composite 20% MCP-TRC (**figure III-40**), un ralentissement de la vitesse d'augmentation de la température s'est fait ressentir entre [24-26°C], cela correspond à l'absorption d'une partie de la chaleur transmise par le caisson chaud lors du changement de phase du MCP de solide vers liquide, qui induit un ralentissement de la vitesse d'augmentation de la température. Cela confirme le bon fonctionnement des microcapsules MCP ajoutées dans les échantillons MCP-TRC. Le ralentissement de la vitesse d'augmentation de la température est clair, néanmoins ce dernier n'est pas très prononcé en raison de la faible épaisseur des échantillons utilisés lors des essais de caractérisation ( $\approx 1$  cm) dont l'objectif principal était l'évaluation de la conductivité thermique des échantillons MCP-TRC. Des essais d'inertie thermique sur des échantillons en MCP-TRC de plus grande épaisseur seront présentés chapitre IV.

La chaleur stockée en zone 3 (chauffage progressif) dans les composites MCP-TRC peut être évaluée en intégrant la différence entre flux thermique entrant (flux de chaleur côté chaud) et flux thermique sortant (flux côté froid) durant le temps de chauffage (en  $t=52h$  et  $t=112h$ ).

$$Q_{\text{stockée,exp}} = \int_{52h}^{112h} (\phi_{p,\text{entrant}} - \phi_{p,\text{sortant}}) dt \quad (\text{III-4})$$

Avec :

$Q_{stockée,exp}$  : est la chaleur stockée expérimentale (durant le scénario imposé **figure III-39**)

$\Phi_{p,entrant}$  : flux entrant à travers le caisson chaud (donné par capteur de flux du côté chaud)

$\Phi_{p,sortant}$  : flux sortant à travers le caisson froid (donné par capteur de flux du côté froid).

La chaleur stockée théorique  $Q_{stockée,theo}$  en zone 3 (chauffage progressif) est évaluée en considérant la chaleur spécifique théorique du MCP présentée (chapitre II **figure II-1**) puis en effectuant un calcul numérique en considérant le même scénario imposé **figure III-37**.

Les résultats de l'évaluation de la chaleur stockée en zone 3 (expérimentale et théorique) avec le facteur de performance  $T_{ther}(\%) = \frac{Q_{stockée,exp}}{Q_{stockée,theo}}$  sont présentés **tableau III-9**.

Composites	$Q_{stockée,theo}$ [kJ]	$Q_{stockée,exp}$ [kJ]	$T_{ther}(\%)$
5% MCP-TRC	142.42	143.83±6.70	101
10% MCP-TRC	169.28	159.12±7.90	94
15% MCP-TRC	196.14	192.21±9.61	98
20% MCP-TRC	223.03	214.10±10.70	96

**Tableau III-9** chaleur stockée (expérimentale et théorique) des MCP-TRC

Il peut être conclu à partir du tableau III-9, une augmentation de la chaleur stockée avec l'augmentation du taux de MCP dans les composites MCP-TRC. Les facteurs de performance proches de 100% (aux incertitudes près) confirment la conservation par les MCPs de leur potentiel de stockage de chaleur et ce malgré l'endommagement d'une partie des microcapsules lors du malaxage et lors du moulage au contact des MCP-TRC [Cela est en accord avec l'analyse DSC (chapitre II, section II3.6) et l'analyse FTIR (chapitre II, section III.3.5.2) qui indique qu'aucune liaison chimique n'a été créée entre produits cimentaires et MCP pur].

### III.4 Conclusion chapitre III

Le présent chapitre s'est intéressé à la caractérisation mécanique et thermique des composites MCP-TRC issus de l'association d'une matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP et d'un renfort textile.

Les essais exposés ci-dessus se sont concentrés sur la caractérisation du composite MCP-TRC en traction directe quasi statique monotone, la résistance des composites à la compression reposant essentiellement sur la résistance des matrices en MCP-mortier caractérisées lors du chapitre II (le textile ne reprenant aucun effort de compression).

Sur la base des investigations expérimentales présentées ci-dessus, les conclusions suivantes peuvent être tirées:

1-Le caractère ductile, multifissurant ainsi que la cinétique de transfert de charge 'matrice/textile' recherchés dans les composites TRC sont conservés en présence de microcapsules MCP.

2-Les performances mécaniques des composites MCP-TRC décroissent avec l'augmentation du taux de MCP dans ces derniers. Cette tendance a été vérifiée avec deux types de renfort textile (un renfort de type Verre AR non imprégné et un autre de type Aramide).

3-Un mode de rupture critique de type délaminage entre couches de renfort a été détecté pour des taux de MCP autour de 15% pour le textile de type Verre AR non imprégné, et autour de 20% pour le textile de type Aramide, cela s'explique par l'affaiblissement de la résistance au cisaillement de la couche interlaminaire pour des taux élevés en MCP.

4-Une baisse des taux de travail du textile a été révélée en augmentant le taux de MCP des composites MCP-TRC dans les deux cas de renfort de type Verre AR et Aramide, ce constat est dû aux désordres causés par le MCP dans la zone d'interface 'matrice/textile' (révélé par l'analyse MEB) pour citer :

a- L'agglomération des particules de MCP dans la zone d'interface 'matrice/textile' agit comme une barrière et empêche toute interaction entre produits issus de l'hydratation du ciment (essentiellement les CSH) et le renfort textile réduisant ainsi la section effective du textile participant à la reprise des efforts.

b- La longue chaîne de capsules de MCP entourant les grains de ciment anhydres dans la zone d'interface matrice/textile peut limiter, voire empêcher leur hydratation, en restreignant leur accès à l'eau et donc leur dissolution. Cela a pour effet de réduire la quantité de produits hydratés issus du ciment dans la zone d'interface 'matrice /textile' et par conséquent limiter la contribution du renfort textile à la reprise des efforts.

c- Le dépôt de l'huile de MCP pur à proximité directe de la zone d'interface 'matrice/textile' dû à l'endommagement des microcapsules de MCP lors la procédure du moulage au contact à la truelle qui inhibe la progression des hydrates favorisant ainsi la formation de porosité dans la zone d'interface.

d- La formation de macrospores (cavités) due à la présence d'agglomérat de MCP dans la zone d'interface qui contribuent à la dégradation de l'efficacité de l'interaction 'matrice/textile'.

L'ensemble des phénomènes énumérés ci-dessus mettent également en relief l'effet du MCP sur la microstructure de la matrice cimentaire (constaté chapitre II) qui se répercute directement à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' et régit le comportement mécanique du composite MCP-TRC.

5-La température, donc l'état du MCP (solide ou liquide) a un effet sur le comportement mécanique des composites MCP-TRC. Il a été remarqué pour un composite 10% MCP-TRC chauffé à 40°C une baisse en résistance à la rupture et en taux de travail du textile par rapport au même composite maintenu à une température de 20°C. De surcroit, le mode de rupture du composite chauffé à 40°C est survenu par délaminage alors que celui maintenu à 20°C a eu lieu par rupture du textile en traction. Cela s'explique par un effet de dégradation d'interface 'matrice/textile' due à la multifissuration à l'échelle de l'interface causée par l'expansion du MCP durant son changement de phase de solide vers liquide (vu chapitre II, section II.3.7).

6-La pré-imprégnation Latex du textile de type Verre AR a pour effet d'augmenter la section effective du textile participant à la reprise des efforts et la résistance à la rupture des composites. En effet la grande fluidité du Latex lui permet de pénétrer quasi intégralement à l'intérieur des filaments de cœur du textile, cela a également été vérifié lors des observations MEB.

7-Une baisse de la conductivité thermique des MCP-TRC avec l'augmentation du taux de MCP a été constatée. Cela s'explique par la conductivité thermique déjà faible du matériau à changement de phase lui-même ( $\lambda \approx 0.15 \text{ W m}^{-1} \text{ °C}^{-1}$ ) d'une part et d'autre part par l'augmentation de la porosité à l'intérieur des composites MCP-TRC et de ce fait la substitution d'une partie des transferts thermiques par conduction par des transferts thermiques par convection à travers l'air dans la porosité créée due à l'effet du MCP.



# **CHAPITRE IV** (échelle de la structure) : *Caractérisation mécanique et thermique des dalles porteuses et panneaux sandwich en MCP-TRC.*

## **IV.1 Introduction**

Le chapitre précédent a permis de présenter les composites MCP-TRC issus de l'association d'une matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP et d'un renfort textile et de caractériser leur comportement mécanique, thermique et les couplages associés (comportement mécanique des composites en fonction de la température et donc de l'état du MCP solide ou liquide).

Il a été montré que l'ajout de MCP au composite TRC à des taux adéquats ( $\leq 15\%$ ) peut être bénéfique en termes de gain en stockage/restitution de chaleur sans altérer de façon rédhibitoire le comportement mécanique du TRC (multifissuration et redistribution de charge 'matrice/textile', ductilité et dissipation d'énergie lors de la reprise d'effort par le renfort textile).

-L'objectif de ce chapitre est démontrer le potentiel applicatif du composite MCP-TRC. Pour se faire, notre intérêt s'est focalisé sur une application à caractère innovant qui est des dalles porteuses en MCP-TRC qui présentent un intérêt indéniable pour les raisons suivantes :

- Les dalles porteuses sont un lieu d'échanges thermiques de l'intérieur vers l'intérieur (dans les différents niveaux du bâti) et de l'intérieur vers l'extérieur et vice versa (à travers les liaisons et jonctions existantes). L'optimisation des transferts thermiques à travers les dalles et planchers est donc primordiale.
- La plage d'épaisseur admissible pour une dalle légère (de 10 à 15 cm d'épaisseur) permet une exploitation optimale du potentiel de stockage en chaleur des MCPs.
- Le mode de sollicitation en flexion des dalles permet une exploitation optimale du renfort textile.

Au-delà de l'aspect purement technologique à caractère innovant, le présent chapitre a pour visée scientifique d'articuler les résultats des essais de caractérisation à l'échelle de la matrice MCP-mortier (interaction 'MCP/ciment') ainsi qu'à l'échelle du composite MCP-TRC (interaction 'matrice modifiée par MCP/textile') au comportement à l'échelle de la structure en termes de performances mécaniques et thermiques.



## **IV.2 Matériaux et méthodes expérimentales**

### IV.2.1 Matériaux

#### IV.2.1.1 MCP microencapsulé

Le MCP utilisé au cours de ces tests sur dalles légères et panneaux sandwich est le même que celui utilisé lors des tests de caractérisation sur matrices MCP-mortier (chapitre II) ainsi que sur composites MCP-TRC (chapitre III).

#### IV.2.1.2 Mortier

Le mortier utilisé lors des tests de caractérisation sur dalles et panneaux sandwich est un mortier de ciment portland identique en tout point à celui utilisé lors des essais de caractérisation sur matrices MCP-mortier et sur composites MCP-TRC.

#### IV.2.1.3 Textile de renfort

Un seul type de renfort textile a été utilisé lors des essais de caractérisation sur dalles porteuses et panneaux sandwich en MCP-TRC, il s'agit d'un textile de type Verre AR [même Verre AR que celui utilisé lors des essais de caractérisation sur composites MCP-TRC (chapitre III)]. Le textile Verre AR a été pré-imprégné par du Latex (en imprégnation sèche) afin d'optimiser les performances mécaniques des dalles et panneaux sandwich.

### IV.2.2 Méthodes expérimentales sur dalles légères

#### IV.2.2.1 Réalisation des cors d'épreuves

Des corps d'épreuve de dalles à échelle réduite de dimensions (600 mm large × 600 mm long × 45 mm épaisseur) à différents taux de renforts et dans diverses configurations ont été réalisés par la technique de moulage au contact en laboratoire dans des moules en contreplaqué rigide confectionnés au préalable (**figure IV-1**).

Les dalles étant testées en flexion trois point, un soin particulier a été porté au placement du textile de renfort en Verre AR pré-imprégné dans la zone appelée à être sollicitée en traction. (positionnement du textile dans la demie portion inférieure de la dalle sous l'axe neutre en assurant une distribution homogène des couches de renfort ainsi qu'un espacement constant entre chaque couche de renfort sur toute la demie portion inférieure tendue des dalles). La portion comprimée n'a pas été renforcée. De surcroît, un soin tout aussi méticuleux a été accordé à la réalisation de l'imprégnation homogène de chaque couche de textile.

Il convient de souligner que les formulations des matrices des dalles MCP-TRC sont identiques pour chaque taux de MCP aux formulations des matrices établies lors des tests de

caractérisation sur matrices MCP-mortier (section II.1.2.1) et sur composites MCP-TRC (section III.1.2.1) [avec ajustement nécessaire du rapport  $\frac{e}{c}$  (dû au caractère hydrophile du MCP) afin d'assurer l'imprégnation adéquate du renfort textile par les matrices]

Les dalles sont démoulées une semaine après leur réalisation puis conservées dans le laboratoire à l'air libre à une température de 20°C.



**Figure IV-1** Moulage au contact des dalles légères en MCP-TRC

#### IV.2.2.2 Caractérisation Mécanique sur dalles légères

##### IV.2.2.2.1 Efficacité du renfort textile

Afin de vérifier l'efficacité du renfort textile, un test de flexion trois points en déplacement imposé avec une vitesse de chargement de 0.2 mm/min et sur une portée de 570 mm a été réalisé sur une dalle témoin (600 ×600 ×45mm) en mortier de référence (sans MCP) non renforcée. Le résultat du test sur dalle non renforcée a été comparé avec celui d'un test de flexion sur dalle (600 ×600 ×45mm) en mortier de référence renforcée par 4 couches de textile (taux de renfort volumique effectif de 2.66% en portion tendue) en Verre AR pré-imprégné de Latex (elle sera désormais nommée dalle TRC de référence) testée dans les mêmes conditions (en laboratoire et à 20°C).

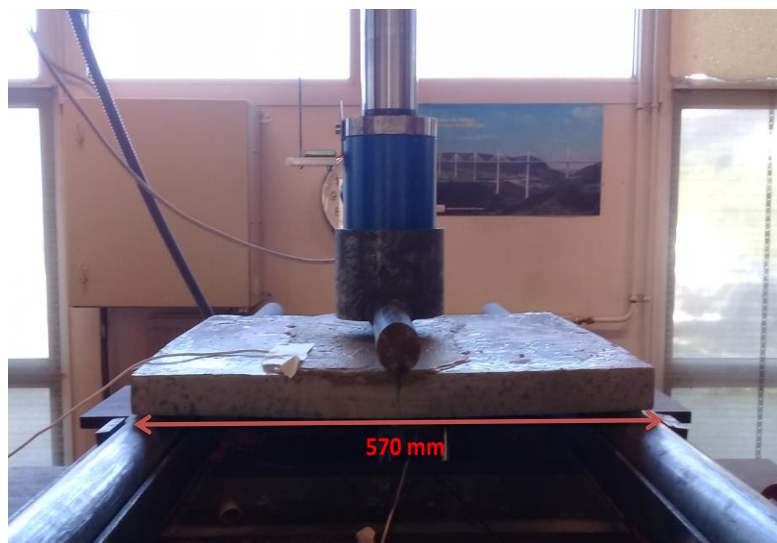
##### IV.2.2.2.2 Effet du taux de MPC à taux de renfort constant et température constante

Dans cette partie les matrices en MCP-mortier aux différents taux de MCP (0, 5, 10 et 15%) ont été renforcées par 4 couches en Verre AR pré-imprégné de Latex en zone tendue (2

couches de textile chaque 1 cm, taux de renfort volumique effectif =2.66% qui est quasiment le même que celui des composites MCP-TRC lors des tests de caractérisation , chapitre III) et ont été testées en flexion 3 points en déplacement imposé avec une vitesse de chargement de 0.2 mm/min et sur une portée de 570 mm (**figure IV-2**).

La température durant les tests a été maintenue à 20°C (le MCP incorporé dans les dalles est donc à l'état solide).

Trois dalles par taux de MCP ont été testées lors de cette campagne expérimentale pour s'assurer de la reproductibilité des résultats et garantir leur représentativité.



**Figure IV-2** Test de flexion trois points sur dalles légères en MCP-TRC

L'instrumentation utilisée (**figure IV-3**) au cours des tests consiste en :

1-Un capteur LVDT en position verticale positionné à mi-portée dont l'objectif est de mesurer la flèche des dalles au cours de l'essai.

2-Un capteur LVDT en position horizontale dont l'objectif est de mesurer l'allongement des dalles en face tendue dans la zone centrale située à mi-portée et sur une longueur de mesure de 200 mm (identique à la longueur de mesure dans le cas de l'essai de traction directe quasi-statique monotone).

3- Un capteur LVDT en position horizontale dont l'objectif est de mesurer l'allongement des dalles en face tendue dans une zone située au 1/3 de la portée de la dalle et sur une longueur de mesure de 200 mm (**figure IV-3 a et b**)

4-Deux jauges de déformation situées au  $\frac{1}{3}$  de la portée de la dalle et placées respectivement au niveau de la face comprimée et de la fibre neutre des dalles. Les jauges ont été positionnées au  $\frac{1}{3}$  de la portée de la dalle suffisamment loin de la zone d'application des efforts afin de s'affranchir autant que possible de l'effet de Saint Venant (**figure IV-3-b**).



**Un capteur LVDT pour mesurer la flèche à mi-portée**



**Deux capteur LVDT mesurant l'allongement en face tendue sur une longueur de mesure de 200 mm**

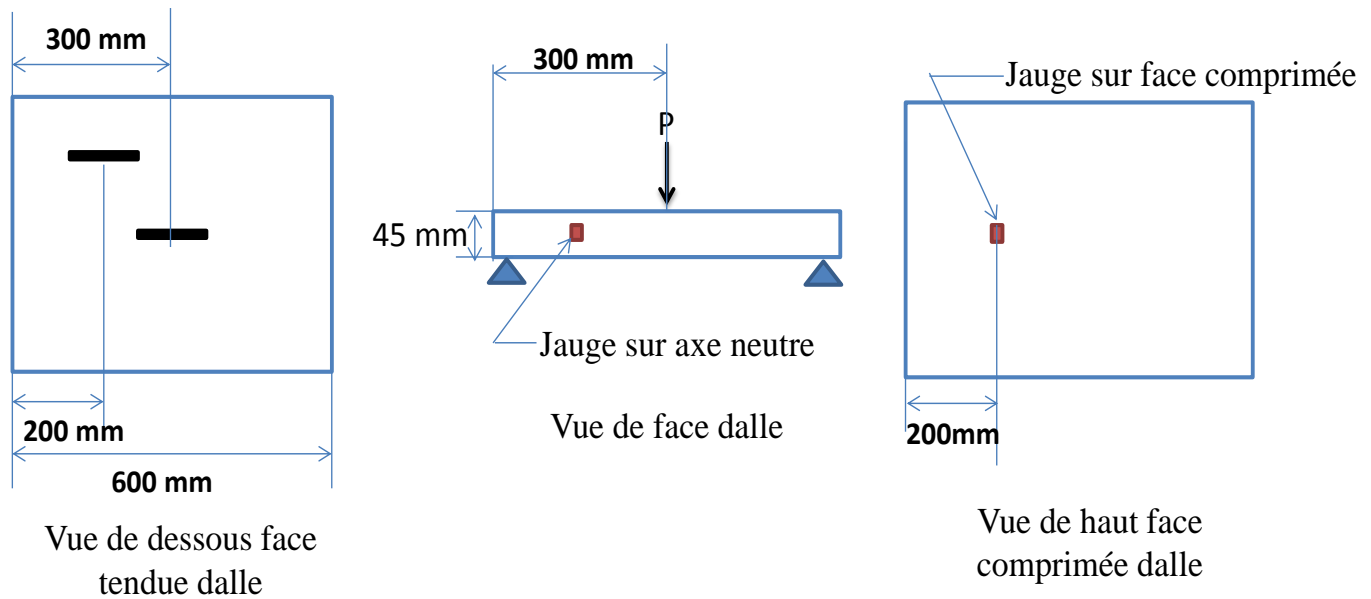


**Une jauge sur l'axe neutre et située au  $\frac{1}{3}$  de la portée de la dalle**



**Une jauge sur la face comprimée située au  $\frac{1}{3}$  de la portée de la dalle**

-a- Visualisation de l'instrumentation utilisée au cours des tests de flexion sur dalles



Légende:  capteur LVDT  jauge de déformation

-b- Schématisation de l'instrumentation utilisée lors de l'essai de flexion trois points sur dalles

**Figure IV-3** Instrumentation des tests de flexion sur dalles légères en MCP-TRC

#### IV.2.2.2.3 Effet du taux de renfort à taux de MCP constant et température constante

Dans cette partie, des dalles 10% MCP-TRC ont été renforcées par respectivement 2, 4 et 6 couches de textile en Verre AR pré-imprégné de Latex distribuées de façon homogène dans la demie portion tendue des dalles en assurant pour chaque taux de renforcement un espacement identique entre chaque couche de renfort en portion tendue des dalles. Les dalles 10% MCP-TRC aux différents taux de renfort ont été testées en flexion 3 points suivant les mêmes modalités d'essai et avec la même instrumentation décrite précédemment (3 dalles en 10% MCP-TRC par taux de renfort).

#### IV.2.2.2.4 Effet de la température à taux de MCP constant et taux de renfort constant

Dans cette partie des dalles 10% MCP-TRC avec 4 couches de renfort en portion tendue ont été testées en flexion 3 points sous différentes conditions de température afin d'évaluer l'effet de l'état du MCP (solide ou liquide) sur les performances mécaniques des dalles (trois dalles par configuration de conditionnement en température) :

A-Dalles maintenues à une température de 20°C puis testées en flexion 3 points à la même température

B-Dalles chauffées à une température de 40°C pendant 24 h puis testées en flexion 3 points après sortie d'étuve. **(Figure IV-4)**



**Figure IV-4** Chauffage des dalles 10% MCP-TRC en étuve

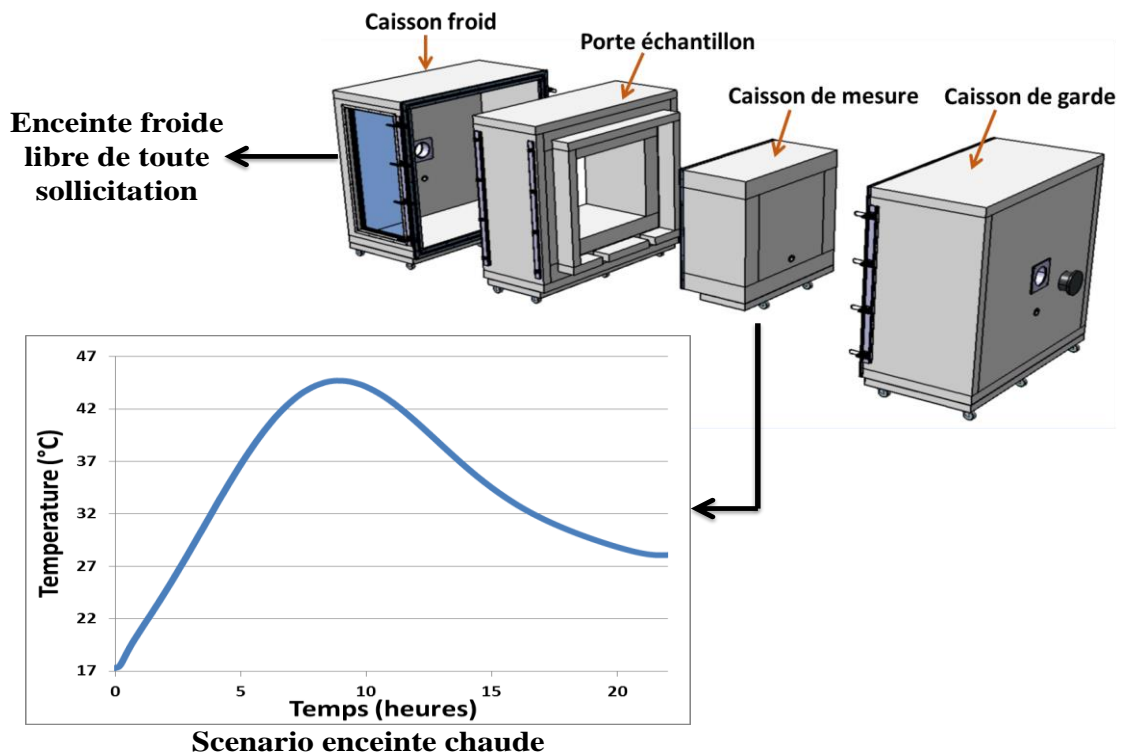
#### IV.2.2.3 Caractérisation thermique des dalles légères

L'inertie thermique des dalles en MCP-TRC de dimensions (1010 × 1010 × 45 mm) a été évaluée via le dispositif de boîte chaude gardée décrit au chapitre III. La même épaisseur de dalles caractérisées lors des essais mécaniques a été conservée pour les tests d'inertie thermique (test d'inertie thermique à l'échelle 1/3, vu les capacités limitées du porte échantillon de la boîte chaude gardée en termes de capacité portante, il n'a pas été possible de caractériser l'inertie thermique des dalles à l'échelle 1).

Pour se faire, un scénario similaire a été imposé à une dalle TRC de référence (sans MCP) et à une dalle 10% MCP-TRC (dalle à taux de MCP de 10%). Le scénario consiste à imposer, dans un premier temps, une élévation de température de 17°C à 45°C en 8h du côté chaud. Dans un deuxième temps il convient d'éteindre les résistances chauffantes dans l'enceinte chaude (côté chaud) de la boîte chaude gardée pour les deux configurations de dalles. L'enceinte froide (côté froid) reste libre de toute sollicitation imposée durant tout le scénario (voir le scénario imposé **figure IV-5**). Le but étant d'analyser l'effet de l'ajout de MCP sur la température d'air et sur la température de surface dans l'enceinte froide pour les deux configurations de dalles testées

En effet, le cas traité correspond à une situation où l'enceinte chaude représente la sollicitation venue de l'extérieur de l'habitat et l'enceinte froide représente le ressenti à l'intérieur de l'habitat.

L'instrumentation au cours du test est identique à celle décrite dans le cadre de la caractérisation de la conductivité thermique sur composites MCP-TRC (section III.2.2.4) incluant des capteurs de surface (coté chaud et froid) ainsi que des capteurs de température d'air (coté chaud et froid) ainsi que des fluxmètres suivant les recommandations de NF EN ISO 8990.



**Figure IV-5** Schématisation du test d'inertie thermique sur dalles légères en MCP-TR

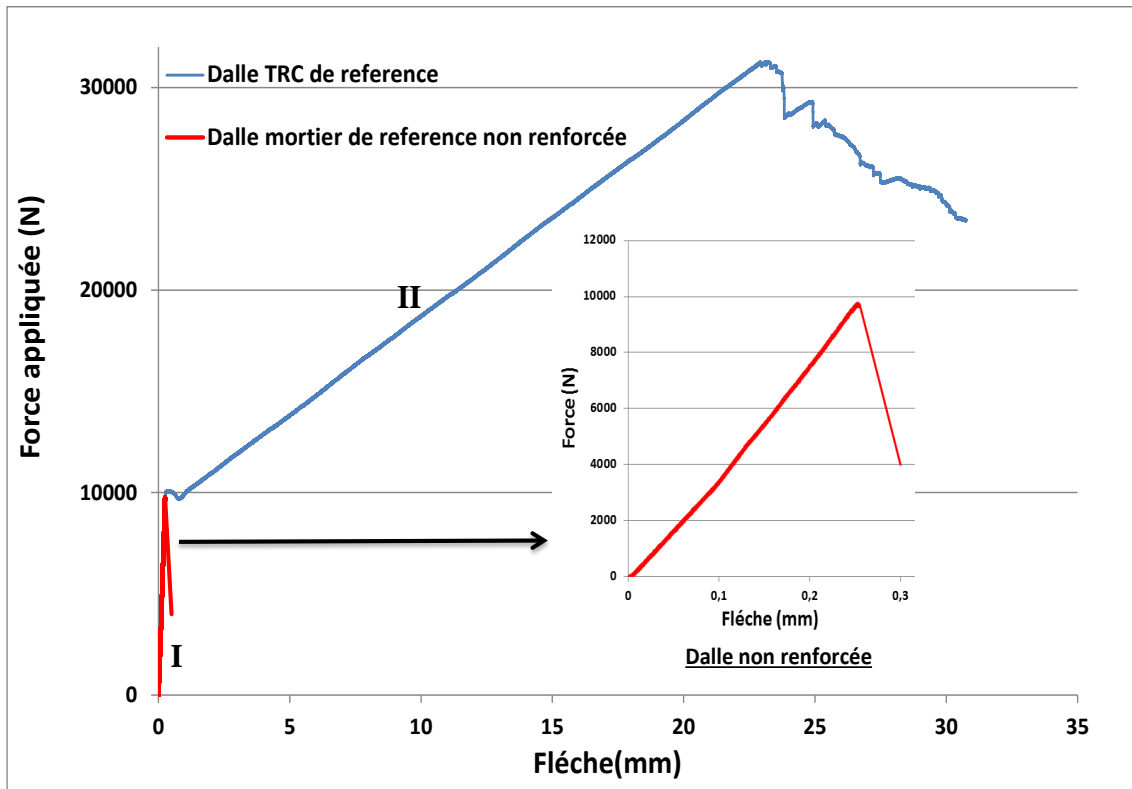
## IV.3 Résultats et discussions

### IV.3.1 Performances mécaniques des dalles légères

#### IV.3.1.1 Volet expérimental

##### IV.3.1.1.1 Effet du renfort textile

Les résultats des tests de flexion trois points sur dalle en mortier de référence non renforcée par du textile et sur dalle en TRC de référence renforcée par 4 couches de textile en zone tendue sont présentés **figure IV-6** (les courbes présentées ci-dessous sont des courbes moyennes sur trois dalles testées par configuration).

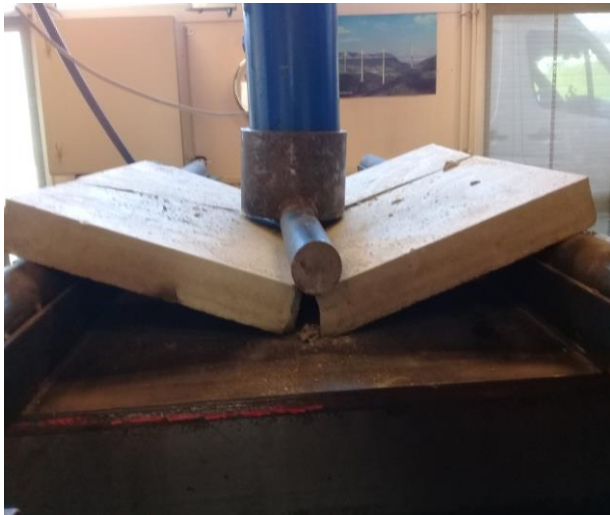


**Figure IV-6** Illustration de l'effet du renfort textile sur le comportement mécanique des dalles

Il peut être constaté que la dalle non renforcée exhibe un comportement fragile et que la rupture de cette dernière se fait directement après atteinte de la contrainte limite en traction du mortier, une seule macro fissure à mi-portée suivie simultanément de la ruine de la dalle a été constatée (voir **figure IV-7**).

Pour la dalle TRC de référence, on constate un comportement ductile et multifissurant (voir **figure IV-7**) synonyme de transfert de charge 'matrice/textile' au cours de l'essai. Deux phases distinctes peuvent clairement être identifiées, une première phase correspondant à la reprise des efforts par la matrice et une seconde phase associée au changement de pente sur la courbe Force-flèche, cette phase correspond à la reprise et redistribution des efforts vers les renforts textiles.





