

## Etude de l'arrachement de fils multifilamentaires de verre dans des matrices cimentaires

Anne-Claire Slama

## ▶ To cite this version:

Anne-Claire Slama. Etude de l'arrachement de fils multifilamentaires de verre dans des matrices cimentaires. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. CY Cergy Paris Université, 2020. Français. NNT : 2020CYUN1074 . tel-03204484

## HAL Id: tel-03204484 https://theses.hal.science/tel-03204484

Submitted on 21 Apr 2021

**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.



#### THÈSE de DOCTORAT pour l'obtention du titre de DOCTEUR EN GENIE CIVIL délivré par : CY Cergy Paris Université

Ecole Doctorale Numéro 417 Sciences et ingénierie

**Spécialité :** Génie civil **Laboratoire :** L2MGC

Soutenue publiquement le 29/10/2020, par : Anne-Claire Slama

## Etude de l'arrachement de fils multifilamentaires de verre dans des matrices cimentaires

Devant le jury composé de :

M. Emmanuel FERRIER	Rapporteur
Professeur des universités, Université Lyon 1	
M. Damien SOULAT	Rapporteur
Professeur des universités, École nationale supérieure des arts et industries textiles	
Mme Hélène DUMONTET	Présidente du jury
Professeure des universités, Sorbonne Université	
M. Farid BENBOUDJEMA	Examinateur
Professeur des universités, ENS Paris-Saclay	
M. Bruno FIORIO	Co-Encadrant de thèse
Maître des conférences, CY Cergy Paris Université	
M. Jean Louis GALLIAS	Directeur de thèse
Professeur des universités, CY Cergy Paris Université	

### Résumé

Le renforcement du béton par des structures en acier est une technologie maîtrisée et très utilisée contrairement au renforcement avec des structures textiles à base de fils multifilamentaires. Pour cette technologie, le mécanisme d'imprégnation du fil multifilamentaire par la matrice cimentaire est complexe du fait de la structure particulière de ces fils. Afin de comprendre le mécanisme d'imprégnation d'un fil multifilamentaire par une matrice cimentaire et son influence sur les propriétés mécaniques des composites fil/matrice, des essais d'arrachement ont été réalisés sur des éprouvettes de fil enrobé dans des matrices cimentaires. Différentes longueurs d'enrobage pour le fil et des matrices avec différentes propriétés mécaniques et rhéologiques ont été testées. Deux modes de rupture à l'arrachement ont été observés selon la résistance en compression de la matrice et la longueur d'enrobage. Pour les matrices avec une résistance en compression entre 60 et 70 MPa, le mode de rupture à l'arrachement est caractérisé par un comportement proche de celui du fil en traction même avec des longueurs d'enrobage faibles ( $\leq 1$  cm), avec des valeurs de charge maximale approchant les 60% de la charge maximale à la traction à cause de l'endommagement des filaments pendant la confection et la manutention des éprouvettes. Pour les matrices avec une résistance en compression inférieure à 60 MPa, le mode de rupture à l'arrachement présente une phase résiduelle liée au glissement et à l'extraction d'un nombre variable de filaments, avec des valeurs de charge maximale plus faibles que pour le premier mode évoqué et dépendantes de la longueur d'enrobage. Après le test d'arrachement, pour certains échantillons avec une extraction de filaments, une méthode innovante basée sur une double imprégnation avec de la résine permet de visualiser l'interface fil / matrice et identifier le degré d'imprégnation des différentes parties du fil en utilisant la microscopie confocale. Il est conclu que le degré d'imprégnation du fil, notamment le nombre de filaments totalement enrobés par la matrice, a une influence directe sur le comportement mécanique du fil enrobé, excepté pour la phase de glissement et d'extraction. Les propriétés rhéologiques des matrices n'ont pas d'influence significative sur cette imprégnation, sauf pour les matrices avec une résistance en compression inférieure à 30 MPa. Ainsi, pour ces dernières matrices, le mécanisme d'arrachement est différent puisque ce sont les liaisons filaments / matrice qui rompent au lieu des filaments. Ces conclusions ont permis d'améliorer les modèles analytiques mis en place pour prédire le comportement de ces composites.

Mots-clés : Matériaux cimentaires ; Fils multifilamentaires ; Composite ; Comportement mécanique ; Imprégnation ; Arrachement

#### Abstract

The reinforcement of concrete with steel structures is a well-known and well-used technology, on the contrary to the reinforcement with textile structures composed of multifilament yarns. For this technology, the impregnation mechanism of the yarn by the cementitious matrix is complex because of the particular structure of those yarns. In order to understand the impregnation mechanism of a yarn by a cementitious matrix and its influence on the mechanical properties of a yarn / matrix composite, pull-out tests have been performed on samples of varn embedded in cementitious matrix. Different embedded lengths for the yarn and different rheological and mechanical properties for the matrix were tested. Two pull-out modes were observed according to the compressive strength of matrices and the embedded length. For matrices with a compressive strength between 60 and 70 MPa the pull-out mode is characterized by a behaviour close to the tensile behaviour of the varn even with short embedded lengths ( $\leq 1$  cm), with maximum load values reaching approximately 60% of the tensile maximum load because of filaments damages during the manufacturing and storage of the samples. For matrices with a compressive strength inferior to 60 MPa, the pull-out mode exhibits a residual phase linked to a slippage and an extraction of a variable number of filaments, with lower maximum load values than the first pull-out mode and linked to the embedded length. After pull-out test, for some samples with filaments extraction, an innovative method based on a double impregnation with resin enables to visualize the yarn / matrix interface and identify the level of impregnation of the filaments by using confocal microscopy. It is concluded that this level of impregnation, especially the number of fully embedded filaments in the cementitious matrix, has a direct influence on the mechanical behaviour of the embedded yarn, except for the slippage and extraction phase. The rheological properties of the matrix has no significant influence on this impregnation, except for matrices with a compressive strength inferior to 30 MPa. For those matrices, the pull-out mechanism is different since it is the filament / matrix bonds that fail instead of the filaments. Those conclusions enable to improve the analytical models used to predict the behaviour of those composites.

Keywords : Cementitious material; Multifilament yarns; Composite; Mechanical behaviour; Impregnation; Pull-out

#### Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse, M. Jean-Louis Gallias, qui m'a épaulée pendant toute la durée de cette thèse, pour son soutien pendant toutes les analyses parfois complexes et pour son apport scientifique. Je tiens également à remercier mon encadrant, M. Bruno Fiorio, pour son aide sur l'aspect expérimental, sur ses interprétations et questionnements pertinents à la vue des résultats. Je les remercie aussi grandement tous les deux pour leur grande gentillesse, leur grande humanité et leur grande disponibilité.

Je tiens à remercier chaleureusement M. Damien Soulat, Professeur des Universités à l'Ecole Nationale des Arts et Industries Textiles ENSAIT, et M. Emmanuel Ferrier, Professeur des Universités à l'Université Claude Bernard, d'avoir accepté d'être rapporteurs de cette thèse et de porter intérêt à mes travaux. Je remercie Mme Hélène Dumontet, Professeure des universités à Sorbonne Université et M. Farid Benboudjema, Professeur des universités à ENS Paris-Saclay, pour avoir accepté d'être examinateurs de cette thèse.

Je remercie également la société Owens Corning pour avoir fourni les fils utilisés dans cette étude et plus particulièrement à M. Gérard Tardy pour avoir répondu à mes questions sur ces fils.

Je remercie énormément toute l'équipe du L2MGC et notamment Annelise Cousture, Noémie Chaumont, Lilian Cristofol et Jérôme Wassermann, ainsi que Rémy Agniel du laboratoire ERR-MECe, qui m'a formée et accompagnée sur le microscope confocal.

Enfin, je remercie mes collègues doctorants et ma famille pour leur soutien.

## Table des matières

In	troduction	16
1	Bibliographie         1.1       Introduction         1.2       Renfort : fabrication, nature et structure des fils de verre         1.3       Propriétés mécaniques d'un filament et d'un fil multifilamentaire de verre         1.4       Propriétés de la matrice cimentaire         1.5       Propriétés mécaniques du composite à l'arrachement         1.6       Synthèse	<ul> <li>22</li> <li>23</li> <li>24</li> <li>31</li> <li>34</li> <li>37</li> <li>58</li> </ul>
2	Caractérisation des matériaux et fabrication du composite         2.1       Introduction         2.2       Les fils         2.3       La matrice         2.4       Fabrication des éprouvettes avec fil         2.5       Conclusion	<ul> <li>60</li> <li>61</li> <li>61</li> <li>83</li> <li>92</li> <li>98</li> </ul>
3	Mise en œuvre des essais d'arrachement, méthodologie de traitement des résultats         et étude de la variabilité         3.1 Introduction	<pre> 99 100 101 102 106 113 115 120 126</pre>
4	Lien entre résultats à l'arrachement et paramètres rhéologiques et mécaniques         de la matrice         4.1       Introduction	<b>127</b> 128 129 137 143
5	Caractérisation mécanique du composite par essais d'arrachement et de flexion         5.1       Introduction         5.2       Phase d'arrachement : paramètres pré-pic, pic et post-pic         5.3       Aire pré-pic et post-pic         5.4       Phase d'extraction : paramètres résiduels         5.5       Etude de la masse extraite et lien avec les paramètres mécaniques         5.6       Justification de la discrimination des éprouvettes endommagées	<ul> <li>145</li> <li>146</li> <li>147</li> <li>156</li> <li>157</li> <li>159</li> <li>163</li> </ul>

	5.7	Description du comportement du fil à l'arrachement à partir des paramètres mécanique	s164
	5.8	Arrachement par flexion	166
	5.9	Conclusion	170
6	Obs	servation et caractérisation de la zone endommagée après arrachement	171
	6.1	Introduction	172
	6.2	Méthodes de caractérisation de l'interface fil-mortier	172
	6.3	Caractéristiques du fil enrobé avant arrachement	175
	6.4	Caractéristiques du fil après arrachement	178
	6.5	Caractérisation du moulage	181
	6.6	Étude de la forme du volume extrait et de la disposition du fil dans la matrice	186
	6.7	Corrélation avec les paramètres mécaniques	197
	6.8	Conclusion	214
7	Reg	gard critique sur les modèles	216
	7.1	Introduction	217
	7.2	Modèles existants et leurs limites	217
	7.3	Rappel des grandes conclusions de l'étude expérimentale	223
	7.4	Modèlisation phénoménologique et apports aux modèles existants	227
	7.5	Conclusion	232
$\mathbf{C}$	onclu	ision	234

# Table des figures

1	Exemples de structures TRC	18
2	Comparaison du comportement en traction des composites à armatures d'acier et armatures textiles enduites[5]	19
1.1	Images MEB d'une éprouvette mortier + fil multifilamentaire après fendage	23
1.2	Fabrication des fils de verre par voie de fusion directe [17]	25
1.3	Différents produits finis à base de verre [17]	28
1.4	Comparaison des propriétés des différents types de verre [17]	29
1.5	Composition chimique du verre AR [21]	29
1.6	Résistance à la rupture de filaments en fonction de la longueur des échantillons testés [39]	32
1.7	Comparaison de la résistance en traction des renforts de verre selon la structure considérée[17]	32
1.8	Analyse du nombre de ruptures de filament au cours de l'essai de traction d'un fil multifilamentaire de verre [40]	33
1.9	Différents types de renfort textile entraînant différents enrobages par la matrice ci-	35
1 10	Lion ontro la rhéologie de la matrice et la régistance en traction des composites renfort	55
1.10	tortilo / matrice cimentaire [57]	26
1 1 1	Comportament type d'un filament de verre à l'arrachement [63]	38
1 1 1 2	Échantillons pour l'arrachement unilatéral (gauche) et bilatéral (droite) [60] [68]	<i>J</i> 0 <i>A</i> 1
1.12	Éprouvette d'un fil multifilamentaire enrobé dans une matrice cimentaire après fen-	TI
1.10	dage observation au MEB du degré d'imprégnation des filaments fil neu imprégné	
	(haut) et fil imprégné (has) [74]	42
1 14	Charge maximale à la runture obtenue par essais d'arrachement pour différentes	14
1.1.1	longueurs d'enrobage et comparaison avec le nombre de ruptures de filaments [75]	43
1.15	Suivi à différentes étapes de l'essai d'arrachement des filaments intacts dans le fil	10
1.10	enrobé pour un échantillon	44
1.16	Localisation des filaments avant glissé lors des essais d'arrachement pour 4 échantillons <sup>6</sup>	1 45
1.17	Corrélation entre le nombre de filaments actifs et la charge d'arrachement pour deux	] 10
	$\acute{e} chantillons [67] \ldots \ldots$	46
1.18	Influence du rapport E/C de la matrice sur l'imprégnation d'un fil multifilamentaire,	
	filaments imprégnés par la matrice en noir et filaments peu ou pas imprégnés en gris,	
	(gauche) et sur la charge maximale à la rupture à l'arrachement (droite) [62]	47
1.19	Microstructure de la matrice dans différentes zones au voisinage du fil multifilamen-	
	taire enrobé [62] $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	48
1.20	Échantillon de fil multifilamentaire de verre AR non vieilli (gauche) et vieilli (droite)	10
	$[56] \ldots \ldots$	49
1.21	Comportements à l'arrachement (gauche) et observations au MEB de l'imprégnation	-
1.00	(droite) de fils multifilamentaires de différentes structures [68]	50
1.22	Influence de l'écartement des filaments sur le comportement mécanique à l'arrache-	
	ment de fils multifilamentaires de polypropylène [62]	51

1.23 1.24	Microstructures observées au MEB d'un composite de référence et d'un composite avec filler siliceux (particules de 200nm) [88]	52
1.95	référence, imprégné sec; (b) fil avec pré-imprégnation voie humide par la matrice ettringite; (c) fil avec pré-imprégnation voie sèche par le liant de la matrice [69] Paramètres pris en compte aux différentes échelles dans le modèle de Konred et	54
1.25	Chudoba [100]	$57\\58$
9.1	Fil de verre AB multifilamentaire de la gamme Com Fil de 2500 Tev	62
$\frac{2.1}{2.2}$	Comparaison de l'organisation des filaments dans deux échantillons du fil de 2400 Tex	62 63
$\frac{2.2}{2.3}$	Mesures du titre du fil de verre 2400 Tex	63
$\frac{3}{2.4}$	Mesures du titre du fil de verre 1200 Tex	64
2.5	Teneur en eau des fils après immersion	65
2.6	Teneur en eau des fils après immersion et drainage	65
2.7	Évolution de la teneur en eau du fil au cours du drainage	66
2.8	Montage utilisé dans la mesure de l'absorption de l'eau par capillarité	67
2.9	Absorption moyenne de l'eau par capillarité dans le fil	68
2.10	Masse moyenne d'une goutte de solution	69
2.11	Images obtenues au microscope optique : état initial, après dépôt d'une goutte, après	
	dépôt de trois gouttes; pour les différentes solutions S60	70
2.12	Images obtenues au microscope optique : état initial, après dépôt d'une goutte, après	
	dépôt de trois gouttes; pour les différentes solutions S12	70
2.13	Pourcentage moyen de matière récupéré sur les 3 gouttes déposées sur le fil, pour	
	chaque solution considérée	71
2.14	Mesure de la largeur du fil 2400 Tex avant dépôt des gouttes	72
2.15	Mesure de la largeur du fil 2400 Tex positionné dans le moule $4*4*16$ avant coulage	
	du mortier pour la réalisation des éprouvettes d'arrachement	73
2.16	Surface moyenne de l'étalement des gouttes, pour chaque dépôt, en fonction du	
	nombre de gouttes déposées	74
2.17	Pourcentage moyen de l'étalement en largeur des gouttes, pour chaque dépôt, en	
	fonction du nombre de gouttes déposées	75
2.18	Etalement en longueur par rapport à l'étalement en pourcentage de largeur de chaque	
0.10	dépot, pour toutes les solutions considérées	777
2.19	Dispositif utilise pour les essais de traction des fils et detail du talon colle à l'extremite	70
9.90	du fil	78
2.20	Courbes charge/deplacement de 6 échantilions identiques de fil 2400 Tex sorti bobine	70
0.01	(gauche) et 6 echantilions identiques de lin de ler (droite)	79
2.21	movembes (à dreite) des fils 2400 Tex et 640 Tex de verre AP	80
າ າາ	$(a \text{ drofte})$ des fils 2400 fex et 040 fex de verie Aft $\dots \dots \dots \dots$	80
4.22	tements	81
2 23	Courbes charges déplacement movennes pour les essais de traction fil simple avec	01
2.20	plusieurs traitements	82
2.24	Filaments d'un fil avant séjourné 28 jours dans l'eau alcaline	83
2.21 2.25	Mesures d'affaissement (au mini cône) et d'étalement (à la table à chocs)	87
2.26	Maniabilité des matrices en fonction du rapport A/L	88
2.27	Affaissement des matrices en fonction de la maniabilité	89
2.28	Étalement des matrices en fonction de la maniabilité	89
2.29	Résistance à la compression (haut) et à la flexion (bas) des matrices	90
2.30	Mise en place des fils avant coulage	92
2.31	Joint au niveau des trous du moule	92

$2.32 \\ 2.33$	Éprouvette préparée pour l'arrachement, ici Le=1cm	93
2.34	le long de la longueur d'enrobage $L_e$ Position moyenne en profondeur (gauche) et dans la largeur (droite) du fil dans différentes épreuvettes de différentes longueurs d'enrobage $I$	94 05
2 35	L +bosse en fonction de $L$ sur le fil pour les éprouvettes sans filler et avec filler	95 95
$\frac{2.50}{2.36}$	$L_e$ = bosse en fonction de $L_e$ sur le in pour les eprouvettes sans inter et avec inter $\cdot$ . Variabilité de $L_e$ due au sciage	96
2.37	Charge maximale à l'arrachement moyenne par gâchée et méthode de fabrication	97
3.1	Dispositif utilisé pour l'essai d'arrachement	101
3.2	Effet du lissage sur les maximums locaux de 6 courbes de traction d'un fil de verre .	102
3.3	Exemple d'une courbe avec phase résiduelle post-pic (M57-00 100C Le=1cm) $\ldots$	103
3.4	Exemple d'une courbe sans phase résiduelle post-pic (M41-20 100C $L_e=1$ cm)	103
3.5	Comparaison courbe moyenne éprouvettes mode 2 $L_e=1$ cm et courbe de traction fil	100
9.0	non enrobé, sans immersion dans l'eau et avec immersion dans l'eau pendant 28 jours	106
3.0 3.7	Course d'arrachement type et parametres mecaniques caracteristiques $\ldots$	108
0.1	de 6 courbes de traction d'un fil de verre: pente entre deux mesures successives en	
	fonction du pourcentage de $P_{max}$ correspondant à cette pente	110
3.8	$P_{max}$ des éprouvettes de répétabilité	112
3.9	Histogramme de fréquence des $P_{max}$ des éprouvettes de répétabilité	112
3.10	Droite de Henry des $P_{max}$ des éprouvettes de répétabilité $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	113
3.11	Exemple de deux courbes typiques (violette et verte) et d'une courbe atypique (bleue)	
0.10	pour les éprouvettes M57-05 100C $L_e = 1 \text{ cm}$	114
3.12	Exemple d'une courbe typique (orange) et de deux courbes atypiques (bleue et vio- lette) neur les éneurettes $M41.20,100C,L=0.7$ ere	115
3 1 3	rette) pour les eprouvettes M41-20 1000 $L_e = 0,7$ cm $\ldots$	115
0.10	$T_{max}$ (gauche) et $T_{res}$ (drone) moyens pour chaque longueur enrobee testee pour les	116
3.14	$P_{max}$ en fonction de la longueur enrobée (éprouvettes avec filler)	117
3.15	$P_{res}$ en fonction de la longueur enrobée (éprouvettes avec filler)	117
3.16	$P_{max}$ en fonction de la longueur enrobée (éprouvettes présentant une rupture en mode	
	1)	118
3.17	Exemple d'endommagement de la longueur libre au voisinage de l'extrémité chargée	
9.10	du fil (interface $L_e/Lf$ )	120
3.18	$P_{max}$ en fonction de la masse de filaments rompus avant arrachement, matrices sans	191
3 10	<i>P</i> en fonction de l'endommagement de la longueur libre matrices avec filler	121
0.15	<i>T<sub>max</sub></i> en fonction de l'endominagement de la fongueur nore, matrices avec mier	120
4.1	${\cal P}_{max}$ en fonction des matrices et de leur résistance (valeur entre parenthèse) en MPa,	
	classés par ordre croissant	129
4.2	Résistance en compression des matrices sans fil ou avec fil	130
4.3	$P_{max}$ pour les matrices sans filler considerees en fonction de la resistance en compres-	
	sion, a gauche moyenne sur tous les échantmons, a droite moyenne sur les échantmons	121
44	$P_{max}$ pour les matrices considérées en fonction de la résistance en compression	101
	movenne sur les échantillons avec arrachement mode 2	131
4.5	$P_{max}$ pour les matrices considérées en fonction de la résistance en compression, à	
	gauche moyenne sur tous les échantillons, à droite moyenne sur les échantillons avec	
	arrachement mode 1 $\ldots$	132
4.6	$K_{bond}$ (gauche) et $K_{debond}$ (droite) moyens pour les matrices sans filler considérées en	
	fonction de la résistance en compression	132

4.7	$P_{res}$ moyens pour les matrices considérées en fonction de la résistance en compression, à gauche moyenne sur tous les échantillons, à droite moyenne sur les échantillons matrice sans filler	133
4.8	$P_{res}$ moyens pour les matrices considérées en fonction de la résistance en compression, sans l'éprouvette atypique de la matrice M41-20 100C (gauche), sans l'éprouvette atypique de la matrice M41-20 100C et sans les éprouvettes de la matrice M57-05	104
1.0	100C (droite)	134
4.9	$P_{max}/L_e$ moyens pour toutes les matrices en fonction de la résistance à la compression de la matrice	125
4 10	$P_{\rm res}/L_{\rm c}$ movens pour toutes les matrices en fonction de la résistance à la compression	100
1.10	$\frac{1}{\sqrt{es}}$ $\frac{1}{2e}$ moyens pour volues its matrices on information de la resistance à la compression de la matrice	135
4.11	$M_{ext}/L_e$ moyens pour toutes les matrices en fonction de la résistance en compression	
	des matrices	136
4.12	$M_{ext}/L_e$ moyens pour toutes les matrices avec faible longueur d'enrobage en fonction	
4.13	de la résistance en compression des matrices $\dots \dots \dots$	137
	MPa, classés par ordre croissant	138
4.14	$P_{max}/L_e$ moyens pour les matrices avec filler en fonction de la maniabilité	140
4.15	$P_{res}/L_e$ moyens (gauche) et $K_{res}/L_e$ moyens (droite) pour les matrices avec filler en	
4.10	fonction de la maniabilité $\dots \dots \dots$	141
4.10	$K_{bond}/L_e$ moyens (gauche) et $K_{debond}/L_e$ moyens (droite) pour les matrices avec filler	1 / 1
117	en fonction de la maniabilité $\dots$ $\dots$ $\dots$ fonction de la maniabilité $\lambda$ souche	141
4.11	$T_{max}/L_e$ moyenne sur tous les échantillons à droite moyenne sur les échantillons avec arra-	
	chement mode 1	142
4.18	$P_{res}/L_e$ moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité à gauche,	
	$K_{res}/L_e$ moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité à droite $\ldots$	142
4.19	$K_{bond}/L_e$ moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité, à gauche movenne sur tous les échantillons à droite movenne sur les échantillons avec arra-	
	chement mode 1	142
4.20	$K_{debond}/L_e$ moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité, à gauche	
	moyenne sur tous les échantillons, à droite moyenne sur les échantillons avec arra-	
	chement mode 1	143
4.21	$M_{ext}/L_e$ moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité $\ldots \ldots \ldots$	143
5.1	$P_{max}$ en fonction $K_{bond}$ pour toutes les éprouvettes testées	147
5.2	$P_{max}$ en fonction de $K_{bond}$ des matrices sans filler $L_e = 1$ cm (à gauche) et $L_e = 0,7$	
	cm (à droite)	147
5.3	$P_{max}$ en fonction de $K_{bond}$ mode 1 et mode 2 des matrices sans filler	148
5.4	$P_{max}$ en fonction de $K_{bond}$ ; matrices avec filler $\ldots \ldots \ldots$	149
5.5	$P_{max}$ en fonction $K_{debond}$ pour les éprouvettes toutes matrices $\ldots \ldots \ldots \ldots$	151
5.6	$K_{bond}$ en fonction $K_{debond}$ pour les éprouvettes toutes matrices $\ldots \ldots \ldots$	151
5.7	$P_{max}$ en fonction de $K_{debond}$ $L_e=1$ cm (à gauche) et $L_e=0.7$ cm (à droite); matrices	150
٢٥	sans filler $\dots$	152
5.8 5.0	$P_{max}$ en fonction de $K_{debond}$ mode 1 et mode 2; matrices sans filler	153
5.9 5.10	$F_{max}$ en fonction de $K_{debond}$ , matrices avec inter	155
5.10	$\delta_1$ et $\delta_2$ moyens pour différentes L : matrice M57.00 30C	155
5.12	$P_{max}$ en fonction de l'aire pré-pic : toutes matrices	156
5.13	$P_{max}$ en fonction de l'aire post-pic ; toutes matrices	156
5.14	$K_{res}$ en fonction de $P_{res}$ ; $L_e=1$ cm (à gauche) et $L_e=0.7$ cm (à droite); matrices sans	
-	filler	157

5.15	$K_{res}$ en fonction de $P_{res}$ ; matrices avec filler	158
5.16	$P_{max}$ en fonction de $P_{res}$ pour les éprouvettes mode 1 toutes matrices toutes $L_e$ (à	150
F 17	gauche) et toutes matrices faibles $L_e$ (a droite)	158
5.17	$P_{max}$ en fonction de $M_{ext}/L_e$ pour les eprouvettes mode 1 sans filler	159
5.18	$P_{max}$ en fonction de la masse extraite après arrachement, différentes $L_e$ ; matrice	1.01
<b>×</b> 10		161
5.19	$P_{max}$ en fonction de la masse extraite après arrachement, $L_e$ =4cm; matrices M57-00	
	30C, M48-00 30C et M41-00 30C	161
5.20	$P_{res}$ en fonction de la masse extraite après arrachement, matrices sans filler $\ldots$	162
5.21	$P_{res}$ en fonction de la masse extraite après arrachement, différentes $L_e$ ; matrice M57- 00 20C	169
5 99	$P$ on fonction de $K_{1,2}$ , toutes les énrouvettes sons filler	162
5.02	$T_{max}$ en fonction de $R_{debond}$ , toutes les épiouvettes sans filler	164
5.20	$T_{max}$ en fonction de $T_{res}$ , toutes les epiouvettes sans finer $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	104
0.24	courbe type pour la nexion et parametres mecaniques calcules sur cette courbe,	167
5.95	Périotanes en florien de la matrice avec fil en florien en fonction de la résistance de	107
0.20	la matrice en flexion de la matrice avec in en nexion en fonction de la resistance de	160
F 96	The matrice end method same $M$ and $M$ and $M$ and $M$ and $M$ and $M$	109
5.20 5.07	Charge maximale de la matrice avec ni en nexion en fonction de $\Delta P_{fil}$	109
5.27	$\Delta P_{fil}$ en fonction des valeurs de $P_{max}$ obtenues à l'arrachement direct, pour chaque	170
	eprouvette	170
61	Détermination du contour d'un espace vide laissé par les filaments extraits au niveau	
0.1	de la face sciée des éprouvettes par analyse d'image	173
62	Procédé de réalisation de la double imprégnation	174
0.2 6.3	Différents échantillons après arrachement et double imprégnation observés au micro	114
0.5	sacro confocal (manuface rhodomina)	174
61	Différentes genes observées dans la section d'un échantillen deublement marqué ob	174
0.4	Differentes zones observees dans la section d'un echantmon doublement marque ob-	174
C F	Serve au microscope confocal	174
0.0	Suivi de differentes sections le long de la longueur d'enrobage	179
0.0	$P_{max}$ en fonction de l'aire du fil avant arrachement; matrices sans filler ( $L_e = 0, l$ et	170
67	1  cm	170
0.7	$P_{max}$ en fonction de l'aire du fil avant arrachement des eprouvettes avec rupture en	1 77
<b>C</b> O	$mode 2 \dots $	111
0.8	$P_{max}$ en fonction du perimetre du fil avant arrachement; matrices sans filler ( $L_e = 0.7 \pm 1.0$	1
	0,7  et  1,0  cm	177
6.9	$P_{max}$ en fonction de l'aplatissement du fil avant arrachement; $L_e = 1$ cm (à gauche)	1 - 0
	et $L_e = 0,7$ cm (à droite)	178
6.10	$P_{max}$ en fonction de l'aire (gauche) et du périmètre (droite) de l'espace laissé vide	
	par les filaments extraits après arrachement	179
6.11	$P_{res}$ en fonction de l'aire (gauche) et du périmètre (droite) de l'espace laissé vide par	
	les filaments extraits après arrachement	179
6.12	$P_{max}$ en fonction du ratio aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits / aire	
	fil avant arrachement; avec exclusion des mesures atypiques	180
6.13	$P_{max}$ en fonction du ratio aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits / aire	
	fil avant arrachement	180
6.14	Observations de la face sciée de l'éprouvette à différentes étapes du procédé de moulage	e181
6.15	Moulage issu d'une imprégnation complète de l'espace vide laissé par l'arrachement	
	du fil, observé au MEB	182
6.16	Localisation des zones d'analyse EDX	182
6.17	Spectre des zones 1 et 2	183
6.18	Spectre des zones 3 et 4	183
6.19	Spectre de la zone 5	184

6.20	Cartographie chimique d'une section polie à l'extrémité du moulage au voisinage de	105
C 01	la face sciee de l'eprouvette	185
6.21	Masse extraite en fonction du volume extrait calcule en utilisant les images de mi-	186
6 99	Différentes formes du volume du fil extrait possibles	197
0.22	Differentes formes du volume du in extrait possibles $\dots \dots \dots \dots$	107
0.23	Suivi le long de $L_e = 0,7$ chi de l'aire de l'espace faisse vide par les maments extraits	100
0.04	des eprouvettes avec glissement de la matrice M57-00 100C	188
6.24	Suivi le long de $L_e = 1$ cm de l'aire de l'espace laisse vide par les filaments extraits	100
0.0 <b>r</b>	des eprouvettes avec glissement de la matrice M57-00 100C	188
6.25	Suivi le long de $L_e = 0.7$ cm de l'aire de l'espace laissé vide par filaments extraits	
	des éprouvettes avec glissement de la matrice M57-10 100C	189
6.26	Suivi le long de $L_e = 4$ cm de l'aire de l'espace laissé vide par filaments extraits des	
	éprouvettes avec glissement de la matrice M57-00 30C	190
6.27	Suivi le long de $L_e = 0,7$ cm de l'aire totale du fil des éprouvettes avec glissement de	
	la matrice M57-00 100C	191
6.28	Suivi le long de $L_e = 1$ cm de l'aire totale du fil des éprouvettes avec glissement de	
	la matrice M57-00 100C	191
6.29	Suivi le long de $L_e = 0.7$ cm de l'aire totale du fil des éprouvettes avec glissement de	
	la matrice M57-10 100C	192
6.30	Aire moyenne sur toutes les sections de chaque éprouvette de l'espace laissé libre par	
	les filaments en fonction de la matrice	193
6.31	Aire moyenne sur toutes les sections de chaque éprouvette du fil total en fonction la	
	matrice	194
6.32	Suivi le long de $L_e = 1$ cm de l'aire totale du fil des éprouvettes M57-00 100C et	
	M57-00 30C	196
6.33	Suivi le long de $L_e$ de l'aire totale du fil de 3 éprouvettes M57-00 100C $L_e = 0.7$ cm;	
	M57-00 100C $L_e = 1$ cm et M57-00 30C $L_e = 4$ cm	196
6.34	Corrélation entre $p_{va}$ de l'espace laissé libre par les filaments extraits le long de $L_e$	
	et $P_{max}$	198
6.35	Corrélation entre $p_{uq}$ de l'espace laissé libre par les filaments extraits le long de $L_q$	
	et $P_{max}$	199
6 36	Corrélation entre $n_{\rm uc}$ de l'espace laissé libre par les filaments extraits le long de $L_{\rm c}$	200
0.00	et $P_{max}/I_{c}$	199
6.37	Corrélation entre $n_{i}$ de l'espace laissé libre par les filaments extraits le long de $L_{i}$	100
0.01	et $P_{iii}/I_{ii}$	200
6.38	Corrélation entre le ratio pente réelle / pente runture complètement télescopique de	200
0.00	l'espace laissé libre par les filaments extraits le long de L et $P = /L$	201
6 30	P en fonction de l'aire de l'aspace laissé libre par les filaments extraits	201
6.40	$P_{max}$ en fonction de l'aire de l'espace laissé libre par les filaments extraits $\dots$	202
6 41	$T_{res}$ en fonction de l'aire de l'espace faisse noire par les mainents extraits	202
6 49	$T_{max}$ en fonction de l'aire totale du fil	203
0.42	$P_{res}$ en fonction de l'aire dos flaments patents	204
0.43	$P_{max}$ en fonction de l'aire des filaments restants	200
0.44	$P_{res}$ en fonction de l'aire des maments restants	205
0.40	Fnaments comptes en fonction des maments theoriquement restants pour toutes les	207
0.40	sections considerees M57-00 100C $L_e = 0,7$ cm $\ldots$	207
0.40	Filaments comptes en fonction des filaments theoriquement restants pour toutes les	207
0.4-	sections considerees M5(-10 100C $L_e = 0, \ell$ cm	207
<b>b.</b> 47	Filaments comptes en fonction des filaments théoriquement restants pour toutes les	000
0.10	sections considerees M57-00 100C $L_e = 1$ cm	208
6.48	Filaments comptes (moyenne sur toutes les sections) en fonction des filaments théoriquer	nent
	restants pour toutes les matrices considérées	208

6.49	Comparaison entre l'aire de l'espace des filaments restants et le nombre de filaments	
	restants partiellement imprégnés présents dans cet espace, pour tous les échantillons	010
0 50	consideres	210
6.50	Nombre de filaments restants (en haut) et nombre de filaments restants totalement immériée (m hau) en la matrice sincentaire en fanction de $D$ matrices constitue de $D$	010
6 51	impregnes (en bas) par la matrice cimentaire en fonction de $P_{max}$ , matrices sans filler	212
0.51	Nombre de maments restants (en naut) et nombre de maments restants totalement	
	impregnes (en bas) par la matrice cimentaire en fonction de $P_{max}$ , avec exclusion des	019
6 59	Nombre de flemente restante totalement imprérnée par la matrice cimentaire en	213
0.52	Nombre de mainents restants totalement impregnes par la matrice cimentaire en fonction de $P_{\rm eff}$ matrices sons filler et matrice M57.00.20C $L = 1$ em	914
	Tonction de $P_{max}$ , matrices sans mier et matrice M57-00 50C $L_e = 1$ cm $\ldots \ldots$	214
7.1	(a) schéma de la situation réelle et (b) (c) (d) modèles développés pour expliquer les	
	résultats d'arrachement [111]	218
7.2	Modèle de "telescopic failure" développé par Banholzer[67]	218
7.3	Images MEB des ponts de matrice au centre du fil multifilamentaire (gauche) et de la	
	zone du fil définie comme complètement pénétrée par la matrice cimentaire (droite)	
	[111]	219
7.4	Méthode de mise en place du modèle MMM-PM [121]	222
7.5	Méthode de modélisation utilisée pour améliorer le modèle mécanique des TRC [119]	222
7.6	Suivi de la face sciée des éprouvettes au cours d'un essai d'arrachement	223
7.7	Modélisation du fil multifilamentaire enrobé (a) modélisation monolithique, (b) modèle	
	par couches, (c) modèle par zone, (d) modèle mixte [121]	226
7.8	Modélisation des 3 phases de l'essai d'arrachement du fil multifilamentaire [59]	227
7.9	Comparaison entre le modèle de Langlois et le comportement expérimental à l'arra-	220
<b>H</b> 10	chement pour $L_e = 0.7$ cm et la matrice M57-00 100C	230
7.10	Comparaison entre le modele de Langlois et le comportement experimental à l'arra-	000
7 1 1	chement pour $L_e = 4$ cm et la matrice M48-00 30C	232
(.11 7 10	Courbes charge/deplacement 6 eprouvettes M57-00 100C $L_e=1$ cm	240
(.12 7 1 2	Courbes charge/deplacement 6 éprouvettes mortier M57-10 100C $L_e=1$ cm	241
7.13	Courbes charge/deplacement 6 éprouvettes mortier M41-20 100C $L_e$ =1cm	241
7 15	Courbes charge/deplacement 6 éprouvettes mortier M41-20 100C $L_e$ -1cm	242
7.16	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes M57-00 100C $L = 0.7$ cm	242
7.17	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-10 100C $L = 0.7$ cm	243
7 18	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M48-20 100C $L_e$ =0,7cm	240
7.19	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M41-20 100C $L_e=0.7$ cm	244
7.20	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M41-30 100C $L_e=0.7$ cm	245
7.21	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M46-00 50C différentes $L_e$	246
7.22	Courbes charge/déplacement 5 éprouvettes mortier M57-00 50C $L_e=2$ cm	247
7.23	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-00 30C différentes $L_e$	247
7.24	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M48-00 30C différentes $L_e$	248
7.25	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-00 30C $L_e$ =8cm	248
7.26	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-00 30C $L_e=1$ cm	249
7.27	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M48-00 30 C $L_e=2$ cm	249
7.28	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-00 30C $L_e=2$ cm	250
7.29	Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M41-00 30 C $L_e$ =4cm	250
7.30	Courbes charge/déplacement pour 3 éprouvettes M57-00 100 C $\ \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	251
7.31	Courbes charge/déplacement pour 6 éprouvettes M57-05 100 C $\ \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	251
7.32	Courbes charge/déplacement pour 3 éprouvettes M57-10 100C	252
7.33	Courbes charge/déplacement pour 3 éprouvettes M48-20 100C	252
7.34	Courbes charge/déplacement pour 3 éprouvettes M41-20 100C	253
7.35	Courbes charge/déplacement pour 6 éprouvettes M41-30 100C	253

7.36	Fiche technique du ci	ment utilisé																255
7.37	Fiche technique du fil	ller utilisé .	•	 •	•	•	•	 •	•	256								

# Liste des tableaux

2.1	Caractéristiques des fils
2.2	Composition des solutions utilisées pour le test d'absorption des particules solides
	par le fil
2.3	Matériaux utilisés
2.4	Procédure de malaxage
2.5	Formulations testées en vue de la sélection des matrices
2.6	Matrices sélectionnées pour les essais d'arrachement
2.7	Longueurs d'enrobage testées pour chaque matrice sélectionnée pour les essais d'ar- rachement
2.8	Nombre d'éprouvettes d'arrachement testées pour chaque gâchée et chaque procédure
	de mise en place
3.1	Nombre d'éprouvettes exclues suite au traitement des résultats pour chaque matrice et chaque longueur enrobée $L_e$
4.1	Matrices avec filler et leur temps d'écoulement
5.1	Résultats obtenus aux essais de flexion des éprouvettes; matrice sans filler 168
6.1	Identification des matériaux présents selon les zones considérées
6.2	Echantillons observés au microscope confocal
7.1	$p_{va}$ et coefficients de corrélation de la droite de corrélation de la profondeur de la section étudiée sur la longueur d'enrobage $L_e$ en fonction des aires de l'espace laissé vide par les filaments extraits pour toutes les éprouvettes $\dots \dots \dots$

## Notations

tex : unité de mesure de la masse linéique du fil en g/km

 $L_e$  : longueur d'enrobage

 $L_l$ : longueur libre

 $V_{E}/V_{L}$  : volume d'eau sur volume du liant

 $\mathrm{A}/\mathrm{L}$  : quantité d'adjuvant sec sur quantité de liant

 $P_{max}$  : charge maximale

 $K_{bond}$  : rigidité pré-pic

 $K_{debond}$ : rigidité post-pic

 $P_{res}$  : charge résiduelle

 $K_{res}$  : rigidité résiduelle

 $L_g0$ : déplacement à partir duquel commence le glissement des filaments

 $L_q$ : longueur de glissement des filaments

 $\delta_1$ : déplacements entre  $0.5 * P_{max}$  pré-pic et  $P_{max}$ 

 $\delta_2$  : déplacement entre  $P_{max}$  et  $0.5*P_{max}$  post-pic

 $p_{va}$ : paramètre permettant de caractériser la forme du volume extrait

 $P_{maxmatrice}$ : charge maximale à la rupture de la matrice en flexion, équivalent à la résistance en flexion de la matrice

 $P_{minfil}$ : charge où le fil entre en jeu dans l'essai de flexion, qui reprend les efforts

 ${\cal P}_{maxfil}:$  charge maximale reprise par le fil avant sa rupture ou son extraction pour l'arrachement en flexion

 $\Delta P_{fil}$ : différence entre  $P_{maxfil}$  et  $P_{minfil}$  pour l'arrachement par flexion

 $F_A$ : force des filaments périphériques

 $E_f$ : module élastique des filaments

 $n_p$ : part de filaments périphériques

 $S_f$ : section totale des filaments

a : un paramètre à ajuster pour représenter la répartition des points d'ancrage dans la longueur d'enrobage

 $\delta$ : valeur d'allongement

 $\sigma_f$ : résistance en traction des filaments

 $F_{NA}$ : force des filaments de cœur

 $F_{NA\infty}$ : valeur de charge pour laquelle la courbe atteint un plateau en phase post-pic

 $R_c$ : résistance en compression de la matrice

 $N_f$  : nombre de filaments

# Introduction

Le béton est le principal matériau utilisé pour réaliser des ouvrages de génie civil et sa production mondiale est de 3,8 milliards de  $m^3$  par an. Le béton est un matériau très performant en compression mais ses performances en traction sont faibles. Pour remédier à cela, différents composites ont été mis au point au cours de l'histoire.

Parmi ces composites utilisés en génie civil, le béton armé a une importance indéniable. L'utilisation de renforts en acier afin de renforcer les propriétés mécaniques du béton, notamment sa résistance en traction, est pratiquée depuis de nombreuses années. En plus de permettre ce renforcement, ce composite présente l'avantage d'être de faible coût et facile à mettre en place sur chantier. Cette pratique est très bien encadrée par des normes et des codes tels que l'EUROCODE 2.

Ces codes préconisent notamment de réaliser une épaisseur d'enrobage des armatures d'acier importante si l'ouvrage est destiné à un environnement agressif, cela afin d'éviter la corrosion des armatures dans le béton. Les structures sont donc épaisses et lourdes, et les libertés de forme et de design sont limitées.

Afin de remédier à ces problèmes inhérents à la nature de l'acier des armatures du béton armé, un nouveau type de composite a été développé : un composite fibre/béton, appelé "fibre reinforced concrete". Les renforts fibreux utilisés peuvent être de natures diverses : fibre de verre, fibre de carbone, fibres organiques... Ces fibres présentent le grand avantage de ne pas se corroder, et d'être légères et flexibles. Les fibres utilisées sont de différentes structures : fibres individuelles comme pour les fibres d'acier ou un faisceau de fibres, dont les fibres ne s'individualisent pas dans la matrice cimentaire.

De plus, les fibres individuelles ou les faisceaux de fibres peuvent être coupés et donc utilisés en tant que fibres courtes, ou gardés longs et utilisés comme renfort continu [1].

Dans les composites à matrice cimentaire et renforts fibreux, les renforcements utilisés sont pour la plupart des fibres courtes, cependant l'utilisation de fibres continues se développe de plus en plus. L'avantage des structures continues est la possibilité de les orienter dans le sens de la sollicitation. Cependant, cet alignement dans le sens de sollicitation, qui induit un meilleur comportement du composite obtenu dans le cas des résines polymères [2], n'est pas forcément bénéfique dans le cas de matrices cimentaires [3]. De plus, elles demandent des méthodes d'incorporation dans la matrice spécifiques et le développement de nouveaux modèles pour simuler leur comportement mécanique dans le composite [4].

Une de ces méthodes d'incorporation est de réaliser une structure textile en 2D (généralement une grille) et de la placer entre deux couches fines de béton, ce sont les "textiles reinforced concrete" (TRC), dont un exemple est présenté en figure 1. Les TRC, sont des matériaux prometteurs afin de remplacer le béton armé. Les structures textiles utilisées dans les TRC sont variées, mais beaucoup ont pour base des fils multifilamentaires continus qui peuvent ensuite être déposés tels quels dans la matrice ou tissés avant d'être enrobés de béton. Les avantages de ce type de composites sont multiples : plus grande liberté de forme pour l'architecture des bâtiments, pas de corrosion, un enrobage de béton moins épais... Les TRC sont également très bien adaptés à être utilisés pour la réparation de structures déjà existantes et endommagées. Cependant, l'inconvénient majeur de ces matériaux est que les fils multifilamentaires présentent une structure complexe qui induit un mécanisme d'imprégnation par la matrice cimentaire encore mal compris et donc une sous exploitation de cette technologie. Afin de clarifier ce point, différentes études ont été menées durant ces vingt dernières années, avec notamment un projet d'étude collaboratif (SFB 532) mis en place à l'université de RWTH Aachen par le département de génie civil et design, réunissant des études interdisciplinaires et à toutes les échelles du matériau, dans le but de comprendre et modéliser le comportement mécanique de ce type de composites et le mécanisme d'imprégnation des fils multifilamentaires par la matrice cimentaire.



FIGURE 1: Exemples de structures TRC

Différents prototypes de structures composées de TRC pour des applications variées ont déjà été développés, notamment en Allemagne dans ce cadre de ce projet collaboratif, afin de montrer toutes les possibilités esthétiques mais également structurelles que ce type de composites peut présenter.

D'un point de vue industriel, la solution la plus utilisée pour exploiter au maximum les TRC malgré les difficultés à prédire leur comportement mécanique est les préfabriquer. Ainsi, le placement des grilles de fils est facilement réalisé en amont et les propriétés de ductilité de ce type de composites sont mises à profit. De plus, le grand avantage de ce type de composites est qu'ils permettent de créer des structures très fines et donc d'économiser des matériaux cimentaires. Ainsi, pour des structures comme des panneaux de revêtement de façades, l'économie de béton utilisé est de près de 80% par rapport à du béton avec armature en acier classique, puisque les panneaux ne font que 20 à 30 mm d'épaisseur [5]. De plus, les composites avec armatures en textile présentent des propriétés mécaniques supérieures à celles des composites avec armatures en acier, notamment si les armatures en textile sont enduites préalablement dans de la résine époxy ou du styrene-butadiene, permettant de réduire les disparités inhérentes au mécanisme d'imprégnation des fils multifilamentaire non enduits et ainsi d'obtenir des éléments préfabriqués avec des propriétés définies et stables. Une comparaison de ce type de composites avec un composite avec armature d'acier est présentée en figure 2.

D'autres applications que les façades sont également possibles. Ainsi, un pont pour les piétons a été construit à Albstadt à base d'éléments préfabriqués en composite TRC. Du fait de son absence de corrosion, ce type de composites est également très utile dans les bâtiments exposés aux chlorures, par exemple pour les constructions dans les milieux marins. Du fait de ses propriétés mécaniques intéressantes, les TRC peuvent également être utilisés dans des structures portantes. Ainsi, des panneaux sandwich [6] sont par exemple réalisés avec des couches extérieures en TRC pour obtenir de bonnes propriétés mécaniques mais aussi thermiques (les TRC conduisent peu la chaleur) [5].

Les TRC sont également très utilisés dans le domaine de la maçonnerie et notamment pour la réparation d'ouvrages historiques en maçonnerie [7, 8]. En effet, les TRC ont une très bonne compatibilité avec ces ouvrages de maçonnerie et présentent des résistances thermiques intéressantes [9], contrairement aux composites textiles avec résine polymère, qui ont également été utilisés pour ces réparations. Les tests mécaniques ont montré une bonne résistance du lien TRC/ouvrage endom-



FIGURE 2: Comparaison du comportement en traction des composites à armatures d'acier et armatures textiles enduites[5]

magé et également une ductilité intéressante de l'ouvrage renforcé, à condition que le ratio de TRC utilisé soit assez important [9, 10, 11].

Malgré ces diverses études sur le sujet et les quelques structures réalisées en utilisant cette technologie, les applications dégagées sont encore peu nombreuses et cette technologie reste très sous exploitée malgré ses avantages nombreux. Cela vient de l'impossibilité de prédire correctement le comportement mécanique de ce type de composites, ce qui entraîne des coefficients de sécurité mis en place très important et donc un grand freinage de l'utilisation de ce type de composites. De nombreuses études ont essayé de modéliser le comportement mécanique de ces composites en analysant le mécanisme d'imprégnation des fils multifilamentaire par la matrice cimentaire, mais peu d'étude ont permis de définir l'influence des propriétés mécaniques et rhéologiques de la matrice sur ce comportement et ce mécanisme, et les modèles établis ne peuvent être appliqués que dans des cas précis. En effet, ils contiennent des paramètres définis de façon statistique et ne permettent pas une réel prédiction du comportement mécanique obtenu expérimentalement des composites fil multifilamentaire/matrice cimentaire.

Cela vient principalement du fait que les différentes études manquent de méthodes de visualisation de l'imprégnation des filaments, notamment le long de la longueur d'enrobage, menant à des approximations sur cette imprégnation et des valeurs définies par calage sur des résultats expérimentaux bien précis.

Ainsi, certaines méthodes ont été développées et utilisées telles que la méthode FILT [12], qui permet de localiser et quantifier les casses de filaments enrobés lors d'un essai d'arrachement, ou l'imagerie par tomographie qui permet de visualiser une section du fil enrobé et d'identifier les filaments imprégnés sans destruction de l'échantillon. Cependant, toutes ces méthodes ne permettent pas réellement une quantification directe des filaments imprégnés, et surtout elles ne permettent pas une observation et une telle quantification sur toute la longueur du fil, ce qui amène à une simplification importante des modèles du comportement mécanique de ces composites.

Ainsi, le but de notre étude est de permettre une observation précise et surtout une quantification des filaments imprégnés par la matrice cimentaire, ainsi qu'une définition de leur degré d'imprégnation. Il est également nécessaire de comprendre de façon plus détaillée le lien entre les propriétés de la matrice (notamment sa fluidité), le mécanisme d'imprégnation des filaments et le comportement mécanique des composites fil multifilamentaire/matrice cimentaire.

Afin de continuer dans cette même démarche, une étude du comportement à l'arrachement d'un seul type de fil de verre imprégné dans différentes matrices cimentaires et présentant différentes longueurs d'enrobage a été réalisée ici. Dans le chapitre 1, différentes études existantes sur les points cruciaux définissant le comportement mécanique du composite fil multifilamentaire/matrice cimentaire sont évoqués, ainsi que les éléments physiques influençant ces propriétés mécaniques.

Ainsi, une grande section de cette partie bibliographique est dédiée aux différentes recherches réalisées sur le comportement à l'arrachement du filament et du fil multifilamentaire enrobé dans une matrice cimentaire. Les paramètres influençant ce comportement, et notamment le mécanisme d'imprégnation du fil sont définis. Les modèles établis, découlant de l'étude de ces résultats d'arrachement, qui définissent ce comportement sont décrits.

Dans le chapitre 2, les matériaux utilisés dans cette étude sont présentés et étudiés, d'un point de vue physique (capacité d'absorption de l'eau et des particules solides par le fil, propriétés rhéologiques de la matrice) que mécanique (comportement en traction du fil, effet de l'eau sur le comportement en traction du fil, propriétés mécaniques de la matrice). La méthode de fabrication des éprouvettes pour les tests d'arrachement est décrite, et les étapes de cette fabrication pouvant induire une variabilité sont étudiées.

Dans le chapitre 3, la mise en œuvre de l'essai d'arrachement est décrite, ainsi que les courbes types obtenues pour ces essais d'arrachement et les paramètres mécaniques définis et calculés sur ces courbes. La variabilité de comportement à l'arrachement étant importante, une étude de la répétabilité de ce comportement a été réalisée puis l'influence sur ce comportement des paramètres tels que la longueur enrobée et l'endommagement de la longueur libre est étudiée, ainsi que l'influence de certaines étapes de la fabrication. Toutes ces études permettent d'identifier et de rejeter certaines éprouvettes non représentatives des résultats à l'arrachement, du fait de leur comportement particulier différent de la courbe type définie, dû par exemple à un endommagement trop important de la longueur libre du fil avant l'essai.

Dans le chapitre 4, les résultats à l'arrachement, conservés suite à la méthode de traitement des résultats, sont analysés en lien avec les propriétés de la matrice utilisée pour les différentes éprouvettes. Ainsi, des conclusions sont dressées sur l'influence des propriétés rhéologiques et mécaniques de la matrice sur les différentes phases de l'essai d'arrachement, ainsi que l'influence de la composition des différentes matrices (notamment la présence de filler calcaire en substitution d'une partie du ciment).

Dans le chapitre 5, le comportement à l'arrachement de chaque éprouvette individuellement est considéré en détail sur chaque phase définie : la phase pré-pic, le pic, la phase post-pic et la phase résiduelle. Ainsi, une meilleure compréhension du mécanisme d'arrachement est permise en étudiant toutes les corrélations entre les paramètres mécaniques définis sur ces différentes phases. Ainsi, une description précise du comportement à l'arrachement du fil enrobé peut être effectuée. De plus, la masse de fil extraite lors de l'essai d'arrachement est étudiée afin de permettre une première étude du lien entre l'imprégnation du fil et son comportement à l'arrachement, qui est poursuivi plus en profondeur dans le chapitre suivant.

En effet, le chapitre 6 présente la technique de double imprégnation développée pour visualiser l'imprégnation des filaments des fils enrobés le long de la longueur d'enrobage après l'essai d'arrachement. Cette technique, couplée à des observations au microscope confocal et des analyses d'images avec machine learning, permet de comparer ces degrés d'imprégnation aux résultats à l'arrachement obtenus pour les éprouvettes soumises à cette double imprégnation, qui présentent toutes une extraction d'une partie des filaments. Ainsi, cette technique permet de mettre en évidence un lien direct entre les principaux paramètres du comportement mécanique et le degré d'imprégnation de filaments par la matrice cimentaire.

L'étude réalisée permet donc de visualiser l'imprégnation mais surtout de définir les degrés d'imprégnation des filaments du fil enrobé le long de la longueur d'enrobage, et de relier ces degrés d'imprégnation aux valeurs des paramètres mécaniques définis sur les courbes de l'essai d'arrachement. Ainsi, cette étude permet une meilleure compréhension de la relation entre le comportement mécanique et les propriétés physiques et mécaniques du fil enrobé. Des conclusions sont formulées sur l'influence des propriétés de la matrice sur le mécanisme d'imprégnation et d'arrachement du fil. Ce mécanisme d'arrachement est ensuite complètement décrit, d'un point de vue mécanique mais également du point de vue de l'influence de l'imprégnation du fil. Ainsi, il est établi que les filaments totalement imprégnés définissent totalement le comportement de la première phase du comportement d'arrachement.

Ces conclusions permettent de mettre en évidence des éléments tangibles pour une modélisation plus proche de l'état physique du fil dans la matrice cimentaire. Ce nombre de filaments totalement imprégnés peut ainsi être établi et être utilisé dans les modèles existants, qui définissaient ce paramètre de manière statistique ou par calage sur les essais expérimentaux.

## Chapitre 1

# Bibliographie

### Contents

1.1	Intro	oduction	<b>2</b>
1.2	Ren	fort : fabrication, nature et structure des fils de verre	<b>2</b>
	1.2.1	Constitution d'un fil de verre	2
	1.2.2	Fabrication	2
		1.2.2.1 Fusion du verre	2
		1.2.2.2 Fibrage et étirage	2
		1.2.2.3 Ensimage	-
		1.2.2.4 Finissage	1
	1.2.3	Propriétés du verre et caractéristiques générales des filaments de verre	1
1.3	Prop	priétés mécaniques d'un filament et d'un fil multifilamentaire de	
	verr	e	ę
	1.3.1	Propriétés mécaniques d'un filament de verre	
	1.3.2	Etude du comportement mécanique du fil de verre	
	1.3.3	Modélisation du comportement des fils multifilamentaires	
1.4	Prop	priétés de la matrice cimentaire	
	1.4.1	Type de matrice	
	1.4.2	Comportement mécanique	
1.5	Prop	priétés mécaniques du composite à l'arrachement	
	1.5.1	Comportement à l'arrachement d'un filament enrobé dans une matrice ci-	
		mentaire	
	1.5.2	Comportement à l'arrachement d'un fil multifilamentaire enrobé dans une	
		matrice cimentaire	4
	1.5.3	Lien entre l'interface fil / matrice et les propriétés mécaniques à l'arrachement	4
		1.5.3.1 Nature de l'interface et influence de la matrice sur l'imprégnation	4
		1.5.3.2 Mécanisme de l'imprégnation des fils multifilamentaires	4
		1.5.3.3 Optimisation de la liaison fil / matrice et influence sur les pro- priétés du composite	
	1.5.4	Modélisation du comportement mécanique des composites fils multifilamen-	
		taires / matrice cimentaire	ļ
1.6	Synt	hèse	ļ

#### 1.1 Introduction

Un fil multifilamentaire de verre est composé en général d'environ un millier de filaments réalisés en étirant du verre fondu dans une machine de filage adaptée qui permet de contrôler les différents paramètres structuraux de ce fil. Ces filaments ont plus ou moins de cohésion les uns avec les autres selon le type de fil multifilamentaire considéré et l'ensimage appliqué sur les filaments. Les fils multifilamentaires présentent une hétérogénéité de comportement du fait de plusieurs points : l'ensimage de chaque filament présente des différences, le positionnement de chaque filament est particulier et cela entraine des différences de cohésion, de frottements interfilamentaires et de frottement entre les filaments et la matrice. Il est donc nécessaire de faire une première étude sur les filaments et les fils multifilamentaires pour connaître leur nature, leur structure et leur comportement mécanique.

Pour la matrice cimentaire, des mortiers de faible granulométrie sont généralement utilisés, composés de sable, de ciment et d'eau. L'alcalinité de ces mortiers est un point important pour ces composites, puisque la résistance des fils de verre à cette alcalinité est faible, sauf pour les fils de verre alcali-résistants récemment développés. Ainsi, différents ciments et différentes additions (cendres volantes, fumée de silices ...) sont testés dans ces matrices pour réduire leur alcalinité.

Un autre problème se pose pour la formulation de ces matrices. En effet, les particules solides qui y sont présentes entrainent une pénétration non complète de la matrice au cœur des filaments du fil multifilamentaire (seule une zone annulaire au niveau de la bordure du fil est imprégnée) et donc une possibilité pour les fils non imprégnés de présenter les mêmes hétérogénéités de comportement que pour le comportement en traction du fil simple. La profondeur de pénétration de la matrice dans le fil dépend de la nature de la matrice, de sa composition, de ses propriétés mécaniques et rhéologiques mais aussi de la technique utilisée pour sa mise en place et pour assurer l'enrobage des fils par cette matrice. Ainsi, tous ces points seront évoqués dans ce chapitre.

Le mécanisme d'imprégnation du fil multifilamentaire dépend donc de plusieurs paramètres : en plus de la cohésion aléatoire des filaments entre eux, qui provoque une variabilité de la pénétration de la matrice dans le fil, les particules solides de la matrice ont une taille du même ordre de grandeur que les espaces interfilamentaires, ce qui fait que ces particules peuvent pénétrer ou ne pas pénétrer entre les filaments. Il y a une interpénétration partielle des deux matériaux utilisés dans ce composite, visible sur les images MEB de la figure 1.1. Une double hétérogénéité est présente au niveau de la zone du fil imprégné : les filaments induisent une hétérogénéité de la pénétration de la matrice et la matrice présente une structure particulière entre les filaments, puisqu'il s'agit de produits hydratés dans des conditions différentes du reste de la matrice.



FIGURE 1.1: Images MEB d'une éprouvette mortier + fil multifilamentaire après fendage

Les composites fils multifilamentaires à matrice cimentaire présentent ainsi deux zones de contact différentes. Du fait de ces deux zones de contact différentes, il existe deux types de comportement des filaments de renfort lors de la traction. Dans les zones où les filaments sont en contact avec la matrice, la force peut être transmise de façon adhésive. Dans la zone des filaments de cœur, seul un transfert par frottement peut avoir lieu, et cette force est discontinue. De plus, lors de la traction, les liens entre la matrice et les filaments extérieurs sont progressivement rompus, ce qui change le mécanisme de transfert de la force pour ces filaments qui devient un mécanisme de frottement comme pour les filaments de cœur.

Pour toutes ces raisons, de nouveaux modèles ont été mis en place pour décrire le comportement de ce type de composite. Ces modèles sont basés sur une représentation du fil en différentes couches concentriques plus ou moins imprégnées par la matrice cimentaire, et donc avec des seuils de rupture différents, avec un degré d'imprégnation croissant du centre vers la périphérie du fil. Les paramètres utilisés dans ces modèles, notamment pour la définition des couches concentriques et leur degré d'imprégnation, sont basés pour la plupart sur des ajustements statistiques et pas sur des observations expérimentales. Ils sont définis pour expliquer un essai de traction ou d'arrachement précis mais ne permettent pas de prédire le comportement d'autres essais de ce type.

Récemment, des études se sont concentrées sur le développement de nouvelles méthodes d'observation de l'imprégnation de ces composites, afin d'obtenir une visualisation plus précise des contacts filaments / matrice au sein du fil et ainsi de comprendre les mécanismes d'imprégnation et leur influence sur le comportement mécanique [13]. Toutes ces méthodes sont décrites dans ce chapitre. Des contradictions entre les modèles mis au point et la réalité expérimentale qui est observée par ces méthodes sont ainsi soulevées.

#### **1.2** Renfort : fabrication, nature et structure des fils de verre

#### 1.2.1 Constitution d'un fil de verre

Les structures textiles composées de fil sont des structures multi-échelles, avec différentes configurations et différents termes techniques pour chacune de ces échelles, qu'il convient en premier lieu de préciser.

Le plus petit élément est le filament ou fibre, c'est le composant élémentaire d'une structure textile. Les fibres présentent différentes longueurs, finesses, ténacités, flexibilités, morphologies et géométries de leur section, selon la nature du matériau considéré et notamment son origine. Dans le cas d'une origine naturelle par exemple, la fibre est constituée de plusieurs fibrilles assemblées qui sont constituées elles-mêmes d'un assemblage de macromolécules regroupées parallèlement. Ces fibres sont généralement courtes (sauf la soie) et ne présentent pas une section cilyndrique (sauf la laine). Concernant les fibres chimiques, plusieurs groupes existent : les fibres artificielles, les fibres synthétiques et les fibres minérales, dont font parties les fibres de verre. Pour ces fibres, leur structure élémentaire est obtenue majoritairement par passage du matériau fondu à travers une filière (plaque métallique avec des orifices calibrés) puis étirage. En conséquence, la fibre est dans ce cas un cylindre micrométrique plein et continu, composé de verre dans le cas de filament de verre. Dans ce cas, la dénomination utilisée pour ce composant élémentaire est filament plutôt que fibre, et c'est donc la dénomination utilisée dans toute la suite de cette étude.

Le fil est composé de plusieurs filaments, il s'agit en fait d'un assemblage de milliers de filaments. Cet assemblage peut se faire de façon directe (formation d'un rovings direct) ou avec une étape intermédiaire (rovings assemblés). Cette étape intermédiaire consiste à former des mèches qui sont ensuite assemblées pour former un fil.

Les mèches sont un assemblage de plusieurs centaines de filaments qui présentent une très forte cohésion entre eux. Il s'agit d'une sous-structure du fil.

L'assemblage des filaments, que ce soit en mèches ou en fil, s'effectue à l'aide d'un ensimage. L'ensimage est un produit chimique qui recouvre chaque filament lors du procédé de filage afin de les protéger. Il a également d'autres fonctions qui seront détaillées par la suite, et il permet notamment d'assurer la cohésion entre les filaments dans les mèches ou les fils. Cet ensimage peut être plus ou moins agglomérant et en plus ou moins grande concentration, afin de créer une grande cohésion entre les filaments (comme dans le cas des mèches) ou une cohésion plus faible (comme dans le cas des fils assemblés de façon directe).