Rupture fragile dalle non renforcée



Comportement multifissurant et ductile dalle TRC de référence

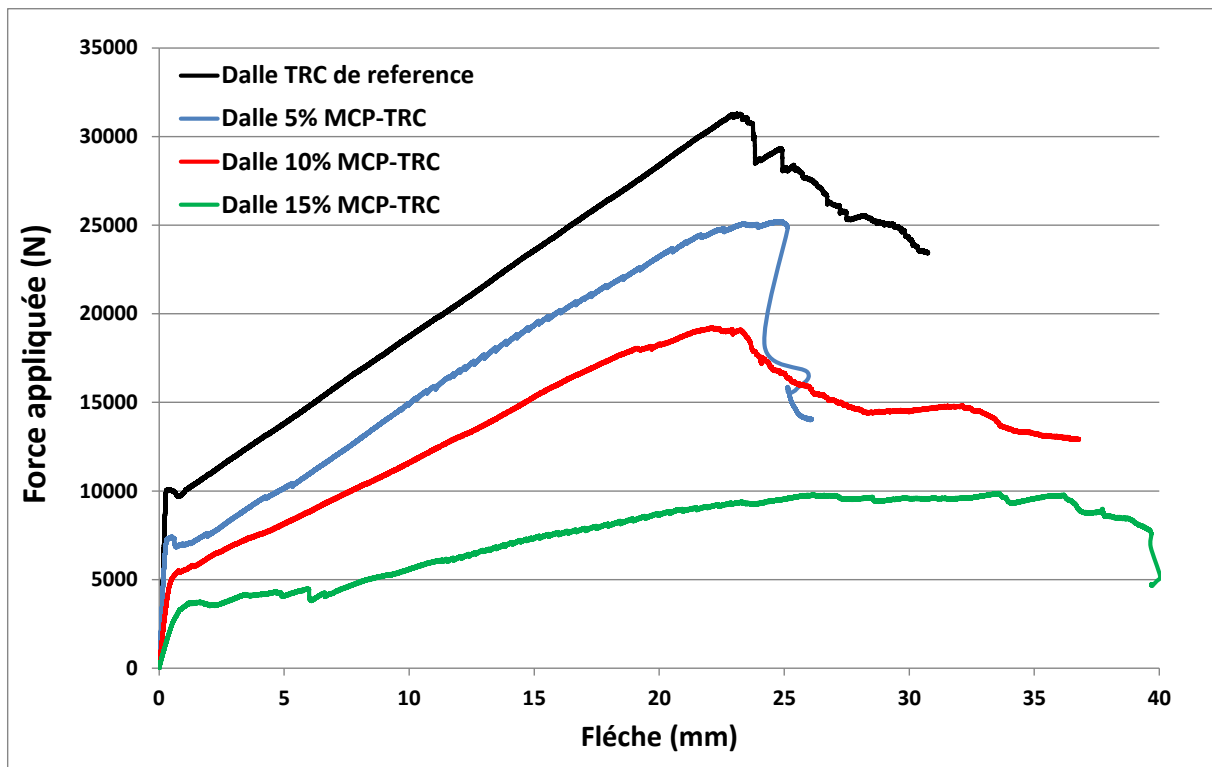
**Figure IV-7** Illustration comportement d'une dalle renforcée et non renforcée

Une fois l'efficacité du renforcement textile vérifiée, les résultats des analyses des différents paramètres étudiés et régissant le comportement mécanique des dalles en MCP-TRC sont présentés comme suit :

#### IV.3.1.1.2 Effet du taux de MPC à taux de renfort constant et température constante

Les résultats des tests de flexion trois points effectués à une température de 20°C sur les dalles 0, 5,10 et15% MCP-TRC renforcées par 4 couche de textile Verre AR pré-imprégné Latex (taux de renfort total de 2.6%) sont présentés **figure IV-8**

Les courbes présentées ci-dessous sont des courbes moyennes sur trois dalles testées par taux de MCP.



**Figure IV-8** Résultat du comportement Force vs Flèche dalles légères en MCP-TRC aux différents taux de MCP

A partir des résultats présentés **figure IV-8**, il peut être constaté que la capacité portante des dalles décroît avec l'augmentation du taux de MCP.

En analysant plus en détail les courbes force vs flèche, il peut être déduit que :

-La force reprise ainsi que la rigidité en flexion en phase I, essentiellement associées aux performances mécaniques de la matrice sont atténuées en augmentant la teneur en MCP. Cela est dû à une dégradation des performances mécaniques des matrices en MCP-mortier avec l'augmentation du taux de MCP ajouté conformément à ce qui a été vu lors du chapitre II (section II.3.1).

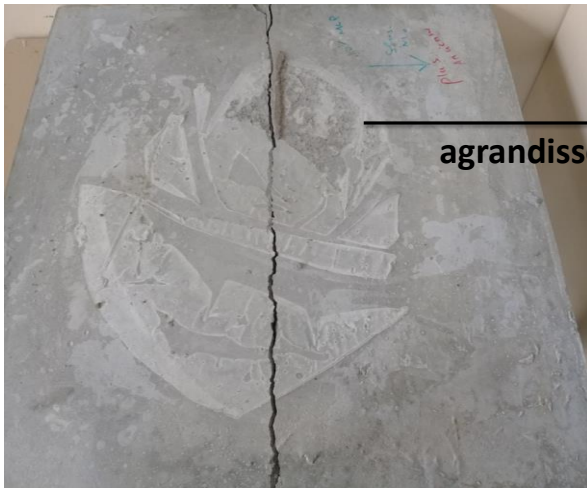
-En phase II, il peut être remarqué que les dalles 0, 5, 10% MCP-TRC présentent des flèches à la rupture quasi identiques alors que pour la dalle 15% MCP-TRC, une flèche à la rupture plus importante a été remarquée. Cela s'explique par le mode de rupture particulier de cette dernière survenu par délaminage initié au niveau de l'espace interlaminaire entre les deux couches inférieures de renfort les plus sollicitées en traction en portion tendue de la dalle 15% MCP-TRC (voir **figure IV-10**) alors que le mode de rupture des dalles 0,5 et 10% MCP-TRC est survenu par écrasement de la matrice en face supérieure comprimée (voir **figure IV-9**).



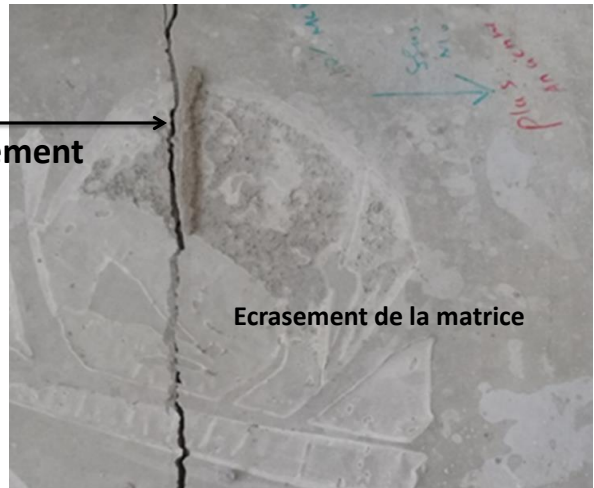
**TRC de référence rupture par écrasement de la matrice**



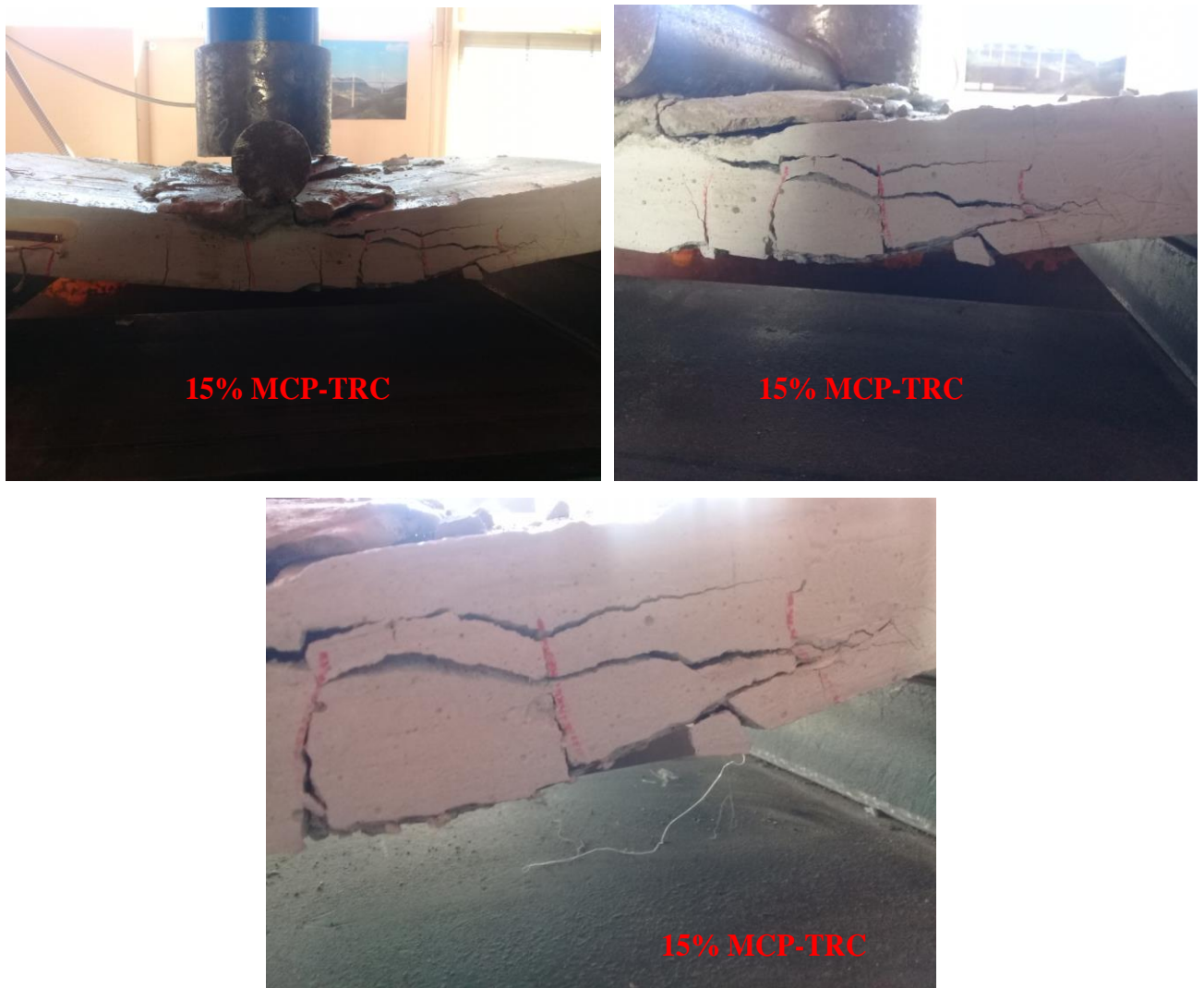
**5% MCP-TRC rupture par écrasement de la matrice**



**10% MCP-TRC rupture par écrasement de la matrice**



**Figure IV-9** Rupture par écrasement de la matrice en face comprimée des dalles 0,5 et 10% MCP-TRC



**Figure IV-10** Ensemble de photos montrant la rupture par délaminage de la dalle 15% MCP-TRC

Les résultats caractéristiques des tests de flexion trois points sur dalles MCP-TRC aux différents taux de MCP et renforcées par 4 couches de renfort présentés ci-dessus sont résumés **tableaux IV-1**

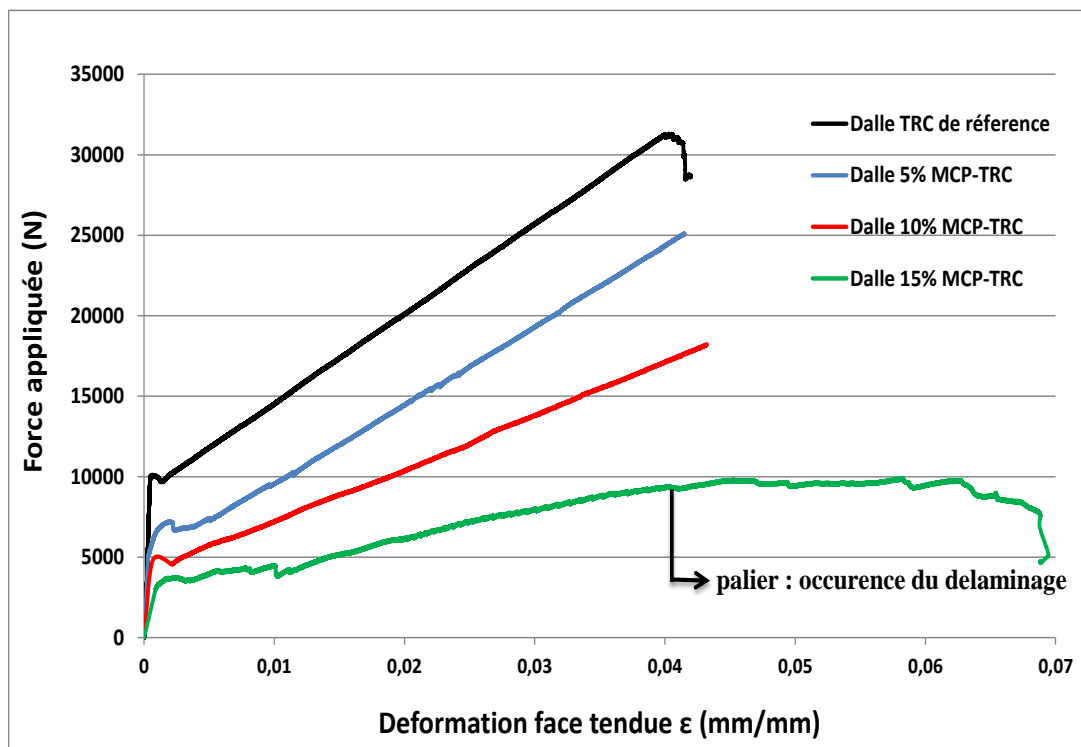
Dalle	TRC de référence	5% MCP-TRC	10% MCP-TRC	15% MCP-TRC
Force à la première fissure (N)	9763±390	7175±280	4700±180	2890±120
Force à rupture (N)	31020±1200	25000±850	19200±670	9700±510
Flèche à rupture (mm)	22.9±0.8	23.3±0.7	23.1±0.7	36.1±2.1

**Tableau IV-1** Résultats des tests de flexion sur dalles MCP-TRC aux différents taux de MCP

Il peut être conclu à partir de l'analyse des résultats présentés **tableau IV-1** que malgré la dégradation des principaux indicateurs de performances mécaniques des dalles MCP-TRC avec l'augmentation du taux de MCP, le caractère ductile et multifissurant ainsi que la cinétique de transfert de charge 'matrice/textile' des composites MCP-TRC permettent aux dalles MCP-TRC d'atteindre des capacités portantes à rupture largement supérieures aux forces transmises à l'apparition de la première fissure (3.5 fois pour la dalle 5% MCP-TRC, 4 fois pour la dalle 10% MCP-TRC et 3.3 fois pour la dalle 15% MCP-TRC) et des flèches à rupture largement supérieures à la flèche à l'apparition de la première fissure (de l'ordre de 20 à 80 fois), ce qui est très intéressant en vue d'une future application des dalles MCP-TRC en tant que dalles porteuses.

Les courbes force appliquée  $F$  en fonction de la déformation axiale  $\varepsilon$  en face tendue à mi-portée des dalles sont présentées **figure IV-11**, avec  $\varepsilon = \frac{d}{L}$

$d$  est l'allongement en face tendue mesuré par le capteur LVDT placé à mi-portée en face tendue et  $L$  la longueur de mesure des capteurs LVDT= 200 mm



**Figure IV-11** Courbes Forces vs déformation axiale face tendue

A l'image des courbes présentées (Force vs flèche), les courbes (Force vs déformation axiale face tendue) sont divisées en deux phases, une phase I à rigidité élevée correspondant à l'allongement en zone tendue de la matrice non fissurée en fonction de la force appliquée,

puis une phase II à rigidité beaucoup moins élevée correspondant à l'allongement en face tendue lors de la phase de fissuration de la matrice et du transfert de charge 'matrice/textile'. Cela confirme que le comportement global non linéaire (Force vs flèche) des dalles MCP-TRC est directement lié au comportement non-linéaire en traction du composite MCP-TRC en zone tendue.

L'allongement mesuré dans la phase II est essentiellement lié à l'ouverture et l'espacement des fissures lors de l'endommagement de la matrice et du transfert de charge vers le textile. La pente de la courbe (Force vs déformation axiale face tendue) en phase II est directement liée au taux de travail en rigidité  $T_E$  du renfort et au degré de mobilisation du renfort textile (les différents taux de travail du textile des dalles MCP-TRC seront évalués ci-dessous).

Le palier identifié sur la courbe (Force vs déformation axiale face tendue) pour la dalle 15% MCP-TRC à une force d'environ 10000 N est dû à l'occurrence d'un délaminage dans les couches interlaminaires entre textiles qui induit un palier de force transmise alors que la déformation comptabilisée au même moment (lors du palier de force) par le capteur LVDT est due au glissement interlaminaire entre couches de textile (**voir figure IV-11 et figure IV-10**).

Etant donné le fait que le taux de renfort des dalles MCP-TRC en zone tendue est similaire au taux de renfort des composites MCP-TRC caractérisés lors des essais de traction (chapitre III, section III.3.1.3), le taux de sollicitation en déformation du renfort textile peut donc être évalué par le ratio entre la déformation axiale maximale en zone tendue des dalles 0,5 et 10 et 15 % MCP-TRC et la déformation axiale à la rupture issue des lois de comportement en traction directe des composites MCP-TRC.

Le taux de sollicitation en déformation du textile ( $T_\epsilon$ ) est donc défini comme suit :

$$T_\epsilon = \frac{\epsilon_{\max, \text{test}}}{\epsilon_{\text{MCP-TRC}}} \quad \text{Avec}$$

$\epsilon_{\max, \text{test}}$  : déformation maximale en zone tendue des dalles en MCP-TRC.

$\epsilon_{\text{MCP-TRC}}$ : déformation maximale en traction des composites MCP-TRC lors des essais de traction (chapitre III, section III.3.1.3).

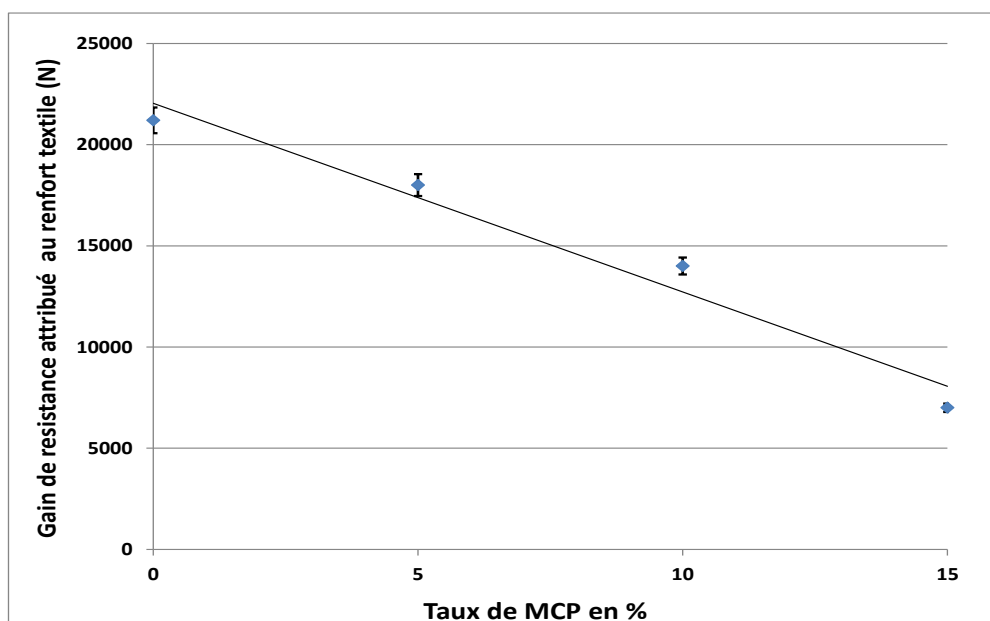
Le **tableau IV-2** résume le taux de sollicitation en déformation  $T_\epsilon$  du textile pour les dalles 0,5 ,10 et 15% MCP-TRC. Il convient de souligner que les taux de sollicitation donnés **tableau IV-2** sont à titre indicatif, et que le mode de sollicitation en traction directe (ou l'effort transmis aux couches de renfort textile se distribue plus équitablement entre couches

de textile) diffère du mode sollicitation en flexion (ou la distribution des forces entre couches de renfort est fortement tributaire de la position du renfort textile au niveau de l'épaisseur de la dalle).

Dalle	TRC de référence	5% MCP-TRC	10% MCP-TRC	15% MCP-TRC
$T_{\varepsilon}$ (%)	88	85	85	86 (avant délaminage)

**Tableau IV-2** Taux de sollicitation en déformation du textile des dalles MCP-TRC

Le gain en capacité portante dû au renfort textile défini comme étant la force transmise entre l'initiation de la fissuration de la matrice MCP-mortier et la rupture de la dalle pour chaque taux de MCP est présenté **figure IV-12**



**Figure IV-12** Gain en capacité portante dû au renfort textile en fonction du taux de MCP

Il peut être constaté que le gain en capacité portante dû au renfort textile décroît avec l'augmentation du taux de MCP dans les dalles, cela est synonyme d'une dégradation de l'interaction 'matrice/textile' avec l'augmentation du taux de MCP. De surcroît la rupture par délaminage de la dalle 15% MCP-TRC est synonyme d'une dégradation de la résistance au cisaillement au niveau de la couche interlaminaire.

Afin d'évaluer le taux de travail en rigidité du renfort textile et étant donné le mode de sollicitation particulier en flexion des dalles, le modèle analytique inspiré des travaux de Blom et Wastiels [108] décrit ci-dessous a été utilisé :

Les hypothèses principales permettant de décrire l'état de contrainte et déformation dans une section de dalle au cours de l'essai de flexion sont les suivantes :

-Distribution linéaire des déformations normales dues à la flexion des dalles (les sections transversales des dalles restent planes lors de la flexion).

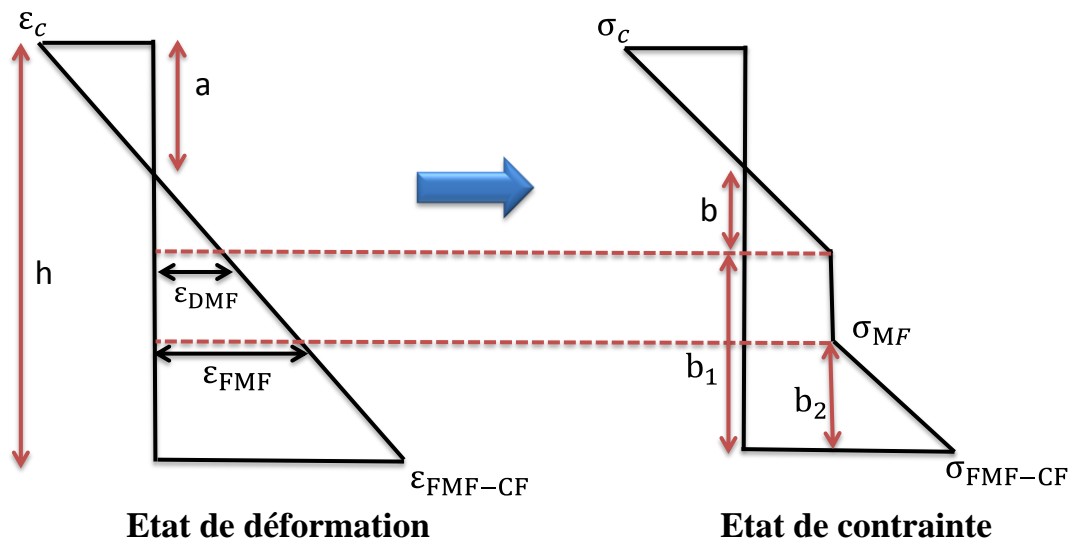
-L'ordre de grandeur des déformations reste assez faible pour être considéré en petite déformation

- La position de l'axe neutre évolue dans la section transversale des dalles lors de la fissuration du mortier et de la transmission des contraintes au textile sous flexion.

-La loi de comportement de la portion de section de dalle soumise à la compression est considérée élastique linéaire jusqu'à rupture (cette hypothèse n'est valide que dans une certaine mesure. Il a été fait en sorte d'évaluer le taux de travail en rigidité  $T_E$  dans le domaine de validité de cette hypothèse).

-La distribution des contraintes dans la portion de section des dalles soumise à la traction est considérée tri-linéaire en accord avec les résultats des tests expérimentaux en traction sur composites MCP-TRC.

En considérant les hypothèses ci-dessus, la distribution des déformations et contraintes dans une section de dalle en phase de reprise d'effort par le renfort textile est décrite **figure IV-13**



**Figure IV-13** Etat de déformation et de contrainte dans une section de dalle lors de la phase de reprise des efforts par le renfort textile

Les symboles  $\epsilon_{DMF}$  et  $\epsilon_{FMF}$  sont les déformations caractéristiques respectivement au début et à la fin de la multifissuration en traction du composite MCP-TRC associé à chaque dalle (ils varient en fonction du taux de MCP de la dalle).



$\sigma_{MF}$  est la contrainte caractéristique (considérée constante à visée de simplification mathématique) correspondant à la phase de multifissuration de la matrice en phase II-a dans la loi de comportement du composite MCP-TRC en traction (voir chapitre III, section III.3.1). Cette hypothèse a également été considérée dans le modèle ACK [109]

$\varepsilon_{FMF-CF}$  et  $\sigma_{FMF-CF}$  sont respectivement la déformation et la contrainte assignées à la face de la dalle sollicitée en tension maximale en phase de reprise d'effort par le textile.

$\varepsilon_c$  est la déformation en compression de la face supérieure de la dalle.

$a$  est la distance entre l'axe neutre et la face supérieure comprimée de la dalle

Les équations de compatibilité géométrique donnent

$$\frac{\varepsilon_{DMF}}{b} = \frac{\varepsilon_c}{a} \quad (IV-1)$$

$$\frac{\varepsilon_c}{a} = \frac{\varepsilon_{FMF}}{h-a-b_2} \quad (IV-2)$$

$$b+b_1+a=h \quad (IV-3)$$

L'équation d'équilibre des forces donne :

$$E_C \varepsilon_{FMF-CF} \frac{a^2}{2(h-a)} = b \frac{\sigma_{MF}}{2} + b_1 \sigma_{MF} + (\varepsilon_{FMF-CF} - \varepsilon_{FMF}) \mathbf{T_E} E_{\text{textile}} \frac{b_2}{2} V_{T,\text{eff}} \quad (IV-4)$$

L'équation d'équilibre des moments au niveau de l'axe neutre donne :

$$E_C \varepsilon_{FMF-CF} \frac{a^3}{3(h-a)} + b^2 \frac{\sigma_{MF}}{3} + \sigma_{MF} b_1 \left( \frac{b_1}{2} + b \right) + (h-a-\frac{b_2}{3})(\varepsilon_{FMF-CF} - \varepsilon_{FMF}) \mathbf{T_E} E_{\text{textile}} \frac{b_2}{2} V_{T,\text{eff}} = M \quad (IV-5)$$

Ou

$E_C$  est le module d'Young de la matrice utilisée dans les dalles MCP-TRC.

$E_{\text{textile}}$  est le module de rigidité du textile.

$V_{T,\text{eff}}$  est le taux de renfort volumique effectif dans le sens des fils de reprise d'efforts.

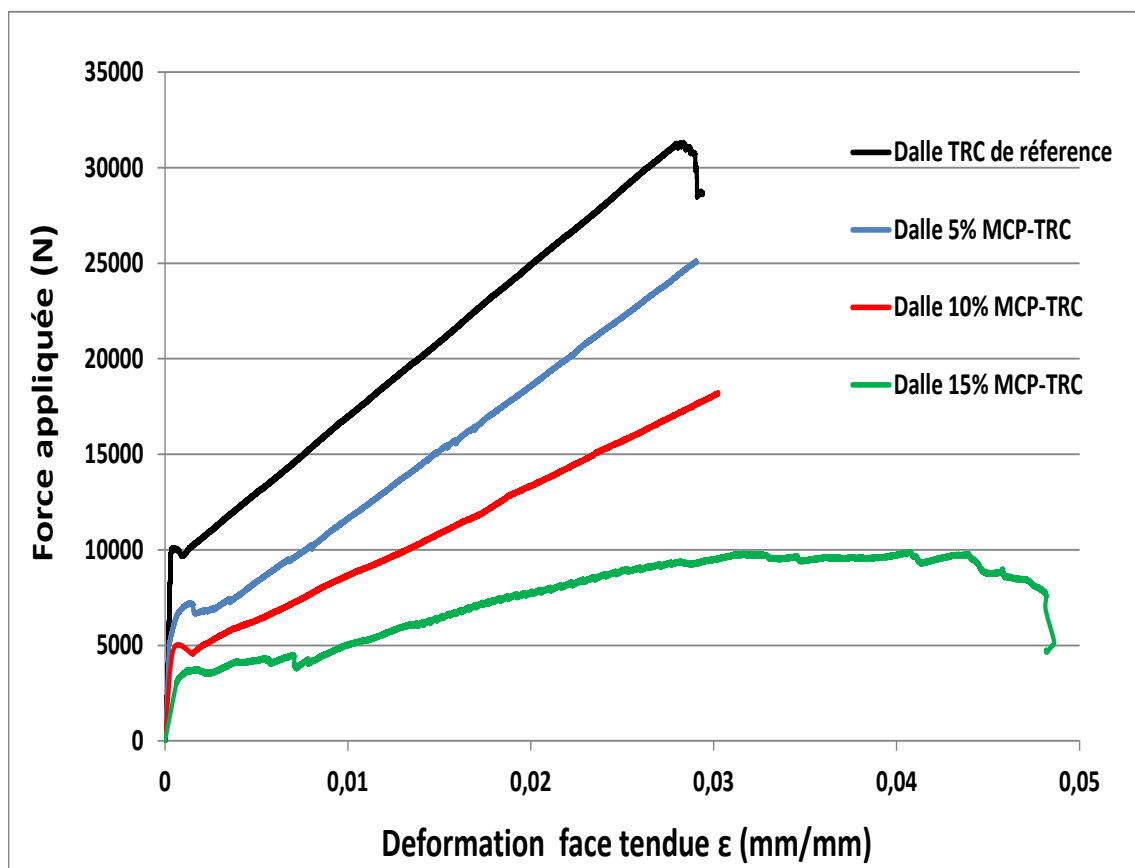
$\mathbf{T_E}$  est le taux de travail en rigidité du textile à déterminer.

$M$  est le moment appliqué sur la dalle .

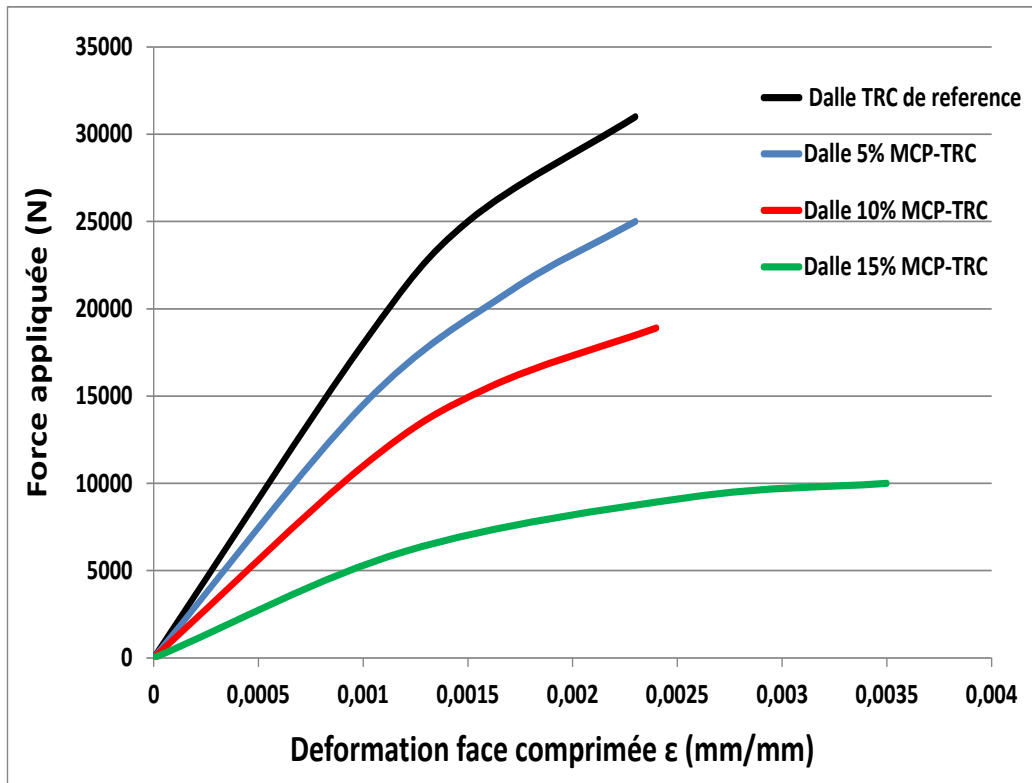
Les paramètres  $\varepsilon_{DMF}$  ,  $\varepsilon_{FMF}$  et  $\sigma_{MF}$  sont tirés directement des lois de comportement des composites MCP-TRC en traction directe en fonction du taux de MCP (section III.3.1.3).