Le verre présente de nombreux avantages : dureté, stabilité, résistance aux attaques chimiques, etc. De plus, les fibres de verre, fibres inorganiques de hautes performances, présentent des propriétés remarquables comme la flexibilité, la rigidité et la résistance mécanique. La structure multifilamentaire du fils de verre induit des différences de comportement et de propriétés par rapport à la fibre de verre considérée seule [14]. Plusieurs critères doivent donc être étudiés pour les renforts en verre des composites : la nature du verre utilisé, le type de structure textile utilisée, l'ensimage, le diamètre des filaments et le titrage [15].

Le titrage est une caractéristique important propre aux matériaux textiles, qui présentent une grande longueur. Il s'agit du poids linéique de la structure considérée (filaments, fils, mèches...), exprimé en g/km. Il permet de définir la finesse du matériau considéré.

#### 1.2.2 Fabrication

La fabrication des fils de verre de renfort se fait principalement par une voie de fusion directe. Pour cela, trois étapes principales sont nécessaires : composition et fusion du verre, fibrage et ensimage, finissages [16] (voir figure 1.2). Un intérêt tout particulier sera porté dans cette partie à l'ensimage puisqu'il détermine une grande part du comportement mécanique du fil mais aussi du composite, étant un facteur principal dans l'imprégnation du fil et dans les liaisons fils / matrices.



FIGURE 1.2: Fabrication des fils de verre par voie de fusion directe [17]

#### 1.2.2.1 Fusion du verre

La première étape commence par la préparation d'un mélange vitrifiable appelé "batch". Il s'agit d'un mélange de matières premières naturelles (sable, calcaire, kaolin...) ou synthétiques (carbonate de sodium, acide borique...) qui entrent dans la composition du type de verre souhaité. Ces matières sont broyées très finement et amenées aux mélangeurs [17, 16].

Ensuite, ce batch est porté à environ 1500 degrés ou plus, selon la composition du verre réalisé pour passer en phase liquide, être homogénéisé et dégazé [16, 18, 14]. Il est ensuite porté à différentes températures dans différentes parties du fourneau, ces températures étant définies par la viscosité du mélange utilisé. Ces étapes permettent d'obtenir une homogénéisation et une viscosité idéale pour que le verre fondu subisse l'étape suivante, le fibrage [14].

#### 1.2.2.2 Fibrage et étirage

Le fibrage consiste en l'étirage des filaments de verre après leur formation par passage du verre fondu à travers des filières. Les filières, chauffées à plus de 1000 degrés, sont composées de 2000 à 4000 trous de 1 à 2 mm et le verre coule par ces trous grâce à l'action de la gravité [16, 17].

L'étirage se fait ensuite à grande vitesse sur des rouleaux ou les broches des bobinoirs. En même temps qu'il est étiré, le verre est refroidi. C'est à cette étape que les diamètres des filaments sont définis, puisque ce diamètre dépend de la température de la filière et du diamètre des trous des filières mais aussi de la vitesse d'étirage, de la vitesse de refroidissement et de la viscosité du verre. Les filaments en cours d'étirage sont assemblés, afin de former un fil simple appelé fil silionne.

#### 1.2.2.3 Ensimage

L'étape d'ensimage termine l'étape de fibrage / étirage. L'ensimage est un traitement de surface appliqué sur les filaments, il intervient à deux étapes du fil : sa fabrication et son utilisation comme renfort dans un composite. Pendant la fabrication du fil, il assure quatre fonctions principales : protéger les filaments de l'abrasion, permettre une cohésion des filaments entre eux, protéger les filaments de l'humidité et éviter les phénomènes électrostatiques. Lors de l'utilisation du fil, il assure des fonctions essentielles et influence fortement le comportement mécanique du composite : permettre une transformation du fil obtenu en produits textiles utilisés comme renfort (par exemple apporter du glissant pour le tissage ou de la raideur), permettre un mouillage et donc une imprégnation optimale du renfort en verre par la matrice utilisée (la composition de l'ensimage doit donc être choisie en fonction de la matrice qui sera par la suite utilisée) et enfin permettre une bonne liaison entre la matrice et le renfort sur le long terme (ce qui influence directement les propriétés mécaniques et le vieillissement du composite).

Il existe trois types d'ensimage : les ensimages plastiques qui sont utilisés pour les produits destinés à l'utilisation comme renfort dans les composites, les ensimages textiles pour les produits destinés à subir des opérations textiles tels que le tissage, et les ensimages textilo-plastiques qui rassemblent les propriétés des deux premiers ensimages présentés.

Les compositions exactes de ces ensimages ne sont pas dévoilées par les fabricants, cependant il est possible de citer quelques composés utilisés dans leur élaboration. Cette confidentialité est due au fait que l'ensimage détermine une grande partie de la capacité du fil à être utilisé efficacement dans l'application pour laquelle il est destiné (bonne mouillabilité avec une matrice pour la fabrication des composites, facilité de tissage pour la fabrication de tissus techniques...). L'ensimage permet donc aux fabricants de se différencier sur le marché et de proposer des fils avec des fonctionnalités innovantes, et chaque fabricant a sa composition personnelle d'ensimage qui n'est bien entendu pas disponible sur les fiches techniques des produits.

Tous les ensimages sont des émulsions aqueuses. Les ensimages plastiques contiennent des éléments filmogènes collants qui permettent la cohésion entre les filaments, des éléments lubrifiants pour éviter l'abrasion et favoriser un bon vieillissement du fil et des agents de pontage qui permettent une bonne liaison entre le renfort de verre et la matrice utilisée. Les ensimages textiles quant à eux présentent des agents lubrifiants incompatibles avec les matrices, ils doivent donc être retirés des filaments avant leur utilisation comme renfort. Cette opération coûteuse et contraignante car nécessitant beaucoup d'équipements spécifiques explique la création des ensimages textile-plastique, qui présentent un compromis parfait pour les filaments subissant une opération textile et qui seront ensuite utilisés comme éléments de renfort dans un composite [16, 17].

L'ensimage ne représente que 0,1 à 3% de la masse finale des filaments mais il joue un rôle important dans les propriétés finales du composite [16, 15]. Les fils utilisés pour le renforcement des composites à matrices cimentaires possèdent un ensimage plastique permettant une optimisation de l'imprégnation des fils par la matrice [16]. Il faut néanmoins noter qu'une grande partie de l'ensimage est dissous dans la matrice cimentaire, notamment la partie lubrifiante de l'ensimage qui est soluble dans l'eau. D'autres fonctions de l'ensimage ont également été recherchées pour les fibres de verre destinées à être enrobée dans des matrices cimentaires. En effet, puisque la liaison chimique entre l'ensimage et la matrice cimentaire n'est pas possible, contrairement au cas de l'ensimage à base de silane utilisé avec les fibres de verre destinées à être imprégnées par une matrice de résine thermodurcissable, d'autres propriétés ont été recherchées pour l'ensimage [19, 20]. La première de ces propriétés est de maintenir l'intégrité du fil de verre, notamment dans le cas d'un fil coupé et dispersé dans la matrice cimentaire lors du malaxage et de la mise en place du béton ou du mortier. Pour cela, des ensimages à base d'élastomères et de copolymères d'acétate de vinyle et acrylate ont été utilisés [21, 22]. Ainsi, les différents filaments des fils coupés sont maintenus fortement ensemble et le malaxage est facilité. Sans cela, des phénomènes de paquets de fils emmêlés peuvent apparaître et créer des points de faiblesse dans la matrice après la prise. Cela peut également modifier l'ouvrabilité de la matrice et empêcher une bonne mise en place de cette dernière. Le deuxième axe de recherche concerne l'amélioration de la résistance au milieu alcalin des fils de verre E et AR. Pour cela, différentes techniques ont été utilisées, y compris l'enduction du fil par un mélange basé sur du styrène–butadiène [23].

#### 1.2.2.4 Finissage

Certains produits finis sont obtenus en assemblant directement les filaments en sortie de filière, après l'étape d'étirage, pour former un fil multifilamentaire (direct draw roving) [16, 14]. Il s'agit des rovings directs, des rovings bouclés, des fils coupés et des mats de fils continus (déposés en couches et liés avec un liant organique), obtenus directement après fibrage et ensimage plastique. Dans la majorité des cas, le produit fini n'est pas réalisé de manière directe mais par assemblage après ensimage à partir d'un fil de base (appelé également fil silionne). Ce fil de base présente soit un ensimage plastique soit un ensimage textile et peut ensuite être transformé en un très grand nombre de produits finis différents comme le montre la figure 1.3.

- Les fils de base avec ensimages plastiques peuvent être transformés en différents produits finis : en rovings assemblés, consistant en l'assemblage de plusieurs fils de base qui sont bobinés
- ensemble; — en filaments broyées;
- en fils coupées;
- en mats de fils coupés, provenant de la coupe des rovings assemblés ou des fils de base, liés mécaniquement ou chimiquement;
- en tissu, provenant du tissage des rovings direct, bouclés ou des rovings assemblés;

Les fils de base avec ensimages textiles sont quant à eux transformés en fils simples, fils retors (retordage de fils simples), fils câblés (retordage de fils retors). Ces fils textiles sont ensuite utilisés en tissage.

Les fils multifilamentaires sont ainsi caractérisés par de nombreux paramètres : la nature du verre utilisé, sa composition, la nature de l'ensimage et les paramètres structuraux du produit fini utilisé (diamètre des filaments, modalité d'assemblage, titrage, ...) [17]. Ces paramètres, définis lors de la fabrication, sont cruciaux vis-à-vis du comportement mécanique du fil. Une variabilité du comportement mécanique des filaments et des fils multifilamentaires identiques du point de vue de ces propriétés structurelles existent. En effet, il peut par exemple exister une variabilité lors de la fabrication du même fil par exemple, que soit lors de l'étirage, qui ne sera pas tout à fait identique pour chaque filament et donc engendre des filaments de diamètres légèrement différents, ou dans la dépose de l'ensimage, qui peut présenter des défauts. De plus, de légers accidents survenus lors de cette fabrication, par exemple une légère variation de température lors de la fonte du verre ou du refroidissement des filaments après leur étirage, peuvent engendrer la création de micro défauts dans certains filaments, qui peuvent ensuite modifier les propriétés mécaniques du fil. De même, l'étape de bobinage du fil peut également engendrer des variations de comportement mécanique du fil. Ainsi, le fil au centre de la bobine peut avoir des propriétés légèrement différentes du fil à l'extérieur de la bobine, car ils ne subissent pas tout à fait les mêmes contraintes lors du bobinage.



FIGURE 1.3: Différents produits finis à base de verre [17]

En plus de ces propriétés structurelles, d'autres points sont donc à considérer pour caractériser le comportement mécanique de ce type de renfort.

Concernant les renforts textiles utilisés dans le cas des composites avec matrice cimentaire, une grande majorité a une structure de fibres courtes. Ces fibres peuvent être sous forme de filaments isolés ou sous forme multifilamentaires, c'est-à-dire d'un fil multifilamentaire coupé en plusieurs parties de longueur définie (généralement entre 1 et 50 cm). La longueur de ces fibres courtes dépasse rarement 50 cm car elles sont introduites dans la matrice puis soumise à un malaxage permettant de les distribuer aléatoirement dans toute la matrice, et des fibres de trop grande longueur peuvent, pendant ce malaxage, provoquer des phénomènes de paquets car les fibres s'emmêlent. Ces fibres peuvent être à base de polymères (polypropylène, poly acétate de vinyle, ...) ou minérale (verre, amiante, carbone, ...). En dehors des fibres courtes, les fils multifilamentaires sont également utilisés de façon non coupée, donc dans leur forme continue, avec une mise en place totalement différente dans la matrice, permettant d'orienter les fils dans le sens de la sollicitation.

#### 1.2.3 Propriétés du verre et caractéristiques générales des filaments de verre

Lors de la fabrication, différentes caractéristiques cruciales pour le comportement mécanique du renfort de verre dans le composite sont donc définies. La nature du verre utilisé, sa composition, le type de produits finis (fils simple, retors, produits tissés, fibres coupées, ...), leurs paramètres structuraux (diamètre des filaments, titrage, ...) et l'ensimage utilisé sont choisis selon la méthode de fabrication du composite et le type de matrice utilisés. La nature du verre utilisé influence notamment les propriétés mécaniques, thermique et de résistances aux attaques chimiques acides ou basiques comme le montre la figure 1.4 qui présente une comparaison des propriétés des différents types de verre. La structure du produits finis et son ensimage influencent quant à eux respectivement les propriétés mécaniques du renfort et les liaisons matrices / renfort [15].



FIGURE 1.4: Comparaison des propriétés des différents types de verre [17]

	Parts by Weigh	
SiO <sub>2</sub>	55-80%	
Alkaline earth metal oxide(s)	4-20%	
(CaO, MgO, BaO, etc.)		
Alkali metal oxide(s)	1–20%	
(Na <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O, etc.)		
ZrO <sub>2</sub>	5-25%	
TiO <sub>2</sub>	O-10%	

FIGURE 1.5: Composition chimique du verre AR [21]

Le verre se caractérise principalement par le fait qu'il est amorphe. Cette propriété s'obtient par un refroidissement très rapide lors de sa fabrication, ce qui évite sa cristallisation. Il est composé d'un réseau en trois dimensions de silices, mélangé à des oxydes pour aider au procédé de fibrage. Les liaisons au sein de la fibre sont donc des liaisons covalentes. La fibre de verre a des propriétés isotropes puisqu'elle ne présente pas d'orientation particulière contrairement à d'autres fibres de hautes performances comme le carbone et l'aramide [14, 18].

Il existe différents types de verre, chacun présentant des propriétés particulières adaptées à certaines applications précises [16]. Le verre le plus utilisé et le plus commun est le verre E, qui est un verre avec de bonnes propriétés mécaniques et qui est peu coûteux. Parmi les verres utilisés pour réaliser des structures textiles, on peut citer également le verre D, verre diélectrique utilisé dans les applications électroniques, le verre C contenant des oxydes alcalins qui lui confèrent une grande résistance aux acides, les verres R et S à haute teneur en silice et alumine qui présentent des propriétés mécaniques meilleures que le verre E et enfin le verre AR, qui est un verre à forte teneur en oxyde de zirconium qui lui confère une bonne résistance aux milieux alcalins mais aussi aux milieux acides.

Le développement des propriétés des verres dits "spéciaux" (non verre E) est limité par le coût de ces types de verre mais également par leur fibrabilité (leur capacité à être transformé en filaments). Les verres R et S notamment sont difficiles à mettre en œuvre dans un procédé de filage industriel [16]. Ces verres sont donc essentiellement utilisés pour réaliser d'autres types de produits ne nécessitant pas d'étape de filage comme le verre plat ou le verre moulé (par différents procédés tels que le coulage, le soufflage ou le laminage).

Le verre utilisé dans les composites à matrice cimentaire est le verre AR, capable de résister à l'alcalinité des matériaux cimentaires. Sa particularité est dans sa composition : il contient entre

5% et 25% d'oxyde de zirconium  $ZrO_2$  et jusqu'à 20% de soude  $Na_2O$  [17, 18]. Sa composition (pourcentage des éléments en masse) est donnée en figure 1.5. Des études ont montré que le pourcentage d'oxyde de zirconium est un élément crucial pour la résistance au milieu alcalin. Ainsi, un pourcentage trop faible (inférieur à 5% en masse) induit une résistance au milieu alcalin inférieure à un verre qui n'en contient pas, car il empêche le processus de reconstruction du verre. Pour des pourcentages élevés, il y a un ralentissement de la vitesse d'altération du verre et donc cela induit bien une résistance importante aux alcalins [24].

Majumdar et al. ont mené différentes études [25, 26, 27] afin d'évaluer la résistance réelle aux alcalins de ce verre AR, en utilisant différentes configurations de test, des ciments avec différentes teneurs en alcalins, différentes méthodes de cure pour les composites et différentes durées de conservation de ces composites. Ces études ont permis de quantifier l'effet sur les fibres de verre AR de leur conservation dans une solution eau + ciment et dans la matrice cimentaire, notamment en terme de dégradation des propriétés mécaniques des fibres dans un environnement alcalin. Pour cela des filaments vierges (sans ensimage) sont placés dans différentes solutions cimentaires, à différentes températures. Des composites sont également réalisés avec des ciments à différentes teneurs en alcalins et sont conservés à l'air ambiant ou dans l'eau, également à différentes températures. Les fibres sont ensuite retirées des solutions ou des composites et, après un traitement à base de bain d'acide pour retirer le ciment, les fibres sont testées en traction. Cette procédure préalable à l'essai mécanique peut endommager les fibres et fausser les résultats. Ces études montrent cependant que les fibres de verre AR présentent une meilleure résistance à l'environnement alcalin que les fibres de verre E, et mettent également en évidence que les fibres de verre AR sont endommagées après une cure du composite dans l'eau. Cela s'explique par le fait que, du fait de cette cure dans l'eau, le milieu de la matrice devient de plus en plus alcalin. En effet, du fait de l'hydratation constante de la phase cimentaire pour une cure dans l'eau, il y a une dissolution des alcalins dans l'eau interstitielle, ce qui ne se produit pas lors d'une cure à l'air du fait de la désaturation des pores. La température de cure a également une influence significative, cela a été étudié dans différentes études [28, 29]. Ainsi, des températures de cure supérieures à 20degC induisent des diminutions importantes de la rigidité et de la résistance des filaments de verre, y compris des verres AR.

Pour la corrosion, Majumdar et al. [25, 26, 27] notent une diminution des propriétés mécaniques des fibres de verre après 6 mois dans une solution alcaline à 20 degrés, et une diminution encore plus importante pour des températures de cure plus importantes. Cependant, après deux ans d'exposition, les propriétés sont similaires à celles obtenues à 6 mois d'exposition. L'hypothèse que le verre utilisé dans ces fibres présente bien une résistance aux alcalins semble raisonnable, et une dégradation lors de l'expérience expliquerait la diminution des propriétés à 6 mois. D'autres auteurs [30, 31] ont montré que cette réduction arrivait en 24h d'exposition pour des fils multifilamentaires de verre AR. Dans ce cas, il est possible de faire l'hypothèse que cette dégradation des propriétés vient de la dégradation de l'ensimage des filaments.

Aljewifi [13] a quant à elle effectué des tests mécaniques visant à étudier l'influence de l'eau elle-même (sans alcalin) sur les propriétés en traction des fils multifilamentaires de verre, avec une structure comportant ou non des mèches intermédiaires. Elle postule que deux phénomènes peuvent avoir lieu en présence d'eau : un alignement des filaments et une dégradation physico-chimique. Après des essais dans différentes conditions (éprouvettes testées mouillées, mouillées puis séchées avant tests, différentes périodes d'immersion,...), elle déduit que l'alignement des filaments sous l'effet de l'eau n'a pas d'effet significatif sur les propriétés du fil multifilamentaire en traction. Elle conclut également que les dégradations éventuelles physico-chimiques (notamment sur l'ensimage des filaments) n'ont pas non plus d'influence significative sur ses propriétés en traction. Différentes études ont par ailleurs été menées afin de réduire l'alcalinité de la matrice : ajout de metakaolin et de fumées de silice [29] et création de matrices spéciales non alcalines [32].

Comme vu dans le paragraphe précédent, il existe de nombreuses structures textiles à base de verre pour le renforcement de matrices polymères ou minérales. Nous n'évoquerons ici que les structures à fibres continues les plus utilisées dans les matrices cimentaires et les propriétés structurelles déterminantes pour le comportement final du composite seront mises en avant. Dans les composites à matrice cimentaire, les renforcements utilisés sont pour la plupart des fibres courtes, cependant l'utilisation de fibres continues se développe de plus en plus. L'avantage des structures continues est la possibilité de les orienter dans le sens de la sollicitation. Cependant, cet alignement dans le sens de sollicitation, qui induit un meilleur comportement du composite obtenu dans le cas des résines polymères [2], n'est pas forcément bénéfique dans le cas de matrices cimentaires [3]. De plus, elles demandent des méthodes d'incorporation dans la matrice spécifiques et le développement de nouveaux modèles pour simuler leur comportement mécanique dans le composite [33].

Les fibres longues se présentent principalement sous forme de rovings assemblés ou rovings directs. La principale différence entre les rovings directs et les rovings assemblés est la présence de mèches (fil silionne) dans les rovings assemblés, ce qui change l'imprégnation du renfort ainsi que les propriétés mécaniques du renfort sec. Cette influence a été principalement étudiée par Aljewifi [13] qui a montré que la présence de mèches induit une plus faible variabilité dans le comportement mécanique des fils bien que les mèches induisent une variabilité de la géométrie (orientation et positionnement) à l'échelle mésoscopique, en plus de la variabilité à l'échelle microscopique induite par les filaments (ensimage, positionnement) et celle à l'échelle macroscopique induite par le fil (entrelacements et ondulation des filaments ou des mèches).

Les rovings sont donc caractérisés par : le diamètre de filaments utilisés, le titre (masse linéique exprimée en tex; 1 tex = 1g/km), l'ensimage utilisé, leur structure assemblée ou directe, la masse linéique des mèches dans le cas des rovings assemblés [17]. Il a été établi [34] que les filaments de différents diamètres présentent les mêmes propriétés mécaniques, notamment la même contrainte à la rupture. Malgré différentes publications [35, 36] qui concluent le contraire, il s'est avéré que les différentes dans les précédentes études dans la contrainte à la rupture des filaments de différents diamètres sont la conséquence de méthodes de fabrication différentes pour chaque diamètre. Si les filaments sont fabriqués de la même façon (c'est-à-dire que le verre est chauffé à la même température et que les filaments sont étirés à la même vitesse), cette différence n'existe pas [34].

### 1.3 Propriétés mécaniques d'un filament et d'un fil multifilamentaire de verre

#### 1.3.1 Propriétés mécaniques d'un filament de verre

Le développement de l'utilisation de fibre de verre comme renfort des composites à matrice polymère ou minérale est principalement dû aux propriétés mécaniques des fils de verre constitués à partir de ces fibres. Le verre présente un comportement fragile mais son filage lui confère une ductilité grâce à sa structure multifilamentaire qui induit une rupture successive des filaments et une résistance intéressante s'il est comparé aux aciers [16].

Les filaments sont normalement testés en traction en sortie de filière (donc avant de subir l'ensimage) afin d'avoir des valeurs de référence. Ces filaments ont un comportement élastique linéaire [37].

Pour des filaments de même diamètre et avec une même longueur pour chaque échantillon testé, Banholzer et al. [38] note que la résistance à la traction présente des disparités d'un échantillon à l'autre et que les résultats pour les différents échantillons présentent une répartition gaussienne. La contrainte à la traction du filament est également influencée par la longueur du filament testé [39] (figure 1.6). En effet, plus la longueur est élevée, plus la probabilité que le filament présente des défauts est grande, ce qui conduit à une résistance plus faible. Par ailleurs, au-delà d'une certaine longueur, la résistance atteint une valeur stable. Cela montre que certains filaments rompent non pas parce qu'ils atteignent leur résistance maximale mais parce qu'ils présentent des défauts apparus lors de la fabrication du fil ou de sa manipulation [39].





#### 1.3.2 Etude du comportement mécanique du fil de verre

La résistance des filaments est très supérieure à celle des fils multifilamentaires réalisés en rassemblant ces filaments (figure 1.7). Cela s'explique par le fait que les filaments dans le fil subissent des frottements interfilamentaires lors de la traction. Les différents endommagements subis par les filaments lors de leur assemblage en fil ainsi que lors de la préparation de ce fil pour l'essai de traction explique aussi cette différence. Enfin les conditions ambiantes (humidité par exemple) influencent aussi le comportement à la traction du fil et expliquent également cette diminution [16].

Conditions de prélèvement (2)	Contrainte à la rupture en traction (MPa)			
	Verres E et E-CR	Verre R		
Filament vierge prélevé en sortie de filière	3 200 à 3 400	4 400		
Filament prélevé sur fil de base ensimé	2 000 à 2 400	3 600		
Fil de base comportant un grand nombre de filaments	1 200 à 1 550	1 700 à 2 000		
Fil simple (avec première torsion)	1 200 à 2 000			
Roving direct de masse linéique 2 400 tex et comportant 2 000 filaments (3)	1 100 à 1 400			

FIGURE 1.7: Comparaison de la résistance en traction des renforts de verre selon la structure considérée[17]

Cette différence a également été étudiée par Jesse et Curbarch [39]. Ils ont testé individuellement des filaments ensimés et des fils multifilamentaires composés de ces mêmes filaments et ont remarqué que la contrainte à la rupture des filaments testés individuellement est supérieures à la contrainte à la rupture du fil multifilamentaire composé des mêmes filaments. En effet, les filaments de verre qu'ils utilisaient présentaient une contrainte à la rupture d'environ 2000  $N/mm_2$ , avec une contrainte qui augmentait si le diamètre du filament diminuait, dû à une différence de vitesse de refroidissement des filaments lors du filage. Si les filaments présentaient la même technique de fabrication, ils présentaient la même contrainte à la rupture sans distinction selon leur diamètre [34].

Ces caractéristiques des filaments engendrent une grande dispersion du comportement mécanique des fils multifilamentaires. Cela est dû au fait que certains filaments dans le fil présentent des résistances plus faibles, mais aussi au fait que certains filaments ne sont pas parfaitement alignés et donc qu'ils sont sollicités plus tardivement que ceux qui sont parfaitement alignés. Ce dernier phénomène est appelé l'activation retardée des filaments, puisque les filaments très ondulés sont activés à un déplacement bien supérieur à celui auquel sont activés les filaments peu ondulés.

Le mécanisme de rupture d'un fil multifilamentaire en traction est en effet le suivant : tout d'abord, les filaments les mieux alignés sont mis en tension et petit à petit les filaments s'alignent, jusqu'à la rupture des premiers filaments. Ensuite, après ces premières ruptures, l'effort de traction se redistribuent selon la cohésion entre les filaments : si les filaments présentent une grande cohésion (par l'ensimage par exemple), les filaments adjacents vont reprendre la charge par phénomène de friction et/ou d'adhésion jusqu'à leur rupture; si la cohésion est faible voire nulle, la charge sera reprise par l'ensemble des filaments de la section. Les ruptures sont successives jusqu'à atteindre la force de rupture du fil, qui correspond au point où la reprise de charges devient insuffisante au vu du nombre de rupture de filaments [39].

Lors de la traction d'un ensemble de filaments, les filaments ne cassent donc pas simultanément car chaque filament ne présente pas la même force à la rupture (par exemple du fait de défauts sur certains filaments, mais aussi à cause de la dispersion des longueurs de filaments dans le fil). La rupture a lieu lorsque la force exercée localement sur un filament est supérieure à la résistance du filament localement. Après la rupture d'un ou plusieurs filaments, les filaments restants qui ne sont pas encore rompus vont reprendre les efforts.

Les différences de résistance entre les filaments, leurs différences d'alignement et les différences de transfert de charge entre filaments qui en résultent expliquent la grande variabilité des résultats des essais de traction sur les fils multifilamentaires [1].

Une étude a été menée par Oskouei et Ahmadi [40], basée sur une méthode d'émission acoustique pour localiser les ruptures dans les filaments d'un faisceau de 1400 filaments de verre E de  $15\mu$ m de diamètre, donne une vision plus précise de la variabilité des ruptures de filaments. Oskouei montre que chaque filament rompt individuellement et que ces ruptures sont distribuées aléatoirement le long de la longueur testée, avec un nombre maximal de filaments rompus juste après que la charge maximale à la rupture est atteinte (figure 1.8). Cependant, lors de la détermination des paramètres de la distribution de Weibull, Oskouei constate que la distribution des défauts est bimodale. Il en conclut que, vis-à-vis de la rupture, les filaments se distribuent en deux groupes : les filaments endommagés, dont la rupture est obtenue avant que le fil n'atteigne sa charge de rupture, et les filaments de plus grande résistance qui rompent pour un déplacement supérieur à celui pour lequel le fil atteint la charge de rupture. Ce résultat reste cependant à nuancer car cette étude est basée sur le fait que les filaments sont parallèles, qu'ils ont la même longueur initiale et qu'ils sont chargés de la même façon lors de l'essai de traction, ce qui ne correspond pas à la configuration courante des filaments dans le fil.



FIGURE 1.8: Analyse du nombre de ruptures de filament au cours de l'essai de traction d'un fil multifilamentaire de verre [40]

#### 1.3.3 Modélisation du comportement des fils multifilamentaires

La reprise des efforts par les filaments non cassés lors de la rupture d'un filament dans un fil multifilamentaire est expliquée de deux manières différentes : soit une redistribution globale de l'effort dans le fil, c'est-à-dire une redistribution dans l'ensemble des filaments du fil, soit une redistribution locale de l'effort dans le fil, c'est-à-dire une redistribution dans les filaments voisins de ceux qui ont rompu. Ces mécanismes ont été modélisés statistiquement par Phoenix et Taylor [41, 42].

Le comportement particulier des fils multifilamentaires en traction a été modélisé avec différents modèles. Le premier modèle imaginé est le modèle FBM (fiber bundle model) de Daniels [43] et Coleman [44] basé sur une modélisation du fil par un ensemble de filaments parallèles, avec chaque filament respectant la loi statistique de Weibull pour la distribution des efforts repris par chaque filament.

La loi de Weibull [45] permet de prendre en compte la variabilité due aux défauts des filaments et de modéliser le comportement des fils en traction [46, 40]. Pour cela, trois hypothèses sont retenues : la longueur des filaments est constante dans le faisceau de fil, les filaments ont un comportement élastique linéaire fragile (loi de Hooke avec contrainte limite de rupture) et la rupture d'un filament entraîne une répartition équitable de la force sur les filaments restants. Les phénomènes de friction interfilamentaires ou les éventuelles concentrations de contraintes aux extrémités du fil testé, dû à la méthode de test (fixation dans les mors) [40] ne sont pas pris en compte par ces modèles. Chuboda et al [47, 48] ont réalisé une modélisation très poussée du comportement des fils multifilamentaires afin de pouvoir l'inclure dans la modélisation du comportement des composites à matrice cimentaire et renforts multifilamentaires.

Contrairement aux études précédentes, ils prennent en compte la variation de longueur des filaments due à leur ondulation, la variation des diamètres des filaments ainsi que le phénomène d'activation retardée. Ils considèrent également les variations induites par la mise en place de l'essai de traction, notamment l'influence de la méthode de serrage dans les mors de la presse [47]. Pour pallier ce problème, ils ont également développé de nouvelles méthodes de serrage dans de nouveaux mors, et ils mettent ainsi en évidence la grande influence de cet élément dans les résultats obtenus [49]. Dans un deuxième temps, ils étudient la variation du module élastique et de la résistance en traction le long des filaments [48].

En partant du modèle FBM, deux versions de modèles plus élaborés [47, 48] basés sur les travaux de Phoenix et Taylor évoqués précédemment [41, 42] ont été développées puis comparées avec des résultats expérimentaux obtenus avec des fils de verre AR de 2400 tex de différentes longueurs. Ces modèles sont basés sur l'hypothèse d'une redistribution de la charge de manière globale, dans l'intégralité des filaments du fil, et non locale comme cela avait pu l'être dans des études précédentes. Il est déduit de cette étude que la variation des longueurs de filaments et de leur ondulation réduit les propriétés mécaniques du fil, notamment pour des longueurs de test faibles, ce qui est très important pour la modélisation du comportement du renfort dans le composite étant donné que les longueurs libres sont généralement assez faibles si l'imprégnation est efficace. De plus, l'effet d'activation retardée, lié à l'ondulation des filaments, est un paramètre prépondérant pour expliquer le comportement du fil en traction, notamment dans la phase initiale de mise en charge. En revanche, la variation du diamètre des filaments semble présenter une influence faible sur le comportement du fil [47].

#### 1.4 Propriétés de la matrice cimentaire

#### 1.4.1 Type de matrice

Nous avons vu que la structure des renforts textiles de verre, et notamment celle des fils multifilamentaires, induisent une hétérogénéité dans leur comportement mécanique. Nous allons voir
maintenant comment cette hétérogénéité influence le composite et son comportement sous sollicitation mécanique. De plus, la matrice présente elle aussi des hétérogénéités qu'il est important de prendre en compte lors de la modélisation du comportement d'un TRC. Ces hétérogénéités sont particulièrement importantes au voisinage des filaments [50].

Les matrices sont choisies en fonction du type de renforcement textile, qui conditionne la méthode de fabrication utilisée. Le but est que la matrice pénètre de façon suffisante les espaces présents dans le renfort textile choisi afin de permettre une imprégnation efficace de ce dernier, et créer ainsi des liaisons textile / matrice suffisantes pour permettre d'exploiter mécaniquement la ductilité apportée par ce renfort [51]. Ainsi, deux paramètres, l'un concernant le renfort et l'autre la matrice, sont cruciaux dans ce mécanisme d'imprégnation : le type de structure du renfort textile et donc la taille des espacements accessibles aux différents éléments de la matrice mais également la viscosité de cette matrice et donc sa capacité à enrober le renfort textile considéré, comme le montre la figure 1.9.



FIGURE 1.9: Différents types de renfort textile entraînant différents enrobages par la matrice cimentaire [51]

Généralement, les matrices utilisées sont des matrices à granulats fins à grande fluidité. Ces matrices présentent des propriétés particulières qui sont peu étudiées, mais qu'il est pourtant nécessaire de connaître pour développer une modélisation correcte du comportement des TRC [38].

Les matrices utilisées pour la fabrication des TRC sont généralement réalisés avec un liant à base de ciment Portland et des grains avec un diamètre maximum dmax de 0,6 mm. Une fluidité importante est obtenue grâce à l'utilisation d'adjuvants superplastifiants . Une partie du ciment Portland est parfois substituée par des additions pouzzolaniques comme des fumées de silices ou des cendres volantes pour améliorer la durabilité des renforts en verre AR contenus dans ces matrices. Cela permet de réduire l'alcalinité de la matrice grâce aux réactions pouzzolaniques et à la réduction des  $Ca(OH)_2$  présents dans la solution intersticielle qui se transforment en hydrate de silicate de calcium. Ainsi, la solution intersticielle est moins agressive pour les fils de verre AR. Ces matrices présentent une plus grande homogénéité que les bétons ordinaires et des propriétés mécaniques et physiques différentes [52].

Afin de réduire l'alcalinité de la matrice, d'autres méthodes ont également été développées. Ainsi, du métakaolin [29, 53] et des polymères acryliques peuvent être ajoutés à la matrice. Des matrices de ciments non Portland ont également été développées, en utilisant des ciments sulfoaluminate [54], des ciments phosphate inorganique [55] et des ciments calcium aluminate [56]. Toutes ces techniques ont montré une amélioration des propriétés de durabilité des composites textile / matrice cimentaire, y compris pour des cures dans l'eau à température supérieure à la température ambiante.

L'ajout de cendres volantes permet non seulement une modification de l'alcalinité de la matrice mais également une modification de sa fluidité. La fluidité de la matrice augmente avec le pourcentage d'addition de cendres volantes et cela permet d'expliquer, en plus de l'amélioration de la durabilité des composites avec ce type de matrice, l'amélioration des propriétés mécaniques puisque l'imprégnation est supérieure du fait de la fluidité supérieure. C'est ce qui a notamment été conclu par Peled et Mobasher [57] lors de leur étude de l'imprégnation par pultrusion ou par coulage du mortier sur différents renforts textiles à base de polypropylène ou de verre. Ils ont dans cette étude établi un lien direct entre la fluidité de la matrice (modifiée par ajout de fumée de silice et de cendres volantes) et les propriétés en traction du composite renfort textile / matrice cimentaire, comme le montre la figure 1.10. Plus la matrice est fluide, plus la résistance mécanique du composite est élevée.



FIGURE 1.10: Lien entre la rhéologie de la matrice et la résistance en traction des composites renfort textile / matrice cimentaire [57]

La matrice doit également être adaptée au process de fabrication, comme par exemple le process de pultrusion, qui est très utilisé pour la fabrication de composite textile avec fils continus / matrice cimentaire. Ce process consiste en le passage du renfort textile dans une chambre d'imprégnation (un bain de matrice cimentaire) puis l'extraction du surplus de matrice par passage entre deux rouleaux compresseurs, suivi d'une pression exercée sur le composite afin d'améliorer la pénétration de la matrice dans le renfort textile. La rhéologie de la matrice est cruciale dans ce process. Si la matrice est trop visqueuse, le renfort textile sera endommagé lors de son passage dans la chambre d'imprégnation. Si la matrice est trop fluide, la pénétration de la matrice dans le renfort textile sera moindre et les propriétés mécaniques du composite résultant seront insuffisantes [51, 52]. Cependant, il a été évoqué précédemment qu'une augmentation de la fluidité de la matrice permet d'améliorer sa pénétration dans le fil multifilamentaire, des études supplémentaires sont donc nécessaires pour définir le compromis indispensable sur la fluidité de la matrice pour permettre une pénétration optimale. Cela montre que le rôle de l'imprégnation est mal connu et que la compréhension de ce phénomène reste à préciser, ce qui justifie notre présente étude.

#### 1.4.2 Comportement mécanique

Brockmann et Brameshuber [52, 58] ont étudié trois matrices différentes, avec différentes quantités d'additions pouzzolaniques et de liant, ainsi que différents rapports E/L, afin d'avoir des matrices présentant des propriétés spécifiques : une matrice de référence, une matrice favorisant la durabilité des renforts de verre (alcalinité réduite) et une matrice présentant des propriétés mécaniques supérieures.

Ils ont étudié différentes propriétés de ces matrices : la compression à court terme, à long terme, la flexion 3 points et la traction. Ils ont également étudié le comportement de ces matrices à la carbonation. Ils déduisent de leurs essais que les matrices à granulats fins présentent des propriétés en compression à court terme similaires à celles d'un béton courant, en conséquence les méthodes utilisées pour prédire les comportements des bétons courants en compression peuvent être utilisées. Cependant, pour des résistances à la compression similaires, le module de Young des bétons à granulats fins est inférieur à celui des bétons courants, et la déformation à la charge ultime est supérieure. Cela vient de la quantité élevée de liant de ce type de matrices, qui permet la formation d'un gel de ciment qui présente une déformabilité supérieure. Des rapports E/L plus faibles induisent également un plus haut module de Young.

Ils montrent également que ce type de béton présente des propriétés en fatigue similaires aux bétons ordinaires. En revanche, le retrait est supérieur à celui des bétons ordinaires, dû à la grande quantité de pâte de ciment dans les matrices testées.

Pour la compression, ils ont également testé l'effet de taille, qui suit la distribution de Weibull dans les matériaux de type béton. Ils ont conclu, en effectuant les essais sur des échantillons de différentes tailles, que dans les matrices à granulats fins il n'y a pas d'effet de taille pour la compression.

Pour la traction, l'effet de taille ne peut pas être négligé et, malgré la plus grande homogénéité de ce type de matrices du fait de ses constituants (granulats fins), le mécanisme de fracture en traction est non linéaire, comme pour les bétons ordinaires.

Pour la flexion, de même que pour la traction, l'effet de taille ne peut pas être négligé et il est conclu que les matrices à granulats fins présentent une plus faible ductilité que les bétons ordinaires. En conséquence, les modèles de type linéaire, bi-linéraire et exponentiel utilisés pour les bétons ordinaires en flexion doivent être repensés pour ce type de matrice.

#### 1.5 Propriétés mécaniques du composite à l'arrachement

Deux méthodes principales sont utilisées pour caractériser le comportement à l'arrachement d'un renfort de nature textile dans une matrice cimentaire. La première méthode consiste à réaliser un arrachement direct. Cet essai consiste à mesurer la force nécessaire pour arracher une structure textile enrobée dans une matrice cimentaire, en appliquant un déplacement à l'extrémité libre de cette structure textile pour réaliser l'arrachement [59]. Les essais d'arrachement direct sont les essais les plus utilisés pour déterminer la force de liaison entre le filament ou le fil et la matrice.

Ces essais peuvent être effectués avec différentes longueurs d'enrobage, ce qui permet de mettre en évidence différents comportements à l'arrachement en fonction de cette longueur d'enrobage.

La deuxième méthode pour caractériser le comportement de la liaison fil / matrice est la mesure de l'espacement des fissures lors de la mise en traction d'un composite textile / matrice [60]. Dans cet essai, les structures textiles sont complètement enrobées dans la matrice cimentaire et des échantillons sont ainsi réalisés et soumis à une sollicitation de traction.

Ces deux types d'essais permettent de mettre en évidence la force de liaison entre la matrice et les filaments et les autres interactions tels que la force de frottement entre la matrice et les filaments pendant le glissement après décohésion ou les forces de frottement interfilamentaires pendant le processus d'arrachement ou de fissuration.

D'autres essais tels que la micro-indentation, la fragmentation et la compression peuvent également être également utilisés [61].

# 1.5.1 Comportement à l'arrachement d'un filament enrobé dans une matrice cimentaire

Le comportement mécanique à l'arrachement d'un filament dépend de plusieurs paramètres : le comportement du matériau constitutif du filament, le comportement de la matrice et le comportement de la liaison entre le filament et la matrice.

Contrairement à une fibre métallique pour laquelle le diamètre et la longueur d'enrobage sont les paramètres prédominants pour modéliser le comportement à l'arrachement, dans le cas de l'arrachement d'un filament, des paramètres supplémentaires et parfois difficiles à définir sont à prendre en compte, notamment la présence d'ensimage qui peut fausser la mesure du diamètre du filament mais également perturber le phénomène de formation de liaisons à l'interface filament / matrice [12].

L'intérêt d'étudier l'arrachement d'un filament isolé est qu'il permet de caractériser la force de liaison entre la matrice et le filament, sans prise en compte des phénomènes tels que la profondeur de pénétration de la matrice dans le fil ou l'intensité des frictions interfilamentaires.

Banholzer et al. [38], notamment, ont étudié le comportement d'un filament enrobé dans une matrice cimentaire et soumis à l'arrachement, avant d'étudier le comportement à l'arrachement du fil multifilamentaire constitué de ces mêmes filaments enrobés dans la même matrice. Ceci permet de comprendre entre autres l'influence de l'ensimage sur les liaisons filaments / matrice au niveau de l'interface.

Peled et al. [62] et Hegger et al. [63] décrivent les 3 phases du comportement type d'un filament enrobé dans une matrice cimentaire soumis à l'arrachement (voir figure 1.11) :

- une phase initiale de montée en charge (notée I dans la figure 1.11) qui correspond à un processus de décohésion du filament et de la matrice le long de la longueur d'enrobage. Ici seule la force d'adhésion intervient et le déplacement correspond uniquement à la déformation élastique du filament et à son alignement. Cette phase se termine quand la charge atteint son maximum.
- une phase où il y a glissement du filament le long de la longueur d'enrobage (notée II dans la figure 1.11), pour laquelle la force d'adhésion a disparu et le comportement est principalement dirigé par les forces de frottement filament / matrice.
- la troisième phase (notée III dans la figure 1.11) correspond à une stabilisation du frottement due à un lissage de la surface du filament par abrasion contre la matrice. A la fin de cette phase, le filament est extrait de la matrice.



FIGURE 1.11: Comportement type d'un filament de verre à l'arrachement [63]

Banholzer et al. ont testé l'arrachement d'un filament extrait d'un fil de 2400 tex avant de tester l'arrachement d'un fil multifilamentaire de 2400 tex [38]. Pour l'arrachement du filament, ils ont utilisé différentes longueurs d'enrobage. Du fait de la variabilité du comportement du filament en traction (qu'ils ont également caractérisé) et de la variabilité due à la fabrication des éprouvettes (par exemple la variabilité de la longueur d'enrobage), il n'est pas possible de trouver une relation entre la longueur d'enrobage et la charge à la rupture. De même, la contrainte de liaison est indépendante du glissement, ce qui semble indiquer que les liaisons par frottement sont constantes le long du filament.

En testant différents filaments provenant de différents fabricants, Banholzer peut conclure en revanche que l'ensimage a une grande influence sur le comportement à l'arrachement du filament

et donc sur la formation des liaisons à l'interface filaments / matrice [12]. En effet, pour un filament sans ensimage ou avec un ensimage soluble dans l'eau (et qui donc s'est solubilisé durant la phase d'enrobage par le mortier), le filament présente une rupture en traction avant de pouvoir être extrait de la matrice. Dans ce cas, les charges maximales à la rupture obtenues sont proches de celles obtenues lors de l'essai de traction du filament seul. Les filaments qui en revanche sont recouverts d'un ensimage non soluble ou d'un ensimage contenant des agents de couplage présentent des comportements à l'arrachement différents. Cet ensimage, par sa nature chimique mais également ses réactions physiques au contact de la matrice (gonflement par exemple), empêche la formation de lien d'adhésion entre la matrice et le filament. Le comportement à l'arrachement dépend donc uniquement des liens de friction dans ce cas. Cela est vérifié par le fait que le comportement à l'arrachement de ces filaments enrobés ne varie pas avec la durée de cure, donc que les liens d'adhésion ne se forment pas. En conséquence, ces filaments enrobés présentent des charges maximales à l'arrachement inférieures à la résistance en traction du filament, mais les forces de friction présentées par ces filaments sont supérieures à celles présentées par les autres filaments et par les filaments métalliques testés dans les mêmes conditions. Malgré ces différences entre les filaments métalliques et les autres filaments (verre avec différents ensimages), le modèle développé par Banholzer et al. pour les filaments métalliques [64] reste applicable pour les filaments de verre.

Bartos [65] a également étudié l'arrachement d'un seul filament et en a déduit une méthode de calcul de la force de liaison filament / matrice, pour n'importe quelle longueur d'enrobage. Pour cela, il a étudié les effets de la résistance du filament et de la résistance de la liaison sur le comportement à l'arrachement, et a dégagé 3 longueurs d'enrobage particulières : la longueur d'ancrage critique pour laquelle l'ancrage du fil est complet, la longueur d'ancrage minimum pour une rupture du filament sans glissement ou décohésion de la matrice et la longueur d'enrobage maximum pour laquelle ont lieu la décohésion et le glissement.

Bartos fait tout d'abord une distinction entre les filaments dont la résistance à la traction est supérieure à la résistance de la liaison filament / matrice et les filaments dont la résistance à la traction y est inférieure.

Il a établi que, dans le cas où la résistance à la traction du filament est supérieure à la force nécessaire à une décohésion filament / matrice, si un effort de traction supérieur à la résistance à la décohésion est appliquée, la décohésion a lieu. Cependant, le glissement après décohésion n'aura lieu que si l'effort appliqué est supérieur à la force de frottement filament / matrice. En conséquence, le glissement dépend de la longueur de décohésion et de la force de frottement entre la matrice et le filament.

Si la longueur d'enrobage est suffisamment importante, alors la décohésion a lieu jusqu'à ce que l'effort appliqué atteigne la résistance à la traction du filament. A ce moment, il y a une rupture en traction du filament et un arrêt de la décohésion à la longueur d'ancrage critique évoquée précédemment. En revanche, si la longueur d'enrobage est inférieure ou égale à cette longueur d'ancrage critique, alors deux comportements peuvent se présenter. Dans le premier cas, la longueur est supérieure à la longueur maximale pour laquelle la décohésion est instantanée, et donc la décohésion est progressive mais plus rapide que dans le cas où la longueur d'enrobage est supérieure à la longueur d'ancrage critique. Au bout d'une certaine longueur de décohésion, la longueur encore intacte subit également une décohésion sans augmentation de l'effort appliqué, et toute la longueur enrobée est détachée de la matrice. Le filament va ensuite glisser, selon la force de frottement entre la matrice et le filament. Ce comportement est donc une décohésion progressive suivie d'un glissement. Le deuxième cas concerne les longueurs d'enrobage très faibles pour lesquelles la résistance à la décohésion diminue très rapidement et entraîne une décohésion quasi instantanée suivie d'un glissement.

Pour les filaments dont la résistance à la traction est inférieure à la résistance à la décohésion filament / matrice, différents cas se distinguent selon la force de frottement filament / matrice. Si la force de frottement est faible, alors il y a rupture en traction du filament sans décohésion. Si la force

de frottement est élevée, pour les faibles longueurs d'enrobage, il y a une décohésion partielle suivie d'un glissement ou d'une rupture en traction et pour les longueurs d'enrobage élevées une rupture en traction sans décohésion. Si la force de frottement est intermédiaire, quatre cas apparaissent (selon la longueur d'enrobage, de la plus faible à la plus élevée) : décohésion instantanée, décohésion puis glissement, décohésion puis rupture en traction, rupture en traction sans décohésion.

Cependant, les travaux de Bartos ne permettent pas une analyse dans le cas où le lien entre la matrice et le filament est un lien fort, et où le transfert des contraintes entre la matrice et le filament est non linéaire. Dans ce cas, il y a continuité élastique entre le filament et la matrice et les calculs de la force de liaison seront dépendants de la longueur d'enrobage. De plus, les filaments auront tendance à rompre en traction plutôt qu'à glisser, y compris pour les faibles longueurs d'enrobage, ce qui rend l'application du modèle de Bartos impossible. Enfin, ce modèle ne prend pas en compte le fait que les renforts de verre sont composés de plusieurs filaments et non d'un seul, et ne prend donc pas en compte les interactions entre ces filaments.

Scheffler et al. [66] ont étudié l'influence de l'ensimage sur l'arrachement d'un filament de verre d'une matrice cimentaire, ainsi que l'influence de la vitesse de l'arrachement sur ce comportement, en réalisant des tests à haute vitesse et à vitesse quasi statique. Pour cela, des filaments de verre avec 3 traitements différents ont été utilisés : des filaments sans ensimage, des filaments avec un ensimage appelé faible et des filaments avec un ensimage appelé fort. Tout d'abord, il est remarqué que les filaments, quel que soit la vitesse d'arrachement (haute vitesse ou quasi statique), ont un comportement d'arrachement appelé "normal" en phase post-pic, soit une diminution progressive et quasi linéaire de l'effort lors de la phase frictionnelle, contrairement à ce qui peut arriver pour les filaments de PVA par exemple. Cependant, il est notable qu'une petite minorité d'échantillons présentent un comportement particulier : une augmentation de l'effort lors de la phase frictionnelle.

Concernant l'influence de l'ensimage, il est visible, grâce à des observations réalisées au microscope AFM de la surface des filaments avant et après arrachement, que les filaments sans ensimage et les filaments avec un ensimage fort présentent des surfaces dont la rugosité a augmenté par rapport à celle d'avant arrachement. Cela indique donc que la décohésion du filament et de la matrice se fait par rupture dans le mortier au voisinage de l'interface filament / matrice. En revanche, pour l'ensimage faible, la rupture ne s'effectue pas dans le mortier mais réellement à l'interface filament / matrice. Cela permet donc de contrôler le lieu de la décohésion. Les vitesses de test influencent quant à elle principalement les paramètres d'adhésion calculés dans cette étude, mais également les paramètres frictionnels puisque ces derniers varient avec le lissage des aspérités de la surface du filament qui a lieu lors de son extraction et que ce lissage est plus important avec une vitesses d'extraction plus élevée.

#### 1.5.2 Comportement à l'arrachement d'un fil multifilamentaire enrobé dans une matrice cimentaire

Pour les fils multifilamentaires, les essais d'arrachement peuvent être effectués de différentes manières : soit de façon unilatéral, c'est à dire qu'un seul côté du fil est enrobé dans la matrice cimentaire et l'autre partie est une partie libre, qui peut être imprégnée dans un bloc de matrice organique comme dans le cas des études de Banholzer [67], soit de façon bilatérale [68], et dans ce cas l'enrobage se situe aux deux extrémités du fil, comme le montre la figure 1.12.

Toutes ces méthodes ont pour but de diminuer la variabilité obtenue dans les résultats d'arrachement due à des différences dans la préparation des éprouvettes d'une série d'essai (par exemple des variations dans la longueur non enrobée de l'éprouvette).

Il est important de noter que, si des méthodes ont été mises en place afin d'étudier [70] et de diminuer la variabilité des essais des TRC en traction [71], aucune norme n'existe pour la réalisation des essais d'arrachement sur les éléments renforcés unidirectionnellement.



FIGURE 1.12: Échantillons pour l'arrachement unilatéral (gauche) et bilatéral (droite) [69] [68]

Dans le cas des essais d'arrachement réalisés de manière bilatérale; les longueurs d'enrobage dans les deux demi-échantillons peuvent être similaires ou différentes. Cette deuxième méthode permet de mieux modéliser le comportement du textile dans la matrice cimentaire [72].

Le comportement à l'arrachement d'un fil multifilmentaire est, de manière générale, totalement différent du comportement à l'arrachement d'un filament isolé. Contrairement aux composites composés de fils multifilamentaires et d'une résine polymère, où l'imprégnation dépend uniquement de la viscosité de la matrice [73], l'imprégnation des fils multifilamentaires par une matrice cimentaire présente des hétérogénéités importantes. Ces hétérogénéités viennent de deux éléments : la nature des fils multifilamentaires et la nature de la matrice cimentaire. Ainsi, les espaces interfilamentaires sont de taille inférieure ou égale à celle des particules solides de la matrice, ce qui implique une pénétration partielle de la matrice dans la section du fil. Les fils périphériques auront ainsi plus de probabilité d'être imprégnés que les filaments de cœur. De plus, cette hétérogénéité se trouve également dans la longueur du fil, qui va donc présenter des points d'ancrage avec la matrice répartis aléatoirement le long de la longueur d'enrobage du fil. Cela peut se voir au MEB par exemple, par fendage d'une éprouvette de fil multifilamentaire par une matrice cimentaire, comme le montre la figure 1.13. Des comportements différents se présentent donc selon le degré d'imprégnation du fil et la longueur d'enrobage utilisée.

Cette hétérogénéité de l'imprégnation a pour conséquence une variabilité souvent importante des mesures réalisées sur ce type de composite (40% de variabilité avec les mêmes fils et la même matrice [38]). Malgré cela, le comportement à l'arrachement d'un fil multifilamentaire peut être décrit comme suit :

- une première phase de montée en charge quasiment linéaire,
- la montée en charge devient ensuite non linéaire avec un adoucissement jusqu'à la charge maximum,
- une chute post-pic de la charge avec un adoucissement jusqu'à un plateau.

Laws et al. [75] ont utilisé le test d'arrachement sur un fil de verre AR composé d'environ 200 filaments de 12,5  $\mu$ m de diamètre, afin d'évaluer à la fois les propriétés de la zone de contact filaments / matrice mais également les interactions entre les filaments. La matrice présente un rapport E/C de 0,3 et les longueurs d'enrobage vont de 1,5 à 10 mm.

Trois types de comportement sont obtenus pour les courbes charge / déplacement. Pour les longueurs d'enrobage faibles, la charge atteint un maximum puis diminue progressivement en pente douce dans la zone post pic. Pour les longueurs d'enrobage élevées, la charge atteint son maximum puis elle diminue rapidement jusqu'à zéro, avec une raideur très élevée dans la descente en charge en phase post pic. La pente douce en phase post pic observée pour les longueurs d'enrobage faibles est caractéristique d'un glissement des filaments qui sont extraits progressivement de la matrice, tandis que la pente raide observée pour les longueurs d'enrobage plus importantes caractérise une



FIGURE 1.13: Éprouvette d'un fil multifilamentaire enrobé dans une matrice cimentaire après fendage, observation au MEB du degré d'imprégnation des filaments, fil peu imprégné (haut) et fil imprégné (bas) [74]

rupture des filaments. Pour les longueurs d'enrobage intermédiaires, un comportement intermédiaire est observé.

L'étude a été menée sur une plage de longueurs d'enrobage significative, et il a été montré que la charge maximale à la rupture augmente tout d'abord de façon linéaire avec la longueur d'enrobage avant d'atteindre un plateau (figure 1.14). En comparant avec la proportion de filaments rompus lors de l'essai d'arrachement, il est visible que la phase linéaire correspond à la phase où très peu, voire aucun, filament n'est rompu du fait de la faible longueur d'enrobage. Les filaments sont donc quasiment tous extraits, ce qui explique l'augmentation linéaire de la charge avec la longueur d'enrobage. Ensuite, le plateau apparaît du fait de la rupture des filaments à cause de l'augmentation de la longueur d'enrobage. La valeur constante atteinte au niveau de ce plateau correspond à la charge obtenue pour la rupture de tous les filaments, proche de celle de la rupture en traction d'un fil non enrobé.

Banholzer [67], quant à lui, a couplé les résultats de test d'arrachement sur des fils multifilamentaires à des observations basées sur un système innovant utilisant les propriétés de transmission de la lumière des filaments de verre, pour permettre de suivre à chaque instant de l'essai d'arrachement les ruptures des filaments. Pour ses tests, Banholzer a utilisé des fils de verre AR de 2400 tex avec 1400 filaments. L'échantillon pour l'essai d'arrachement est composé d'un bloc de mortier (E/C=0,4) et d'une longueur libre de fil imprégnée dans un bloc de résine époxy afin d'éviter les endommagements des fils et de permettre un déplacement équivalent de tous les filaments sous la même charge.

En effectuant l'arrachement de quatre échantillons similaires avec une longueur d'enrobage de



FIGURE 1.14: Charge maximale à la rupture obtenue par essais d'arrachement pour différentes longueurs d'enrobage et comparaison avec le nombre de ruptures de filaments [75]

30 mm, il met en évidence plusieurs comportements. Pour cela, il considère, sur la courbe charge / déplacement, la pente de la zone pré-pic, la charge maximale atteinte et la charge à l'arrêt de l'essai (les essais étaient arrêtés après 1,7 mm de déplacement de la traverse de la presse).

Deux spécimens qui présentent la même valeur de charge maximale à la rupture présentent en revanche une pente pré-pic et une charge à l'arrêt de l'essai différentes, avec un spécimen présentant une pente supérieure pré-pic et une charge à la fin de l'essai également supérieure à l'autre. Cela démontre que, pour une même charge maximale, plusieurs modes de rupture peuvent avoir lieu selon l'échantillon considéré. Les deux autres spécimens considérés présentent des valeurs de charge maximale inférieures mais des pentes intermédiaires par rapport aux deux spécimens évoqués précédemment. Les différences entre les charges maximales obtenues pour des échantillons de même nature viennent d'une pénétration différente de la matrice dans le fil de chaque échantillon. Cependant, tous les échantillons présentent des courbes effort / déplacement avec une allure proche : tout d'abord une partie linéaire puis une partie non linaire avant d'atteindre la charge maximale, et enfin une descente avec une pente faible par rapport à celle de la zone pré-pic jusqu'à atteindre un plateau à la fin de l'essai.

Banholzer [67] a utilisé une technique basée sur la capacité de transmission de la lumière par les filaments de verre afin de suivre leur comportement lors de l'essai d'arrachement et d'en déduire leur imprégnation respective. Il a combiné cette technique, appelé FILT, à des observations au microscope confocal et au MEB. Ces observations ont permis un suivi des filaments à toutes les étapes de l'essai d'arrachement et ainsi, par déduction, une approximation sur le mécanisme d'imprégnation du fil.

Il déduit de ses observations que les filaments sont cassés par groupe au fur et à mesure du test (figure 1.15), et que les filaments de la périphérie sont pour la plupart cassés alors que ceux du cœur restent pour la plupart intacts à la fin du test (figure 1.16). En étudiant la rupture des filaments au fur et à mesure du test, il met en évidence qu'aucun filament ne casse avant d'atteindre la charge maximale, puis les filaments les plus proches de la périphérie vont casser et les ruptures se font ensuite par anneaux concentriques mais non réguliers jusqu'aux filaments de cœur qui restent intacts. Les observations au confocal et au MEB lui permettent de montrer que ces filaments de cœur ont subi un glissement, par calcul de la différence de leur position initiale par rapport à leur position

finale dans la longueur d'enrobage. Cependant, ce cœur de filaments intacts n'est pas clairement délimité ni continu.

L'étude des proportions de filaments intacts à chaque étape du test permettent d'expliquer les différents comportements remarqués lors de l'étude des courbes charge / déplacement des essais d'arrachement. Tout d'abord, une proportion de filaments intacts élevée est notée pour les spécimens présentant les charges à la rupture les plus faibles avec des charges à l'état final présentant des valeurs élevées. Pour le spécimen qui présente une pente élevée en zone pré-pic et une charge finale faible, les filaments sont rompus plus rapidement que pour les autres spécimens.



FIGURE 1.15: Suivi à différentes étapes de l'essai d'arrachement des filaments intacts dans le fil enrobé pour un échantillon

Ces résultats sont confirmés par les observations au microscope confocal, puisque les spécimens

qui présentent le moins de filaments rompus, d'après le test FILT, présentent également le plus de filaments ayant subi un glissement, et ces filaments sont distribués plus uniformément (figure 1.16). De plus, le glissement de ces filaments n'est pas uniforme le long de la longueur d'enrobage, avec les filaments les plus au cœur du fil ayant subi un glissement plus important que ceux placés plus en périphérie. Certains de ces filaments périphériques sont en fait rompus mais ils ont d'abord glissé avant de rompre.



FIGURE 1.16: Localisation des filaments ayant glissé lors des essais d'arrachement pour 4 échantillons[67]

Deux comportements distincts sont donc mis en évidence et expliqués : un comportement où les filaments sont tous sollicités (d'où la pente pré-pic élevée) et rompent très rapidement, suivi d'une diminution de la charge au fur et à mesure de ces ruptures. A la fin, une proportion importante de filaments a été rompue. Ce comportement s'explique par une imprégnation importante des filaments, ce qui se confirme par les observations au MEB. Un deuxième comportement existe, pour lequel les filaments présentent un glissement. Ces filaments peuvent ensuite être extraits sur toute la longueur d'enrobage ou rompre pendant leur glissement. Une proportion faible de filaments a été rompue et les pentes pré-pic et post-pic sont moins élevées que celles observées pour le premier comportement.

Banholzer démontre ainsi une corrélation entre le nombre de filaments actifs (non rompus) et la charge d'arrachement pour chaque déplacement considéré lors de l'essai d'arrachement (figure 1.17). Il conclut ainsi que les échantillons avec le nombre de filaments intacts et le périmètre de contact filaments / matrice les plus faibles à la fin de l'essai correspondent aux échantillons avec la charge résiduelle la plus faible.

#### 1.5.3 Lien entre l'interface fil / matrice et les propriétés mécaniques à l'arrachement

#### 1.5.3.1 Nature de l'interface et influence de la matrice sur l'imprégnation

Par des mesures de porosité et des études de la microstructure à différents âges, Laws et al. [75] ont montré que le lien entre le fil et la matrice se développe rapidement après réalisation des éprouvettes, pendant l'hydratation du ciment. Au fur et à mesure du temps, la porosité dans le mortier diminue mais elle reste élevée au voisinage du fil, à cause de l'accumulation de pâte autour et à l'intérieur du fil. Laws émet l'hypothèse que, avec la pénétration de produits d'hydratation à l'intérieur du fil, le lien entre la matrice et le fil augmente et les filaments semblent collés entre eux par ces produits d'hydratation. Des investigations plus poussées de la microstructure de la zone de contact sont nécessaires afin de confirmer cette hypothèse.



FIGURE 1.17: Corrélation entre le nombre de filaments actifs et la charge d'arrachement pour deux échantillons [67]

Peled et al. [62] ont étudié les propriétés et la microstructure de la matrice au voisinage de fil multifilamentaires de polypropylène et de poly acétate de vinyle, enrobés dans des matrices de différents rapports E/C, afin d'étudier l'influence de la matrice sur l'imprégnation du fil. Les rapports E/C retenus dans l'étude sont de 0,3; 0,4 et 0,5.

Tout d'abord, Peled et al. étudient l'influence du rapport E/C sur l'arrachement d'un filament seul de PP dans une matrice et déduisent de ces arrachements que les rapports E/C de 0,5 et 0,4 ne montrent aucune différence de comportement vis-à-vis de l'arrachement d'un filament.

Concernant l'influence du rapport E/C sur l'imprégnation et donc sur les résultats à l'arrachement d'un fil multifilamentaire PP, ils montrent qu'il y a alors une grande influence de ce rapport. En effet, en comparant les rapports E/C=0,3 et E/C=0,4, ils montrent que la résistance à l'arrachement est plus forte, et donc que le lien fil / matrice est plus fort, dans le cas du rapport E/C=0,3. En effet, dans ce cas, la matrice est plus dense et plus résistante mécaniquement, et le lien fil / matrice est en conséquence plus important. Cependant, en comparant les résultats à l'arrachement d'un fil multifilamentaire enrobé dans des matrices de rapport E/C=0,3 et E/C=0,4 et des matrices de rapport E/C=0,5 , Peled et al. notent que la matrice avec le rapport E/C le plus élevée (E/C=0,5) présente une plus grande résistance à l'arrachement du fil. De même, les résistances à l'arrachement du fil enrobés sont du même ordre voire supérieures (selon les longueurs d'enrobage considérées) pour les matrices avec un rapport E/C=0,5 que pour les matrices avec un rapport E/C=0,3, alors que la matrice avec un rapport E/C=0,3 est bien plus dense et plus résistante mécaniquement. Un autre mécanisme a donc lieu ici, qui permet une augmentation de la résistance de la liaison fil / matrice, malgré une matrice de plus faible résistance mécanique.

Comme il a été défini précédemment que, pour les tests d'arrachement avec un seul filament, les rapports E/C=0.5 et E/C=0.4 présentaient les mêmes résultats, il faut donc en déduire que les

différences notées pour les différents rapports E/C dans les résultats d'arrachement du fil multifilamentaire viennent uniquement du mécanisme d'imprégnation de ce fil à la structure particulière. La matrice E/C=0,5 étant plus fluide, elle présente une meilleure pénétration dans le fil et donc une meilleure imprégnation (figure 1.18) que les matrices avec un rapport E/C plus faible. De plus, la porosité supérieure de cette matrice semble permettre le développement d'une liaison plus forte entre les filaments et la matrice, puisque les essais d'arrachement montrent de l'adhésion et de la friction, ce qui n'est pas le cas pour les matrices denses dans lesquelles il y a peu de phénomènes de friction.



FIGURE 1.18: Influence du rapport E/C de la matrice sur l'imprégnation d'un fil multifilamentaire, filaments imprégnés par la matrice en noir et filaments peu ou pas imprégnés en gris, (gauche) et sur la charge maximale à la rupture à l'arrachement (droite) [62]

Peled et al. [62] ont également étudié la différence de microstructure dans la matrice selon la zone considérée : dans la matrice proche de l'extérieur du fil, dans la matrice entre les filaments périphériques et dans la matrice au niveau des filaments de cœur du fil (figure 1.19). Ils montrent que la matrice proche de l'extérieur du fil présente une accumulation d'hydrates de silicate de calcium. Les filaments au niveau du contact matrice / fil sont donc en contact avec des produits d'hydratation du ciment. Les filaments plus à l'intérieur du fil mais toujours à sa périphérie sont quant à eux entourés d'hydroxyde de calcium tandis que les filaments de cœur ne montrent aucun contact avec des produits d'hydratation et ils sont principalement en contact avec des filaments voisins.

Zhu et Bartos [76] et Butler et Mechtcherine [77] ont également caractérisé l'influence de la microstructure de la matrice sur les propriétés d'un composite textile de verre / matrice cimentaire. Pour cela, ils se sont principalement concentrés sur l'étude du vieillissement de ce type de matrice et ont conclu que l'évolution de la microstructure se fait au détriment des propriétés du composite. En effet, la densification avec le temps de la matrice entre les filaments imprégnés, due à la formation de produits hydratés (précipitation de  $Ca(OH)_2$ ) dans les espaces interfilamentaires, dépendant de l'alcalinité de la matrice et de sa composition [78], provoque un renforcement de la liaison fil / matrice, ce qui induit une rupture fragile du fil à l'arrachement au lieu de la ductilité habituellement présentée par ce type de composite [79]. Ainsi, la détérioration des propriétés mécaniques du composite du fait de l'alcalinité de la matrice n'est pas due à la détérioration des filaments de verre mais plutôt à la formation d'une enveloppe de produits hydratés denses autour des filaments qui provoque leur rupture à faible charge et empêche leur glissement, comme cela a été modélisé par Butler et al. [80]. Zhu et Bartos ont d'ailleurs développé une nouvelle méthode de caractérisation de la microstructure à l'aide d'un essai innovant de micro-indentation et ont ainsi pu mesurer localement cette densification de la matrice autour des filaments périphériques et ainsi prouver le renforcement de la liaison. Grâce à cette technique, il a également pu confirmer la différence de propriétés dans le fil multifilamentaire et montrer que les filaments périphériques étaient plus ancrés dans la matrice que les filaments de cœur en réalisant des essais localement sur des filaments du fil



FIGURE 1.19: Microstructure de la matrice dans différentes zones au voisinage du fil multifilamentaire enrobé [62]

(15 à 20 filaments pour chaque indentation). Glinicki et Brandt [81] nuancent cette conclusion en utilisant lui aussi des essais de micro-indentation à un vieillissement accéléré équivalent à 30 ans et ils montrent que cette différence entre les filaments de cœur et périphériques est importante pour les matrices contenant du métakaolin mais moindre pour les matrices ne contenant que du ciment Portland.

Purnell et al. [56] ont effectué le même type d'étude mais avec une méthode d'observation différente. En complément d'observations au MEB, ils ont réalisé des observations au microscope pétrologique de lames minces d'échantillons de fils multifilamentaires de verre AR enrobés dans différentes matrices, à différents stades de vieillissement (y compris non vieillis).

Ils ont également formulé des matrices avec une faible alcalinité et une faible quantité de précipité de  $Ca(OH)_2$  afin de comprendre le mécanisme de vieillissement de la matrice et son implication sur les fils de renfort [53].

Ils observent que, pour la matrice uniquement composée de ciment Portland, les échantillons non vieillis présentent des fils avec une imprégnation incomplète (figure 1.20; les vides interfilamentaires ont été remplis de résine préalablement à l'observation). Pour les échantillons vieillis, il observe des précipitations de portlandite. De même, les matrices contenant du métakaolin se densifient avec le

temps, mais cela n'a pas toujours d'effet de diminution des propriétés mécaniques correspondantes.

Si le cas de la matrice composée uniquement de ciment portland est considéré, il est conclu que les matrices vieillies à 20  $^{\circ}$  C et à 65  $^{\circ}$  C présentent la même quantité de dépôts d'hydroxyde de calcium, c'est à dire des dépôts non uniformes et ponctuels, alors qu'elles ne présentent pas la même dégradation des propriétés mécaniques.



FIGURE 1.20: Échantillon de fil multifilamentaire de verre AR non vieilli (gauche) et vieilli (droite) [56]

L'influence de la matrice, et notamment de la taille des particules solides de cette matrice, sur l'imprégnation du fil est également mise en évidence par Tsesarsky et al. [82] qui, en ajoutant des fumées de silice ou des cendres volantes, montrent qu'il y a une densification de la matrice aux alentours des filaments dans le cas des ajouts avec particules de taille fine, ce qui implique de meilleures propriétés mécaniques pour le composite obtenu. La matrice présente donc une structure particulière au niveau des fils multifilamentaires et des hétérogénéités, ce qui explique une partie des hétérogénéités de comportement observées lors des essais d'arrachement.

#### 1.5.3.2 Mécanisme de l'imprégnation des fils multifilamentaires

En étudiant les différences d'imprégnation en fonction de la structure et des caractéristiques du fil multifilamentaire, il est possible de dégager plusieurs conclusions sur le mécanisme d'imprégnation des fils multifilamentaires par une matrice cimentaire.

Weichold et Hojczyk [68] ont étudié l'effet de la variation du titrage du fil et du diamètre des filaments qui le compose sur l'imprégnation du fil par la matrice cimentaire. Pour cela, ils ont réalisé un test d'arrachement bilatéral, avec des fils de 2400, 1200, 640 et 320 tex. Ils ont également rassemblé deux puis trois fils de 640 tex afin de créer des fils de 1280 et 1920 tex comportant des filaments de diamètre inférieur à ceux des fils de 2400 et 1200 tex utilisés par ailleurs. Leur étude permet ainsi de différencier l'effet du titrage du fil de celui du diamètre des filaments (figure 1.21).

Ils ont observé une hétérogénéité de l'imprégnation du fil par la matrice, et cette hétérogénéité augmente avec l'augmentation du titrage des fils et du diamètre des filaments. Les fils les plus imprégnés sont, d'après les observations au MEB, les fils de 320 et 640 tex. Ces fils présentent, lors du test de double arrachement, les raideurs pré-pic les plus élevées et les charges à la rupture également les plus élevées. Les raideurs et les charges à la rupture les plus faibles sont celles des fils de 1200 et 2400 tex, tandis que les assemblages de plusieurs fils de 640 tex présentent des comportements intermédiaires.

Pour expliquer cette différence dans la pénétration de la matrice, il avance l'hypothèse que les filaments de plus grand diamètre présentent une plus grande raideur et donc empêche la pénétration de la matrice cimentaire. Cela induit de plus que la matrice qui arrive à pénétrer entre les filaments de diamètre supérieur présente une structure moins dense que celle de la matrice qui pénètre entre les filaments de diamètres inférieurs. Cela se vérifie lors de la rupture des éprouvettes réalisées lors de la préparation des échantillons à observer au MEB : la rupture est adhésive pour les fils de 320 tex et cohésive pour les fils de 2400 tex. Cela se voit également sur les images MEB. Réduire le diamètre des filaments dans les fils de 2400 tex semble donc être une solution pour améliorer l'imprégnation des renforts de verre par une matrice cimentaire.



FIGURE 1.21: Comportements à l'arrachement (gauche) et observations au MEB de l'imprégnation (droite) de fils multifilamentaires de différentes structures [68]

Les fibres longues se présentent principalement sous forme de roving assemblés ou roving direct. La principale différence entre les roving directs et les roving assemblés est la présence de mèches dans les roving assemblés, ce qui change l'imprégnation du renfort ainsi que les propriétés mécaniques du renfort sec. Cette influence a été principalement étudiée par Aljewifi [13] qui a montré que la présence de mèches induit une plus faible variabilité dans le comportement mécanique des fils, bien que les mèches induisent une variabilité de la géométrie (orientation et positionnement) à l'échelle mésoscopique, en plus de la variabilité (ensimage, positionnement) à l'échelle microscopique induite par les filaments et celle (entrelacements et ondulation des filaments ou des mèches) induite par le fil à l'échelle macroscopique. Cela est expliqué par Homoro [83] qui montre que l'imprégnation du fil est meilleure si celui-ci présente une structure avec des mèches, puisqu'une pré-imprégnation de ce type de fil ne permet pas une amélioration des propriétés mécaniques, contrairement à la pré-imprégnation des fils sans cette structure.

Langlois [84] a également fait certaines conclusions sur ce point en comparant le comportement à l'arrachement d'un roving direct de carbone et d'un roving assemblé de verre. Il a effectué des arrachements par flexion sur différents types de fils multifilamentaires, notamment des fils multifilamentaires de carbone et de verre, avec des éprouvettes pré-entaillées. Les fils de carbone présentent une structure de roving direct tandis que les fils de verre présentent une structure de roving assemblé. Différentes configurations sont testées : fils droits ou fils présentant des boucles. Différents pourcentages de fibre (nombre de fils dans la matrice) et différentes longueurs de fils (de 3,5 cm à toute la longueur de l'éprouvette) ont été également testés.

Pour les éprouvettes avec des fils droits, le fil de carbone présente une courbe d'arrachement en 3 phases : augmentation de la charge jusqu'à la charge maximum, diminution de la charge suivant une pente symétrique jusqu'à atteindre environ 1mm de déplacement puis diminution très lente et quasi linéaire de la charge jusqu'à la fin de l'essai. Lors de l'observation des éprouvettes après arrachement, il est notable que des filaments ont rompu et d'autres ont glissé. Ce même comportement est observé, lors d'essais d'arrachement direct, par Badanoiu et al. [85] qui déduisent de ce phénomène une différence de comportement entre les filaments de cœur et ceux de la périphérie : glissement pour les premiers, rupture pour les seconds.

Plusieurs études ont également mis en évidence l'influence d'autres propriétés structurelles sur l'imprégnation et le comportement mécanique des renforts : Peled et Bentur [86] ont notamment étudié l'influence de la torsion du fil sur l'accrochage du fil dans la matrice, qui s'en trouve augmenté par rapport à un fil droit. Cela leur permet de conclure sur l'influence de la géométrie de l'élément fil dans les structures tissées utilisées comme renfort de composite à matrices cimentaires [3] et d'affirmer que l'ondulation provoquée dans les fils de trame de la structure tissée (due à leur entrelacement avec les fils de chaîne) permet une amélioration de l'imprégnation des fils dans la matrice [87]. Ils ont également mis en évidence l'influence de l'écartement des filaments d'un fil multifilamentaire sur son comportement à l'arrachement, et donc l'effet de la structure du fil, notamment la cohésion entre les filaments, sur ce comportement, comme le montre la figure 1.22.



FIGURE 1.22: Influence de l'écartement des filaments sur le comportement mécanique à l'arrachement de fils multifilamentaires de polypropylène [62]

#### 1.5.3.3 Optimisation de la liaison fil / matrice et influence sur les propriétés du composite

Différentes techniques ont été développées afin d'améliorer la liaison fil / matrice. Cependant, vouloir améliorer cette liaison n'a pas toujours pour effet d'améliorer la résistance mécanique du composite. En effet, plus le nombre de filaments bien imprégnés par la matrice est important, plus le composite a un comportement mécanique fragile [88].

Lorsque l'imprégnation des filaments du fil multifilamentaire n'est pas homogène dans la section du fil, ce qui est majoritairement le cas pour les composites fil / matrice cimentaire qui n'ont pas subi d'optimisation de la liaison, il y a un phénomène de rupture télescopique [67, 69] comme évoqué précédemment. Il permet un comportement ductile malgré le comportement fragile des filaments de verre parce que ceux-ci cassent de manière successive. Si le lien matrice / fil est trop fort, ce qui arrive avec le vieillissement du composite par exemple (diffusion et formation des produits hydratés du ciment entre les filaments de cœur, densification de la matrice), alors ces ruptures successives n'ont plus lieu et, malgré un lien fil / matrice supérieur, les propriétés mécaniques du composite ne sont pas augmentées, et sa ductilité est diminuée [77, 88].

En outre, en améliorant la pénétration de la matrice dans le faisceau de filaments, en plus de favoriser une rupture fragile, cela favorise davantage l'endommagement des filaments, notamment dans le cas du verre. En effet, la présence de produits hydratés de ciment entre les filaments augmente le pH et induit potentiellement un phénomène de corrosion des filaments. Plus ces produits hydratés sont importants, plus le phénomène est important [88].

En conséquence, il est nécessaire de trouver des méthodes d'amélioration du lien fil / matrice qui permettent également une protection des filaments tout en conservant un comportement mécanique ductile pour le composite.

Parmi les solutions trouvées, l'utilisation d'enduits polymères ou minéraux sur les filaments a été particulièrement exploitée. Étant donné que les enduits polymères ne sont pas résistants au milieu alcalin et humide de la matrice cimentaire, la solution des enduits minéraux a été la plus étudiée dans le cadre des composites fil / ciment. Parmi les études réalisées à la fois sur des composites fil carbone / matrice cimentaire et textile de verre / matrice cimentaire, avec différents matériaux fillers siliceux, les études comparant la taille des particules du filler et leur efficacité sur les propriétés mécaniques du composite montrent que les fillers avec des particules de l'ordre du micron sont plus efficaces que ceux de taille nanométrique [89, 88]. Ils permettent une amélioration d'environ 50%des propriétés mécaniques du composite [89]. D'après Nadiv et al. [89], cela est dû à la meilleure dispersibilité des particules de cette taille mais également au fait que l'ajout de ce filler permet la formation de produits hydratés entre les filaments grâce à une réaction pouzzolanique. Cohen et Peled [88], quant à eux, étudient plus précisément le comportement au vieillissement de ce type de composite avec filler siliceux et polymères. Ils observent également que les fillers siliceux sont les plus adaptés, mais que la taille de particules doit être à la fois assez petite pour permettre une bonne pénétrabilité entre les filaments et assez grande pour permettre d'éviter la formation de produits hydratés entre les filaments, pour éviter la perte de ductilité de ces composites et l'affaiblissement de leurs propriétés mécaniques. La présence de particules de silice de la taille adaptée entre les filaments engendre un mécanisme de remplissage des pores entre les filaments et entre les filaments et la matrice et une diminution de la corrosion des filaments (voir figure 1.23), qui conduit à des propriétés mécaniques supérieures à celles des composites sans filler, y compris après vieillissement.



FIGURE 1.23: Microstructures observées au MEB d'un composite de référence et d'un composite avec filler siliceux (particules de 200nm) [88]

Homoro et al. [69] ont quant à eux comparé différentes méthodes d'application de la matrice sur le fil destiné à la réalisation des composites fil / matrice cimentaire : la méthode humide, utilisée dans les études précédemment citées, et une méthode sèche de pré-imprégnation, basée sur la génération d'un champ électrostatique qui permet la pénétration efficace et en profondeur de grains de poudre chargés à l'intérieur du fil multifilamentaire. Ils ont utilisé différentes mélanges pour ces pré-imprégnations :

- l'intégralité de la matrice choisie
- le liant et les charges de la matrice cimentaire (exclusion du système d'adjuvantation par rapport à l'intégralité de la matrice)
- le liant de la matrice cimentaire (exclusion des particules de charges du fait de leur grande taille)
- un liant mono-composant ciment (chimiquement similaire au liant de la matrice)
- une poudre polymère

Les longueurs d'enrobage testées vont de 2 à 10cm.

Les résultats pour un fil de référence, non pré-imprégné par de la poudre avant enrobage avec la matrice choisie, montrent le comportement à l'arrachement attendu pour ce type de composite. La montée en charge est linéaire jusqu'à rupture de certains filaments et rupture du lien filament / matrice pour les filaments non rompus. La charge maximale est ensuite atteinte et la perte de charge post-pic a lieu jusqu'à une charge d'environ 40N. Ensuite une phase de charge quasi constante correspond au glissement et à l'extraction des filaments.

Pour les fils imprégnés par voie humide avec la matrice, le comportement à l'arrachement est du même type que celui du fil en traction, il n'y a pas de glissement donc pas de phase où la charge est quasi constante. La phase descendante est plus abrupte que dans le cas d'un fil non pré-imprégné et la charge appliquée revient à zéro pour un déplacement plus faible que celui pour l'arrachement d'un fil non pré-imprégné. Les propriétés mécaniques présentent une amélioration de près de 25% pour les faibles longueurs d'enrobage par rapport à un fil non pré-imprégné, mais ce pourcentage diminue quand la longueur d'enrobage augmente..

Pour les fils pré-imprégnés par voie sèche, les comportements sont similaires à ceux d'un fil non pré-imprégné, avec un glissement des filaments, sauf pour l'imprégnation avec poudre polymère. Les propriétés mécaniques sont légèrement améliorées (environ 7% d'amélioration de la résistance à l'arrachement par rapport au fil non pré-imprégné) sauf pour les pré-imprégnations avec des particules de tailles importantes, pour lesquelles les propriétés sont inférieures à celles obtenues pour le fil sans pré-imprégnation.

Des observations par tomographie ont également été réalisées dans cette étude afin de définir l'effet des méthodes d'optimisation sur l'interface filaments / matrice. Ces observations montrent que la pré-imprégnation par voie humide permet un meilleur remplissage des vides qui seraient laissés dans le fil sec simplement enrobé (fil de référence) parce que, dans ce cas de l'imprégnation sans pré-imprégnation, la matrice ne pénètre pas en profondeur les espaces interfilamentaires du fil. Ce remplissage explique les meilleures propriétés mécaniques obtenues pour ce type de traitement. Il explique également la rupture des filaments et l'absence de glissement de ceux-ci dans la matrice. Concernant la pré-imprégnation par voie sèche, la conformation du fil est dans ce cas complètement différente de celle observée pour le fil de référence ou pré-imprégné par voie humide. Du fait du process de pré-imprégnation en voie sèche, les filaments sont tous rassemblés et le fil a une forme beaucoup plus circulaire. Les propriétés mécaniques du composite à l'arrachement sont dans ce cas légèrement meilleures que celles du fil de référence mais uniquement pour les pré-imprégnations avec les particules les plus fines. Cela s'explique avec les images par tomographie puisque ce rapprochement des filaments empêche la pénétration des plus grosses particules, contrairement à la pré-imprégnation par voie humide. En conséquence, il est difficile de conclure sur la méthode de pré-imprégnation la plus efficace, puisque les deux méthodes ne permettent pas la même mise en place du fil. Cependant, il est visible qu'une pré-imprégnation voie sèche avec des particules plus fines permettent une meilleure imprégnation et une amélioration des propriétés mécaniques du composite à l'arrachement, tout en conservant le caractère ductile et la phase résiduelle du comportement à l'arrachement due au glissement des filaments, ce qui n'est pas le cas pour la pré-imprégnation par voie humide qui permet une augmentation de la résistance à l'arrachement mais induit une perte de la ductilité du composite.



FIGURE 1.24: Images réalisées par tomographie d'un fil avec 3 différents traitements : (a) fil de référence, imprégné sec; (b) fil avec pré-imprégnation voie humide par la matrice ettringite; (c) fil avec pré-imprégnation voie sèche par le liant de la matrice [69]

Xu et Li [90] ont utilisé des TRC composés de fil de carbone et de verre enrobés dans une matrice cimentaire. Ils ont appliqué différents prétraitements à cette structure textile puis étudié l'influence de ces prétraitements sur les propriétés mécaniques du composite. Différentes matrices ont également été utilisées, dont une matrice avec des propriétés équivalentes à un béton auto-plaçant. Ces matrices présentaient les mêmes quantités de ciment et de sable mais les ratios eau / ciment et les dosages en superplastifiant ont variés afin d'obtenir des matrices avec différentes propriétés mécaniques et rhéologiques. Des spécimens sans précontrainte et avec précontrainte du textile ont été testés à l'arrachement direct. Les filaments enrobés dans la matrice ont été préalablement enduits de résine epoxy, et pour certains échantillons du sable a été collé sur cette résine avant son durcissement afin d'augmenter la résistance de la liaison filaments / matrice cimentaire. Pour certains échantillons, des fibres de verre coupées sont également ajoutées au composite en mélange dans la matrice.

Pour une même longueur d'enrobage, les propriétés rhéologiques et mécaniques de la matrice ont un lien avec la résistance à l'arrachement pour les composites, donc avec la résistance de la liaison fil / matrice. L'usage d'une matrice forte et d'une matrice plus fluide augmente les valeurs de résistance à la rupture. En enduisant les fils de résine époxy avant de les introduire dans la matrice cimentaire, un regroupement des filaments est effectué ce qui implique une augmentation des forces de friction entre les filaments. Ainsi, pour le composite renfort enduit epoxy / matrice cimentaire, cela mène à une amélioration de la liaison fil / matrice mais également une augmentation de la rigidité pré-pic du composite en traction et des forces de frottement interfilamentaires pour les filaments de cœur peu imprégnés lors de la phase post-pic (glissement et extraction de ces filaments). De même, effectuer une précontrainte du textile permet également d'augmenter la résistance à la rupture puisque les contacts entre les filaments et donc les frottements sont augmentés. L'ajout de sable sur l'enduit de résine époxy, effectué sur les textiles préalablement à l'enrobage par la matrice cimentaire, permet une augmentation de la résistance à la rupture mais entraîne une perte de ductilité de ces composites (rupture de tous les filaments avant leur glissement / extraction). Ces résultats expérimentaux ont été vérifiées numériquement [91] en utilisant le "discrete bond model" développé par Krüger [92]. Yardimci et al. [93] ont également utilisé des particules de fumée de silices de différentes tailles et des polymères variés pour réaliser des pré-traitements avant d'enrober les fils dans le mortier afin d'améliorer la cohésion fil / matrice. Les particules de fumée de silice sont ainsi incorporées dans le fil, tandis que les polymères sont déposés en film sur ce dernier. Ces modifications sont effectuées par voie sèche ou par voie humide. Des comparaisons avec un fil non traité sont effectuées.

Par observation au MEB, la pénétration des différentes particules et la création du film est vérifiée. Cependant, pour la technique par voie humide, il y a une diminution des performances avec les différents traitements, comparé aux performances d'un fil non traité. Cela est dû à la présence d'eau apportée par le traitement au niveau du fil, ce qui élève, au voisinage du fil, le rapport E/C du mortier et ne permet pas la formation d'une liaison fil / matrice assez forte. En revanche, le traitement par voie sèche donne des résultats équivalent à ceux obtenus sans traitement sauf pour un traitement avec polymère qui, du fait de la formation d'un film épais entre le fil et la matrice, ne permet pas la pénétration de cette dernière dans le fil et donc diminue la résistance du composite.

Les phases frictionnelles sont quant à elles augmentées avec certains des différents traitements par rapport à ce qui est observé pour le fil de référence. L'énergie dissipée dans la phase frictionnelle a notamment été évaluée à partir des courbes charge / déplacement des essais d'arrachement. Cette énergie est supérieure à celle évaluée pour le fil de référence dans le cas des traitements par voie humide avec les particules de silices et dans tous les cas pour les traitements par voie sèche. Cela montre que ces traitements semblent permettre un comportement plus ductile pour le comportement à l'arrachement du fil.

En utilisant le FILT test développé par Banholzer [12], il est mis en évidence [93] que, dans le cas du fil non traité, il y a un nombre important de rupture de filaments (seuls 17% de filaments restent intacts) ce qui explique la charge à la rupture supérieure et l'énergie dissipée en phase post-pic frictionnelle inférieure à ce qui est observé pour les essais avec des fils traités par voie sèche. Pour ces fils traités par voie sèche, ce phénomène de rupture de filaments est moins important d'où le comportement plus ductile. Cependant, il est également déterminé que les particules de fumée de silice les plus fines conduisent à une meilleure pénétration de la matrice et donc à un comportement moins ductile, similaire à celui d'un fil non traité.

Ainsi, le traitement permettant un meilleur compromis entre l'obtention d'un comportement ductile et une résistance suffisante pour le composite est le traitement à base de fumée de silice de taille supérieure par voie sèche, puisque des tailles inférieures conduisent à une formation plus importante de produits d'hydratation dans le fil et donc à un comportement moins ductile, alors que les films de polymères conduisent à une réduction des liaisons fil / matrice et donc à une diminution de la résistance à la rupture du composite.

#### 1.5.4 Modélisation du comportement mécanique des composites fils multifilamentaires / matrice cimentaire

La modélisation de la liaison fibre / matrice peut se faire de très nombreuses façons, puisqu'elle dépend du type de fibres et du type de matrices utilisées mais également de la nature de la liaison fibre / matrice. Celle-ci peut être mécanique, due à une réaction chimique, due à l'attraction électrostatique ... De nombreuses études font l'inventaire de ces différentes liaisons et des modèles en découlant [61].

La théorie de base dans l'étude de la liaison fibre / matrice cimentaire est le modèle ACK (Aveston, Cooper, Kelly) [94] sur lequel sont basés de nombreux autres modèles dans le domaine des composites à renforts fibreux. Dans ce modèle, la courbe contrainte / déformation d'un composite unidirectionel fibre / matrice cimentaire en traction est découpée en trois phases :

- une phase linéaire élastique où la liaison entre la fibre et la matrice est considérée comme élastique, et où la loi des mélanges est applicable pour déterminer les caractéristiques mécaniques du composite.
- une phase de ruptures multiples, qui commence par une rupture de la matrice. La charge est reprise par les fibres qui ont une résistance à la rupture en traction supérieure à celle

de la matrice. Sous l'effet de cette charge, les fibres sont allongées, ce qui provoque d'autres ruptures dans la matrice, d'où les ruptures multiples. Cette deuxième phase dépend de la résistance de la liaison entre les fibres et la matrice.

– une phase post-rupture correspondant à la rupture des fibres.

Ce modèle considère que la force de liaison est constante le long de la longueur d'enrobage. Cependant, les différents résultats expérimentaux réalisés sur l'arrachement d'une fibre ou d'un filament de verre montrent que ce n'est pas le cas [12, 13, 83] De nombreux modèles ont ensuite été dérivés de cette première théorie afin de définir le lien entre différents renforts textiles et différentes matrices cimentaires.

Ohno et Hannant [95] ont été parmi les premiers à modéliser le comportement des fils multifilamentaires enrobés dans une matrice cimentaire. Pour cela ils ont divisé les filaments composant le fil en deux groupes : les filaments périphériques et les filaments de cœur. Après rupture de la matrice, il y a désolidarisation dans la section transversale du fil de ces deux groupes, selon un plan longitudinal au fil. Cependant, ce modèle est limité puisqu'il ne prend pas en compte les glissements filaments / filaments et que le transfert de charge entre les filaments et entre la matrice et les filaments est considéré constant.

Par la suite, le modèle "adhesive cross linkage" a été défini par Lepenies et al. [96, 97]. Dans ce modèle, le mécanisme d'imprégnation hétérogène est représenté par la formation aléatoire de produits hydratés entre les filaments, créant des "ponts" ("cross linkages") entre ces filaments. Ces ponts sont déterminés et modélisés de façon statistique.

A partir du modèle adhesive crosslinkage, un deuxième modèle est mis en place par Lepenies and al. [97], afin de permettre la modélisation de TRC contenant un renfort textile à structure plus complexe. Il considère ainsi la longueur libre et la longueur enrobée de chaque filament des fils multifilamentaires de cette structure, mais la définition de ces longueurs se fait aussi de manière statistique.

Le modèle suivant est développé par Banholzer [67] et considère le fil comme constitué de différentes couches concentriques de filaments, chaque couche ayant ses propres caractéristiques mécaniques et physiques selon sa position. Pour établir ce modèle Banholzer a travaillé a deux échelles : échelle de l'arrachement d'un filament et échelle de l'arrachement d'un fil multifilamentaire. Pour la première échelle, une évaluation analytique a été établie à partir du mécanisme d'extraction d'un filament métallique [64, 98]. Cette notion de modélisation multi-échelle est importante et elle a été traitée de façon plus détaillée par Konrad and al. [99].

Un dernier modèle a donc été développé par Konrad et Chudoba [100] et il prend en compte les particularités du fil seul en traction pour les inclure dans la modélisation du comportement des longueurs libres des filaments dans les TRC, ainsi que les paramètres définissant l'interface textile / matrice à différentes échelles (figure 1.25).

Ainsi, pour modéliser de façon complète et précise le comportement à l'arrachement des fils multifilamentaire enrobés, il est nécessaire de considérer le problème à différentes échelles. Cette technique de modélisation multi-échelle est ainsi très utilisée pour les composites avec des renforts textiles [101, 102]. Ainsi, les différentes échelles à considérer sont présentées dans la figure 1.25. A l'échelle microscopique, il est ainsi nécessaire de considérer le comportement à l'arrachement d'un filament en traction, des particules solides de la matrice, et le comportement à l'arrachement d'un filament enrobé dans cette matrice. Cela permet de passer à l'échelle mésoscopique, qui considère le comportement à l'arrachement d'un fil multifilamentaire enrobé dans une matrice cimentaire, en considérant le comportement mécanique du fil en traction, mais aussi l'effet de taille de la matrice (voir section 1.4.2). Cela permet d'aboutir à l'échelle macroscopique, qui considère l'interaction entre une structure textile 2D et la matrice qui l'imprègne. Pour cela, les macro-fissures dans la matrice sont considérées ainsi que le comportement de la structure textile 2D.



FIGURE 1.25: Paramètres pris en compte aux différentes échelles dans le modèle de Konrad et Chudoba [100]

La figure 1.26 présente les modèles qui découlent de ces études à différentes échelles. Dans le même raisonnement, chaque phénomène influençant le comportement mécanique des structures textiles 2D enrobées dans une matrice cimentaire sont modélisés, aux différentes échelles considérées. Ainsi, un modèle a été établi pour le comportement à l'arrachement d'un filament enrobé (C dans la figure 1.26), et un autre modèle pour le comportement mécanique du fil multifilamentaire (A dans la figure 1.26), qui sont combinés pour modéliser le comportement du fil multifilamentaire enrobé dans la matrice cimentaire (B dans la figure 1.26). Cette modélisation "bond layer model" précise ainsi le comportement des filaments enrobés mais également des filaments peu ou pas enrobés. Il est ensuite utilisé pour modéliser les structures 1D et 2D. Une modélisation 1D définit ainsi deux groupes de filaments dans le fil : les filaments périphériques imprégnés par la matrice et les filaments de cœur, non imprégnés (D dans la figure 1.26). Une autre modélisation 2D permet une représentation discrète des fissures dans les points de concentration de contraintes (E dans la figure 1.26). Ces deux modèles sont combinés pour réaliser un modèle 2D (F dans la figure 1.26) et ensuite un modèle 3D d'une structure renforcé par un renforcement textile (G dans la figure 1.26) en ajoutant le caractère anisotropique du matériau.



FIGURE 1.26: Modélisation multi-modèles et multi-échelles du comportement mécanique des TRC[103]

Ces modèles sont ici présentés succinctement, mais une description plus précise de ces différentes modélisations est disponible dans le chapitre 7.

#### 1.6 Synthèse

L'utilisation de fibres courtes de verre pour renforcer le comportement des bétons en traction est connue et utilisée de manière répandue depuis de nombreuses années dans le domaine de la construction, pour des applications généralement non structurales. En revanche, l'utilisation de fils multifilamentaires est une technologie plus récente, permettant de placer des fils continus dans le sens de la sollicitation et éventuellement de remplacer les renforts métalliques du béton armé pour certaines applications puisque les fils ne corrodent pas. Néanmoins, le potentiel de cette technologie n'est pas encore totalement exploité du fait du manque de compréhension de nombreux phénomènes au sein de ce type de structure et donc d'une difficulté à prédire son comportement mécanique.

Un fil multifilamentaire est une structure textile composée de milliers de filaments d'environ 10 à 30  $\mu$ m de diamètre, réunis par un ensimage. Cet ensimage peut présenter des propriétés permettant une meilleure adhérence entre la matrice et les filaments. Le comportement mécanique des filaments est fragile, mais les fils multifilamentaires, du fait de leur structure, présentent une ductilité intéressante pour leur utilisation dans le renforcement des bétons. Cependant, ces fils présentent une grande hétérogénéité dans leur comportement mécanique en traction, du fait également de leur structure. En effet, l'ondulation des filaments, propre à chacun d'entre eux, et leur résistance propre ainsi que leur organisation les uns par rapport aux autres au sein du fil induisent une grande variabilité du comportement mécanique de ce type de fil. Elle est d'autant plus importante que les filaments constituant le fil sont indépendants les uns des autres, ce qui est le cas des rovings directs, qui sont les fils utilisés dans notre étude.

La matrice utilisée dans ce type de composite est, quant à elle, une matrice cimentaire avec une granulométrie faible, de type mortier. Les propriétés mécaniques et rhéologiques de la matrice, telles que sa densité et sa fluidité, semblent avoir une influence sur le mécanisme d'imprégnation de la matrice mais les études considérées proposent des visions contradictoires de cette influence, et peu d'informations sont disponibles dans la littérature pour expliquer ces contradictions.

Les essais utilisés pour caractériser les composites fils multifilamentaire / matrice cimentaire sont des essais d'arrachement, qui peuvent se faire de façon directe ou indirecte (par flexion). L'arrachement peut aussi se faire sur un seul filament mais les résultats obtenus présentent une grande variabilité du fait de la difficulté de mise en œuvre de ce test à si petite échelle. Malgré tout, ce test permet de déterminer des informations sur le lien filament / matrice et notamment les longueurs d'enrobage pour lesquelles il y a glissement du filament et celles pour lesquelles il y a rupture en traction du filament. Pour le comportement à l'arrachement des fils multifilamentaire, d'autres paramètres interviennent et compliquent la compréhension des phénomènes ayant lieu lors du processus d'arrachement. En effet, la pénétration aléatoire de la matrice dans la section et la longueur du fil induisent l'existence de groupes de filaments avec des comportements distincts : des filaments rompent tandis que d'autres sont extraits de la matrice, dans des proportions dépendant du degré d'imprégnation du fil. Ainsi, différentes phases se distinguent dans le comportement à l'arrachement du fil : une phase d'augmentation de la charge linéaire puis non linéaire du fait de la rupture des filaments les mieux imprégnés, qui conduit jusqu'à la charge de rupture du fil, puis une diminution post-pic de la charge, plus ou moins brutale selon la matrice utilisée et l'imprégnation du fil qui en résulte. Cette phase est suivie d'une phase pendant laquelle la diminution de la charge se poursuit à vitesse beaucoup plus réduite, la résistance à l'arrachement étant alors le fait du frottement des filaments sur la matrice lors de leur extraction, s'ils n'ont pas tous rompus dans la phase précédente.

Les modèles développés pour définir ce comportement, tous basés sur la modélisation du fil sous forme de couches concentriques présentant différentes propriétés mécaniques et physiques selon leur position, permettent d'expliquer les résultats obtenus dans des cas particuliers d'essais d'arrachement et de traction. Ils ne permettent cependant pas de prédire le comportement des TRC ou des fils multifilamentaires enrobés dans une matrice car beaucoup des paramètres de ces modèles sont définis de manière statistique, voire empiriques, notamment pour l'enrobage des filaments suivant leur longueur, puisqu'il n'existe pas de méthode d'observation de l'enrobage cimentaire en 3D.

Dans le but de préciser la compréhension de l'imprégnation d'un fil par une matrice cimentaire, un premier travail a été réalisé par Aljewifi [13] afin de caractériser de façon quantitative les paramètres influençant le comportement mécanique des TRCs, en se basant principalement sur l'étude de plusieurs types de fils multifilamentaires de verre et de leur imprégnation par une matrice cimentaire définie. Différentes caractérisations ont été réalisées telles que des observations au MEB et l'étude de la porosité afin de relier le comportement à l'arrachement des fils à leur mécanisme d'imprégnation par la matrice.

Malgré cela, des lacunes subsistent dans la caractérisation des composites fils multifilamentaire / matrice cimentaire. Les difficultés rencontrées par les études déjà réalisées sont principalement concentrées dans la compréhension du mécanisme d'imprégnation, de la structure du fil imprégné qui en résulte et le lien avec le comportement mécanique à l'arrachement. En effet, la quantification du lien filaments / matrice ne peut pas être réalisée précisément pour chaque filament, puisque la pénétration de la matrice cimentaire dans le fil multifilamentaire ne peut pas être contrôlée. De plus, il est impossible d'imager finement en 3D la pénétration de la matrice dans le fil. Afin de pallier ce problème, différentes méthodes sont mises en place en se basant sur des observations de sections spécifiques, et donnent des informations très réduites sur l'imprégnation du fil. Ces informations parcellaires sont ensuite utilisées pour définir des paramètres d'imprégnation sur toute la longueur d'enrobage. Afin de pallier ce problème, il est nécessaire d'étudier la caractérisation de l'imprégnation et le lien imprégnation / comportement mécanique et pour cela de mettre en place une méthode de visualisation de l'intérieur du fil multifilamentaire imprégné. Pour ces raisons, notre étude propose de réaliser une nouvelle étude expérimentale de l'interface fils / matrice, en se focalisant sur la question de l'imprégnation qui apparait comme un des points faibles de la compréhension du comportement mécaniques des TRC et de sa modélisation. Il est également développé une approche de caractérisation 3D de l'interface fil /mortier puisque cette interface semble être une clé de la compréhension du comportement des composites fils multifilamentaires / matrice cimentaire.

# Chapitre 2

# Caractérisation des matériaux et fabrication du composite

## Contents

<b>2.1</b>	Intr	oduction	61						
<b>2.2</b>	Les	fils	61						
	2.2.1	Nature et Structure	61						
	2.2.2	Propriétés de mouillage	64						
	2.2.3	Capacité d'absorption des particules	68						
	2.2.4	Propriétés mécaniques	77						
<b>2.3</b>	2.3 La matrice								
	2.3.1	Propriétés rhéologiques	87						
	2.3.2	Propriétés mécaniques	90						
2.4 Fabrication des éprouvettes avec fil									
	2.4.1	Méthode utilisée	92						
	2.4.2	Etude de la position du fil dans la longueur enrobée							
	2.4.3	Etude de la variation de la longueur enrobée	94						
		2.4.3.1 Etude de la zone interface $L_e/L_l$	94						
		2.4.3.2 Etude de la variation du sciage	96						
	2.4.4	Etude de l'influence du mode de mise en place du mortier	96						
<b>2.5</b>	Con	clusion	98						

## 2.1 Introduction

Dans le chapitre bibliographique précédent, il a été établi que l'imprégnation des fils multifilamentaires est hétérogène et dépend de plusieurs facteurs : la matrice utilisée, la nature et la structure des fils utilisés et leur ensimage ainsi que la technique de mise en place des fils dans cette matrice. Tous ces paramètres non seulement influencent les propriétés du composite obtenu mais peuvent aussi modifier les propriétés du renfort pour le composite. En effet, selon la matrice utilisée et la technique de fabrication, un endommagement des fils par effet mécanique ou chimique peut avoir lieu. De même, le mode de conservation de ces composites peut avoir son influence sur les propriétés finales du composite.

Il est donc nécessaire, dans le cadre de l'étude de l'imprégnation du fil multifilamentaire par différentes matrices cimentaires, d'étudier la nature et la structure du fil utilisé, et leur influence sur son mouillage par l'eau et par les particules constituantes des matrices utilisées. Il faut également caractériser ses propriétés mécaniques. Pour les matrices, différentes compositions sont étudiées afin de retenir les formulations les plus adaptées pour la mise en place avec les fils tout en permettant de conclure quant à l'influence des propriétés mécaniques et rhéologiques de la matrice sur l'imprégnation du fil, ainsi que de la longueur d'enrobage utilisée.

Ce chapitre a donc pour but la détermination des propriétés physiques et mécaniques des fils utilisés, ainsi que la caractérisation rhéologiques et mécaniques des mortiers utilisés pour la matrice, avec un choix de matrices le plus pertinent pour cette étude. La méthode de fabrication et de conservation des éprouvettes ainsi que le procédé d'obtention des différentes longueurs d'enrobage sont décrits. De plus, les phénomènes qui peuvent éventuellement entraîner une variabilité des essais lors de cette fabrication sont également présentés.

# 2.2 Les fils

#### 2.2.1 Nature et Structure

Trois fils multifilamentaires ont été utilisés dans les études de caractérisation du matériau textile utilisé, suite à quoi un seul fil a été choisi pour la fabrication des composites fil/matrice cimentaire.

Ces trois fils sont des fils Owens Corning de la gamme Cem-fil 5325 (figure 2.1), composés de filaments de verre AR (Alcali Résistant), résistants au milieu alcalin et donc adaptés à l'utilisation dans des matrices cimentaires. Ils sont commercialisés par la société Owens Corning pour le renforcement de mortier ou de béton, dans le cadre de réalisation de renforts tissés ou sous forme de filets et de grilles. Leur fabrication (structure, ensimage, nature du verre ...) est réalisée dans le but d'optimiser leur efficacité et leur imprégnation dans les matériaux cimentaires. [104]

Les fils étudiés présentent les caractéristiques regroupées dans le tableau 2.1.

Titre	Structure	Ensimage	Nombre de filaments	Diamètre filaments $(\mu m)$
2400 Tex	roving direct	faible $0,8\%$	1600	27
1200 Tex	roving direct	faible $0,\!8\%$	1600	19
640 Tex	roving direct	faible $0,8\%$	1600	14

Tableau 2.1: Caractéristiques des fils



FIGURE 2.1: Fil de verre AR multifilamentaire de la gamme Cem-Fil de 2500 Tex

Les fils de 2400 Tex et de 1200 Tex sont utilisés pour les essais de caractérisation physique (absorption de l'eau et drainage) et les fils de 2400 Tex et 640 Tex pour les essais de caractérisation mécanique. Le but étant, concernant les essais physiques, de pouvoir assembler deux fils de 1200 Tex et en déduire l'effet du diamètre des filaments sur la mouillabilité du fil et, dans le cas des essais mécaniques, de comparer le comportement en traction de deux fils de même nature mais de masse linéique très différente et donc présentant des filaments de résistance très différente (le nombre de filaments étant constant pour les trois fils).

D'un point de vue chimique, la spécificité du verre AR utilisé dans la fabrication de ces fils est qu'il contient un taux élevé de zirconium par rapport au verre E qui n'est pas alcali résistant. De plus, les fils présentent un ensimage qui permet une bonne incorporation des fils dans une matrice cimentaire. Les ensimages sont généralement à base de polyester, vinyle ester et résine époxy [19] mais leur composition est gardée secrète par les fabricants, donc, il n'est pas possible de connaître la composition exacte de celui utilisé pour les fils étudiés. Cependant, cet ensimage est le même pour les fils étudiés. L'ensimage joue un rôle très important dans la structuration du fil selon la quantité appliquée. Ainsi on distingue les fils à faible quantité d'ensimage, appelés direct roving, et les fils à forte quantité d'ensimage, appelés, multi-end roving. Ces derniers sont composés de mèches qui sont des structures intermédiaires entre le filament et le fil permettant de maintenir les filaments ensemble grâce à l'ensimage. Ce type de fil est composé d'une cinquantaine de mèches environ, selon leur titre. Dans cette étude, seuls les fils de type roving direct, c'est-à-dire sans mèche, ont été considérés puisque la présence de mèches, déjà étudiée par Aljewifi [13] induit, en général, une plus faible variabilité dans le comportement mécanique et physique du fil mais, également, un plus faible degré d'imprégnation du fil par la matrice.

D'un point de vue structurel, la spécificité des fils roving direct est donc cette absence de mèche qui induit une organisation des filaments plus libre. En effet, les filaments présentent une cohésion faible entre eux, ce qui implique donc que chaque filament a un positionnement spécifique et cela entraîne une plus grande hétérogénéité. De plus, ce positionnement de chaque filament est variable le long du fil. Ainsi, un filament situé au centre du faisceau des filaments peut être à la périphérie quelques centimètres plus loin. Cette variabilité du positionnement des filaments est influencée notamment par le mouillage du fil, et cela peut entraîner un arrangement très différent des filaments dans la matrice cimentaire. Cette organisation particulière des filaments est visible au microscope optique. en visualisant deux échantillons différents du fil ou même en observant un fil sur sa longueur à l'échelle centimétrique. Sur la figure 2.2, qui présente les images réalisées au microscope optique à deux endroits du fil 2400 Tex, il est visible que les filaments sont, dans le premier cas (à gauche), pratiquement tous alignés laissant peu d'espace libre entre les filaments. Au contraire, dans le deuxième cas, (à droite) les filaments sont nettement moins alignés, créant des boucles et laissant les filaments très espacés à la périphérie du faisceau principal. Cela peut influencer les propriétés du fil puisque l'alignement des filaments joue un rôle sur l'action des forces et sur le frottement entre filaments, mais également, sur l'imprégnation par la matrice cimentaire.



FIGURE 2.2: Comparaison de l'organisation des filaments dans deux échantillons du fil de 2400 Tex

Le titre des fils a été vérifié en pesant 10 échantillons successivement, de longueur 1 m. Les résultats sont présentés en figures 2.3 et 2.4. Pour les fils de 1200 Tex théorique, le titre moyen mesuré est de 1200 Tex  $\pm$  9 et pour ceux de 2400 Tex théorique il est de 2391 Tex  $\pm$  39. La variation du titre est légèrement supérieure pour les fils de 2400 Tex que pour ceux de 1200 Tex. Cette variation du titre peut provenir de la variabilité de la quantité d'ensimage mais aussi de la légère variabilité du diamètre des filaments. Cela peut engendrer des hétérogénéités dans le comportement mécanique, puisque la section des filaments détermine leur résistance mécanique. De même, un ensimage irrégulier ou des degrés de tortuosité différents des filaments le long du fil peuvent entrainer des différences de frottement entre les filaments.

Afin de vérifier la variabilité des diamètres des filaments, des mesures de ce diamètre sont effectuées sur des images des éprouvettes observées au MEB. Douze mesures ont été effectuées sur deux images différentes, soit six mesures par image, et une moyenne a été calculée ainsi que l'écart type. Cette moyenne est de 26,9  $\mu$ m donc très proche de la valeur donnée par le fournisseur. L'écart type est de 3,7  $\mu$ m. Il y a donc bien une variabilité du diamètre des filaments mais cette variabilité est faible.



FIGURE 2.3: Mesures du titre du fil de verre 2400 Tex



FIGURE 2.4: Mesures du titre du fil de verre 1200 Tex

## 2.2.2 Propriétés de mouillage

Différents tests ont été effectués afin de connaître les propriétés de mouillage du fil utilisé.

**Capacité de rétention immédiate d'eau** Le premier test consiste à laisser un échantillon de fil de longueur 1m, préalablement pesé sec, dans l'eau pendant 20 secondes puis à peser immédiatement cet échantillon après l'avoir retiré de l'eau sans l'égoutter. Cette pesée permet de connaître la masse maximale d'eau qui peut être retenue par le fil. Ce test est effectué sur 10 échantillons des fils de 2400 tet 1200 Tex, et 10 échantillons composés de deux fils de 1200 Tex assemblés pour obtenir un fil de 2400 Tex avec des diamètres de filaments inférieurs à ceux des filaments des fils de 2400 Tex, afin de déterminer l'influence du titre et du diamètre des filaments sur la rétention de l'eau. Les résultats sont présentés sur la figure 2.5.

**Capacité de rétention d'eau** Le deuxième test consiste à laisser un échantillon de fil de longueur 1m, préalablement pesé sec, dans l'eau pendant 20 secondes puis à laisser égoutter l'eau en accrochant le fil à une potence à l'air ambiant pendant 10 min puis à le peser. Cette pesée permet de connaître la masse d'eau retenue après drainage du fil. Une petite partie de l'eau contenue dans le fil est également dissipée par évaporation, mais cette quantité d'eau évaporée est négligeable par rapport à la quantité d'eau égouttée par drainage du fil (car la porosité du fil est très élevée). Il est donc choisi de considérer dans cette étude que la perte de masse est due principalement au drainage de l'eau dans le fil. Ce test est effectué sur les mêmes types d'échantillons que le test précédent. Les résultats sont présentés sur la figure 2.6.

Évolution de la rétention de l'eau Le troisième test consiste à laisser un échantillon de fil de longueur 1m, préalablement pesé sec, dans l'eau pendant 20 secondes puis à le laisser égoutter, accroché à une balance, et ainsi à relever l'évolution de sa masse à des intervalles de temps réguliers, au cours de son drainage. Cette pesée permet d'évaluer la vitesse d'élimination de l'eau



FIGURE 2.5: Teneur en eau des fils après immersion



FIGURE 2.6: Teneur en eau des fils après immersion et drainage

par égouttement. Ce test est effectué sur les mêmes types d'échantillons que le précédent test. Les résultats sont présentés sur la figure 2.7.

En conclusion de ces différents tests, il apparaît que le titre du fil ou le diamètre des filaments n'influence pas la capacité de rétention maximale d'eau par le fil ni l'élimination de l'eau pendant le drainage du fil et donc la rétention de l'eau au bout de 10 min d'égouttement qui est d'environ 30 à 35%. Le test de l'évolution de la teneur en eau pendant le drainage ne montre pas non plus de différences significatives entre les trois types d'échantillons testés, cependant, des imprécisions sur les mesures ont pu avoir lieu lors de l'accrochage du fil à la balance et ont pu masquer éventuellement des différences de comportement relativement faibles. En effet, les manipulations effectuées afin de suivre l'évolution de la teneur en eau à la première mesure (considérant forfaitairement qu'elle a été effectuée 1 seconde après la fin du mouillage) de la figure 2.7 qui est entre 50% et 60% plus faible que celle trouvée dans le premier test. De même, la teneur en eau après 10 min de drainage sur la balance est plus faible de celle trouvée par le deuxième test (au bout de 3 min de drainage, la teneur en eau du fil est environ 20% plus faible que pour le troisième test au bout de 10 min de drainage). Malgré cela, le troisième test montre que l'évolution de l'élimination de l'eau lors du drainage semble très similaire pour tous les types de fils testés.



FIGURE 2.7: Évolution de la teneur en eau du fil au cours du drainage

Suite à ces essais, le fil 2400 Tex a été choisi par rapport au fil de 1200 Tex pour effectuer le reste des essais et pour réaliser les composites avec matrice cimentaire. En effet, ce fil ne présente pas de comportement différent au mouillage par rapport aux fils de 1200 Tex, mais son titre supérieur permet de diminuer son endommagement lors de la fabrication des éprouvettes et son faisceau de filaments plus large permet de mieux appréhender la variabilité de la pénétration de la matrice. De plus, ses filaments de diamètre plus élevé sont plus facilement observables lors des essais spécifiques mis au point pour la caractérisation de la zone endommagée après les essais d'arrachement (Chapitre 6). Dans la suite de ce chapitre, le comportement mécanique du fil 2400 Tex sera comparé au comportement mécanique des fils de 640 Tex afin de déterminer l'influence du diamètre et donc de la résistance des filaments sur le comportement en traction du fil multifilamentaire.

Absorption de l'eau par capillarité Pour ce test, un échantillon de fil de 2400 Tex de 20 cm et une eau contenant 0,3 g de fluorescéine sont utilisés (0,15 g de fluorescéine dans 500 mL d'eau). Le fil est trempé sur 1 à 2 millimètres au niveau de son extrémité dans l'eau avec fluorescéine, le chronomètre est alors démarré. La hauteur de la remontée capillaire de l'eau est mesurée à différents temps. Le montage réalisé pour cette mesure est présenté sur la figure 2.8.



FIGURE 2.8: Montage utilisé dans la mesure de l'absorption de l'eau par capillarité

La figure 2.9 présente la moyenne des résultats obtenus pour 5 échantillons. Ce test montre que l'absorption capillaire par le fil s'effectue très rapidement, puisque la remontée capillaire est d'environ 4 cm au bout de 10 s de test. De plus, cette remontée capillaire semble se stabiliser au bout de 200 s environ. Il est également visible que la hauteur de la remontée par capillarité présente une phase linéaire en fonction de la racine carré du temps jusqu'à environ 100 s puis que la remontée semble se stabiliser et atteindre un plateau à 10 cm.



FIGURE 2.9: Absorption moyenne de l'eau par capillarité dans le fil

#### 2.2.3 Capacité d'absorption des particules

Différents tests ont été réalisés afin d'évaluer la capacité d'absorption des particules de ciment et de filler par le fil, ainsi que l'influence de la présence d'un adjuvant superplastifiant sur cette absorption. Ces tests sont basés sur le dépôt successif sur le fil à l'aide d'une seringue de gouttes de différentes solutions contenant de l'eau et des particules de ciment ou d'un mélange 50% de ciment et 50% de filler calcaire (le filler étant introduit en substitution volumique du ciment), ainsi que du superplastifiant pour certaines d'entre elles en gardant constant le rapport A/C (masse d'extrait sec du superplastifiant sur masse de ciment) ce qui donne un rapport A/L différent pour les solutions avec filler. Les solutions choisies ont deux rapports  $V_E/V_L$  (volume d'eau sur volume absolu des particules du liant très différents : environ 19 et environ 4) afin d'évaluer l'influence de la concentration des particules du liant sur leur pénétration dans le fil. Les solutions réalisées sont présentées dans le tableau 2.2.

solution	Ciment	Filler	Rapport $V_E/V_L$	Rapport E/L	Rapport A/L	Rapport A/C
	en $\%$	en $\%$			en $\%$	en $\%$
S60-00	100	0	18,6	5,9	0	0
S12-00	100	0	3,8	1,2	0	0
S60-15	100	0	$18,\! 6$	5,9	14,9	14,9
S12-15	100	0	$3,\!8$	1,2	15,1	15,1
S60-00 50C	50	50	19,0	6,5	0	0
S12-00 50C	50	50	3,8	1,3	0	0
S60-15 50C	50	50	18,9	6,5	$7,\!8$	14,7
S12-15 50C	50	50	3,4	1,2	9,0	$16,\!8$

Tableau 2.2: Composition des solutions utilisées pour le test d'absorption des particules solides par le fil

Les fils sont placés à l'horizontal, tendus sur un cadre, posé également horizontalement, sous le

microscope optique. Des prises de vues sont réalisées avant le premier dépôt puis à chaque dépôt de goutte. Sur chaque fil, 3 gouttes sont déposées successivement. L'étalement des gouttes est mesuré à chaque dépôt dans la largeur du fil et dans sa longueur, afin d'évaluer la capacité d'étalement des gouttes successives sur et dans le fil. La largeur du fil avant le dépôt des gouttes est également mesurée afin de déterminer le degré de structuration des filaments et l'importance des espaces interfilamentaires sur la capacité d'absorption des gouttes par le fil. Ainsi, la largeur de fil imprégnée par la goutte et la largeur de la goutte par rapport à la largeur du fil sont déterminées.

De plus, la proportion de matière des trois gouttes qui n'a pas pénétrée le fil est récupérée après 10 min afin d'évaluer la quantité de matière qui n'a pas pu pénétrer dans le fil. Elle est pour cela comparée à la masse de 3 gouttes de la solution considérée.

Préalablement, les gouttes réalisées à la seringue ont été pesées afin d'évaluer si les gouttes de toutes les solutions ont une masse équivalente. Pour cela, 10 gouttes de chaque solution ont été déposées dans une coupelle successivement et une pesée a été réalisée à chaque goutte. Les résultats sont présentés en figure 2.10.



FIGURE 2.10: Masse moyenne d'une goutte de solution

Il est visible que la présence de filler n'influence par grandement la masse des gouttes puisque, pour chaque solution considérée, la masse moyenne d'une goutte avec et sans filler est proche, notamment pour les solutions les plus concentrées (E/L=1,2). Pour les solutions plus diluées (E/L=6), la masse moyenne d'une goutte avec et sans filler diffère, cependant, elle est supérieure avec filler pour la solution avec superplastifiant et inférieure pour celle sans superplastifiant, ce qui ne permet pas de conclure sur une réelle influence du filler sur la masse moyenne d'une goutte.

En revanche, le rapport E/L et la présence de superplastifiant ont une grande influence sur la masse moyenne d'une goutte. En effet, il est visible que la masse moyenne d'une goutte est supérieure pour la solution S12-00 que pour la solution S60-00, ce qui est logique puisque la solution S12-00 est la plus concentrée en particules de ciment. La masse moyenne d'une goutte sans superplastifiant est supérieure à celle d'une goutte avec superplastifiant, et ce pour les deux solutions testées. La différence de masse moyenne d'une goutte entre les solutions avec les E/L différents disparait avec l'ajout de superplastifiant, ce qui montre que le superplastifiant modifie les tensions superficielles de la solution et atténue fortement l'influence de la concentration de la solution en liant.

Il est donc possible de conclure que la masse moyenne des gouttes étant différente pour chaque

solution, leur volume peut également être différent, ce qui doit impérativement être pris en compte dans l'analyse des mesures de pénétration des solutions dans le fil par la suite. De plus, les écarts type étant assez importants pour la masse moyenne d'une goutte de la solution, notamment pour la solution S60-00, il est possible que les gouttes d'une même solution soient différentes en volume, quantité de particules...



FIGURE 2.11: Images obtenues au microscope optique : état initial, après dépôt d'une goutte, après dépôt de trois gouttes ; pour les différentes solutions S60



FIGURE 2.12: Images obtenues au microscope optique : état initial, après dépôt d'une goutte, après dépôt de trois gouttes ; pour les différentes solutions S12

Il est déjà possible d'appréhender les différences d'absorption en observant les images présentées en figures 2.11 et 2.12.

Pour les solutions sans filler, et pour les deux rapports E/L considérés, il est visible que les gouttes sans superplastifiant ont tendance à s'étaler dans la largeur du fil et donc à pénétrer davantage aux espaces inter-filamentaires du fil, du moins en surface. Au contraire, pour les solutions avec superplastifiant, les tensions superficielles de la solution maintiennent la forme de la goutte empêchant ainsi l'étalement de la solution et la pénétration de particules dans le fil. Pour les solutions avec filler, la comparaison des solutions avec et sans superplastifiant conduit au même constat.

Concernant l'influence de la présence de filler, il semble que pour la solution sans superplastifiant et une concentration de particules faible (S60-00 50C), le filler n'a pas d'influence sur l'étalement
et la pénétration des gouttes. En revanche, pour les solutions avec superplastifiant et filler (S12-15 50C, S60-15 50C) ou avec une grande concentration de particules et du filler (S12-00 50C), un comportement similaire aux solutions avec superplastifiant sans filler semble être observé : une grande quantité de matière ne pénètre pas le fil. Cependant, la goutte avec filler et superplastifiant semble s'étaler davantage que la goutte contenant du superplastifiant mais pas de filler, notamment dans la longueur du fil.

En ce qui concerne la matière récupérée après 10 min, les résultats obtenus sont présentés en figure 2.13. La proportion de matière récupérée est exprimée en pourcentage de la masse de 3 gouttes de la solution considérée, afin d'éviter le problème de la variabilité de la masse des gouttes pour chaque solution et ainsi pouvoir comparer la capacité de pénétration des différentes solutions dans le fil.

La première remarque est que l'influence du filler sur la pénétration de la matière dans le fil ne peut pas être établie ou n'existe pas, puisque pour chaque solution la pénétration des gouttes avec et sans filler est la même, excepté pour la solution avec superplastifiant S60-15. Il faut noter, cependant, que la variabilité des mesures est supérieure pour les solutions avec filler. Cela signifie que les particules de filler, du fait de leur taille et de leur nature, semble avoir une pénétration plus aléatoire que les particules de ciment. Concernant l'influence du superplastifiant, il est visible qu'elle est significative sur la capacité de pénétration des particules et/ou d'eau dans le fil. En effet, pour chaque solution considérée, la présence de superplastifiant entraîne une augmentation du pourcentage de matière récupérée, donc le superplastifiant entraîne une moins bonne pénétration des particules et ceci malgré son rôle de défloculation des particules du liant. De même, la concentration en particules de ciment semble avoir une influence sur l'imprégnation du fil. Une concentration plus élevée comme pour la solution S12-00 montre une pénétration des particules moindre.



FIGURE 2.13: Pourcentage moyen de matière récupéré sur les 3 gouttes déposées sur le fil, pour chaque solution considérée

Différentes hypothèses peuvent être proposées pour expliquer ces résultats et en déduire des conclusions sur l'imprégnation du fil par la matrice cimentaire. Tout d'abord, l'influence faible de la présence de particules de filler s'explique par le fait que les particules de filler sont quasiment de la même taille que les particules de ciment, et qu'elles n'ont pas d'interaction spécifique avec le fil.

Par ailleurs, certaines variations d'absorption des particules par le fil ont été notées dans le cas de présence de superplastifiant et de filler, notamment pour la solution S60-15 50C. Cela peut s'expliquer par le fait que les particules de filler, bien que de même taille que les particules de ciment, n'ont pas les mêmes propriétés physico-chimiques que ces dernières. Elles ont notamment tendance à mieux se disperser puisqu'elles sont moins chargées en électricité que les particules de ciment. Elles ont également un plus faible besoin en eau pour être lubrifiées. En conséquence, le superplastifiant n'a pas la même influence sur les particules de filler que sur celles de ciment et leur dispersion est plus efficace, même pour les solutions S12, ce qui explique les quantités de matière récupérées légèrement inférieures pour les solutions avec filler (sauf pour la solution S12-15 ce qui provient du fait, évoqué précédemment, que le superplastifiant n'interagit pas de la même façon avec le ciment qu'avec le filler).

Pour l'influence du superplastifiant, cela peut provenir d'une modification des tensions superficielles de la solution en fonction de la concentration et la composition du liant, empêchant le mouillage du fil par la solution et la pénétration des particules. En effet, en présence de superplastifiant, l'angle de raccord entre le fil et la solution et l'air sera changé du fait de cette différence de tension superficielle, ce qui empêche une pénétration optimale de la première goutte, que ce soit dans la largeur mais aussi dans la longueur, puisque la goutte garde une forme arrondie. Les gouttes suivantes vont ensuite s'empiler sur cette première goutte, ce qui explique les quantités de matières récupérées plus élevées.