Le système d'équations (IV-1, 2, 3,4,5) peut être résolu et le taux de travail en rigidité déterminé une fois le jeu de paramètres ( $\epsilon_c$ ,  $\epsilon_{FMF-CF}$ ) représentant les déformations dans les fibres extrêmes tendue et comprimée déterminées pour une force  $F$  donnée. Cela peut se faire grâce au capteur LVDT placé au niveau de la face tendue des dalles MCP-TRC à une distance de 1/3 la portée de la dalle par rapport à l'appui et à la jauge de déformation placée au niveau de la face comprimée également à une distance de 1/3 la portée de la dalle par rapport à l'appui. Dès lors, le jeu de données de déformations extrêmes ( $\epsilon_c$ ,  $\epsilon_{FMF-CF}$ ) sur une même section de dalle durant le test de flexion est connu

Les valeurs des déformations en face tendue et en face comprimée dans la section située à une distance de 1/3 la portée de la dalle par rapport à l'appui ( $\epsilon_c$ ,  $\epsilon_{FMF-CF}$ ) en fonction de l'effort appliqué pour chaque dalle MCP-TRC sont présentées **figures IV-14 et 15**



**Figure IV-14** Déformation de la face tendue au tiers de la portée pour chaque dalle

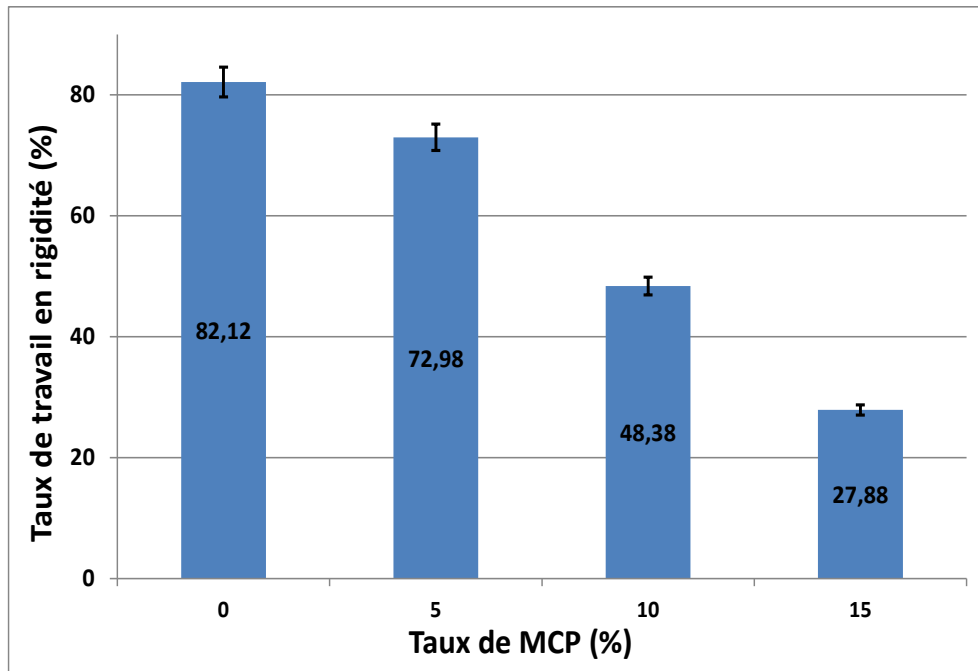


**Figure IV-15** Déformation de la face comprimée au tiers de la portée pour chaque dalle

Ainsi pour chaque dalle MCP-TRC, le système d'équations (IV-1, 2, 3, 4,5) a été résolu pour trois jeux de données ( $\epsilon_c$ ,  $\epsilon_{FMF-CF}$ ) différents et les paramètres  $b, b_1, b_2, a$  et le taux de travail  $T_E$  déterminés. Le taux de travail final pour chaque dalle en MCP-TRC étant donnée la dispersion modérée des résultats est la moyenne des taux de travail pour les trois jeux de données sélectionnés.

Il convient également de souligner que pour chaque jeu de données ( $\epsilon_c$ ,  $\epsilon_{FMF-CF}$ ) sélectionné, il a été vérifié que la déformation de la matrice en face comprimée  $\epsilon_c$  était bien dans la phase de comportement élastique de façon à être dans la plage de validité totale du modèle analytique et en accord avec les hypothèses de bases.

Les résultats en termes de valeurs moyennes du taux de travail en rigidité du renfort textile des dalles MCP-TRC en fonction du taux de MCP sont résumés **figure IV-16**.

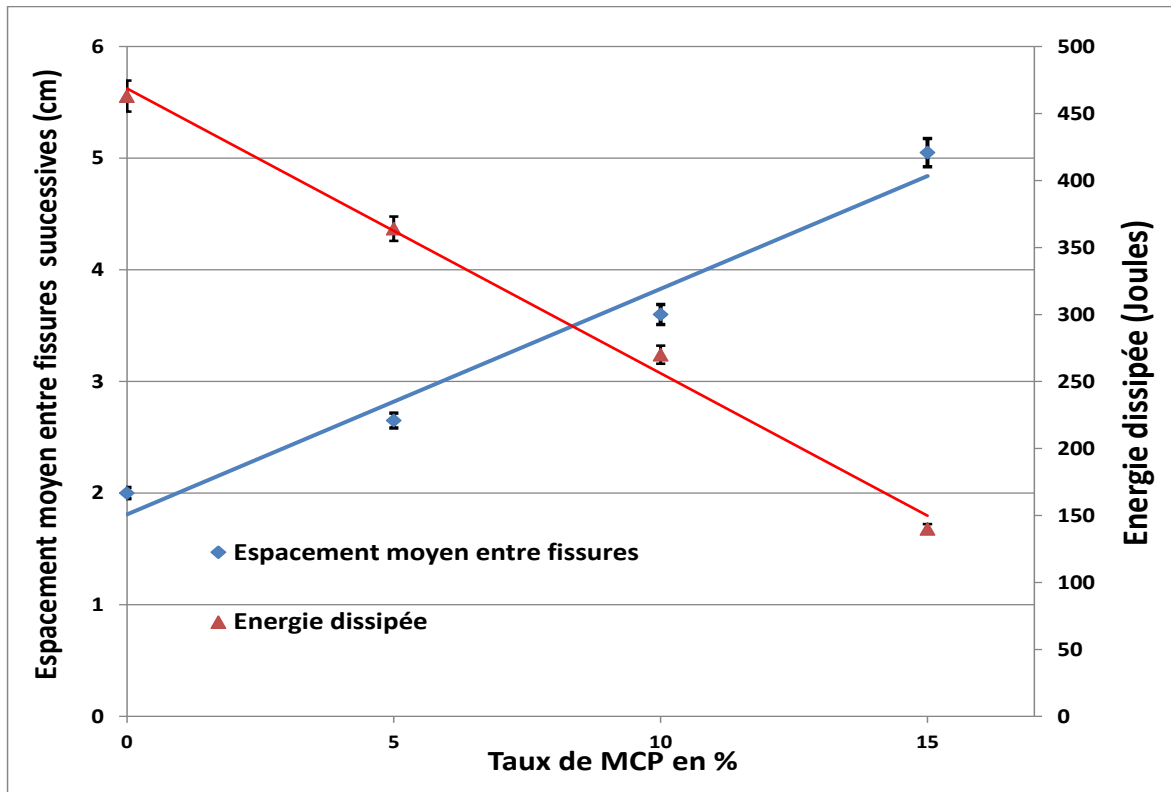


**Figure IV-16** Taux de travail en rigidité du renfort textile des dalles MCP-TRC

La baisse du taux de travail en rigidité du renfort textile des dalles avec l'augmentation du taux de MCP est en accord avec les résultats des analyses du chapitre III sur la caractérisation des composites MCP-TRC. Cela confirme la dégradation de l'intensité d'interaction 'matrice/textile' avec l'augmentation du taux de MCP, qui s'explique par une réduction de la surface d'interaction 'matrice/textile' due aux désordres causés par le MCP à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' et également au niveau des couches interlaminaires.

L'évolution de l'énergie dissipée (aire en dessous des courbes Force vs flèche, **figure IV-8**) ainsi que l'espacement moyen entre fissures successives en face tendue pour les dalles MCP-TRC aux différents taux de MCP sont présentées **figure IV-17**. La disposition des fissures est également présentée **figure IV-18**.

L'augmentation de l'espacement moyen entre fissures avec le taux de MCP, et l'énergie dissipée ayant la tendance inverse confirment la dégradation de l'interaction 'matrice /textile' ainsi que le transfert de charge associé à cette interaction à mesure que le taux de MCP augmente.



**Figure IV-17** Espaceur moyen entre fissures successives et énergie dissipée pour chaque dalle



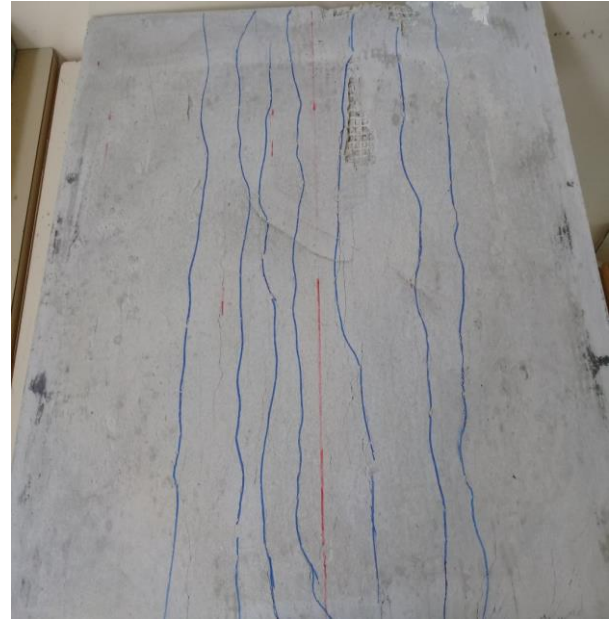
**Dalle TRC de référence**



**Dalle 5% MCP-TRC**



**Dalle 10% MCP-TRC**

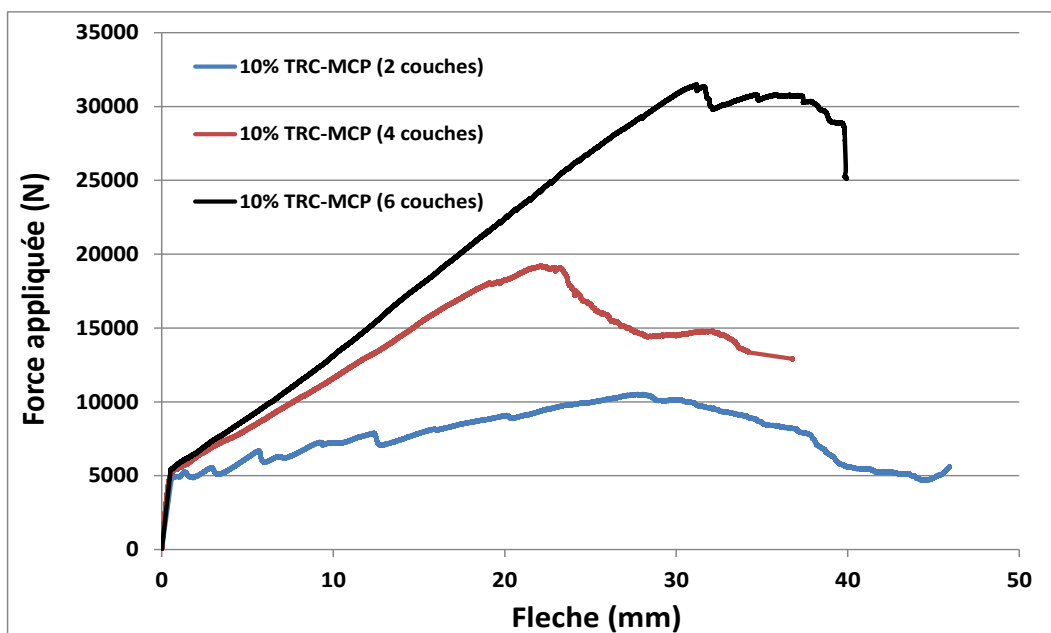


**Dalle 15% MCP-TRC**

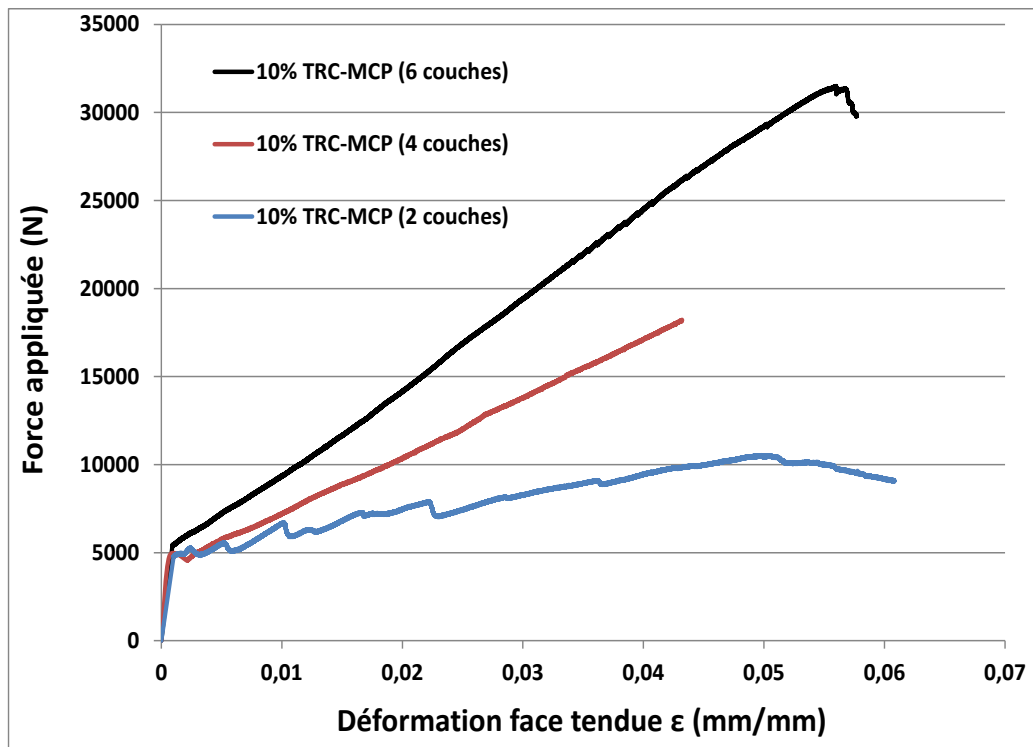
**Figure IV-18** Disposition des fissures Dalle TRC-MCP en face tendue

#### IV.3.1.1.3 Effet du taux de renfort à taux de MCP constant et température constante

Les résultats des tests de flexion trois points en termes de courbes moyennes sur trois dalles (force vs déflexion à mi- portée) et (force vs déformation axiale en face tendue à mi- portée) effectués à une température de 20°C sur la dalle 10% MCP-TRC renforcée par respectivement 2, 4 et 6 couches de textile Verre AR pré-imprégné Latex sont présentés respectivement **figures IV-19** et **figure IV-20**



**Figure IV-19** Courbes force vs flèche dalle 10% MCP-TRC en fonction du taux de renfort



**Figure IV-20** Courbes force vs déformation face tendue à mi-portée dalle 10% MCP-TRC en fonction du taux de renfort

Il peut être constaté une augmentation de 61% en capacité portante et de 30% en flèche à la rupture lors du passage de 4 à 6 couches de textile, le mode rupture est dû à une ruine par écrasement de la matrice en face supérieure comprimée (**figure IV-21**) pour les deux configurations (à 4 et 6 couches de textile).

L'augmentation en capacité portante et en flèche à la rupture lors du passage de 4 à 6 couches de textile s'explique par la position de l'axe neutre plus basse pour la dalle à 6 couches de renfort ce qui induit donc un niveau de sollicitation moindre pour la matrice en face comprimée.

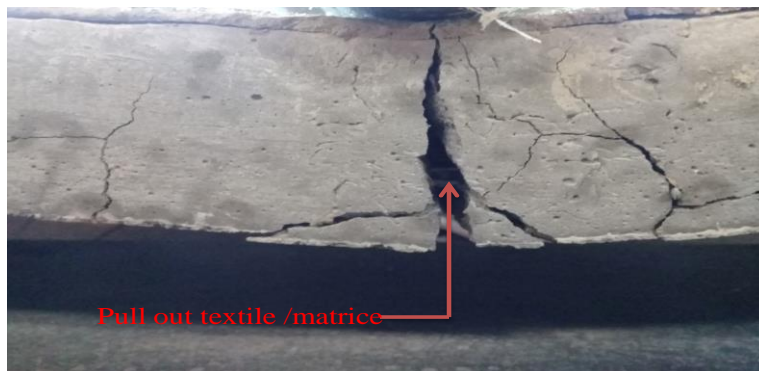
Le passage de 4 à 2 couches de textile entraîne une baisse en capacité portante. De plus l'occurrence d'un pull out 'textile/matrice' à mi-portée au niveau du renfort textile le plus sollicité en traction pour la dalle renforcée par 2 couches a été remarqué, ce qui explique la différence avec la dalle renforcée par 4 couches en termes de flèche à la rupture. Le mode de rupture de la dalle renforcée par 2 couches de textile est dû à un pull out du textile suivi d'une ruine par écrasement en face supérieure comprimée (**figure IV-21**).



**4 couches de renfort , rupture par écrasement de la matrice en face comprimée**



**6 couches de renfort , rupture par écrasement de la matrice en face comprimée**



**2 couches de renfort -Rupture par pull out textile /matrice**



**suivi d'une ruine par écrasement de la matrice en face comprimée**

**Figure IV-21** Mode de rupture dalle 10% MCP-TRC aux différents taux de renforts



Les résultats des tests de flexion sur dalles 10% MCP-TRC aux différents taux de renforts en termes de force et flèche à rupture, taux de travail en rigidité, espacements moyen entre fissures successives (la disposition des fissure est présentée **figure IV-22**) et énergie dissipée sont résumés **tableau IV-3**

Dalle 10% MCP-TRC	2 couches de Textile	4 couches de Textile	6 couches de Textile
Force à rupture (N)	10400±312	19000±570	31200±1000
Flèche à rupture (mm)	27.5±1.0	21.7±1.0	30.5±1.2
Taux de travail en rigidité(%)	16.4±1.0	48.3±1.9	74.1±2.5
Espacement fissures (cm)	4.53±0.2	3.3±0.2	2.6±0.2
Energie dissipée (J)	190±6.0	270±5.0	540±10

**Tableau IV-3** Résultats des tests sur dalles 10% MCP-TRC aux différents taux de renfort



**2 couches de renfort**



**4 couches de renfort**



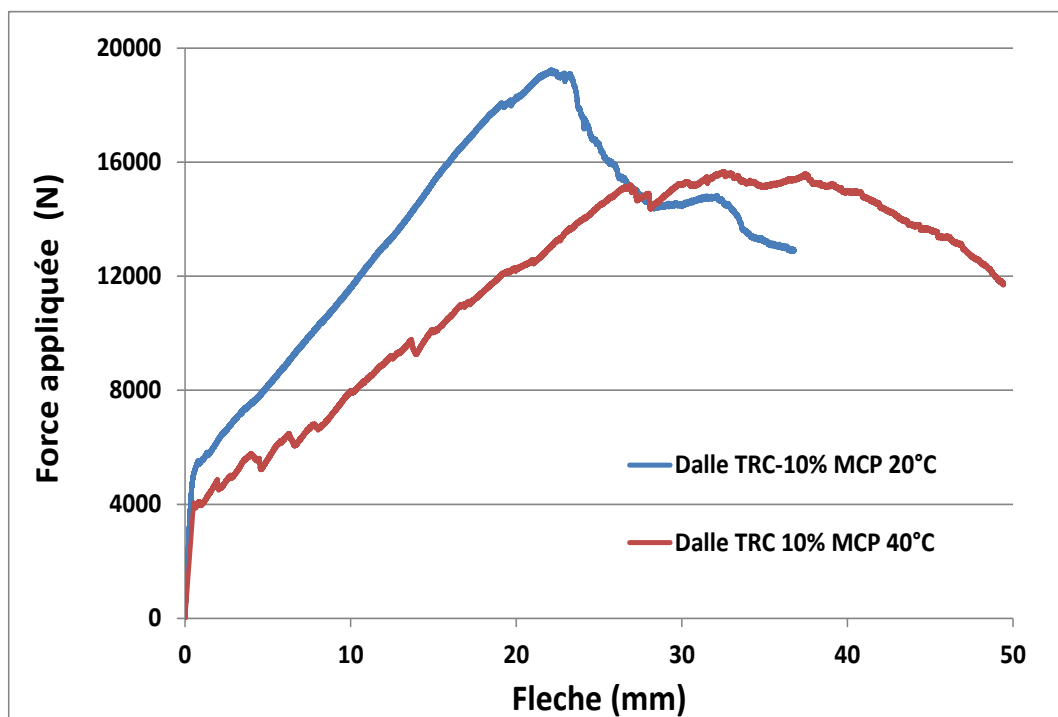
**6 couches de renfort**

**Figure IV-22** Disposition des fissures dalle 10% MCP-TRC aux différents taux de renforts

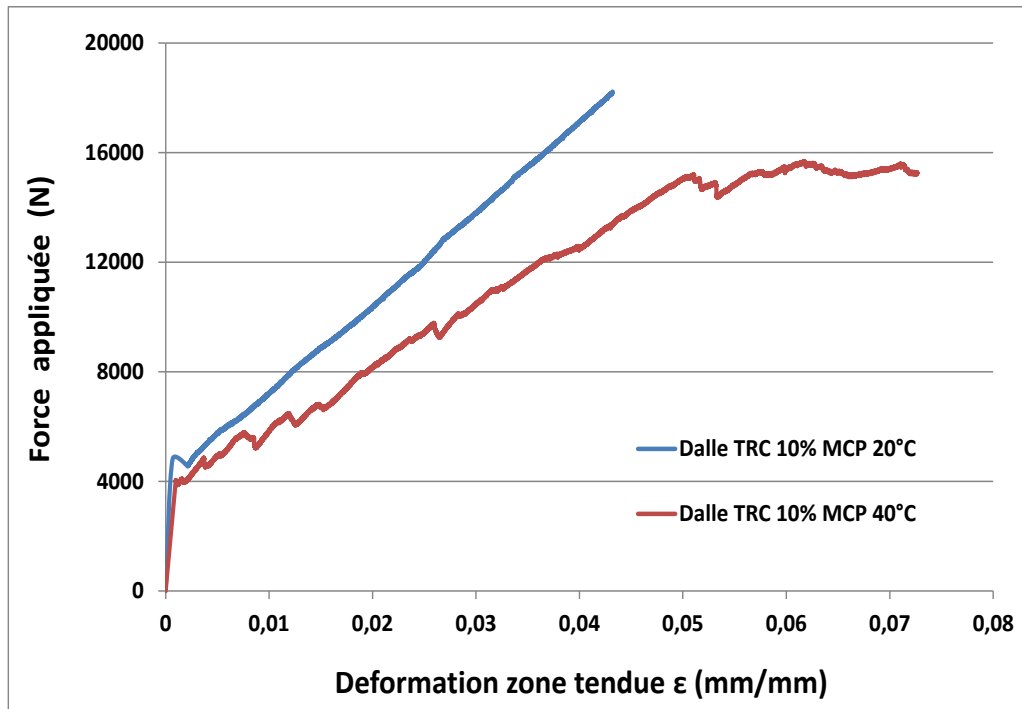
L'augmentation du taux de travail, la diminution de l'espacement moyen entre fissures ainsi que l'augmentation de l'énergie dissipé en augmentant le taux de renfort textile dans les dalles 10% MCP-TRC sont attribuées à une augmentation de la cinétique de transfert de charge 'matrice/textile' qui est elle-même due à une augmentation de la surface d'interaction entre la matrice en MCP-mortier et le renfort textile existant.

#### IV.3.1.1.4 Effet de la température à taux de MCP constant et taux de renfort constant

Les résultats des tests de flexion trois points en termes de courbes moyennes (force vs déflexion à mi-portée) et (force vs déformation axiale en face tendue à mi-portée) sur dalles 10% MCP-TRC renforcées par 4 couches de renfort textile dans les deux configurations suivantes : dalles maintenues à une température de 20°C puis testées à la même température et dalles chauffées à une température de 40°C pendant 24 h puis testées après leur retrait de l'étuve sont présentés respectivement **figures IV-23 et IV-24**.



**Figure IV-23** effet de la température sur le comportement Force vs flèche des dalles 10% MCP-TRC

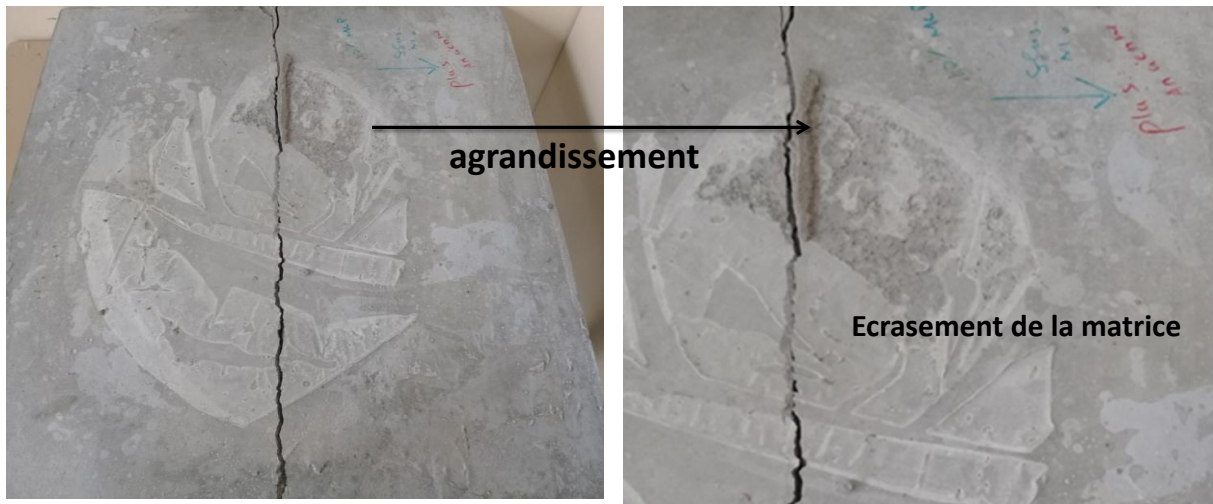


**Figure IV-24** effet de la température sur le comportement Force vs déformation face tendue à mi-portée des dalles 10% MCP-TRC

A partir des résultats présentés **figures IV-23 et 24**, on remarque une légère chute de la force à l'apparition de la première fissure ainsi qu'une dégradation de la capacité portante à rupture de 21% pour la dalle 10% MCP-TRC chauffée à 40° par rapport à la dalle maintenue à 20°C. De surcroit on constate que le mode de rupture de la dalle chauffée à 40°C intervient par délaminage initié entre les deux couches inférieures de textile les plus sollicitées en traction (voir **figure IV-25**) à une force de 15000N (alors que le mode de rupture des dalles 10% MCP-TRC maintenues à 20°C intervient par écrasement de la matrice en face comprimée). Le délaminage se confirme en analysant l'évolution de la déformation en face tendue à mi-portée, ou est constaté un palier de force à 15000N à déformation croissante. La déformation mesurée par le capteur LVDT lors du palier de force (**figure IV-24**) est due au glissement interlaminaire à force quasi constante.

L'analyse plus détaillée de la **figure IV-24** permet également de constater pour la dalle chauffée à 40°C une baisse de 30% de la rigidité en phase II (sur la courbe force vs déformation zone tendue) qui est directement proportionnelle au taux de travail en rigidité du renfort textile. La dégradation du transfert de charge 'matrice/textile' (baisse du taux de travail en rigidité) en plus de la baisse de la résistance au cisaillement de la couche interlaminaire (rupture par délaminage) pour la dalle 10% MCP-TRC chauffée à 40°C sont

dues à l'effet de la microfissuration créée (au niveau de l'interface + dans la couche inter laminaire) par expansion du MCP suite au changement de phase solide-liquide. Ces constatations sont en accord avec les résultats de l'analyse de l'effet de la température sur le comportement en traction des composites MCP-TRC (vu chapitre III, section III.3.1.3)



**Rupture par écrasement dalles 10% MCP-TRC maintenues à 20°C**



**Rupture par délaminage dalles 10% MCP-TRC chauffées à 40°C**

**Figure IV-25** Mode de rupture des dalles 10% MCP-TRC dans les deux configurations de conditionnement en température

Les résultats des tests de flexion sur dalles 10% MCP-TRC dans les deux configurations de conditionnement en température en termes de force et flèche à rupture, taux de travail en

rigidité, espacements de fissures (la disposition des fissures est présentée **figure IV-26**) et énergie dissipée sont résumés **tableau IV-4**

Dalle 10% MCP-TRC	Testée à 20°C	Testée à 40°C
Force à rupture (N)	19000±570	14800±450
Flèche à rupture (mm)	21.7±1.0	26.01±1.0
Taux de travail en rigidité(%)	48.3±1.9	33.2±1.2
Espacement fissures (cm)	3.3±0.2	4.2±0.3
Energie dissipée (J)	270±5.0	247±4.5

**Tableau IV-4** Résultats des tests sur dalles 10% MCP-TRC dans les différentes configurations de conditionnement en température

L'espacement moyen entre fissures successives en face tendue plus faible ainsi que le taux de travail du textile plus élevé (de 30%) pour la dalle maintenue à 20°C par rapport à la dalle chauffée à 40°C (**tableau IV-4** et **figure III-26**) confirment également une dégradation du transfert de charge à l'interface 'matrice/textile' pour la dalle chauffée à 40°C.



**Dalle 10% MCP-TRC chauffée à 40°C**



**Dalle 10% MCP-TRC maintenue à 20°C**

**Figure IV-26** Disposition des fissures dalles 10% MCP-TRC dans les deux configurations de conditionnement en température

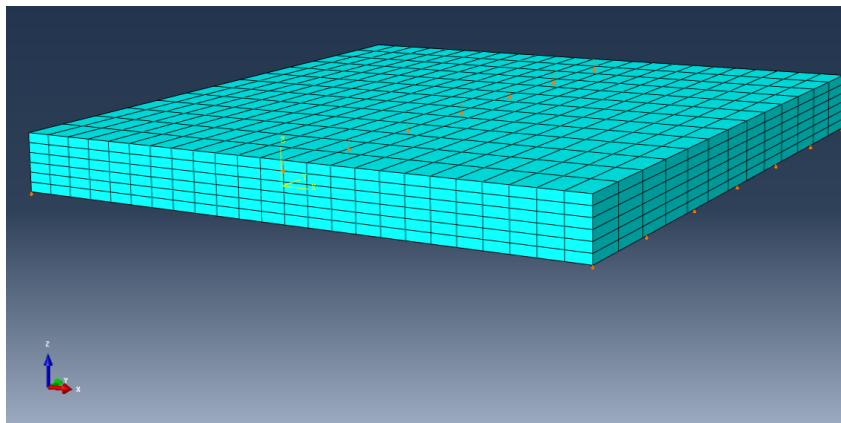
#### IV.3.1.2 Volet modélisation numérique du comportement mécanique des dalles

La proposition de modèles numériques ayant la capacité de prédire le comportement des dalles et panneaux MCP-TRC est primordiale en vue d'une future application de ces modèles dans le cadre de dimensionnement aux états limites et de promouvoir les structures en MCP-TRC.

##### IV.3.1.2.1 Présentation du modèle

Le logiciel commercial ABAQUS [110] a été mobilisé pour modéliser le comportement mécanique des dalles légères MCP-TRC. Une modélisation 3D prenant en compte la forme parallélépipède des dalles a été adoptée. La **figure IV-27** illustre la géométrie et maillage des dalles modélisées sur interface interactive ABAQUS ou des éléments de type 3D stress C3D8R ont été utilisés avec une taille d'arrête de maille de 2 cm dans le sens de la portée des dalles (issue d'une étude d'optimisation sur la taille du maillage)

La dalle est en appuis simple par blocage des nœuds situés à l'extrémité droite et gauche dans le sens Z et sur toute la largeur de la dalle (distance entre appuis de 570 mm comme lors de l'expérimentation). Le chargement est appliqué en déplacement imposé et en quasi statique à 0.2 mm/min sur les nœuds centraux de la dalle et sur toute sa largeur.



**Figure IV-27** Géométrie et maillage des dalles modélisées

Aucune représentation géométrique n'a été faite pour le textile de renfort, dans la mesure où l'apport du textile de renfort sera pris en compte directement dans la loi de comportement utilisée (Approche composite) pour simuler le comportement des dalles.

En effet, la loi de comportement utilisée pour approcher le comportement des dalles est la loi Concrete Damaged Plasticity (CDP) implémentée sous ABAQUS/IMPLICIT.

La loi CDP permet la description du comportement inélastique du béton à la fois en traction et en compression. Elle permet également de capturer les effets irréversibles associés aux mécanismes de fissuration se produisant dans le béton sollicité aussi bien en traction qu'en compression.

Les relations contraintes-déformations qui permettent d'introduire l'endommagement dans le cadre de la loi de comportement CDP sont les suivantes (**figure IV-28**) :

$$\sigma_t = (1 - d_t)E_0 (\varepsilon_t - \varepsilon_t^p) \quad (\text{IV-6})$$

$$\sigma_c = (1 - d_c)E_0 (\varepsilon_c - \varepsilon_c^p) \quad (\text{IV-7})$$

Avec  $d_t = f(\varepsilon_t^p, \theta)$  et  $d_c = f(\varepsilon_c^p, \theta)$ .

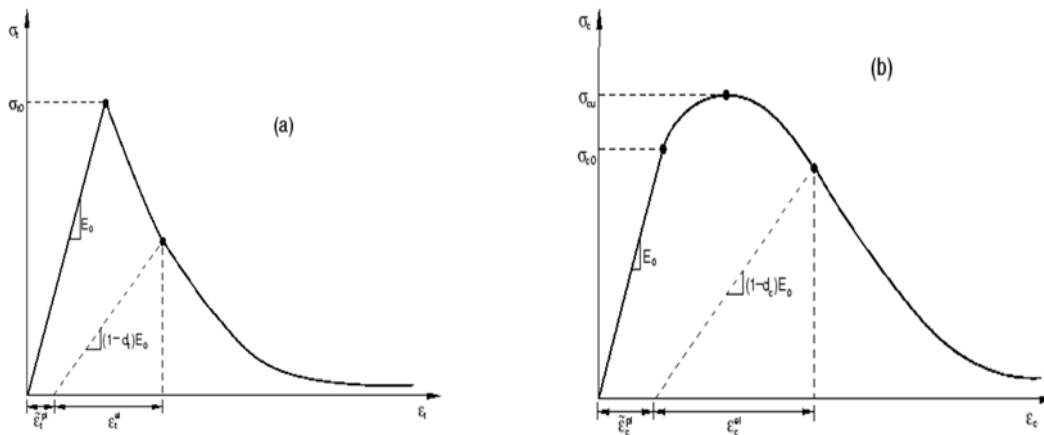
$d_t$ ,  $d_c$  sont respectivement les variables d'endommagement en traction et compression du béton.