Pour l'effet de la concentration en particules dans la solution, une concentration plus élevée de particules entraîne une plus grande difficulté pour les particules de pénétrer le fil, notamment après le dépôt de la première goutte, qui a un rôle de barrière ou filtre puisqu'elle pénètre mal dans le fil et crée un léger amas de particules à la surface du fil. De plus, la présence d'une plus grande concentration de particules dans la goutte peut également modifier les tensions superficielles de la goutte ; comme évoqué ci-dessus pour l'influence du superplastifiant. En conséquence, l'angle de contact entre la goutte et le fil est plus élevé du fait de la présence d'un grand nombre de particules, ce qui explique la mauvaise pénétration des particules dans le fil dans le cas des solutions S12. Le phénomène est d'ailleurs amplifié dans le cas des solutions S12-15, où la présence de superplastifiant et d'une plus grande concentration de particules entraîne un angle de contact très élevé entre la goutte et le fil, combiné à l'effet filtre induit par le dépôt successif de plusieurs gouttes avec une grande concentration de particules, ce qui entraîne une récupération d'environ 60% de la matière déposée.



FIGURE 2.14: Mesure de la largeur du fil 2400 Tex avant dépôt des gouttes



FIGURE 2.15: Mesure de la largeur du fil 2400 Tex positionné dans le moule 4\*4\*16 avant coulage du mortier pour la réalisation des éprouvettes d'arrachement

Pour compléter l'étude visuelle qualitative de la pénétration des gouttes dans le fil et l'étude quantitative de la masse de matière récupérée après dépôt de trois gouttes, plusieurs mesures sont effectuées sur les images prises au microscope optique du fil avant dépôt des gouttes puis après le dépôt de chaque goutte. Cela permet de préciser les phénomènes qui ont lieu à chaque dépôt de goutte plutôt que d'étudier la pénétration de matière après le dépôt de trois gouttes, et ainsi mettre en évidence notamment l'effet filtre des grandes concentrations des particules, mais également de permettre une quantification des phénomènes observés qualitativement précédemment, notamment avec la mesure de l'étalement des gouttes en largeur et en longueur dans le fil.

En premier lieu, une étude de la variabilité de la largeur du fil avant dépôt des gouttes est effectuée, afin de déterminer si cette variabilité est importante. Si cette variabilité est importante, il est nécessaire de la prendre en compte pour traiter les résultats d'absorption des particules et ainsi vérifier si les résultats d'absorption des particules par le fil dépendent de la configuration géométrique du fil au début du test. En parallèle, une étude a également été effectuée sur la largeur du fil qui est positionné dans les moules avant coulage du mortier pour la réalisation des éprouvettes d'arrachement. Cela permet de définir si la largeur du fil dans le moule mais aussi la variabilité de cette largeur est du même ordre de grandeur que pour les fils de cette étude de capacité d'absorption des particules, et ainsi pouvoir utiliser les résultats de cette étude pour définir le mécanisme d'imprégnation des éprouvettes pour l'arrachement.

Concernant les fils de la présente étude de capacité d'absorption des particules par dépôt de gouttes successives, la mesure de largeur a été effectuée sur une longueur de fil d'un centimètre environ sur des images capturées au microscope optique. Trois mesures ont été réalisées pour chaque fil et les mesures moyennes pour chaque échantillon de fil sont présentées en figure 2.14.

Concernant les fils des éprouvettes d'arrachement avant coulage du mortier, les mesures ont été réalisées sur 2 à 8 cm de fil, sur des images capturées avec un appareil photo classique. Les mesures sont entre trois et cinq pour chaque fil, selon la longueur sur laquelle les mesures ont été effectuées, et les mesures moyennes pour chaque fil mesurés sont présentées en figure 2.15.

Il est visible que la largeur des fils dans cette configuration expérimentale est supérieure à celle des fils fixés dans le moule avant coulage. Cela permet de conjecturer que, si les particules ont des difficultés à pénétrer dans les fils dans cette configuration expérimentale, alors elles pénétreront encore plus difficilement dans le fil fixé dans le moule. Il est notable que la variabilité de la largeur du fil dans le moule avant coulage du mortier est plus élevée que celle de la largeur des fils dans cette configuration expérimentale car la longueur de fil sur laquelle ces mesures sont réalisées est aussi plus élevée.



FIGURE 2.16: Surface moyenne de l'étalement des gouttes, pour chaque dépôt, en fonction du nombre de gouttes déposées



FIGURE 2.17: Pourcentage moyen de l'étalement en largeur des gouttes, pour chaque dépôt, en fonction du nombre de gouttes déposées

Puisque la largeur des fils présente une variabilité non négligeable, le pourcentage de fil imprégné par les particules ou le rapport largeur goutte/largeur fil initial dans le cas où la goutte n'imprègne pas le fil, est considéré dans la figure 2.16 au lieu de la largeur propre de la goutte. En revanche, la surface d'étalement de la goutte a été considéré en figure 2.17. Cette surface a été calculée par le produit largeur\*longueur de la ou des gouttes à chaque dépôt sans prendre en compte la largeur initiale du fil avant dépôt des gouttes.

L'étude de la surface d'étalement des gouttes semble montrer que les gouttes les plus étalées à la fois en largeur et en longueur sont les gouttes des solutions S60-00. Cela corrobore bien la plus grande pénétration de la goutte dans le cas des solutions avec une faible concentration de particules et sans superplastifiant, et ce dès le dépôt de la deuxième goutte. En revanche, au niveau du dépôt de la première goutte, les résultats sont moins significatifs, du fait de la variabilité importantes sur les 3 échantillons réalisés pour chaque solution.

La présence de filler semble indiquer également une augmentation de la surface de la goutte. Cela est visible pour les deux concentrations considérées, pour les solutions avec ou sans superplastifiant. Cela vient du fait que les gouttes des solutions avec superplastifiant semblent s'étaler davantage en longueur, ce qui explique cette augmentation de la surface, et qui avait déjà été précédemment notée lors de l'observation qualitative des photos.

Il est donc nécessaire d'étudier séparément l'étalement en largeur et en longueur des gouttes puisque l'anisotropie de la porosité du fil doit être prise en compte pour expliquer les variations de la surface d'étalement des gouttes.

Que ce soit avec filler ou sans filler, les solutions avec superplastifiant présentent des largeurs de dépôt inférieures à la fin de la dépose successive des 3 gouttes, alors que la largeur du dépôt de la

première goutte ne varie pas d'une solution à l'autre. De plus, l'évolution de la largeur est moins significative pour les solutions sans superplastifiant. Cela montre que les dépôts avec superplastifiant ne s'étalent pas dans la largeur du fil mais forme un amas à sa surface (la taille de l'amas n'est pas mesurable sur les photos puisqu'il se forme par empilement).

De même, l'étalement du dépôt dans la longueur du fil a été mesuré et comparé à l'étalement en largeur. Les résultats des tests réalisés sur 3 échantillons de fil pour chaque solution testée sont présentés en figure 2.18. Il est visible que la solution S60-00 présente un comportement particulier, avec une linéarité entre le pourcentage de largeur et la longueur d'étalement des gouttes, et un étalement important autant dans le sens de la longueur et de la largeur, qui s'amplifie à chaque dépôt. La solution S12-00, en revanche, présente un étalement important en largeur mais un faible étalement en longueur qui ne varie pas avec le dépôt successif de gouttes. Les solutions avec filler, avec ou sans superplastifiant, présentent quant à elle un étalement en longueur est très élevé pour ces solutions dès le dépôt de la première goutte. En revanche, pour les solutions avec superplastifiant sans filler, l'étalement en longueur est faible et proportionnel à l'étalement en pourcentage en largeur qui est également réduit. Cela confirme donc l'empilement des dépôts en hauteur sans étalement important.

Ainsi, le superplastifiant a donc pour effet de diminuer la pénétration des particules solides dans les fils secs et à l'air libre, mais le phénomène peut être différent dans le cas d'un fil coulé dans un mortier frais. Une corrélation importante entre la largeur et la longueur d'étalement de la goutte est trouvé uniquement pour la solution S60-00. Cela montre que les particules solides de ciment, si elles sont en concentration faible, sont entraînées par l'eau dans l'étalement le long du fil et dans sa section, ce qui n'est pas le cas en présence de superplastifiant, de particules de filler ou dans le cas de concentration en particules solides plus élevée. Dans ces cas-là, la tension superficielle de la goutte est modifiée et l'angle de contact entre la goutte et le fil est augmenté, ce qui ne permet pas un étalement de la goutte et donc les particules restent en surface du fil. De plus, une grande concentration de particules entraîne un effet filtre au niveau du fil qui empêchent encore plus la pénétration des particules dans le fil lors du dépôt de plusieurs gouttes successives.

Il est donc possible de déduire de ces tests que le superplastifiant a une influence significative sur la pénétration des particules solides dans le fil, puisqu'il semble l'empêcher, du moins dans le cas de dépôt à l'air libre. De même, la substitution de particules de ciment par des particules de filler semble avoir une influence sur cette pénétration. Par la suite, les matrices sans filler et avec filler seront donc considérées séparément dans les interprétations sur l'imprégnation du fil par la matrice cimentaire, afin d'analyser l'effet de la présence de filler sur les résultats à l'arrachement. De plus, du fait de l'influence significative du superplastifiant, seules des matrices avec filler sans superplastifiant seront testées.



FIGURE 2.18: Étalement en longueur par rapport à l'étalement en pourcentage de largeur de chaque dépôt, pour toutes les solutions considérées

### 2.2.4 Propriétés mécaniques

Afin d'évaluer les propriétés mécaniques du fil utilisé, des essais de traction ont été menés. Ces essais ont été réalisés sur une presse électromécanique Instron de 5 kN, pilotée en charge et en déplacement, à l'aide de mors de type pince plate.

En général, ce type d'essai suit les préconisations de la norme NF ISO 3341, cependant, des adaptations ont été nécessaires dans notre étude afin d'assurer la compatibilité des essais de traction sur le fil avec les essais d'arrachement sur les éprouvettes composites avec le mortier. Ainsi, les essais de traction ont été opérés sur une longueur libre de fil de 10 cm (au lieu de 50 cm préconisé par la norme), égale à la longueur libre du fil des éprouvettes composites testées à l'arrachement. De même, la vitesse de déplacement a été adaptée pour être similaire à celle utilisée pour les essais d'arrachement, égale à 2mm/min (au lieu de 200 mm/min  $\pm$  20 mm/min préconisé par la norme). Aucune pré-charge n'est utilisée pour ces tests.

En revanche, comme le préconise la norme, des précautions particulières ont été prises dans la préparation des éprouvettes de fil pour la traction. Tout d'abord, les fils sont sélectionnés à différents endroits au sein de la bobine afin notamment d'éviter la partie extérieure de la bobine dont les filaments pourraient être endommagés. Aux deux extrémités des échantillons de fil ont été collés à l'aide de colle époxy bi composante Sader, des talons composés chacun de deux plaquettes époxy de 2,5x5 cm préalablement poncées avec un papier abrasif afin d'éviter le cisaillement du fil dans

les mors (figure 2.19). L'absence de glissement des filaments dans ces plaquettes dans les mors a été vérifiée durant le test et les tests dont les éprouvettes présentaient une rupture au niveau des mors ont été exclus. Après 24h de séchage de la colle époxy bi composante au niveau des plaquettes (le temps de prise de la colle est de 8 heures selon le fabricant), les fils sont testés en traction.



FIGURE 2.19: Dispositif utilisé pour les essais de traction des fils et détail du talon collé à l'extrémité du fil

Après l'essai, les courbes charge/déplacement ont été obtenues à partir des données enregistrées par la presse, à savoir le déplacement des mors et la charge. Ces courbes ont ensuite été lissées à l'aide d'une moyenne pondérée pour chaque donnée de la charge, en utilisant une pondération sur 6 points avant et 6 points après le point considéré, dans le but d'éviter les variations instantanées locales qui sont des artéfacts et peuvent notamment fausser la mesure de la charge maximale. Des moyennes ont ensuite été effectuées sur ces courbes lissées pour les différents échantillons du même type.

La figure 2.20 présente les courbes charge/déplacement de 6 échantillons de fil 2400 Tex sorti bobine, préparés et testés de la manière décrite dans le paragraphe précédent.

Sur cette figure, il est déjà possible d'appréhender le caractère variable des propriétés mécaniques du fil multifilamentaire puisqu'il est visible que le comportement des 6 fils, notamment en phase post pic, est très différent. Les différences apparaissent également dès le début des courbes, dans la phase de mise en tension. En effet, cette phase correspond au premier mm de déplacement, qui commence par une augmentation de la charge en pente adoucie par rapport au reste de la phase pré-pic et qui correspond à la mise en tension successive des différents filaments et leur alignement progressif, puisque les tests sont effectués sans pré-tension. Cette phase dépend de l'organisation géométrique des filaments dans l'échantillon de fil considéré, et cette organisation peut avoir été modifiée durant le prélèvement de l'échantillon ainsi que durant le collage des plaquettes. En conséquence, la variabilité des échantillons est importante dans cette première phase du chargement.

Dans le reste de la phase pré-pic, les filaments subissent un allongement jusqu'à leur charge maximale à la rupture, qui est différente d'un filament à l'autre puisque chaque filament n'est pas identique (par exemple des différences d'ensimage) et de plus certains filaments présentent des défauts apparus pendant leur fabrication ou manutention qui peuvent entraîner la création de point de faiblesse. En plus de cette variabilité inhérente à la différence entre les filaments, il y a également une variabilité géométrique due à la différence dans l'ondulation de ces filaments et donc leur alignement. Du fait de ces deux variabilités, la valeur à la charge maximale du fil et la phase post-pic sont différentes d'un échantillon à l'autre. La charge maximale correspond en effet au point d'équilibre entre les ruptures de filament et les reprises de la charge par les filaments adjacents, tandis que la phase post-pic correspond à la rupture successive de tous les filaments non rompus auparavant. Cela crée une descente en pente plutôt qu'une rupture brutale.

Afin de bien rendre compte de la spécificité des fils multifilamentaires de verre par rapport aux armatures et fibres monolithiques métalliques habituellement utilisées pour le renforcement du béton, des tests de traction d'un fil de fer continu monolithique ont également été réalisés à titre de comparaison. Le fil de fer utilisé pour cette étude est un fil de diamètre 0,7mm. Ses propriétés mécaniques ont été étudiées à l'aide d'un test de traction sur 6 échantillons de 10 cm chacun dans les mêmes conditions que ceux sur les fils multi-filamentaires.

Comme cela est visible sur les courbes charges/déplacement présentées en figure 2.20, le comportement d'un fil monolithique de fer est très différent d'un fil multifilamentaire de verre. En effet, d'abord de par la différence de matériau considéré, les courbes présentent des caractéristiques distinctes. Les courbes de traction d'un filament de verre, présentées dans la partie bibliographique, montrent que ce filament a un comportement fragile. En revanche, le fil de fer a un comportement ductile,. Il présente une phase linéaire, suivi d'une phase plastique puis une rupture brutale. Comparativement à ces deux comportements opposés le comportement du fil multifilamentaire de verre présente une phase descendante significative, correspondant à la rupture successive des filaments de verre non rompus à la charge maximale qui offre une certaine ductilité sans rupture brutale. Cette différence de comportement du renfort explique les différences de comportement des composites avec ces différents renforts.

La variabilité du comportement pour les fils de fer est très inférieure à celui du fil de verre, ce qui est attendu puisque le fil de fer est une structure monolithique alors que le fil de verre est multifilamentaire. Cependant, les avantages du fil multifilamentaire de verre face à un fil de fer sont visibles ici : la rupture est ductile pour le fil de verre et, si les contraintes sont calculées en tenant compte de la section du fil de verre, la résistance du fil de verre est supérieure à celle du fil de fer.



FIGURE 2.20: Courbes charge/déplacement de 6 échantillons identiques de fil 2400 Tex sorti bobine (gauche) et 6 échantillons identiques de fil de fer (droite)

D'après les données du fabricant, le fil de verre de 2400 Tex étudié ici est composé de 1600 filaments de 27  $\mu$ m de diamètre ayant une résistance allant de 1000 à 1700 MPa. Sur cette base, en négligeant les éventuels défauts de filaments et la variabilité géométrique du fil, on peut calculer que la charge maximale que le fil devrait supporter est entre 915 et 1550 N environ. De plus, il est également possible de déduire l'élongation maximale d'un filament à la charge maximale sachant que le module du

verre est de 72 GPa. Cette élongation maximale est entre 1,4% et 2,4%. Ici, les tests sont réalisés sur des échantillons de 10 cm, ce qui donne un allongement à la charge maximale d'environ 1,4 et 2,4 mm pour chaque filament de l'échantillon. Il est visible sur la figure 2.20 que les fils présentent une charge maximale à la traction comprise entre 500 et 600 N et un déplacement à la charge maximale compris entre 1,3 et 1,6 mm. Cela montre donc que, comparativement aux résultats théoriques, calculés à partir des données fabricant, les fils considérés dans cette étude et la méthode de test utilisée en traction ont une charge maximale à la traction significativement inférieure (d'au moins 300 N) à la valeur théorique mais que l'allongement du fil à la charge maximale respecte globalement la valeur d'allongement maximal des filaments individuels. La diminution de la charge maximale est attendue puisqu'il a été montré qu'un assemblage de filaments sous forme de fil présente une résistance moindre que la somme de la résistance des filaments qui le composent. Elle peut également venir de la méthode de prélèvement et de préparation des échantillons dans le laboratoire. En revanche, vu que l'allongement du fil est proche de l'allongement des filaments individuels, il est possible de conclure que la méthode de préparation et de fixation des échantillons sur la presse permet un alignement correct de la majorité des filaments. En revanche, la problématique d'ondulation des filaments évoquée précédemment s'exprime, d'une part, par le décalage relatif des courbes surtout au début du chargement et, d'autre part, par la présence de la partie post pic jusqu'à la rupture du dernier filament. Afin d'élargir l'étude du comportement des fils multifilamentaires en traction, nous comparons les résultats précédents à ceux obtenus avec le fil de 640 Tex dans les mêmes conditions (figure 2.21). Ces deux fils sont réalisés à partir du même matériau, ils présentent le même nombre de filaments mais les filaments du fil 640 Tex sont de diamètre inférieur (14  $\mu$ m). Les conséquences sur la courbe charge/déplacement sont les suivantes : la rigidité pré pic est identique pour les deux fils, la charge maximale à la rupture est inférieure pour le fil de 640 Tex, la rigidité post-pic également. La variabilité des résultats est également supérieure pour le fil de 640 Tex.

La rigidité pré-pic est identique puisque le nombre de filaments est le même, cette rigidité dépend donc uniquement du nombre de filaments et de leur alignement initial dans l'échantillon qui doit être considéré similaire. La valeur de charge à la rupture inférieure est due principalement à la section plus faible des filaments. Néanmoins, cette diminution de la charge maximale (environ 30%) est beaucoup plus faible que la réduction de la section du fil (74%) indiquant ainsi une meilleure reprise des efforts par les filaments dans la phase ascendante du chargement par le fil 640 Tex. En contrepartie, la phase post-pic présente une plus grande variabilité et une rigidité inférieure.



FIGURE 2.21: Courbes charge/déplacement moyennes (à gauche) et courbes ténacité/déplacement moyennes(à droite) des fils 2400 Tex et 640 Tex de verre AR

Afin d'étudier l'influence de la conservation du fil dans l'eau (qui concernera par la suite les éprouvettes composites) ainsi que l'influence de la procédure de préparation des échantillons sur les résultats du comportement mécanique, deux différents traitements ont été testés, avec pour chacun deux configurations différentes et comparés avec les conditions d'essai précédents. Les différents traitements réalisés sur le fil sont :

- fil sorti bobine et conservé 28 jours dans l'eau du robinet
- fil sorti bobine et conservé 28 jours dans un bac de conservation utilisé pour les éprouvettes de béton (eau chargée en alcalins)

Le premier traitement permet de connaître l'effet de l'eau sur ces propriétés comparativement au fil sorti bobine étudié précédemment et le deuxième l'effet de la conservation des éprouvettes dans les bacs contenant de l'eau alcaline, les fils testés sont alors dans les mêmes conditions que les longueurs libres des éprouvettes d'arrachement. Pour la première configuration, les talons époxy sont collés après traitement et le test de traction a alors lieu 24h après séchage de ces talons. Pour la seconde configuration, les talons sont collés avant le traitement et les fils sont alors sortis pour séchage 24h avant le test de traction, afin d'avoir les mêmes conditions de séchage avant test de traction que pour la première catégorie.

Les charges maximales moyennes des fils en traction pour tous les traitements et configurations testés sont données à la figure 2.22. Pour chaque type de traitement, 3 échantillons ont été testés sauf pour le traitement 28 jours dans le bac de conservation où un seul échantillon a été testé.



FIGURE 2.22: Charge maximale moyenne à la rupture pour la traction des fils avec différents traitements

Pour les deux configurations testées (talons collés avant ou après immersion), il est visible que l'alcalinité de l'eau n'a pas d'influence sur la charge maximale à la rupture atteinte par le fil. En effet, les résultats pour l'immersion dans l'eau et dans l'eau alcaline ne différent pas significativement, si chaque configuration est considérée séparément. Les fils sont donc bien résistants au milieu alcalin. En revanche, il est notable que, pour la configuration collage des plaquettes avant immersion, la charge maximale à la rupture est proche de la charge maximale à la rupture pour le fil sorti bobine, contrairement à la charge maximale à la rupture pour les fils avec immersion avant collage des plaquettes.

Pour les traitements où les plaquettes sont collées après immersion, on observe que les propriétés mécaniques du fil sont diminuées d'environ 200 N de leur charge maximele à la traction par rapport au fil sorti bobine après un séjour dans l'eau ou dans l'eau alcaline.

Deux hypothèses pour expliquer cette diminution peuvent être proposées : une altération physique



FIGURE 2.23: Courbes charges déplacement moyennes pour les essais de traction fil simple avec plusieurs traitements

des filaments ou une altération chimique. Par altération physique, il est signifié que leur conservation dans l'eau peut provoquer une modification des propriétés de l'ensimage associée à un écartement des filaments et une réorganisation géométrique de leur structure qui aggrave l'endommagement par manipulation et donc l'apparition de micro-défauts à leur surface. Par altération chimique, il est entendu une dégradation sous l'action chimique de l'eau sur le verre. Cependant, il est clair dans la littérature [17] que le verre est un matériau résistant chimiquement, qui absorbe très peu d'eau, et que l'eau n'a que très peu d'effet chimique sur lui. De plus, la deuxième configuration ne montrant pas cette diminution et l'alcalinité n'ayant pas d'influence significative sur la charge maximale à la rupture obtenue, il peut être conclu que l'altération n'est pas de nature chimique. Par ailleurs, l'ensimage est intact au moment du collage pour les échantillons dont les plaquettes sont collées avant immersion, ce qui expliquerait que ces derniers sont moins endommagés.

Une altération physique peut donc expliquer cette diminution des performances mécaniques du fil, hypothèse également avancée par Homoro [83], qui observe le même phénomène. Afin de préciser cette altération physique, les courbes charge/déplacement moyenne des différents traitements et configurations testés sont présentées en figure 2.23.

Ces courbes charge/déplacement montrent que la rigidité de mise en charge des fils sortis bobine et après 28 jours d'immersion pour la configuration talons collés après immersion sont similaires. Cependant, les ruptures des filaments ont lieu pour une charge inférieure, comme cela a déjà été évoqué précédemment.

Pour les traitements avec immersion où les plaquettes sont collées avant immersion, les charges maximales sont du même ordre (légèrement inférieure pour l'immersion dans l'eau alcaline) que pour le fil sorti bobine mais les rigidités pré pic sont légèrement inférieures.

Cela nous indique donc, par comparaison avec les résultats trouvés pour la résistance en traction

de fils de deux Tex différents, que dans le cas de l'immersion avec collage des plaquettes après, le fil de 2400 Tex se comporte comme un fil de 640 Tex, donc un fil avec le même nombre de filaments mais des filaments de section inférieure, donc des filaments endommagés.

Cela peut également être une conséquence du fait que l'ensimage perd ses propriétés pendant la conservation dans l'eau, diminuant la cohésion des filaments et conduisant à une répartition des charges sur tous les filaments restants dans le fil à chaque casse de filament. D'après le fabricant de ces fils, environ 20% de l'ensimage est soluble dans l'eau. De plus, cette dissolution concerne la partie lubrifiante qui permet le glissement des filaments entre eux notamment, et donc cela aurait une influence sur la réorganisation des filaments au moment de leur collage dans les plaquettes après la conservation dans l'eau mais aussi sur les frictions entre les filaments pendant le chargement.

Dans le cas des fils avec immersion et collage des plaquettes avant, bien que les courbes soient très similaires à celle du fil sorti bobine, il y a une légère diminution de la rigidité pré-pic, en lien avec la légère diminution de la charge maximale. Cela semble indiquer un nombre de filaments différents dans le fil, et donc des fils cassés avant l'essai de traction, qui ne participent pas mécaniquement lors du test de traction. Ces casses peuvent avoir eu lieu lors de la manipulation des échantillons (notamment immersion) et s'explique par le fait que les filaments étaient contraints à leur extrémité lors de ces manipulations, contrairement aux filaments des échantillons où les plaquettes sont collées après.

Pour les fils ayant subi une immersion dans l'eau alcaline, il a été établi que la présence d'alcalin dans l'eau n'a pas une influence significative sur le comportement mécanique du filament. Cependant, une légère diminution dans la charge maximale à la rupture pour ces fils, pour les deux configurations considérées, est tout de même remarquée. Une cause plausible à cette légère perte de propriétés mécaniques a pu être observée au microscope optique. En effet, avant traction, les fils ont été observées après 24h de séchage. Les images obtenues sont présentées en figure 2.24 et elles permettent de visualiser la formation de cristaux sur les filaments. Ces cristaux peuvent influencer les frottements entre les filaments et créer un phénomène d'abrasion des filaments qui entrainent cette diminution des propriétés mécaniques du fil. La formation de ces cristaux n'a pas été observée dans le cas des fils immergés dans l'eau, elle est donc très surement due à l'eau alcaline. Le phénomène ne semble donc pas être une dégradation des filaments mais plutôt la formation de cristaux potentiellement abrasifs sur les filaments.



FIGURE 2.24: Filaments d'un fil ayant séjourné 28 jours dans l'eau alcaline

# 2.3 La matrice

Dans cette étude, 11 matrices différentes ont été utilisées, choisies en fonction de leurs propriétés rhéologiques et mécaniques. Pour cela, 42 formulations ont d'abord été gâchées, moulées et testées.

Les matrices utilisées dans les composites fils multifilamentaires avec matrice cimentaire présentent des propriétés particulières qui ont été évoquées dans le chapitre 1. En effet, du fait de la structure particulière du fil multifilamentaire, la matrice utilisé doit présenter une granulométrie faible. Cela est dû au fait que, comme cela a été précédemment expliqué, les espaces inter-filamentaires du fil sont de taille faible par rapport aux particules solides utilisées dans les formulations de béton usuel par exemple. En conséquence, ces composites sont principalement réalisés en utilisant une matrice de mortier et pas de béton. De plus, le sable sélectionné pour ce mortier est généralement un sable fin (granulométrie maximale de 4 mm). Ce mortier doit également présenter un fort dosage en ciment, afin de permettre la pénétration d'une partie de ces particules dans le fil. Certains mortiers utilisés contiennent également des additions ou utilisent un ciment autre que le ciment de type CEM I permettant une diminution de l'alcalinité de la matrice afin de protéger le fil mais cet impératif n'est pas nécessaire lorsque des fils de verre AR sont utilisés.

Afin de répondre à tous ces impératifs particuliers liés à la présence du fil et à la nécessité d'avoir une pénétration de la matrice dans ce fil, différents éléments ont été décidés en amont concernant les formulations.

Tout d'abord, toutes les formulations ont été réalisées sur la base du mortier normal, puisqu'il est riche en ciment et qu'il présente une granulométrie faible.

Afin de garantir cette faible granulométrie, un sable normalisé a été utilisé, avec une granulométrie maximale de 2 mm. Ce sable a également été choisi car il permet une meilleure reproductibilité des résultats qu'un sable quelconque qui est tamisé pour obtenir la même granulométrie que le sable normal. En effet, un tel sable a tout d'abord été utilisé mais les résultats rhéologiques montraient trop de variabilité, dû notamment à la grande variabilité de la forme des grains, qui n'est pas le cas du sable normalisé avec des grains arrondis. De plus, la présence de grains trop anguleux à proximité du fil peut provoquer un effet de cisaillement et donc perturber le processus d'arrachement pendant les tests mécaniques, en entraînant une fragilisation voire une rupture précoce du fil dans la longueur d'enrobage.

Concernant le ciment, c'est un ciment de type CEM I qui est utilisé puisque aucune précaution particulière n'est nécessaire comme il a été montré que le fil de verre AR n'est que très peu influencé par l'alcalinité du milieu. La finesse de ce ciment permet d'obtenir une optimisation des conditions de pénétration des particules cimentaires dans le fil multifilamentaire.

A partir de la formulation du mortier normal, la quantité d'eau a été variée afin d'obtenir différentes propriétés rhéologiques et mécaniques, tout en gardant le même squelette granulaire pour toutes les formulations, avec la même quantité de sable normalisé et la même quantité de ciment.

Cependant, si trop d'eau est ajoutée à la formulation, le mortier devient ségrégatif et il n'est pas utilisable. De même, si le mortier ne contient pas assez d'eau, le mortier devient très peu ouvrable et il ne permet pas une mise en place optimale dans les moules, qui est rendu encore plus complexe par la présence du fil. En conséquence, afin de pouvoir faire varier les rapports E/L de façon conséquente et avoir une grande gamme de maniabilités et de résistances mécaniques pour les matrices, un adjuvant a été utilisé. Cet adjuvant est un superplastifiant qui permet de fluidifier la matrice lorsque le rapport E/L (rapport massique eau sur liant) est trop faible pour obtenir un mortier pouvant être coulé et mis en place facilement. De plus, avec un faible rapport E/L, les matrices obtenues présentent une grande résistance mécaniques du composite tout en gardant des maniabilités comparables. Le superplastifiant permet également de réaliser des matrices avec un même rapport E/L mais des maniabilités différentes, et ainsi connaître l'influence du seul paramètre de la maniabilité sur l'imprégnation du fil par la matrice, sans variation du rapport E/L et donc de la résistance mécanique des matrices qui peut lui aussi l'influencer.

Ainsi, les matrices formulées présentent des rapports E/L différents mais également des rapports A/L (rapport massique extrait sec d'adjuvant superplastifiant sur liant) différents, dans l'optique d'obtenir des matrices avec les mêmes rapports E/L mais des maniabilités différentes, ou des matrices avec une même maniabilité mais des rapports E/L différents. Cependant, il faut prendre en compte le fait que le superplastifiant a vraisemblablement un effet sur la pénétration des particules solides

de la matrice dans le fil, puisqu'il a été montré dans la section 2.2.3 que le superplastifiant utilisé a un effet sur la tension superficielle de la phase liquide de la matrice cimentaire.

Pour certaines formulations, une substitution d'une partie du ciment a été réalisée, afin de diminuer de façon plus drastique la résistance mécanique de la matrice. Du filler calcaire a été ainsi été utilisé comme substitut du ciment. Ce filler a été choisi pour garder le même squelette granulaire pour la matrice. Ainsi, sa finesse est proche de celle du ciment et la substitution a été faite de façon volumique de façon à conserver constant le volume du squelette granulaire da la matrice. En effet, le ciment présente une finesse de 444.9 m2/kg et le filler une finesse de 786 m2/kg. Ils ont donc une finesse comparable, ce qui est nécessaire pour ne pas avoir une imprégnation différente du fil par les matrices avec et sans filler qui seraient due à une grande différence de taille des particules solides. De plus, du fait de son inactivité réactive et sa meilleure mouillabilité par l'eau il permet d'améliorer l'ouvrabilité du mortier sans ajout de superplastifiant, ce qui est intéressant économiquement dans l'optique d'une industrialisation, mais aussi ce qui permet d'étudier des matrices avec de grandes ouvrabilités sans l'effet du superplastifiant qui semble modifier l'interaction eau-fil comme évoqué précédemment.

La fabrication des matrices a été effectuée selon la norme NF 196-1 concernant le mortier normal. Les matériaux utilisés sont présentés dans le tableau 2.3 et leurs fiches techniques sont présentées en annexe, la procédure de malaxage est explicitée dans le tableau 2.4 et la composition des matrices dans le tableau 2.5.

Sable	Ciment	Filler calcaire	Eau	Adjuvant Superplastifiant
Sable	Calcia i.tech	Betocarb HP-MX		Sika viscocrete
$\operatorname{normalis\acute{e}}$	ULTRACEM CEM I 52,5 R	de Omya		Tempo $653$

Tableau 2.3: Matériaux utilisé	$\mathbf{S}$
--------------------------------	--------------

Introduction dans la cuve	Malaxage	Introduction dans la cuve	Malaxage	Arrêt	Malaxage
Ciment+Eau	30 s	Sable	30 s	90 s	$60 \mathrm{s}$
(+Adjuvant) (+Filler)	petite vitesse		grande vitesse	(+raclage)	grande vitesse

Tableau	2.4:	Procédure	$\mathrm{de}$	malaxage
---------	------	-----------	---------------	----------

L'objectif de la réalisation de ces différentes formulations est d'obtenir des matrices avec le même rapport  $V_E/V_L$  (rapport volumique eau sur liant) et des propriétés rhéologiques différentes en ajoutant différentes quantités de superplastifiant, et également d'obtenir des matrices avec des rapports  $V_E/V_L$  différents et des propriétés rhéologiques comparables avec différents rapports A/L afin d'obtenir des matrices de résistance équivalentes. Ainsi, il est possible de déduire l'influence sur l'imprégnation du fil par la matrice cimentaire : de l'ajout de superplastifiant, de la maniabilité de la matrice et de sa résistance mécanique. Cela permet donc d'étudier le rôle de la quantité d'eau séparément de celui de la rhéologie. La substitution volumique d'une partie du ciment par le filler est faite afin de réduire la résistance de la matrice pour pouvoir tester des longueurs d'enrobage plus importantes. Elle se fait sur la base d'un pourcentage égal ou supérieur à 50% afin d'avoir une diminution de plus de 50% de la résistance mécanique. Les rapports  $V_E/V_L$  sont conservés par rapport aux matrices sans filler, et les quantités de superplastifiant sont ajustées afin d'avoir des maniabilités comparables à celles des matrices sans filler.

Comme cela est visible dans le tableau 2.5, certaines formulations présentent une trop grande fluidité (maniabilité inférieure à 1 s) ou une fluidité trop faible (maniabilité supérieure à 13 s). Ces matrices n'ont pas été testées mécaniquement car directement écartées de l'étude du fait de ces problèmes de fluidité (qui entrainent des problèmes de mise en place lors du coulage avec le fil, comme des phénomènes de ségrégation, des débordements sur le fil lors des chocs ou un mauvais enrobage du fil). D'autres formulations de matrice avec filler ont également été écartées car leur maniabilité était trop éloignée de celles des matrices sans filler sélectionnées.

Mortier	Ciment	Filler	Rapport	Rapport E/L	Rapport A/L	Maniabilité	Résistance en
	(en % du liant)	(en % du liant)	$V_E/V_L$	(en %)	(en %)	(en s)	compression
							(en MPa)
M57-00 100C	100	0	1,57	50	0	10	$58 \pm 2$
M57-05 100C	100	0	1,57	50	0,05	4	$55 \pm 3$
M57-10 100C	100	0	1,57	50	0,1	2	$59 \pm 3$
M57-20 100C	100	0	1,57	50	0,2	<1	-
M48-10 100C	100	0	1,48	47	0,1	6	-
M48-13 100C	100	0	1,48	47	0,13	4	$51 \pm 2$
M48-20 100C	100	0	1,48	47	0,2	2	$64 \pm 2$
M41-20 100C	100	0	1,41	45	0,2	10	$68 \pm 2$
M41-30 100C	100	0	1,41	45	0,3	4	$61 \pm 4$
M41-40 100C	100	0	1,41	45	0,4	2	$75 \pm 1$
M32-40 100C	100	0	1,32	42	0,4	4	$73 \pm 3$
M32-50 100C	100	0	1,32	42	0,5	3	$78 \pm 2$
M32-60 100C	100	0	1,32	42	0,6	<1	-
M57-00 50C	50	50	1,57	54	0	3	$27 \pm 1$
M48-00 50C	50	50	1,48	51	0	5	-
M48-02 50C	50	50	1.48	51	0.02	4	$31 \pm 1$
M48-04 50C	50	50	1.48	51	0.04	3	
M48-06 50C	50	50	1.48	51	0.06	1	$29 \pm 1$
M41-00 50C	50	50	1.41	51	0	14	-
M41-01 50C	50	50	1.41	48	0.01	5	$32 \pm 1$
M41-03 50C	50	50	1.41	48	0.03	7	-
M41-04 50C	50	50	1.41	48	0.04	3	$33 \pm 1$
M41-05 50C	50	50	1.41	48	0.05	2	$42 \pm 1$
M32-03 50C	50	50	1.32	45	0.03	10	$25 \pm 1$
M32-07 50C	50	50	1.32	45	0.07	3	-
M57-00 40C	40	60	1.57	55	0	2	$18.0 \pm 0.3$
M48-00 40C	40	60	1.48	51	0	5	$18 \pm 1$
M48-03 40C	40	60	1.48	51	0.03	2	$20.0 \pm 0.5$
M48-04 40C	40	60	1.48	51	0.04	1	-
M41-00 40C	40	60	1.41	49	0	7	-
M41-02 40C	40	60	1.41	49	0.02	5	$21 \pm 1$
M41-04 40C	40	60	1.41	49	0.04	2	$22 \pm 1$
M41-05 40C	40	60	1.41	49	0.05	1	
M32-00 40C	40	60	1.32	46	0	27	-
M32-03 40C	40	60	1.32	46	0.03	8	$25 \pm 1$
M32-07 40C	40	60	1,32	46	0.07	3	-
M57-00 30C	30	70	1,52	55	0,01	3	$93 \pm 02$
M48-00 30C	30	70	1 48	52	0	6	$10.5 \pm 0.2$
M48-02 30C	30	70	1 /8	52	0.02	2	
M48 02 20C	30	70	1.40	50	0,02	ວ 2	-
M41 00 20C	<u> </u>	70	1,40	50	0,05	<u>)</u> ၀	-
M41-00-30C	<u> </u>	10	1,41	50		0 6	$12, 1 \pm 0, 1$
M41-02-30C	30	10	1,41	00 50	0,02	0	-
M41-04 30C		70	1,41	50	0,04	2	-

Tableau 2.5: Formulations testées en vue de la sélection des matrices

### 2.3.1 Propriétés rhéologiques

La maniabilité de ces matrices a été testée selon la norme NF P18-452, à l'aide d'un maniabilimètre. Le mortier est coulé en 4 couches successives en 2min30; chacune piquée 6 fois. Le maniabilimètre est ensuite démarré et entre en vibration, le temps mesuré est le temps que met le mortier à s'écouler et à atteindre le trait sur la face opposée de l'appareil. Leur affaissement et leur étalement ont également été testés, selon respectivement la norme NF EN 12350-2 (mais en utilisant un mini cône adapté) et la norme ISO 9812 (figure 2.25). Pour l'affaissement, un mini cône est rempli de mortier en 3 couches, chacune piquée 25 fois, puis le cône est retiré et l'affaissement est mesuré avec un réglet. L'étalement est réalisé à l'aide d'un moule circulaire dans lequel on place deux couches de mortier chacune piquée 10 fois, puis le moule est retiré et 15 chocs sont donnés à l'aide d'une table adaptée. L'étalement est calculé à partir de la mesure de deux diamètres perpendiculaires du cercle de mortier étalé obtenu. Certaines mesures d'affaissement n'ont pas pu être réalisées du fait de la maniabilité trop élevée de la matrice.



FIGURE 2.25: Mesures d'affaissement (au mini cône) et d'étalement (à la table à chocs)



FIGURE 2.26: Maniabilité des matrices en fonction du rapport A/L

Il est visible sur la (figure 2.26) que les maniabilités pour les différents rapports  $V_E/V_L$  sont bien proportionnelles en fonction du rapport A/L, donc de la quantité de superplastifiant ajoutée. Les droites des régressions linéaires obtenues sur ces figures sont cependant différentes selon le rapport  $V_E/V_L$  considéré, la pente diminue en valeur absolue quand le rapport  $V_E/V_L$  diminue. Il est également visible que, pour chaque rapport  $V_E/V_L$ , ces droites de régression dépendent aussi du pourcentage de ciment et de filler présent, avec des pentes qui augmentent en valeur absolue avec la diminution du pourcentage de ciment. Pour les pourcentages de substitution élevés, donc les pourcentages de ciment 50%, 40% et 30%, les pentes des droites des régressions linéaires pour chaque rapport  $V_E/V_L$  considéré sont proches, notamment pour les rapports  $V_E/V_L$  faibles. En revanche, la différence de pente entre les droites pour les matrices 100% de ciment et les matrices avec un pourcentage de ciment de 50%, 40% et 30% est très importante. Il est visible que, même pour les matrices sans superplastifiant, la maniabilité des matrices avec filler est supérieure à celle des matrices sans filler. Cela vient du fait que la capacité de dispersion des particules du filler par l'adjuvant superplastifiant est plus grande que celles du ciment en raison de leur nature physicochimique différente (charge électrique plus faible et absence d'activité chimique avec l'eau). Par la suite, il est visible que l'ajout de filler optimise bien l'ajout de superplastifiant par rapport à une formulation sans filler cependant, pour les pourcentages de filler considérés (50, 60 et 70), une augmentation du pourcentage de filler n'augmente pas l'efficacité du superplastifiant.

L'évolution de l'affaissement et de l'étalement en fonction de la maniabilité a également été considérée. Les caractérisations rhéologiques précédentes sont corrélées comme le montrent les figures 2.27 et 2.28. Cela permet de valider la mesure de la maniabilité qui a été réalisée, et cela pour les matrices sans filler et avec filler. En effet, il est visible que la corrélation entre l'affaissement, l'étalement et la maniabilité est forte pour tous les rapports  $V_E/V_L$ , les rapports A/L et tous les pourcentages de substitution. Pour des matrices très fluides, la mesure de la maniabilité peut parfois être légèrement faussée, notamment pour un temps autour de 2 s et inférieur. Pour cela, la mesure de l'étalement est plus pertinente et doit être considérée pour différencier les matrices avec des valeurs de maniabilité entre 1 et 2 s et très proches.



FIGURE 2.27: Affaissement des matrices en fonction de la maniabilité



FIGURE 2.28: Étalement des matrices en fonction de la maniabilité

### 2.3.2 Propriétés mécaniques

Trois éprouvettes prismatiques 40x40x160 mm de chaque formulation ont été testées en compression et flexion à 28 jours selon la norme NF 196-1 sur une presse 3R après une conservation dans l'eau. Les résultats obtenus sont présentés figures 2.29 pour toutes les matrices. Puisqu'il a été observé que les résistances en compression et en flexion ne sont pas influencées significativement par le rapport A/L, des moyennes des résistances ont été calculées pour les matrices avec différents rapports A/L de chaque rapport  $V_E/V_L$ .





FIGURE 2.29: Résistance à la compression (haut) et à la flexion (bas) des matrices

Il est visible que la résistance en compression et la résistance à la flexion présentent les mêmes

tendances par rapport aux rapports  $V_E/V_L$  et sont corrélées entre elles. La résistance en compression présente des valeurs d'autant plus élevées que le rapport  $V_E/V_L$  est faible et le dosage en ciment élevé avec des valeurs allant de 10 à 80 MPa environ. Les résistances en flexion vont de 4 MPa à environ 10,5 MPa (les matrices avec 30% de ciment n'ont pas été testées en flexion) et présentent les mêmes tendances.

Les résistances sont donc liées au rapport  $V_E/V_L$  mais pas à la maniabilité. Cela est dû au fait que des matrices avec un rapport  $V_E/V_L$  plus faible sont plus denses, avec une porosité inférieure, du fait de la quantité inférieure d'eau, et donc que la matrice est plus résistante mécaniquement. La présence de superplastifiant n'influence pas cette densité et permet uniquement de modifier la rhéologie des matrices à l'état frais.

Comme cela était attendu en accord avec les objectifs visées pour les formulations rappelés en début de cette section, il est visible que la substitution volumique d'une partie du ciment par du filler calcaire diminue bien la résistance mécanique des matrices, avec un passage d'environ 60 MPa pour les matrices sans filler à des valeurs de résistance en compression aux alentours de 30 MPa avec une substitution de 50%, puis des valeurs de 20 MPa pour une substitution de 60%, pour finir à des valeurs de 10 MPa pour 70%. Cela s'explique par le fait que le filler est inactif, et donc il y a une diminution des réactions d'hydratation et une diminution de la formation de silicates de calcium hydratés, de la portlandite et des autres produits d'hydratation. Ces produits étant les principaux responsables de la résistance mécanique des mortiers à base de ciment Portland, la baisse de résistance mécanique en compression et en flexion avec une substitution du ciment par du filler calcaire s'explique facilement.

L				- F 9		
Mortier	Ciment en $\%$	Rapport $V_E/V_L$	Rapport E/L	Rapport A/L	Maniabilité	Résistance en
					(en s)	compression (en MPa)
M57-00 100C	100	$1,\!57$	50	0	10	$58 \pm 2$
$M57-05 \ 100C$	100	$1,\!57$	50	$0,\!05$	4	$55\pm3$
M57-10 100C	100	$1,\!57$	50	0,1	2	$59 \pm 3$
M48-20 100C	100	$1,\!48$	47	$^{0,2}$	2	$64 \pm 2$
M41-20 $100C$	100	$1,\!41$	45	$^{0,2}$	10	$68 \pm 2$
M41-30 $100C$	100	$1,\!41$	45	$0,\!3$	4	$61 \pm 4$
$\mathrm{M57}\text{-}\mathrm{00}~\mathrm{50C}$	50	$1,\!57$	54	0	3	$27 \pm 1$
$\mathrm{M46}\text{-}\mathrm{00}~\mathrm{50C}$	50	$1,\!46$	50	0	9	$29 \pm 1$
$\mathrm{M57}\text{-}\mathrm{00}~\mathrm{30C}$	30	$1,\!57$	55	0	4	$9,3\pm0,2$
M48-00 30C	30	$1,\!48$	52	0	6	$10{,}5\pm0{,}2$
$M41-00 \ 30C$	30	$1,\!41$	50	0	8	$12{,}7\pm0{,}1$

Les matrices avec filler choisies pour réaliser les éprouvettes d'arrachement sont parmi les matrices dont la résistance a été divisée par deux ou plus par rapport aux matrices sans filler, afin de permettre de réaliser une extraction des filaments sur une plus grande longueur d'enrobage

Tableau 2.6: Matrices sélectionnées pour les essais d'arrachement

Les compositions finalement choisies sont celles du tableau 2.6. Les matrices M57-00 100C/M41-20 100C, M57-05 100C/M41-30 100C et M57-10 100C/M48-20 100C présentent des maniabilités comparables mais des rapports  $V_E/V_L$  et A/L différents, cela permet d'évaluer l'influence de la résistance mécaniques des matrices sur l'arrachement et des caractéristiques rhéologiques sur l'imprégnation. Les matrices qui présentent des maniabilités différentes pour le même rapport  $V_E/V_L$  permettent de conclure sur l'influence de la maniabilité sur l'imprégnation. Les matrices avec filler calcaire sont choisies afin d'avoir des rapports  $V_E/V_L$  identiques et des maniabilités proches des matrices sans filler, avec une résistance mécanique diminuée d'au moins 50%. Le but de l'utilisation de ces matrices avec une plus faible résistance est d'augmenter la longueur de fil enrobée pouvant être sollicitée lors de l'essai d'arrachement, et donc pouvoir utiliser la ductilité du fil au maximum dans les composites fil multifilamentaire/matrice cimentaire.

# 2.4 Fabrication des éprouvettes avec fil

### 2.4.1 Méthode utilisée

Les éprouvettes sont de forme prismatique  $40^*40^*160$  mm, fabriquées dans des moules en acier (identiques à ceux utilisés pour les résistances mécaniques) présentant des trous permettant le positionnement du fil au centre des faces d'extrémité de l'éprouvette, comme le montre la figure 2.30. Les fils sont mis en tension à l'aide d'un dispositif non présenté ici, qui permet de garder cette tension pendant les chocs sur la table à chocs.



FIGURE 2.30: Mise en place des fils avant coulage

De plus, afin d'éviter les fuites de mortier sur le fil au niveau des trous, 0,5g de vaseline ont été placés au niveau de chaque trou à l'aide d'une petite spatule pour toutes les éprouvettes, comme le montre la figure 2.31.



FIGURE 2.31: Joint au niveau des trous du moule

Cette disposition n'empêche pas une remontée capillaire d'eau du mortier dans le fil sortant du moule. Après positionnement et mise en tension du fil, le mortier est réalisé puis coulé en deux couches, chacune consolidée par 60 chocs effectués manuellement. Les éprouvettes sont ensuite démoulées au bout de 24h et conservées 27 jours dans l'eau. Les extrémités des prismes sont sciées à la longueur voulue d'enrobage ; notée  $L_e$ ; du fil dans le mortier. Après quelques heures de séchage à l'air libre est collé à l'extrémité de la longueur libre du fil, notée Ll, un talon du même type que celui utilisé pour les fils lors des essais de traction (voir partie 2.2.4). Après 24h au total de séchage à l'air libre, les éprouvettes sont prêtes à être testées à l'arrachement (figure 2.32). Les différentes longueurs d'enrobage testées pour chaque matrice sont regroupées dans le tableau 2.7.

Les différentes longueurs d'enrobage testées pour chaque matrice sont regroupées dans le tableau 2.7.



FIGURE 2.32: Éprouvette préparée pour l'arrachement, ici Le=1cm

Mortier	$L_e$ en cm
M57-00 100C	0,7;1,0
M57-05 100C	0,7;1,0
M57-10 100C	0,7;1,0
M48-20 100C	0,7;1,0
M41-20 100C	0,7;1,0
M41-30 100C	0,7;1,0
M57-00 50C	2,0;3,0
M46-00 50C	2,0; 3,0; 3,5; 3,8; 4,0
M57-00 30C	1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 8,0
M48-00 30C	2,0;3,0;4,0
M41-00 30C	$_{4,0}$

Tableau 2.7: Longueurs d'enrobage testées pour chaque matrice sélectionnée pour les essais d'arrachement

### 2.4.2 Etude de la position du fil dans la longueur enrobée

Le dispositif utilisé pour maintenir une tension dans les fils est composé de deux baguettes en bois positionnées de part et d'autre des fils et pincées par des pinces en acier, le tout est maintenu solidaire du moule. Ainsi, les fils sont bloqués et mis en tension mais les baguettes de bois évitent de pincer directement le fil avec les pinces ce qui limite l'endommagement. Ce dispositif permet de maintenir une tension dans les fils pendant le coulage du mortier et la réalisation des chocs dans la table à chocs puisqu'il est solidaire du moule.

Différents tests ont été réalisés afin de valider l'efficacité de ce dispositif. Tout d'abord, des gâchées d'une même matrice ont été réalisées puis coulées, et différentes configurations pour le maintien des fils ont été testées. Pour une configuration, les fils ont été maintenus avec le dispositif décrit dans le paragraphe précédent (notée PC). Une configuration a été réalisée en mettant en tension les filaments uniquement avant et après les chocs mais ils ont été laissés sans maintien pendant les chocs (notée SPC). La dernière configuration a été réalisée en laissant les fils maintenus pendant tout le procédé de fabrication des éprouvettes mais sans effectuer les chocs dans la table à chocs (notée SC).

La comparaison de la première configuration et de la deuxième configuration permet de mettre en évidence la nécessité ou non de garder une tension dans les fils pendant la réalisation des chocs. La comparaison entre la première et la troisième configuration permet de mettre en évidence l'efficacité du système de maintien des fils.

Pour étudier la position du fil et son évolution le long de la longueur de l'éprouvette, des sciages successifs ont été réalisés dans une éprouvette de chaque configuration après prise du mortier. Ainsi une première tranche de 1 cm a été sciée, pour étudier un éventuel effet de bord, puis des tranches de 2 cm ont été réalisées et ceux, jusqu'à 9 cm de longueur d'éprouvette. Les éprouvettes faisant 16 cm, le point à 8 cm est celui qui est le plus éloigné du système de mise en tension qui est mis en place aux deux extrémités du moule. Comme le disque de la scie a une épaisseur de plusieurs

mm, une mesure sur chaque face correspondant à une ligne de coupe (une sur la face à 3 cm de la tranche 1-3 cm et une sur la face 3 cm de tranche 3-5 cm par exemple) a été réalisée. Les mesures ont été réalisées au réglet.

Les résultats sont présentés en figure 2.33, pour la position verticale du fil et la position horizontale du fil. Il est visible que la plus grande variation de position a lieu pour la position verticale plutôt que pour la position horizontale. Il y a principalement un phénomène d'enfoncement du fil sous l'effet de la compaction verticale du mortier due aux chocs. Cet enfoncement est progressif le long de la longueur de l'éprouvette. On observe ainsi que, sans système de fixation, les fils peuvent s'enfoncer jusqu'à 0,7 cm environ au milieu de l'éprouvette. Pour les éprouvettes réalisées avec système de maintien des fils ou sans chocs, l'enfoncement des fils est moindre, égal à 0,3 cm au maximum. Il est similaire pour ces deux configurations, ce qui montre que le système de fixation est efficace et adapté même sous les chocs. Pour la variation en largeur, le système est également adapté puisque cette variation est peu significative. Il est donc possible de conclure que, malgré un risque plus grand d'endommagement de la longueur libre du fil des éprouvettes, un système de maintien est nécessaire. Le système mis en place dans notre étude est efficace puisqu'il permet d'éviter un enfoncement important du fil dans le mortier le long de l'éprouvette pendant les chocs, puisque cet enfoncement est similaire à celui engendré uniquement par la compaction du mortier sous son propre poids en l'absence de chocs (configuration SC).

Afin de confirmer cette étude préliminaire réalisée sur le système de mise en tension des fils, la position verticale et horizontale du fil des éprouvettes utilisées dans les essais d'arrachement a également été étudiée. Ces éprouvettes sont toutes réalisées selon la procédure décrite dans la section 2.4.1 dans la configuration PC. Les positions verticales et horizontales du fil sont présentées en fonction de la longueur d'enrobage dans la figure 2.34. Il est visible que l'enfoncement moyen du fil ne dépasse pas 0,3 cm ce qui correspond à ce qui avait été trouvé pour l'étude préliminaire de l'efficacité du système de maintien du fil. Cet enfoncement n'augmente pas avec la longueur d'enrobage, puisqu'il est plus faible pour les éprouvettes Le=8 cm que pour les éprouvettes Le = 4 cm, il dépend essentiellement de la variabilité de l'enfoncement pour chaque éprouvette. Il est tout de même notable que cet enfoncement est supérieur pour les longueurs d'enrobage Le = 3 cm et Le = 4 cm. La variation de la position du fil dans la largeur de l'éprouvette est très faible, elle peut être considérée comme négligeable et sans influence significative sur les tests d'arrachement.



FIGURE 2.33: Position en profondeur (gauche) et dans la largeur (droite) du fil dans une éprouvette le long de la longueur d'enrobage  $L_e$ 

### 2.4.3 Etude de la variation de la longueur enrobée

### **2.4.3.1** Etude de la zone interface $L_e/L_l$

Au niveau de la zone interface entre la longueur enrobée et la longueur libre, une faible quantité de mortier peut pousser le bouchon de vaseline appliqué sur le moule, sortir par le trou du moule et créer une bosse localement. La prise en compte de la présence de cette bosse modifie la longueur



FIGURE 2.34: Position moyenne en profondeur (gauche) et dans la largeur (droite) du fil dans différentes éprouvettes de différentes longueurs d'enrobage  $L_e$ 

de fil enrobée par le mortier puisqu'elle entraîne l'imprégnation d'une quantité de filaments de la longueur libre. Afin de cerner l'importance de ce phénomène, la longueur de cette bosse a en premier lieu été mesurée. Ces mesures, étudiées par rapport à la longueur d'enrobage mesurée au niveau de la partie du fil enrobé dans le prisme de mortier, sont présentées en figure 2.35. Il est visible que cette bosse est de taille significative pour certaines éprouvettes (notamment pour les éprouvettes avec Le=1 cm dont l'application du bouchon de vaseline n'était encore suffisamment mise au point). Cependant, une étude détaillée de son influence sur le comportement mécanique des éprouvettes par la suite a montré qu'elle n'a pas d'influence sur les résultats. En effet, lors du test, il a été observé que cette bosse ne se comporte pas comme le reste du mortier car elle s'effrite dès le début du chargement des éprouvettes lors de l'alignement des filaments, et donc elle peut, a priori, être exclue de la mesure de la longueur d'enrobage. Notons aussi qu'il n'y a pas ce phénomène de bosse sur le fil pour les éprouvettes avec filler et des  $L_e$  supérieures à 2 cm.



FIGURE 2.35:  $L_e$ +bosse en fonction de  $L_e$  sur le fil pour les éprouvettes sans filler et avec filler

### 2.4.3.2 Etude de la variation du sciage

Le sciage est également un élément pouvant faire varier la longueur d'enrobage puisque ce sciage s'effectue avec une lame d'épaisseur de 3 mm, ne permettant pas une précision de la découpe optimale pour des longueurs d'enrobage de 0,7cm comme celles considérées dans cette étude. Une étude de la variabilité de la *Le* mesurée, due au sciage a donc été réalisée. Sur la figure 2.36, les barres bleues représentent la Le mesurée moyenne pour chaque Le théorique considérée, représentée par les tirets rouges. Il est visible que les éprouvettes ont globalement des Le moyennes proches de la valeur théorique voulue, excepté pour les éprouvettes avec Le =2 cm, où la longueur d'enrobage moyenne réelle est légèrement supérieure et les éprouvettes avec Le = 8 cm, qui ont une longueur d'enrobage moyenne réelle légèrement inférieure.



FIGURE 2.36: Variabilité de  $L_e$  due au sciage

Tous ces points sont des paramètres expérimentaux qui ont été contrôlés au mieux mais qui peuvent induire une variabilité dans les caractéristiques des échantillons et donc, potentiellement, dans les résultats mécaniques. Même si cette variabilité a été évaluée et limitée au maximum (étude de la variabilité due au collage des plaquettes, au sciage donc la précision est de  $\pm 3$  mm, de la présence éventuelle de matière cimentaire en excès au niveau de l'interface  $L_e/L_l$ , de l'enfoncement de 3 mm au maximum du fil dans le mortier lors de la fabrication des éprouvettes... ), elle doit être considérée dans les interprétations du comportement mécanique du composite fil multifilamentaire/matrice cimentaire et elle s'ajoute à celles, intrinsèques, des matériaux utilisés, qui ont aussi été évaluées dans cette partie par des tests de traction du fil simple et des tests rhéologiques (maniabilité, affaissement, étalement) et de résistance mécanique (compression et flexion) de la matrice.

### 2.4.4 Etude de l'influence du mode de mise en place du mortier

Deux procédés de mise en œuvre ont été testés, afin d'étudier l'influence de ceux-ci sur l'imprégnation du fil et notamment sur la charge maximale à l'arrachement. Deux gâchées de la même matrice (M57-00 100C) ont été réalisées. Les éprouvettes de chaque gâchée ont été mise en place de façon différente : des éprouvettes où la table à chocs (procédure normalisée pour le mortier normal) a été utilisée pour la mise en place et des éprouvettes où la vibration du maniabilimètre (vibrations plus faibles que celles d'une table vibrante) pendant 1 min a été utilisée pour la mise en place. Ainsi, l'influence de la différence de gâchée a été maitrisée. Le nombre d'éprouvettes d'arrachement testées

	Gâchée 1	Gâchée 2
chocs	2	2
vibration	4	2

Tableau 2.8: Nombre d'éprouvettes d'arrachement testées pour chaque gâchée et chaque procédure de mise en place

pour chaque gâchée et chaque procédure de mise en place est précisé dans le tableau 2.8.

La charge maximale à l'arrachement moyenne obtenue avec chaque gâchée et chaque mode de fabrication sont présentés figure 2.37. Seules 2 éprouvettes de la gâchée 1 sur les 4 réalisées ont été testées dans le cas de la méthode de la table à chocs à cause de l'endommagement de la longueur libre du fil lors de la fabrication.

Si les valeurs de charge maximale moyenne sont comparées, il n'est pas possible de déduire l'influence de la mise en place de la matrice sur l'imprégnation du fil puisque les écarts types sont trop élevés. Pour la gâchée 1, les résultats montrent que les valeurs de charge maximale semblent supérieurs pour la mise en place par vibration, cependant cette hypothèse est réfutée par les résultats obtenus pour la deuxième gâchée. Il n'est donc pas possible de conclure sur l'amélioration de l'imprégnation ou la diminution de l'endommagement des fils avec la mise en place par vibration. Il est toutefois probable que la table à chocs, à cause des manipulations plus complexes nécessaires à la fixation des moules, conduit à un plus fort endommagement de la longueur libre du fil, comme le montre les éprouvettes mises en place avec la table à chocs de la gâchée 1 (deux éprouvettes trop endommagés pour être testées et les deux testées présentent une charge maximale moyenne plus faible). Il est également possible de conclure que la gâchée n'a pas d'influence sur la charge maximale moyenne.



FIGURE 2.37: Charge maximale à l'arrachement moyenne par gâchée et méthode de fabrication

En conclusion, la mise en place par vibration ne permet pas une précision supérieure sur les essais d'arrachement en diminuant l'endommagement des fils ou en améliorant l'imprégnation. Il a été remarqué que les paramètres mécaniques étudiés montrent une corrélation moindre avec la charge maximale à l'arrachement que dans le cas d'une mise en place par chocs. En revanche, les paramètres en lien avec le fil semblent montrer une meilleure corrélation avec cette charge maximale dans le cas d'une mise en place par vibration. Le mode de mise en place n'a donc pas une influence significative sur le comportement mécanique du fil enrobé en arrachement. Nous avons donc choisi d'utiliser une mise en place par table à chocs pour toutes les autres fabrications.

# 2.5 Conclusion

Cette étude préliminaire des matériaux utilisés dans la fabrication des composites à matrice cimentaire et fils multifilamentaires de verre permet de mettre en évidence les spécificités physiques et mécaniques de ces matériaux. Trois types de fils de verre ont été étudiés, avec les mêmes caractéristiques mais uniquement des diamètres de filaments différents, donnant des fils de titre différents. Les propriétés de mouillage et les capacités d'absorption des particules par le fil sont étudiées pour les fils de 2400 Tex et 1200 Tex. Il ressort de cette étude que la capacité d'absorption de l'eau par le fil est élevée, que ce soit par capillarité ou par mouillage, ce qui est prévisible puisque le fil est très poreux du fait de la structure multifilamentaire et de l'ensimage faible entre les filaments. Il est également mis en évidence que le drainage de l'eau dans le fil est rapide et cela doit être pris en compte dans la réalisation des éprouvettes d'arrachement, puisque le fil peut engendrer un drainage de l'eau dans le mortier. Concernant la capacité d'absorption des particules présentes dans la matrice cimentaire, il a été montré que la concentration et la nature des particules ont une grande influence sur la pénétration de ces particules, avec une grande concentration de particules qui semble induire une pénétration plus faible. De plus, la présence de superplastifiant modifie également ce mécanisme de pénétration, il semble également diminuer cette pénétration. Cela s'explique par la modification de la tension superficielle des gouttes déposées sur le fil engendrée par la présence de ce superplastifiant et par la présence d'une grande concentration de particules, ainsi que l'effet barrière provoqué par cette grande concentration. Une étude des propriétés mécaniques du fil a également été effectuée, qui a permis de comprendre l'influence du stockage dans l'eau du fil sur ses propriétés en traction. Il est ainsi montré que ce stockage entraîne une réorganisation des filaments et une dissolution d'une partie de leur ensimage, provoquant un endommagement de ces derniers lors du collage des plaquettes après la conservation dans l'eau.

Concernant l'étude de la matrice, différents essais ont été réalisés afin de choisir des formulations présentant des propriétés rhéologiques et mécaniques intéressantes pour comprendre l'influence de la matrice sur le mécanisme d'imprégnation. Ainsi, des formulations sans filler sans ou avec superplastifiant, avec des maniabilités allant de 2 à 10 s et des résistances en compression allant de 55 à 68 MPa ont été choisies. Des formulations avec une substitution volumique d'une part du ciment par du filler calcaire ont également été sélectionnées, avec des maniabilités similaires aux formulations précédemment évoquées mais des résistances mécaniques en compression descendant jusqu'à 10 MPa, dans l'optique de pouvoir exploiter au maximum la ductilité du fil dans le composite réalisé avec une matrice de faible résistance mécanique.

A la lumière de tous ces éléments, une méthode de fabrication des éprouvettes a été mise en place, afin de garantir un maximum de répétabilité et un minimum d'endommagement du fil lors du coulage de la matrice cimentaire, ainsi qu'un minimum de drainage de l'eau au niveau du fil. Les différents événements et phénomènes survenant lors de cette fabrication et pouvant entraîner une variabilité du comportement mécanique ont été identifiés et quantifiés.

# Chapitre 3

# Mise en œuvre des essais d'arrachement, méthodologie de traitement des résultats et étude de la variabilité

#### Contents

3.1 Introduction
3.2 Mise en oeuvre des essais d'arrachement
3.3 Courbes types
3.3.1 Deux modes de rupture $\dots \dots \dots$
3.3.2 Occurrence des différents modes
3.3.3 Comparaison entre le mode de rupture 2 et la traction du fil non enrobé 105
3.4 Paramètres mécaniques du comportement à l'arrachement 106
3.4.1 Définition des paramètres mécaniques $\dots \dots \dots$
3.4.2 Retour sur la définition des paramètres mécaniques
3.4.3 Répétabilité du comportement à l'arrachement
3.5 Définition des courbes atypiques de comportement
3.6 Influence de la longueur enrobée
3.7 Analyse de l'endommagement de la longueur libre
3.7.1 Mesure de l'endommagement par pesée des filaments cassés $\ldots \ldots \ldots 120$
3.7.2 Analyse de l'endommagement et relation avec le comportement à l'arrachement $121$
3.7.3 Conséquence sur la validité des mesures d'arrachement 123
3.8 Conclusion

# 3.1 Introduction

Comme vu dans le chapitre bibliographie, la caractérisation mécanique des composites fils multifilamentaire / matrice cimentaire s'effectue principalement par des essais d'arrachement. Cet arrachement peut être direct ou indirect(par flexion). Les configurations des éprouvettes utilisées dans ces essais sont variées.

Quel que soit la configuration d'essai utilisée, les résultats obtenus concernant l'arrachement présentent toujours une variabilité élevée. Cette variabilité vient de la structure particulière des fils multifilamentaires, de la fragilité des filaments de verre qui le composent, et de son imprégnation aléatoire par la matrice cimentaire. Ainsi, il est nécessaire d'étudier cette variabilité pour la caractériser afin de mettre en place une méthode de discrimination et de traitement des résultats efficace. La méthode de traitement des résultats est cruciale puisqu'un nombre significatif d'essais sont perturbés par des phénomènes parasites liés à la complexité de leur réalisation. Leurs résultats ne sont alors pas représentatifs du comportement à l'arrachement de l'éprouvette considérée, ce qui doit être pris en compte pour ne pas fausser les interprétations sur l'effet de la matrice et de l'imprégnation du fil sur le comportement à l'arrachement présentées dans les chapitres suivants.

Dans cette étude, les éprouvettes présentent toutes une longueur libre de fil de même longueur. Cette longueur libre présente, du fait du process de fabrication du fil et des éprouvettes, un endommagement plus ou moins important qui est caractérisé. Du fait de cette longueur libre, le déplacement mesuré lors des essais d'arrachement comprend à la fois l'allongement du fil dans le mortier et le déplacement d'arrachement mais également l'allongement de la longueur libre en traction. L'arrachement est réalisé sur une presse avec un dispositif adapté qui permet le placement des fils dans l'axe de déplacement la presse et le maintien des éprouvettes quelle que soit leur longueur d'enrobage. Ainsi, les éprouvettes avec les différentes matrices et les différentes longueurs d'enrobage sont testées dans les mêmes conditions.

Dans ce chapitre, les essais d'arrachement réalisés sont présentés ainsi que leurs résultats. Différents paramètres mécaniques sont ensuite définis pour caractériser les courbes charge / déplacement obtenues. La méthode de définition de ces paramètres et leur signification physique est explicitée. Différentes méthodes sont ensuite mises en place afin de traiter les résultats : étude de l'effet de l'endommagement de la longueur libre, étude de l'allure des courbes charge / déplacement d'arrachement présentant des particularités, étude des valeurs particulières des paramètres mécaniques calculés. Ces études, malgré la variabilité très importante des résultats, permettent un tri parmi les différents phénomènes responsables de cette variabilité et les conclusions qui découlent de l'étude des résultats à l'arrachement peuvent ainsi être nuancées ou renforcées.

# 3.2 Mise en oeuvre des essais d'arrachement



FIGURE 3.1: Dispositif utilisé pour l'essai d'arrachement

La réalisation des éprouvettes d'arrachement a été décrite dans le chapitre précédent, ainsi que les paramètres variants inhérents au procédé de fabrication. Dans ce chapitre, il est juste rappelé que les éprouvettes d'arrachement proviennent d'éprouvettes 4\*4\*16 dans lesquelles sont placés suivant l'axe longitudinal un fil multifilamentaire, sciées à la longueur d'enrobage souhaitée avec une précision définie à la section 2.4.3.2 pour chaque longueur d'enrobage. Des effets de bords ainsi que des variations du comportement observé, dues à ce manque de précision, peuvent donc avoir lieu. Le fil est parfois également légèrement décalé de la position axiale dans les éprouvettes. La longueur libre de fil est de 10 cm pour toutes les éprouvettes et peut subir un endommagement lors du démoulage mais également lors de la conservation et de la préparation des éprouvettes pour l'arrachement. Les éprouvettes sont sortis du bac de conservation, sciées et séchés pendant 24h avant d'effectuer les tests.

Les différentes matrices sans filler choisies ont été testées avec deux longueurs d'enrobage différentes :  $L_e=1$ cm et  $L_e=0,7$ cm. Les matrices avec filler ont été testées avec différentes longueurs d'enrobage allant de 1cm à 8cm.

Les essais d'arrachement sont réalisés sur une presse Instron pilotée en déplacement. Un dispositif adapté permet le positionnement et l'alignement de l'échantillon sur la presse. La longueur libre du fil est maintenue dans les mors par un talon collé (figure 3.1). La vitesse de déplacement de la traverse de de la presse au cours de l'essai est de 2mm/min. L'essai est arrêté lorsque le déplacement atteint la valeur de l'épaisseur réelle de l'éprouvette. Ensuite, la presse est pilotée en mode manuel afin de permettre une désolidarisation du fil et de la matrice.

Les courbes charge / déplacement obtenues sont ensuite lissées à l'aide de moyennes pondérées. La fréquence d'acquisition utilisée est d'une acquisition toutes les 0,1 s. Chaque valeur instantanée de la charge est remplacée par une moyenne pondérée des valeurs instantanées mesurées sur un intervalle de temps centré sur l'instant considéré selon la méthode suivante :la pondération est appliquée sur les six données précédentes et les six données suivantes, comme suit : les données directement avant et après la donnée considérée sont affectées d'un facteur 6, puis celles qui suivent d'un facteur 5 et ainsi de suite jusqu'au données qui sont à 6 intervalles de celle considérée, qui sont affectées d'un facteur 1. La donnée correspondant à l'instant considéré n'est pas prise en compte dans ce calcul. Chaque valeur mesurée de la charge est ainsi traitée. Différentes pondérations ont été testées et la pondération choisie est la pondération optimale permettant à la fois d'avoir des valeurs représentatives pour chaque éprouvette, mais également de lisser les artéfacts. Cela est particulièrement nécessaire pour calculer la valeur de la charge maximale, afin de ne pas avoir d'artefact dû à un maximum local.

Ainsi, une étude du lissage appropriée des courbes a été effectué, dans l'optique de diminuer ces artéfacts pour cette mesure principalement. Pour cela, différents lissages ont été testés avec les courbes de traction d'un fil de verre et le lissage permettant un aplatissement des maximums locaux sans fausser la mesure de la charge maximale a été choisi comme le montre la figure 3.2. Ce lissage permet ainsi un écart entre les valeurs brutes et lissées de  $0.3 \pm 6$ % en moyenne.



FIGURE 3.2: Effet du lissage sur les maximums locaux de 6 courbes de traction d'un fil de verre

### 3.3 Courbes types

Deux comportements à l'arrachement sont observés, ce qui permet de définir deux modes d'arrachement différents qui résument le comportement observé pour toutes les longueurs d'enrobage et toutes les matrices testées. De plus, une grande variabilité des résultats est constatée pour chacune des matrices testées avec la même longueur d'enrobage.

Les courbes d'arrachement obtenues pour chacune des matrices et des longueurs d'enrobage testées sont présentées en Annexe

### 3.3.1 Deux modes de rupture

Rupture avec phase résiduelle post-pic ou Mode de rupture 1 (figure 3.3) Ce comportement est celui des éprouvettes dont le comportement présente dans la phase post-pic un effort d'arrachement non nul pour un déplacement approximativement égal à celui de la longueur enrobée (effort résiduel, cette phase est appelée phase résiduelle post-pic). Ces éprouvettes, dont une partie des filaments a été extraite, présentent consécutivement un orifice observable sur la surface sciée de l'éprouvette après l'essai d'arrachement. Les filaments peu ou pas enrobés (présents dans les zones peu ou pas imprégnées du fil) par la matrice cimentaire se sont détachés de cette dernière (rupture des liaisons ponctuelles matrice / filament sur toute la longueur d'enrobage) et ont glissé jusqu'à sortir complètement ou partiellement de la longueur d'enrobage, ce qui est à l'origine de cette phase résiduelle post pic qui s'arrête après extraction complète des filaments, soit pour un déplacement environ égal à la longueur d'enrobage.



FIGURE 3.3: Exemple d'une courbe avec phase résiduelle post-pic (M57-00 100C Le=1cm)

Rupture sans phase résiduelle post-pic ou Mode de rupture 2 (figure 3.4) Ce comportement semble similaire à celui obtenues pour les essais de traction direct sur fil conservé dans l'eau à 28 jours. Le déplacement pour lequel la charge revient à 0 est très inférieur à la longueur d'enrobage et les valeurs de résistance à l'arrachement sont en majorité supérieures à celles obtenues pour la rupture avec phase résiduelle . Pour les éprouvettes qui présentent ce mode de rupture, il n'y a pas la formation d'un orifice sur la face sciée, puisqu'il n'y a pas d'extraction des filaments sur l'intégralité de la longueur d'enrobage.



FIGURE 3.4: Exemple d'une courbe sans phase résiduelle post-pic (M41-20 100C  $L_e=1$ cm)

### 3.3.2 Occurrence des différents modes

Les essais d'arrachement ont été effectués avec deux types de liants (ciment seul ou avec ciment et filler calcaire), avec à chaque fois différentes formulations, et différentes longueurs d'enrobage pour chacune de ces formulations. Les compositions des matrices utilisés sont rappelées dans le tableau 2.6 et les différentes longueurs d'enrobage testées pour chaque matrice sont présentées dans le tableau 2.7.

Pour les éprouvettes ayant une matrice avec 100% de ciment, les deux modes de ruptures présentés au paragraphe précédent sont présents, et cela d'une manière qui peut sembler au premier abord aléatoire. En effet, pour la même matrice et la même longueur enrobée, certaines éprouvettes présentent une rupture en mode 1 et d'autres une rupture en mode 2. Cependant, le côté aléatoire de l'apparition de ces modes de rupture peut en vérité être expliqué.

Ainsi, pour les éprouvettes avec une rupture mode 1, il y a glissement suivi d'extraction lorsque l'imprégnation des filaments de cœur est faible le long de la longueur d'enrobage considérée (1 ou 0,7cm). En revanche, il y a rupture au niveau de la face de l'éprouvette correspondant à l'extrémité chargée du fil (interface  $L_e/L_f$ ) et donc rupture en mode 2 lorsque l'imprégnation du cœur du fil est plus marquée sur tout ou partie de la longueur enrobée. Une étude a été menée afin de relier les valeurs de la résistance à l'arrachement avec l'apparition du phénomène de glissement. Une autre étude a été réalisée pour expliquer l'influence de la quantité de filaments ayant glissé sur les résultats des essais d'arrachement afin de mieux comprendre le phénomène d'imprégnation. Ces études sont présentées respectivement dans les parties 4 et 6.1.

Les valeurs de résistance à l'arrachement correspondant au mode de rupture 1 sont variées, allant de 20 à 180N pour  $L_e=1$ cm et de 30 à 200N pour  $L_e=0,7$ cm. Ces écarts importants viennent du fait que le phénomène de glissement peut apparaître de différentes manières : soit pour un faible déplacement, ce qui semble indiquer une quantité importante de filaments de cœur non imprégnés, soit pour un plus fort déplacement, simultanément ou après la rupture en traction des filaments alentour ce qui libère les filaments de cœur, permet d'obtenir un phénomène de glissement pour une plus petite quantité de filaments et résulte en une résistance plus importante. Ainsi, par exemple pour la matrice M41-30 100C avec Le=0,7cm, la seule éprouvette qui présente un glissement est celle qui présente également la valeur la plus élevée de résistance à l'arrachement.

Pour les éprouvettes avec filler, il y a une majorité de rupture en mode 1 puisque les longueurs d'enrobage testées ont été adaptées à cette fin. En effet, le but pour ces matrices était d'avoir une extraction du fil plutôt qu'une rupture en traction de ce fil, et donc les longueurs d'enrobage "limite" pour avoir une extraction ont été recherchées pour les différentes matrices utilisées.

Pour les matrices avec 50% de ciment (M46-00 50C et M57-00 50C), la longueur maximale pour laquelle il y a glissement est inférieure à 4cm alors que pour les matrices avec 30% de ciment (M57-00 30C, M48-00 30C et M41-00 30C), elle est supérieure à 8 cm. En effet, pour ces matrices, toutes les longueurs d'enrobage testées (jusqu'à 4 cm pour M48-00 30C et M41-00 30C et jusqu'à 8 cm pour M57-00 30C) présentent une majorité de glissement. Cela peut s'expliquer par les différences de résistance mécanique qui existent entre les matrices avec ces deux pourcentages de substitution : 50% et 70% de filler (cela est étudié dans le chapitre suivant).

Les éprouvettes des matrices avec 70% de filler présentent des résistances à l'arrachement variant de 40 à 250 N (gamme de résistance très large du fait des différences de longueurs d'enrobage testées) et présentent comme évoqué ci-dessus quasiment toutes (sauf deux éprouvettes  $V_E/V_L=1,57 L_e=8$ cm) une rupture en mode 1, pour toutes les longueurs d'enrobage considérées.

Ainsi, il faut retenir que les éprouvettes 100% ciment présentent des ruptures en mode 1 et des ruptures en mode 2 pour les faibles longueurs enrobées testées ( $L_e = 0.7$  et 1 cm), selon la matrice qui enrobe le fil (voir chapitre 4 mais aussi selon le degré d'imprégnation du fil (voir chapitre 6). Les éprouvettes avec filler présentent pour une grande majorité d'entres elles une rupture en mode

1, avec une longueur enrobée maximale de 4 cm pour les matrices avec 50% de ciment et avec une longueur enrobée qui peut être supérieure à 8 cm pour les matrices avec 30%.

### 3.3.3 Comparaison entre le mode de rupture 2 et la traction du fil non enrobé

Afin de définir le deuxième mode d'arrachement, une courbe charge / déplacement moyenne a été calculée pour toutes les éprouvettes présentant une rupture en mode 2 et une longueur enrobée  $L_e=1$ cm. Elle a été comparée aux courbes de l'essai de traction du fil non enrobé sorti bobine et du fil non enrobé immergé pendant 28 jours dans l'eau avec les extrémités libres (configuration décrite dans le chapitre 2 section 2.2.4), présentées dans le chapitre 2. Ces trois courbes sont présentées en figure 3.5. Les écarts types sont présentées sous forme d'enveloppe grise.

Lorsque les trois courbes charge / déplacement de la figure 3.5 sont observées, il est visible que les trois courbes ont la même allure, mais avec des valeurs de la rigidité pré-pic, de la charge maximale et de la rigidité post-pic supérieures pour les courbes de l'essai de traction du fil dans les deux configurations.

Cette similarité de comportement est confirmée par l'observation visuelle du lieu de rupture des éprouvettes d'arrachement avec une rupture en mode 2 : les filaments ne sont pas extraits de la longueur d'enrobage mais sont rompus exactement au niveau de la face de l'éprouvette correspondant à l'extrémité chargée du fil (interface  $L_e/L_f$ ). C'est également à cet endroit que sont cassés les filaments rompus avant essai, pour les fils de la longueur libre endommagés avant arrachement lors de la fabrication et préparation des éprouvettes. Cela implique donc un point de faiblesse, qui engendre une rupture en traction de la longueur libre sur un échantillon endommagé.

Cela montre bien que le fil de la longueur libre dans le cas des éprouvettes mode 2 est endommagé et a une structure modifiée du fait de l'immersion dans l'eau, ce qui rejoint le raisonnement tenu en chapitre 2 Cee mode 2 est donc en fait une traction de fil mais avec des filaments déjà rompus avant la traction mais également des filaments réorganisés par l'immersion pendant 28 jours dans l'eau.

En conséquence, le mode 2 n'est pas à proprement parler de l'arrachement et sera donc beaucoup moins analysé dans la suite de l'étude.



FIGURE 3.5: Comparaison courbe moyenne éprouvettes mode 2  $L_e=1$ cm et courbe de traction fil non enrobé, sans immersion dans l'eau et avec immersion dans l'eau pendant 28 jours

# 3.4 Paramètres mécaniques du comportement à l'arrachement

### 3.4.1 Définition des paramètres mécaniques

Différents paramètres sont déterminés à partir des courbes charge / déplacement obtenues, comme le montre la figure 3.6. Ces paramètres permettent de comparer entre eux les comportements à l'arrachement de toutes les éprouvettes testées.

Pour le comportement à l'arrachement en mode 1, deux paramètres de charges et trois paramètres de rigidité sont définis. Un paramètre de charge et deux paramètres de rigidité concernent la phase de rupture et un paramètre de charge et un paramètre de rigidité concernent la phase résiduelle. Pour le comportement mode 2, seuls le paramètre de charge et les deux paramètres de rigidité de la phase de rupture sont calculés, puisqu'il n'y a pas de phase résiduelle.

Ces différents paramètres et leur méthode de calcul sont présentés ci-dessous.

 $P_{max}$ : la charge maximale à la rupture;

- $K_{bond}$ : la pente de rigidité pré-pic, calculée à partir de la droite de régression correspondant aux mesures entre 30 et 50% de  $P_{max}$  (branche pré-pic de la courbe de comportement), ces bornes ayant été choisies après étude de la linéarité de la dérivée de la courbe de traction du fil simple;
- $K_{debond}$ : la pente de rigidité post-pic, calculée à partir de la droite de régression correspondant aux mesures entre 30 et 50% de  $P_{max}$  (branche post-pic de la courbe de comportement), ces bornes ayant été choisies après étude de la linéarité de la dérivée de la courbe de traction du fil simple;
- $K_{res}$ : la pente de rigidité post-pic résiduelle, calculée à partir de la droite de régression correspondant aux mesures entre 30 et 50% de  $L_g$ .  $L_g$ , le déplacement de glissement, correspond au déplacement total, égal à l'épaisseur de l'éprouvette, déduction faite de  $L_{g0}$ , intersection de l'axe des x et de la droite de régression utilisée pour calculer  $K_{debond}$ ;
- $P_{res}$ : la charge résiduelle, correspondant à l'ordonnée du point d'intersection des droites de régression associées à  $K_{debond}$  et  $K_{res}$ ;
- Aires : aire sous courbe, pré-pic (entre  $\delta$  pré-pic et  $\delta(P_{max})$  avec  $\delta$  pré-pic =  $\delta(P_{max})-2 * \delta_1$ ) et post-pic (entre  $\delta$  post-pic et  $\delta(P_{max})$  avec  $\delta$  post-pic =  $\delta(P_{max})-2 * \delta_2$ ). Les aires sont calculées à l'aide d'une approximation par la méthode des trapèzes. Les déplacements  $\delta_1$  et  $\delta_2$  correspondent respectivement aux déplacements entre  $0.5 * P_{max}$  pré-pic et  $P_{max}$  et entre  $P_{max}$  et  $0.5 * P_{max}$  post-pic;



FIGURE 3.6: Courbe d'arrachement type et paramètres mécaniques caractéristiques

## 3.4.2 Retour sur la définition des paramètres mécaniques

Afin de définir ces paramètres mécaniques, différentes études préliminaires ont été réalisées, dans le but que ces paramètres soient pertinents pour toutes les courbes considérées.

Pour la définition de la charge maximale  $P_{max}$ , plusieurs difficultés se sont posées. En effet, comme cela a été évoqué dans la section précédente, les courbes présentent toutes des phénomènes de dents de scie, à différentes échelles. Cela provoque la présence de pics locaux, rendant difficile la définition de la charge de rupture réelle. Pour cela, la méthode de lissage précédemment présentée a été utilisée pour réussir à déterminer la valeur de ce paramètre.

Cependant, pour certaines courbes d'arrachement, présentant plusieurs pics successifs de valeur de charge maximale locale très porches mais à des déplacements éloignés, cette méthode de lissage ne permet pas de déterminer le maximum local le plus représentatif ce qui peut conduire à un défaut de mesure significatif notamment pour le déplacement correspondant à la résistance à l'arrachement. C'est le cas par exemple de la courbe du fil 1 présentée en figure 3.2. Dans ce cas, la valeur de charge maximale sur la phase de rupture est néanmoins considérée comme étant le pic, même si cela ne correspond pas forcément au point pour lequel le déplacement est celui qui correspond à la rupture à l'arrachement.

Les rigidités pré-pic et post-pic  $K_{bond}$  et  $K_{debond}$  sont déterminées à partir des pentes des droites moyennes déterminées par régression linéaire sur deux intervalles représentatifs respectivement des branches ascendante (pré-pic) et descendante (post-pic) de la courbe effort-déplacement de l'essai considéré.

Les bornes de ces deux intervalles ont été définies comme des pour centages des valeurs du  $P_{max}$  de chaque courbe effort-déplacement. A fin de définir quels pour centages de  $P_{max}$  sont les plus adaptés, une étu de stabilité des pentes ascendantes et descendantes des courbes effort-déplacement de traction du fil simple a été menée. Pour cela, la pente en chacun des points de la courbe effortdéplacement de l'essai de traction a été calculée pour différentes bornes de pour centages de  $P_{max}$ . La figure 3.7 présente à titre d'exemple les pentes obtenues entre deux points successifs des courbes charge / déplacement à l'arrachement, en fonction du pour centage de  $P_{max}$  considéré pour chacun de ces calculs. On constate que la pente est stable pour un intervalle allant de 30% à 70% de  $P_{max}$  environ, pour les 6 courbes de traction considérées.

Afin d'affiner cela, différentes bornes avec différentes valeurs pour centre de ces bornes ont été testées : les valeurs de centre des bornes testées sont  $0, 3 * P_{max}, 0, 4 * P_{max}$  et  $0, 5 * P_{max}$ , les valeurs des bornes sont ensuite définies à partir de cette valeur centrale, avec un écartement de 4, 6, 10, 16, 20 et 40%. Les pentes obtenues avec ces différentes bornes ont été tracées en fonction de l'écartement des bornes. De ces études, des bornes adaptées pour toutes les courbes ont été choisies : entre 30 et 50% de  $P_{max}$  pour la rigidité pré-pic et 50 et 30% de  $P_{max}$  pour la rigidité post-pic. De même que pour la définition des valeurs de  $P_{max}$ , cette définition des bornes de  $K_{bond}$  et  $K_{debond}$  peut être faussée dans le cas où il y a une perturbation locale sur les courbes d'arrachement au niveau d'une des bornes définies.

L'intervalle de 30% à 50% de  $P_{max}$  que nous avons retenu correspond à la plage la plus stable pour les résultats pour toutes les éprouvettes, avec  $0, 4 * P_{max}$  comme centre pour cet intervalle, plus favorables dans le cas des essais d'arrachement dans la mesure où la rupture à l'arrachement présente plus de variabilité que la rupture du fil en traction simple.



FIGURE 3.7: Méthode de définition de  $K_{bond}$ : étude de la stabilité de la pente phase ascendante de 6 courbes de traction d'un fil de verre; pente entre deux mesures successives en fonction du pourcentage de  $P_{max}$  correspondant à cette pente

Concernant le calcul des paramètres caractéristiques de la phase résiduelle ( $P_{res}$ ,  $K_{res}$ ), leur définition est plus complexe puisqu'elle dépend de la longueur sur laquelle le fil glisse pendant la phase d'extraction, cette longueur étant elle-même dépendante de la longueur d'enrobage. Nous avons défini le point 0 de la longueur de glissement,  $L_g0$ , comme le déplacement à partir duquel commence la phase résiduelle (c'est-à-dire le déplacement à partir duquel l'extraction des filaments non rompus devient le phénomène qui définit principalement le comportement à l'arrachement).  $L_g0$  est défini comme l'abscisse du point d'intersection de la droite de régression correspondant à la branche post pic de la courbe (utilisée pour définir  $K_{debond}$ ) avec l'axe des abscisses. La longueur réelle de l'éprouvette, mesurée au pied à coulisse avant arrachement) et  $L_g0$ . Cette méthode permet de s'affranchir de la difficulté à déterminer le déplacement pour lequel la charge d'arrachement revient à zéro (fin de l'extraction des filaments non rompus). Une fois  $L_g$  définie pour chacune des éprouvettes, on peut définir les paramètres résiduels : la charge résiduelle  $P_{res}$  et la rigidité résiduelle  $K_{res}$ .

Comme pour les rigidités pré-pic et post-pic  $K_{bond}$  et  $K_{debond}$ ,  $K_{res}$  est déterminée à partir de la pente de la droite moyenne déterminée par régression linéaire sur un intervalle de valeurs représentatif de la branche résiduelle. Une étude, réalisée avec la même méthodologie que pour la définition des intervalles de calcul de  $K_{bond}$  et  $K_{debond}$ , a été réalisée pour la définition des bornes de cet intervalle et a abouti à déterminer  $K_{res}$  en utilisant la droite de régression correspondant à la branche résiduelle de la courbe de comportement pour les mesures obtenues pour un déplacement compris entre 30 et 50% de  $L_g$ .

La charge résiduelle  $P_{res}$  est alors définie comme l'ordonnée du point d'intersection de cette dernière droite avec la droite de régression correspondant à la branche post-pic du comportement.

Il est nécessaire de souligner ici que la définition de la charge résiduelle, qui est pourtant un paramètre clé dans la compréhension du mécanisme d'arrachement, est soumise à de nombreuses fluctuations puisque cette définition dépend du calcul des deux paramètres  $K_{debond}$  et  $K_{res}$ , qui peut être lui-même perturbé par des artéfacts dans la phase post-pic et la phase post-pic résiduelle. Pour finir, il faut remarquer que, malgré les études réalisées pour obtenir des définitions robustes des différents paramètres caractéristiques du comportement à l'arrachement, qui garantissent la cohérence entre les paramètres calculés et l'allure de la courbe de comportement, certaines courbes de comportement présentent des singularités qui conduisent malgré tout à des valeurs de certains paramètres calculés non représentatives de l'essai.

Pour ces éprouvettes dont un paramètre peut présenter une valeur très éloignée de celles calculées pour les autres éprouvettes du même type, si elles ne présentent pas de défauts visibles et si leurs courbes charge / déplacement pour l'essai d'arrachement ne sont pas discriminées comme étant des courbes complètement atypiques sur toutes les phases de l'essai (voir ci-après, paragraphe 3.5), alors la valeur déterminée pour le paramètre en question n'est pas considérée dans notre étude.

## 3.4.3 Répétabilité du comportement à l'arrachement

La variabilité des paramètres caractéristiques du comportement mécanique à l'arrachement est importante pour des essais sur des échantillons similaires (même matrice, même fil et parfois même gâchée et fabrication simultanée et identique). Pour cette raison, une étude de la répétabilité de l'essai d'arrachement a été menée en parallèle de cette étude. La répétabilité de la charge à la rupture a en particulier été étudiée puisqu'il s'agit du paramètre mécanique dont le calcul est le moins soumis aux variations dues à la méthode de calcul. En effet, le seul point pouvant fausser le calcul de  $P_{max}$  est une allure atypique de la courbe effort / déplacement qui présente plusieurs pics.  $P_{max}$  est donc le paramètre le plus adapté pour déterminer la variabilité due à la fabrication des éprouvettes (endommagement de la longueur libre, grain de sable créant un défaut localisé, bulle d'air au niveau du fil et phénomènes inhérents au mécanisme particulier d'imprégnation du fil par la matrice cimentaire).

Pour les essais de répétabilité, 5 gâchées ont été réalisées avec la même matrice du type M57-20 100C. La matrice était assez fluide (maniabilité de 4 s avec un rapport A/C=0,2) pour permettre une bonne mise en place tout en permettant le phénomène de glissement des filaments lors de l'arrachement (résistance mécanique en compression de 69  $\pm$  2 MPa, rapport E/C=0,5). Ces gâchées préliminaires ont été réalisées avec un sable non normalisé silico-calcaire, de granulométrie 0/4.

Avec chacune des 5 gâchées et le fil de verre AR 2400 Tex, 3 éprouvettes  $4^*4^*16$  ont été réalisées et toutes les éprouvettes résultantes ont été sciées au niveau de chaque extrémité pour obtenir une longueur d'enrobage de 1cm  $\pm$  0,1.

Les éprouvettes d'arrachement sont dénommées xFyA :

- x: numéro de la gâchée (de 1 à 5)
- F signifiant fil
- y : numéro de l'éprouvette 4\*4\*16 dans la gâchée (1 à 3)
- A permet de différentier les deux extrémités coupées de chaque éprouvette 4\*4\*16 (G ou D)

La figure 3.8 donne les valeurs de  $P_{max}$  de toutes les éprouvettes testées. Toutes les éprouvettes présentent une rupture en mode 1, c'est-à-dire qu'une quantité plus ou moins importante de filaments, selon les éprouvettes, a été extraite de la matrice cimentaire.

La répartition des  $P_{max}$  suit une gaussienne, ce qui montre que les charges à la rupture  $P_{max}$  peuvent prendre n'importe quelle valeur entre environ 20 et environ 120 N pour les essais présentant une extraction des filaments avec cette matrice et les fils de 2400 tex. Cette répartition gaussienne est mise en évidence par l'histogramme de fréquence (figure 3.9) et par la droite de Henry (figure 3.10).



FIGURE 3.8:  $P_{max}$  des éprouvettes de répétabilité



FIGURE 3.9: Histogramme de fréquence des  $P_{max}$  des éprouvettes de répétabilité



FIGURE 3.10: Droite de Henry des  $P_{max}$  des éprouvettes de répétabilité

Cette variabilité dans les valeurs de  $P_{max}$  obtenues peut s'expliquer de différentes manières. Tout d'abord, elle peut être due à une variabilité dans l'imprégnation du fil, compte tenu de la faible longueur d'enrobage (1cm). Cela peut être renforcée par le fait que la longueur d'enrobage considérée se situe à l'extrémité de l'éprouvette, ce qui peut induire des effets de bord. Cette variabilité peut également venir d'une variabilité du comportement mécanique de la longueur libre du fil, qui peut être plus ou moins endommagée selon les éprouvettes. Cet endommagement a lieu lors de la fabrication ainsi que lors de la conservation de l'éprouvette dans l'eau pendant 28 jours.

Les valeurs très faibles de  $P_{max}$  pour ces essais de répétabilité peuvent en particulier s'expliquer par ce dernier point, conformément aux observations sur l'état du fil avant l'essai. En effet, il a été observé avant arrachement une dégradation importante des longueurs libres des fils 4F3D, 5F1G et 5F2G, ce qui correspond à des éprouvettes présentant les plus faibles valeurs de  $P_{max}$ . L'éprouvette 4F2D présente quant à elle être une bulle d'air au niveau de l'interface fil / matrice, qui a certainement perturbé l'imprégnation du fil et qui est responsable de la faible valeur obtenue pour  $P_{max}$ .

Malgré les différentes causes de variabilité, les valeurs de  $P_{max}$  présentent globalement une forte cohérence statistique comme le montrent les figures 3.9 et 3.10. Elles confirment le caractère aléatoire des différentes causes de variabilité car elles suivent approximativement une loi normale.

Ainsi, malgré ces explications pour les valeurs extrêmes, notamment les valeurs les plus faibles de résistance à l'arrachement, il est important de garder à l'esprit que la variabilité du comportement typique des fils multifilamentaires est élevée, et que cette variabilité est encore supérieure du fait de l'hétérogénéité de l'imprégnation des fils par la matrice. En conséquence, ce phénomène justifie une approche spécifique de l'analyse des résultats par rapport à des phénomènes ne présentant pas cette spécificité provenant de cette double hétérogénéité.

## 3.5 Définition des courbes atypiques de comportement

Maintenant que les courbes de comportement à l'arrachement types ont été présentées et caractérisées, il est nécessaire de souligner que certaines courbes de comportement que nous obtenons ne correspondent pas à ces courbes types. Elles sont appelées dans cette étude des courbes de comportement atypiques. Les courbes atypiques peuvent être de différents types, certains exemples en sont présentés en figures 3.11 et 3.12. Les causes de ce comportement atypique peuvent être multiples et, bien souvent, ne sont pas détectées avant le test d'arrachement car il n'est pas possible de visualiser le fil le long de la longueur enrobée et les éventuels défauts présents à ce niveau. Les différentes hypothèses pour expliquer les comportements atypiques observés sont les suivantes : déplacement du fil lors de la phase des chocs (fabrication des éprouvettes) malgré le système de maintien du fil, formation d'une bulle d'air au niveau de l'interface fil / mortier le long de la longueur enrobée, présence d'un grain de sable de forme atypique au niveau de cette même interface, entraînant un cisaillement du fil ou perturbant le mécanisme normal d'arrachement du fil.

Un problème survenu pendant le collage des plaquettes avant le test d'arrachement (entremêlement des filaments important, malgré la méthode de mise en place appliquée, colle ayant débordé des plaquettes...) peut également expliquer un comportement atypique.



FIGURE 3.11: Exemple de deux courbes typiques (violette et verte) et d'une courbe atypique (bleue) pour les éprouvettes M57-05 100C  $L_e = 1$  cm

La figure 3.11 présente un cas emblématique de ces courbes atypiques. Ce graphique présente les courbes efforts / déplacement pour 3 éprouvettes de la matrice M57-05 100C  $L_e = 1$  cm, dont une (bleue sur le graphique) qui montre différentes particularités présentées par les courbes atypiques. Les deux autres courbes sont des courbes typiques, présentées pour comparaison. Tout d'abord, la courbe atypique présente son pic pour un déplacement élevé (2 mm contre 1 mm en moyenne pour les courbes typiques avec cette longueur enrobée et cette longueur libre). De plus, il est visible qu'il y a un décrochage dans cette phase pré-pic, créant un pic local (entouré en rouge repère A dans la phase pré-pic).

Concernant le pic, il est en réalité composé de deux pics (également entourés en rouge repère B sur la figure), qui sont eux-mêmes en dents de scie, phénomène présent pour toutes les courbes (voir figure 3.2). En revanche, la présence de deux pics locaux est atypique dans cette étude. Ce phénomène de dents de scie est généralement éliminé par le lissage que nous utilisons pour le traitement des données brutes, mais la présence de différents pics locaux peut perturber la définition de la charge maximale à la rupture.

La phase résiduelle est également perturbée (entouré en rouge repère C), avec des pics locaux nombreux et des comportements en dents de scie, alors que cette phase est lisse et sans pics locaux pour les courbes types, comme cela est visible pour les deux courbes présentées sur la même figure pour comparaison. Deux autres types de courbes atypiques sont présentées en figure 3.12, provenant des tests des éprouvettes M41-20 100C  $L_e = 0.7$  cm. Ces deux courbes atypiques (violette et bleue) sont présentées ainsi qu'une courbe typique (orange) obtenue pour le même type d'éprouvettes. Les deux courbes atypiques correspondent ici aux deux seules éprouvettes présentant un mode 1 pour cette matrice et cette longueur enrobée.

Pour la courbe bleue, le caractère atypique vient de l'aplatissement observable au niveau du pic. Cela peut venir d'un endommagement de la longueur libre (ce qui sera étudié dans la suite de ce chapitre) ou d'un glissement inhabituel des filaments (conséquence soit d'un mauvais maintien dans les mors au niveau des plaquettes, soit d'une imprégnation perturbée le long de la longueur enrobée, par exemple par la présence d'une bulle d'air).

Pour la courbe violette, le caractère atypique vient de ce pic très resserré, de forme pointue très différente de la forme de cloche des courbes typiques. La phase résiduelle de cette courbe commence par ailleurs pour une valeur de charge particulièrement élevée par rapport à ce qui est observé usuellement pour les éprouvettes d'une longueur enrobée de 0,7 cm. En examinant les deux particularités de cette courbe, il est possible d'en déduire qu'il y a pu y avoir un glissement prématuré des filaments, ce qui a interrompu brutalement la montée en charge (d'où le resserrement du pic). Une plus grande quantité de filaments (quasiment 83% d'après la mesure de la masse de filaments extraits) ont alors glissé en générant plus de frottement filaments / matrice (d'où la phase résiduelle avec une charge élevée).



FIGURE 3.12: Exemple d'une courbe typique (orange) et de deux courbes atypiques (bleue et violette) pour les éprouvettes M41-20 100C  $L_e = 0.7$  cm

## 3.6 Influence de la longueur enrobée

Il est important d'étudier et de caractériser l'influence de la longueur enrobée sur les résultats à l'arrachement, et notamment sur les paramètres caractéristiques du comportement mécanique considérés, afin de pouvoir déterminer une méthode pertinente pour pouvoir comparer les éprouvettes entres elles. En effet, dans cette étude, le but est de déterminer principalement l'influence de la matrice sur les propriétés à l'arrachement du fil et, pour cela, il est nécessaire de pouvoir effectuer des moyennes pour toutes les éprouvettes d'une même matrice. Cependant, différentes longueurs d'enrobage ayant été étudiées pour une même matrice, il est tout d'abord nécessaire d'établir l'influence de la longueur enrobée sur les propriétés mécaniques à l'arrachement des éprouvettes considérées. Les longueurs enrobées utilisées dans notre étude vont de 0,7cm à 8 cm. Dans la littérature, il est mentionné que la longueur enrobée du fil a un rôle significatif sur les résultats d'arrachement [69]. Dans l'étude présente, il est également trouvé que la longueur enrobée, en plus de l'imprégnation du fil, a une influence sur les résultats d'arrachement et sur le mécanisme d'arrachement du fil de la matrice ou de rupture en traction du fil dans la matrice.

La figure 3.13 présente les valeurs moyennes de  $P_{max}$  et  $P_{res}$  en fonction de la longueur enrobée  $L_e$ pour les éprouvettes de la matrice M57-00 30C (matrice pour laquelle les longueurs enrobées testées ont la plus grande amplitude dans cette étude). Il est visible (figure 3.13 gauche) que plus  $L_e$  est élevée, plus les valeurs de  $P_{max}$  sont élevées.

Cependant, la différence entre les valeurs de  $P_{max}$  pour  $L_e = 2$  cm et celles de  $P_{max}$  pour  $L_e = 4$  cm n'est pas significative, alors que la longueur enrobée est doublée. Cela montre que le fil n'est pas sollicité de façon équivalente sur toute la longueur enrobée : en effet, le transfert de la charge le long de cette longueur n'est pas optimal du fait de l'imprégnation incomplète du fil. Ainsi, la zone de quelques millimètres proche de l'extrémité chargée est celle qui est la plus sollicitée et donc celle qui influence le plus le comportement mécanique durant l'arrachement, notamment en ce qui concerne la valeur de la charge maximale à la rupture.

Cela montre aussi que d'autres phénomènes, comme des défauts de fabrication (bulle d'air ou mauvais positionnement d'un grain de sable, mauvaise imprégnation du fil, endommagement,...) peuvent avoir lieu, qui influencent le comportement à l'arrachement plus fortement que la longueur enrobée.

Cette tendance à l'augmentation avec la longueur enrobée est la même pour les autres paramètres, y compris les paramètres calculés dans la phase résiduelle pour les éprouvettes présentant une rupture en mode 1, même si l'influence de  $L_e$  sur ces dernières est moins marquée (figure 3.13 droite).



FIGURE 3.13:  $P_{max}$  (gauche) et  $P_{res}$  (droite) moyens pour chaque longueur enrobée testée pour les éprouvettes réalisées avec la matrice M57-00 30C



FIGURE 3.14:  $P_{max}$  en fonction de la longueur enrobée (éprouvettes avec filler)



FIGURE 3.15:  ${\cal P}_{res}$  en fonction de la longueur enrobée (éprouvettes avec filler)



FIGURE 3.16:  $P_{max}$  en fonction de la longueur enrobée (éprouvettes présentant une rupture en mode 1)

Lorsque les études de corrélation sont effectuées en considérant donc toutes les éprouvettes avec filler, il est visible que la valeur de  $P_{max}$  est corrélée avec la longueur enrobée comme ce la est présenté en figure 3.14. La corrélation est de type linéaire avec une équation de la forme aX+b, avec b influencé par la résistance de la matrice, allant de 10 MPa à 30 MPa.

En revanche, cette corrélation est plus faible pour les rigidités pré et post-pic et également plus faible pour les paramètres de la phase résiduelle (comme cela est visible en figure 3.15).

Concernant les éprouvettes réalisées à partir des matrices sans filler et rupture en mode 1, nous n'avons pas trouvé de corrélation entre  $L_e$  et les paramètres mécaniques. Les éprouvettes sans filler avec une rupture en mode 2 ne sont pas considérées dans cette étude puisqu'il est précisé dans le paragraphe suivant que la longueur enrobée n'a pas d'influence sur le comportement des éprouvettes rupture en mode 2.

En effet, les longueurs enrobées considérées sont de 0,7 et 1 cm, et les valeurs de  $P_{max}$  varient de 20 à 200 N environ, ce qui correspond à la variation des valeurs de  $P_{max}$  obtenue pour les éprouvettes réalisées avec des matrices avec filler et toutes les longueurs enrobées testées. Ainsi, pour les matrices sans filler, une faible longueur enrobée permet d'obtenir toutes les valeurs de  $P_{max}$  entre 20 et 200 N, notamment avec les éprouvettes rompant en mode 2 qui donnent de fortes valeurs de  $P_{max}$ , alors que les éprouvettes avec filler et faibles longueurs d'enrobage sont limitées dans leur montée en charge (la rupture a lieu avant d'atteindre 120N environ pour  $L_e=1$ cm et avant 160N environ pour  $L_e=2$ cm). Seule une éprouvette de longueur enrobée  $L_e=2$ cm dépasse 160N et il s'agit de la seule éprouvette rompant en mode 2).

Concernant l'absence de corrélation entre le comportement mécanique des éprouvettes rompant en mode 2 et la longueur enrobée, la raison est logiquement que le mode 2 est similaire à une rupture en traction du fil libre. Ainsi, c'est la longueur libre du fil qui a une influence prépondérante sur le comportement mécanique, l'ancrage du fil le long de la longueur enrobée agissant comme les plaquettes époxy utilisées pour les tests de traction sur fil. Le fil enrobé garde cependant la possibilité d'influencer le comportement en mode 2 du fait de la variabilité de l'accrochage des filaments dans la matrice, au niveau de l'extrémité chargée du fil enrobé. Cette influence ne dépend alors que très peu de la longueur enrobée. Par ailleurs, lorsque seules les éprouvettes sans filler rompant en mode 1 sont considérées et comparées aux éprouvettes avec filler, il est visible (figure 3.16) qu'il n'y a pas non plus de corrélation entre la résistance à l'arrachement et la longueur enrobée pour les éprouvettes sans filler. En effet, la résistance à l'arrachement pour les éprouvettes sans filler va de 20 à 200 N, ce qui correspond à l'amplitude observée pour les éprouvettes avec filler, pour les différentes longueurs enrobées.

Plusieurs points peuvent expliquer l'influence de la longueur enrobée sur les résultats à l'arrachement.

Tout d'abord, le comportement à la traction du fil non enrobée est influencé par la longueur de l'éprouvette de fil soumise à cette traction. Comme la longueur libre des éprouvettes reste constante et que la longueur enrobée est augmentée, alors la longueur totale de fil soumise à l'arrachement, qui peut s'apparenter à un effort de traction, est également augmentée. Cependant, cela n'explique pas le fait que la corrélation est particulièrement forte avec  $P_{max}$  et pas avec les autres paramètres caractéristiques du comportement à l'arrachement.

D'autre part, une augmentation de la longueur enrobée implique une augmentation de la possibilité d'ancrage des filaments le long de la longueur enrobée, et donc une multiplication de leurs points d'ancrage sur leur longueur. Cela implique donc d'exercer un plus grand effort pour arracher chaque filament ou atteindre sa résistance à la rupture, ce qui explique l'augmentation de  $P_{max}$  avec la longueur enrobée.

Pour expliquer le fait que les éprouvettes réalisées avec les matrices sans filler ne présentent pas ce phénomène, il est nécessaire de mentionner que, pour ces matrices, la résistance de la matrice a une grande influence sur les résultats à l'arrachement, notamment sur les valeurs de  $P_{max}$  (l'étude de cette influence sera détaillée au chapitre 4). Cela signifie que le lien filament / matrice et sa résistance ont l'influence la plus significative dans ce cas, et que la densité élevée de la matrice entraîne un mécanisme de blocage des filaments qui conduit la plupart des filaments à atteindre leur résistance à la rupture et à rompre sans extraction. Dans le cas des matrices avec filler, le lien fil / matrice rompt plus facilement puisque la résistance de la matrice est inférieure. Cependant, la résistance du mécanisme de blocage des filaments n'est pas directement proportionnelle à la résistance en compression de la matrice puisqu'une résistance en compression 6 fois plus faible n'implique pas des valeurs de  $P_{max}$  6 fois plus faibles pour  $P_{max}$ .

L'étude de l'influence de la longueur enrobée qui vient d'être présentée permet de conclure qu'il est nécessaire de prendre en compte cette influence sur le comportement mécanique à l'arrachement si on souhaite pouvoir comparer entre eux des essais réalisés avec des longueurs enrobées différentes. Pour cela, nous avons choisi d'appliquer dans la suite les pratiques usuelles retenues dans le cadre de l'étude de l'arrachement des renforts dans les matériaux cimentaires [105]. Ainsi, dans l'étude de l'arrachement de renfort en acier par exemple, une contrainte de cisaillement de l'interface renfort / matrice est calculée à partir du diamètre du renfort et de sa longueur enrobée. Cela permet de comparer l'arrachement de renforts de tailles et de longueurs enrobées différentes. Dans le cas des fils multifilamentaires, le diamètre du fil n'est pas évaluable et le calcul d'une telle contrainte perd son sens. Comme un seul type de fil multifilamentaire est utilisé dans cette étude, ce calcul n'est en fait pas nécessaire et il suffit de normer le comportement mécanique en fonction de la longueur enrobée qui est, elle, variable. Ainsi nous avons établi (voir chapitre 4) qu'il suffisait de diviser les paramètres mécaniques considérées par la longueur enrobée afin de pouvoir comparer l'influence des différentes matrices sur le comportement à l'arrachement, pour les matrices pour lesquelles différentes longueurs d'enrobage ont été considérées (essentiellement les matrices avec filler). En effet, la régression linéaire montre une bonne corrélation entre  $L_e$  et les valeurs de  $P_{max}$ . Cependant, cette droite de corrélation ne passant pas par zéro, ce calcul peut fausser légèrement les corrélations étudiées par la suite, puisque, par exemple,  $P_{max}$  et  $L_e$  ne sont pas directement proportionnels.

## 3.7 Analyse de l'endommagement de la longueur libre

Lors de la fabrication des éprouvettes d'arrachement et de leur préparation pour les essais d'arrachement, il a été noté un endommagement du fil, notamment au niveau de la longueur libre du fil multifilamentaire. Il est difficile de comprendre précisément l'influence de cet endommagement sur le comportement à l'arrachement, cependant il est possible de quantifier cet endommagement et d'en déduire les éprouvettes qui présentent un comportement à l'arrachement atypique du fait d'un endommagement important. Ainsi, il est possible d'exclure ces éprouvettes des résultats analysés afin de considérer uniquement les résultats représentatifs du comportement à l'arrachement du fil multifilamentaire.

Une méthode de quantification de cet endommagement a donc été mise en place. Cette méthode s'appuie sur deux techniques : une technique physique, basée sur la pesée des filaments rompus avant l'essai d'arrachement, et une technique basée sur l'étude des valeurs obtenues pour les paramètres mécaniques du comportement à l'arrachement.

A partir des résultats de ces études, des critères d'exclusion des éprouvettes sont mis en place.

## 3.7.1 Mesure de l'endommagement par pesée des filaments cassés

Grâce à des essais de traction sur le fil sec et le fil mouillé dans différentes conditions, présentés dans la section 2.2.4, il a déjà été établi que la conservation des éprouvettes dans l'eau diminue la résistance mécanique de la longueur libre. De plus, lors des différentes manipulations nécessaires à la fabrication des éprouvettes, le fil est à nouveau endommagé. Un exemple de longueur libre endommagée avant arrachement est présenté en figure 3.17.



FIGURE 3.17: Exemple d'endommagement de la longueur libre au voisinage de l'extrémité chargée du fil (interface  $L_e/Lf$ )

Afin d'évaluer cet endommagement, une méthode quantitative a été développée en réalisant une étude spécifique de l'endommagement du fil avant l'arrachement sur les éprouvettes d'arrachement de longueur enrobée  $L_e=0,7$ cm et sur certaines éprouvettes de longueur enrobée  $L_e=1$ cm. Ces éprouvettes étaient réalisées à partir des matrices sans filler. Tout d'abord, au moment du démoulage des éprouvettes, les fils arrachés lors du retrait des parois latérales du moule sont récupérés et pesés (masse  $m_1$ ). Les fils, à cette étape, ont une longueur de 20 cm à chaque extrémité, au-delà du prisme de mortier dans lequel ils sont enrobés. Ensuite, après 27 jours de conservation dans l'eau, au moment de la préparation des éprouvettes pour les essais d'arrachement, les filaments cassés des longueurs libres de fil sont retirés délicatement et pesés (masse  $m_2$ ).



FIGURE 3.18:  $P_{max}$  en fonction de la masse de filaments rompus avant arrachement, matrices sans filler

La figure 3.18 montre  $P_{max}$  en fonction de l'endommagement total du fil avant arrachement. Nous définissons l'endommagement total comme la masse totale de filaments de la longueur libre cassés, avant l'essai d'arrachement, soit la somme des masses  $m_1$  et  $m_2$  précédemment évoquées.

## 3.7.2 Analyse de l'endommagement et relation avec le comportement à l'arrachement

Il est visible que l'endommagement a bien une influence sur les valeurs de  $P_{max}$  pour les forts endommagements, puisqu'une éprouvette fortement endommagée présente une valeur de  $P_{max}$  faible. Cependant, pour des valeurs de  $P_{max}$  supérieures à 70 N environ, d'autres phénomènes semblent entrer en compte pour expliquer la valeur de  $P_{max}$ . De même que l'endommagement de la longueur libre influence les valeurs de  $P_{max}$ , elle influence également les valeurs de  $K_{bond}$  dans une moindre mesure. Cependant l'endommagement ne semble pas avoir d'influence sur les phases post-pic et post-pic résiduelles.

L'éprouvette d'arrachement qui présente l'endommagement le plus important est la seule éprouvette réalisée avec la matrice M57-05 100C qui présente une rupture en mode 1. par ailleurs, les éprouvettes de la matrice M48-20 100C présentent des endommagements variés, dont certains importants, et toutes ces éprouvettes présentent des ruptures en mode 2. De même, la matrice M41-30 100C pour  $L_e=0,7$ cm présentent 3 éprouvettes avec un fort endommagement et un mode de rupture 2 et trois éprouvettes sans endommagement dont l'une présente une rupture en mode 1 et les autres une rupture en mode 2. Il est donc possible de conclure que l'endommagement n'a pas d'influence significative sur le mode de rupture obtenu. En revanche, il est possible de conclure que, dans le cas d'une rupture en mode 2, la valeur de  $P_{max}$  est faible si l'endommagement du fil est important.

La même étude a été menée sur les éprouvettes réalisées avec une plus grande longueur enrobée et

des matrices plus faible mécaniquement, contenant du filler calcaire (figure 3.19).

Du fait de la variété de matrices et de longueurs enrobées considérées, ainsi que du fait que la majorité des éprouvettes a un arrachement de mode 1, l'influence de l'endommagement de la longueur libre sur les valeurs de  $P_{max}$  est plus faible que pour les matrices sans filler. En effet, pour une éprouvette avec une longueur d'enrobage élevée, le comportement à l'arrachement est plus influencé par le fil enrobé que par la longueur libre. De plus, le mode 1 est également plus influencé par le fil enrobé que par la longueur libre.

Néanmoins, il est visible, si chaque matrice est considérée, que les éprouvettes les plus endommagées ont souvent les valeurs de  $P_{max}$  les plus faibles. C'est notamment le cas pour la matrice M46-00 50C avec une éprouvette présentant un endommagement supérieur à celui des autres et une valeur de  $P_{max}$  inférieure à celles des autres éprouvettes. Cependant, comme dans ce cas cette éprouvette correspond également à la plus petite longueur enrobée testée pour cette matrice, cette conclusion est à considérer avec prudence.

Si les longueurs enrobées sont considérées, il est visible que, pour la longueur enrobée la plus élevée (8 cm) les deux éprouvettes qui présentent les valeurs de  $P_{max}$  les plus faibles sont également les deux éprouvettes avec les longueurs libres les plus endommagées parmi les 5 éprouvettes testées. Ce sont également les deux éprouvettes avec un mode d'arrachement 2. Pour les autres longueurs enrobées, les résultats sont plus dispersés et donc des tendances similaires ne peuvent pas être déduites.

Il est possible de conclure que l'endommagement de la longueur libre a une influence sur les valeurs de  $P_{max}$  obtenues ainsi que, à moindre degré, sur les valeurs de  $K_{bond}$ , notamment pour les éprouvettes avec une faible longueur enrobée et une matrice avec une forte résistance mécanique en compression. Cependant, l'endommagement de la longueur libre ne semble pas avoir une influence significative sur le mode de rupture obtenue ni sur la phase post-pic.

En revanche, pour les matrices avec une faible résistance et des éprouvettes avec une plus grande longueur d'enrobage, il semble que l'endommagement de la longueur libre influence le mode de rupture obtenu mais influence moins les valeurs de  $P_{max}$ .



FIGURE 3.19:  $P_{max}$  en fonction de l'endommagement de la longueur libre, matrices avec filler

En conséquence, les éprouvettes qui présentent une valeur de  $P_{max}$  faible par rapport à la moyenne des autres éprouvettes réalisées avec la même matrice et présentant le mode de rupture 2, expliqué par un fort endommagement, sont des éprouvettes qui semblent peu représentatives du comportement à l'arrachement réel attendu pour ces éprouvettes.

#### 3.7.3 Conséquence sur la validité des mesures d'arrachement

Ainsi, une méthode a été déterminée pour discriminer précisément ces éprouvettes : il s'agit d'une méthode géométrique basée sur la définition d'une droite au-delà de laquelle les éprouvettes présentent une longueur libre trop endommagée pour être considérées comme représentative du comportement à l'arrachement. Pour cela, la résistance en traction du fil dans les mêmes conditions que la longueur libre des éprouvettes est utilisée. En effet, il a été établi que le mode 2 est essentiellement une traction du fil immergé auparavant pendant 28 jours dans l'eau. Sa résistance à dans ce cas été évaluée à environ 330 N. Cette valeur est donc définie comme l'ordonnée à l'origine de la droite, ce qui matérialise le fait qu'un fil non endommagé conduit à une résistance à l'arrachement au plus égale à la résistance en traction du fil. Ensuite, la pente de la droite est définie en construisant la droite de régression linéaire de l'ensemble des points considérées des valeurs de  $P_{max}$  en fonction de la masse endommagée. Cette droite (présente sur les figures 3.17 et 3.19) est ensuite utilisée pour déterminer les valeurs de  $P_{max}$  qui peuvent être atteinte par une éprouvette en fonction de son endommagéement. En conséquence, les éprouvettes qui dépassent cette ligne sont exclues de cette étude (notamment dans le chapitre 4) : 3 éprouvettes M41-30 100C  $L_e = 0.7$  cm,

2 éprouvettes M57-05 100 C  $L_e = 0,7$  cm et une éprouvette M41-30 100 C  $L_e = 1$  cm (entourés en rouge dans la figure 3.17).

Une deuxième approche a par ailleurs été considérée pour analyser la représentativité des essais d'arrachement. Comme cela a été établi dans le chapitre 2 à l'aide de différents essais de traction sur des fils multifilamentaires non enrobés, des filaments qui présentent des micro-défauts à leur surface, et donc ont une résistance à la traction diminuée, entraînent une perte de résistance à l'arrachement, avec une rigidité pré-pic similaire à celle obtenue avec les mêmes filaments sans micro-défauts. Ainsi, le rapport  $K_{bond}/P_{max}$  a été calculé pour toutes les éprouvettes considérées, et les éprouvettes présentant un rapport élevé (supérieur à 2 par choix empirique) ont été écartées des résultats.

Enfin, les éprouvettes pour lesquelles la courbe charge / déplacement présente une forme différente de celle attendue pour les essais d'arrachement, à savoir la forme décrite dans la section 3.3, sont également retirées de l'étude et les éprouvettes correspondantes sont exclues.

L'application des différents critères que nous venons de mentionner a conduit à exclure un certain nombre d'éprouvettes de nos résultats. Le nombre d'éprouvettes exclues pour chaque matrice et chaque longueur enrobée est présenté dans le tableau 3.1.

Matrice	$L_e$ en cm	Nombre d'éprouvettes exclues /
		Nombre d'éprouvettes total
M57-00 100C	0,7	2/6
$M57-00 \ 100C$	1	2/6
$M57-05 \ 100C$	0,7	2/2
$M57-05 \ 100C$	1	4/4
$M57-10 \ 100C$	0,7	1/6
M57-10 100C	1	1/6
M48-20 100C	0,7	4/6
$M48-20\ 100C$	1	2/6
$M41-20 \ 100C$	0,7	2/6
M41-20 100C	1	1/6
$M41-30\ 100C$	0,7	4/6
M41-30 100C	1	1/6
$\mathrm{M46}\text{-}\mathrm{00}~\mathrm{50C}$	2	1/1
$\mathrm{M46\text{-}00}~\mathrm{50C}$	3	1/1
$\mathrm{M46\text{-}00}~\mathrm{50C}$	4	1/1
$\rm M57\text{-}00~30C$	1	4/6
$\rm M57\text{-}00~30C$	2	1/7
$\rm M57\text{-}00~30C$	8	1/5
M48-00 30C	2	1/6
$M48-00 \ 30C$	4	2/4
$M41-00 \ 30C$	4	2/6
Toutes		40/103

Tableau 3.1: Nombre d'éprouvettes exclues suite au traitement des résultats pour chaque matrice et chaque longueur enrobée  $L_e$ .

Afin de comprendre exactement d'où vient cet endommagement et s'il est prévisible, il est nécessaire d'analyser le nombre d'éprouvettes exclues pour les différentes matrices et longueurs enrobées considérées. On constate que le nombre d'éprouvettes exclues est particulièrement élevé pour la matrice M57-05 100C, pour les deux longueurs enrobées considérées (0,7 et 1 cm), ainsi que pour les matrices M48-20 100C (notamment pour la longueur enrobée  $L_e = 0,7$  cm) et M41-30 100C ( $L_e = 0,7$  cm). La matrice M57-00 30C présente également un nombre d'éprouvettes exclues important pour la longueur enrobée de 1 cm (la plus faible testée pour cette matrice). Sachant que les éprouvettes réalisées avec les matrices M57-05 100C et M41-30 100C (pour les deux longueurs enrobées) ont été

fabriquées, stockées et testées simultanément, il est possible de faire l'hypothèse d'un problème de fabrication et de conservation de ces éprouvettes pour expliquer leur endommagement élevé.

Les éprouvettes réalisées avec la matrice M48-20 100C et  $L_e = 0.7$  cm présentent également un endommagement important. Ces éprouvettes ayant été fabriquées, conservées et testées en même temps que les éprouvettes de longueur enrobée  $L_e = 0.7$  cm des matrices M57-00 100C, M57-10 100C, M41-20 100C qui, elles, ne présentent que peu d'endommagement, ces événements ne semblent pas à l'origine de cet endommagement.

Concernant la matrice M57-00 30C, les éprouvettes de longueur enrobée  $L_e = 1$  cm ont été réalisées en même temps que les éprouvettes de longueur enrobée  $L_e = 8$  cm, qui ne semblent pas endommagées outre mesure. En conclusion, il semble d'un autre phénomène intervient, peut-être lié à la faible longueur d'enrobage considérée.

En effet, les matrices M48-20 100C et M57-00 30C ont des résistances mécaniques très différentes (respectivement environ 64 MPa contre environ 10 MPa de résistance en compression) et le mode de rupture à l'arrachement des éprouvettes réalisées à partir de ces deux matrices sont différents (mode 1 pour toutes les éprouvettes réalisées avec la matrice M57-00 30C et mode 2 pour toutes les éprouvettes réalisées avec la matrice M57-00 30C). Ces deux matrices sont plutôt fluides (maniabilité 2 sec pour M48-20 100C) et maniabilité 4 sec pour M57-00 30C), ce qui pourrait par exemple expliquer l'occurrence supérieure de comportements atypiques (entraînement facilité des grains de sable à l'interface mortier / fil) mais cela ne semble pas avoir de lien puisque la matrice M57-10 100C présente également une fluidité élevée sans que les éprouvettes réalisées à partir d'elle ne soient sujettes à ce phénomène.

En considérant le tableau dans son ensemble, il est possible de noter que plus la longueur enrobée est faible, plus le nombre d'éprouvettes exclues est important. En effet, pour les matrices sans filler, le nombre d'éprouvettes exclues est plus important pour la longueur enrobée de 0,7 cm que pour celle de 1cm (respectivement 15/32 et 11/34). De même, pour les éprouvettes avec filler, les éprouvettes exclues sont en majorité pour la longueur enrobée de 1cm (4/6), la plus faible testée pour ce type de matrices, ce qui n'est pas le cas pour les autres longueurs enrobées (10/31).

Il est donc possible d'en déduire que l'influence de l'endommagement de la longueur libre et d'éventuelles particularités dans la longueur enrobée, notamment au niveau de l'extrémité chargée du fil, est largement plus important pour les éprouvettes avec une faible longueur enrobée que pour les éprouvettes avec une longueur enrobée élevée.

Cela s'explique par le fait que, pour les éprouvettes avec faible longueur enrobée réalisées avec une matrice de résistance en compression élevée, le mode de rupture est le mode 2, donc plus influencé par la longueur libre du fil et par son état d'endommagement.

De plus, dans le cas de faibles longueurs d'enrobage, la zone enrobée est située à l'extrémité des éprouvettes 4\*4\*16, sujette à des effets de bord et vraisemblablement présentant un comportement différent du cœur de l'éprouvette, ce qui peut expliquer l'aspect atypique de certaines courbes de comportement obtenues dans ce cas.