$\sigma_t$ ,  $\sigma_c$  sont respectivement les contraintes de traction et de compression lors du chargement.

$E_0$  est le module d'élasticité initiale du béton.

$\varepsilon_t^p$ ,  $\varepsilon_c^p$  sont respectivement les déformations plastiques en traction et compression

$\theta$  est la température



**Figure IV-28** Comportement des bétons en (a) traction et (b) compression selon la loi CDP implémentée sous ABAQUS

L'initiation du comportement non linéaire du béton dans le modèle CDP est basée sur la fonction de plastification proposée par Lubliner et al [111] et tenant compte des ajustements proposés par Lee et Fenves [112], quant aux évolutions distinctes de la résistance à la compression et traction à l'occurrence de la plastification.

La fonction de plastification exprimée en fonction des contraintes effectives est donnée par l'équation suivante (**figure IV-29**):

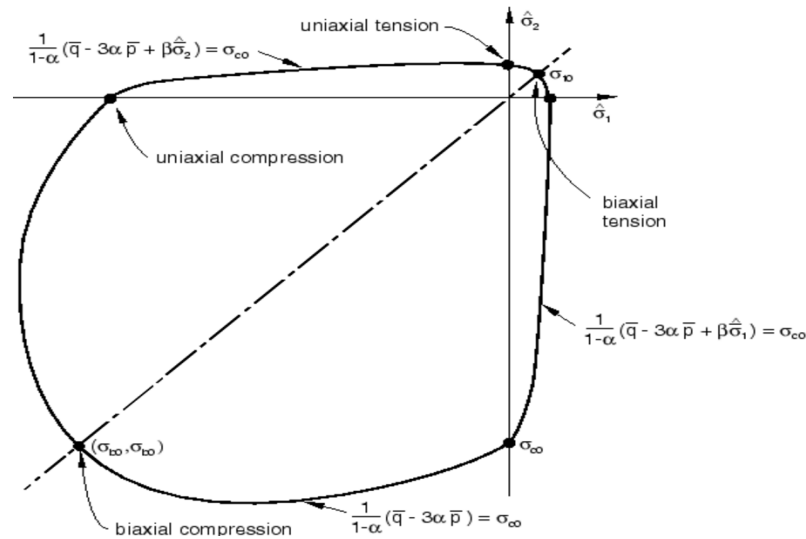
$$F = \frac{1}{1-\alpha} (\bar{q} - 3\alpha\bar{p} + \beta(\varepsilon^{pl})\langle\widehat{\sigma}_{max}\rangle - \gamma\langle-\widehat{\sigma}_{max}\rangle) - \bar{\sigma}_c(\varepsilon_c^{pl}) \leq 0 \quad (IV-8)$$

$$\text{Avec } \alpha = \frac{(\sigma_{b0} / \sigma_{c0}) - 1}{2(\sigma_{b0} / \sigma_{c0}) - 1}, \beta = \frac{\bar{\sigma}_c(\varepsilon_c^{pl})}{\bar{\sigma}_t(\varepsilon_t^{pl})} (1 - \alpha) - (1 + \alpha), \gamma = \frac{3(1 - K_C)}{2K_C - 1}$$

$\bar{p} = -\frac{1}{3} \text{trace}(\bar{\sigma})$  ,  $\bar{p}$  est la pression hydrostatique exprimée en contrainte effective.

$\bar{q} = \sqrt{\frac{3}{2}} (\bar{s} : \bar{s})$  ,  $\bar{q}$  est la contrainte effective de Von mises,  $\bar{s}$  est la partie déviatorique du tenseur des contraintes effectives

$\bar{\sigma}_c(\varepsilon_c^{pl})$  contrainte effective de compression,  $\bar{\sigma}_t(\varepsilon_t^{pl})$  contrainte effective de traction,  $\langle\widehat{\sigma}_{max}\rangle$  contrainte effective principale maximale,  $\frac{\sigma_{b0}}{\sigma_{c0}}$  limite élastique de compression équilibriaxiale sur limite élastique de compression uniaxiale,  $K_C$  est le rapport entre l'invariant de mises sur le méridien de traction et sur le méridien de compression  $K_C \approx 0.666$  .



**Figure IV-29** fonction de plastification, loi de comportement CDP sous ABAQUS

La loi d'écoulement de la loi CDP est une fonction hyperbolique G de Drucker-Prager avec

$$G = \sqrt{(\varepsilon \sigma_{t0} \text{tang}\psi)^2 + \bar{q}^2} - \bar{p} \text{tang}\psi$$



$\psi$  est l'angle de dilatation mesuré dans le plan p-q à haute pression de confinement et  $\varepsilon$  est l'excentricité de la surface potentielle dans le domaine plastique.

La loi d'écoulement plastique s'écrit  $\dot{\varepsilon}^{pl} = \dot{\lambda} \frac{\partial G}{\partial \bar{\sigma}}$  avec  $\dot{\lambda}$  multiplicateur plastique.

L'utilisateur du logiciel ABAQUS et de la loi CDP doit définir point par point les lois de comportement en traction et compression ( $\sigma$ ,  $\varepsilon$ ) du béton constituant la structure à modéliser. Ces lois de comportement sont généralement issues d'essais expérimentaux.

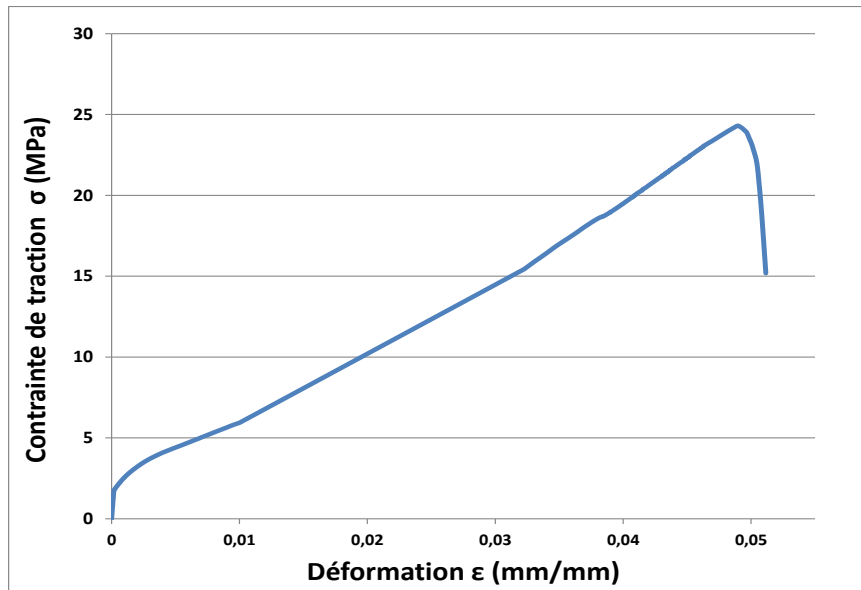
La définition des lois de comportement en traction et compression permettra ensuite au logiciel de calculer la fonction de plastification (Yield surface).

Cependant, la loi de comportement CDP a été initialement développée et implémentée sous ABAQUS pour modéliser le comportement du béton sans renfort en prenant en compte son caractère élastique fragile en traction et élasto-plastique avec endommagement en compression

L'utilisation de la loi CDP a été détournée dans le cadre de cette étude pour la modélisation du comportement mécanique des dalles MCP-TRC comprenant un comportement élasto-plastique avec écrouissage et endommagement en traction (dû à l'effet du renfort textile) et élasto-plastique avec endommagement en compression.

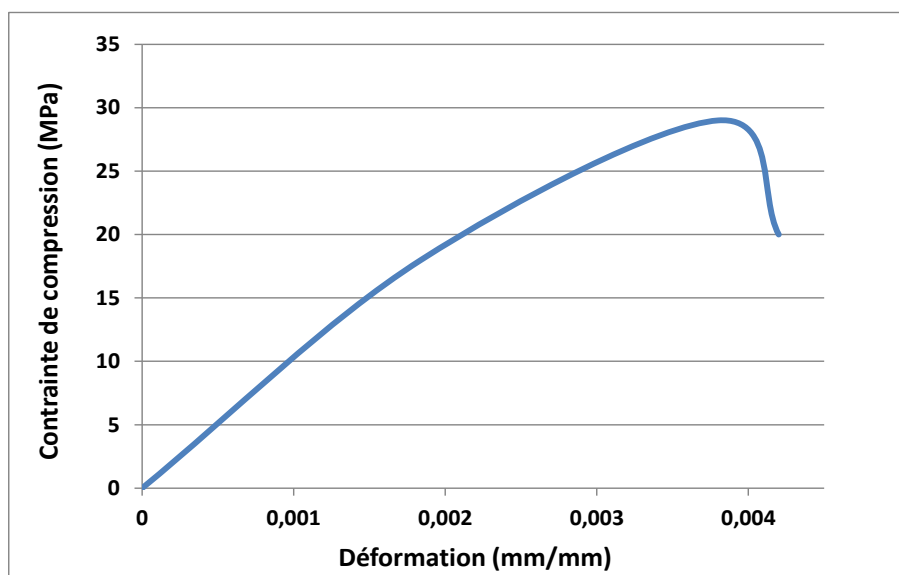
Pour cela et afin de tenir compte de l'effet du renfort textile, la loi de comportement tri-linéaire issue des essais expérimentaux en traction (avec imprégnation Latex) sur composite MCP-TRC (en fonction du taux de MCP dans la dalle) a été introduite point par point lors de la définition de loi de comportement de la dalle en traction. Aussi, la loi de comportement de la matrice MCP-mortier en compression (en fonction du taux de MCP dans la dalle) a été introduite point par point pour définir la loi de comportement de la dalle en compression.

Par exemple pour la dalle 10% MCP-TRC (dont le comportement a été modélisé pour valider le modèle proposé), la loi de comportement du composite 10% MCP-TRC (voir **figure IV-30**) a été introduite point par point pour définir la loi de comportement de la portion tendue de la dalle durant le chargement.



**Figure IV-30** Loi de comportement en traction de la portion tendue de la dalle (loi de comportement du composite 10% MCP-TRC (avec pré-imprégnation en traction))

La loi de comportement de la matrice 10% MCP-mortier en compression a également été introduite point par point pour définir la loi de comportement de la portion comprimée de la dalle (**figure IV-31**).

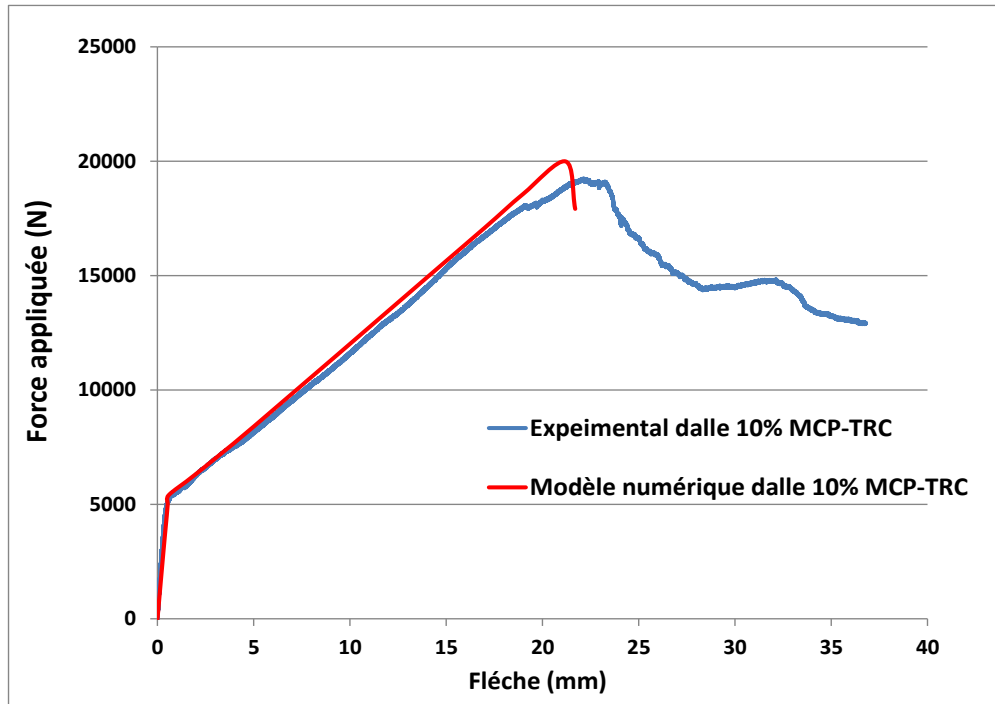


**Figure IV-31** Loi de comportement de la portion comprimée de la dalle (loi de comportement de la matrice 10% MCP-mortier en compression)

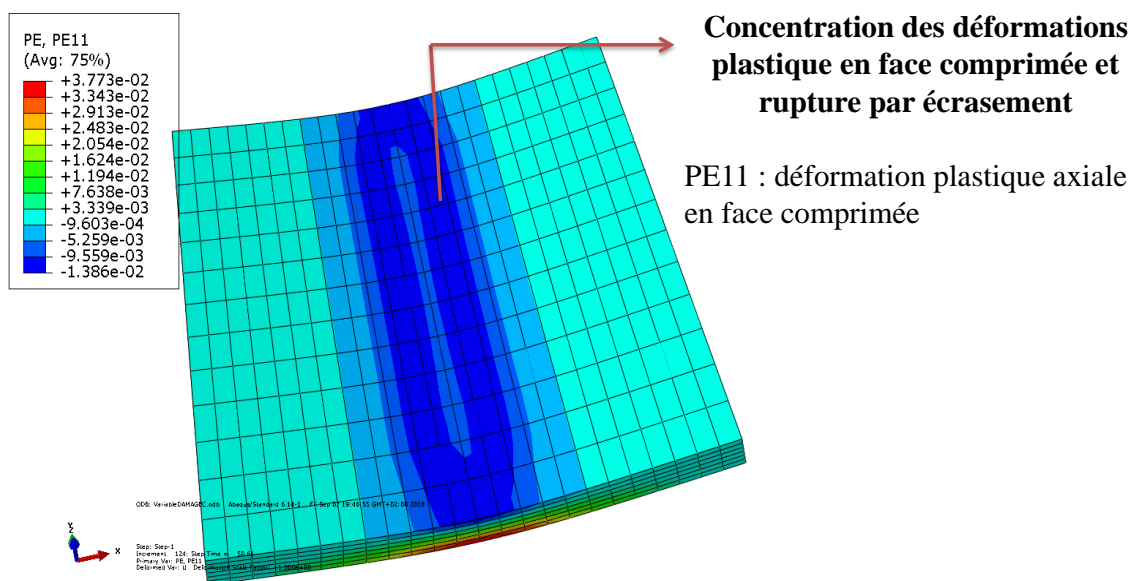
#### IV.3.1.2.2 Validation du modèle

Le modèle numérique proposé a été comparé au résultat expérimental sur dalle 10% MCP-TRC renforcée par 4 couches de renfort (maintenue et testée à 20°C) en termes de force vs flèche à mi-portée. Les deux courbes (expérimentale et numérique) sont présentées **figure IV-**

Il peut être remarqué une très bonne concordance entre le résultat prédit par le modèle numérique et le résultat de l'expérimentation, de surcroît le mode de rupture par écrasement en face supérieure de la dalle a également été prédit par le modèle. En effet une concentration de déformations plastiques induisant la rupture en face comprimée à une force  $F= 1990 \text{ N}$  a bien été détectée par le modèle (voir **figure IV-33**).



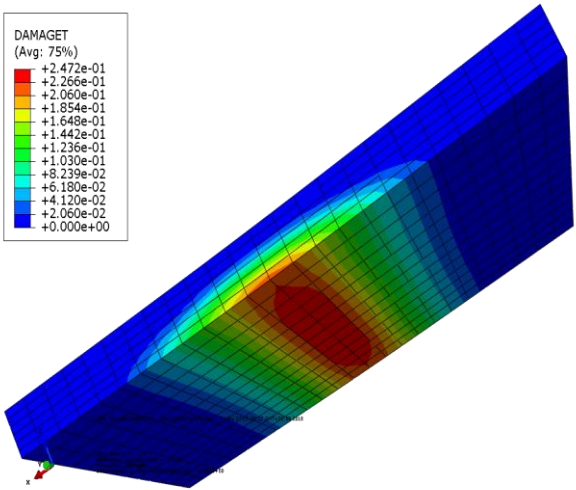
**Figure IV-32** Confrontation du résultat du modèle numérique vs résultat expérimental en termes de Force vs flèche à mi-portée



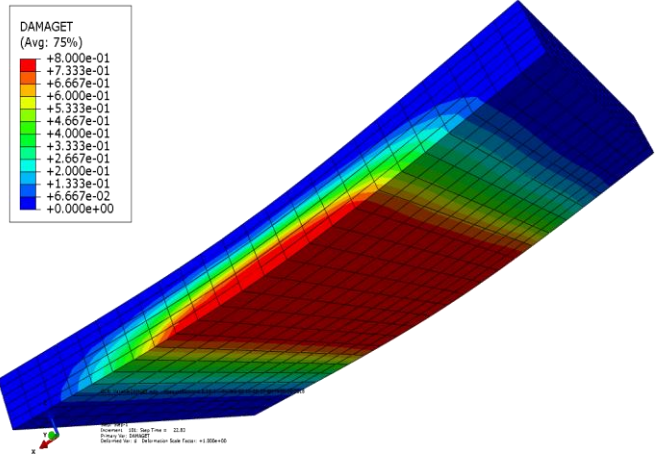
**Figure IV-33** Mode de rupture par écrasement prédit numériquement

La phase de multifissuration de la matrice MCP-mortier en face tendue et la phase de transmission de l'effort au renfort textile sont également détectées numériquement par le modèle.

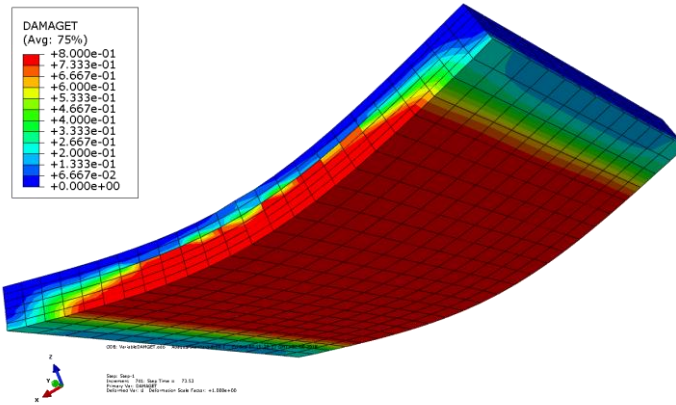
Pour la phase de multifissuration de la matrice MCP-mortier, la variable d'endommagement 'DAMAGET' détecte l'occurrence de l'endommagement au niveau de la matrice à chaque fois que la contrainte en zone tendue atteint la limite élastique de la matrice, cette variable est proportionnelle au niveau de déformation inélastique en zone tendue. La **figure IV-34** illustre l'évolution de cette variable au cours du chargement.



A-variable d'endommagement DAMAGET à F= 5000 N (initiation de l'endommagement)



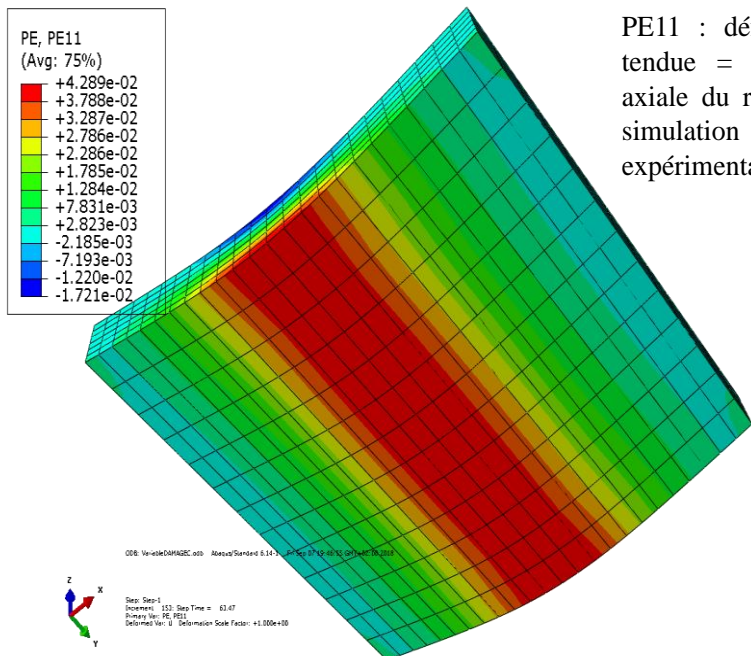
C-variable d'endommagement DAMAGET à F= 9000 N (phase de reprise d'effort par le textile)



c-variable d'endommagement DAMAGET à rupture F= 19990 N

**Figure IV-34** Variable d'endommagement en traction durant le chargement (10% MCP-TRC)

Le transfert de charge au renfort textile se traduit numériquement par l'apparition d'une déformation plastique en zone tendue, cette déformation plastique correspond à la déformation d'allongement du renfort textile. La **figure IV-35** illustre l'évolution de la déformation plastique en face tendue le long de la portée de la dalle à rupture, une déformation de 0.042 a été prédite par le modèle à la rupture, ce qui correspond à un écart de 7% par rapport aux constatations expérimentales.



PE11 : déformation plastique axiale en face tendue = 0,042 représentant la déformation axiale du renfort textile (écart de 7% entre la simulation numérique et le résultat expérimental)

**Figure IV-35** Déformation plastique en face tendue à rupture

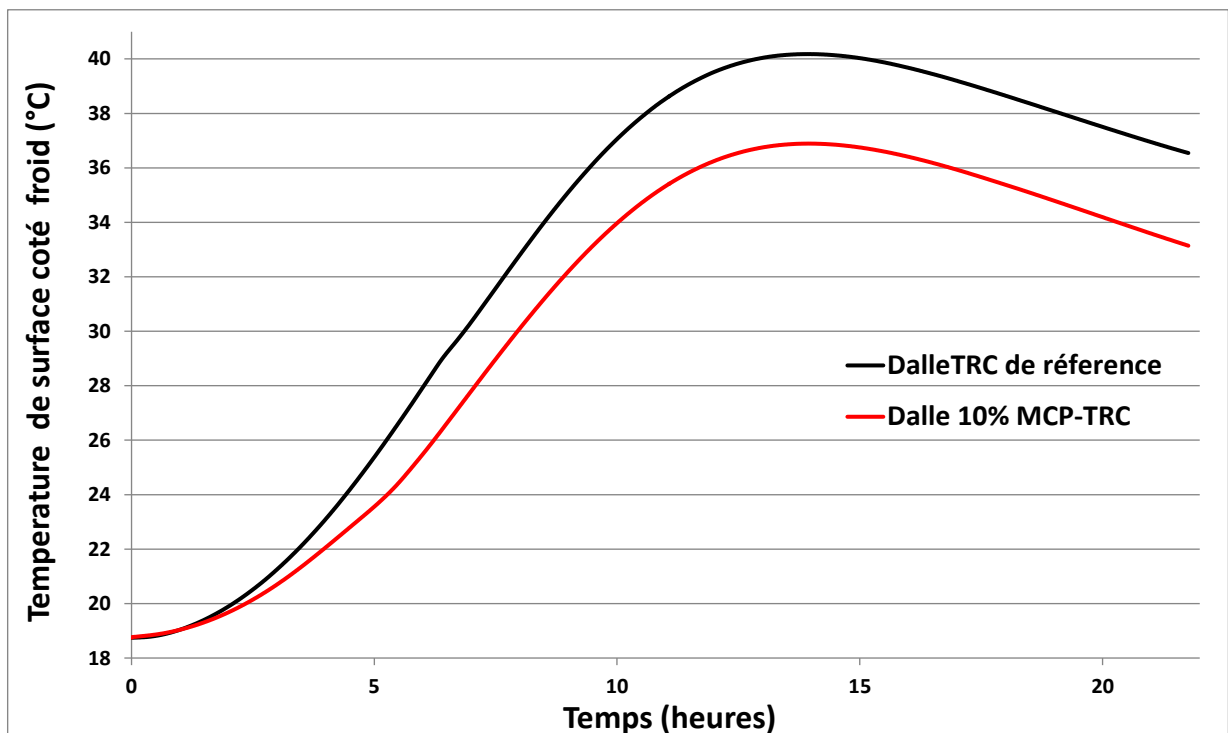
Le modèle adopté peut être considéré comme validé. Son exploitation plus approfondie est de nature à mieux saisir les singularités de comportement, et surtout de s'affranchir, dans une large part, de campagnes expérimentales coûteuses et parfois fastidieuses en vue d'une optimisation mécanique aboutie.

### IV.3.2 Performances thermiques des dalles

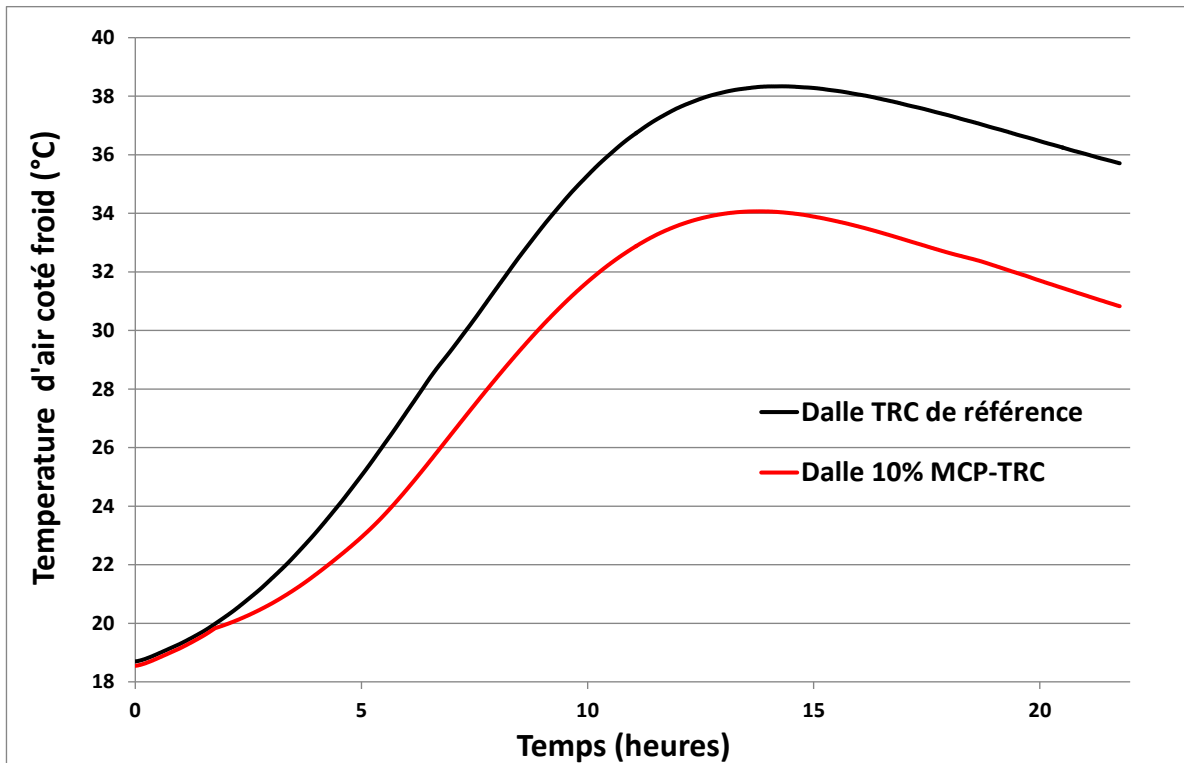
#### IV.3.2.1 Volet expérimental

Les résultats des tests d'inertie thermique sur dalles (1010 mm×1010 mm×45 mm) de type 10% MCP-TRC et dalle TRC de référence en termes de température de surface des échantillons testés et température d'air au niveau de l'enceinte froide (coté froid) suite au scénario décrit section IV.2.2.3 (chauffage de 17 à 45°C dans l'enceinte chaude, l'enceinte froide est libre de toute sollicitation) sont présentés **figure IV-36** ci-dessous :

Les courbes présentées ci-dessous sont des courbes moyennes sur deux échantillons testés pour chaque configuration de dalle :



-a- Température de surface des échantillons dans l'enceinte froide



-b- Température d'air dans l'enceinte froide

**Figure IV-36**—a- température de surface des échantillons côté froid (enceinte froide) et —b- température d'air côté froid.

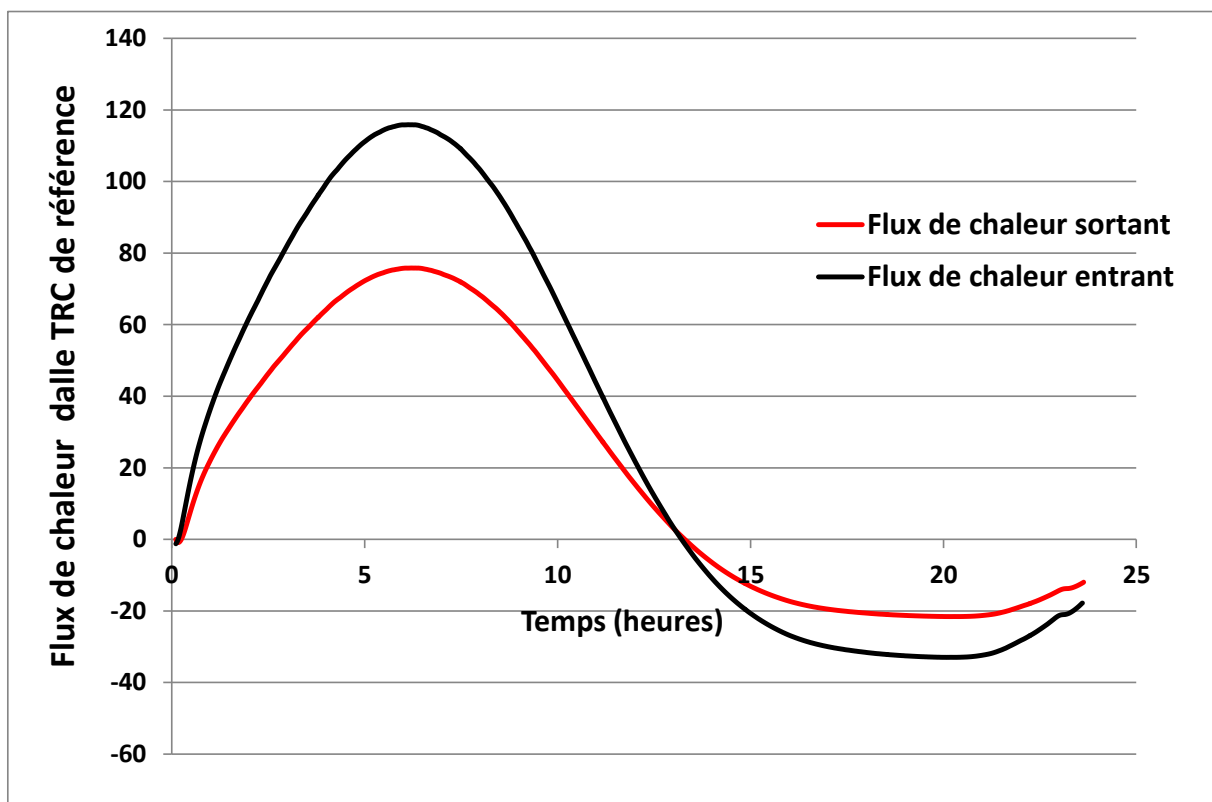
On peut observer que la température de surface côté froid pour la dalle 10% MCP-TRC (**figure IV-36-a**) augmente avec une vitesse presque identique à celle de la dalle TRC de référence dans la plage de température [18,7 -20 °C]. En contraste lorsque la température de surface atteint [23-27°C] un net ralentissement de la vitesse d'augmentation de la température apparaît pour la dalle 10% MCP-TRC en raison du changement de phase du MCP (augmentation de la chaleur spécifique du MCP et absorption de chaleur disponible par effet de chaleur latente de changement de phase) alors que la vitesse d'augmentation de la température reste inchangée pour la dalle TRC de référence.

En parallèle, la vitesse d'augmentation de la température de l'air (**figure IV-36-b**) dans l'enceinte froide (qui représente le ressenti intérieur) présente également un ralentissement dans la plage de température [20-24°C] pour la dalle 10% MCP-TRC alors qu'elle reste inchangée pour la dalle TRC de référence. Le léger décalage entre les deux plages d'occurrence du ralentissement de la vitesse d'augmentation de la température (entre les indications des capteurs de température de surface et capteurs de température d'air côté froid)

est dû à un écart attribué au transfert de chaleur par convection de la surface de l'échantillon côté froid vers l'air intérieur.