Dans le cas des éprouvettes réalisées avec des longueurs enrobées plus élevées, ces particularités sont moins marquées puisque la longueur libre devient moins influente pour le comportement à l'arrachement (notamment pour les matrices de faible résistance mécanique). De même, les défauts ponctuels dans la longueur enrobée, dus notamment aux effets de bord, n'ont pas d'influence significative puisque ces quelques millimètres sont négligeables face à la longueur enrobée de plusieurs centimètres.

Dans le cas des éprouvettes réalisées avec la matrice M57-00 30C et une longueur enrobée  $L_e = 1$  cm, le comportement à l'arrachement est encore plus particulier du fait de l'utilisation d'une matrice de faible résistance et d'une longueur enrobée également faible.

Pour cette raison, le comportement de ces éprouvettes (avec filler et avec filler faible longueur enrobée) est étudié séparément de celui des autres éprouvettes pour la plupart des études présentées dans la suite de ce document.

De plus, certains échantillons considérés comme exclus selon les règles établis précédemment sont tout de même observés par microscopie confocal puisque, du fait de leur particularité, leur observation peut être pertinente.

## 3.8 Conclusion

Des essais d'arrachement direct ont été réalisés pour des éprouvettes réalisées avec différentes matrices et différentes longueurs enrobées. A partir des courbes charge / déplacement obtenues, différents paramètres mécaniques ont été calculés pour caractériser le comportement mécanique à l'arrachement. Les méthodes utilisées pour calculer ces différents paramètres ont été optimisées afin d'être compatibles avec tous les types d'éprouvettes considérées pour permettre de comparer tous les essais entre eux de façon pertinente, en évitant le calcul de valeurs non représentatives de la réalité des essais d'arrachement. Les essais d'arrachement présentent une grande variabilité de leurs résultats.

Cette variabilité a plusieurs causes : la fabrication des éprouvettes, étape délicate, du fait de la fragilité des filaments de verre, mais également aléatoire, du fait du phénomène d'interpénétration de deux matériaux hétérogènes; la préparation des éprouvettes pour l'essai d'arrachement (manutention, collage des plaquettes, endommagement possible de la longueur libre); le déroulé du test (présence de particules solides qui peuvent se détacher de la matrice et provoquer des ruptures précoces des filaments ou leur blocage).

Du fait de cette variabilité importante, les résultats sont difficiles à exploiter. En conséquence, une étude précise de la variabilité a été effectuée, et une méthode de discrimination des résultats a été définie pour éliminer les résultats non représentatifs du comportement à l'arrachement.

Tout d'abord, une étude de répétabilité de l'essai d'arrachement a été effectuée, en réalisant un nombre important d'éprouvettes avec le même fil et la même matrice. Les valeurs de la résistance à l'arrachement ont varié sur une plage allant de 20 à 200N environ et nous avons montré que leur variabilité vérifie la loi normale.

L'influence de la longueur enrobée sur les résultats a été étudiée afin de pouvoir comparer de manière pertinente les résultats obtenus en fonction des matrices, pour lesquelles toutes les éprouvettes n'ont pas les mêmes longueurs d'enrobage.

L'influence de l'endommagement de la longueur libre sur le comportement à l'arrachement a également été caractérisée. Pour cela, deux méthodes ont été utilisées : une mesure physique des filaments rompus avant arrachement par pesée et une discrimination basée sur le calcul du rapport  $K_{bond}/P_{max}$ , dont la signification a été décrite lors de l'étude de la traction du fil non enrobé.

En utilisant ces deux méthodes, un certain nombre d'éprouvettes ont pu être exclues. De plus, certaines éprouvettes ont également été exclues du fait de l'allure atypique de leur courbe charge / déplacement.

## Chapitre 4

# Lien entre résultats à l'arrachement et paramètres rhéologiques et mécaniques de la matrice

#### Contents

4.1 Intr	oduction	
4.2 Influ	ience des propriétés mécaniques de la matrice sur le comportement	
à l'a	rrachement	
4.2.1	Résistance en compression des matrices utilisées	
4.2.2	Influence de la résistance en compression sur les paramètres mécaniques à	
	l'arrachement : é prouvettes avec une faible longueur d'enrobage 130	
4.2.3	Influence de la résistance en compression sur les paramètres mécaniques à	
	l'arrachement : analyse sur l'ensemble des éprouvettes	
4.2.4	4 Lien entre résistance en compression et masse extraite : cas du mode de	
	rupture 1	
4.3 Influ	ience de la fluidité de la matrice sur le comportement mécanique	
à l'a	rrachement	
4.3.1	Matrices sans filler	
4.3.2	Matrices avec filler	
4.3.3	Influence de la fluidité dans le cas de l'ensemble des matrices 141	
4.4 Con	clusion	

## 4.1 Introduction

L'étude bibliographique a montré, lors de l'arrachement, la complexité des interactions mécaniques entre un fil multifilamentaire et la matrice qui l'enrobe et l'imprègne. Il en résulte que la matrice influence le comportement à l'arrachement a priori de deux manières : par ses propriétés rhéologiques, qui influencent la manière dont se fait l'imprégnation, et par ses propriétés mécaniques qui influencent la résistance des liaisons matrice / filaments.

Différentes conclusions peuvent donc être énoncées à partir des études présentées dans la partie bibliographique, concernant l'influence des propriétés de la matrice sur l'imprégnation du fil par la matrice et sur les propriétés mécaniques du composite en découlant. Il a ainsi été conclu par Butler et al. [78] que la densification de la matrice par son vieillissement dans les espaces interfilamentaires entraîne une imprégnation supérieure du fil (les filaments sont plus enrobés du fait de la matrice plus dense). Cela se traduit par un plus grand nombre de rupture de filaments lors de l'essai d'arrachement et donc une quantité très réduite voire nulle de filaments extraits, soit une rupture en mode 2. De même, d'autres études [69] [82] font le même constat dans le cas de techniques de pré-imprégnation du fil par particules fines ou d'ajouts de particules fines dans la matrice, qui conduisent, d'après les observations par tomographie ou microscopie, à avoir une matrice plus dense et plus présente entre les filaments, donc une plus grande imprégnation du fil. Dans le cas d'une densification par vieillissement, les propriétés mécaniques du composite obtenu sont diminuées. En effet, l'imprégnation du fil est supérieure et donc la rupture des filaments s'effectue à une charge faible, du fait du vieillissement qui peut également entraîner d'autres détériorations comme celle des filaments de verre. Dans le cas de présence de particules fines comme des fumées de silices, des cendres volantes ou autres, les propriétés mécaniques du composite sont alors augmentées.

Concernant l'influence de la fluidité de la matrice sur l'imprégnation du fil, les études [51] [57] se sont concentrées sur la réduction de l'alcalinité de la matrice cimentaire par également un ajout de fumée de silices et de cendres volantes. Cet ajout a également pour effet de modifier la viscosité de la matrice, et il est montré que l'augmentation de la fluidité conduit dans cette étude à une meilleure imprégnation du fil et à une augmentation des propriétés mécaniques du composite. Ainsi, les propriétés rhéologiques de la matrice pourraient avoir une influence sur l'imprégnation du fil.

La présente étude a donc pour but de comprendre l'influence des propriétés mécaniques et rhéologiques de la matrice sur l'imprégnation du fil et sur les propriétés mécaniques du composite résultant de cette enrobage.

Pour cela, le lien entre les résistances en compression des matrices et les résultats à l'arrachement pour les éprouvettes de fil enrobés avec ces matrices sont étudiées. Ainsi, une analyse a tout d'abord été réalisée pour les longueurs d'enrobage faibles (pour lesquels il a été établi que la longueur d'enrobage n'a pas d'influence significative sur le comportement mécanique et notamment sur la résistance à l'arrachement), soit 0,7 et 1 cm, pour les matrices avec et sans filler. Comme il a été déterminé que les mécanismes de rupture des éprouvettes semblaient être différents pour le mode 1 et le mode 2, une étude spécifique de l'influence de la matrice sur les conditions d'apparition du mode 1 a également été réalisée, pour les mêmes longueurs d'enrobage faibles. Ensuite, la même analyse est étendue aux éprouvettes avec fortes longueurs d'enrobage et un fil enrobé dans des matrices comprenant du filler ce qui permet de diminuer fortement la résistance à la compression de ces matrices.

L'influence de la fluidité des matrices sur l'imprégnation du fil et les résultats à l'arrachement est également étudiée, séparément pour les matrices sans et avec filler, puis en considérant l'ensemble des matrices.

## 4.2 Influence des propriétés mécaniques de la matrice sur le comportement à l'arrachement

La matrice qui présente la plus faible résistance en compression est M57-05 100C et celle qui présente la plus forte résistance en compression est M41-20 100C, avec une différence entre les deux d'environ 15 MPa. On constate que cela correspond aux matrices qui présentent un  $P_{max}$  respectivement le plus faible et le plus fort pour les essais d'arrachement (figure 4.1). En revanche, les matrices avec des résistances en compression intermédiaires présentent des  $P_{max}$  variables. Cependant, si ces matrices sont considérées en détail, on constate qu'elles présentent des valeurs de  $P_{max}$  proches, un écart type élevé, notamment M48-20 100C et M41-30 100C et que leur résistance en compression sont très proches. Ainsi, il semble donc que la résistance en compression de la matrice influence la résistance à l'arrachement, et que les différences de fluidité ne perturbent que peu cette tendance. La résistance en compression des matrices influence également le mode de rupture à l'arrachement, puisque les matrices pour lesquelles les éprouvettes d'arrachement présentent une majorité de mode de rupture 1 sont les matrices avec un rapport  $V_E/V_L=1,57$ , soient les matrices avec une plus faible résistance en compression.

Il est donc possible de faire une première hypothèse : les propriétés mécaniques de la matrice elle-même semblent influencer les résultats des essais d'arrachement, indépendamment de l'imprégnation du fil. Cela pourrait expliquer par exemple des écarts de résistances à l'arrachement importants entre des matrices sans filler de même maniabilité et qui donc devraient permettre une imprégnation du fil similaire.



FIGURE 4.1:  $P_{max}$  en fonction des matrices et de leur résistance (valeur entre parenthèse) en MPa, classés par ordre croissant

Une étude poussée de la corrélation entre les valeurs moyennes des différents paramètres mécaniques considérés et les propriétés mécaniques de la matrice (notamment la résistance à la compression) est donc menée.

#### 4.2.1 Résistance en compression des matrices utilisées

Tout d'abord, la résistance en compression des matrices est déterminée, pour toutes les matrices considérées dans cette étude. Pour cela, des éprouvettes 4\*4\*16 sans fil ont été réalisées à partir des matrices utilisées dans l'étude puis testées en compression selon la norme NF 196-1. De plus, pour certaines éprouvettes d'arrachement (fabriquées avec un fil en leur centre), la partie centrale du prisme 4\*4\*16 après la découpe de l'échantillon pour l'arrachement, a été testée en compression selon le même procédé que la norme NF 196-1 afin de s'assurer que les valeurs étaient comparables même si les gâchées étaient différentes (figure 4.2).

Pour les matrices sans filler, la figure 4.2 montre que la résistance des matrices augmente légèrement

avec la diminution du rapport E/C, sauf pour la matrice M41-30 100C qui présente des valeurs plus faibles que celles attendues compte tenu de son faible rapport E/C. A rapport  $V_E/V_L$  équivalent, la substitution du ciment par du filler entraîne comme prévu une diminution de la résistance des matrices. Ainsi, une substitution de 50% du ciment donne des résistances environ divisées par deux et une substitution de 70% du ciment donne des résistances divisées par 6. Ainsi, si l'ensemble des matrices est considéré, il y a 3 paliers de résistance en compression : environ 60 MPa, environ 30 MPa et environ 10 MPa.



FIGURE 4.2: Résistance en compression des matrices sans fil ou avec fil

En ce qui concerne la comparaison des résistances en compression obtenues pour des éprouvettes avec et sans fil, effectuée sur quatre des matrices utilisées, la présence du fil ne semble pas avoir une influence sur la compression puisque, pour trois de ces matrices, les résistances sans fil et avec fil sont équivalentes. La différence de résistance entre la matrice sans fil et la matrice avec fil pour M57-00 100C vient a priori de la différence de gâchée, ce qui expliquerait également les valeurs faibles de  $P_{max}$  pour M57-00 100C  $L_e$ =1cm visibles figure 4.1 (inférieur à  $P_{max}$  pour  $L_e$ =0,7cm, ce qui semble incohérent) puisque les éprouvettes de compression et les éprouvettes d'arrachement présentant une longueur d'enrobage Le=1cm proviennent de la même gâchée.

## 4.2.2 Influence de la résistance en compression sur les paramètres mécaniques à l'arrachement : éprouvettes avec une faible longueur d'enrobage

Du fait de la grande différence de propriétés mécaniques entre les matrices sans et avec filler, ainsi que du fait que dans le cas des matrices avec filler avec grandes longueurs d'enrobage, la longueur d'enrobage semble avoir une influence sur les propriétés mécaniques, l'étude s'effectue pour les longueurs d'enrobage faibles :  $L_e=0,7$  et  $L_e=1$  cm, pour les matrices M57-00 100C, M57-05 100C, M57-10 100C, M48-20 100C, M41-20 100C, M41-30 100C et M57-00 30C. Seule la matrice M57-00 30C contient donc du filler dans cette étude.



FIGURE 4.3:  $P_{max}$  pour les matrices sans filler considérées en fonction de la résistance en compression, à gauche moyenne sur tous les échantillons, à droite moyenne sur les échantillons avec arrachement mode 1



FIGURE 4.4:  $P_{max}$  pour les matrices considérées en fonction de la résistance en compression, moyenne sur les échantillons avec arrachement mode 2

Les figures 4.3 montrent que la corrélation est bien présente entre les valeurs de  $P_{max}$  moyennes des éprouvettes de ces matrices et la résistance à la compression. L'hypothèse selon laquelle cette corrélation serait due au fait que les éprouvettes de la matrice avec filler présentent des ruptures en mode 1, contrairement aux autres matrices qui présentent des ruptures en mode 1 et en mode 2, est réfutée ici puisque la corrélation est également présente si seules les éprouvettes mode 1 sont considérées. Le mode n'a donc pas d'influence sur cette corrélation, elle dépend principalement de la valeur des résistances en compression des matrices utilisées.

La corrélation entre la résistance en compression des matrices et la résistance à l'arrachement moyenne pour les éprouvettes avec un mode 2 (donc sans glissement) est moindre comme le montre la figure 4.4. Cependant, cette corrélation faible entre les éprouvettes mode 2 et la résistance en compression de la matrice semblerait plutôt venir du fait que l'arrachement mode 2 n'est pas un véritable arrachement, mais plutôt une traction de fil, comme cela a été explicité en chapitre 3. Ainsi, la matrice n'a que très peu d'influence sur cette traction, seule une zone de quelques millimètres de fil enrobé au niveau de l'interface  $L_e/L_f$  est sollicitée. Cette absence de corrélation tendrait donc à bien confirmer que ce mode est en fait bien une traction du fil, pour laquelle la matrice n'intervient pas de façon significative.

La figure 4.5 montre que les corrélations sont faibles entre les valeurs de  $P_{max}$  moyens et la résistance en compression des matrices si l'ensemble des matrices énoncées au début de la section est considéré. Les  $P_{max}$  moyens sont ici utilisés puisque les moyennes sont calculées sur les valeurs de  $P_{max}$  obtenus pour des éprouvettes de même matrice, indépendamment de la longueur d'enrobage (il n'y a pas d'influence de Le pour les faibles  $L_e$ ).

Il en est de même si seuls les échantillons de mode 1 sont considérés pour ce même ensemble de matrices. Cependant, on constate que les échantillons de la matrice avec filler (résistance en compression proche de 10 MPa) présentent un comportement singulier. En effet, la valeur de  $P_{max}$ moyens pour ces matrices est proche de celle pour les matrices avec une résistance en compression autour de 60 MPa, ce qui montre que la résistance en compression de la matrice n'est pas l'élément principal déterminant le comportement du composite à l'arrachement, notamment sa résistance à l'arrachement. En revanche, pour les matrices avec des résistances en compression plus similaires et élevées (les matrices sans filler par exemple dans le cas de cette étude), la résistance à la compression des matrices semble avoir une influence sur la résistance à l'arrachement.



FIGURE 4.5:  $P_{max}$  pour les matrices considérées en fonction de la résistance en compression, à gauche moyenne sur tous les échantillons, à droite moyenne sur les échantillons avec arrachement mode 1

Il semble donc que la résistance de la matrice a une influence principalement sur le mécanisme de glissement et d'extraction des filaments, et pas sur le lien filament/matrice ni sur la rupture de ces filaments, ce qui expliquerait l'influence de la résistance mécanique des matrices à la fois sur la résistance à l'arrachement et sur la résistance résiduelle à l'arrachement, qui sont toutes deux influencées par ce glissement (l'extraction commence juste avant que la résistance à l'arrachement soit atteinte). Cela se confirme par le fait que les valeurs moyennes de  $K_{bond}$  et  $K_{debond}$  ne sont que moins corrélées à la résistance à la compression des matrices. La figure 4.6 présente ainsi les  $K_{bond}$  et  $K_{debond}$  moyens pour les matrices sans filler. La matrice M57-00 30C est ici exclue puisqu'elle présente des valeurs de  $K_{bond}$  et  $K_{debond}$  équivalentes à celle des matrices de même rapport  $V_E/V_L$  mais sa résistance en compression est inférieure, donc la corrélation devient faible en prenant en compte cette matrice (même raisonnement que pour la corrélation avec  $P_{max}$  moyens).



FIGURE 4.6:  $K_{bond}$  (gauche) et  $K_{debond}$  (droite) moyens pour les matrices sans filler considérées en fonction de la résistance en compression

Cependant, même si la corrélation entre les valeurs de  $P_{max}$  moyennes et la résistance mécanique de la matrice semble établie, pour les éprouvettes mode 1 principalement, il est nécessaire d'étudier plus précisément celle entre les paramètres résiduels et cette résistance mécanique de la matrice. La figure 4.7 montre qu'il semble y avoir une corrélation entre les valeurs de  $P_{res}$  moyennes et la résistance en compression des matrices. Cependant, on constate que cette corrélation dépend essentiellement du point associé à une seule matrice, présentant un écart type important pour les valeurs de  $P_{res}$  moyennes. En effet, cette matrice est la M41-20 100C, avec un échantillon pour  $L_e=0.7$  cm présentant une courbe atypique, sans la forme de cloche caractéristique observée habituellement et avec une phase résiduelle très supérieure à celle de toutes les autres éprouvettes de toutes les autres matrices. Si ce résultat atypique est retiré du traitement des résultats, on constate, en figure 4.8 que la corrélation entre les paramètres résiduels et la résistance de la matrice disparaît. De plus, on constate en figure 4.6 que, même si la corrélation avec  $K_{bond}$  moyen est faible, en revanche, la corrélation avec  $K_{debond}$  est élevée, même si elle est moindre que pour  $P_{max}$ .  $K_{debond}$ étant influencée à la fois par les ruptures de filaments et leur glissement éventuel, il n'est donc pas possible d'exclure que la rupture des filaments, en plus de leur glissement, est un paramètre influencé par la résistance de la matrice.

Cependant, concernant la corrélation entre la résistance de la matrice et les paramètres résiduels, on constate en figure 4.8 que si les éprouvettes de la matrice M57-05 100C sont exclues (éprouvettes avec courbes charge / déplacement atypiques également) alors il y a à nouveau une corrélation mais cette corrélation est cette fois-ci inversée puisque une résistance élevée présente cette fois-ci une phase résiduelle faible. Cela est en effet plus logique puisque les filaments seront gênés dans leur glissement par la densité plus importante de la matrice, ils auront donc tendance à rompre davantage, ce qui entraîne une phase résiduelle moindre.



FIGURE 4.7:  $P_{res}$  moyens pour les matrices considérées en fonction de la résistance en compression, à gauche moyenne sur tous les échantillons, à droite moyenne sur les échantillons matrice sans filler



FIGURE 4.8:  $P_{res}$  moyens pour les matrices considérées en fonction de la résistance en compression, sans l'éprouvette atypique de la matrice M41-20 100C (gauche), sans l'éprouvette atypique de la matrice M41-20 100C et sans les éprouvettes de la matrice M57-05 100C (droite)

Il est donc possible de conclure que la résistance en compression de la matrice n'influence pas directement la résistance du fil à l'arrachement, puisqu'une matrice avec un même rapport  $V_E/V_L$ (ici 1,57) présente une valeur moyenne de  $P_{max}$  comparable que la matrice ait une résistance en compression de 10 MPa ou 6 fois plus forte (58 MPa). En revanche, pour des gammes de résistances en compression de la matrice proches et élevées, il y a une influence de cette résistance non seulement sur les valeurs de  $P_{max}$  moyennes mais également sur les valeurs de  $P_{res}$  moyennes et  $K_{res}$  moyennes.

En conséquence, un point crucial est cependant clair : la force des liaisons filaments / matrice n'est pas influencée par les propriétés mécaniques de la matrice. Il s'agit plutôt du mécanisme de rupture / glissement des filaments qui est influencé par ce paramètre, avec des glissements plus au moins facilités selon la résistance de la matrice. En effet, des matrices de faible résistance (10 MPa environ) permettent un glissement sur une plus grande longueur d'enrobage mais des résultats à l'arrachement équivalents à des matrices de plus forte résistance mécanique (55/60 MPa) sur des faibles longueurs d'enrobage ( $L_e=1$ cm).

## 4.2.3 Influence de la résistance en compression sur les paramètres mécaniques à l'arrachement : analyse sur l'ensemble des éprouvettes

Pour comparer entre elles les valeurs obtenues pour les différentes longueurs d'enrobage, nous avons choisis de normer les grandeurs mesurées en les divisant pas la longueur d'enrobage. Les figures 4.9 et 4.10 montrent bien ce qui avait été pressenti pour l'étude des faibles longueurs d'enrobage. Les mécanismes d'imprégnation du fil par les matrices sans et avec filler semblent différents, puisque les résultats des tests d'arrachement ne montrent pas du tout les mêmes tendances en fonction de la résistance en compression de la matrice. Ainsi, la tendance vérifiée pour les éprouvettes sans filler ne se retrouve pas pour les éprouvettes avec filler. Les éprouvettes avec filler (avec une matrice de 10 à 30 MPa de résistance en compression) présentent des valeurs de charges unitaires maximales à l'arrachement et de charges unitaires résiduelles à l'arrachement similaires en moyenne à celles des éprouvettes avec matrice  $V_E/V_L=1.57$  et résistance en compression autour de 55/60 MPa. Cela peut s'expliquer par le fait que le calcul par unité de longueur enrobée permet d'obtenir des valeurs de charge unitaire et donc de s'affranchir de l'influence des longueurs enrobées élevées. Cependant, cette hypothèse est réfutée par l'étude précédente avec les faibles longueurs d'enrobage qui a montré que les résultats pour  $L_e=1$ cm pour les matrices avec et sans filler et le même rapport  $V_E/V_L$  était proche. La deuxième hypothèse est le fait que les particules de filler ont une influence sur l'imprégnation des fils. En effet, elles sont de taille inférieure à celles des particules de ciment, et peuvent donc pénétrer plus facilement dans les espaces interfilamentaires. Cela induit des liaisons mécaniques améliorées entre la matrice et les filaments imprégnés, et un nombre supérieur de filaments en contact avec les particules solides de la matrice.



FIGURE 4.9:  $P_{max}/L_e$  moyens pour toutes les matrices en fonction de la résistance à la compression de la matrice



FIGURE 4.10:  $P_{res}/L_e$  moyens pour toutes les matrices en fonction de la résistance à la compression de la matrice

## 4.2.4 Lien entre résistance en compression et masse extraite : cas du mode de rupture 1

Concernant l'influence des propriétés mécaniques sur la masse extraite, on constate que la résistance en compression de la matrice est liée à la masse extraite par unité de longueur enrobée pour les éprouvettes avec filler et non pour les éprouvettes sans filler (figure 4.11).

En effet, pour les éprouvettes avec filler, la masse extraite par unité de longueur enrobée diminue quand la résistance en compression augmente. Cela peut s'expliquer par le fait qu'une matrice plus dense entraîne un nombre de rupture de filaments plus important, les filaments lors du test sont bloqués par des particules de matrice et la masse extraite par unité de longueur enrobée est donc logiquement inférieure. Cependant, cette tendance ne se vérifie pas pour les matrices sans filler. En effet, au vu de la résistance en compression élevée de ces matrices, la masse extraite par unité de longueur enrobée devrait être inférieure à celle des éprouvettes avec résistance en compression plus faible.

Cela peut s'expliquer par le fait qu'une matrice plus dense peut impliquer une extraction de particules solides plus importante avec les filaments extraits. Ainsi, cela peut conduire à une surestimation de la masse extraite de filaments puisque des particules de matrice sont pesées avec ces filaments extraits. Cependant, ce phénomène peut arriver pour toutes les pesées de masse extraite.

Cela peut également s'expliquer par le fait que peu d'éprouvettes présentent un mode 1 de rupture (donc une masse extraite) pour les matrices avec une résistance en compression élevée. Les quelques éprouvettes avec un mode 1 peuvent donc être des cas particulier (présence d'une bulle d'air dans la longueur enrobée ou autre).

En effet, lorsque les éprouvettes avec un comportement post-pic atypique sont exclues de l'étude, une tendance à la diminution de la masse extraite par unité de longueur enrobée lorsque la résistance en compression augmente est également notée pour les éprouvettes matrices sans filler. Cependant, cela n'explique pas le fait que les masses extraites par unité de longueur enrobée sont du même ordre de grandeur pour les éprouvettes avec matrice sans filler et pour les éprouvettes avec matrice avec filler, alors que la différence dans leur résistance en compression est importante.



FIGURE 4.11:  $M_{ext}/L_e$  moyens pour toutes les matrices en fonction de la résistance en compression des matrices

L'explication se trouve en comparant les éprouvettes avec faible longueur d'enrobage, matrice avec et sans filler. Si seules ces éprouvettes sont considérées, on constate en figure 4.12 que  $M_{ext}/L_e$  est corrélé à la résistance en compression des matrices pour les éprouvettes avec faible longueur d'enrobage, que ce soit les matrices avec ou sans filler, et que  $M_{ext}/L_e$  diminue bien quand cette résistance augmente. L'absence de corrélation précédente est donc en fait due à l'influence significative de la longueur d'enrobage sur la masse extraite par unité de longueur enrobée.

Cela montre donc qu'il est hasardeux de calculer les paramètres mécaniques et physiques par unité de longueur enrobée puisque le mécanisme d'extraction de filaments et donc potentiellement tout le comportement du composite à l'arrachement, est différent selon la longueur de l'enrobage du fil. Cela permet également de conclure que toute la longueur du filament enrobé n'agit pas uniformément.



FIGURE 4.12:  $M_{ext}/L_e$  moyens pour toutes les matrices avec faible longueur d'enrobage en fonction de la résistance en compression des matrices

## 4.3 Influence de la fluidité de la matrice sur le comportement mécanique à l'arrachement

La rhéologie est l'étude du comportement à l'état frais du mortier, ce comportement peut être caractérisé par différents types de mesure liés à différents tests rhéologiques. Dans le cas de la présente étude, la rhéologie de la matrice est principalement caractérisée par la maniabilité. Cette mesure est effectuée en utilisant un maniabilimètre et permet d'obtenir la maniabilité de la matrice dans ce maniabilimètre, comme décrit dans le chapitre 2.

L'imprégnation du fil est un paramètre essentiel pour déterminer le comportement des composites fil multifilamentaire / matrice cimentaire. En effet, cette imprégnation définit la force de liaison entre le fil et la matrice, ce qui définit la résistance du fil à l'arrachement.

La rhéologie de la matrice est donc un paramètre important lors de la réalisation du composite fil multifilamentaire / matrice cimentaire, puisqu'elle influence l'imprégnation d'un fil. En effet, il est possible de faire instinctivement l'hypothèse qu'une matrice plus fluide va permettre une meilleure imprégnation du fil, en enrobant une plus grande quantité de filaments, notamment des filaments de cœur. Ainsi, dans le cas d'une matrice polymère, une plus grande fluidité de la matrice assure en

effet une meilleure imprégnation du fil. Cependant, dans le cas des matrices cimentaires, étant donné la présence de particules solides et les différents paramètres de fabrication, cette hypothèse n'est pas forcément vérifiée [3]. Il est donc nécessaire de réaliser une étude permettant de comprendre l'influence de la rhéologie de la matrice sur le comportement à l'arrachement. Pour cela, les temps d'écoulement obtenus pour les matrices des éprouvettes considérées lors de l'essai au maniabilimètre, appelé dans la suite la maniabilité, sont comparés aux résultats moyens obtenus à l'arrachement pour ces mêmes éprouvettes.

#### 4.3.1 Matrices sans filler

En termes de maniabilité, il y a dans cette étude trois couples de matrices sans filler, ici dans l'ordre décroissant de maniabilité : M57-00 100C et M41-20 100C (maniabilité 10 secondes); M41-30 100C et M57-05 100C (maniabilité 4 secondes); M57-10 100C et M48-20 100C (maniabilité 2 secondes). Ces matrices se retrouvent dans la figure 4.13 déjà étudiée pour déterminer l'influence de la résistance en compression de la matrice sur la résistance à l'arrachement. Ici, si cette figure est considérée en termes de maniabilité, il semble que la fluidité de la matrice n'est pas un facteur influençant significativement les résultats obtenus à l'arrachement.



FIGURE 4.13:  $P_{max}$  en fonction des matrices et de leur maniabilité (valeur entre parenthèse) en MPa, classés par ordre croissant

Pour les éprouvettes de longueur d'ancrage  $L_e=1$ cm et  $L_e=0,7$ cm, les matrices présentant un temps d'écoulement de 2s ont des valeurs de  $P_{max}$  équivalentes. Cela peut s'expliquer par le fait qu'une majorité des éprouvettes de ces matrices présentent un mode de rupture 2, et que la résistance mécanique de ces matrices sont proches, comme cela a été expliqué dans la section précédente. Cela semble venir du fait que la grande fluidité de la matrice permet une bonne imprégnation du fil et donc une matrice dense entre les filaments, ce qui explique ce mode de rupture 2. Cette hypothèse est renforcée par le fait que les matrices présentant un temps d'écoulement de 10 s présentent des valeurs de  $P_{max}$  différentes, ce qui peut s'expliquer par la différence de type d'arrachement (glissement pour M57-00 100C et rupture en traction majoritairement pour M41-20 100C) et des résistances mécaniques des matrices très différentes (la résistance de la matrice M41-20 100C est supérieure d'environ 10 MPa à celle de la matrice M57-00 100C). Dans ce cas, la matrice est moins fluide donc permet une moins bonne imprégnation du fil. La matrice la moins résistante ne permet pas un ancrage suffisant des filaments pour obtenir une rupture en mode 2 donc il y a une rupture en mode 1, alors que la matrice la plus résistante permet cet ancrage suffisant ce qui explique la rupture en mode 2. Cependant, il faut aussi noter une autre différence entre ces deux matrices : l'une présente du superplastifiant et l'autre non. Il a été établi au chapitre 2 que le superplastifiant pouvait avoir une influence sur le mécanisme d'imprégnation du fil, en modifiant notamment la tension superficielle du liquide de la matrice, et cela expliquerait aussi la différences de valeurs de  $P_{max}$ . Les matrices ayant un temps d'écoulement de 4 s présentent des valeurs de  $P_{max}$  s comparables. Il est notable que  $P_{max}$  de la matrice M41-20 100C est comparable à celui des matrices M57-10 100C et M48-20 100C, alors que la fluidité de M41-20 100C est faible (le temps d'écoulement plus élevé) comparée à celle de M57-10 100C et M48-20 100C. L'hypothèse que  $P_{max}$ , est supérieure dans le cas de matrices à fluidité supérieure semble donc réfutée dans cette étude.

Deux matrices qui présentent la même maniabilité n'ont donc pas le même comportement vis-àvis du mode de rupture à l'arrachement. Pour M57-00 100C par exemple, toutes les éprouvettes présentent un glissement pour les deux longueurs d'enrobage étudiées. La faible fluidité de cette matrice induit une imprégnation faible du fil, et donc explique ce glissement des filaments lors de l'arrachement. En revanche, pour la matrice M41-20 100C, qui a un maniabilité équivalente à celle du M57-00 100C, seule une éprouvette présente du glissement pour  $L_e=1$ cm et deux éprouvettes pour  $L_e=0,7$ cm. Cela s'explique par le fait que, malgré une imprégnation faible des filaments du fait de sa faible fluidité, sa densité et résistance mécanique est élevée donc les filaments peuvent être ancrés dans cette matrice dense et le mode 2 est obtenu. Cependant, cela peut aussi être influencé par la présence de superplastifiant dans la matrice M41-20 100C et son absence dans la matrice M57-00 100C.

Cette observation se vérifie aussi pour les matrices M57-10 100C et M48-20 100C qui présentent la même maniabilité élevée et un comportement différent vis-à-vis du phénomène de glissement, notamment pour  $L_e=0,7$ cm. L'imprégnation du fil semble ainsi être élevée du fait de la fluidité élevée de ces deux matrices, mais la différence de résistance en compression entre ces deux matrices et donc leur densité différente induit un mode de rupture différent.

Comme ce la a été évoqué dans la section précédente, le phénomène de glissement semble davantage en lien avec le rapport E/C et donc la résistance des matrices en compression, puisque ce sont les mortiers avec un rapport E/C de 0,5 qui ont une majorité de rupture en mode 1, pour les deux longueurs d'enrobage considérées.

#### 4.3.2 Matrices avec filler

Concernant les matrices avec filler, l'influence importante de la longueur d'enrobage sur les valeurs de  $P_{max}$  implique qu'il n'est pas possible de moyenner les valeurs de  $P_{max}$  pour chaque maniabilité. En conséquence, des études en séparant les différentes valeurs d'enrobage pour chaque matrice ont été réalisées, et des moyennes de  $P_{max}/L_e$  ont été calculées pour chaque maniabilité.

Les matrices avec filler présentent des temps d'écoulement allant de 9s à 3s, alors que les matrices sans filler présentaient des temps d'écoulement allant de 10s à 2s. Les matrices avec et sans filler ont donc des maniabilités comparables. La seule différence ici est que les matrices avec filler n'utilisent pas de superplastifiant, la variation de la maniabilité est obtenue par variation du rapport  $V_E/V_L$ et du pourcentage de filler calcaire (50 ou 70%). Les matrices sont classées dans l'ordre suivant de maniabilité dans le tableau 4.1.

matrice	temps d'écoulement en s
M46-00 50C	9
M41-00 30C	8
M48-00 30C	6
M57-00 30C	4
M57-00 50C	3

Tableau 4.1: Matrices avec filler et leur temps d'écoulement

Via la résistance à l'arrachement unitaire  $P_{max}/L_e$ , les résultats peuvent être comparés entre eux malgré la grande variabilité de longueur d'enrobage. Cependant, cela pose deux problèmes : une sous-estimation de la résistance à la rupture et une variabilité importante de la mesure dans certains cas.

Tout d'abord, l'ancrage d'un filament est plus probable sur une plus grande longueur d'enrobage, donc cela influence les propriétés mécaniques du composite. En effet, l'ancrage est lié au nombre de contacts filaments / matrice. Ce nombre augmente statistiquement avec la longueur d'ancrage donc la probabilité d'ancrage du fil augmente avec la longueur enrobée. Cependant, à une certaine longueur d'enrobage, le fil est complètement ancré et la résistance à l'arrachement est en fait proche de la résistance en traction d'un fil non enrobé, comme cela a été expliqué dans le chapitre 3. Ainsi, lorsque la longueur d'enrobage augmente, cette résistance à l'arrachement reste quasiment constante, mais la charge unitaire, calculée en divisant la charge maximale par la longueur d'enrobage, est diminuée. Ayant établi précédemment que, de plus, le fil enrobé semble ne pas se comporter de la même façon le long de la longueur d'enrobage, cette division peut donc engendrer des sousestimations de la résistance à l'arrachement.

De plus, les éprouvettes considérées ici ne sont pas testées aux mêmes longueurs d'enrobage mais également ne sont pas en même nombre. En conséquence, la matrice avec le plus d'éprouvettes testées et la plus grande gamme de longueurs d'enrobage présente l'écart type le plus important sur la valeur de  $P_{max}/L_e$ , il s'agit de la matrice M57-00 30C avec un temps d'écoulement de 4s. Les interprétations sont donc sujettes à cette variabilité importante.

Lorsque les valeurs de  $P_{max}/L_e$  moyens sont considérées, on constate que la fluidité de la matrice a une influence sur ce paramètre. En effet, le coefficient de corrélation  $R^2$  est égal à 0,95 comme le montre la figure 4.14.



FIGURE 4.14:  $P_{max}/L_e$  moyens pour les matrices avec filler en fonction de la maniabilité

De même, lorsque les valeurs de  $P_{res}/L_e$  sont considérées, on constate que la fluidité de la matrice a également une influence sur la phase résiduelle (corrélation avec un coefficient de corrélation  $R^2$ égal à 0,97 comme le montre la figure 4.15).



FIGURE 4.15:  $P_{res}/L_e$  moyens (gauche) et  $K_{res}/L_e$  moyens (droite) pour les matrices avec filler en fonction de la maniabilité

Contrairement aux matrices sans filler avec une résistance mécanique élevée pour lesquelles les propriétés rhéologiques n'ont pas d'influence sur les propriétés mécaniques du composite, dans le cas de matrices avec une faible résistance mécanique, ces propriétés rhéologiques ont à la fois une influence significative sur la valeur du pic, qui est elle-même corrélée aux rigidités pré et post-pic, mais également sur la phase résiduelle. Afin de vérifier l'influence de la fluidité de la matrice sur les rigidités pré-pic et post-pic, le même type de corrélation est étudié pour ces paramètres et présenté en figure 4.16. Les valeurs  $K_{bond}/L_e$  et  $K_{debond}/L_e$  sont calculées et leur corrélation avec la maniabilité sont étudiées. On constate que, pour ces deux paramètres, les écarts types sont très importants et empêche de conclure sur une corrélation. La rigidité pré-pic, très peu corrélée à la maniabilité, semble donc bien davantage dépendre du fil, notamment du fil de la longueur libre des éprouvettes d'arrachement, que de son imprégnation.



FIGURE 4.16:  $K_{bond}/L_e$  moyens (gauche) et  $K_{debond}/L_e$  moyens (droite) pour les matrices avec filler en fonction de la maniabilité

#### 4.3.3 Influence de la fluidité dans le cas de l'ensemble des matrices

Lorsque toutes les matrices sont considérées, on constate que les mécanismes influençant le comportement mécanique des matrices sans filler et avec filler sont différents. En effet, concernant l'influence de la fluidité de la matrice sur les valeurs des paramètres mécaniques considérés, les figures 4.17, 4.18, 4.19, et 4.20 montrent que malgré des maniabilités dans des plages de valeurs comparables pour les matrices sans filler et avec filler, il n'y a pas de lien entre les moyennes des valeurs des paramètres mécaniques considérés et la fluidité pour les matrices sans filler. Seule la matrice M57-05 100C a un comportement qui s'approche de celui des matrices avec filler, elle est également la matrice dont la résistance mécanique est la plus faible parmi les matrices sans filler. Du fait du nombre élevé d'arrachement en mode 2 pour les matrices sans filler, les moyennes pour les valeurs des paramètres mécaniques ont également été effectuées sur uniquement les échantillons avec un mode d'arrachement 1. Cependant, les mêmes conclusions apparaissent que pour les moyennes réalisées en prenant en compte les échantillons avec un mode 2.



FIGURE 4.17:  $P_{max}/L_e$  moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité, à gauche moyenne sur tous les échantillons, à droite moyenne sur les échantillons avec arrachement mode 1



FIGURE 4.18:  $P_{res}/L_e$  moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité à gauche,  $K_{res}/L_e$  moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité à droite



FIGURE 4.19:  $K_{bond}/L_e$  moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité, à gauche moyenne sur tous les échantillons, à droite moyenne sur les échantillons avec arrachement mode 1


FIGURE 4.20:  $K_{debond}/L_e$  moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité, à gauche moyenne sur tous les échantillons, à droite moyenne sur les échantillons avec arrachement mode 1

Concernant la masse extraite (voir figure 4.21), il ne semble pas y avoir d'influence de la fluidité sur la masse extraite lorsque toutes les matrices sont considérées. Cela signifie que, contrairement aux paramètres mécaniques, la masse extraite ne semble pas dépendre uniquement de l'imprégnation du fil pour les matrices avec filler, pour lesquelles toutes les phases de l'essai d'arrachement y compris la phase résiduelle - sont liées à la fluidité de la matrice. Cela amène donc à deux hypothèses : soit la mesure de la masse extraite n'est pas pertinente, ce qui pourra être vérifié avec la méthode d'observation des échantillons au confocal, soit la masse extraite n'influence pas les propriétés mécaniques du composite, alors que la phase résiduelle dépend principalement de la force de friction, donc du glissement du fil dont la quantité est caractérisée par cette masse extraite.



FIGURE 4.21:  $M_{ext}/L_e$  moyens pour toutes les matrices en fonction de la maniabilité

#### 4.4 Conclusion

L'étude de l'influence des propriétés mécaniques et rhéologiques de la matrice sur le comportement à l'arrachement du composite fil / matrice montre donc tout d'abord que le comportement est différent selon la composition de la matrice mais également selon la longueur d'enrobage.

Pour les matrices sans filler, les propriétés mécaniques de la matrice semblent être le principal facteur influençant la résistance à l'arrachement ainsi que la résistance résiduelle à l'arrachement (et donc

globalement le comportement à l'arrachement dans son ensemble puisque les autres paramètres sont liés à ces deux résistances). Cependant, il est nécessaire de se demander si seules les propriétés mécaniques de la matrice sont responsables de cette tendance, alors que d'autres paramètres sont modifiés, par exemple la quantité d'adjuvant superplastifiant, dont il a été évoqué l'influence lors de l'étude de la pénétration des particules solides dans le fil (voire section 2.2.3).

Cette tendance n'est pas retrouvée pour les matrices avec filler, y compris lorsque seules les éprouvettes avec faible longueur d'enrobage sont considérées. En effet, avec une résistance divisée par 2 et par 6, avec respectivement 50 et 70% de filler calcaire en substitution du ciment, les résistances à l'arrachement et résistances résiduelles à l'arrachement obtenues sont du même ordre de grandeur que celles pour les éprouvettes sans filler.

En revanche, concernant la masse extraite, un même phénomène est observé pour les éprouvettes avec faible longueur d'enrobage, matrices avec et sans filler. Cette masse extraite diminue avec l'augmentation de la résistance de la matrice, ce qui est explicable par le fait que la présence d'une matrice plus dense au voisinage des filaments entraine une rupture des filaments et empêche leur glissement [78] [83].

Pour l'influence de la fluidité de la matrice, le comportement est encore une fois différent pour les matrices avec et sans filler. Les matrices avec filler présentent une corrélation entre leur fluidité et les résultats obtenus à l'arrachement, alors que ce n'est pas le cas pour les matrices sans filler. Cela peut s'expliquer par le fait que la fluidité a une influence réduite par rapport à l'influence forte de la résistance en compression de ces matrices sur les essais d'arrachement.

## Chapitre 5

# Caractérisation mécanique du composite par essais d'arrachement et de flexion

#### Contents

5.1	Introduction	6
5.2	Phase d'arrachement : paramètres pré-pic, pic et post-pic 14	7
	5.2.1 Etude de la rigidité pré-pic $K_{bond}$ et de son lien avec $P_{max}$	7
	5.2.2 Etude de la rigidité post-pic $K_{debond}$ et de son lien avec $P_{max}$ et $K_{bond}$ 15	<b>1</b>
	5.2.3 Etude de $\delta_1$ et $\delta_2$ , déplacements caractéristiques de la phase de rupture 15	3
5.3	Aire pré-pic et post-pic	6
<b>5.4</b>	Phase d'extraction : paramètres résiduels	7
	5.4.1 Caractérisation des paramètres résiduels	7
	5.4.2 Lien entre la phase de rupture et la phase résiduelle	8
5.5	Etude de la masse extraite et lien avec les paramètres mécaniques 15	9
5.6	Justification de la discrimination des éprouvettes endommagées 16	3
5.7	Description du comportement du fil à l'arrachement à partir des pa-	
	ramètres mécaniques 16	4
5.8	Arrachement par flexion 16	6
5.9	Conclusion	0

## 5.1 Introduction

Après avoir défini la procédure des essais d'arrachement et le traitement des résultats obtenus en chapitre 3 ainsi que l'influence des propriétés de la matrice sur les résultats des essais à l'arrachement en chapitre 4, les éprouvettes sont maintenant considérées individuellement afin de comprendre le mécanisme d'arrachement du fil et d'expliquer notamment la grande variabilité des résultats pour une même matrice avec une même longueur d'enrobage.

Pour cela, différentes pistes ont déjà été évoquées, notamment l'endommagement de la longueur libre [106], qui peut mener à des valeurs de charge maximale inférieures à celles attendues. Cependant, cette explication ne suffit pas à expliquer la disparité des résultats, également présente dans d'autres études [67] [75], y compris dans des études où la longueur libre est enrobée de résine epoxy afin d'éviter les disparités dues à celle-ci [12].

Afin donc de s'affranchir de ces disparités dues à des défauts lors de la fabrication ou à des phénomènes identifiés en interprétant les comportements atypiques à l'arrachement de certaines éprouvettes, les éprouvettes étant jugées non représentatives du comportement à l'arrachement (définies dans le chapitre 3) ne sont pas considérées dans l'étude suivante. Cette étude consiste donc à étudier les corrélations en discriminant les éprouvettes suivantes :

- Les éprouvettes présentant un endommagement mesuré physiquement, à travers la pesée des filaments endommagés;
- Les éprouvettes présentant une courbe de charge/déplacement pour l'essai à l'arrachement avec une forme atypique (forme très différentes de la figure 3.6)
- Les éprouvettes présentant un rapport  $K_{bond}/P_{max}$  élevé, notamment à cause d'une valeur de  $P_{max}$  faible par rapport à la valeur de  $K_{bond}$ , ce qui montre que pour une raison (endommagement de la longueur libre mal mesuré physiquement, présence d'une bulle d'air ou autre artéfact dans la longueur enrobée), la valeur de  $P_{max}$  atteinte n'est pas celle qui aurait dû être atteinte par l'éprouvette compte tenu qu'en principe, la charge maximale est liée à la rigidité pré-pic.

Ainsi, une étude des paramètres mécaniques est effectuée concernant les résultats à l'arrachement de chaque éprouvette. Le but de cette étude est de comprendre les liens entre ces différents paramètres mécaniques, pour pouvoir en déduire une hypothèse sur le mécanisme d'arrachement des filaments. Ainsi, par la suite, il sera possible de confronter ces hypothèses avec les observations microscopiques réalisées sur les éprouvettes après arrachement et présentées dans le chapitre 6. Cela permettra de déterminer les paramètres qui doivent être pris en compte dans une modélisation discutés dans le chapitre 7.

Ce chapitre se termine par une confrontation de certains résultats d'arrachement direct avec les résultats en arrachement indirect par flexion réalisés sur les mêmes éprouvettes, afin de pouvoir également caractériser l'influence du mode de test choisi sur les résultats.

#### 5.2 Phase d'arrachement : paramètres pré-pic, pic et post-pic





FIGURE 5.1:  $P_{max}$  en fonction  $K_{bond}$  pour toutes les éprouvettes testées

Si l'ensemble des éprouvettes testées est considéré indépendamment de la composition de la matrice et du mode de rupture, il est visible sur la figure 5.1 que  $P_{max}$  est corrélé à  $K_{bond}$ .

Il est intéressant de noter que la disposition des points désigne une limite basse (parallèle à la ligne de corrélation) particulièrement bien respectée. Ainsi, la valeur de  $P_{max}$  ne peut pas être plus faible qu'une certaine valeur limite pour un  $K_{bond}$  donné. Ceci confirme la méthode de discrimination des éprouvettes avec  $P_{max}$  particulièrement faible par rapport à  $K_{bond}$  évoquée dans le chapitre 3.

Afin d'étudier les paramètres influençant cette corrélation, différentes études plus détaillées sont menées : corrélation pour les matrices sans filler, pour chaque longueur d'enrobage considérée, et corrélation selon le mode de rupture également pour les matrices sans filler.



FIGURE 5.2:  $P_{max}$  en fonction de  $K_{bond}$  des matrices sans filler  $L_e = 1$  cm (à gauche) et  $L_e = 0.7$  cm (à droite)

Si les éprouvettes de chaque matrice sans filler sont considérées séparément (figures 5.2), il est notable que la corrélation énoncée précédemment est bien présente pour les deux longueurs d'enrobage considérées, pour toutes les matrices.

Cependant, pour la longueur d'enrobage  $L_e = 0.7$  cm, la corrélation entre  $P_{max}$  et  $K_{bond}$  est moins marquée et le phénomène s'accentue si la corrélation des éprouvettes de chaque matrice est considérée. Il est donc possible d'en déduire que les résultats pour les longueurs d'enrobage très faibles présentent une variabilité particulièrement importante puisque cette longueur d'enrobage faible entraîne une plus grande influence des effets de bord et autres disparités dans l'enrobage du fil sur les résultats mécaniques. Cela montre donc que les observations et les interprétations sur les plus grandes longueurs d'enrobage doivent être privilégiées.

Si les éprouvettes des matrices sans filler sont considérées selon leur mode de rupture (voir figure 5.3), il est visible que les éprouvettes avec un mode de rupture 1 présentent une corrélation plus marquée entre  $P_{max}$  et  $K_{bond}$  que les éprouvettes avec un mode 2. Cela est cohérent avec le fait que le mode 2 est bien basé sur le même mécanisme que la traction du fil, avec ici une traction du fil à différents degrés d'endommagement qui perturbent le lien entre la rigidité pré-pic et la charge maximale comme cela a été montré dans le chapitre 2. Cependant, les valeurs de  $K_{bond}$  sont du même ordre de grandeur pour les deux modes.

Il est donc possible d'établir que le mécanisme d'arrachement induit bien une corrélation entre les valeurs de la rigidité pré-pic et la charge maximale à la rupture.



FIGURE 5.3:  $P_{max}$  en fonction de  $K_{bond}$  mode 1 et mode 2 des matrices sans filler

Cela est d'ailleurs vérifié également pour les matrices avec filler (majorité de mode 1) comme le montre la figure 5.4. Cette corrélation entre  $K_{bond}$  et  $P_{max}$  est du même ordre que celle observée pour les matrices sans filler (voir figure 5.1).



FIGURE 5.4:  $P_{max}$  en fonction de  $K_{bond}$ ; matrices avec filler

Si l'ensemble des éprouvettes (mode 1 et mode 2, avec filler et sans filler, toutes longueurs d'enrobage) est considéré (figure 5.1), il est visible que tous les échantillons testés, quelque soit leur longueur d'enrobage, leur matrice ou leur mode de rupture, ont des valeurs de  $K_{bond}$  comprises entre 50 N/mm et 350 N/mm et que ces valeurs sont réparties de manière indépendante des propriétés de la matrice et des longueurs d'enrobage dans cet intervalle en liaison directe avec  $P_{max}$ .

D'après les conclusions obtenues lors de l'étude du comportement en traction du fil multifilamentaire de verre, il est possible d'émettre ici les hypothèses que : puisque la rigidité pré-pic est corrélée avec la charge maximale si l'ensemble des matrices est considéré, et que cette corrélation est inférieure dans le cas du mode 2, alors les valeurs de  $K_{bond}$  et de  $P_{max}$  dépendent principalement du nombre de filaments participant à l'effort mécanique mais aussi de la force du lien filaments/matrice. En effet, si tous les filaments participaient à l'effort mécanique, et que seul l'endommagement des filaments de la longueur libre avait une influence sur le comportement mécanique du composite, alors les valeurs de  $K_{bond}$  seraient très proches et non corrélées à celles de  $P_{max}$ . Ici, les valeurs de  $K_{bond}$  suivent celles de  $P_{max}$ , le nombre de filaments participant à l'effort mécanique du filaments dépend de l'imprégnation du fil (un filament peu imprégné participe peu puisqu'il n'y a que peu de force d'adhésion entre ce filament et la matrice) et de la force du lien filament/matrice (si ce lien est fort, alors la participation mécanique du filament sera plus importante).

Ce nombre de filaments sollicités mécaniquement peut varier de différentes façons : soit à cause de casses de filaments dans la phase de préparation, ce qui implique que le nombre de filaments participant à l'effort est inférieur lors de l'essai de traction, soit parce que des filaments ne sont pas assez ancrés dans la matrice, ou que ce lien est faible mécaniquement, pour entraîner une participation des filaments à l'effort mécanique en traction, et donc ces filaments glissent et l'effort apporté par ses filaments est différent d'un effort en traction pure, ce qui induit cette différence dans les valeurs de  $K_{bond}$ .

Cette hypothèse permet également d'expliquer et de préciser les causes de la corrélation entre la longueur d'enrobage  $L_e$  et les valeurs de  $K_{bond}$  et  $P_{max}$ , pour les matrices avec filler. En effet, la plus grande longueur d'enrobage entraîne une plus grande probabilité d'ancrage des filaments, donc plus de points d'ancrage des filaments pour une plus grande longueur d'enrobage. En conséquence,

il ya aura plus de filaments participant à l'effort mécanique.

En revanche, si chaque groupe de matrices est considéré, il est visible qu'il y a parfois une absence de corrélation entre les valeurs de  $K_{bond}$  et celles de  $P_{max}$ . Cette absence de corrélation peut être soit due au fait que les éprouvettes ont des  $P_{max}$  variés et des  $K_{bond}$  similaires, soit des  $K_{bond}$  variés et des  $P_{max}$  similaires.

Dans le premier cas, cela s'explique par la même hypothèse que celle faite pour expliquer les différences de comportement mécanique entre les fils sortis bobines et les fils après 28 jours d'immersion (traitement également subi par la longueur libre des éprouvettes) : la création de micro-défauts lors du collage des plaquettes et du test sur les fils réorganisés après immersion dans l'eau. Ainsi, les filaments sont au même nombre à être sollicités mécaniquement mais ces filaments sont moins résistants et donc les valeurs de  $P_{max}$  sont plus faibles.

Dans le deuxième cas, il convient d'étudier un exemple précis afin d'expliquer ce comportement : les éprouvettes de la matrice M57-10 100C. Pour cette matrice, les deux phénomènes évoqués précédemment sont particulièrement présents : des éprouvettes avec des valeurs de  $K_{bond}$  très proches et des valeurs de  $P_{max}$  très différentes, et des éprouvettes avec des valeurs de  $P_{max}$  très proches et des valeurs de  $K_{bond}$  très différentes. Le premier cas a déjà été expliqué. Si le second cas est considéré, cela concerne principalement les éprouvettes avec des valeurs de  $P_{max}$  comprises entre 140 et 170N pour lesquelles les valeurs de  $K_{bond}$  vont de 150N/mm à 300N/mm environ. Il est visible que les éprouvettes avec un mode 1 de rupture présentent toutes des valeurs de  $K_{bond}$  élevées par rapport à leurs valeurs de  $P_{max}$ , alors que pour les éprouvettes mode 2 certaines éprouvettes présentent un  $K_{bond}$  élevé et d'autres un  $K_{bond}$  plutôt faible. Il est donc possible d'en déduire que les différentes valeurs de  $K_{bond}$  pour un  $P_{max}$  proche sont obtenues selon le mode de rupture des filaments, puisque dans le mode 2 certaines éprouvettes peuvent présenter des filaments ayant effectué un glissement avant de rompre en traction. Cette proportion de filaments ayant effectué un glissement semble donc influencer les valeurs de  $K_{bond}$  obtenues mais pas les valeurs de  $P_{max}$ , ce qui semble logique puisque ces filaments ont une plus grande ondulation et peuvent bouger pour s'aligner pendant la mise en charge en traction. Ces filaments vont ensuite être bloqués et rompre en traction, tout comme ceux qui sont très imprégnés dans la matrice et qui n'ont pas glissé lors de la mise en charge. Ainsi, les valeurs de  $P_{max}$  sont logiquement similaires (même nombre de filaments qui participent mécaniquement) mais les valeurs de  $K_{bond}$  sont différentes du fait de l'imprégnation différente des filaments. Cela montre donc que, dans le mode 2, différents « sous-modes » peuvent être mis en évidence : ceux où une majorité de filaments s'alignent puis rompent (la valeur de  $K_{bond}$ sera alors élevée) et ceux où les filaments rompent directement (la valeur de  $K_{bond}$  sera donc faible).



5.2.2 Etude de la rigidité post-pic  $K_{debond}$  et de son lien avec  $P_{max}$  et  $K_{bond}$ 

FIGURE 5.5:  $P_{max}$  en fonction  $K_{debond}$  pour les éprouvettes toutes matrices



FIGURE 5.6:  $K_{bond}$  en fonction  $K_{debond}$  pour les éprouvettes toutes matrices

Les corrélations entre la rigidité post pic  $K_{debond}$  et  $P_{max}$  et entre la rigidité pré-pic  $K_{bond}$  et la rigidité post pic  $K_{debond}$  sont étudiées, pour toutes les matrices. Comme pour le lien entre  $P_{max}$  et  $K_{bond}$ , il y a un lien entre  $P_{max}$  et  $K_{debond}$ , pour toutes les longueurs d'enrobage et toutes les matrices considérées, avec et sans filler (comme cela est visible en figure 5.5). La corrélation entre  $K_{bond}$  et  $K_{debond}$  est en revanche faible (figure 5.6).

Contrairement à la corrélation entre  $P_{max}$  et  $K_{bond}$  pour les matrices sans filler, la corrélation est moins forte entre  $P_{max}$  et  $K_{debond}$  pour les éprouvettes Le=1cm que pour les éprouvettes  $L_e=0,7$ cm.

Cela peut s'expliquer par le fait qu'il y a plus d'éprouvettes en mode 1 pour  $L_e=0,7$ cm que pour  $L_e=1$ cm.

Afin de confirmer cette dernière hypothèse, la corrélation est étudiée selon le mode d'arrachement pour les éprouvettes sans filler. Si les éprouvettes avec un mode 1 et celles avec un mode 2 sont considérées séparément, il est visible que le comportement post-pic des éprouvettes est différent selon le mode de rupture (voir figure 5.8). Pour les éprouvettes mode 1, les valeurs de  $K_{debond}$ sont fortement corrélées aux valeurs de  $P_{max}$  ce qui indique que le phénomène qui influence  $P_{max}$ influence également la partie post-pic de la courbe. La même conclusion est possible pour les matrices avec filler, qui présentent la même corrélation et des valeurs dans la même gamme pour  $K_{debond}$ que les éprouvettes mode 1 matrices sans filler (figure 5.9), donc  $K_{debond}$ , de même que  $K_{bond}$ , est indépendante de la longueur d'enrobage et de la nature de la matrice.

En revanche, pour le mode 2, il n'y a pas que peu de corrélation entre les valeurs de  $P_{max}$  et les valeurs de  $K_{debond}$ . Cela indique que la partie post-pic n'est que peu influencée par la partie pré-pic. Les valeurs de  $K_{debond}$  pour le mode 2 sont très supérieures à celles pour le mode 1. Cela indique que la partie post-pic des courbes des éprouvettes de mode 2 est totalement dirigée par les ruptures de filaments, ces ruptures ont lieu à faible allongement du fil.

Le mode 1 présente des valeurs de  $K_{debond}$  plus faible que le mode 2, ce qui semble indiquer que les filaments pas ou peu imprégnés interviennent dans cette phase et que le glissement commence, ce qui diminue les valeurs de  $P_{max}$  et de  $K_{debond}$  par rapport au mode 2, pour lequel il n'y a pas de glissement.



FIGURE 5.7:  $P_{max}$  en fonction de  $K_{debond}$   $L_e=1$  cm (à gauche) et  $L_e=0,7$ cm (à droite); matrices sans filler



FIGURE 5.8:  $P_{max}$  en fonction de  $K_{debond}$  mode 1 et mode 2; matrices sans filler



FIGURE 5.9:  $P_{max}$  en fonction de  $K_{debond}$ , matrices avec filler

#### 5.2.3 Etude de $\delta_1$ et $\delta_2$ , déplacements caractéristiques de la phase de rupture

L'étude de  $\delta_1$  et  $\delta_2$  permet de vérifier et préciser les hypothèses proposées lors de l'étude de la rigidité pré pic  $K_{bond}$  et la rigidité post-pic  $K_{debond}$  et leur lien avec  $P_{max}$ .

Tout d'abord, une comparaison des valeurs de  $\delta_1$  et  $\delta_2$  pour chaque matrice considérée (voir figure 5.10) est intéressante puisqu'elle permet de caractériser l'élongation du fil au cours de la phase de mise en charge par rapport à la phase de descente en charge, et donc d'expliquer notamment pourquoi il n'y a pas de lien entre les rigidités pré-pic et post-pic.

Premièrement, il est visible que les éprouvettes avec 30% de ciment (30C) présentent des valeurs de

 $\delta_1$  et  $\delta_2$  très proches. Ces éprouvettes présentent une grande majorité de mode 1, et une matrice de faible résistance. Dans le cas de ces matrices, le déplacement nécessaire pour la mise en charge des filaments entre 50% de  $P_{max}$  et  $P_{max}$  et celui pour la décharge entre  $P_{max}$  et 50% de  $P_{max}$  est donc le même. Cela signifie que le glissement des filaments en phase post-pic est similaire à l'élongation des filaments en phase pré-pic, donc il peut être avancé l'hypothèse que les filaments, lors de leur mise en charge, amorce un phénomène de glissement qui se poursuit en phase post-pic, ce qui serait possible puisque les matrices considérées ici sont de faible résistance mécanique, permettant un glissement précoce des filaments.

Au contraire, la matrice M57-00 100C et les matrices avec 50% de ciment (50C) présentent un  $\delta_2$  moyen supérieur au  $\delta_1$ , ce qui montre un glissement très important des filaments en phase post-pic pour ces matrices, supérieur à l'élongation et l'alignement des filaments en phase pré-pic.

Les matrices M48-20 100C, M41-20 100C et M41-30 100C, qui présentent une majorité de mode 2 et une résistance mécanique élevée, présentent des valeurs de  $\delta_1$  supérieures aux valeurs de  $\delta_2$ . Cela s'explique par le fait que les filaments ne peuvent pas glisser dans ces matrices, ainsi l'élongation des filaments ne se fait qu'en phase pré-pic, en fonction de leur capacité d'allongement et de leur ondulation respectives, et les filaments rompent en phase post-pic, sans glissement.

Cette première comparaison indique bien que le phénomène de glissement commence à intervenir avant la phase résiduelle, lors de la phase post-pic, puisque l'action des filaments non imprégnés qui glissent explique les valeurs élevées de delta 2, en plus des valeurs de  $P_{max}$  et  $K_{debond}$  inférieures pour le mode 1.

Si les valeurs de  $\delta_1$  sont comparées entre elles pour toutes les matrices, il est visible qu'elles sont toutes du même ordre de grandeur sauf pour les éprouvettes présentant un mode de rupture 1, qui présentent un  $\delta_1$  supérieur, notamment les éprouvettes avec filler. Avec l'effet combiné d'une plus grande longueur de fil à aligner, d'une élongation maximale supérieure et d'un glissement de certains filaments pouvant intervenir dès la phase pré-pic, ces valeurs supérieures s'expliquent.

Si les valeurs de  $\delta_2$  sont comparées entre elles pour toutes les matrices, il est cette fois-ci bien visible que les matrices avec une majorité de mode 1 présentent des valeurs de  $\delta_2$  supérieures. Cela montre bien que le phénomène de glissement influence majoritairement la phase post-pic.