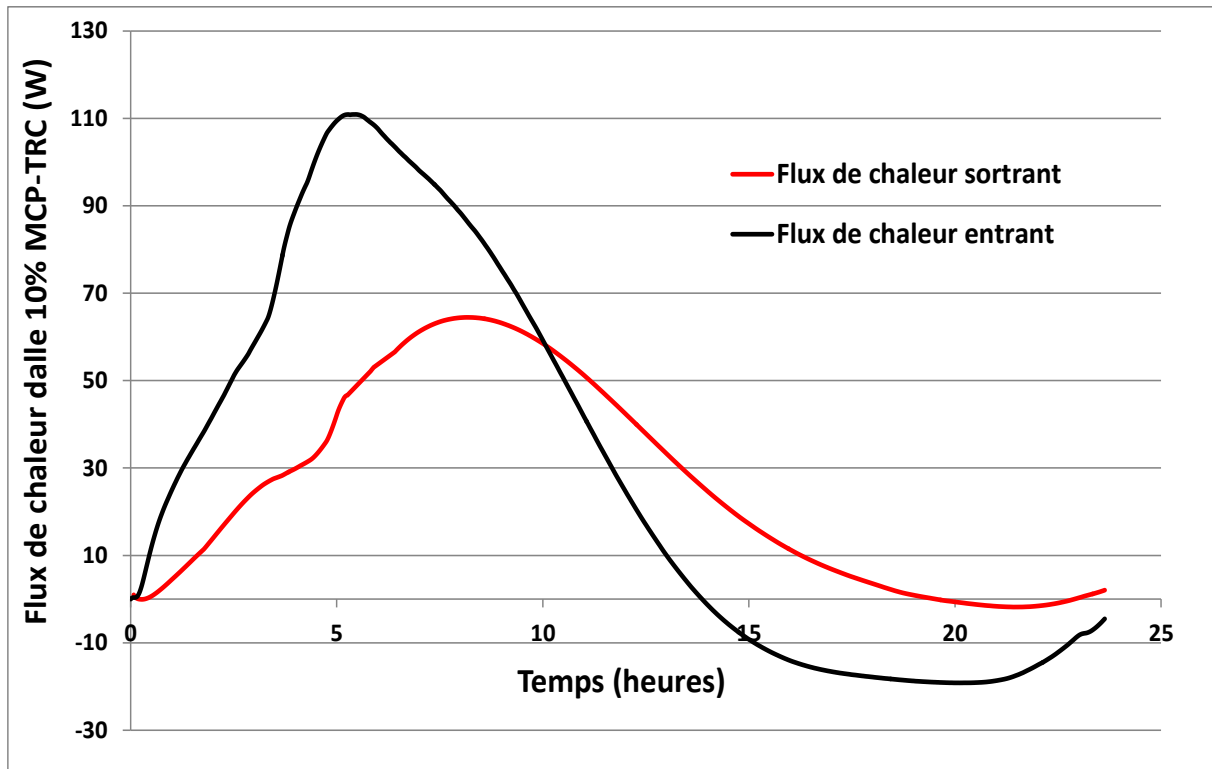
On peut observer que la dalle 10% MCP-TRC présente des températures de surface et d'air aux pics inférieures à celles de la dalle TRC de référence pendant le processus de chauffage. En effet, des réductions de 3,6 °C pour la température de surface au pic et de 4°C pour la température de l'air intérieur au pic sont constatées. Une partie de cette baisse en pic de températures est attribuée au changement de phase du MCP dans la plage [23-27°C], elle est égale à  $\approx 2.5^{\circ}\text{C}$ , le reste est imputé à la baisse de la conductivité thermique de la dalle 10% MCP-TRC par rapport à la dalle TRC de référence (attribuée à une augmentation de la porosité interne dans la matrice 10% MCP-mortier et à la faible conductivité thermique du MCP même).

Afin de comparer les capacités de stockage de chaleur des dalles TRC de référence et 10% MCP-TRC, il convient d'analyser les flux de chaleur entrant à travers la face située côté chaud (côté enceinte chaude) et sortant à travers la face située côté froid (côté enceinte froide) pour les deux configurations de dalles , ceux-ci sont présentés **figures IV-37 et IV-38**.



**Figure IV-37** Evolution des flux de chaleur entrants et sortants dalle TRC de référence





**Figure IV-38** Evolution des flux de chaleur entrants et sortants dalle 10% MCP-TRC

L'analyse des flux de chaleur de la dalle 10% MCP-TRC montre un déphasage du flux sortant par rapport au flux entrant de l'ordre de 3h au pic. Ce déphasage est attribué à l'absorption de chaleur latente par le MCP qui retarde l'avancée du front de chaleur de la face de l'échantillon du côté chaud (flux entrant) vers l'autre face du côté froid (flux sortant). Une claire inflexion de la courbe du flux sortant est visible entre 3.5 et 5.5 heure due à l'effet du MCP, ce phénomène n'est pas observé pour la dalle TRC de référence.

L'évaluation de l'énergie stockée en phase de chauffage pour les deux configurations de dalles peut être faite en intégrant la différence entre le flux entrant et le flux sortant sur la durée de chauffage (équation IV-9)

$$Q_{\text{stockée,exp}} = \int_0^{t_{\text{chauffage}}} (\phi_{p,\text{entrant}} - \phi_{p,\text{sortant}}) dt \quad (\text{IV-9})$$

Avec :

$Q_{\text{stockée,exp}}$  : est la chaleur stockée expérimentale.

$\phi_{p,\text{entrant}}$  : flux entrant à travers le caisson chaud (donné par le capteur de flux du côté chaud)

$\phi_{p,\text{sortant}}$  : flux sortant à travers le caisson froid (donné par le capteur de flux du côté froid).

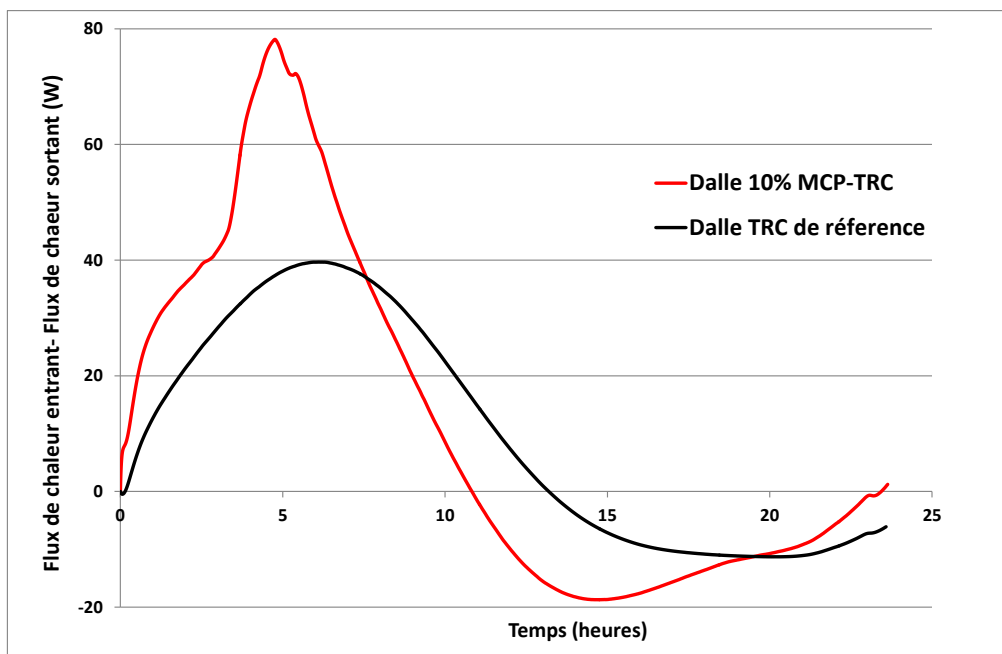
$t_{\text{chauffage}}$  est le temps de chauffage.

La différence (flux entrant – flux sortant) pendant la phase de chauffage pour les deux configurations de dalles est présentée **figure IV-39**. L'énergie stockée pour chaque configuration représente l'aire sous la courbe de différence de flux dans **la figure IV-39**, celle-ci est donnée pour chaque configuration dans le **tableau IV-5**.

Le rendement  $T_{\text{ther}}$  (%) de la dalle 10% MCP-TRC défini comme étant ( $T_{\text{ther}} = \frac{Q_{\text{stockée,exp}}}{Q_{\text{stockée,théo}}}$ ) est également indiqué **tableau IV-5**, avec  $Q_{\text{stockée,théo}}$  la chaleur stockée théorique (évaluée en considérant la chaleur spécifique théorique du MCP présentée (chapitre II, **figure II-1**) puis en effectuant un calcul numérique en considérant le même scénario imposé aux dalles.

$Q_{\text{stockée,exp}}$ dalle TRC de référence (kJ)	1105.2±42
$Q_{\text{stockée,exp}}$ dalle 10% MCP-TRC (kJ)	1504.8±60
$Q_{\text{stockée,théo}}$ dalle 10% MCP-TRC	1580
$T_{\text{ther}}$ (%) dalle 10% MCP-TRC	95

**Tableau IV-5** Chaleurs stockées dans les dalles



**Figure IV-39** Flux entrant-flux sortant pour les deux configurations de dalles

Il peut être conclu après analyse de la **figure IV-39** ainsi que le **tableau IV-5** que la dalle 10% MCP-TRC présente un gain en capacité de stockage en chaleur de l'ordre de 30% par

rapport à la dalle TRC de référence, et que le rendement des MCPs incorporés est quasiment entièrement conservé. Ce résultat explicitant la conservation du potentiel de stockage en chaleur des MCPs utilisés dans le cadre de cette étude malgré l'endommagement d'une partie des microcapsules (en accord avec les prédictions de l'analyse DSC et FTIR chapitre II) est d'un intérêt majeur en vue d'une projection dans une logique industrielle.

#### IV.3.2.2 Volet modélisation numérique du comportement thermique des dalles

##### IV.3.2.2.1 Présentation du modèle

Le test d'inertie thermique sur dalles 10% MCP-TRC décrit section IV.2.2.3 a été simulé sous logiciel ABAQUS par discrétisation aux éléments finis de l'équation de transfert de chaleur exprimée comme suit :

$$\frac{\partial T(x,t)}{\partial t} = \frac{\lambda_{dalle}}{Cp_{dalle} \rho_{dalle}} \left[ \frac{\partial T(x,t)}{\partial x^2} + \frac{\partial T(x,t)}{\partial y^2} + \frac{\partial T(x,t)}{\partial z^2} \right] \quad (IV-10)$$

$Cp_{dalle}$  est la chaleur spécifique de la dalle 10% MCP-TRC ( $kJ \cdot kg^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}$ ).

$\rho_{dalle}$  est la masse volumique de la dalle 10% MCP-TRC ( $kg \cdot m^{-3}$ ).

$\lambda_{dalle}$  est la conductivité thermique de la dalle 10% MCP-TRC. ( $W \cdot m^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}$ ).

T est la température sur chaque nœud de la dalle 10% MCP-TRC ( $^\circ C$ ).

La condition aux limites à chaque incrément de temps t permettant d'initier les calculs de variation de température dans chaque nœud de la dalle est la suivante :

$$q_{convec\ chaud} = h_{chaud} (T_{air\ chaud} - T_{parois\ chaud}) \quad (IV-11).$$

Avec

$q_{convec\ chaud}$  est le flux thermique convectif dans l'enceinte chaude créée par la source de chaleur (les résistances chauffantes)

$T_{air\ chaud}$  est la température d'air à chaque incrément de temps t dans l'enceinte chaude.

$T_{parois\ chaud}$  est la température de la parois de la dalle du côté chaud à incrément t.

$h_{chaud}$  est le coefficient de convection de l'enceinte chaude (évalué expérimentalement =  $17 W \cdot m^{-2} \cdot ^\circ C^{-1}$ ).

L'effet du MCP est pris en compte lors la résolution de l'équation (IV-10) à travers l'intégration d'une chaleur spécifique homogène de la dalle 10% MCP-TRC  $C_{p,dalle}(T)$  qui dépendra de la température de la dalle et donc de la chaleur spécifique du MCP (la chaleur spécifique du MCP qui augmente significativement dans sa plage de change de phase).

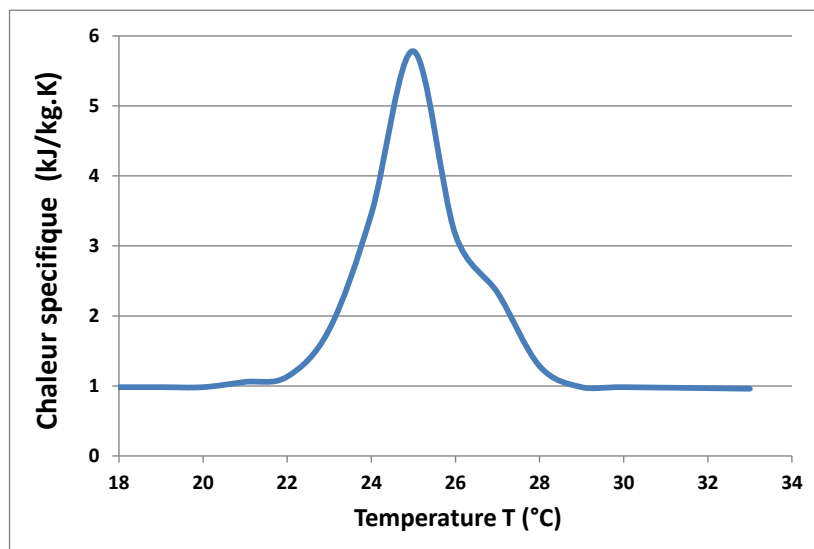
La chaleur spécifique homogène de la dalle  $C_{p,dalle}(T)$  peut être évaluée par la loi des mélanges. En effet la conservation du MCP de son potentiel de stockage de chaleur après son intégration dans la matrice cimentaire (malgré l'endommagement d'une partie des microcapsules) nous permet d'utiliser cette hypothèse simplificatrice.

$$C_{p,dalle}(T) = C_{p,mortier}(T) \eta_{mortier} + C_{p,MCP}(T) \eta_{MCP} \quad (IV-12).$$

$C_{p,mortier}(T)$ ,  $C_{p,MCP}(T)$  sont respectivement la chaleur spécifique (kJ/Kg.K) du mortier et de la poudre de MCP ( $C_{p,MCP}(T)$  est variable en fonction de la température, voir **figure II-1**)

$\eta_{mortier}$   $\eta_{MCP}$  sont respectivement les taux massique du mortier et la poudre MCP dans les dalles MCP-TRC.

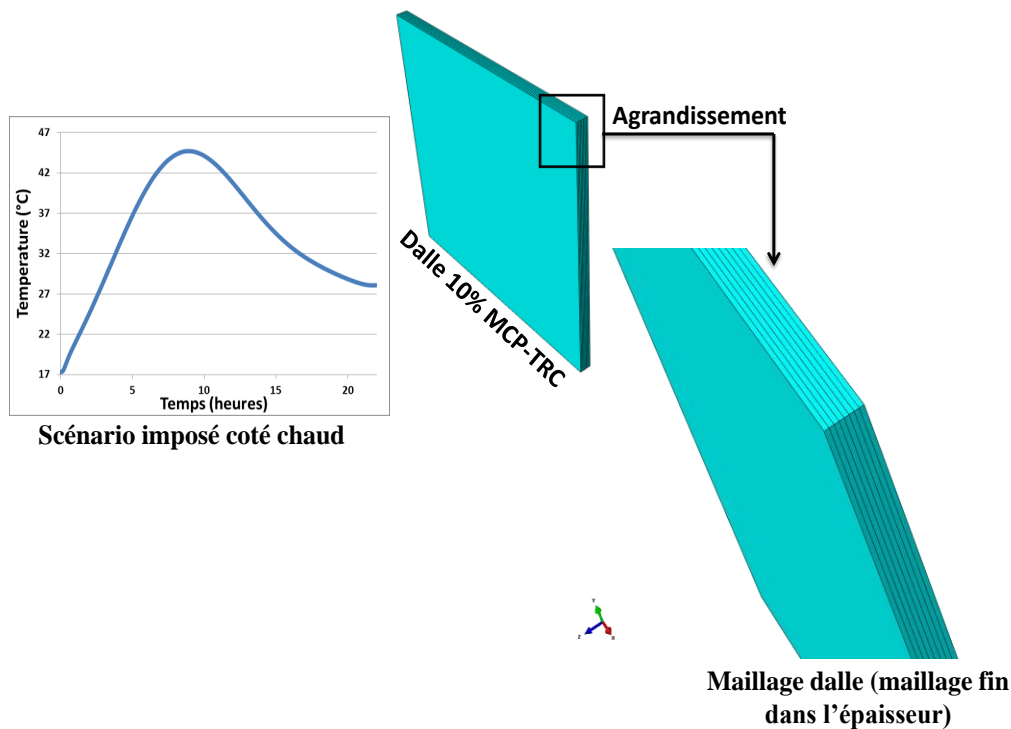
La chaleur spécifique homogène de la dalle 10% MCP-TRC est présentée **figure IV-40**



**Figure IV-40** Chaleur spécifique homogène dalle 10% MCP-TRC

La conductivité thermique de la dalle 10% MCP-TRC  $\lambda_{dalle} = 0.76 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$  (évaluée lors des tests de conductivité thermiques sur composites MCP-TRC section III.3.3).

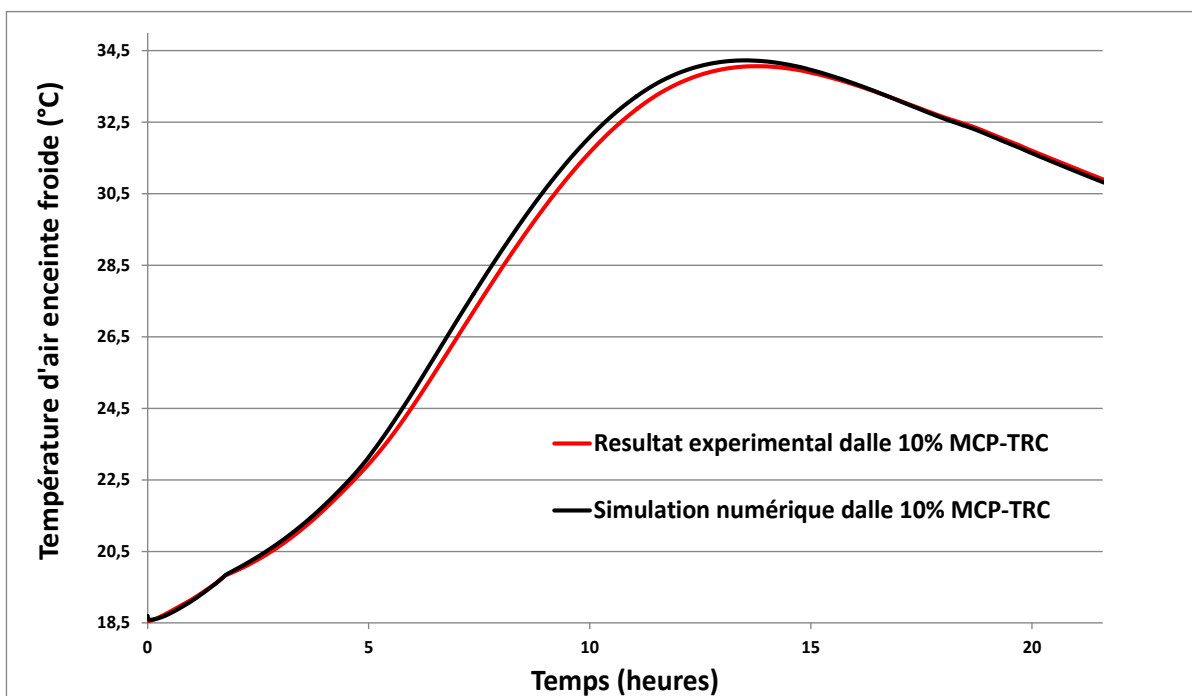
-Un maillage fin sur l'épaisseur de la dalle ( $1.01 \times 1.01 \times 0.045 \text{ m}$ ) issu d'une étude d'optimisation (voir **figure IV-41**) et grossier en surface permet de traiter le problème physique en 1D (transfert de chaleur à travers l'épaisseur de la dalle).



**Figure IV-41** Géométrie et maillage dalle 10% MCP-TRC

#### IV.3.2.2.2 Validation du modèle

Le résultat du test d'inertie thermique sur dalles 10% MCP-TRC en termes de température d'air côté froid (le ressenti intérieur) est comparé au résultat du modèle numérique sur la **figure IV-42**



**Figure IV-42** Comparaison résultat expérimental vs résultat numérique en termes de température d'air enceinte froide

A partir une de la **figure IV-42**, il peut être constaté une très bonne concordance entre le modèle numérique et le résultat expérimental ce qui valide l'approche utilisée qui considère la dalle avec une chaleur spécifique homogène évaluée à partir de la loi des mélanges.

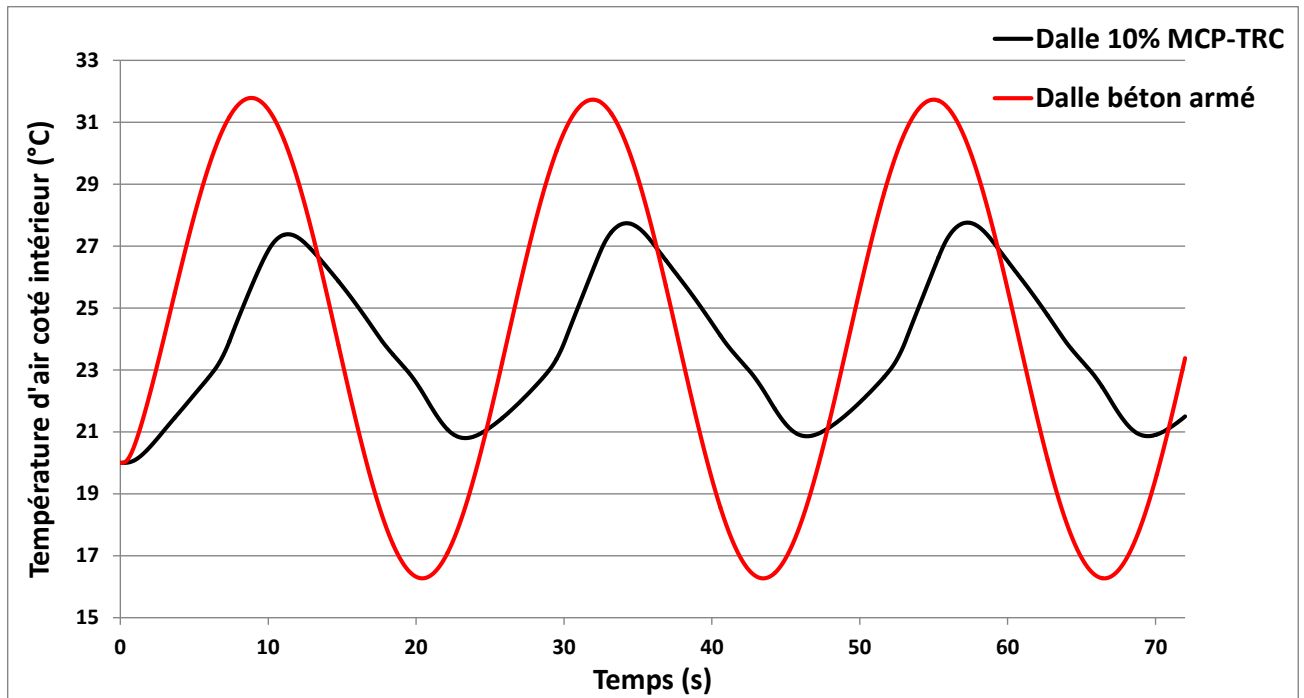
-Le test expérimental d'inertie thermique sur boîte chaude gardée ne permet pas de solliciter thermiquement la dalle dans un cycle de chauffage/refroidissement étant donnée la fonction restreinte de l'enceinte chaude (qui permet uniquement le chauffage grâce aux résistances chauffantes incorporées) et de l'enceinte froide (qui permet uniquement le refroidissement grâce au refroidisseur à eau glycolée).

Pour cela, le modèle numérique développé ci-dessus et validé sur le test expérimental d'inertie sur dalle 10% MCP-TRC a été exploité pour prédire la performance thermique d'une dalle 10% MCP-TRC à l'échelle 1 de 12 cm d'épaisseur (correspondant à l'épaisseur d'une dalle légère) sous une excitation thermique cyclique de chauffage/refroidissement. Le comportement thermique simulé de la dalle 10% MCP-TRC sous sollicitation cyclique a été comparé au comportement évalué numériquement d'une dalle en béton armé ordinaire (sans MCP) de même épaisseur et sous même sollicitation.

Le test cyclique sur dalles (10% MCP-TRC et béton ordinaire) consiste à exposer une des faces des dalles à une excitation sinusoïdale d'une durée de 72 h d'équation :

$$T(t) = 24 + 10 \sin \frac{2\pi}{T} t$$
 (T est une période journalière de 24 h, avec un  $T_{\max} = 34^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{\min} = 14^{\circ}\text{C}$ ), l'autre face des dalles n'est exposée à aucune sollicitation (et représente le ressenti intérieur).

Le résultat du test d'inertie thermique simulé numériquement en termes de température d'air du côté opposé à l'excitation thermique (le ressenti intérieur) pour la dalle 10% MCP-TRC et la dalle en béton armé ordinaire est présenté **figure IV-43**.



**Figure IV-43** Simulation d'un test d'inertie thermique sur dalles à l'échelle 1 (dalles de 12 cm d'épaisseur) et sous sollicitation cyclique

La simulation numérique du comportement thermique des dalles à l'échelle 1 sous sollicitation cyclique a permis de faire ressortir l'effet du MCP en termes de lissage des pics maximum et minimum de température. Cet effet est d'autant plus prononcé dans la plage de changement de phase du MCP (au voisinage des 23°C en termes de température d'air pour la dalle 10% MCP-TRC) où une différence de température de près de 6°C est constatée entre la dalle 10% MCP-TRC et la dalle en béton armé ordinaire.

#### IV.5 Conclusion chapitre IV

Le présent chapitre a permis de démontrer le potentiel applicatif des composites MCP-TRC dans le cadre d'un concept structurel à caractère innovant qui est des dalles porteuses légères en plus d'articuler les résultats des essais de caractérisation à l'échelle de la matrice ainsi que du composite MCP-TRC au comportement à l'échelle de la structure.

Les dalles ont été évaluées en termes de performances mécaniques et thermiques et il a pu être conclu que :

- L'augmentation du taux de MCP dans les dalles MCP-TRC induit une dégradation de leur performance en termes de capacité portante à rupture.

-L'augmentation du taux de MCP dans les dalles induit une dégradation du taux de travail en rigidité du renfort textile, et conduit même à une rupture par délaminage en zone tendue pour un taux critique de MCP de 15%, cela est dû aux désordres causés par le MCP à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' ainsi que dans la couche interlaminaire. Ces désordres causés par le MCP à l'échelle de l'interface textile/matrice sont explicités chapitre III, section III.3.2.

-Malgré la dégradation des principaux indicateurs de performances mécaniques des dalles MCP-TRC en augmentant le taux de MCP, le caractère ductile et multifissurant ainsi que la cinétique de transfert de charge 'matrice/textile' associés aux composites MCP-TRC restent conservés et permettent aux dalles MCP-TRC d'atteindre des capacités portantes à rupture largement supérieures aux forces transmises à l'apparition de la première fissure [3.5 fois pour la dalle 5% MCP-TRC, 4 fois pour la dalle 10% MCP-TRC et 3.3 fois pour la dalle 15% MCP-TRC et ceci à des taux de renfort volumique effectif de 2.66% (4 couches de renforts en zone tendue)], cela est très intéressant en vue d'une future intégration du concept de dalles MCP-TRC en tant que dalles porteuses légères.

-La température et donc l'état du MCP (solide ou liquide) affecte les performances mécaniques des dalles MCP-TRC. Les tests de flexion menés sur les dalles 10% MCP-TRC à des températures de 20°C et 40°C ont montré que les dalles 10% MCP-TRC maintenues et testées à 20°C ont une capacité portante plus élevée ainsi qu'un taux de travail du renfort textile plus important que les dalles qui ont été chauffées à 40°C. De surcroît les dalles chauffées à 40°C exhibent un mode de rupture par délaminage en zone tendue. Ces résultats sont en accord avec les constatations faites sur composites MCP-TRC testés à différentes températures et confirment que les contraintes locales induites par le changement de volume du MCP lors de son changement de phase de solide vers liquide peuvent induire de la multifissuration à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' et ainsi dégrader la cinétique de transfert de charge 'matrice/textile', expliquant de ce fait la baisse du taux de travail du textile ainsi qu'une dégradation de la résistance au cisaillement de la couche interlaminaire induisant une rupture par délaminage des dalles 10% MCP-TRC chauffées à 40°C.

-En terme de performances thermiques, il a pu être constaté à partir des tests d'inertie thermique que la dalle 10% MCP-TRC a permis d'atténuer la température d'air à l'intérieur de l'enceinte froide (représentant le ressenti à l'intérieur de l'habitat) de 4°C par rapport à la dalle TRC de référence. La dalle 10% MCP-TRC permet également une augmentation de la



capacité de stockage de chaleur de 30% (représentant une économie du même ordre en termes de coût pour le refroidissement).

-Le modèle mécanique développé sous ABAQUS a prouvé qu'il est possible de prédire le comportement mécanique des dalles en utilisant des lois de comportement numériques déjà implémentées dans les logiciels de calcul (Concrete Damaged Plasticity) en y incorporant les résultats des tests de caractérisation expérimentale sur composites MCP-TRC. Le modèle numérique proposé peut être exploité en tant qu'outils de dimensionnement pour structures en MCP-TRC.

-Le modèle thermique développé sous ABAQUS a également démontré qu'il est possible d'approcher le comportement thermique des dalles en utilisant une loi des mélanges pour prendre en compte l'effet du MCP sur l'évolution de la chaleur spécifique des dalles.

-Les modèles mécaniques et thermiques développés permettent de s'affranchir, dans une large part, de campagnes expérimentales coûteuses et parfois fastidieuses en vue d'une optimisation thermomécanique aboutie des dalles MCP-TRC.

**-L'ensemble des résultats relatifs à l'application panneaux sandwich en MCP-TRC et conclusions associées à cette application sont consultables en Annexe 1 du présent mémoire.**

## *Conclusions générales et perspectives*

Les travaux de recherche présentés dans le cadre de cette thèse ont pour objectif l'étude approfondie (multi-échelle et multi-physique) d'un nouveau matériau composite issu de l'association d'une matrice cimentaire modifiée par l'ajout de MCP et d'un renfort textile (composite 'MCP-TRC'), de caractériser son comportement thermomécanique dans le but d'évaluer ses potentialités applicatives à l'ère des impératifs du développement durable. Le choix de ce matériau a été guidé par la conjonction de plusieurs facteurs au nombre desquels il convient d'insister sur

-Une structure légère du composite due à la faible épaisseur d'enrobage requise dans les composites TRC couplée à sa forte inertie thermique du fait de l'adjonction du MCP.

- L'alliance supposée entre efficacité thermique et résistance mécanique.

-Le coût maîtrisé de ce type de matériau composite dû à la substitution des armatures d'acier par un renfort textile.

-Le potentiel intéressant en termes de durabilité dû au caractère non corrosif d'un large panel de renfort textile.

-A priori, une meilleure adéquation de ce type de composites avec les exigences d'un développement plus durable et d'écoconstruction.

Le caractère innovant du matériau doublé du faible recul scientifique lié à sa mobilisation/valorisation a conduit à privilégier une approche multi-échelle et multi-physique aux fins de mieux saisir les interactions complexes à l'œuvre entre le MCP et le mortier et lever nombre de verrous scientifiques afférent à la caractérisation du composite MP-TRC (le libellé MCP n'ayant pas vocation à couvrir toute la diversité des MCP tant en nature qu'en conditionnement. Il ne s'agit que d'une commodité simplificatrice du langage)

Dès lors, les principales contributions du présent travail sont les suivantes

*1-A l'échelle de la matrice : (interaction "MCP/mortier"):*

-l'intégration des MCPs dans les matrices cimentaires induit une dégradation de leurs performances mécaniques. Cette détérioration ne s'explique pas uniquement ou

principalement par le caractère fragile des microcapsules de MCP adjointes mais elle est le fruit d'une baisse très sensible du degré d'hydratation établie à travers les analyses ATG et calorimétrie semi adiabatique sur matrices MCP-mortier.

-La baisse du degré d'hydratation des matrices MCP-mortier est due aux interactions phénoménologiques entre particules de MCP et le ciment environnant. En effet, les grains de ciment enduits de microcapsules MCP n'ont que très peu accès à l'eau nécessaire pour l'hydratation, ce qui réduit leur taux de dissolution dans l'eau, et par conséquent, le taux de formation d'hydrates. De surcroît, il a démontré qu'à l'inverse des fines utilisées dans l'industrie du béton comme la fumée de silice ou les cendres volantes, les particules de MCP ne constituent pas des sites de nucléation pour développement des hydrates.