Afin de préciser l'influence de la longueur d'enrobage sur ces valeurs de  $\delta$ , les différentes longueurs d'enrobage pour la matrice M57-00 30C sont considérées séparément (figure 5.11). Il est visible que la longueur d'enrobage n'a pas d'influence significative sur les valeurs de  $\delta_1$  et  $\delta_2$  puisqu'aucune tendance en fonction de Le ne peut être détectée. Il est juste notable que les éprouvettes  $L_e = 4$  cm présentent les valeurs de  $\delta_1$  et  $\delta_2$  les plus élevées.

Il semble donc que c'est principalement le mode de rupture et donc les propriétés de la matrice qui influence les valeurs de  $\delta_1$  et  $\delta_2$ . Les éprouvettes avec un mode 1 présentent une phase post-pic plus ductile que les éprouvettes mode 2, ce qui renforce la conclusion que les matrices à faible résistance permettent d'exploiter davantage les propriétés ductiles du fil enrobé dans la matrice cimentaire.



FIGURE 5.10:  $\delta_1$  et  $\delta_2$  moyens pour chaque matrice considérée



FIGURE 5.11:  $\delta_1$  et  $\delta_2$  moyens pour différentes  $L_e\,;$  matrice M57-00 30C

#### 5.3 Aire pré-pic et post-pic



FIGURE 5.12:  $P_{max}$  en fonction de l'aire pré-pic; toutes matrices



FIGURE 5.13:  $P_{max}$  en fonction de l'aire post-pic; toutes matrices

Les aires pré-pic sont fortement corrélées à  $P_{max}$ , comme le montrent la figure 5.12. Les aires post-pic (figure 5.13) sont moins fortement corrélées à  $P_{max}$ , à cause de la plus grande variabilité du comportement post-pic lors des essais d'arrachement, avec notamment un arrachement ou une rupture en traction d'une quantité plus ou moins importante de filaments.

Il est visible que, pour l'aire pré-pic, soit l'énergie de la partie pré-pic, la matrice n'a pas d'influence puisque les énergies sont similaires et réparties sur la droite de corrélation aléatoirement. Seule la corrélation entre  $P_{max}$  et cette aire est notable. En revanche, pour l'aire post-pic, soit l'énergie post-pic, il est visible que les matrices avec filler, c'est à dire avec une longueur d'enrobage supérieure et une résistance inférieure, présentent des aire post-pic supérieures à celles des éprouvettes précédemment évoquées.

30

25

20

15

10

5

0

0

#### 5.4Phase d'extraction : paramètres résiduels

#### $R^2 = 0.8937$ 18 16 $R^2 = 0.9931$ 14 12 en N P<sub>res</sub> en N 10 8 $\mathsf{P}_{\mathrm{res}}$ 6 4 2 0 -0.5 0 -7 -6 -5 -4 -3 -2 -1 -3 -2.5 -2 -1.5 -1 K<sub>res</sub> en N/mm K<sub>res</sub> en N/mm • M57-00 100C Le=0,7 • M57-10 100C Le=0,7 • M41-30 100C Le=0,7 • M57-00 100C Le=1 • M41-20 100C Le=1

#### Caractérisation des paramètres résiduels 5.4.1

FIGURE 5.14:  $K_{res}$  en fonction de  $P_{res}$ ;  $L_e=1$ cm (à gauche) et  $L_e=0,7$ cm (à droite); matrices sans filler

Les paramètres résiduels  $K_{res}$  et  $P_{res}$  sont corrélés entre eux pour les matrices sans filler calcaire pour les deux longueurs d'enrobage considérées (figure 5.14) et celles avec filler calcaire (figure 5.15). Cette corrélation montre que le même mécanisme influe sur toute l'extraction des filaments le long de la longueur d'enrobage. Cela permet également de montrer que, pour les éprouvettes qui ne respectent pas cette corrélation, un événement perturbateur a eu lieu lors de l'extraction (notamment un détachement d'un morceau de matrice qui a pu bloquer l'extraction des filaments).



FIGURE 5.15:  $K_{res}$  en fonction de  $P_{res}$ ; matrices avec filler

5.4.2 Lien entre la phase de rupture et la phase résiduelle



FIGURE 5.16:  $P_{max}$  en fonction de  $P_{res}$  pour les éprouvettes mode 1 toutes matrices toutes  $L_e$  (à gauche) et toutes matrices faibles  $L_e$  (à droite)

Les paramètres de la phase de rupture ne sont pas corrélés avec les paramètres de la phase résiduelle. En effet, lorsque toutes les matrices avec toutes les longueurs d'enrobage sont considérées (figure 5.16 gauche), il semble qu'il y a un lien entre la charge maximale et la charge résiduelle. Cependant, l'étude de cette corrélation uniquement pour les éprouvettes avec faible longueur d'enrobage (figure 5.16 droite) montre que ce lien est dû au fait que ces deux paramètres mécaniques sont tous les deux influencés par la longueur d'enrobage, mais ils ne sont pas corrélés entre eux. De même, il n'existe pas de lien entre  $K_{debond}$  et les paramètres de la phase résiduelle  $K_{res}$  et  $P_{res}$ .

Il est donc possible d'en déduire que la phase résiduelle post-pic est uniquement liée à l'extraction des filaments et non aux ruptures de filaments. Ce constat s'explique par le fait que, lors de l'arrachement, les liaisons filaments/matrices sont dues à un phénomène d'adhésion et de friction, tandis que la partie post-pic résiduelle dépend uniquement des liaisons interfilamentaires et donc de la

# 5.5 Etude de la masse extraite et lien avec les paramètres mécaniques

Pour chaque éprouvette dont la rupture est de mode 1, la masse extraite est mesurée. Notée  $M_{ext}$ , elle correspond à la masse de la longueur de fil extraite de la longueur d'enrobage lors de l'essai d'arrachement. Cette masse est mesurée en éliminant la longueur libre du fil et en la pesant sur une balance de précision.

 $M_{ext}$  est ensuite divisée par la longueur d'enrobage  $L_e$ , afin d'avoir une mesure de la masse de fil extraite par unité de longueur et ainsi pouvoir comparer ce paramètre pour les éprouvettes avec différentes longueurs d'enrobage.

Les valeurs de  $M_{ext}/L_e$  sont ensuite comparées aux valeurs des paramètres mécaniques calculés sur les courbes charge/déplacement des essais d'arrachement.

La masse extraite est la seule mesure qui permet d'avoir une indication sur la quantité de filaments qui présentent un glissement suivi d'une rupture dans la zone d'ancrage. C'est également la seule mesure indépendante de l'état des lieux après arrachement.



FIGURE 5.17:  $P_{max}$  en fonction de  $M_{ext}/L_e$  pour les éprouvettes mode 1 sans filler

Cette tendance sur la relation entre  $P_{max}$  et la masse de fil extraite ne se retrouve cependant pas pour les essais d'arrachement sur les éprouvettes avec filler. En effet, si les éprouvettes de la matrice M57-00 30C sont considérées, il est visible en figure 5.18 que des corrélations existent si les différentes longueurs d'enrobage sont considérées séparément, et elles montrent que dans le cas de ces éprouvettes, les valeurs de  $P_{max}$  augmentent avec l'augmentation de  $M_{ext}/L_e$ . Cela s'explique par le fait que, pour les matrices avec une plus faible résistance à la compression, le mécanisme d'arrachement est différent : la rupture des liaisons filaments/matrice se fait plus facilement (ce qui est confirmé par le fait que la masse extraite pour ces matrice est corrélée avec la résistance en compression des éprouvettes, voir chapitre 4), et que donc la masse extraite est supérieure par rapport à celle pour les matrices sans filler, et proportionnelle aux valeurs de  $P_{max}$ . Il faut cependant nuancer puisque cette proportionnalité ne se retrouve pas pour toutes les valeurs de Le étudiées. En effet, pour Le=4cm, la corrélation est inversée, mais le nombre réduit d'éprouvettes et leurs valeurs de  $P_{max}$  et  $M_{ext}/Le$  très proches peuvent expliquer cette différence.

Lorsque toutes les éprouvettes mode 1 matrices avec filler sont considérées, cees corrélations disparaissent. En effet, ces autres matrices n'ont en majorité été testées que pour les longueurs d'enrobage  $L_e = 2$  cm et  $L_e = 4$  cm. Pour  $L_e = 2$  cm M48-00 30C, il n'y a pas de corrélation claire entre  $P_{max}$ et  $M_{ext}/L_e$ . Pour  $L_e = 4$  cm, matrices M48-00 30C et M41-00 30C, les corrélations sont similaires à celles pour la matrice M57-00 30C  $L_e = 4$ cm, donc inversées par rapport à la tendance des autres éprouvettes mais cette inversion a lieu dans une plage de valeurs limitée comparativement aux autres longueurs d'enrobage (voir figure 5.19).

Les valeurs de  $M_{ext}/L_e$  ont été également corrélées au  $P_{res}$  (figures 5.20). Il est visible que les éprouvettes sans filler ne présentent pas de corrélation entre  $P_{res}$  et la masse de fil extraite.

En revanche, pour les éprouvettes avec filler, la même tendance que pour la corrélation entre  $P_{max}$  et  $M_{ext}$  est trouvée, comme le montre la figure 5.21, qui présente les corrélations entre  $P_{res}$  et  $M_{ext}$  pour chaque longueur d'enrobage matrice M57-00 30C. Il est visible que, pour toutes les longueurs d'enrobage sauf Le=4cm, plus la masse extraite est importante, plus les valeurs de  $P_{res}$  sont importantes.

En conclusion, il est clair que le mécanisme de rupture des éprouvettes est différent pour les éprouvettes avec filler et celles matrices sans filler. Pour les matrices sans filler, plus la masse extraite est importante, plus les valeurs de  $P_{max}$  sont faibles, et les valeurs de  $P_{res}$  sont indépendantes de cette masse extraite. Cela permet de faire l'hypothèse du comportement suivant : les filaments ancrés le sont dans une matrice dense et difficile à rompre, donc la charge à la rupture des filaments est atteinte avant la rupture du lien filaments/matrice, et ils vont rompre. Sont extraits les filaments non ancrés qui participent peu à l'effort et quelques filaments qui étaient peu ancrés. La charge maximale à la rupture des filaments. Une masse extraite plus faible induit un plus grand nombre de filaments rompus, donc de filaments qui étaient fortement ancrés dans la matrice. Ce sont donc ces filaments et leur charge à la rupture qui déterminent la charge maximale à la rupture de l'arrachement. En revanche, pour la phase résiduelle, les mécanismes qui rentrent en jeu sont différents et ne sont pas liés aux mécanismes déterminants la charge maximale.

Pour les éprouvettes avec filler, les masses extraites sont globalement supérieures à celles pour les éprouvettes sans filler, et il faut différencier les différentes longueurs d'enrobage testées pour voir apparaître des corrélations. Pour cette raison, dans un premier temps, seules les éprouvettes de la matrice M57-00 30C sont étudiées, et il est visible que pour cette matrice les corrélations sont les mêmes pour toutes les longueurs d'enrobage sauf pour  $L_e = 4$  cm dont la plage des valeurs reste limitée. En effet, pour chaque longueur d'enrobage, plus la masse extraite est importante, plus les valeurs de  $P_{max}$  le sont également. Cela s'explique par le fait que ces matrices présentent une résistance en compression plus faible, et donc les filaments se détachent plus facilement de la matrice et sont extraits en plus grosse quantité, même si, vu la faible résistance de la matrice, un nombre tout de même important de filaments restent ancrés et sont rompus. La charge nécessaire à rompre les liaisons filaments/matrice et à rompre les filaments fortement ancrés explique ces valeurs de  $P_{max}$  qui augmentent avec la masse extraite. Cependant, le mécanisme pour la phase résiduelle est le même que pour les éprouvettes sans filler.

En conséquence, pour les matrices sans filler,  $P_{max}$  est dépendant d'une zone de quelques millimètres proche de la surface, puisqu'il est principalement dépendant des filaments fortement ancrés et que ces filaments rompent la surface, et  $P_{res}$  du reste de la longueur d'enrobage. Pour les matrices avec filler,  $P_{max}$  et  $P_{res}$  dépendent tous deux de la longueur d'enrobage, ce qui a également été montré dans l'étude de l'influence de cette longueur d'enrobage, et ce qui se confirme maintenant avec l'étude de l'influence de la masse extraite.



FIGURE 5.18:  $P_{max}$  en fonction de la masse extraite après arrachement, différentes  $L_e\,;$  matrice M57-00 $30\mathrm{C}$ 



FIGURE 5.19:  $P_{max}$  en fonction de la masse extraite après arrachement,  $L_e$ =4cm; matrices M57-00 30C, M48-00 30C et M41-00 30C



FIGURE 5.20:  $P_{res}$  en fonction de la masse extraite après arrachement, matrices sans filler



FIGURE 5.21:  $P_{res}$  en fonction de la masse extraite après arrachement, différentes  $L_e\,;$  matrice M57-00 $30\mathrm{C}$ 

#### 5.6 Justification de la discrimination des éprouvettes endommagées

Afin de préciser les choses sur les mécanismes qui influencent les différentes phases du comportement à l'arrachement, les différentes corrélations présentées dans les sections précédentes ont été étudiées en excluant différents types d'éprouvettes, c'est-à-dire que les éprouvettes avec un rapport  $K_{bond}/P_{max}$  élevé, celles qui présentent une forme atypique de courbe charge/déplacement (différentes d'une forme caractéristique en cloche) et celles dont la longueur libre était trop endommagée ont été retirées dans la corrélation. Cependant, celles qui présentent des valeurs de  $K_{bond}$ faibles par rapport à leur valeur de  $P_{max}$  ont été gardées. En effectuant ce tri, des éprouvettes du mode 1 et du mode 2 ont été retirées. Cependant, il est nécessaire de justifier ces exclusions des éprouvettes en étudiant les corrélations avec l'ensemble des éprouvettes.

En incluant donc ces éprouvettes pour les raisons énoncées ci-dessus, les corrélations établies précédemment sont modifiées pour certaines. En effet, si la corrélation entre  $K_{bond}$  et  $P_{max}$  n'est pas modifiée, celle entre  $K_{debond}$  et  $P_{max}$  est diminuée, notamment pour les éprouvettes avec un mode 2 (voir figure 5.22). Cela s'explique par le fait que les éprouvettes présentant des valeurs élevées de  $K_{bond}/P_{max}$  sont des éprouvettes avec des filaments présentant des micro-défauts, ce qui conduit à une rigidité post-pic élevée par rapport au  $P_{max}$  obtenu. En effet, ces filaments vont rompre pour un déplacement et une charge inférieure à celle pour laquelle les filaments sans micro-défauts auraient rompu, ce qui explique cette rigidité post-pic plus élevée et donc non corrélée avec les valeurs de  $P_{max}$ .



FIGURE 5.22:  $P_{max}$  en fonction de  $K_{debond}$ , toutes les éprouvettes sans filler

De plus, une corrélation entre  $P_{res}$  et  $P_{max}$  semble apparaître, même si seules les éprouvettes avec faibles longueurs d'enrobage sont considérées (voir figure 5.23). Pour les éprouvettes avec longueurs d'enrobage élevée, la corrélation entre  $P_{res}$  et  $P_{max}$  tient plus du fait que ces deux paramètres sont influencés par la longueur d'enrobage. En effet, pour ces longueurs d'enrobage importantes, plus la longueur d'enrobage est élevée, et plus les valeurs de  $P_{res}$  et  $P_{max}$  sont élevées.



FIGURE 5.23:  $P_{max}$  en fonction de  $P_{res}$ , toutes les éprouvettes sans filler

Un autre point important est que la corrélation apparue entre la masse extraite  $M_{ext}$  et  $P_{max}$ pour les matrices sans filler disparaît totalement lorsque toutes les éprouvettes sont considérées. Pourtant, cette corrélation est compatible avec les autres résultats obtenus, puisque un nombre de fils imprégnés plus important devrait entraîner une masse extraite plus faible et donc plus de filaments capables de supporter la charge avant de rompre ou d'être extraits.

Cette analyse des résultats permet donc de justifier l'exclusion d'un certain nombre d'éprouvettes dans l'étude du lien entre les paramètres mécaniques considérés et le comportement global du fil à l'arrachement.

## 5.7 Description du comportement du fil à l'arrachement à partir des paramètres mécaniques

Grâce à l'étude des paramètres mécaniques calculés sur les courbes de charge/déplacement des essais d'arrachement des différentes matrices, il est possible de faire une première description du comportement à l'arrachement du fil continu multifilamentaire de verre.

Comme vu pour les essais de traction du fil simple, les filaments sont mis en charge progressivement au début de l'essai, selon leur longueur libre. Il faut remarquer que la rigidité de mise en charge est supérieure dans le cas de la traction du fil (y compris pour le fil avec le même traitement que celui pour la longueur libre des éprouvettes, à savoir une immersion de 28 jours dans l'eau et talons collés après cette immersion) que dans le cas des éprouvettes, alors que la longueur libre de fil est la même dans le cas de la traction et dans celui de l'arrachement. Si les filaments étaient tous non endommagés et complètement imprégnés par la matrice dans le mode de rupture 2 (la partie enrobée réagissant alors exactement comme la longueur de fil prise dans un talon epoxy), alors la courbe charge/déplacement des éprouvettes avec mode de rupture 2 serait identique à celle de l'essai de traction, notamment la ridigité pré pic qui dépend de la mise en charge des filaments.

Ici ce n'est pas le cas, la rigidité pré pic est dans tous les cas inférieure dans le cas d'un arrachement que dans le cas d'une traction, il faut donc en déduire que la mise en charge concerne aussi une partie de la longueur enrobée des filaments. Cependant, cette longueur est très réduite puisque les valeurs de  $K_{bond}$  ne dépendent pas de la longueur d'enrobage. Cela signifie que seuls les premiers millimètres de la longueur enrobée ont une influence sur cette mise en charge. De plus, les valeurs inférieures de  $K_{bond}$  viennent principalement de l'endommagement des filaments, comme cela a été montré précédemment.

Il est donc possible de conclure que le mode 2 est bien très similaire à une traction de fil, ce qui avait été déjà pressenti dans le chapitre 3 avec cependant un mécanisme un peu différent puisque la rupture est localisée au niveau de l'interface  $L_f/L_e$  et dans les premiers millimètres de la longueur d'enrobage. Cela explique également que pour ce mode de rupture, la ductilité à l'arrachement du fil est faible, ce qui conduit à des valeurs élevées de rigidité post-pic et faibles de  $\delta_2$ .

Pour le mode 1, le mécanisme n'est pas celui de la traction du fil mais bien celui de l'arrachement, ce qui est visible physiquement puisque des filaments sont extraits sur toute la longueur d'enrobage laissant un trou sur la face sciée des éprouvettes, mais également sur les courbes charge/déplacement, caractérisées par l'apparition de la phase résiduelle, des valeurs supérieures de  $\delta_2$  et des valeurs inférieures de la rigidité post pic  $K_{debond}$ .

Pour la phase pré-pic, le comportement des éprouvettes du mode 1 est assez similaire à celui des éprouvettes mode 2, puisque les valeurs de  $K_{bond}$  pour toutes les éprouvettes évoluent dans la même plage de valeurs et sont directement liées à  $P_{max}$  quel que soit le mode.

En effet, quels que soient la matrice, la longueur d'enrobage et le mode de rupture, les valeurs de  $P_{max}$  sont fortement corrélées aux valeurs de  $K_{bond}$ . Cela indique que la rigidité de mise en charge des filaments a une influence directe sur la valeur de charge maximum à l'arrachement lorsque les éprouvettes ne sont pas sérieusement endommagées.

Cependant, il faut nuancer les propos précédents puisque cette corrélation est particulièrement forte pour les éprouvettes présentant un mode de rupture 1. Cela indique que, pour les éprouvettes présentant un mode 2, les valeurs de  $P_{max}$  sont également influencées par un autre phénomène : les ruptures des filaments les plus endommagés et les plus alignés au début du test, qui semblent localisées au niveau de l'extrémité chargée de l'éprouvette, et former un cône de rupture sur quelques millimètres de la longueur enrobée.

Dans le cas du mode 1, la rigidité de mise en charge détermine de façon forte la valeur de  $P_{max}$  obtenue. Le glissement des filaments ne semble donc pas avoir une influence significative dans cette phase, ce qui est confirmé par des valeurs de  $\delta_1$  du même ordre pour les éprouvettes de mode 2. La différence réside donc plus dans le fait que les filaments sont sollicités dans toute la longueur d'enrobage.

Cela semble donc indiquer que les filaments peu imprégnés n'ont pas une grande influence sur la mise en charge, ou du moins que leur mécanisme de mise en charge est le même que celui des filaments plus imprégnés.

Il est visible également qu'il y a un lien entre les valeurs de  $P_{max}$  et de  $K_{debond}$  pour toutes les éprouvettes (mode 1 et mode 2). La phase post-pic et le pic sont donc influencés par un phénomène commun. Cependant, ce phénomène n'intervenait pas dans la phase pré-pic, puisqu'il n'existe pas de corrélation entre les paramètres  $K_{bond}$  et  $K_{debond}$ . Puisque  $K_{bond}$  dépend de la mise en charge et de l'élongation des filaments, alors que  $K_{debond}$  dépend de la rupture successive des filaments et de leur glissement, il est possible d'en déduire que la valeur de  $P_{max}$  dépend à la fois de cette élongation et de ces ruptures. La corrélation supérieure entre les valeurs de  $P_{max}$  et de  $K_{debond}$  pour les éprouvettes avec un mode de rupture en mode 1 que pour les éprouvettes avec un mode de rupture en mode 1, montrent que la phase post-pic est très différentes entre le mode 1 et le mode 2. Comme il est connu que la phase post-pic se caractérise principalement par la rupture successive des filaments dans le mode 2, la ductilité supérieure de la phase post pic dans le cas d'un mode 1 ne peut être imputée qu'au phénomène de glissement des filaments induit par la rupture des liens filaments/matrice, qui, couplée à des ruptures de filaments, influence significativement la charge maximale et la phase post-pic.

La phase résiduelle ne dépend que de l'extraction pure des filaments, c'est à dire de la friction lors de cette extraction entre les filaments et la matrice. Lors de cette phase, les liens filaments/matrice sont tous déjà détruits. Cela est confirmé par le fait que les paramètres de la phase résiduelle ne sont que peu corrélés avec les autres paramètres mécaniques considérés. Seules la rigidité résiduelle et la charge résiduelle sont corrélées entre elles.

Concernant l'influence de la longueur d'enrobage et de la matrice, il a déjà été évoqué dans les chapitres 3 et 4 que ces deux paramètres ont une influence significative sur la phase de rupture (notamment sur la charge maximale) mais également une influence moindre sur la phase résiduelle. En utilisant l'étude des paramètres mécaniques et notamment l'étude de la masse extraite, il est possible de préciser les différents mécanismes induits par les longueurs d'enrobage supérieures et les matrices à plus faible résistance. En effet, il a été déterminé que, pour les matrices sans filler, la masse extraite est inversement proportionnelle aux valeurs de charge maximale et n'a pas de lien avec la charge résiduelle. Pour les matrices avec filler, pour les longueurs d'enrobage supérieures à 1 cm mais également pour les éprouvettes avec une longueur d'enrobage 1 cm, la masse extraite est proportionnelle à la charge maximale mais également à la charge résiduelle. Pour les matrices sans filler, le mécanisme est donc le suivant : les filaments les plus imprégnés sont les plus sollicités et ils déterminent le comportement de la phase de rupture. Une majorité des filaments vont ainsi rompre et les filaments non rompus glissent et sont extraits. Au contraire, pour les matrices avec filler, les liens filaments / matrice sont faibles, et ils vont rompre ce qui entraînent le glissement des filaments.

Ce mécanisme à l'arrachement est davantage détaillé, pour les deux types de matrices, dans le chapitre 7, avec en complément les conclusions effectuées suite aux observations exposées au chapitre 6 qui permettent de préciser ce mécanisme.

#### 5.8 Arrachement par flexion

Afin de vérifier l'exactitude et la fiabilité des essais d'arrachement réalisés, et d'avoir une deuxième approche de caractérisation des éprouvettes déjà testées en arrachement direct, des arrachements par flexion sont également réalisés.

L'intérêt de cet essai d'arrachement par flexion est aussi qu'il permet de s'affranchir de l'influence des propriétés de la longueur libre sur les résultats d'arrachement, et notamment de la variabilité due à son endommagement.

Les éprouvettes utilisées pour ces essais de flexion sont les parties d'éprouvettes restantes après sciage des extrémités pour obtenir les éprouvettes d'arrachement direct. Ainsi, les éprouvettes de flexion et d'arrachement direct proviennent des mêmes éprouvettes 4x4x16. Les fils sont donc placés approximativement au centre de la section carrée de l'éprouvette. Les matrices testées sont M57-00 100C (3 éprouvettes), M57-05 100C (6 éprouvettes), M57-10 100C (3 éprouvettes), M48-20 100C (3 éprouvettes), M48-20 100C (3 éprouvettes), M41-20 100C (3 éprouvettes) et M41-30 100C (6 éprouvettes).

Les essais de flexion sont des essais de flexion 3 points réalisés sur la même presse que les essais d'arrachement direct, à une vitesse de déplacement de 1 mm/min. La distance entre les deux appuis est 10 cm.

Les courbes de flexion obtenues, dont un exemple typique est donné sur la figure 5.24, présentent une phase de mise en charge, plus ou moins lisse selon les aspérités sur les appuis de l'éprouvette, les pics avant le pic principal sont donc des artéfacts. Ensuite, la mise en charge intervient, avec une pente ascendante jusqu'à un pic à environ 40000/45000 N correspondant à la rupture de la matrice. Ensuite, une fois qu'il y a rupture de la matrice, la charge diminue brutalement, avant que le fil ne reprennent la charge aux alentours de 500N. Ensuite, c'est la résistance du fil et de son lien avec la matrice qui entre en jeu, et la charge augmente en pente douce jusqu'à atteindre une valeur maximale. A partir de là, le fil est rompu ou extrait d'un ou des deux morceaux de l'éprouvette, mais généralement d'un seul côté. Un phénomène de stick-slip peut ainsi apparaître, qui se caractérise par des dents de scie dans cette zone sur les courbes charge/déplacement obtenues. Lorsqu'il n'y a pas ou peu de fil extrait, la rupture est considérée en mode 2, et lorsque le fil est extrait d'un ou des deux côtés, la rupture est considérée en mode 1, par analogie avec les modes définis pour l'arrachement direct.



FIGURE 5.24: Courbe type pour la flexion et paramètres mécaniques calculés sur cette courbe; éprouvette M57-05 100C

Sur les courbes charge/déplacement obtenues, différents paramètres mécaniques sont calculés (figure 5.24) :

- $P_{maxmatrice}$  : charge maximale à la rupture de la matrice, équivalent à la résistance en flexion de la matrice
- $P_{minfil}$  : charge où le fil entre en jeu, qui reprend les efforts
- $P_{maxfil}$ : charge maximale reprise par le fil avant sa rupture ou son extraction
- $-\Delta P_{fil}$ : différence entre  $P_{maxfil}$  et  $P_{minfil}$

De plus, pour chaque morceau d'éprouvette, la longueur de fil extraite est mesurée. Les résultats sont résumés dans le tableau 5.1.

Le calcul de  $\Delta P_{fil}$  permet de quantifier la charge maximale reprise par le fil. En effet, s'il est considéré que le fil ne travaille pas en traction avant la rupture de la matrice, alors il commence à être sollicité au point calculé  $P_{minfil}$ . Par la suite, le fil prend les efforts jusqu'au point  $P_{maxfil}$ . Cela signifie donc que la charge reprise réellement par le fil est la différence entre ces deux points. En conséquence, les études suivantes sont principalement concentrées sur ce paramètre, et ses liens avec les paramètres obtenus pour l'arrachement direct et les propriétés des matrices utilisées.

Pour les matrices considérées, lorsque 3 éprouvettes sont testées, il s'agit des éprouvettes  $4^*4^*16$  qui ont été utilisées pour obtenir les éprouvettes pour l'arrachement avec Le= 0,7 cm. Pour les matrices M57-05 100C et M41-30 100C, les éprouvettes  $4^*4^*16$  utilisées pour les éprouvettes d'arrachement Le= 1 cm et Le= 0,7 cm sont testées.

Matrice	Nombre de	Nombre de	Résistance en compression	P <sub>maxmatrice</sub>	$\Delta P_{fil}$
	mode 1	mode 2	avec fil (MPa)	moyen	moyen
M57-00 100C	3	0	$9.2 \pm 0.4$	$3945 \pm 155$	$403 \pm 222$
M57-05 100C	6	0	$8.9 \pm 0.3$	$3803 \pm 131$	$460 \pm 127$
M57-10 100C	1	2	$8.9 \pm 0.4$	$3810\pm191$	$395 \pm 217$
M48-20 100C	1	2	$9.6 \pm 1.3$	$4087\pm560$	$314 \pm 21$
M41-20 100C	2	1	$10.2\pm0.7$	$4344 \pm 290$	$277 \pm 137$
M41-30 100C	6	0	$10.3\pm0.7$	$4404 \pm 310$	$218 \pm 49$

Tableau 5.1: Résultats obtenus aux essais de flexion des éprouvettes; matrice sans filler

La comparaison de la résistance en flexion des éprouvettes avec ou sans fil est présentée en figure 5.25, il est bien visible que la résistance de la matrice M41-30 100C est supérieure à celle mesurée pour les éprouvettes sans fil.

Il faut noter que les valeurs de charge maximale en flexion pour la matrice avec fil sont très proches de celles obtenues pour le test des éprouvettes en flexion sans fil, sauf pour la matrice M41-30 100C. En effet, il avait été noté que pour cette matrice, les valeurs obtenues pour la résistance en compression et en flexion étaient faibles au vu de sa composition et en comparaison avec les résultats obtenus pour les autres matrices sur les mêmes tests. Cette deuxième mesure, avec fil au centre de la matrice qui n'influence pas la rupture de la matrice en flexion, montre donc que cette mesure était trop basse.

En ce qui concerne la contribution du fil au comportement mécanique en flexion des éprouvettes, la première constatation porte sur le nombre de rupture en mode 1 et le nombre de rupture en mode 2, selon chaque matrice.

Certaines matrices donnent des résultats compatibles avec l'arrachement direct (par exemple les matrices M57-00 100C et M57-05 100C qui présentent une majorité de rupture en mode 1 ou la matrice M48-20 100C qui présente une majorité de rupture en mode 2). D'autres au contraire présentent des résultats inverses (par exemple la matrice M41-30 100C qui présente une grande majorité de rupture en mode 1 pour l'arrachement par flexion et une majorité de rupture en mode 2 pour l'arrachement direct).

En conséquence, le lien entre le glissement suivi de l'extraction des filaments (soit un mode de rupture 1) et un rapport E/C élevé couplé à des résistances mécaniques faibles des matrices est ici remis en cause avec notamment les éprouvettes de la matrice M41-30 100C. Certainement la rupture fragile de la matrice cimentaire engendre un choc dynamique sur le fil qui doit rompre plusieurs liaisons entre filaments et matrice et ceci d'autant plus que la matrice est rigide, conduisant à une augmentation des possibilités de glissement des filaments malgré l'importante longueur d'enrobage. La deuxième constatation concerne le lien entre la charge maximale moyenne supportée par le fil en arrachement direct et les propriétés mécaniques de la matrice. Pour cela, les valeurs de  $\Delta P_{fil}$  moyennes sont calculées pour l'arrachement par flexion, et comparées aux valeurs obtenues pour la charge maximale en flexion obtenue pour la matrice (figure 5.26).

Il y a bien un lien fort entre la valeur de charge à laquelle a lieu la rupture de la matrice en flexion et la valeur de charge supportée par le fil lors de cette flexion, Ainsi, les propriétés à l'arrachement indirect, tout comme les propriétés à l'arrachement direct, sont liées aux propriétés mécaniques de la matrice, pour les matrices sans filler.

Il n'y a en revanche pas de lien entre la résistance en flexion de la matrice et les paramètres  $P_{minfil}$  et  $P_{maxfil}$ .

Cependant, il faut noter que la corrélation est inverse de celle trouvée pour l'arrachement direct. En effet, une résistance élevée de la matrice entraı̂ne une valeur de  $\Delta P_{fil}$  plus faible.

Si les résultats de l'arrachement indirect sont comparés aux résultats de l'arrachement direct, il est visible (voir figure 5.27) qu'il n'y a pas de corrélation si chaque éprouvette 4x4x16 est considérée (comme deux éprouvettes pour l'arrachement direct sont réalisés sur chaque éprouvette 4x4x16, une moyenne sur ces deux éprouvettes a été réalisée et comparée à la valeur obtenue sur la même

éprouvette par l'essai de flexion).







FIGURE 5.26: Charge maximale de la matrice avec fil en flexion en fonction de  $\Delta P_{fil}$ 



FIGURE 5.27:  $\Delta P_{fil}$  en fonction des valeurs de  $P_{max}$  obtenues à l'arrachement direct, pour chaque éprouvette

#### 5.9 Conclusion

Le test à l'arrachement direct permet de caractériser le comportement mécanique du composite. Cependant une grande variabilité de ce comportement est observée. Cette variabilité a été réduite au maximum en mettant en place une méthode de traitement des résultats et de discrimination des éprouvettes jugées endommagées ou atypiques, présentées en chapitre 3. Malgré tout, une variabilité intrinsèque due à l'hétérogénéité du matériau testé subsiste.

Afin d'essayer d'expliquer cette variabilité, de décrire le comportement à l'arrachement de ces composites et dans l'optique de déterminer les principaux éléments qui doivent être pris en compte à la modélisation de leur comportement mécanique entièrement basé sur des données expérimentales, les liens entre les différents paramètres mécaniques calculés sur les courbes charge/déplacement sont étudiés et complétés par des études sur l'influence de la longueur d'enrobage et de la masse extraite sur ces mêmes paramètres.

Il ressort de ces études que l'arrachement s'effectue en deux phases : une phase comprenant les phases pré-pic, pic et post-pic et une phase résiduelle. Les mécanismes qui entrent en jeu dans ces deux phases sont différents, notamment pour les éprouvettes sans filler, qui ont une faible longueur d'enrobage et des matrices de grande résistance. Pour ces éprouvettes, les valeurs de la première phase sont liées entre elles (rigidité pré-pic, charge maximale au pic et rigidité post-pic) mais ne sont pas liées à la phase résiduelle, elles peuvent être expliquées par le nombre de filaments rompus et la résistance propre des filaments.

Pour les éprouvettes avec filler, il y a ce même lien entre les paramètres de la première phase, mais ces paramètres sont en revanche liés à la longueur d'enrobage et à la masse extraite, donc aux ruptures des liens matrice / filaments tout le long de la longueur d'enrobage.

Les tests en arrachement direct sont complétés par quelques tests d'arrachement par flexion pour les éprouvettes sans filler afin de vérifier les conclusions obtenues. Aucun lien n'est trouvé entre les résultats par arrachement direct et les résultats par arrachement par flexion. Les résultats moyens de la charge maximale pour l'arrachement par flexion sont inversement proportionnels à la charge maximale à la flexion de la matrice, ce qui est contraire à ce qui a été montré pour les résultats moyens pour les arrachements directs. Cependant, pour les arrachements par flexion, les modes de rupture sont différents pour certaines matrices par rapport au mode d'arrachement direct, il n'y a pas d'influence de la longueur libre et la longueur enrobée est différente.

## Chapitre 6

# Observation et caractérisation de la zone endommagée après arrachement

#### Contents

6.1	Intre	Introduction						
6.2	2 Méthodes de caractérisation de l'interface fil-mortier							
	6.2.1	Microscopie optique : observations avant et après arrachement 172						
	6.2.2	Microscopie confocale : observations des moulages de l'interface fil arraché						
		/ mortier						
6.3	Cara	actéristiques du fil enrobé avant arrachement						
	6.3.1	Aire et périmètre du fil enrobé 175						
	6.3.2	Forme du fil						
6.4	Cara	actéristiques du fil après arrachement						
	6.4.1	Aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits						
	6.4.2	Ratio aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits après arrachement						
		/ aire fil avant arrachement $\dots \dots \dots$						
6.5	Cara	actérisation du moulage 181						
6.6	Étude de la forme du volume extrait et de la disposition du fil dans la							
	$\operatorname{matrice} \ldots \ldots$							
	6.6.1	Etude de la forme du volume extrait						
	6.6.2	Étude de la disposition du fil dans la matrice						
6.7	Cori	rélation avec les paramètres mécaniques 197						
	6.7.1	Étude de l'influence de la forme du volume de fil extrait sur les paramètres						
		mécaniques						
	6.7.2	Étude de l'influence des paramètres physiques du fil sur les paramètres						
		mécaniques						
	6.7.3	Comptage des filaments restants par machine learning						
6.8	Con	clusion						

## 6.1 Introduction

Différentes hypothèses ont été énoncées dans les chapitres précédents, à partir de l'étude des résultats des tests mécaniques d'arrachements d'éprouvettes composées d'un fil multifilamentaire enrobé dans différentes matrices cimentaires. Des conclusions ont été faites concernant l'influence des propriétés de la matrice sur la force des liaisons filaments / matrice, sur la rupture et le glissement éventuel des filaments et ce que cela signifie concernant leur imprégnation dans la matrice. Les variabilités de comportement apparues pour différentes éprouvettes d'une même matrice ont également été étudiées et cela a permis de déterminer le comportement d'un fil particulier à l'arrachement et l'influence de ses particularités (ondulation, endommagement, imprégnation) sur les résultats mécaniques à l'arrachement.

Cependant, toutes ces hypothèses ne peuvent être vérifiées que par des méthodes d'observation du fil dans la zone enrobée avant et/ou après arrachement. Cette visualisation est délicate puisque la matrice cimentaire, contrairement à beaucoup de résines polymères, n'est pas transparente. Il est donc uniquement possible de visualiser le fil à l'interface  $L_e/L_l$  et au niveau de la face sciée. Pour avoir une observation sur une autre section, à l'intérieur de la longueur enrobée, il est nécessaire de réaliser une destruction de l'échantillon et cela fausse forcement la zone observée (filaments déplacés, endommagés, décollés de la matrice...). Pour ces raisons, une observation de sections accessibles est tout d'abord réalisée, avant et après arrachement, notamment la section de la face sciée.

Ensuite, une méthode de double imprégnation par de la résine époxy suivie d'observations au microscope confocal est développée afin d'avoir une visualisation du fil dans la longueur enrobée après arrachement, permettant notamment d'avoir une évaluation du nombre de filaments restants et de leur niveau d'imprégnation par la matrice cimentaire.

#### 6.2 Méthodes de caractérisation de l'interface fil-mortier

Plusieurs méthodes ont été utilisées pour caractériser la liaison fil mortier du point de vue physique et microstructural afin de les relier aux paramètres mécaniques de l'essai d'arrachement.

#### 6.2.1 Microscopie optique : observations avant et après arrachement

Les paramètres suivants sont calculés par observation à la loupe binoculaire de la face sciée (40x40 mm) des éprouvettes, avant et après arrachement, ainsi que par des pesées.

- Aire, périmètre et forme du fil avant arrachement : calculés avec ImageJ, à l'aide du traçage manuel du contour du fil sur le dessous de l'éprouvette. La forme du fil est donnée par un coefficient de circularité calculé par ImageJ, variant entre 0 (une ligne) et 1 (un cercle).
- Aire et périmètre de l'espace laissé libre par les filaments extraits après arrachement : calculés avec ImageJ, par un traitement d'image jouant sur les contrastes de couleur entre l'espace laissé vide par les filaments extraits et le fil (utilisation de la fonction Threshold pour délimiter automatiquement les contours de l'espace laissé vide par les filaments extraits comme présentée figure 6.1). Le ratio de l'espace laissé vide par les filaments extraits après arrachement sur aire du fil avant arrachement est également calculé. Ces mesures ne sont effectuées que dans le cas de présence d'un espace laissé vide par l'extraction d'une quantité de filaments (rupture en mode 1).
- **Longueur et masse extraite après arrachement :** La longueur extraite est mesurée au réglet entre le talon et l'extrémité libre obtenue après arrachement. Si elle est supérieure à la longueur libre, alors il y a extraction des fils de la matrice, si elle est inférieure, alors il y a rupture en traction des fils dans la longueur libre. La masse extraite, pesée uniquement dans le cas où la longueur extraite est supérieure à la longueur libre, est la masse de filaments extraits de la matrice. Elle est pesée sur une balance avec une précision de 0,0001g.





## 6.2.2 Microscopie confocale : observations des moulages de l'interface fil arraché / mortier

Une méthode de double imprégnation a été développée afin de permettre ensuite des observations au microscope confocal. Cette méthode n'est appliquée que sur les éprouvettes présentant une extraction d'une partie des filaments et donc la formation d'un trou sur la face sciée. La résine utilisée est une résine époxy (epofix durcissement à froid viscosité comprise entre 600 et 800 cP). Pour préparer les échantillons à ces observations, de la rhodamine est tout d'abord ajoutée au durcisseur avant le mélange avec la résine afin de lui donner une coloration rouge. Le mélange résine / durcisseur est alors mis sous vide pendant 1 min afin d'évacuer les bulles éventuelles. Cette résine est déposée à la seringue au niveau du fil sur l'éprouvette fil / mortier après arrachement. les échantillons sont remis sous vide pendant environ 3 min. Après prise et séchage de la résine (environ 24h), la matrice cimentaire est dissoute dans l'acide chlorhydrique.

Après dissolution de la matrice, le moulage obtenu est enrobé dans la même résine mais additionnée cette fois de fluorescéine afin de lui donner une coloration verte qui contraste nettement avec la coloration rouge de la rhodamine. Un double marquage est donc ainsi réalisé. Le process est illustré en figure 6.2. Il permet de visualiser l'espace laissé vide par les filaments extraits (zone contenant uniquement de la résine marquée rhodamine) ainsi que les filaments restants initialement peu ou pas imprégnés par la matrice cimentaire car enrobés par la résine marquée rhodamine pendant l'injection, comme le montrent les images présentées en figure 6.3. Il permet aussi de visualiser les filaments restants initialement imprégnés par la matrice cimentaire avant sa dissolution car enrobés par la résine marquée fluorescéine et non enrobés par la résine marquée rhodamine. Ces différentes zones sont visibles sur la figure 6.4. Des sections de ces échantillons, réalisées par polissages successifs avec une polisseuse semi-automatique Buelher, sont observées à l'aide d'un microscope inversé confocal ZEISS LSM 710 avec un objectif x10. Ce sectionnement permet un suivi tout le long de la longueur d'enrobage comme le montre la figure 6.5. Le microscope confocal, très utilisé en biologie, est de plus en plus utilisé dans le domaine du génie civil notamment pour l'observation de la porosité [108, 109, 110].

Afin de vérifier la capacité de pénétration de la résine dans le mortier, des moulages d'éprouvettes non arrachées ont aussi été effectués.



FIGURE 6.2: Procédé de réalisation de la double imprégnation



FIGURE 6.3: Différents échantillons après arrachement et double imprégnation, observés au microscope confocal (marquage rhodamine)



 $\label{eq:Figure 6.4: Différentes zones observées dans la section d'un échantillon doublement marqué observé au microscope confocal$ 



FIGURE 6.5: Suivi de différentes sections le long de la longueur d'enrobage

#### 6.3 Caractéristiques du fil enrobé avant arrachement

#### 6.3.1 Aire et périmètre du fil enrobé

Afin d'avoir des informations sur l'état du fil lors de la fabrication et la mise en place du mortier des éprouvettes, notamment en ce qui concerne la disposition des filaments dans le mortier (écartements, placements dans le mortier, ...), l'aire et le périmètre du fil imprégné ont été mesurés sur les faces sciées des éprouvettes avant arrachement. Bien que ne permettant d'avoir une mesure que sur une seule section, et donc de ne pouvoir en déduire l'arrangement des filaments le long de la longueur d'enrobage, ces mesures permettent notamment d'effectuer une comparaison par matrice afin de déterminer si certaines matrices entraînent un écartement des filaments plus important et donc éventuellement pouvoir valider les déductions réalisées sur l'influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique à l'arrachement. Ces mesures d'aire et de périmètre vont donc être exprimées en fonction de deux paramètres utilisés pour caractériser l'essai d'arrachement :  $P_{max}$  et  $P_{res}$ . En effet,  $K_{bond}$  est corrélée à  $P_{max}$  et  $K_{res}$  à  $P_{res}$ . Quant à  $K_{debond}$ , ce paramètre prend en compte à la fois la rupture des filaments et leur glissement éventuel, il est donc difficile de le corréler à une mesure sur une seule section.

La méthode de mesure consiste à prendre des photos de la face sciée avant arrachement à la loupe binoculaire et à analyser ces images avec le logiciel ImageJ afin de réaliser la mesure des paramètres évoqués précédemment. Le logiciel ImageJ permet de réaliser des mesures automatiques en utilisant le contraste entre la zone de mortier contenant le fil et le reste du mortier. Cependant, parfois, ce contraste est trop faible pour réaliser ces mesures et la mesure est alors effectuée manuellement, avec une définition donc manuelle de la zone de mortier contenant le fil. Ces mesures ne peuvent donc s'effectuer que sur la section sciée et pas dans la totalité de la longueur d'enrobage.

L'aire de la section du fil sorti bobine peut être approximée. Elle a été calculée en utilisant les données disponibles sur le diamètre des filaments, le nombre de filaments, les configurations possibles de ces filaments, mais aussi le titre du fil et la densité du verre. En utilisant deux méthodes de calcul, le résultat de l'aire du fil est proche de 0,9 mm<sup>2</sup>. Comme le fil est mouillé par de l'eau et éventuellement

pénétré par des particules solides de la matrice, on peut s'attendre que l'aire du fil soit supérieure quand il est imprégné. Cependant, dans les mesures effectuées ici, des valeurs d'aire du fil avant arrachement sont inférieures à 0,9 mm<sup>2</sup>. Cela peut s'expliquer soit par la visualisation parfois difficile du fil dans le mortier, notamment lorsque son imprégnation est importante soit, éventuellement, par le développent de forces capillaires entre les filaments lors du mouillage du fil par l'eau. Ainsi, des mesures pour la matrice M47-20 notamment (matrice avec toutes les éprouvettes rupture en mode 2) sont dans ce cas. Sur la base de la première hypothèse, ces mesures doivent être éliminées. Néanmoins, sur la base de la deuxième hypothèse et parce qu'il est, aussi, possible de considérer que toutes les mesures sont inférieures aux mesures réelles du fait de la méthode, ces mesures peuvent être gardées. Dans tous les cas, ces valeurs particulièrement faibles doivent être considérées avec précaution.

Il n'existe pas de réelle corrélation entre  $P_{max}$  et l'aire du fil si l'ensemble des éprouvettes est considéré, ce qui est visible sur les figures 6.6. Il peut cependant sembler que les éprouvettes avec des valeurs de  $P_{max}$  supérieures sont des éprouvettes avec une aire de fil avant arrachement inférieure. Cette tendance est particulièrement visible si seules les éprouvettes avec un mode de rupture 2 sont considérées (voir figure 6.7). Cependant, comme dit précédemment, pour les matrices les plus fluides, les mesures effectuées sur le fil sont généralement inférieures aux mesures réelles du fait de la meilleure imprégnation du fil par la matrice et donc d'une visibilité du fil dans la matrice diminuée. En conséquence, la méthode manuelle de mesure de l'aire du fil utilisée dans le cas où la méthode automatique basée sur le contraste ne fonctionne pas donne des résultats peu précis et inférieurs à la réalité.



FIGURE 6.6:  $P_{max}$  en fonction de l'aire du fil avant arrachement ; matrices sans filler ( $L_e = 0,7$  et 1 cm)



FIGURE 6.7:  $P_{max}$  en fonction de l'aire du fil avant arrachement des éprouvettes avec rupture en mode 2

De même, il ne semble pas y avoir de relation entre  $P_{max}$  et le périmètre du fil (figures 6.8).



FIGURE 6.8:  $P_{max}$  en fonction du périmètre du fil avant arrachement ; matrices sans filler ( $L_e = 0.7$  et 1.0 cm)

Les mêmes paramètres ont été étudiés en excluant les éprouvettes présentant une courbe de charge / déplacement particulière et/ou un endommagement important de leur longueur libre. De même, aucune corrélation n'apparaît lorsque ces éprouvettes sont exclues.

#### 6.3.2 Forme du fil

Le fil étant un fil multifilamentaire avec une faible cohésion des filaments entre eux (roving direct), les filaments peuvent se déplacer et la forme du fil peut évoluer lors de la fabrication des éprouvettes. Il peut se trouver plus ou moins aplati lors de la mise en place du mortier. Le système mis en œuvre pour garantir la mise en tension du fil participe aussi à un aplatissement de celui-ci. Une étude a donc été menée afin d'évaluer l'influence de la forme du fil imprégné sur les résultats d'arrachement. Le coefficient de circularité est défini par le logiciel ImageJ, en utilisant le rapport de la plus petite dimension sur la plus grande dimension de l'aire du fil, 0 correspondant à une droite et 1 à un disque.

Il ne semble y avoir aucune corrélation entre l'aplatissement du fil et  $P_{max}$  (figures 6.9), puisque les fils les plus circulaires ont un  $P_{max}$  variant entre 20 et 250 N et les moins circulaires entre 50 et 150 N environ pour les deux longueurs d'ancrage étudiées. De plus, il ne semble pas, non plus, y avoir de lien entre le phénomène de glissement et la forme du fil, puisque les cas de glissement pour  $L_e=$ 1 cm et  $L_e=$  0,7 cm ne sont pas corrélés à l'indice de circularité.



FIGURE 6.9:  $P_{max}$  en fonction de l'aplatissement du fil avant arrachement ;  $L_e = 1$  cm (à gauche) et  $L_e = 0.7$  cm (à droite)

#### 6.4 Caractéristiques du fil après arrachement

Nous étudions ici seulement les cas de mode de rupture 1 avec glissement et extraction d'une partie des filaments, pour les matrices sans filler.

#### 6.4.1 Aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits

Malgré une forte dispersion, une tendance peut être détectée à la diminution de  $P_{max}$  pour les espaces laissés vides par les filaments extraits avec les aires les plus élevées. La même tendance peut être observée pour la relation entre le périmètre du trou et  $P_{max}$  (voir figure 6.10). Aucune tendance ne peut être détectée entre les valeurs de  $P_{res}$  et l'aire ou le périmètre de l'espace laissé vide par les filaments. Ces tendances sont confirmées avec les résultats sélectionnés (en excluant les éprouvettes présentant des courbes particulières ou des longueurs libres très endommagées) ou les résultats bruts.

Il est donc possible d'en conclure que l'aire de l'espace laissé libre a une influence sur les valeurs de  $P_{max}$  et qu'un espace de faible aire et faible périmètre entraîne une valeur de  $P_{max}$  élevée, ce qui est logique avec le fait que les éprouvettes avec un mode 2 présentent en moyenne des valeurs de  $P_{max}$  élevées et aucune extraction de filaments. En revanche, il n'est pas possible de conclure sur l'influence de l'extraction des filaments sur la phase résiduelle.


FIGURE 6.10:  $P_{max}$  en fonction de l'aire (gauche) et du périmètre (droite) de l'espace laissé vide par les filaments extraits après arrachement



FIGURE 6.11:  $P_{res}$  en fonction de l'aire (gauche) et du périmètre (droite) de l'espace laissé vide par les filaments extraits après arrachement

#### 6.4.2 Ratio aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits après arrachement / aire fil avant arrachement

Puisque les corrélations restent faibles lorsque les paramètres portant sur l'aire du fil avant arrachement et l'aire de l'espace laissé vide après arrachement sont considérés, il est nécessaire de considérer la proportion de filaments extraits par rapport à la proportion de filaments détectés initialement, avant arrachement. Cela permet d'avoir une première approche quantitative des filaments imprégnés par rapport à ceux qui ne l'étaient pas assez pour résister au phénomène d'extraction. Afin d'évaluer cette proportion de fil extraite, une première méthode a été d'utiliser le ratio aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits après arrachement sur aire du fil avant arrachement, calculé à l'aide des aires précédemment mesurées.

On constate en figure 6.12 qu'il y a une corrélation forte entre le ratio aire espace laissé vide par les filaments extraits / aire fil, donc la proportion de filaments extraits par rapport au fil placé dans la matrice, et la résistance à l'arrachement. Il semble que plus ce ratio est faible, plus la valeur  $P_{max}$  est élevée. Cette figure présente les mesures réalisées sur les éprouvettes avec un mode 1 et matrices sans filler considérées sans comportement atypique et sans endommagement de la longueur libre. Lorsque l'ensemble des éprouvettes est considéré, il est visible que la corrélation est faible mais que la dispersion de la figure 6.13 vient bien des comportements singuliers de certaines éprouvettes,

les éprouvettes exclues dans la figure 6.12. Cela permet donc de valider et justifier l'exclusion des éprouvettes atypiques et endommagées.

En conclusion, le ratio aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits / aire fil présente une meilleure corrélation avec  $P_{max}$  que l'aire du fil avant arrachement ou l'aire du de l'espace laissé vide par les filaments extraits après arrachement considérées seules, ce qui indique que la proportion de filaments extraits est un facteur influençant  $P_{max}$ , dans le cas des éprouvettes présentant un phénomène de glissement. Ainsi, les éprouvettes avec un plus faible pourcentage d'extraction présentent des valeurs de  $P_{max}$  plus élevées.



FIGURE 6.12:  $P_{max}$  en fonction du ratio aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits / aire fil avant arrachement; avec exclusion des mesures atypiques



FIGURE 6.13:  $P_{max}$  en fonction du ratio aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits / aire fil avant arrachement

Cette première étude, basée sur une quantification des filaments fortement enrobés sur une seule

section, même si elle n'est pas précise, permet de constater que le paramètre qui semble influencer les valeurs de  $P_{max}$ , et donc de  $K_{bond}$  et  $K_{debond}$  (corrélées avec les valeurs de  $P_{max}$ ) est la proportion de filaments restants dans la matrice après arrachement. En revanche, aucune conclusion ne peut être tirée sur les paramètres physiques influençant la phase résiduelle.

Afin de préciser cette première conclusion sur le paramètre influençant le  $P_{max}$  et d'essayer d'appréhender les paramètres influençant la phase résiduelle, la méthode de double imprégnation avec résine et double marquage, suivie d'observation au microscope confocal est mise en œuvre. Cette méthode permet une visualisation plus précise des filaments restants après arrachement le long de la longueur enrobée du fil et surtout la quantification précise de leur degré d'imprégnation.

## 6.5 Caractérisation du moulage

Le type de moulage obtenu dans le cas des éprouvettes avec mode de rupture 1 (présentées dans le paragraphe 3.3.1) est un moulage complet le long de la longueur d'enrobage puisque la présence de l'espace laissé vide par les filaments extraits permet l'injection de la résine sur toute la longueur d'enrobage. Ces moulages permettent de visualiser en 3D le placement des filaments et les éventuels défauts à l'intérieur du mortier. Ils permettent également de déterminer les filaments qui étaient enrobés dans le mortier avant la dissolution de celui-ci et ceux qui n'étaient pas enrobés et n'étaient pas, non plus, extraits par l'arrachement. Tout d'abord, pour s'assurer de l'efficacité du moulage et de son interprétation physique correcte, différentes observations microscopiques ont été effectuées : à l'aide d'une loupe binoculaire, d'un MEB et des analyses EDX.

La loupe binoculaire permet d'avoir une vue de la surface sciée de l'éprouvette moulée et de la comparer avec la surface sciée de l'éprouvette obtenue après arrachement. Ainsi, il est possible de déterminer si la résine a bien pénétré dans l'intégralité du fil contenu dans le mortier. La figure 6.14 montre un exemple de moulage obtenu. Sur cette photo, il est visible que la résine à la rhodamine a bien pénétré l'intégralité de l'espace vide laissé par les filaments ayant glissé après arrachement. Cependant, sur le pourtour de cet espace vide, les filaments restants après dissolution de la matrice cimentaire sont plus ou moins imprégnés par la résine. Certains, qui proviennent de la zone enrobée par le mortier, ne sont pas imprégnés de résine à la rhodamine et sont également visibles ici.



FIGURE 6.14: Observations de la face sciée de l'éprouvette à différentes étapes du procédé de moulage

Les observations MEB, à l'aide d'un stitching (raccordement de plusieurs images), permettent d'obtenir une image de toute la longueur du moulage initialement enrobée dans le mortier après dissolution du mortier à l'acide, comme présentée figure 6.15. Cette figure permet d'avoir une vision du positionnement des fils à la périphérie du trou laissé par l'arrachement et des éventuels défauts comme par exemple les éléments lisses et bombés observables sur la partie droite de l'image. Ces éléments peuvent être des restes de mortier non dissous ou des bulles d'air qui ont été remplies de résine et montre une zone de mauvaise imprégnation du fil par le mortier.

Les analyses EDX sont utilisées pour vérifier ces hypothèses. Sur un moulage différent, une zone similaire a été étudiée en délimitant plusieurs zones d'analyse. Cette délimitation est présentée en figure 6.16. Après analyse des spectres(figures 6.17, 6.18 et 6.19), les éléments de chaque zone sont identifiés et présentés dans le tableau 6.1.

Les filaments sont facilement identifiables puisque ce sont les seuls matériaux en présence contenant du Zirconium (Zr) du fait de la composition spécifique du verre AR. Le zirconium est présent sur les spectres de toutes les zones sauf la zone 5. Les filaments contiennent également de la silice et du sodium. Les spectres avec un pic élevé de carbone et un faible pic de calcium correspondent à la composition de la résine. Les spectres avec un pic élevé de calcium et un faible pic de carbone, avec présence d'aluminium, correspondent aux composants du mortier. La présence du chlore aussi est visible sur tous les spectres, provenant de la dissolution du mortier dans l'acide chlorhydrique. Il est donc possible de conclure que les défauts observés peuvent être de la résine qui a pris la place d'une bulle d'air ou un morceau de mortier recouvert d'une fine couche de résine ou encore du mortier non dissous entre les fils qui sont eux recouverts d'une couche de résine.



FIGURE 6.15: Moulage issu d'une imprégnation complète de l'espace vide laissé par l'arrachement du fil, observé au MEB



FIGURE 6.16: Localisation des zones d'analyse EDX



FIGURE 6.17: Spectre des zones 1 et 2



FIGURE 6.18: Spectre des zones 3 et 4



FIGURE 6.19: Spectre de la zone 5

Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 4	Zone 5
filaments+mortier	résine+filaments	mortier+résine+filaments	filaments+mortier	mortier+résine

Tableau 6.1: Identification des matériaux présents selon les zones considérées

Les analyses EDX ont également été utilisées pour déterminer les éléments à l'intérieur de l'espace laissé vide après l'arrachement et ensuite empli de résine afin de déterminer si des filaments ou du mortier se trouvent dans cet espace. Pour cela, une cartographie chimique a été effectuée sur une section polie à l'extrémité du moulage au voisinage immédiat de la face sciée de l'éprouvette elle est présentée en figure 6.20 accompagnée d'une image de la zone considérée. Il apparaît que des filaments (en bleu ciel) pris dans du mortier (en violet) sont présents dans cette zone et emprisonnés dans de la résine (en bleu).



FIGURE 6.20: Cartographie chimique d'une section polie à l'extrémité du moulage au voisinage de la face sciée de l'éprouvette

Les éprouvettes observées au microscope confocal sont parmi les éprouvettes présentant une quantité de filaments extraite, afin de permettre la pénétration de la résine tout le long de la longueur d'enrobage, donc une rupture en mode 1. Elles sont énumérées dans le tableau 6.2, ainsi que le nombre de sections dans la longueur d'enrobage étudiées pour chaque éprouvette.

Matrice	Nombre d'échantillons observés	$L_e (\mathrm{cm})$	nombre de sections
M57-00 100C	6	0,7	3
M57-00 100C	5	1	4
M57-10 100C	5	0,7	4
M46-00 50C	1	2	4
M57-00 50C	3	2	4
M57-00 30C	4	4	4
M57-00 30C	6	1	2
M48-00 30C	4	4	4

#### Tableau 6.2: Echantillons observés au microscope confocal

Enfin, une dernière méthode est utilisée pour caractériser le moulage et vérifier les mesures effectuées sur les images de microscopie confocale obtenues grâce à ces moulages. Cette méthode consiste à calculer le volume extrait en utilisant les aires de l'espace laissé vide par les filaments extraits le long

de la longueur enrobée du fil, mesurées sur les images obtenues par microscopie confocale, et en les multipliant par la longueur d'enrobage réelle. Le volume extrait ainsi calculé est comparé à la masse extraite pesée après les essais d'arrachement mais avant la réalisation de la double imprégnation par la résine. Les résultats sont présentés en figure 6.21 et montrent que les deux paramètres considérés sont bien corrélés pour toutes les éprouvettes observées au microscope confocal. Il en résulte que le moulage remplit correctement l'espace vide laissé par l'arrachement de manière systématique, ce qui donne une bonne fiabilité sur les observations réalisées quant à la disposition des filaments restants après le test d'arrachement.



FIGURE 6.21: Masse extraite en fonction du volume extrait calculé en utilisant les images de microscopie confocale

## 6.6 Étude de la forme du volume extrait et de la disposition du fil dans la matrice

La technique de double imprégnation permet donc une visualisation plus précise du fil dans la longueur d'enrobage, ce qui permet notamment d'identifier la disposition du fil dans la matrice et d'évaluer si les produits hydratés et l'eau provenant de la matrice dans les espaces inter filamentaires provoquent une augmentation de l'aire de la section du fil. Si on estime que cette augmentation de l'aire est un paramètre permettant de caractériser l'imprégnation du fil (un fil plus gonflé implique une présence plus importante de produits hydratés entre les filaments et donc potentiellement un meilleur ancrage de ceux-ci, débouchant sur des propriétés mécaniques meilleures du composite), alors il est intéressant de l'étudier pour ensuite expliquer les résultats mécaniques obtenus. De même, la forme du volume extrait (voir figure 6.22) peut expliquer les résultats mécaniques obtenus puisque cette mesure permet d'avoir des informations sur des phénomènes ayant lieu dans la longueur d'enrobage (comme le nombre et la répartition des ruptures de filaments le long de la longueur d'enrobage). Des courbes, présentant les paramètres géométriques mesurés sur les images en fonction de la profondeur de la section sur laquelle ces mesures sont effectuées, à partir de l'interface  $L_e/L_l$ , sont réalisées. Ces courbes ont été utilisées afin de calculer un nouveau paramètre géométrique du fil :  $p_{va}$ . Il correspond à l'inverse de la pente de la droite de corrélation des courbes, donc au taux

de variation du paramètre considéré sur les images (généralement l'aire) le long de la longueur d'enrobage. La relation entre ce paramètre et les paramètres mécaniques de l'essai d'arrachement précédemment évoqués peut ensuite être étudiée. Cela permet de comprendre notamment l'influence de la forme du fil extrait sur les résultats des essais d'arrachement.



FIGURE 6.22: Différentes formes du volume du fil extrait possibles

#### 6.6.1 Etude de la forme du volume extrait

Les courbes présentées sur les figures 6.23, 6.24 et 6.25 ont été réalisées en utilisant les données mesurées à partir des images au confocal comme précisé dans le paragraphe 6.2.2, sur les sections également précisées dans ce paragraphe. La profondeur 0 correspond à la section la plus proche de l'interface  $L_e/L_l$ . Pour les échantillons M57-00 100C  $L_e = 0.7$  cm, seules trois sections ont été considérées (interface  $L_e/L_l$ ; intermédiaire; surface sciée). Ces courbes présentent donc les aires de l'espace laissé vide par les filaments extraits en fonction de la profondeur de la section considérée, permettant ainsi d'avoir un suivi de l'évolution de ce paramètre sur la longueur d'enrobage.