- La température, et indirectement l'état du MCP (solide ou liquide), affecte les propriétés mécaniques des matrices MCP-mortier. Une diminution conséquente de leurs performances a été observée lorsque le MCP passe d'un état solide à un état liquide. Cette tendance est renforcée avec l'accroissement de la teneur en MCP dans les matrices. L'incapacité des matrices MCP-mortier à recouvrer pleinement leurs résistances mécaniques initiales lors de la re-solidification du MCP est due aux microfissures induites par l'expansion de volume du MCP lors de son changement de phase de l'état solide vers l'état liquide.

-Une partie des particules de MCP ont été endommagées au cours du processus de malaxage, ce qui a entraîné la fuite de la cire de MCP pur. Cependant, à travers l'analyse FTIR, il a été démontré qu'aucune liaison chimique n'a eu lieu entre la cire de MCP pur et les produits d'hydratation. Ce résultat est en accord avec les analyses DSC (calorimétrie différentielles à balayage) sur matrices MCP-mortier. Dès lors, Le potentiel de stockage thermique du MCP est conservé après son intégration dans les matrices cimentaires malgré la dégradation d'une partie des particules de MCP lors du processus de malaxage.

*2-A l'échelle mesoscopique du composite MCP-TRC : (interaction "mortier modifié par le MCP/textile"):*

-Le caractère ductile, multifissurant ainsi que la cinétique de transfert de charge 'matrice/textile' recherchés dans les composites TRC sont conservés y compris au terme de l'intégration de microcapsules MCP.

-Les performances mécaniques des composites MCP-TRC en traction décroissent avec l'augmentation du taux de MCP dans ces derniers. Cette tendance a été vérifiée avec deux types de renforts textile (un renfort de type Verre non imprégné et un autre de type Aramide).

-Un mode de rupture critique de type délaminage entre couches de renfort a été détecté pour des taux de MCP autour de 15% pour le textile de type Verre non imprégné, et autour de 20% pour le textile de type Aramide. Cela s'explique par l'affaiblissement de la résistance au cisaillement de la couche interlaminaire pour des taux élevés de MCP.

- Une baisse du taux de travail en rigidité du textile a été révélée en augmentant le taux de MCP dans les composites MCP-TRC dans les deux cas de renfort textile. Ce constat est imputable aux désordres causés par le MCP à l'échelle de la matrice qui se répercutent directement à l'échelle de l'interface 'matrice/textile' notamment :

a- L'agglomération de particules MCP dans la zone d'interface 'matrice/textile' qui agit comme une barrière et empêche toute interaction entre produits issus de l'hydratation du ciment (essentiellement les CSH) et le renfort textile réduit ainsi de manière substantielle la surface effective du textile participant à la reprise des efforts

b- La longue chaîne de capsules de MCP entourant les grains de ciment anhydre dans la zone d'interface 'matrice/textile' peut limiter, voire empêcher leur hydratation, en restreignant leur accès à l'eau et donc leur dissolution. Cela a pour effet de réduire la quantité de produits hydratés issus du ciment dans la zone d'interface 'matrice /textile' et par conséquent limiter la contribution du renfort textile.

c- Le dépôt de l'huile de MCP pur dans la zone d'interface 'matrice/textile' dû à l'endommagement des microcapsules de MCP lors du malaxage ainsi que lors de la procédure du moulage au contact à la truelle inhibe la progression de la formation des hydrates dans zone d'interface 'matrice/textile' et favorise la formation de porosité

d- La formation de macrospores (cavités), due à la présence d'agglomérat de MCP dans la zone d'interface (également observés à l'échelle de la matrice MCP-mortier), contribue à la dégradation de l'efficacité de l'interaction 'matrice/textile'.

L'ensemble des phénomènes énumérés ci-dessus contribuent à la réduction de la surface d'interaction (surface de contact) 'matrice/textile' et par conséquent la dégradation du taux de

travail du renfort textile (et à terme pour de forts taux de MCP induisent des ruptures par délaminage).

-La température et donc l'état du MCP (solide ou liquide) à l'image de ce qui a déjà été démontré à l'échelle de la matrice a également un effet significatif sur le comportement mécanique des composites MCP-TRC. Il a été remarqué pour le composite 10% MCP-TRC chauffé à 40°C une baisse en résistance à la rupture de 21% ainsi qu'une baisse en taux de travail du textile de 30% par rapport au même composite maintenu à une température de 20°C. De surcroît, le mode de rupture du composite chauffé à 40°C est survenu par délaminage alors que celui maintenu à 20°C a eu lieu par rupture de textile par traction. Cela s'explique par un effet de dégradation d'interface 'matrice/textile' due à la multifissuration causée par l'expansion du MCP durant son changement de phase de solide vers liquide (vu chapitre II, section II.3.6).

### *3-A l'échelle de la structure*

Une étude de performance a été menée sur des dalles porteuses légères en MCP-TRC dans lesquelles le renfort textile est exploité pour renforcer en traction des dalles en matrices cimentaires modifiées par l'ajout de MCP encapsulé.

Il a été démontré qu'il est possible d'atteindre des capacités portantes à la rupture largement supérieures aux forces transmises à l'apparition de la première fissure (3.5 fois pour la dalle 5% MCP-TRC, 4 fois pour la dalle 10% MCP-TRC et 3.3 fois pour la dalle 15% MCP-TRC et ceci à des taux de renfort volumique effectif de 2.66%) grâce à la mobilisation du renfort textile.

-La dégradation des performances mécaniques des dalles ainsi que la baisse du taux de travail du renfort textile avec l'augmentation du taux de MCP sont attribuées aux désordres causés par le MCP à l'échelle de l'interface 'matrice/textile', énumérés ci-dessus.

-La température et donc l'état du MCP (solide ou liquide), à l'image de ce qui a été déjà démontré à l'échelle de la matrice ainsi qu'à l'échelle du composite MCP-TRC, a également un effet sensible sur le comportement mécanique des dalles MCP-TRC. Les tests de flexion menés sur les dalles 10% MCP-TRC à des températures de 20°C et 40°C ont montré que les dalles 10% MCP-TRC maintenues à 20°C ont une résistance plus élevée de 21% ainsi qu'un taux de travail du renfort textile plus important de 31% que les dalles qui ont été chauffées à

40°C. De surcroît, les dalles chauffées à 40°C exhibent un mode de rupture par délaminage en zone tendue.

- Les tests d'inertie thermique sur dalles ont montré une atténuation de la température d'air à l'intérieur de l'enceinte froide (représentant le ressenti à l'intérieur de l'habitat) de 4°C pour la dalle 10% MCP-TRC par rapport à la dalle TRC de référence lors d'une même excitation thermique. La dalle 10% MCP-TRC permet également une augmentation de la capacité de stockage de chaleur de 30%.

- Les résultats des tests de performances thermiques couplés aux performances mécaniques sont très encourageants en vue d'une future intégration du concept de dalles porteuses légères en MCP-TRC dans l'industrie de la construction.

Il convient de souligner que les perspectives d'applications des composites MCP-TRC ne se résument pas qu'aux dalles et panneaux sandwich (**panneau sandwich à voir Annexe 1**), et peuvent toucher plusieurs champs d'applications dans le neuf comme dans la réhabilitation notamment.

#### *4-Perspectives futures de travail*

De nombreuses perspectives de travail et axes de recherche sont envisagés afin d'améliorer l'état des connaissances sur les composites 'MCP-TRC' et ont, pour partie, commencé à être investigués notamment, alors même que le recours à d'autres natures de MCP est souhaitable :

-L'étude du comportement au feu des MCP-TRC, nécessaire afin de statuer sur la tenue structurelle de ce type de matériau.

-L'étude du comportement mécanique après n cycles de chauffage/refroidissement autour de la température de changement de phase du MCP.

-L'étude des déformations différées de ce type de matériau en termes de retrait et fluage.

-L'étude de la durabilité du renfort textile vis-à-vis des agressions chimiques en comparaison avec des renforts classiques en acier. En effet, l'augmentation conséquente du diamètre critique des pores suite à l'incorporation des MCPs dans les matrices cimentaires conforte l'approche privilégiant le recours à des renforts textile non corrosifs.

-L'étude de la stabilité des MCPs en termes de performances thermiques après n cycles de chauffage/refroidissement.

-L'étude du comportement hygrothermique des composites MCP-TRC, essentiel dans le cas d'une incorporation dans l'enveloppe du bâti.

## *Références Bibliographiques*

- [1] ADEME. Les bâtiments à basse énergie. Retours d'expériences en Rhône Alpes”,2013.
- [2] Kheradmand M , Azenha M, De Aguiar J.L.B, Gomes J.C ” Experimental and numerical studies of hybrid PCM embedded in plastering mortar for enhanced thermal behaviour of buildings.” Energy, Vol 94, 2016, pp 250-261.
- [3] Pomnianowski M , heiselberg P, Jensen R , Cheng R , Zhang Y Anew experimental method to determine specific heat capacity of inhomogeneous concrete material with incorporated microencapsulated –PCM in Cement and concrete research 55(2014) 22-34.
- [4] Cunha S, Lima M , Aguiar J Influence of adding phase change materials on the physical and mechanical properties of cement mortars in Construction and Building Materials 127 (2016) 1–10
- [5] Zhang D, Li Z , Zhou J ,Wu K Development of thermal energy storage concrete Cement and concrete research 34(2004) 927-934
- [6] Min H.W, Kim S, Kim H.S Investigation on thermal and mechanical characteristics of concrete mixed with shape stabilized phase change material for mix design, Construction and building materials 149,2017 p749-762
- [7] Felix M, Aguiar J Study of a cement mortar with incorporation of PCM microcapsules in proceeding of the 6<sup>th</sup> symposium of polymers in concrete, Shanghai China.
- [8] Lecompte T , Le Bideau P, Glouannec P, Nortershausser D , Le masson S, Mechanical and thermos-physical behaviour of concretes and mortars containing PCM Energy and buildings 94(2015)52-60.
- [9] AL-Saadi S, Zhai N, Zhiqiang J Modeling phase change materials embedded in building enclosure: A review. Renewable and Sustainable Energy Reviews,21(2013), 659-673.
- [10] Baetens R, Jelle B.P, Gustavsen A Phase change materials for building applications: A state-of-the-art review. Energy and Buildings 42(2010) 1361–1368.
- [11] Figueiredo A , Lapa J, Vicente R , Cardoso C Mechanical and thermal characterization of concrete with incorporation of microencapsulated PCM for applications in thermally activated slabs in Construction and building materials (2016),126 332-344.
- [12] Yang H-B, Liu T.C ,Chern J-C and Lee M.H Mechanical properties of concrete containing phase-change material , Chinese Institute of Engineers ,2016
- [13] Breeann Sharma Incorporation of Phase Change Materials into Cementitious Systems, master thesis , ARIZONA STATE UNIVERSITY , December 2013
- [14] Contamine R, Si Larbi A. Development of a textile reinforced concrete (TRC) to retrofit reinforced concrete structures in European journal of environmental and civil engineering 2016;20 p 626-642.



- [15] Hegger J, Voss S Investigations on the bearing behaviour and potential application of textile reinforced concrete *Engineering structures* 30 (7), 2050-2056
- [16] Contamine R, Si Larbi A, Hamelin P Contribution to direct tensile testing of textile reinforced concrete (TRC) composites in *Material science and engineering A* 528 (2011) 8589–8598
- [17] ADEME. 2014. Chiffres Clés
- [18] Laghzaoui. A, Peerhossaini. D. *Stockage de chaleur : Energie solaire et autres applications*. Etude bibliographique, 2010. Ecole des mines de Douai.
- [19] Sara Drissi Développement de nouveaux bétons "accumulateurs d'énergie" : Investigations expérimentale, probabiliste et numérique du comportement thermique, thèse de l'université de Cergy pontoise, France (2015)
- [20] Ahmad M. *Nouveaux composants actifs pour la gestion énergétique de l'enveloppe légère des bâtiments*. Thèse de doctorat, 2004. Université Joseph FOURIER, Grenoble, France.
- [21] Jotshi C.K , Goswami D.Y and Tomlinson J.J Solar thermal energy storage in phase change materials, in proc. *1992 ASES Annual Conf*, USA, 1992.
- [22] Eckhoff S and Okos M Solar energy heat storage for home, farm and small business: suggestions on selecting and using thermal storage materials and facilities
- [23] Hawes D.W , Feldman D and Banu D Energy conservation through latent heat thermal storage in building materials, *Proc. 5th Jacques Cartier Conf.*, Montreal, 1992.
- [24] Sharma A , Tyagi V.V, Chen, C.R. , Buddhi, D. (2009). Review on thermal energy storage with phase change materials and applications . *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 13 ,318–345
- [25] Petinelli J.C, Produits paraffineux dans le domaine du storage de l'énergie thermique, communication à Stockage d'Énergie par Chaleur Latente, La Baule, 12-13 juin, 1980. 1980.
- [26] RUBITHERM GmbH - Paraffin in thermal energy storage applications
- [27] Hale D.V , Hoover M.J and O'Neil M.J "Phase change material Handbook-NASA report" NASA-CR 61363, 197.
- [28] Feldman D., Banu D., D. Hawes, Low chain esters of stearic acid as phase change Materials for thermal energy storage in buildings, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Vol. 36, pp. 311 – 22, 1995.
- [29] Hasnain S.M Review on sustainable thermal energy storage technologies, Part I: Heat storage materials and techniques, *Energy research*, Vol. 39(11), pp. 1127 – 1138, 1997.

- [30] Jayalath A , San Nicolas R , Sofi M, Shanks R, Ngo T , Aye L , Mendis P Properties of cementitious mortar and concrete containing micro-encapsulated phase change materials in *Construction and Building Materials* 120 (2016) 408–417
- [31] Kuznik, F., Virgone,J. (2009) Experimental assessment of a phase change material for wall building use . *Applied Energy*, 86,2038–2046
- [32] Kuznik, F. , David, D., Johannes, K., Roux, J.J. (2011a). A review on phase change materials integrated in building walls. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15, 379-391
- [33] Kuznik, F, Virgone, J., Johannes, K. (2011b). In-situ study of thermal comfort enhancement in a renovated building equipped with phase change material wallboard. *Renewable Energy* 36,2011,1458- 1462.
- [34] Castell, A. , Martorell, I. , Medrano, M. , Pérez, G. , Cabeza, L.F. (2012). Experimental study of using PCM in brick constructive solutions for passive cooling .*Energy and Buildings* ,44,88–93
- [35] Athienitis A.K , Liu C , Banu D , Feldman D Investigation of the thermal performance of a passive solar test-room with wall latent heat storage, *building and environment*, Vol. 32. n°. 5, pp. 405-410, 1997.
- [36] Alqallaf H , Alwadhi E Concrete roof with cylindrical holes containing PCM to reduce the heat gain in *Energy and Building* 63,2013 p73-80
- [37] Castellón C, Castell A, Medrano M , Martorell I , Cabeza L. F Experimental Study of PCM Inclusion in Different Building Envelopes *Journal of Solar Energy Engineering* 131, 2009
- [38] BASF we create chemistry, [www.basf.fr](http://www.basf.fr)
- [39] Hunger M, Brouwers H Flow analysis of water-powder mixture: Application to specific surface area and shape factor *Cem. Concr. Compos* 3 (2009)39-59.
- [40] Thiele A , Jamet A, Sant G, Pilon L Annual energy analysis of concrete containing phase change materials for building envelopes in *Energy conversion and management* 103(2015) 374-386.
- [41] Lecompte T., Le Bideau P, Glouannec P, Nortershausser D , Le masson S Mechanical and thermos-physical behaviour of concretes and mortars containing PCM *Energy and buildings* 94(2015)52-60
- [42] Eddhahak-Ouni A, Drissi S, Colin J, Neji J , Care S. Experimental and multi-scale analysis of the thermal properties of Portland cement concretes embedded with microencapsulated Phase Change Materials (PCMs). *Applied Thermal Engineering*, 64(2014) ,32- 39

- [43] Aguayo M, Das S , Maroli A , Kabay N, Mertens J , Rajan S , Sant G , Chawla N , Neithalath N The influence of microencapsulated (PCM) characteristics on the microstructure and strength of cementitious composites: Experiments and finite element simulations, *Cement and Concrete Composites* 73 (2016) 29-41
- [44] Cui H , Liao W , Mi X , Lo T, Chen D Study on functional and mechanical properties of cement mortar with graphite-modified microencapsulated phase-change materials in *Energy and building* (2015)105, p273-284
- [45] Fernandes F, Manari S, Aguayo M, Santos K, Oey T, Wei Z, Falzone G, Neithalath, Sant N On the feasibility of using phase change materials (PCMs) to mitigate thermal cracking in cementitious materials, *Cem. Concr. Compos.* 51 (2014) 14–26.
- [46] Dehdezi P.K, Hall M.R, Dawson A.R ,Casey S.P Thermal, mechanical and microstructural analysis of concrete containing microencapsulated phase change materials, *Int. J. Pavement Eng.* 14 (5) (2013) 449–462.
- [47] Cao V.D ,Pilehvar S , Salas-Bringas C , Szczotok A .M microencapsulated phase change materials for enhancing the thermal performance of Portland cement concrete and geopolymer concrete for passive building applications , *energy conversion and management* 133 (2017) p56-66.
- [48] Pilehvara S , Cao V-D , Szczotoka A M, Valentinie L Mechanical properties and microscale changes of geopolymer concrete and Portland cement concrete containing micro-encapsulated phase change materials in *cement and concrete research* 100 (2017) 341-349
- [49] Naaman, A.E.; Textile reinforced cement composites :competitive status and research directions; 2nd ICTRC - Textile Reinforced Concrete: Proceedings of the International RILEM Conference on Material Science (MatSci), Volume 1; pp3-22; September 6-8, 2010.
- [50] Brameshuber W, Banholze B Determination of area and Perimeter of Glass Multifilament Yarns Embedded in a Cementitious matrix; Proceedings of the 5th international Conference on filament-Reinforced Plastics for Reinforced Concrete Structures, Cambridge, (Burgoyne, C.J. (Ed.)), Volume 2, London: Thomas Telford; pp1027-1031; July 16-18, 2001.
- [51] Brameshuber W , Brockmann T.; Calcium Aluminate Cement as Binder for Textile Reinforced Concrete; Calcium Aluminate Cements 2001, Proceedings of the International Conference held at Heriot-Watt University Edinburgh; pp659-666; July 16-19, 2001
- [52] Walk-Laufer B , Orłowsky J., Raupach M. Verstärkung des inneren Roving-Verbundes im textiltbewehrten Beton. (Increase of bond properties within the roving in textile reinforced concrete.); *Weimar: Bauhaus-Universität, 2003. - In: 15. Internationale Baustofftagung, Volume 2; pp281-290; September 24-27, 2003*
- [53] Wastiels, J Sandwich panels in construction with HPFRCCfaces : new possibilities and adequate modelling; *High Performance Fiber Reinforced Cement Composites*, RILEM Publications; pp143-151; 1999.

- [54] Wastiels J , Remy O Contribution of VUB to deliverable 2.2 : Formulation of combining textile reinforcement and mineral matrix; Textile architecture - Textile structures and buildings of the future, CONTEX-T; 2008.
- [55] Derombise G , Vouyovitch V L , Davies P Degradation of Technora aramid fibres in alkaline and neutral environments; *Polymer Degradation and Stability, Volume 94, N° 10; pp1615-1620; October 2009.*
- [56] Peled A., Bentur A. Fabric structure and its reinforcing efficiency in textile reinforced cement composites; *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Volume 34, N° 2; pp107-118; February 2003*
- [57] Promis G. Composite fibres/matrice minérale : du matériau à la structure; thèse de doctorat Université de Lyon février 2010.
- [58] El hage C. Modélisation du comportement élastique endommageable de matériau composites à renfort tridimensionnel; *Philosophy doctoral thesis, Université de technologie de Compiègne, France; October 27,2006.*
- [59] Mobasher B , Peled A, Pahalijan J.; Distributed cracking and stiffness degradation in fabric-cement composites; *Journal of Materials and Structures, volume 39, N° 3,pp317-331; May 6, 2005.*
- [60] Peled A., Sueki S., Mobasher B.; Bonding in fabriccement systems: Effects of fabrication methods; *Cement and concrete composites, volume 36, N° 9; pp1661-1671; September 2006*
- [61] Brockmann T., Brameshuber W Matrix development for the production technology of textile reinforced concrete (trc) structural elements; *Composites in Constructions, the Third International Conference, Universite Lyon I, Laboratoire Mecanique Materiaux et Structures, Lyon, France, volume 2; pp1165-1172; July 11-13, 2005.*
- [62] Kruger M., Xu S., Reinhar Experimental and numerical studies on bond properties between high performance fine grain concrete and carbon textile using pull out tests; *Beiträge aus der Befestigungstechnik und dem Stahlbetonbau (Festschrift zum 60. Geburtstag von Prof. Dr.-Ing. R. Eligehausen), Stuttgart; pp151-164; 2002.*
- [63] Kruger M Vorgespannter textilbewehrter beton (Prestressed textile reinforced concrete); *Philosophy doctoral thesis, Stuttgart, Universität Stuttgart, Fakultät Bau- und Umweltingenieurwissenschaften, Diss.; 2004*
- [64] Brameshuber W, Banholzer B Bond characteristics of filaments embedded in fine concrete; *Textile Reinforced Structures, Proceedings of the 2nd colloquium on Textile Reinforced Structures (CTRS2); pp63\_67; 2003.*

[65] Peled A., Bentur A., Yankelevsky D Effects of Woven Fabric Geometry on the Bonding Performance of Cementitious Composites; *Advanced Cement Based Materials*, Volume 7, N° 1; pp20-27; January 1998.

[66] Peled A., Bentur A., Yankelevsky D.Z.; The nature of bonding between monofilament polyethylene yarns and cement matrices; *Cement and concrete composites*, volume 20, N° 4; pp319-327; 1998.

[67] Peled A , Bentur A. Geometrical characteristics and efficiency of textile fabrics for reinforcing cement composites; *Cement and Concrete Research*, Volume 30, N° 5; pp781-790; May 2000.

[68] Banholze B. Bond behaviour of a multi-filament yarn embedded in a cementitious matrix; *Philosophy doctoral thesis, Schriftenreihe Aachener Beiträge zur Bauforschung, Institut für Bauforschung der RWTH Aachen, Nr. 12; 2004.*

[69] Badanoiu A., Holmgren J Cementitious composites reinforced with continuous carbon fibres for strengthening of concrete structures; *Cement and Concrete Composites*, Volume 25, N° 3; pp387-394; April 2003

[70] Dilthey U, Schlesse M., Moller M., Weichold O.; Applications of polymers in textile reinforced concrete - From the interface to construction elements; *Proceedings of the 1st international RILEM conference on textile reinforced concrete, Aachen; pp55-65; September 6-7, 2006*

[71] Scheffler C, Gao S.L , Plonka R, Mader E , Hempel S., Buttler M., Mechtcherine V Interphase modification of alkali-resistant glass fibres and carbon fibres for textile reinforced concrete II: Water adsorption and composite interphases; *Composites Science and Technology*, Volume 69, N° 7-8; pp905-912; June 2009.

[72] Lorenz E , Ortlepp R Bond Behavior of Textile Reinforcements - Development of a Pull-Out Test and Modeling of the Respective Bond versus Slip Relation Proceedings of the RILEM-International Workshop "High Performance Fiber Reinforced Cement Composites - HPRFRC 2011".

[73] Peled A, Bentur A. Fabric structure and its reinforcing efficiency in textile reinforced cement composites; *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Volume 34, N° 2; pp107-118; February 2003

[74] Hegger J ;Will N ; Brckermann O ; Voss S Load bearing behaviour and simulation of textile reinforced concrete Material and structures 39(8) 765-776.

[75] Hegger J, Voss S Investigations on the bearing behaviour and potential application of textile reinforced concrete Engineering structures 30 (7), 2050-2056

[76] Djamai Z-I , Bahrar M , Salvatore F ; Si Larbi A; El Mankibi M Textile reinforced concrete multiscale modeling: Application to TRC sandwich panels in Finite element in design and analysis 2017

- [77] Contamine, R., Si Larbi A., Ferrier E., Hamelin P.; Tensile identification of textile reinforcement concrete behaviour; *International Conference on Material Science and 64th RILEM Annual Week in Aachen, Germany; September 5-9, 2010*
- [78] Colombo I G, Di Prisco M Erratum to: Textile Reinforced Concrete: experimental investigation on design parameters *Materials and Structures* 2013; 46 p1953-1971
- [79] Ba Tam Truong, A.Si Larbi. Numerical Modelling of reinforced concrete beams repaired by TRC composites *Composite Structures* 2016 ; 152 p779-790.
- [80] Si Larbi A , Agbossou A , Hamelin P Experimental and numerical investigations about textile-reinforced concrete and hybrid solutions for repairing and/or strengthening reinforced concrete beams in *Composite structures* 2013;99 p152–162
- [81] SI LARBI, A., CONTAMINE, R., HAMELIN, P.; TRC and hybrid solutions for repairing and/or strengthening reinforced concrete beams; *Workshop on High- Performance Fiber Reinforced Cement Composites (HPFRCC 6), in Ann Arbor, Michigan, USA; June 19-22, 2011*
- [82] Hegger J, Horstmann, M.,Will, N. (2009). Summary of Results for the Project INSUSHELL .Institute of Structural Concrete (IMB), RWTH Aachen University
- [83] Cuypers H, Wastiels J Analysis and verification of the performance of sandwich panels with textile reinforced concrete faces in *Sandwich structures and materials* 2011 p1-15
- [84] Hegger J, Horstmann M, Zell, M. Applications for TRC. (Prague 2008).
- [85] Site internet de la société Winco technologies [www.winco-tech.com](http://www.winco-tech.com)
- [86] Tests for mechanical and physical properties of aggregates Part 6: Determination of particle density and water absorption
- [87]European standard norm: Test for geometrical properties of aggregate –Part9: Assessment of fines-Methylene blue test.
- [88] Cunha S, Aguiar J, Ferreira V, Tadeu A, Garbacz A Mortars with phase change materials - Part I: Physical and mechanical characterization ,*Key Engineering Materials* Vol. 634 (2015) 22-32
- [89] Felix M, Aguiar J Study of a cement mortar with incorporation of PCM microcapsules in proceeding of the 6<sup>th</sup> symposium of polymers in concrete, Shanghai China.
- [90] Norme européenne , Méthodes d’essai des ciments Partie 1, détermination des résistances mécaniques

- [91] Pane I, Hansen W Investigation of blended cement hydration by isothermal calorimetry and thermal analysis *Cement and concrete research* 35(2005)1155-1164
- [92] Gragg F, Skalny J. a simple calorimeter for hydration studies *cement and concrete research* 2(1972) 745-748.
- [93] De Rojas M, Luxan M.P, Frías M , Garcés N The influence of different additions on Portland cement hydration heat in *Cement and concrete research* 23(1993),46-54
- [94] Frías M , De Rojas M, Cabrera J The effect that the pozzolanic reaction of metakaolin has on the heat evolution in metakaolin-cement mortars, *Cement and Concrete Research* 30 (2000)209–216.
- [95] Norme européenne Méthode d'essai des ciments Partie 9 chaleur d'hydratation essai semi adiabatique.
- [96] Lam Y L , Wong L , Spoon C Degree of hydration and gel/space ratio of high-volume fly ash/cement systems *Cement and Concrete Research* 30 (2000) 747 -756.
- [97] Kada-Benameur H, Wirquin E, Duthoit B Determination of apparent activation energy of concrete by isothermal calorimetry *Cement and Concrete Research* 30 (2000) 301–305.
- [98] Waller V Relations entre composition des bétons, exothermie en cours de prise et résistance en compression, *SAGER*; 2000. 317 pp
- [99] Washburn E.W, Note on a method of determining the distribution of pore sizes in a porous material, *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* 7 (1921)115–116.
- [100] Savija B, Zhang H, Schlangen E Influence of Microencapsulated Phase Change Material (PCM) Addition on (Micro) Mechanical Properties of Cement Paste in *Materials* 2017 10(8), 863
- [101] Qian X, Song L, Tai Q, Hu Y, Yuen R Graphite oxide/polyurea and graphene/polyurea nanocomposites: comparative investigation on properties reinforcements and mechanism, *Compos. Sci. Technol.* 74 (0)(2013) 228–234
- [102] Qiu X, Li W, Song G, Chu X, Tang G, Fabrication and characterization of microencapsulated n-octadecane with different cross linked methyl methacrylate-based polymer shells, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 98 (0)(2012) 283–293.
- [103] Mansur, O. Nascimento, H. Mansur .Physico-chemical characterization of EVA-modified mortar and porcelain tiles interfaces in *cement and concrete research* 39(2009)1199-1208
- [104] Halamickova A , Detwiler P, Bentz R.J, Garboczi D.P Water permeability and chloride ion diffusion in Portland cement mortars: Relationship to sand content and critical pore diameter. *Cem. Concr. Res.* 1995, 25, 790–802.

- [105] RILEM Technical Committee (Wolfgang Brameshuber) Recommendation of RILEM TC 232-TDT: test methods and design of textile reinforced concrete in Materials and structures 2016; 49 p4923-4927
- [106] Contamine R, Si Larbi A Development of a textile reinforced concrete (TRC) to retrofit reinforced concrete structures, European Journal of Environmental and Civil Engineering(2015)
- [107] NF EN ISO 8990 Isolation thermique - Détermination des propriétés de transmission thermique en régime stationnaire - Méthode à la boîte chaude gardée et calibrée.
- [108] Blom J, Cuypers H, Van Iterbeek P , Wastiels J Determination of material parameters of a textile reinforced composite using an inverse method ECCCM 13 conference , Stockholm 2008
- [109] Aveston J, Cooper G, Kelly A single and multiple fracture: the properties of fiber composites; Proceeding national physical Laboratory, IPC science and technology Press Ltd surrey UK 1971 p15-26
- [110] ABAQUS user's manual V6.14. [www.abaqus.com](http://www.abaqus.com)
- [111] Lubliner J.J, Oliver S.O , Oñate E, A plastic-damage model for concrete, Journal of Solids and Structures, 1989;25 p229-326.
- [112] Lee J, Feneves G L Plastic- damage model for concrete in journal of solids and structures 1998; 124 p892-900.
- [113] Deshpande VS, Fleck NA Isotropic Constitutive Model for Metallic Foams Journal of Mechanics and Physics of Solids 2000; 46 p 1253–1276
- [114] Gibson L; Ashby M Cellular solids: structure and properties, Cambridge university press 1997
- [115] Sharaf, T.A.M., Flexural behaviour of sandwich panels composed of polyurethane core and GFRP skins and ribs, PhD thesis, Queen's University, Canada 2010.



## ***Publications ou Conférences relatives au travail réalisé durant la thèse***

### **Articles dans des revues internationales**

-Djamai Zakaria Ilyes , Bahrar Myriam , Salvatore Ferdinando , Si Larbi Amir , El Mankibi Mohamed Textile reinforced concrete multiscale modeling: Application to TRC sandwich panels in Finite element in design and analysis,131 p21-35 (2017).

- Djamai Zakaria Ilyes, Salvatore Ferdinando, Si Larbi Amir ,Gaochuang Cai, El Mankibi Mohamed Multiphysics analysis of effects of encapsulated phase change materials (PCMs) in cement mortars in Cement and concrete research 119 p51-63 (2019).

- Bahrar Myriam, Djamai Zakaria Ilyes, El Mankibi Mohamed, Si Larbi Amir , Michelle Salvia Numérical and experimetal analysis study on the use of microencapsulated phase change materials (PCM) in textile reinforced concrete panels for energy storage in Sustainable cities and society,41 p455-468 (2018).

### **Articles dans des conférences internationales**

Djamai Zakaria Ilyes, Salvatore Ferdinando , Si Larbi Amir A multiscale approach for textile reinforced concrete (TRC): illustration on TRC sandwich panels, conférence internationale CICE 2018 à Paris.

## *Annexe 1*

La deuxième application des composites MCP-TRC a trait aux panneaux sandwich avec parement en MCP-TRC et âme en mousse polyuréthane. Il s'agit de viser en particulier les panneaux de façade autoporteurs, ce principe constructif présente un intérêt pour les raisons suivantes :

-Le caractère léger du composite MCP-TRC 'Lightweight' dû au caractère non corrosif d'un large panel de renforts textile qui par conséquent ne nécessitera que très peu d'épaisseur d'enrobage (au contraire du béton armé) et permettra la conception et réalisation de panneaux légers, en plus du gain en coût de production.

- Le gain en performances thermiques par rapport à des panneaux sandwich classiques à parement en béton armé du fait de l'adjonction de MCP incorporé dans les parements en MCP-TRC.

- Le mode de sollicitation en flexion (le volet sollicitation composée ne sera pas abordé dans le présent travail) de ces panneaux dû essentiellement aux effets du vent ainsi qu'aux sollicitations thermiques qui permet une exploitation optimale du renfort textile.

Cette section présente donc le volet expérimental concernant la deuxième application visée pour les composites MCP-TRC et qui est des panneaux sandwich à âme en polyuréthane et parements en MCP-TRC.

Une partie modélisation numérique des performances mécaniques et thermiques des panneaux sandwichs sera également présentée à visée de dimensionnement, ce qui est nécessaire afin promouvoir l'introduction de ce concept constructif dans l'industrie du bâtiment.

### **1-Confection des corps d'épreuves**

Les panneaux sandwich confectionnés ont une longueur de 1200 mm et largeur de 300 mm. Ils sont constitués de :

A-Une Ame en polyuréthane de conductivité thermique  $\lambda=0.035\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

B-Pour les parements, deux différentes configurations de panneaux sandwich ont été confectionnées :

-Configuration 1 : les deux parements sont en TRC de référence (sans MCP)

-Configuration 2 : le parement qui est du côté intérieur de l'habitat est en 10% MCP-TRC, l'autre parement (du côté extérieur) est en TRC de référence (sans MCP). En effet intégrer les MCPs du côté extérieur ne serait pas d'un grand intérêt en raison de la présence de l'isolant qui bloquerait toute restitution de chaleur stockée par le MCP vers l'intérieur.

Des panneaux sandwich à l'échelle 1/3 (dans les deux configurations avec et sans MCP) avec épaisseurs d'âme de 50 mm et de parements de 18 mm ont été confectionnés pour les tests de caractérisation mécanique en flexion quatre points, alors que des panneaux à l'échelle 1 avec épaisseur d'âme de 150 mm et de parements de 45 mm ont été confectionnés pour les tests de caractérisation thermique.

La formulation des matrices des parements TRC de référence et 10% MCP-TRC est identique aux formulations des matrices (mortier de référence et 10% MCP-mortier) établies lors des tests de caractérisation sur matrices MCP-mortier (section II.1.2.1) et sur composites MCP-TRC (section III.1.2.1) [avec ajustement nécessaire du rapport  $\frac{e}{c}$  (dû au caractère hydrophile du MCP) afin d'assurer l'imprégnation du renfort textile].

Les taux de renfort des parements en (TRC de référence et 10 MCP-TRC) est de 2.66 %, ce qui correspond à 2 couches de textile chaque 1 cm d'épaisseur en portion tendue des dalles (quasiment identique au taux de renfort volumique que celui utilisé lors des tests de caractérisation sur composites MCP-TRC renforcés par du Verre AR) dans les deux configurations de panneaux sandwich

Les panneaux sandwichs ont été réalisés au laboratoire en quatre étapes :

-Dans un premier temps, la rugosité des parois de l'âme en polyuréthane a été modifiée, en brossant cette dernière à l'aide d'une brosse métallique afin d'augmenter le potentiel d'adhérence entre surfaces de l'âme (initialement lisses) et les parements en (TRC de référence ou 10% MCP-TRC), (**Figure AN-1**)

-Dans un second temps les connecteurs métalliques servant de lien entre l'âme et les parements ont été placés dans l'âme en polyuréthane, une trame aura été tracée au préalable avant le positionnement des connecteurs [dans chaque âme de panneau sera tracée une trame de (5 × 10) dans les deux surfaces de cette dernière et tout le long de la portée du panneau] (**Figure AN-1**)

-Ensuite l'âme en polyuréthane est placée en fond d'un moule en contreplaqué et le premier parement est coulé directement sur l'âme, le textile de renfort en Verre AR préenduit de latex est imprégné par la matrice par la technique du moulage au contact à la truelle directement sur l'âme en polyuréthane. (Figure AN-1)

-Enfin, une fois le premier parement durci 24h au terme du coulage, le panneau est retourné (180°) et le deuxième parement est coulé sur l'autre face de l'âme et le renfort textile en Verre AR préenduit de latex est imprégné par la matrice en mobilisant la même technique du moulage au contact. (Figure AN-1)



1-Ajustement de la rugosité de l'ame



2-Placement des connecteurs



3-Coulage du parement



4-Moulage au contact

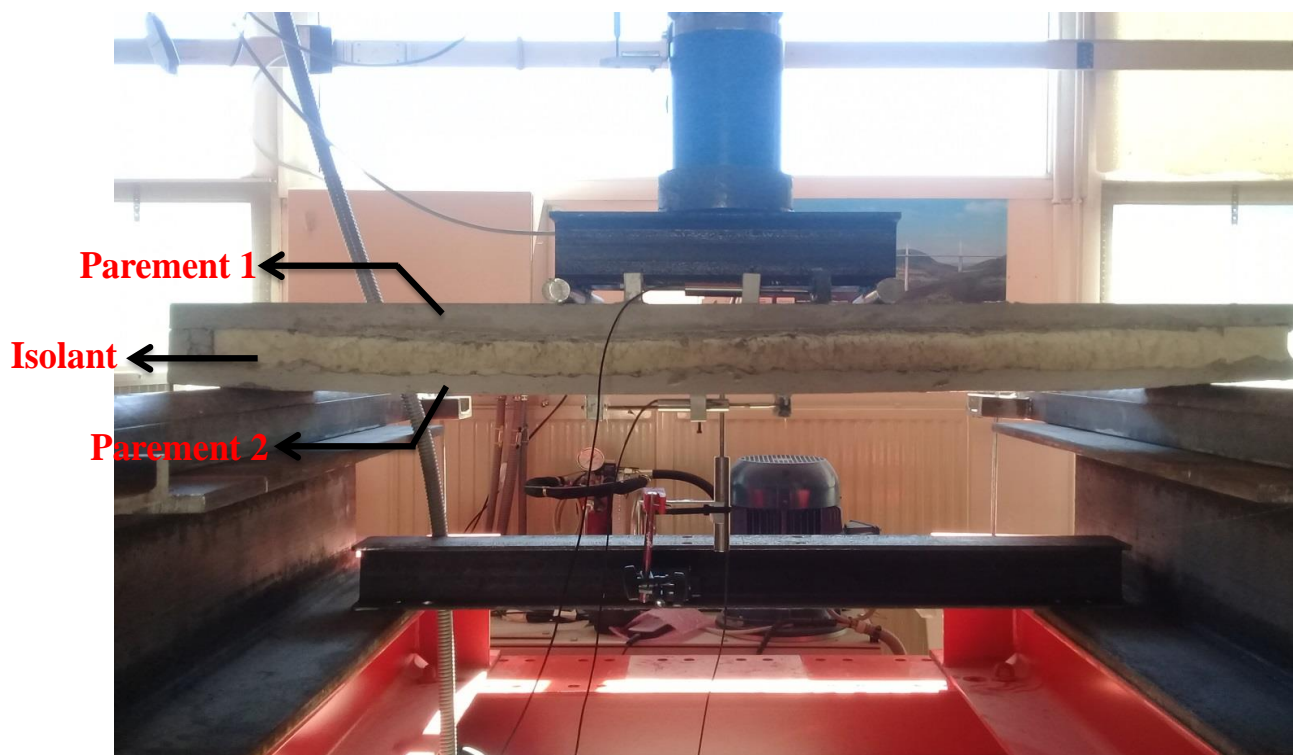
**Figure AN-1** Confection des panneaux sandwich en MCP-TRC

## 2- Caractérisation mécanique

La configuration 1 de panneaux sandwich avec les deux parements en TRC de référence (sans MCP) et la configuration 2 avec un des parements en TRC de référence et l'autre en 10% MCP-TRC ont été testées en flexion 4 points sur une portée de 1100 mm et à une vitesse de chargement de 0.2 mm/min (épaisseurs de l'âme des panneaux= 50 mm, épaisseur des parements=18 mm dans les deux configurations).

Pour la configuration 2 des panneaux sandwich et durant les tests de flexion 4 points, le parement à 10% MCP-TRC a été placé en position basse (en contact avec les appuis) de façon à être sollicité en traction et donc de se placer dans les conditions les plus défavorables (voir, **figure AN-2**).

La distance entre les appuis et les points d'application du chargement correspond au 1/3 de la portée du panneau.



**Parement 2 : configuration 1 : TRC de référence , configuration 2 : 10% MCP-TRC**

**Figure AN-2** Configurations de test en flexion 4 points sur panneaux sandwichs

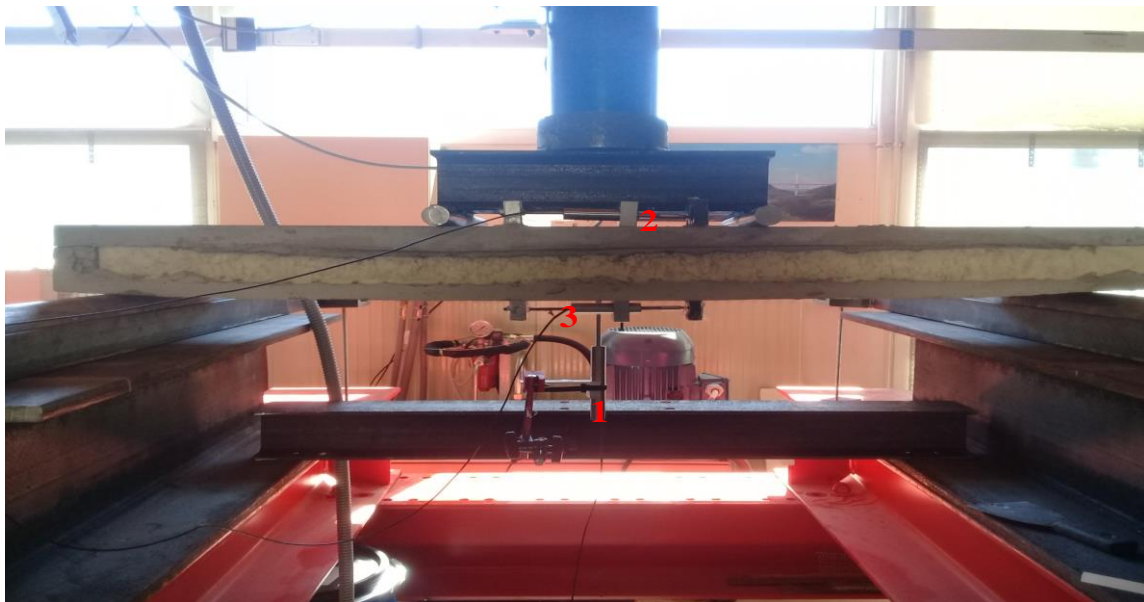
Trois panneaux ont été testés pour chaque configuration définie ci-dessus.

L'instrumentation des panneaux (**figure AN-3**) dans les deux configurations durant les tests expérimentaux est la suivante :

1-Un capteur LVDT en position verticale placé à mi-portée dont l'objectif est de mesurer la flèche des panneaux au cours de l'essai.

2-Un capteur LVDT en position horizontale dont l'objectif est de mesurer l'allongement du parement tendu dans la zone centrale située à mi-portée et sur une longueur de mesure de 200 mm.

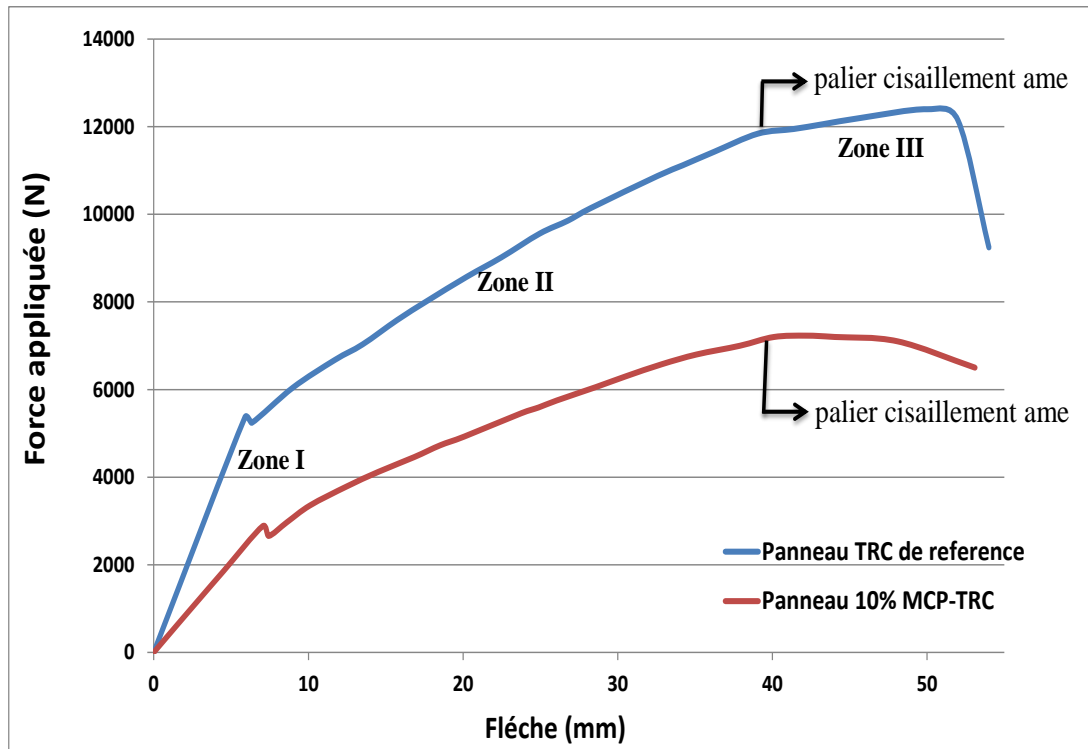
3-Un capteur LVDT en position horizontale dont l'objectif est de mesurer le rétrécissement du parement comprimé dans la zone centrale située à mi-portée et sur une longueur de mesure de 200 mm.



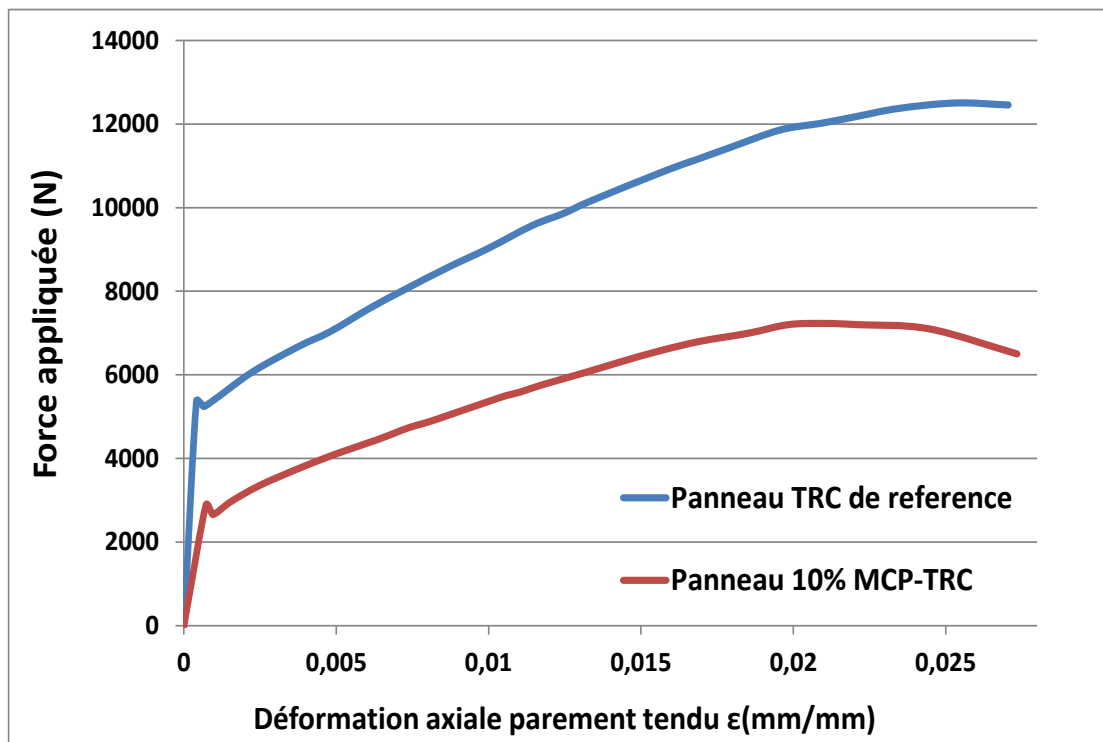
**1** LVDT (mesure de flèche à mi portée), **2** LVDT (raccourcissement zone comprimée) sur une zone de mesure 200 mm, **3** LVDT (allongement zone tendue ) sur une zone de mesure de 200 mm

**Figure AN-3** Instrumentation des tests sur panneaux sandwich en flexion 4 points

Les courbes présentées ci-dessous sont des courbes moyennes en (Force vs flèche à mi-portée) et (Force vs déformation axiale du parement tendue dans la zone de mesure de 200 mm du capteur LVDT) pour chaque configuration de panneau à 28 jours d'âge et à une température fixe de 20°C



**Figure AN-4** Courbes Force vs flèche des panneaux sandwichs



**Figure AN-5** Résultat Force vs déformation axiale parement tendu dans la zone de moment maximum

La première constatation qui peut être faite en analysant les courbes (force vs flèche) est une dégradation de 39% de la résistance en flexion du panneau 10% MCP-TRC par rapport au panneau TRC de référence.

En analysant plus en détail, on peut voir que le comportement global des panneaux (dans les deux configurations) peut être subdivisé en trois parties :

1-Une première phase régie par le comportement linéaire des composants des panneaux sandwich (parement + Ame) et l'interaction parfaite entre eux.

2-Une deuxième phase où l'on constate un changement brusque de rigidité des panneaux dans les deux configurations (à  $F= 5540$  N pour le panneau TRC de référence et à  $F=2880$ N pour le panneau 10% MCP-TRC, la baisse de 51 % de la force à l'apparition de la première fissure est due à l'intégration du MCP dans le parement 10%MCP-TRC). La baisse en rigidité flexionnelle des panneaux est due à la fissuration du parement tendu pour les deux configurations de panneaux (parement en TRC de référence pour la première configuration et parement en 10% MCP-TRC pour la deuxième) puis à la transmission de charge des matrices fissurées vers le renfort textile [L'analyse de la **figure AN-5** (Force vs déformation axiale parement tendue) confirme que le changement de rigidité flexionnelle des panneaux (à 5540N pour le panneau TRC de référence et à 2800 N pour le panneau 10% MCP-TRC) est attribué à un changement de rigidité axiale des parement inférieurs] .

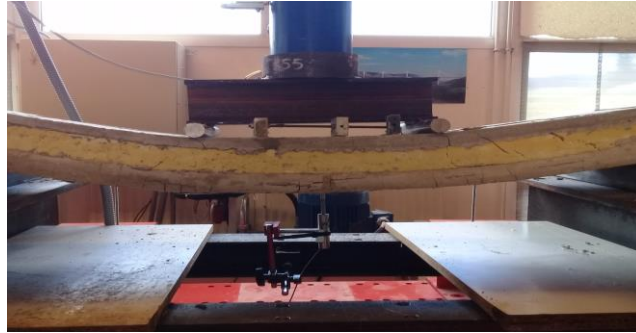
3-Une troisième phase où l'on constate une autre baisse de la rigidité flexionnelle dans le comportement global (inflexion de pente sur la **figureAN-4**) dans les deux configurations de panneaux sandwich. Celle-ci est due à la plastification de l'âme puis, in fine, à sa rupture par cisaillement. Le même mode de rupture par cisaillement de l'âme été constaté dans les deux configurations de panneaux sandwich (voir **figure IV-AN-6**)

Etant donné que le taux de renfort des parements des panneaux est similaire au taux de renfort des composites MCP-TRC caractérisés lors des essais de traction (chapitre III, section III.3.1.3), le taux de sollicitation en déformation ( $T_\epsilon$ ) du renfort textile peut donc être évalué par le ratio entre la déformation axiale maximale dans les parements tendus (dans les deux configuration de panneaux sandwichs ) et la déformation axiale à la rupture issue des lois de comportement en traction directe des composites MCP-TRC. Les résultats des taux de sollicitation en déformation du renfort textile sont résumés **tableau AN-1**

Panneau sandwich	TRC de référence	10% MCP-TRC
$T_\epsilon$ (%)	53.2	50.1

**Tableau AN-1** Taux de sollicitation en déformation du renfort textile





**Rupture par cisaillement de l'ame du panneau 10% MCP-TRC**



**Rupture par cisaillement de l'ame du panneau TRC de référence**

**Figure AN-6 Mode de rupture des panneaux sandwichs**

Le taux de travail en rigidité du renfort textile dans les parements inférieurs tendus dans les deux configurations de panneaux a été évalué en phase II via une modélisation analytique simplifiée en considérant que :

$$M = M = M_S + M_l + M_u \quad (\text{AN-1})$$

M est le moment total sollicitant le panneau sandwich

$M_S$  est le moment encaissé par la partie sandwich du panneau (voir **figure AN-7**)

$M_u, M_l$  sont respectivement les moments encaissés par les parements inférieur et supérieur du panneau induisant la flexion des parements selon leur propre axe d'inertie (voir **figure AN-7**)

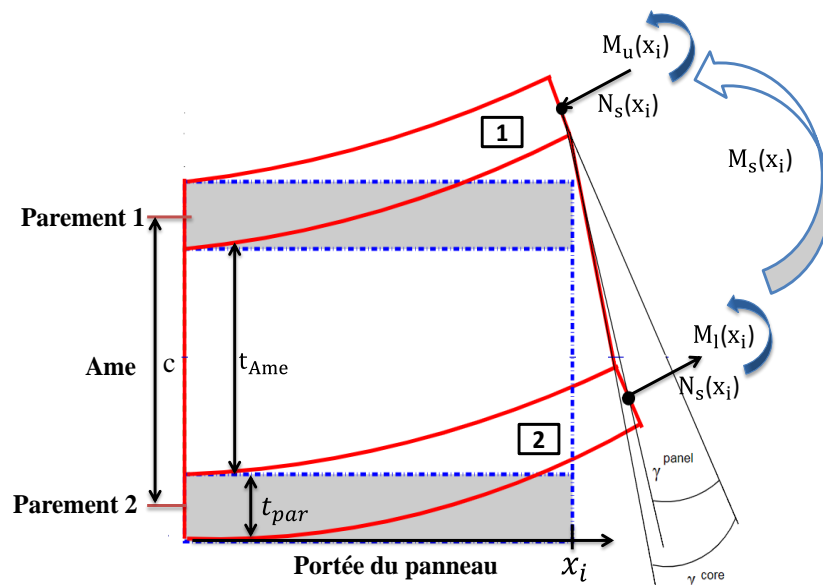
Etant donné le caractère prépondérant du moment sandwich  $M_s$  (principe même du panneau sandwich), les moments  $M_u, M_l$  ont été négligés pour l'évaluation des taux de travail en rigidité du textile.

Avec un  $\frac{c}{t} = 3.77$  ( $c$  : la distance entre centres d'inertie des parements = 68 mm et  $t$  l'épaisseur des parements = 18 mm, voir **figure AN-7**), cela induira un facteur d'erreur de  $\approx 7\%$ .

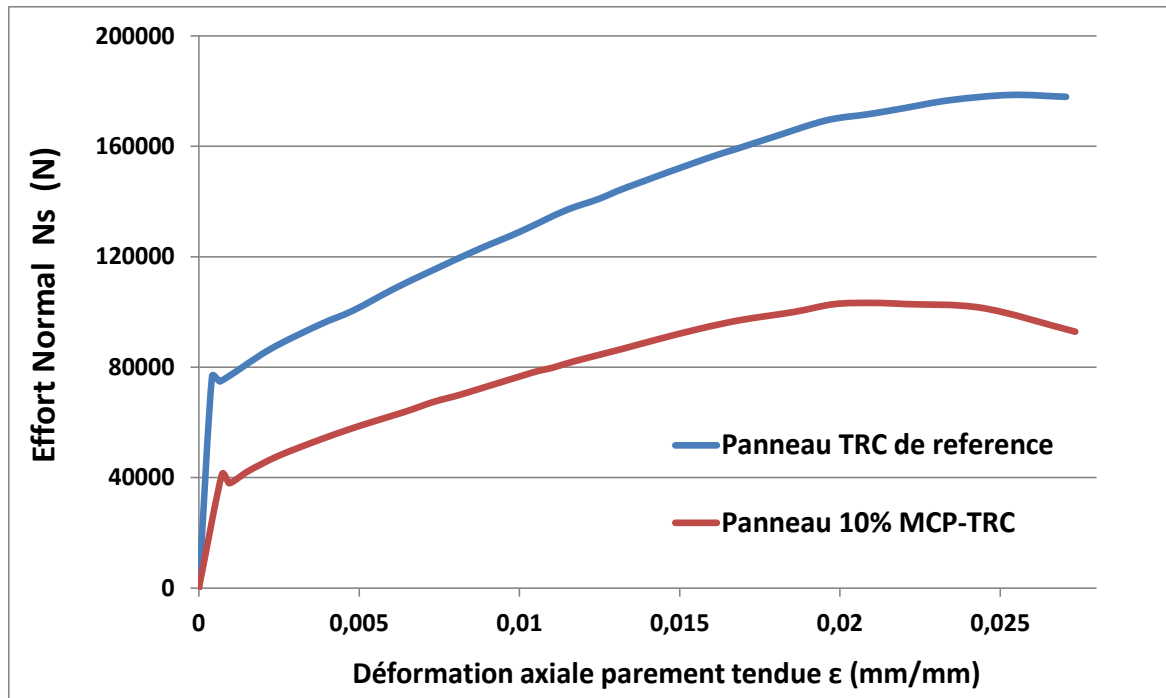
En négligeant  $M_u, M_l$  on obtient  $M = M_s = N_s \times c$  et  $N_s = \frac{M}{c}$  (AN-2)

Avec  $N_s$  l'effort normal dû au moment sandwich sur chaque parement (de compression en parement supérieur et de traction en parement inférieur), l'âme ne reprenant quasiment aucun effort normal due à sa rigidité axiale négligeable (voir représentations **figure AN-7**).

Après calcul suivant équation (AN-2), l'évolution de  $N_s$  en fonction de la déformation du parement en face tendue (la déformation est évaluée par les capteurs LVDT placés en faces tendues des parements) pour chaque configuration de panneau sandwich est présentée **figure AN-8**



**Figure AN-7** Représentation de la distribution des efforts dans une section de panneau sandwich en flexion



**Figure AN-8** Effort Normal en fonction de la déformation des parements tendus

La Taux de travail en rigidité du textile dans les parements tendus s'exprime comme suit :

$$T_E = \frac{\Delta N_s}{\Delta \varepsilon \times A \times E_{\text{text}} \times V_{T,\text{eff}}}$$

Avec  $\frac{\Delta N_s}{\Delta \varepsilon}$  est la pente en phase II (phase de reprise de l'effort par le textile avant la plastification de l'âme par cisaillement), sur la **figure AN-8**.

A est la section droite du parement

$E_{\text{text}}$  est le module élastique du textile utilisé et  $V_{T,\text{eff}}$  le taux de renfort effectif des parements.

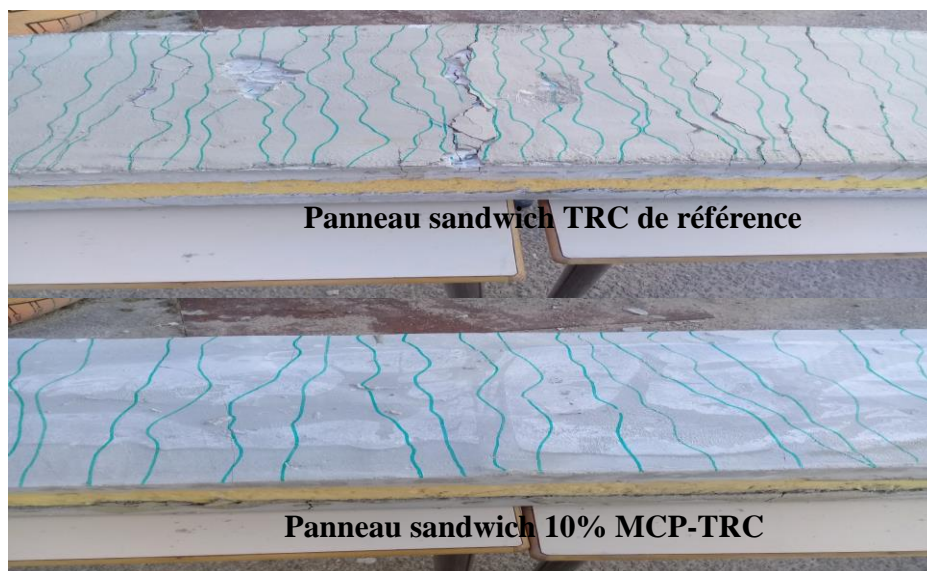
Le **tableau AN-2** résume les principaux résultats des tests de flexion sur panneaux sandwich incluant : la force à la première fissure, la force et flèche à rupture, les taux de travail en rigidité du textile au niveau des deux configurations testées, l'espacement moyenne des fissures en parements tendus (voir disposition des fissures en parements tendus **figures AN-9**) et l'énergie dissipée au cours des essais.

Panneaux sandwich	TRC de référence	10% MCP-TRC
Force à la première fissure (N)	5540±200	2800±120
Force à rupture (N)	12146±546	7230±325

Flèche à rupture (mm)	52.1±1.0	49.5±1.0
Taux de travail en rigidité (%)	70.3±4.9	45.6±3.1
Espacement moyen fissures (cm)	3.0±0.2	5.1±0.3
Energie dissipée (J)	270±5.0	247±4.5

**Tableau AN-2** Résultats caractéristiques des tests de flexion quatre points sur panneaux sandwich dans les deux configurations

A partir du **tableau AN-2**, il peut être constaté une dégradation du taux de travail en rigidité ainsi qu'un espacement moyen entre fissures successives plus important pour la configuration de panneau sandwich avec un parement à 10% MCP-TRC par rapport à la configuration avec parements en TRC de référence. Cela traduit une dégradation du transfert de charge à l'interface 'matrice/textile' due à l'effet du MCP, cependant le caractère ductile et multifissurant recherché et associé aux composites MCP-TRC a bien été observé dans le panneau 10% MCP-TRC et a permis d'atteindre une capacité portante à rupture (7230 N) plus de 2.5 fois supérieure à la force à l'apparition de la première fissure (2800 N). Cela est très encourageant en vue d'une possible introduction de ce concept dans le cadre de panneaux de façade autoporteurs en MCP-TRC à vocation d'isolation thermique.



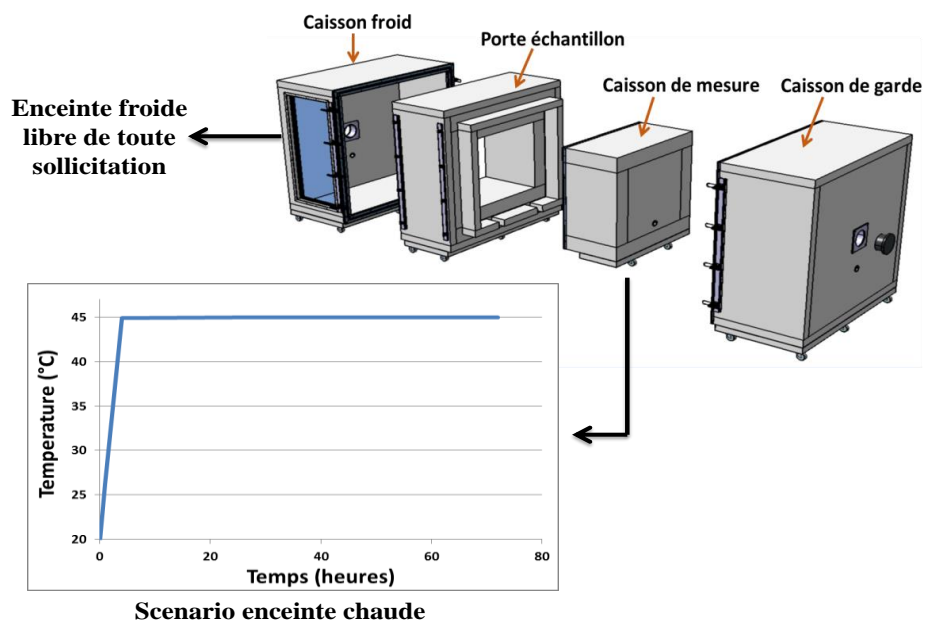
**Figure AN-9** Disposition des fissures sur parements tendus des panneaux sandwich dans les deux configurations (10% MCP-TRC, et TRC de référence)

### 3- Caractérisation thermique

Le test d'inertie thermique sur panneaux sandwich a été effectué à l'échelle 1 (avec parements d'épaisseurs 45 mm et âme d'épaisseur 150 mm) en raison de la compatibilité du test à l'échelle réelle avec la capacité portante du porte échantillon (due au caractère léger de l'âme polyuréthane).

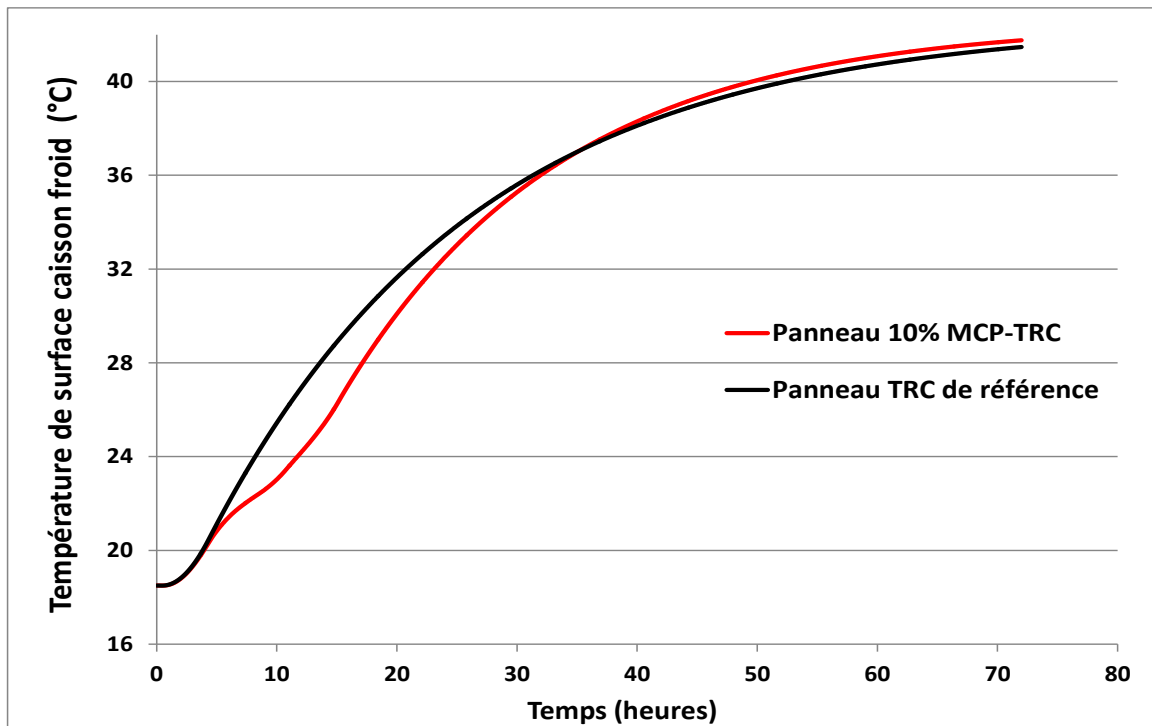
Pour ce faire, un scénario similaire a été imposé aux deux configurations de panneaux sandwichs (deux panneaux par configuration). Ce scénario consiste en une montée rapide en température de 20 à 45°C en 4h puis au maintien de la température à 45°C pendant une durée de 68h du côté de l'enceinte chaude de la boîte chaude gardée (voir le scénario imposé **figure AN-10**). L'enceinte froide représentant le ressenti intérieur reste libre de toute sollicitation. Pour le panneau sandwich contenant du MCP, la surface du parement en 10% MCP-TRC est en contact direct avec l'air ambiant de l'enceinte froide, de façon à ce que le parement contenant du MCP représente une paroi du côté intérieur de L'habitat.

Le scénario imposé (qui diffère de celui appliqué lors du test d'inertie sur dalles) inclut un palier à 45°C pendant 68h dans le but d'assurer la pénétration du flux de chaleur du côté chaud vers le côté froid à travers l'épaisseur de l'isolant en polyuréthane de très faible conductivité thermique ( $\lambda = 0.3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) et donc de faire ressortir l'effet du MCP intégré dans le parement en 10% MCP-TRC du côté froid. L'instrumentation utilisée est la même que celle décrite section IV.2.2.3.1.



**Figure AN-10** Schématisation du test d'inertie thermique sur Panneaux sandwich

Les résultats des tests d'inertie thermique sur panneaux sandwich 10% MCP-TRC et TRC de référence en termes de température de surface des échantillons testés au niveau de l'enceinte froide (caisson froid) suite au scénario imposé et décrit ci-dessus (chauffage de 20°C jusqu'à 45°C en une durée de 4h puis maintien de la température de 45°C pendant une durée de 68h, dans l'enceinte chaude, l'enceinte froide est libre de toute sollicitation) sont présentés **figure AN-11** ci-dessous :



**Figure AN-11** Température de surface des parements 10% MCP-TRC et TRC de référence des deux configurations de panneaux sandwichs dans l'enceinte froide

A partir des résultats des températures de surface relevés au niveau du caisson froid sur les parements 10% MCP-TRC et TRC de référence des deux configurations de panneaux sandwichs, il peut être conclu que le panneau sandwich 10% MCP-TRC présente un retard clair de l'avancée du front de chaleur qui se fait ressentir à partir d'une température de 23°C et atteint son pic à une température de 25°C (un déphasage de 4h entre le panneau 10% MCP-TRC et le panneau TRC de référence a été constaté lorsque la température de surface du parement 10% MCP-TRC atteint 25°C), ce retard est attribué au changement de phase du MCP. Au temps  $t = 13.4h$ , lorsque la température de surface du parement 10% MCP-TRC atteint 25°C (au pic de changement de phase), un écart de température de 3°C se fait ressentir entre le panneau 10% MCP-TRC et le panneau TRC de référence. Après le changement de

phase du MCP, la température de surface évolue de façon quasi similaire dans les deux panneaux sandwich car le transfert de chaleur sera essentiellement régi par l'inertie thermique de l'isolant (mousse polyuréthane).

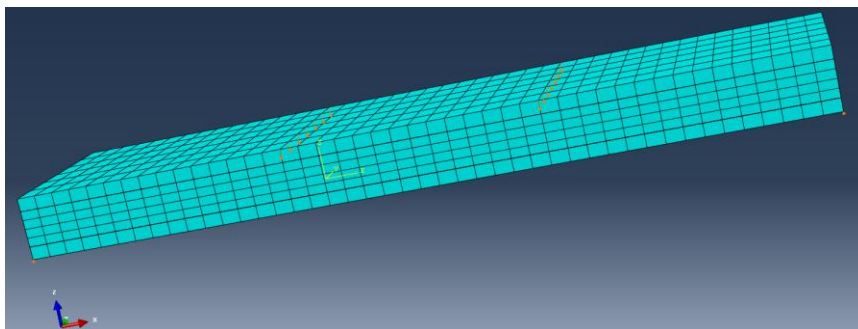
#### **4. Modélisation numérique du comportement mécanique des panneaux sandwich**

##### **4.1 Présentation du modèle**

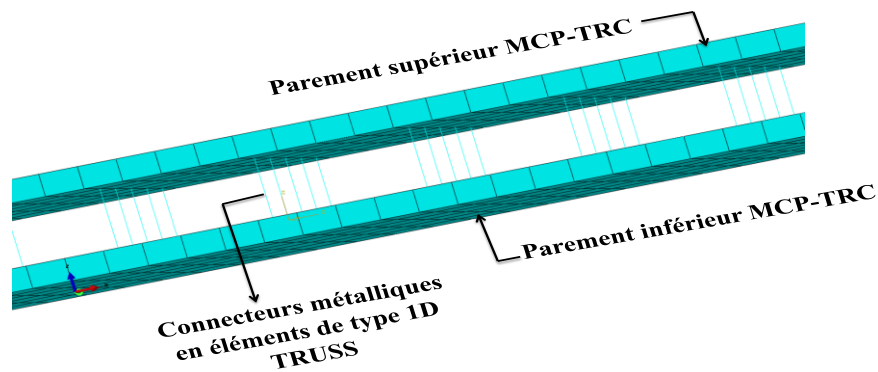
Le comportement mécanique des panneaux sandwich MCP-TRC a également été modélisé sous logiciel ABAUQUS. Le maillage des panneaux représentés **figure AN-12** a été établi avec des éléments de type 3D stress C3D8R aussi bien pour les parements que pour l'âme.

Une liaison de type TIE "Collage parfait" est appliquée entre les parements et l'âme car aucun décollement 'Parement /âme' n'a été remarqué lors des essais expérimentaux et cela grâce aux connecteurs métalliques incorporés. La liaison TIE est appliquée en assurant une superposition parfaite entre chaque couple de nœuds opposés entre les faces de l'âme et les faces des parements, chaque couple de nœuds superposés sera considéré comme étant un nœud unique et commun entre âme et parement. Une taille de maille de 2 cm a été appliquée dans la direction de la portée (issue d'une étude d'optimisation sur la taille du maillage).

La modélisation des connecteurs métalliques (vis taraudés) incorporés à l'intérieur de l'âme (qui en plus de servir de jonction entre les parements et l'âme, servent de raidisseur de l'âme ) a été intégrée par l'intermédiaire d'éléments 1D de type TRUSS à 2 nœuds liant à chaque occurrence d'une vis un nœud appartenant au parement supérieur au nœud opposé appartenant au parement inférieur (voir **figure AN-13**). Les éléments de type 1D TRUSS permettent d'introduire une rigidité en cisaillement correspondant à la rigidité des connecteurs en acier. Le chargement est appliqué en déplacement imposé et en quasi statique à 0.2 mm/min sur les nœuds situés respectivement au 1/3 et 2/3 de la portée du panneau et sur toute sa largeur.



**Figure AN-12** Maillage et géométrie des panneaux sandwichs MCP-TRC



**Figure AN-13** Modélisation des connecteurs métalliques

## **4.2 Lois de comportements**

A-Parements en MCP-TRC.

La loi de comportement utilisée pour les parements en MCP-TRC est une loi de type Concret-Damage Plasticity (CDP) avec un comportement en traction issu des lois de comportement expérimentales des composites MCP-TRC (avec imprégnation Latex) en traction directe, et une loi de comportement en compression issue des essais de compression sur matrices MCP-mortier

B-Ame en mousse cellulaire

Une loi de comportement de type Crushable Foam développée par Deshpande and Fleck [113] et implémentée sur ABAQUS a été utilisée pour modéliser le comportement de la mousse polyuréthane utilisée en tant qu'âme pour les panneaux sandwich:

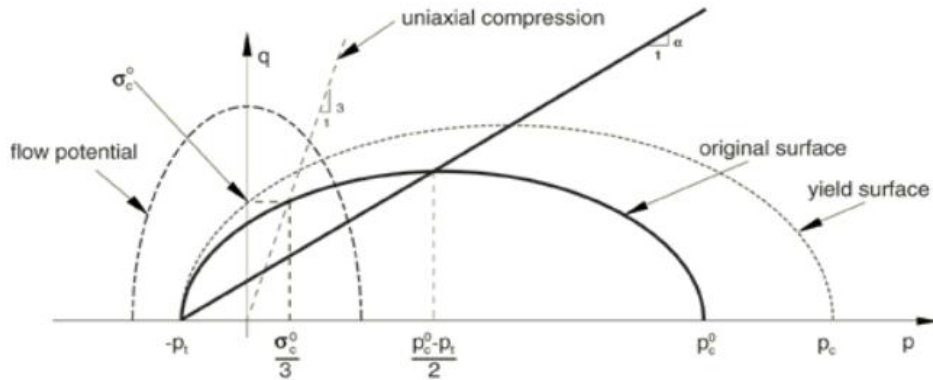
La loi décrit la capacité des mousses à se déformer en compression par processus de flexion des parois de leurs cellules. De plus, elle peut être utilisée pour modéliser l'écart entre la résistance à la compression d'un matériau en mousse et sa résistance plus faible à la traction due à la rupture des parois de ses cellules.

Cette loi de comportement utilise un critère de plasticité avec une dépendance elliptique entre la contrainte déviatorique et la pression hydrostatique  $p$ . La façon dont évolue la surface de charge est contrôlée par la déformation volumique plastique du matériau. L'évolution de la surface de plasticité peut aussi bien exprimer l'écrouissage que l'adoucissement du matériau à modéliser.

La surface de charge dans le plan déviatorique est définie (**figure AN-14**) par :



$$F = \sqrt{q^2 + \alpha^2 (p - p_0)^2} - B = 0 \quad (\text{AN-3})$$



**Figure AN-14** Fonction de plastification de la loi de comportement crushable foam

$p = -\frac{1}{3} \text{trace}(\sigma)$  ,  $p$  est la pression hydrostatique,  $q = \sqrt{\frac{3}{2}} (s : s)$  ,  $q$  est la contrainte de Von mises.

$A = \frac{p_c + p_t}{2}$  est l'amplitude de l'axe horizontal (des pressions hydrostatiques) sur la surface de charge

$p_0 = \frac{p_c - p_t}{2}$  est le centre de la surface de charge sur l'axe horizontal.

$p_c$  ,  $p_t$  sont les résistances du matériau en mousse en compression et tension hydrostatique, respectivement.

$B = \alpha A$  est l'amplitude de l'axe verticale (des contraintes de Mises) sur la surface de charge

$$\alpha = \frac{3k}{\sqrt{(3k_t + k)(3-k)}} , k = \frac{\sigma_c^0}{p_c^0} , k_t = \frac{p_t}{p_c^0} \quad (\text{AN-4})$$

$\sigma_c^0$  est la limite d'élasticité en compression uniaxiale,  $p_c^0$  est la limite d'élasticité en compression hydrostatique,  $p_t$  est la limite d'élasticité en traction hydrostatique.

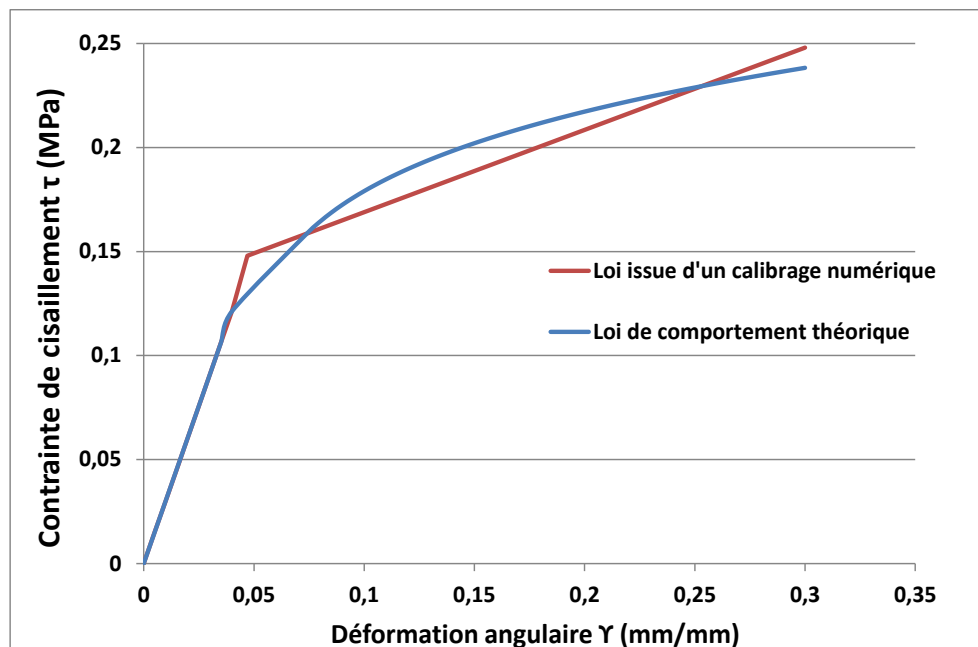
La loi d'écoulement de la loi Crushable foam s'écrit :  $\varepsilon^{pl} = \lambda \frac{\partial G}{\partial \sigma}$  ,  $\lambda$  étant le multiplicateur

plastique et  $G = \sqrt{q^2 + \frac{9}{2} p^2}$  est le potentiel d'écoulement.

La définition de la fonction de plastification nécessite l'introduction des paramètres  $k$  et  $k_t$  afin de permettre la définition totale de la surface de charge. Cependant en raison la non disponibilité de protocoles expérimentaux claires dans la littérature pour la détermination des paramètres  $p_c^0$  ,  $p_t$  , les paramètres  $k$  et  $k_t$  ont été calibrés de façon à approcher le mieux possible la loi de comportement en cisaillement théorique de l'âme Polyuréthane.

La calibration des paramètres ( $k, k_t$ ) s'effectue en simulant numériquement un test de cisaillement direct sur un cube ( $1\text{ m}\times 1\text{ m}\times 1\text{ m}$ ) en polyuréthane encastré en face inférieure et chargé horizontalement sur sa face supérieure, en optimisant les paramètres ( $k, k_t$ ) de façon à approcher au mieux la loi de comportement théorique du polyuréthane .

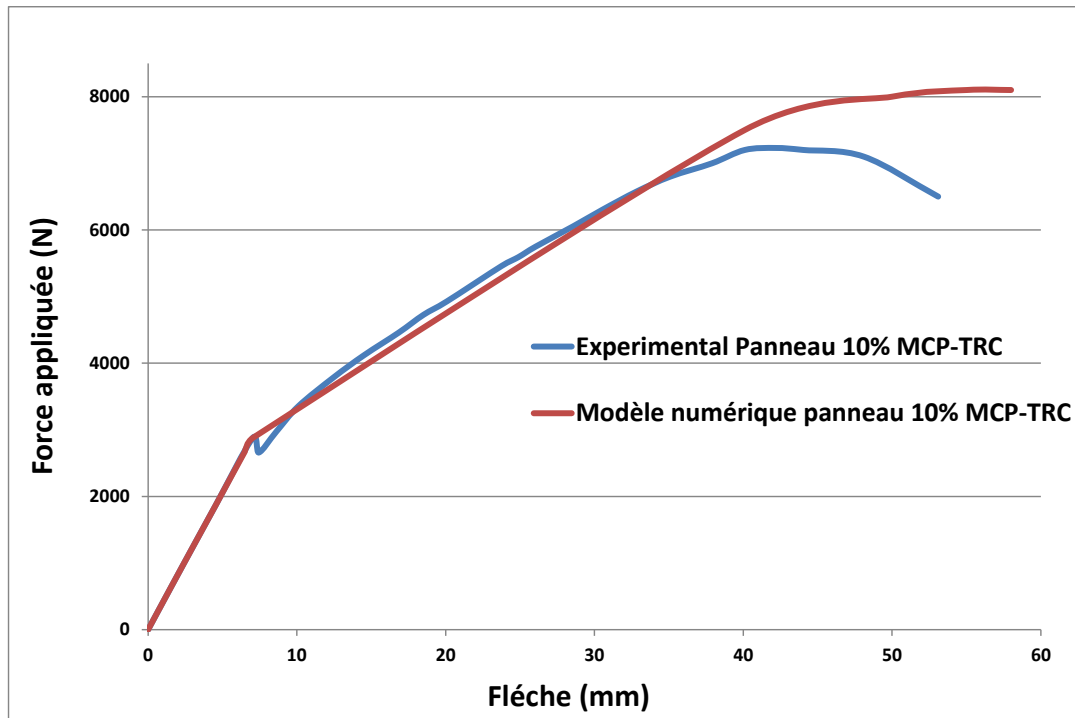
Le résultat du test de calibration (en contrainte de cisaillement vs déformation angulaire) ayant permis de caler les paramètres ( $k=0.1$  et  $k_t = 1.2$ ) de la loi Crushable Foam (ABAQUS) sur la loi de comportement théorique en cisaillement de la mousse polyuréthane est présenté **figure AN-15** (la loi de comportement théorique de la mousse en cisaillement est tirée des travaux de Gibson et Sharaf [114,115] présentés en **Annexe 2** qui lient la loi de comportement des mousses cellulaire en cisaillement à leur densité et aux propriétés mécanique du polyuréthane pur sans agent moussant)



**Figure AN-15** Résultat du test de calibration de la loi crushable foam pour ( $k=0.1$  et  $k_t = 1.2$ )

#### **4.3 Validation du modèle**

Une fois l'ensemble des lois de comportement des composants du panneau définies, la performance du modèle numérique proposé a été évaluée en le comparant au résultat expérimental en termes de force vs flèche du panneau sandwich 10% MCP-TRC maintenu et testé à 20°C, les deux courbes sont présentées **figure AN-16**

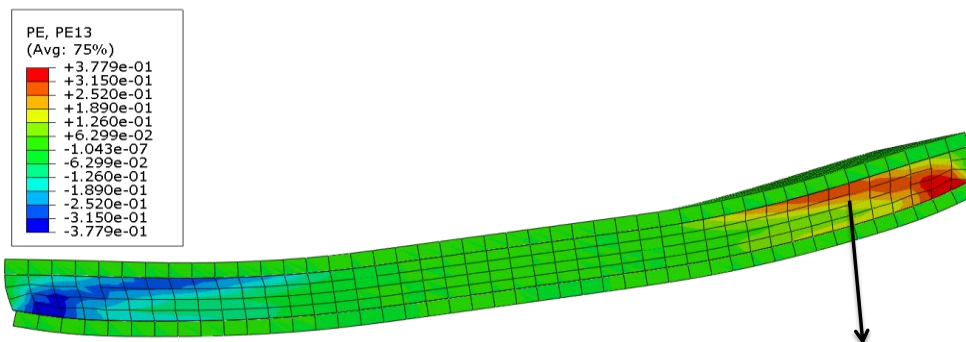


**Figure AN-16** Confrontation résultat expérimental vs résultat numérique en force vs flèche du panneau 10% MCP-TRC

Il peut être remarqué que le modèle numérique est capable de reproduire avec une bonne précision le comportement expérimental du panneau sandwich 10% MCP-TRC. Le changement de rigidité du panneau à  $F=2880\text{N}$  correspondant à la multifissuration du parement 10% MCP-TRC et à la transmission d'effort au renfort textile puis à  $F = 7800\text{ N}$  correspondant à la plastification en cisaillement de la mousse polyuréthane ont également été détectés par le modèle.

Il convient tout de même de souligner que le modèle numérique surestime légèrement la flèche à rupture (écart de 7%), ce qui est dû à l'erreur relative sur la loi de comportement de la mousse polyuréthane qui a été évaluée analytiquement.

Le mode de rupture par cisaillement de l'âme a également été capturé par le modèle, la **figure AN-17** représente la déformation angulaire de l'âme prédite par le modèle à rupture (la déformation angulaire maximale de l'âme prédite par le modèle à  $F=8050\text{N}$  correspond à la déformation angulaire à rupture  $PE13 \geq 0.3$ , voir **figure AN-17**)



PE 13 : déformation plastique angulaire due au cisaillement de l'âme prédite par le modèle PE13 > 0,3 (rupture par cisaillement de l'âme)

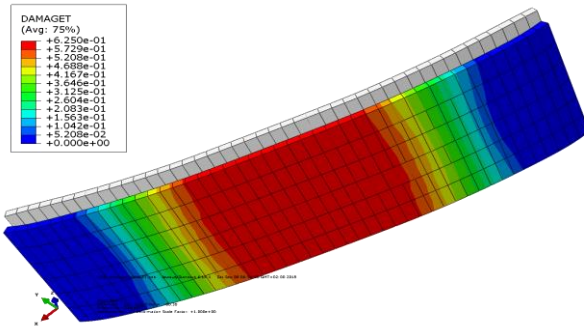


Analogie expérimentale (rupture par cisaillement de l'âme)

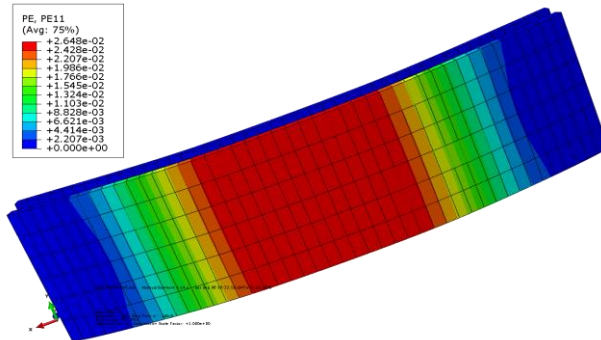
**Figure AN-17** Capture du mode de rupture par cisaillement de l'âme par le modèle numérique

Le modèle numérique est également capable de détecter le comportement non linéaire du parement inférieur 10% MCP-TRC soumis à la traction durant le chargement.

La **figure AN-18** représente la variable d'endommagement en traction 'DAMAGET' (paramètre de sortie de la loi de comportement CDP) ainsi que la déformation plastique axiale PE11 du parement inférieur 10% MCP-TRC en face tendue (représentant la déformation axiale du textile) au moment de la rupture du panneau [PE11 = 0,026 à rupture (écart de 5% constaté avec le résultat expérimental)].



Variable d'endommagement 'DAMAGET' dans le parement tendu à la rupture



Déformation plastique axiale PE 11 dans le parement tendu ,PE11 maximum à rupture =0,026 (écart de 5% constaté avec le résultat expérimental)

**Figure AN-18** Variable d'endommagement et déformation plastique du parement 10% MCP-TRC tendu

## Annexe 2

En vue de déterminer la loi de comportement de l'âme polyuréthane en cisaillement, peu de recherches dans la littérature s'accordent sur des essais expérimentaux précis étant donné le caractère très déformable du matériau, néanmoins des modèles analytiques existent dans la littérature afin de déduire la loi de comportement des mousses à partir de leurs caractéristiques physiques

Gibson et Ashby [114], lient le module de cisaillement des mousses isolantes en phase élastique avec le module élastique du polyuréthane pur sans agent moussant constituant les arêtes des cellules des mousses et leur masse volumique :

$$\frac{G_e}{E_s} = C_1 \phi^2 \left(\frac{\rho_f}{\rho_s}\right)^2 + C_2 (1 - \phi) \frac{\rho_f}{\rho_s} \quad (\text{AN-5})$$

$G_e$  est le module de cisaillement élastique de la mousse

$\phi$  est la fraction de polymère contenu dans les arêtes et égale à 0.98 selon Gibson et Ashby [114]

$E_s$  et  $\rho_s$  sont respectivement le module élastique et la masse volumique du polyuréthane pur sans agent moussant constituant les parois des cellules de la mousse.

$\rho_f$  est la masse volumique de la mousse.

Sharaf et al [115] en utilisant les résultats d'essais expérimentaux sur mousses de densité  $\rho_s = 64 \text{ kg/m}^3$  (de même densité que la mousse polyuréthane utilisée pour les tests expérimentaux sur panneaux sandwichs MCP-TRC) sollicitées en cisaillement ont permis de déterminer les constantes  $C_1, C_2$

$$C_1 = 0.73044, C_2 = 2.22401$$

Le comportement en cisaillement est linéaire jusqu'à la contrainte de plastification  $\tau_{el}$  (ou limite élastique). Cette contrainte est calculée comme suit [115]

$$\frac{\tau_{el}}{\sigma_{ys}} = C_3 \phi \left(\frac{\rho_f}{\rho_s}\right)^{3/2} + C_4 (1 - \phi) \frac{\rho_f}{\rho_s} \quad (\text{AN-6})$$

$\tau_{el}$  est la limite élastique en cisaillement de la mousse polyuréthane

$\sigma_{ys}$  est la limite élastique du polyuréthane pur sans agent moussant = 79MPa

$$C_3 = -0.07445, C_4 = 3.6304 \text{ d'après les expérimentaux de sharaf [115]}$$

A partir du point de plastification la deuxième phase de la courbe contrainte de cisaillement – déformation continue jusqu’à atteindre la déformation à rupture définie par :

$$\gamma_f = C_5 + C_6 \frac{\rho_f}{\rho_s}$$

Avec  $C_5 = 0.421$ ,  $C_6 = -3.337$  d’après les essais expérimentaux de sharaf [115]

$\gamma_f$  est la déformation de cisaillement à rupture

La relation contrainte-déformation en phase II (de plastification) peut être évaluée à l’aide de la relation suivante :

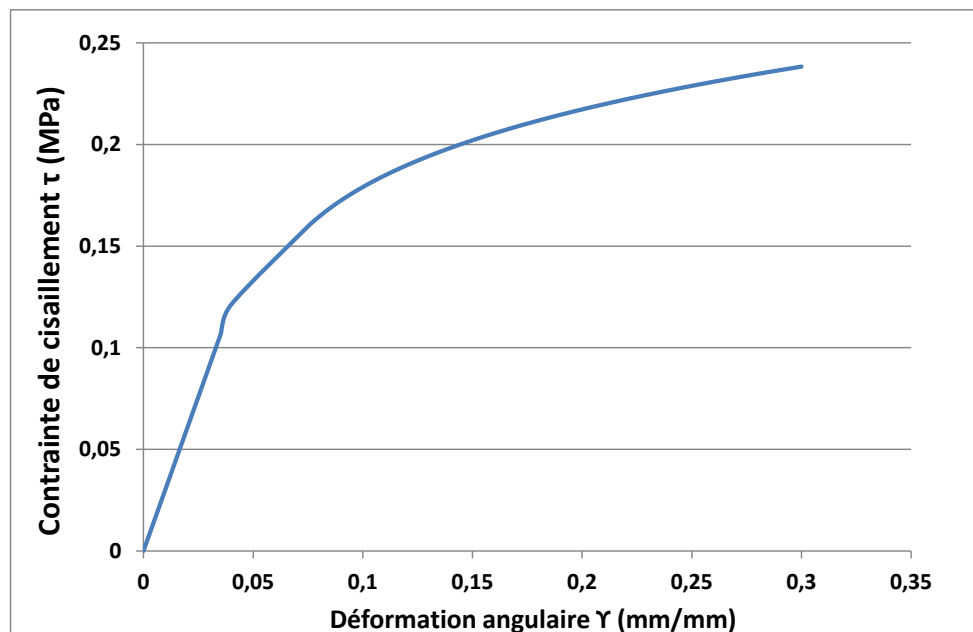
$$\frac{\tau}{\tau_e} = \frac{1}{D} \left( \frac{1-\gamma_f}{\gamma_f} \right)^m \quad (\text{AN-7})$$

$m = 0.9$  et  $D = 0.185$  pour une mousse en polyuréthane avec  $\rho_f = 32 \text{ kg/m}^3$ .

Les paramètres principaux permettant ainsi de définir la loi de comportement de la mousse polyuréthane sont résumés **tableau AN-3**. La loi de comportement établie est présentée **figure AN-19**

$G_e$ (MPa)	3.03
$\tau_e$ (MPa)	0.14
$\tau_f$ (MPa)	0.30
$\gamma_f$ (mm/mm)	0.23

**Tableau AN-3** Paramètres caractéristique de la loi de comportement de la mousse polyuréthane



**Figure AN-19** Loi de comportement théorique mousse polyuréthane

N° d'ordre : 2018LYSEE006

Prénom NOM : Zakaria Ilyes Djamai

**DISSERTATION TITLE:** Contribution to the multi-scale characterization of a new textile reinforced concrete with an enhanced thermal inertia by phase change materials (PCM-TRC composites): application to buildings.

**Speciality:** Mechanics and engineering

**Keywords :** *phase change materials (PCM), textile reinforced concrete (TRC) PCM-TRC, local approach, mechanical characterization, thermal performance, envelope of the building FE modelling.*

**Abstract:**

The building sector has a strong potential for improvement in terms of thermal performance and attenuation of the ecological footprint. A good design of the envelope as well as the structure of the building is fully integrated into these objectives and can contribute effectively to the reduction of energy consumption. This is accompanied by a relevant choice of materials and constructive systems composing the envelope and the structure of the building

The research work presented in this thesis is fully integrated in this context and aims at the development of an innovative composite resulting from the association of a modified cementitious matrix by the addition of phase change materials (PCM) and a textile reinforcement, the resulting composite will commonly be called 'MCP-TRC'.

A detailed study of the mechanical and thermal behaviour of the 'PCM-TRC' composite was carried out. A particular interest was brought during the work presented to the understanding of the interactions between PCM and cement matrix and between cement matrix modified by the addition of PCM and textile reinforcement. These interactions govern the mechanical and thermal behaviour of PCM-TRC composites.



Two innovative concepts (lightweight slabs and PCM-TRC sandwich panels) integrating the PCM-TRC composites were proposed. The mechanical and thermal performances of the two concepts were evaluated. The results obtained are very encouraging and promote the emergence of this type of composites in the building industry.

N° d'ordre : 2018LYSEE006

Prénom NOM : Zakaria Ilyes Djamai

**TITRE DE LA THÈSE :** Contribution à la caractérisation multi-échelle de composite textile-mortier à inertie thermique renforcée par des matériaux à changement de phase (composite MCP-TRC): application au bâtiment.

**Spécialité:** Mécanique et Ingénierie

**Mots clefs :** *matériaux à changement de phase (MCP), composite textile mortier (TRC), MCP-TRC, approche locale, caractérisation mécanique, performance thermique, enveloppe du bâtiment, modélisation EF*

**Résumé :** En français

Le secteur du bâtiment recèle un fort potentiel d'amélioration en termes de performances thermiques et atténuation de l'empreinte écologique. Une bonne conception de l'enveloppe ainsi que de la structure du bâtiment s'intègre pleinement dans ces objectifs et permet de contribuer efficacement à la réduction des consommations énergétiques. Cela s'accompagne d'un choix pertinent des matériaux et systèmes constructifs composant l'enveloppe ainsi que la structure du bâti.

Le travail de recherche présenté au cours de cette thèse s'inscrit pleinement dans ce contexte et vise le développement d'un composite innovant issu de l'association d'une matrice cimentaire modifiée par l'ajout de matériaux à changement de phase (MCP) et d'un renfort textile, le composite résultant sera communément nommé 'MCP-TRC'.

Une étude approfondie du comportement mécanique et thermique des composites 'MCP-TRC' a été réalisée. Un intérêt particulier a été porté au cours des travaux présentés à la compréhension des interactions entre MCP et matrice cimentaire ainsi qu'entre matrice

cimentaire modifiée par l'ajout de MCP et renfort textile. Ces interactions régissent le comportement mécanique et thermique des composites MCP-TRC.

Deux concepts à caractère innovant (dalles légères et panneaux sandwichs en MCP-TRC) intégrant les composites MCP-TRC ont été proposés. Les performances mécaniques et thermiques des deux concepts ont été évaluées. Les résultats obtenus sont prometteurs et permettent de jeter les bases de l'émergence de ce type de composites dans l'industrie du bâtiment.