FIGURE 6.23: Suivi le long de  $L_e = 0.7$  cm de l'aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits des éprouvettes avec glissement de la matrice M57-00 100C



FIGURE 6.24: Suivi le long de  $L_e = 1$  cm de l'aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits des éprouvettes avec glissement de la matrice M57-00 100C



FIGURE 6.25: Suivi le long de  $L_e = 0.7$  cm de l'aire de l'espace laissé vide par filaments extraits des éprouvettes avec glissement de la matrice M57-10 100C

Les mesures de l'aire de l'espace laissé vide par les filaments pour la matrice M57-00 100C éprouvettes  $L_e = 0.7$  cm (figure 6.23) indique que le fil extrait de la matrice cimentaire a une forme conique puisque l'aire est supérieure pour la profondeur 0 puis décroît sur la profondeur étudiée. Il en est de même pour les échantillons M57-00 100C  $L_e = 1$  cm, pour lesquels un nombre supérieur de sections est étudié. Il semble donc que, pour la matrice M57-00 100C avec une faible longueur d'enrobage, la forme du volume extrait est conique, avec la pointe du cône vers la face sciée. C'est-à-dire qu'une partie des filaments plutôt périphériques sont extraits sur une longueur inférieure à la longueur d'enrobage.

Cependant, les résultats pour la matrice M57-10 100C (figure 6.25) ne montrent pas cette forme conique pour la majorité des éprouvettes considérées. Certaines éprouvettes présentent des bulles d'air au centre du moulage de rhodamine ce qui explique les aires supérieures pour les positions intermédiaires (c'est le cas par exemple du moulage de l'éprouvette 2D M57-10 100C). Cependant, cela permet uniquement d'expliquer une aire très supérieure pour les mesures sur des sections intermédiaires. Pour les autres éprouvettes, le volume extrait de filament ne semble pas présenter de forme conique mais plutôt une forme cylindrique.

De même, pour les éprouvettes avec des longueurs d'enrobage supérieures (donc des matrices avec filler), la forme du volume extrait semble être en majorité cylindrique. La plus grande longueur d'enrobage étudiée au microscope confocal étant 4 cm, quelques exemples de suivi de l'aire de l'espace laissé par les filaments extraits sur la longueur d'enrobage des éprouvettes réalisées avec la matrice M57-00 30C et avec  $L_e = 4$  cm sont présentés en figure 6.26.

Il est cependant visible pour la majorité des éprouvettes que la mesure d'aire sur la section à l'interface  $L_e/L_l$  est supérieure à celle sur les autres sections. Cela s'explique par le fait que la majorité des ruptures de filaments a lieu sur cette section, ce qui implique un cône de rupture sur les premiers millimètres d'enrobage du fil qui donne cette mesure de l'espace laissé vide supérieure. Cela démontre bien que, comme cela a été observé pendant le test et mentionné précédemment, la majorité des ruptures de filaments ont lieu à l'interface  $L_e/L_l$ . Après cette première partie conique, les filaments qui glissent sont dans la grande majorité tous extraits sur l'intégralité de la longueur

d'enrobage.



FIGURE 6.26: Suivi le long de  $L_e = 4$  cm de l'aire de l'espace laissé vide par filaments extraits des éprouvettes avec glissement de la matrice M57-00 30C

### 6.6.2 Étude de la disposition du fil dans la matrice

La disposition du fil dans la matrice et l'effet du mouillage par l'eau et éventuelle pénétration des particules de la matrice a été étudié par l'aire totale du fil correspondant à la somme de l'aire de l'espace laissé vide (identifiée par la rhodamine) et l'aire des filaments restants. Les résultats sont présentés sur les figures 6.27, 6.28 et 6.29. La majorité des éprouvettes des deux matrices considérées présentent une aire supérieure pour les positions proches des extrémités, ce qui peut être dû à des effets de bord (endommagement de la zone pendant le sciage de l'éprouvette avant l'essai et comportement particulier à l'interface  $L_e/L_l$  à cause du système de maintien des fils dans les moules lors de la fabrication des éprouvettes).



FIGURE 6.27: Suivi le long de  $L_e=0,7~{\rm cm}$  de l'aire totale du fil des éprouvettes avec glissement de la matrice M57-00 $100{\rm C}$ 



FIGURE 6.28: Suivi le long de  $L_e = 1$  cm de l'aire totale du fil des éprouvettes avec glissement de la matrice M57-00 100C



FIGURE 6.29: Suivi le long de  $L_e=0,7~{\rm cm}$  de l'aire totale du fil des éprouvettes avec glissement de la matrice M57-10 $100{\rm C}$ 

Sur ces courbes, les deux lignes en pointillés correspondent à l'intervalle de l'aire d'un fil sorti bobine qui a subi deux imprégnations successives afin de reproduire la méthode de moulage par double imprégnation réalisée sur les éprouvettes après arrachement. Pour cette procédure, un fil directement sorti de la bobine est tout d'abord trempé dans la résine avec rhodamine puis il est accroché à son extrémité et mis à sécher à l'air ambiant, sous l'effet de la gravité. Une fois que la résine avec rhodamine est prise, le fil imprégné de résine est ensuite enrobé dans de la résine avec fluorescéine.

Il y a donc bien un double marquage mais les filaments sont tous présents dans la résine avec rhodamine. Cela permet d'évaluer s'il y a un écartement ou un resserrement des filaments dans le mortier. Cependant, un rétrécissement du fil sorti bobine trempé dans la résine peut également avoir eu lieu par les forces capillaires.

L'aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits est, pour les deux matrices considérées, proche de l'aire du fil sorti bobine. En revanche, l'aire des filaments restants est supérieure à celle de l'aire du fil sorti bobine. En conséquence, ces mesures montrent qu'il y a un écartement des filaments du fil dans le mortier frais lors de la mise en place, à cause de la pénétration d'eau et de particules solides entre les filaments et éventuellement des bulles d'air piégées à l'interface. Des défauts sur les moulages peuvent également expliquer ces mesures supérieures.

Une étude plus précise de l'aire du fil total permet de préciser cet écartement des filaments. Pour les éprouvettes avec matrice sans filler et longueur d'enrobage faibles (1 et 0,7 cm), l'écartement est du même ordre de grandeur pour les éprouvettes de la matrice M57-00 100C pour les deux longueurs d'enrobage faibles considérées ici. En revanche, l'écartement est supérieur pour les éprouvettes de la matrice M57-10 100C. Le superplastifiant semble donc avoir une influence sur l'écartement des filaments, donc sur la pénétration des particules solides du mortier dans les espaces interfilamentaires ce qui avait été montré lors de l'étude de l'absorption des particules solides dans le fil dans la section 2.2.3.

Pour les éprouvettes avec des longueurs d'enrobage supérieures, le fil semble avoir également subit

un écartement des filaments plus prononcé. En effet, au niveau de la section à l'interface  $L_e/L_l$ (profondeur 0), la mesure d'aire du fil total est du même ordre que pour les éprouvettes avec des longueurs d'enrobage de 1 ou 0,7 cm. Cependant, le long de la longueur d'enrobage, cette aire reste relativement constante, alors qu'elle a tendance à diminuer pour les fils avec des matrices sans filler et sans superplastifiant avec une longueur d'enrobage plus faible. Cela se voit également sur la figure 6.31 qui présente l'aire moyenne sur toutes les sections des différentes éprouvettes étudiées. La figure 6.30 montre que l'aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits est du même ordre de grandeur pour toutes les matrices considérées, alors que la figure 6.31 montre qu'il y a une différence significative entre les éprouvettes avec matrices sans filler sans superplastifiant, avec filler sans superplastifiant et sans filler avec superplastifiant (les matrices avec filler avec superplastifiant n'ont pas été étudiées).



FIGURE 6.30: Aire moyenne sur toutes les sections de chaque éprouvette de l'espace laissé libre par les filaments en fonction de la matrice



FIGURE 6.31: Aire moyenne sur toutes les sections de chaque éprouvette du fil total en fonction la matrice

Il est visible que l'écartement des filaments est supérieur dans le cas des matrices avec superplastifiant et sans filler, mais également supérieur dans le cas des matrices avec filler sans superplastifiant, comparé aux matrices sans filler sans superplastifiant.

Pour la comparaison entre les matrices sans filler avec ou sans superplastifiant, les éprouvettes ont la même longueur d'enrobage donc il s'agit bien de l'influence du superplastifiant qui explique l'écartement supérieur des filaments. De plus, comme rappelé précédemment, l'influence du superplastifiant avait déjà été démontré lors de l'étude de l'absorption des particules solides du mortier sur le fil. En revanche, lors de cette même étude, l'influence du filler avait été déclarée non significative.

En conséquence, pour les éprouvettes avec filler, il est nécessaire de déterminer si c'est le filler ou la longueur d'enrobage supérieure qui provoque ce gonflement supérieur. Pour cela, les éprouvettes avec filler réalisées avec la matrice M57-00 30C  $L_e = 1$  cm ont été comparées aux éprouvettes réalisées avec la matrice M57-00 100C  $L_e = 1$  cm (voir figure 6.32). Sur cette figure, il est visible que trois éprouvettes avec filler ont un écartement similaire à celles sans filler, avec une forme conique pointe face sciée ou cylindrique et des aires du fil du même ordre de grandeur. En revanche, trois éprouvettes avec filler ont des aires de fil très supérieures et une forme conique avec pointe face interface  $L_e/L_l$ .

Cependant, il faut préciser que ces éprouvettes ont également une aire de l'espace laissé vide par les filaments extraits supérieure. Cela implique que ces mesures supérieures peuvent également venir d'une plus grande pénétration de la résine dans la matrice avec filler. Il est donc difficile de conclure sur l'influence du filler sur l'écartement des filaments pendant la mise en place de la matrice, puisque la moitié des éprouvettes réalisées avec la matrice M57-00 30C sont très similaires sur ce point aux éprouvettes réalisées avec la matrice M57-00 100C, tandis que l'autre moitié semble présenter un écartement supérieur.

Si les éprouvettes M57-00 30C  $L_e = 4$  cm (matrice avec filler et grande longueur d'enrobage) sont comparées aux éprouvettes M57-00 100C  $L_e = 0,7$  cm et M57-00 100C  $L_e = 1$  cm (matrice sans filler et faible longueur d'enrobage), il est visible sur la figure 6.33 que l'écartement des filaments dans le cas de ces éprouvettes avec filler et Le = 4 cm est bien différent de celui des éprouvettes sans filler faible longueur d'enrobage. En effet, bien que l'aire du fil soit la même au niveau de la section interface  $L_e/L_l$ , cette aire reste constante voire augmente dans la longueur d'enrobage, alors que ce n'est pas le cas pour les éprouvettes sans filler et Le faible.

Il est également bien visible que les aires du fil total restent supérieures pour les éprouvettes avec filler et  $L_e = 4$  cm sur toute la longueur d'enrobage (après la section particulière de l'interface) à celles de toutes les autres éprouvettes considérées ici.

Toutes ces études nous montrent donc tout d'abord que la forme du volume de fil extrait semble dépendre de la matrice et de la longueur d'enrobage. Pour les matrices sans filler avec faible longueur d'enrobage et sans superplastifiant, cette forme est plutôt conique avec pointe face sciée. De plus, l'écartement des filaments est important mais moindre que pour les autres éprouvettes considérées. Pour les éprouvettes avec matrice filler et faible longueur d'enrobage, deux comportements sont présents : un écartement du même ordre que pour les matrices sans filler sans superplastifiant et faible Le, avec un cône identique pour la forme du fil extrait, et un écartement plus important, avec une forme cylindrique voire même cône inversé (pointe interface  $L_e/L_l$ ).

Pour les éprouvettes avec filler et une longueur d'enrobage plus importante, cette tendance à l'écartement plus important est encore plus marquée, et la forme du volume extrait est cylindrique. Cela indique donc une extraction des filaments sur toute la longueur d'enrobage alors que celle-ci est importante, du fait de la résistance faible de la matrice. Les éprouvettes avec matrice sans filler et superplastifiant et faible longueur d'enrobage présente également un écartement important du fil et une forme cylindrique du volume de fil extrait.

Il faut aussi remarquer que la variabilité des valeurs de l'aire moyenne du fil entre éprouvettes similaires est importante (figure 6.31), indiquant que l'imprégnation du fil par les différentes matrices peut significativement varier d'une éprouvette à l'autre.

Cette variabilité de l'imprégnation impacte certainement le comportement mécanique du composite qui sera discuté par la suite. Par ailleurs, la variabilité de l'aire du fil et de sa forme le long de la longueur d'enrobage indique que la disposition des filaments dans la matrice est certainement beaucoup plus complexe que la disposition simplificatrice considérant les filaments rectilignes et parallèles à l'axe du fil qui, souvent, est prise en compte dans plusieurs approches et simulations dans la littérature.



FIGURE 6.32: Suivi le long de  $L_e=1~{\rm cm}$  de l'aire totale du fil des éprouvettes M57-00 100C et M57-00 30C



FIGURE 6.33: Suivi le long de  $L_e$  de l'aire totale du fil de 3 éprouvettes M57-00 100C  $L_e$ = 0,7 cm; M57-00 100C  $L_e$ = 1 cm et M57-00 30C  $L_e$ = 4 cm

A la lumière de ces conclusions, il est possible d'en déduire que l'extraction des filaments ne semble pas dépendre de la résistance de la matrice, mais plutôt de la présence de différents éléments : le filler et le superplastifiant, qui font varier la maniabilité de la matrice et également l'écartement des filaments pendant la mise en place du mortier, ces deux paramètres entrainant donc une imprégnation du fil différente par rapport à celle dans le cas des matrices sans filler sans superplastifiant.

De plus, la longueur d'enrobage semble également jouer un rôle, puisque pour les matrices avec filler, une certaine longueur d'enrobage semble nécessaire afin d'avoir un volume extrait cylindrique et un écartement des filaments important sur toute la longueur d'enrobage.

Ce dernier point semble illogique, puisque la longueur d'enrobage n'est déterminée qu'après réalisation de l'éprouvette, donc l'écartement des filaments ne peut pas dépendre de ce paramètre. Cependant, il faut garder en tête que cette mesure de l'écartement est une mesure indirecte, réalisée à l'aide de l'imprégnation par la résine du fil dans la longueur d'enrobage. Cela signifie que la matrice aux alentours des filaments imprégnés peut avoir été endommagée pendant l'essai, et la résine va donc pénétrer plus profondément dans le fil lors de la première imprégnation. Cela influence l'aire du fil mesurée ensuite sur les images réalisées au confocal.

Cela indique donc que, dans le cas des longueurs d'enrobage supérieures mais également dans le cas des matrices où l'écartement des filaments est supérieur en général, il s'agit aussi du fait que la résine a pu pénétrer plus profondément, et donc que les filaments peu ou pas imprégnés sont plus nombreux et/ou plus écartés.

### 6.7 Corrélation avec les paramètres mécaniques

# 6.7.1 Étude de l'influence de la forme du volume de fil extrait sur les paramètres mécaniques

L'influence de la forme du fil extrait (conique ou cylindrique) sur les paramètres mécaniques a donc été étudiée en utilisant l'inverse de la pente de la droite de corrélation de la profondeur de la section étudiée sur la longueur d'enrobage en fonction des aires de l'espace laissé vide par les filaments extraits. Si cette pente, donc le paramètre  $p_{va}$ , est proche de zéro, le fil extrait est cylindrique, si  $p_{va}$  est négative, le fil est conique, avec la pointe du cône vers la surface sciée, si  $p_{va}$  est positive, le cône est inversé, sa pointe est vers l'interface  $L_e/L_l$ . Ces différentes formes sont schématisées figure 6.22. Ce dernier cas est, d'après les résultats de la littérature [67], moins probable puisque les filaments périphériques sont les plus imprégnés, ils sont donc plus susceptibles de rompre alors que les filaments de cœur sont peu imprégnés et sont donc extraits.

Le tableau 7.1, inclus en annexe, présente  $p_{va}$  ainsi que les coefficients de corrélation de chacune des droites de corrélation. Lorsque le coefficient de corrélation est égal à 1, cela signifie que seules deux sections ont été étudiées et donc que la droite de régression est réalisée entre ces deux sections (majoritairement de part et d'autre de la longueur d'enrobage). Le coefficient de corrélation dépend donc des différentes mesures mais également du nombre de sections étudiées, malgré cela les éprouvettes présentant un coefficient de corrélation très faible ont été retirées de l'étude. Ainsi, les valeurs de  $p_{va}$  où le coefficient de corrélation est inférieur à 0,3 ont été retirées des corrélations étudiées.

D'après le graphique 6.34, les corrélations entre  $p_{va}$  et le paramètre mécanique  $P_{max}$  sont faibles si toutes les éprouvettes sont considérées. Cependant, une légère tendance semble néanmoins se dégager. En effet, comme cela a été précédemment évoqué, il semble probable que les éprouvettes présentant des valeurs de  $p_{va}$  positives, aient un comportement particulier, non caractéristique du mécanisme d'arrachement, puisque cette valeur positive implique que les fils du cœur n'ont pas été extraits. En considérant principalement les éprouvettes avec des valeurs de  $p_{va}$  négatives ou nulles, il est visible que plus  $p_{va}$  est faible, plus les valeurs de  $P_{max}$  sont faibles . Ainsi, un fil arraché avec une forme conique (pointe vers la face sciée de l'éprouvette) implique donc principalement une résistance à l'arrachement plus faible qu'un arrachement de fil de forme cylindrique.

Il en va de même pour la phase résiduelle (voir figure 6.35) puisque plus  $p_{va}$  est faible, plus les valeurs de  $P_{res}$  semble faibles, même si ici la corrélation est plus faible.

Cependant, il a été précédemment déterminé que les valeurs de  $P_{max}$  et  $P_{res}$  dépendent de  $L_e$ ,

notamment pour les éprouvettes avec filler et grandes longueurs d'enrobage. En conséquence, les corrélations entre  $p_{va}$  et  $P_{max}/L_e$  puis  $P_{res}/L_e$  ont également étudiées (figures 6.36 et 6.37). Il est visible que, dans ce cas, les corrélations ne restent valables que pour les éprouvettes avec une longueur d'enrobage inférieure ou égale à 1 cm. Pour les éprouvettes avec de plus grandes longueurs d'enrobage, les valeurs de  $P_{max}/L_e$  sont proches (de même pour les valeurs de  $P_{res}/L_e$ ), et la variation des formes de volume extraits est faible (majorité de forme cylindrique) donc cela est logique que la corrélation disparaisse.

Il est donc possible de conclure que la forme du volume extrait a une influence sur les résultats mécaniques pour les éprouvettes avec une faible longueur d'enrobage. Les formes cylindriques semblent induire des valeurs de  $P_{max}$  et  $P_{res}$  plus élevées, par rapport à des formes de volume extrait coniques avec la pointe vers la face sciée. Cela s'explique par le fait qu'une forme conique induit une rupture prématurée des filaments imprégnés (imputable notamment à la forte densité des matrices sans filler), plutôt qu'une rupture de tous les points d'ancrage filaments / matrice, qui conduit donc à une augmentation de la charge maximale. De même, une forme cylindrique induit plus de friction filaments / matrice pendant la phase d'extraction des filaments, donc une charge résiduelle supérieure. Pour les éprouvettes avec une forte longueur d'enrobage, la forme du volume extrait est en majorité proche d'un cylindre et ne semble pas avoir une influence significative sur les résultats.



FIGURE 6.34: Corrélation entre  $p_{va}$  de l'espace laissé libre par les filaments extraits le long de  $L_e$  et  $P_{max}$ 



FIGURE 6.35: Corrélation entre  $p_{va}$  de l'espace laissé libre par les filaments extraits le long de  $L_e$  et  $P_{res}$ 



FIGURE 6.36: Corrélation entre  $p_{va}$  de l'espace laissé libre par les filaments extraits le long de  $L_e$  et  $P_{max}/L_e$ 



FIGURE 6.37: Corrélation entre  $p_{va}$  de l'espace laissé libre par les filaments extraits le long de  $L_e$  et  $P_{res}/L_e$ 

Afin de confirmer que la forme du volume extrait est bien cylindrique pour la majorité des éprouvettes, une étude complémentaire a été effectuée. En effet, au lieu de calculer  $p_{va}$ , la pente a été directement calculée en traçant la racine carré de l'aire de la zone correspondant au vide laissée par les filaments extraits sur chaque section en fonction de la profondeur de la section considérée le long de la longueur d'enrobage, en gardant une profondeur de zéro pour la section à l'interface  $L_l/L_e$  et une profondeur égale à  $L_e$  pour la section de la face sciée. Ainsi, une pente sans unité est obtenue plutôt que  $p_{va}$  en  $\mu$ m, ce qui permet d'obtenir un facteur de forme plus adéquate mais ne change pas le raisonnement tenu en figure 6.22, concernant la forme du volume extrait en fonction du signe de cette pente.

Par la suite, la pente pour une rupture totalement télescopique est calculée, c'est-à-dire une rupture totalement conique avec le cône vers la face sciée, qui correspond donc au modèle mis en place par Banholzer [67] présenté en figure 7.2. Pour cela, l'aire totale du fil est considérée comme aire de l'espace laissé vide par les filaments extrait pour la section à l'interface  $L_l/L_e$  et cette aire est considérée comme nulle pour la section de la face sciée. Ainsi, cette rupture est bien complètement conique, et elle est propre à chaque éprouvette puisque l'aire totale du fil est différente pour chacune, en fonction de l'écartement des filaments dans la longueur d'enrobage étudiée dans la section précédente.

Le ratio de la pente réelle et de la pente pour une rupture totalement télescopique est ensuite calculée, cela permettant de déterminer le pourcentage de ruptures de filaments qui ont réellement lieu dans la longueur enrobée. Ce ratio est ensuite étudié en fonction de  $P_{max}/L_e$  pour toutes les éprouvettes.



FIGURE 6.38: Corrélation entre le ratio pente réelle / pente rupture complètement télescopique de l'espace laissé libre par les filaments extraits le long de  $L_e$  et  $P_{max}/L_e$ 

La figure 6.38 permet bien de mettre en évidence que la majorité des éprouvettes présentent plutôt une forme de volume extrait cylindrique, et donc que la rupture télescopique n'est qu'un phénomène minoritaire, surtout présent pour les éprouvettes sans filler et faible longueur d'enrobage qui présentent des valeurs de  $P_{max}$  faibles.

# 6.7.2 Étude de l'influence des paramètres physiques du fil sur les paramètres mécaniques

Etant donné que la majorité des éprouvettes considérées présentent une forme de volume de fil extrait cylindrique, comme cela a été montré dans la section précédente, et que la variation de la forme de ce volume ne semble pas avoir d'influence significative sur les paramètres mécaniques, comme cela a été montré également précédemment, des moyennes de chaque paramètre mesuré sur chaque section ont été réalisées, moyenne sur toutes les sections considérées pour chaque éprouvette. Ces moyennes ont ensuite été comparées aux paramètres mécaniques obtenus à l'arrachement, notamment les valeurs de  $P_{max}$  et  $P_{res}$ , afin de déterminer l'influence de l'imprégnation des filaments et leur configuration sur le comportement mécanique.

Tout d'abord, l'influence de l'aire de l'espace laissé libre par les filaments extraits sur les valeurs de  $P_{max}$  et  $P_{res}$  obtenues au cours de l'essai d'arrachement est étudiée. Pour cela, les aires moyennes de l'espace laissé libre par les filaments extraits sur toutes les sections sont calculées et présentées en fonction des valeurs de  $P_{max}$  (figure 6.39) et de  $P_{res}$  (figure 6.40). Puisqu'il a été défini que la présence de filler et la longueur d'enrobage pouvaient influencer les mesures et les résultats mécaniques, une séparation des éprouvettes sans filler, avec filler et avec filler et  $L_e$  faible a été effectuée.



FIGURE 6.39:  $P_{max}$  en fonction de l'aire de l'espace laissé libre par les filaments extraits



FIGURE 6.40:  $P_{res}$  en fonction de l'aire de l'espace laissé libre par les filaments extraits

Comme pour les conclusions déduites de l'étude préliminaire sur la section sciée par observation, il n'y a pas de corrélation entre l'aire de l'espace laissé libre par les filaments extraits et les paramètres mécaniques considérés ici. Cela indique donc que le volume de filaments extraits n'affecte directement ni les valeurs de  $P_{max}$  ni les valeurs de  $P_{res}$ .

Il est également visible que l'aire de l'espace laissé libre par les filaments extraits est du même ordre de grandeur pour toutes les matrices, comme cela avait été montré précédemment dans la section 6.6.2 avec l'étude de l'écartement des filaments. Seules les éprouvettes avec filler  $L_e = 1$  cm présentent un espace supérieur à celui de toutes les autres éprouvettes. Cela peut s'expliquer par le fait que ces éprouvettes présentent une matrice de faible résistance et une faible longueur d'enrobage, donc l'extraction d'un plus grand volume de filaments est possible. Cela est confirmé par l'étude de la masse extraite pour ces éprouvettes, qui est en moyenne supérieure à celle des éprouvettes avec même rapport  $V_E/V_L$  et même  $L_e$  sans filler (cela est visible en figure 6.21). Les valeurs de  $P_{max}$  et de  $P_{res}$  sont du même ordre de grandeur que pour les éprouvettes avec  $L_e = 0,7$  cm et  $L_e = 1$  cm avec matrice de plus forte résistance mais une plus grande quantité de matière est extraite. D'ailleurs, pour ces 6 éprouvettes M57-00 30C  $L_e = 1$  cm, il y a une corrélation entre l'aire de l'espace laissé libre par les filaments extraits et les valeurs de  $P_{max}$  (une plus faible corrélation également entre les valeurs de cette aire et  $P_{res}$ ).

Ainsi, il semble que les paramètres mécaniques sont liés à l'aire de l'espace laissé libre par les filaments extraits uniquement dans le cas des matrices à faible résistance mécanique et faible longueur d'enrobage.

Concernant le lien entre l'aire totale du fil et les paramètres mécaniques considérés, les mêmes conclusions peuvent être faites que celles énoncées pour l'aire de l'espace laissé libre par les filaments extraits (voir figure 6.41 et 6.42). En effet, il ne semble y avoir aucune influence de l'augmentation de l'aire apparente du fil en raison de l'écartement des filaments, sur les propriétés mécaniques à l'arrachement. Cependant, cette mesure de l'écartement peut être faussée, comme cela a été évoqué dans la section 6.6.2, par la capacité de pénétration de la résine et le déplacement des filaments pendant le procédé de double imprégnation. Il est cependant visible, comme cela a été également déjà évoqué, que l'aire totale du fil est supérieure en moyenne pour les éprouvettes avec filler.



FIGURE 6.41:  $P_{max}$  en fonction de l'aire totale du fil



FIGURE 6.42:  $P_{res}$  en fonction de l'aire totale du fil

La mesure la plus pertinente est celle de l'aire des filaments restants, obtenue en soustrayant l'aire de l'espace laissé libre par les filaments extraits à l'aire totale du fil. Ainsi, seule l'aire des filaments restants emprisonnés dans la matrice cimentaire lors de la double imprégnation par la résine est considérée. Cette aire semble être corrélée aux paramètres mécaniques étudiés, cependant cette corrélation est faible si toutes les éprouvettes étudiées sont considérées. Il est visible (figures 6.43 et 6.44) que cette corrélation est valable principalement pour les éprouvettes avec faible longueur d'enrobage (matrices avec et sans filler). Pour les éprouvettes avec filler et plus grande longueur d'enrobage, il n'y a pas cette corrélation puisque la longueur d'enrobage a une influence significative sur les valeurs de  $P_{max}$  et  $P_{res}$ .



FIGURE 6.43:  $P_{max}$  en fonction de l'aire des filaments restants



FIGURE 6.44:  $P_{res}$  en fonction de l'aire des filaments restants

#### 6.7.3 Comptage des filaments restants par machine learning

Afin de valider les mesures d'aire présentées précédemment et de pouvoir différencier l'effet de l'écartement des filaments de celui du nombre de filaments restants, une mesure du nombre de filaments restants sur les images obtenues à l'aide du microscope confocal a été effectuée.

Cette mesure a été effectuée à l'aide du logiciel FIJI, en utilisant le plugin Trainable Weka Segmentation. Ce plugin est un instrument de machine learning permettant classifier des éléments définis préalablement par l'utilisateur. Pour cela, l'utilisateur définit tout d'abord des classes, afin de séparer les objets d'intérêt des autres. Dans le cas de cette étude, deux classes ont été définies : une classe contenant les filaments, une classe contenant le reste du moulage, le fond, les bulles d'air et autres artéfacts. Ensuite, l'algorithme de classement est appliqué et le résultat est présenté. Si le résultat n'est pas satisfaisant, l'entraînement de l'algorithme de classement peut être relancé (il s'améliore par apprentissage) ou les classes peuvent être redéfinies et ensuite l'algorithme relancé. Une fois que les filaments sont définis correctement, la fonction analyse particles est utilisée pour compter les filaments après un passage en binaire de l'image obtenue par machine learning.

Tout d'abord, une évaluation du nombre de filaments restants à partir de la masse extraite a été effectuée. Même si la masse extraite ne reflète pas le nombre de filaments extraits sur toute la longueur d'enrobage, notamment dans le cas d'une extraction en forme de cône ou dans le cas de particules de ciment accrochées aux filaments qui augmentent la masse mesurée par rapport à la masse stricte des filaments, cette évaluation permet tout de même de contrôler les résultats obtenus par machine learning, qui peuvent énormément varier selon la définition des classes qui est faite. Pour évaluer ce nombre de filaments restants, la masse initiale de fil contenu dans le mortier est évaluée en utilisant la masse linéique du fil (la valeur de 2400 Tex donnée par le fabricant et vérifiée précédemment est utilisée) et l'épaisseur réelle de l'éprouvette. Cette technique ne permet pas de prendre en compte les variations dues à l'ondulation des fils ni à la légère variation du titre dans le fil. A partir de cette valeur, le nombre de filaments extraits est ensuite déduit puisque la masse totale correspond à 1600 filaments d'après le fabricant. Ensuite, le nombre de filaments restants dans la matrice après l'essai d'arrachement.

Ce nombre est ensuite comparé au nombre total de filaments mesurés par machine learning sur les images obtenues par microscopie confocale, sur chaque section considérée. Les résultats obtenus sont présentés en figures 6.45, 6.46 et 6.47 pour les matrices sans filler. Le nombre moyen de filaments restants comptés sur toutes les sections, comparé au nombre théorique de filaments restants, est présenté en figure 6.48 pour toutes les matrices considérées. Comme le comptage s'effectue séparément sur l'image obtenue par le marquage à la rhodamine et sur l'image obtenue par le marquage à la fluorescéine, certains filaments peuvent être parfois comptés en double. Cette vérification permet donc également de voir si le nombre de filaments comptés n'est pas trop surestimé en effectuant une addition des filaments comptés sur l'image rhodamine et des filaments comptés sur l'image fluorescéine.



FIGURE 6.45: Filaments comptés en fonction des filaments théoriquement restants pour toutes les sections considérées M57-00 100C  $L_e = 0.7$  cm



FIGURE 6.46: Filaments comptés en fonction des filaments théoriquement restants pour toutes les sections considérées M57-10 100C  $L_e = 0,7$  cm



FIGURE 6.47: Filaments comptés en fonction des filaments théoriquement restants pour toutes les sections considérées M57-00 100C  $L_e = 1$  cm



FIGURE 6.48: Filaments comptés (moyenne sur toutes les sections) en fonction des filaments théoriquement restants pour toutes les matrices considérées

Il est visible que, dans certains cas, la masse extraite surestimée conduit à un nombre de filaments restants erroné, ce qui est particulièrement le cas pour la mesure sur un des échantillons de la matrice M57-00 100C  $L_e = 0.7$  cm et deux échantillons de la matrice M57-00 30C  $L_e = 1$  cm, puisque le nombre restant de filaments calculé est négatif. Sur chacune des figures, la droite d'équation y=x est présentée, afin de voir l'éloignement des mesures de cette droite. Il est visible que les mesures pour les échantillons de la matrice M57-00 100 C  $L_e = 1$  cm sont celles qui semblent le plus proches du nombre de filaments restants calculé, puis que les points se répartissent le long de la droite pour quasiment toutes les sections.

En revanche, c'est moins le cas pour les échantillons des matrices M57-00 100C  $L_e = 0.7$  cm et M57-10 100C  $L_e = 0.7$  cm. Cela peut notamment venir d'une mesure moins précise sur 0.7 cm de la masse extraite que sur 1 cm, avec un plus grand risque de perturbation de la mesure par des particules de ciment résiduelles ou par une découpe de la longueur extraite imprécise. Cependant, dans la majorité des cas, les points sont situés au-dessous de la courbe d'équation y=x (notamment visible sur la figure 6.48), donc cela indique soit que le nombre de filaments par comptage est sous-estimé, soit que la masse extraite est également sous-estimée ce qui donne un nombre de filaments restants surestimé. Cependant, il a été établi que la masse extraite était plutôt surestimée du fait de la présence de particules de matrice avec les filaments extraits. Il semble donc que le nombre de filaments comptés est sous-estimé.

Concernant l'influence de la section considérée, il est visible que le nombre de filaments comptés sur les sections face sciée ou proche face sciée semble surestimé par rapport au nombre de filaments restants, alors qu'il semble sous-estimé pour les sections à l'interface  $L_l/L_e$ , ce qui peut être dû à la forme du volume extrait qui est conique pour certains échantillons, comme cela a déjà été montré dans l'étude de la forme du volume extrait présentée précédemment.

Concernant les matrices avec filler, il semble que la présence de filler ne perturbe pas le comptage des filaments puisque pour les échantillons M57-00 30C  $L_e=1$  cm, le comptage semble correspondre au nombre de filaments théoriquement restants. En revanche, le nombre de filaments comptés semble être sous-estimé pour les échantillons avec une longueur d'enrobage supérieure à 4 cm. Cela peut être dû au fait que la pénétration de la résine n'est pas aussi efficace sur les grandes longueurs d'enrobage que sur les plus faibles longueurs, ou à cause d'une sous estimation de la masse extraite dans le cas des grandes longueurs d'enrobage qui conduit à un nombre de filaments théoriquement restants surestimé.

Le nombre de filaments restants est ensuite comparé aux aires mesurées pour les mêmes zones, afin d'établir la pertinence de cette nouvelle mesure. Pour cela, l'aire de l'espace des filaments restants a été comparée au nombre de filaments comptés dans l'espace contenant de la résine marquée avec de la rhodamine et des filaments.

Il est visible (figure 6.49) qu'il n'y a pas de corrélation entre l'aire des filaments restants et leur nombre, ce qui est cohérent avec les informations trouvées dans la littérature qui indique la formation de produits hydratés, notamment en périphérie du fil, ce qui implique un écartement des filaments. Cet écartement a également été mis en évidence expérimentalement dans cette étude puisque les comparaisons entre l'aire du fil simple après double imprégnation et l'aire du fil restant après arrachement ont montré que l'aire du fil simple est très inférieure. Le nombre de filaments restants ne semble donc pas être un facteur influençant significativement l'aire contenant ces filaments restants.



FIGURE 6.49: Comparaison entre l'aire de l'espace des filaments restants et le nombre de filaments restants partiellement imprégnés présents dans cet espace, pour tous les échantillons considérés

Cependant, il est tout de même notable que pour une grande partie des éprouvettes les aires des filaments restants semblent suivre globalement le nombre de filaments comptés (si le nombre de filaments comptés est parmi les valeurs les plus élevées mesurées dans cette étude, alors l'aire des filaments restants est aussi parmi les plus élevées mesurées, à l'exception de quelques points qui présentent de grandes valeurs d'écart type). De plus, il a été observé que, pour les sections interface  $L_l/L_e$  et intermédiaires, les valeurs d'aire et de filaments comptés sont assez proches à l'exception de quelques points atypiques. En revanche, pour la section face sciée (celle qui est à l'opposé du point d'injection de la résine), les aires des filaments restants sont toutes très proches alors que le nombre de filaments est très différent. Cela peut indiquer que les mesures d'aire sur cette section peuvent être faussées à cause d'un resserrement des filaments à cette extrémité lors de l'injection de la résine peuvent être faibles à cause d'un resserrement des filaments lors de la réalisation des éprouvettes.

Malgré les divergences avec le nombre théorique de filaments restants et avec l'aire des filaments restants, évoquées et expliquées dans les paragraphes précédents, il est important de souligner que le nombre des filaments comptés par machine learning sur les images des différentes sections réalisées au microscope confocal constitue un paramètre physique caractéristique de chaque éprouvette. A ce titre, il peut être utile à la compréhension du comportement mécanique à l'arrachement, puisque le nombre de filaments enrobés et leur degré d'imprégnation par la matrice est décisif dans ce comportement, comme a commencé à le montrer Banholzer dans ses travaux utilisant le FILT test [67], en reliant les filaments actifs aux paramètres mécaniques à l'arrachement, mais sans pouvoir faire le lien avec les paramètres d'imprégnation du fil. Ainsi, l'étude de la corrélation entre l'imprégnation du fil et le comportement à l'arrachement de ce fil est donc étudiée dans la suite de ce chapitre.

Grâce à cette mesure du nombre de filaments restants, en comparant les résultats avec les paramètres mécaniques obtenus, il est possible de déduire que le nombre de filaments restants a une influence sur les propriétés mécaniques du composite, et sur quelle phase du comportement mécanique à l'arrachement cette influence a lieu. En conséquence, tous les paramètres mécaniques calculés sur les différentes phases de l'essai d'arrachement sont comparés aux nombres de filaments restants moyen sur toutes les sections considérées.

Après étude de ces corrélations pour les matrices sans filler, il est possible d'affirmer que les valeurs de  $P_{max}$  et de tous les paramètres liés à  $P_{max}$  sont liés au nombre de filaments imprégnés par le mortier, ce qui a d'ailleurs été rapporté dans de nombreuses études. En effet, le nombre de filaments restants présente une corrélation claire avec  $P_{max}$  comme le montre la figure 6.50 en haut. Plus ce nombre est élevé, plus  $P_{max}$  est élevé. Cette corrélation est encore plus forte lorsque seuls les filaments totalement imprégnés par la matrice cimentaire sont considérés (filaments emprisonnés dans la résine avec marqueur fluorescéine) comme cela est visible en figure 6.50 en bas. En revanche, l'aire de ces filaments restants ne présentait qu'une faible corrélation avec  $P_{max}$  du fait des aléas des mesures, de la pénétration de la matrice, et de l'écartement des filaments. Les filaments totalement imprégnés par la matrice, et de l'écartement des filaments. Les filaments totalement imprégnés par la matrice sont donc ceux qui participent le plus à l'effort lors de l'arrachement, leurs ruptures entraînent donc très vite une diminution de la charge jusqu'à la phase résiduelle. L'action des filaments peu ou pas imprégnés semble donc négligeable dans cet effort.





FIGURE 6.50: Nombre de filaments restants (en haut) et nombre de filaments restants totalement imprégnés (en bas) par la matrice cimentaire en fonction de  $P_{max}$ , matrices sans filler

Cela est encore plus visible lorsque les éprouvettes dont le comptage de filaments semble erroné (celles dont l'une des sections étudiées présente un nombre de filaments très éloigné de celui des autres sections par exemple, ou celles dont le nombre de filaments comptés et très éloigné du nombre de filaments théoriques restants) sont exclues (voir figures 6.51).

Lorsque le comptage des filaments est effectué de la même façon pour les éprouvettes de la matrice M57-00 30C avec une longueur d'enrobage faible (Le=1cm), cette corrélation reste valable (voir figure 6.52). Cependant, il est visible que ce nombre de filaments est globalement inférieur au nombre de filaments restants totalement imprégnés dans le cas des matrices sans filler avec les

mêmes longueurs d'enrobage et des rapports E/L proches. Cela confirme le fait que, dans le cas des matrices avec filler, il y a plus de ruptures des liaisons filaments/matrice et donc moins de filaments restants totalement imprégnés dans la matrice après le test d'arrachement.

Concernant la phase résiduelle, les résultats sont moins probants. En effet, cette phase résiduelle ne semble pas dépendre du nombre de filaments restants, qu'ils soient peu ou très imprégnés.



FIGURE 6.51: Nombre de filaments restants (en haut) et nombre de filaments restants totalement imprégnés (en bas) par la matrice cimentaire en fonction de  $P_{max}$ , avec exclusion des mesures atypiques, matrices sans filler



FIGURE 6.52: Nombre de filaments restants totalement imprégnés par la matrice cimentaire en fonction de  $P_{max}$ , matrices sans filler et matrice M57-00 30C  $L_e = 1$  cm

## 6.8 Conclusion

Les différentes méthodes utilisées pour la visualisation du fil après arrachement permettent de valider ou d'infirmer les hypothèses énoncées à l'aide de l'analyse des résultats des essais d'arrachement et de l'étude d'autres paramètres complémentaires comme la masse extraite. La première méthode de visualisation basée sur de la microscopie optique, ne permet qu'une visualisation en 2D, sur la face sciée de l'éprouvette. Cependant, elle permet une visualisation avant et après arrachement, de toutes les éprouvettes, quel que soit leur mode de rupture. L'analyse des images obtenues permet de déduire que, pour les éprouvettes sans filler rupture en mode 1, comme cela avait été pressenti en étudiant leur masse extraite, les valeurs de la charge maximale à la rupture dépendent essentiellement du ratio aire filaments extraits / aire fil total, et que plus ce ratio est faible, plus la charge maximale est élevée. Cela confirme donc que la résistance à l'arrachement est liée à la rupture des filaments et pas à leur glissement. Pour les éprouvettes mode 2, il semble que les éprouvettes où le fil est le moins visible (et donc le plus imprégné) donnent les résistances à l'arrachement les plus élevées.

Cette visualisation en 2D est insuffisante pour expliquer tout le comportement mécanique du composite et donc pour réaliser une modélisation satisfaisante de ce comportement, notamment du fait de l'absence d'information dans la longueur d'enrobage. Afin d'avoir des images tout le long de cette longueur, une double imprégnation de certaines éprouvettes par de la résine avec dissolution de la matrice suivie d'observations au microscope confocal sur plusieurs sections après polissages successifs ont été réalisées.

Tout d'abord, le moulage obtenu a été observé au MEB EDX afin de valider la méthode développée, puis les images obtenues au microscope confocal ont été analysées. L'étude des paramètres considérés sur ces images (notamment l'aire des différentes zones définies selon le degré d'imprégnation des filaments par la matrice cimentaire) et de leur évolution le long de la longueur d'enrobage, permet de caractériser le gonflement du fil ainsi que la forme du volume extrait, et de relier ces mesures
aux paramètres mécaniques afin d'établir l'influence des phénomènes physiques sur les mécanismes de l'arrachement.

Il est notable que l'aire des filaments extraits est du même ordre de grandeur pour toutes les éprouvettes considérées, donc le pourcentage de fil extrait n'influence pas mécaniquement le comportement à l'arrachement. Cependant, la forme du volume extrait semble influencer la phase de rupture mais également la phase résiduelle pour les éprouvettes avec faibles longueurs d'enrobage. Comme l'aire des filaments extraits varie peu, cela indique que c'est bien la rupture de filaments dans la longueur d'enrobage au lieu d'une extraction de ces filaments sur toute la longueur d'enrobage qui entraîne des comportements mécaniques moins performants. En effet, lorsque les filaments sont extraits, la force pour rompre les liens matrice/filaments entraîne une charge maximale à l'arrachement supérieure, et l'extraction se fait avec plus de frottements ce qui explique la charge résiduelle supérieure. L'écartement des filaments par l'eau et les particules de la matrice conduisant à l'augmentation de l'aire du fil, quant à lui, ne semble pas influencer les mécanismes de l'arrachement. Cependant il est visible que la composition de la matrice (notamment la présence de filler calcaire ou de superplastifiant) influence l'ampleur de cet écartement.

Pour préciser ces résultats, un comptage des filaments par machine learning a été effectué. Ce comptage permet de conclure que ce sont les filaments les plus imprégnés par la matrice et restants dans cette matrice à la fin du test (donc qui ont rompu par traction dans cette matrice ou à son interface) qui déterminent les propriétés mécaniques de la première phase du test. Il est également notable que la seule matrice considérée avec du superplastifiant présente le plus grand nombre de filaments restants. Cela confirme les résultats évoqués dans le chapitre 2 section 2.2.3, qui montre que le superplastifiant a une influence sur la pénétration des particules solides de la matrice dans le fil. Cela confirme également les conclusions du chapitre 4 qui montre que les matrices avec superplastifiant et résistances mécaniques supérieures présentent des valeurs de résistances à l'arrachement supérieures. En revanche, aucun paramètre mesuré ici ne permet d'expliquer les valeurs de la phase résiduelle. Ce paramètre de filaments restants est donc essentiel pour la modélisation du comportement à l'arrachement du fil enrobé, et cela est d'ailleurs détaillé en chapitre 7.

En moyennant les mesures d'aire sur les différentes sections et en comparant ces valeurs moyennes avec les valeurs des paramètres mécaniques, il est également possible de voir que c'est bien l'aire des filaments restants dans la matrice après l'arrachement qui détermine bien la valeur de la charge maximale à l'arrachement, alors que l'aire laissée vide par les filaments extraits n'a pas de lien avec la phase résiduelle.

## Chapitre 7

# Regard critique sur les modèles

#### Contents

7.1	Intre	oduction $\ldots \ldots 217$
7.2	Mod	lèles existants et leurs limites
	7.2.1	Premières modélisations
	7.2.2	Modèles multi-échelles
	7.2.3	Modèles récents
7.3	Rap	pel des grandes conclusions de l'étude expérimentale 223
	7.3.1	Bilan sur le mode de rupture 1
	7.3.2	Bilan sur le mode de rupture 2
	7.3.3	Contradictions entre les modèles existants et les résultats expérimentaux $225$
7.4	Mod	lèlisation phénoménologique et apports aux modèles existants 227
	7.4.1	Définition de deux modèles selon le type de matrice
		7.4.1.1 Premier modèle pour les fils enrobés dans une matrice sans filler avec une longueur d'enrobage courte
		7.4.1.2 Deuxième modèle pour les fils enrobés dans une matrice avec filler et longueurs d'enrobage supérieures
	7.4.2	Modélisation de l'influence des différents paramètres expérimentaux 228
	7.4.3	Apports aux modèles existants
7.5	Con	clusion

## 7.1 Introduction

Comme cela a été évoqué au chapitre 1, la modélisation du comportement mécanique des fils multifilamentaires enrobés a été au centre des préoccupations des études sur ce type de composite, afin de déterminer le comportement des composites renforcés par des structures textiles 2D et surtout 3D.

Dans ce chapitre, il a été établi que les modèles de base décrivant le comportement à l'arrachement d'une fibre puis d'un fil multifilamentaire ont été enrichis grâce à une étude multi-échelle. En effet, il a été déterminé que la modélisation du comportement à l'arrachement d'un fil multifilamentaire ne peut pas se faire sans considérer l'échelle microscopique. A cette échelle, le filament, son interaction avec la matrice et les particularités de celle ci (formation de produits hydratés autour du filament, interaction des grains fins de la matrice avec le filament,...) sont modélisés avec précision. Cependant, le passage de l'échelle du filament à l'échelle du fil se fait en utilisant des approximations importantes sur le degré d'imprégnation du fil. En effet, très peu de méthodes permettent de visualiser cette imprégnation, notamment le long du fil et, en conséquence, des méthodes de définition statistiques sont employées afin de quantifier cette imprégnation.

Certaines études, y compris la présente, permettent de démontrer que les modélisations obtenues en faisant ces approximations ne sont pas représentatives de la réalité expérimentale et ne permettent pas de modéliser de façon satisfaisante le mécanisme d'imprégnation, les liaisons matrice / filaments et donc le comportement mécanique à l'arrachement du fil multifilamentaire qui dépend grandement de ces liaisons.

Ainsi, afin de définir les paramètres nécessitant d'être actualisés dans ces modélisations incomplètes, ce chapitre présente de manière détaillée tout d'abord les modèles existants ainsi que leurs limites. Ensuite, ces modèles sont confrontés à toutes les informations obtenues lors de cette étude, qu'il s'agisse des observations visuelles et des mesures physiques effectuées lors des tests ou de l'étude des courbes charge / déplacement obtenues lors de l'essai d'arrachement. En particulier, les résultats obtenus grâce à la méthode de double imprégnation par résine et d'imagerie confocale sont utilisés pour préciser les modèles existants.

## 7.2 Modèles existants et leurs limites

## 7.2.1 Premières modélisations

Comme évoqué dans le chapitre 1, différents modèles ont été développés afin de modéliser le comportement à l'arrachement d'un fil multifilamentaire enrobé dans une matrice cimentaire. Pour cela, les modèles sont basés sur la théorie ACK [94], décrivant l'arrachement d'une fibre, détaillée dans le chapitre évoqué précédemment. Cette théorie est ensuite adaptée aux fils multifilamentaire par Ohno et Hannant [95]. Par la suite, des modèles plus précis, prenant en compte un plus grand nombre de spécificité du fil multifilamentaire enrobé, sont développés et décrits ci-après.

Le modèle "adhesive cross linkage" ((b) dans la figure 7.1) a été défini par Lepenies et al. [96, 97]. Ce modèle considère que les produits d'hydratation de la matrice se forment de manière aléatoire dans le fil, entre les filaments. Ces produits d'hydratation créent des "ponts" ("cross linkages") entre les filaments, laissant des longueurs de filaments non enrobés variables appelées longueurs libres. La résistance de ces ponts est déterminée statistiquement. Le fil est ensuite modélisé comme un ensemble de couches concentriques, chaque couche comportant des liaisons avec des seuils de rupture spécifiques.

A partir du modèle adhesive cross linkage, un deuxième modèle plus simple est mis en place par Lepenies and al. [97], afin de permettre ensuite la modélisation de TRC présentant un renfort textile à structure plus complexe. Pour ce modèle, appelé "plug model", une longueur libre et une longueur enrobée pour chaque filament sont définies et déterminées selon la position du filament



FIGURE 7.1: (a) schéma de la situation réelle et (b) (c) (d) modèles développés pour expliquer les résultats d'arrachement [111]

dans le fil. Les longueurs libres pour les filaments au cœur du fil sont supérieures à celles des filaments de la périphérie. Les contraintes et les déformations du composite fil multifilamentaire / matrice cimentaire soumis à une traction sont ensuite calculées à partir de cette modélisation, en prenant uniquement en compte les longueurs libres et l'ouverture de la fissure.



FIGURE 7.2: Modèle de "telescopic failure" développé par Banholzer[67]

Ce modèle est assez proche de celui développé par Banholzer [67] (figure 7.2 et (c) dans la figure 7.1). Ce dernier considère le fil comme constitué de différentes couches concentriques de filaments, chaque couche ayant ses propres caractéristiques mécaniques et physiques selon sa position. Le phénomène de rupture est successif, avec une rupture des couches périphériques puis éventuellement une extraction des couches centrales. Pour établir ce modèle, une technique basée sur la capacité de transmission de la lumière par les filaments de verre non rompus a été utilisée (méthode FILT déjà présentée). Banholzer a combiné cette technique à des observations au microscope confocal et au MEB. Ces observations ont permis de suivre les ruptures des filaments à toutes les étapes de l'essai d'arrachement, et de mettre en évidence des ruptures par groupe de filaments. Un lien a ensuite été établi entre la charge à chaque étape de l'essai et le nombre de filaments rompus.

## 7.2.2 Modèles multi-échelles

Les modèles ainsi mis en place présentent un sérieux inconvénient : beaucoup de paramètres sont définis de façon statistique, et certaines hypothèses de base du modèle sont même basées sur des hypothèses déduites d'observations indirectes du phénomène d'imprégnation et du mécanisme d'arrachement. Une nouvelle technique de modélisation est donc ensuite utilisée pour coller au plus près des résultats expérimentaux, et éviter ces approximations. Pour cela, les modèles développés sont basés sur une combinaison de modélisation du comportement du fil, de la matrice et de l'interaction fil / matrice, à différentes échelles : échelle microscopique, échelle mésoscopique et échelle macroscopique.

Un premier modèle multi-échelle a été développé par Konrad et Chudoba [100] ((d) dans la figure 7.1) et il prend en compte les particularités du fil seul en traction pour les inclure dans la modélisation du comportement des longueurs libres des filaments dans les TRC, ainsi que les paramètres définissant l'interface textile / matrice à différentes échelles.

Pour cela, une étude précise des phénomènes régissant le comportement en traction d'un fil multifilamentaire a été menée [47]. Cette étude montre que les facteurs à inclure dans la modélisation du comportement mécanique des longueurs libres dans les TRC sont l'ondulation des filaments et les défauts dans la longueur et dans la section transversale du fil (défauts d'ensimage par exemple). En revanche, les frottements inter-filamentaires sont négligeables.

Grâce à ces données, le fil est modélisé par des couches concentriques, comme pour les modèles présentés précédemment, mais, ici, pour les longueurs libres de chaque filament les ondulations et les défauts sont ajoutés. Le "Bond Layer Model" considère donc que la qualité d'imprégnation est décroissante depuis les couches périphériques jusqu'aux couches centrales et, en conséquence, que les longueurs libres sont croissantes depuis les couches périphériques jusqu'aux couches jusqu'aux couches centrales. Une activation retardée due à l'ondulation de cette longueur libre est ensuite ajoutée.



FIGURE 7.3: Images MEB des ponts de matrice au centre du fil multifilamentaire (gauche) et de la zone du fil définie comme complètement pénétrée par la matrice cimentaire (droite) [111]

Hegger and al. [63] expliquent les ruptures par groupes de filaments, découvertes par Banholzer, et le cœur intact discontinu par le fait qu'une certaine quantité de matrice parvient tout de même à pénétrer dans le cœur d'un fil multifilamentaire, formant ce qu'ils appellent des ponts de matrice (figure 7.3). Ils font l'hypothèse que ces ponts de matrice sont distribués aléatoirement dans la section transversale mais aussi tout le long du fil sur la longueur d'enrobage et que cela explique la variabilité des forces de liaison fil / matrice et donc la variabilité des résultats d'arrachement. Dans son étude, ils réalisent une modélisation en éléments finis du comportement d'un fil multifilamentaire dans un essai d'arrachement.

Pour cela, ils étudient tout d'abord le comportement à l'arrachement d'un seul filament. Ils divisent la courbe charge / déplacement de l'essai en 3 parties : la montée en charge qui dépend de la force élastique d'adhésion, jusqu'à la charge maximale, puis la chute de la charge qui dépend de la force de frottement. La troisième phase correspond au moment où la charge atteint un plateau, dû au fait que la force de frottement diminue suite au lissage de la surface du filament à force de frottements lors du glissement. Le modèle réalisé est très similaire à celui de Konrad et Chudoba[100].

Grâce à ce modèle, il est déterminé que la pente de la zone pré-pic dépend principalement des filaments périphériques et, à la charge maximale, une majorité de filaments est activée.

Langlois [84] a également comparé ses résultats à différents modèles existants pour la modélisation du comportement de fibres dans une matrice cimentaire puis a développé son propre modèle. Tout d'abord, il a utilisé le modèle d'arrachement de Li [112] qui sert principalement à la modélisation de l'arrachement de fils d'acier et qui considère que la contrainte de cisaillement au niveau de l'interface fil / mortier est constante le long de la zone de glissement. A cause de la structure multifilamentaire du fil de carbone utilisé par Langlois dans ses essais d'arrachements par flexion, ce modèle n'est pas adapté et ne permet notamment pas de modéliser la variation de la vitesse de déchargement entre la deuxième phase et la troisième phase de l'arrachement puisque, dans ce modèle, il est considéré que les filaments présentent tous le même comportement et rompent simultanément. Afin de remédier à ce problème, Langlois a développé un modèle différent. Pour cela il définit des filaments périphériques et des filaments de cœur, classant chaque filament du fil dans l'un de ces deux groupes. Les filaments périphériques sont considérés ancrés en certains points de la matrice (plus ou moins loin de l'entaille de l'éprouvette) et ceux de cœur non ancrés. Il définit ensuite l'allongement à la rupture de chaque filament, dépendant de la résistance des filaments. Une fois cet allongement à la rupture dépassé, les filaments périphériques rompent et cela permet d'expliquer la chute de la charge en phase 2.

Les phases 1 et 2 de l'essai d'arrachement sont ainsi expliquées par le comportement des filaments périphériques et elles dépendent du même mécanisme. La phase 3, quant à elle, dépend de l'extraction des filaments de cœur non ancrés.

Les limites de ce modèle sont multiples : la densité des points d'ancrage est ajustée de manière à ajuster le résultat du modèle à celui de l'essai d'arrachement considéré, de même que le nombre de filaments périphériques et de cœur.

Pour les fils de verre testés en configuration fils droits, les filaments présentent tous une rupture du fait de la structure de roving assemblé du fil utilisé. Cependant, la courbe d'arrachement présente les mêmes trois phases que pour les fils de carbone. Là encore, le modèle de Li n'est pas adapté pour décrire ce comportement, et Langlois a donc développé un nouveau modèle puisque le modèle développé pour les fils de carbone n'est pas non plus valable du fait de la non prise en compte des mèches du fil de verre. Afin de rendre compte de ce nouveau paramètre structurel, tous les filaments sont considérés ancrés en certains points de la matrice. Ces ancrages sont répartis statistiquement, à une distance suffisante de l'entaille mais à une distance inférieure à la longueur d'enrobage totale. Ainsi, la variabilité de l'ancrage est prise en compte mais le modèle reste cohérent avec les ruptures observées à une longueur de quelques millimètres à quelques centimètres de l'entaille.

Les différents modèles sont ensuite combinés entre eux afin d'engranger un maximum d'informations sur le mécanisme de rupture du fil multifilamentaire de verre dans la matrice cimentaire et de pouvoir modéliser le comportement d'une grille textile enrobée dans cette matrice (TRC). Le but de cette combinaison est de pouvoir, quand cela est nécessaire, modéliser des éléments qui sont sources d'hétérogénéité (notamment au niveau du fil) à différentes échelles pour pouvoir modéliser l'entièreté des éléments influençant le comportement mécanique du composite à l'échelle macroscopique [103]. Cette modélisation à différentes échelles, déjà évoquée lors de la définition du Bond Layer Model par Chudoba et Konrad [99], est complétée par les travaux de Hegger et al. [113] sur les interactions entre l'évolution de la fissure et les liaisons fils / matrice.

Ainsi, le Bond Layer Model est basé sur les méthodes stochastiques de modélisation du fil qui permettent d'inclure l'activation retardée des filaments et le "local bond model" établi par Banholzer

[12] grâce aux essais d'arrachement sur un seul filament (de fer [64, 98] puis de verre [12]). Des distributions statistiques sont également utilisées pour définir la distribution de l'enrobage des filaments le long du fil et la variation de l'imprégnation dans sa section transversale.

Le Bond Layer Model est utilisé comme base pour des modélisations 1D et 2D, qui prennent en compte l'interaction entre l'évolution des fissures et la liaison fil / matrice, tandis que la Bond Slip Law ne se concentre que sur le lien fil / matrice résultant du processus d'imprégnation et du comportement du fil et de la matrice. Premièrement, une modélisation du problème de façon uni-axial est réalisée, en définissant deux groupes de filaments dans le fil : les filaments périphériques imprégnés par la matrice et les filaments de cœur, non imprégnés. Ces deux groupes ont des comportements différents mais aucune distinction de comportement au sein des deux groupes n'est réalisée. La loi "Bond Slip Law" est ainsi définie en lien avec le Bond Layer Model [114]. Le calibrage de ce modèle est effectué par l'étude d'essais expérimentaux d'éprouvettes de mortier renforcés par des fils soumises à des tests de traction [115].

Dans un deuxième temps, la modélisation est effectuée en deux dimensions pour des plaques de mortier renforcées de textile avec une représentation discrète des fissures dans les points de concentration de contraintes [116].

Enfin, la modélisation en 2D ou 3D se fait en utilisant la distribution discrète des fissures dans une plaque et en ajoutant le caractère anisotrope du matériau ainsi que la répartition des filaments en deux groupes distincts (filaments périphériques et de cœur) selon les observations faites lors d'essais expérimentaux [117, 118].

### 7.2.3 Modèles récents

De nombreuses études se sont inspirés des modélisations multi-échelles présentées précédemment afin de proposer principalement de nouvelles modélisations de la structure 2D et 3D des TRC [119, 120].

Ainsi, Zastrau et al. [121] mettent au point le modèle MMM-PM (Micro-Meso-Macro-Prediction Model) qui est également basé sur une modélisation des éléments à différentes échelles, avec des simplifications à chaque étape. A l'échelle microscopique, ils reprennent le mFBM (filament bundle model) établi à partir du FBM (fiber bundle model) par Lepenies et al. [97]. Dans le modèle FBM, lorsqu'un filament rompt lors de l'essai d'arrachement, les filaments non rompus reprennent la charge, et cette reprise se fait de façon locale ou globale. Afin d'améliorer le modèle FBM classique, l'interaction entre filaments est précisée dans le modèle mFBM et les liens matrice / filaments sont modélisés par un profil de contraintes non uniformes superposées. Pour l'échelle mésoscopique, la loi "Bond Slip Law" est utilisée, dont les paramètres caractéristiques sont définis en utilisant des essais expérimentaux. Une approximation est également utilisée pour la définition de la section du fil, ainsi que son imprégnation selon la position des filaments dans le fil. Ainsi, différents types de section avec différentes imprégnations sont considérées, selon le type de fil considéré et surtout selon que le fil considéré est pré-imprégné ou non. Pour l'échelle macroscopique, des lois de propriétés élastiques et inélastiques sont utilisés pour modéliser le comportement du TRC comme un matériau homogène. Ces différents éléments sont résumés dans la figure 7.4.

Djamai et al. [119] met ainsi en place un modèle amélioré du comportement des TRC. Pour cela, il utilise la loi "Bond-Slip" mise en place par Konrad et al. [99] mais utilise des analyses inversées pour déterminer les paramètres de cette loi (voir figure 7.5). Ainsi, différents essais sont effectués pour obtenir le bon calage du modèle sur les résultats expérimentaux. Cette méthode est effectuée pour modéliser l'arrachement d'un filament et également d'un fil multifilamentaire. Ainsi, les caractéristiques mécaniques du fil et de la matrice sont pris en compte, et un coefficient de frottement fil / matrice est déterminé.

Ensuite, deux méthodes de modélisation de la structure à une dimension ont été mises en place : par l'approche discrétisée, basée sur la séparation de la modélisation des différents matériaux (fils et matrice) ou l'approche d'empilement, qui consiste à effectuer des moyennes des résultats mécaniques



FIGURE 7.4: Méthode de mise en place du modèle MMM-PM [121]



FIGURE 7.5: Méthode de modélisation utilisée pour améliorer le modèle mécanique des TRC [119]

du composite sur les différentes sections transversales de ce composite, et ainsi utiliser une technique d'homogénéisation des propriétés du composite.

Pour s'affranchir de ces deux techniques de modélisation, El Kadi et al. [122] ont, par exemple, présenté un modèle basé sur la modélisation du composite sous forme de différentes couches selon son épaisseur, en fonction des réponses de chaque couche à des tests de flexion.

Holler et al. [123, 124] développent également un modèle basé sur le même principe, mais avec l'objectif de diminuer les temps de calcul, en se basant sur une méthode d'éléments finis à déformation supposée. D'autres modèles sont également développés pour décrire le comportement du composite sous chargement dynamique [125, 126].

## 7.3 Rappel des grandes conclusions de l'étude expérimentale

Deux modes de rupture à l'arrachement apparaissent pour les différentes éprouvettes testées dans cette étude.

### 7.3.1 Bilan sur le mode de rupture 1

Ce premier mode est un réel arrachement, présentant deux phases caractéristiques bien distinctes : la phase de rupture à proprement parler, avec une montée en charge pré-pic, un pic de résistance et une diminution de la charge résistante post-pic. Cette diminution se stabilise lorsque commence la deuxième phase : la phase résiduelle. Cette phase correspond au phénomène physique d'extraction des filaments de la matrice cimentaire le long de la longueur enrobée.

Grâce à des enregistrements vidéos des essais d'arrachement, il est possible de faire des hypothèses sur le comportement à l'arrachement du fil enrobé dans une matrice cimentaire, comme cela est présenté sur la figure 7.6.



FIGURE 7.6: Suivi de la face sciée des éprouvettes au cours d'un essai d'arrachement

Concernant les phénomènes physiques ayant lieu pendant ces différentes phases, il faut noter que les fils vont tout d'abord être mis en tension et s'aligner progressivement (ils n'ont pas la même longueur ni la même ondulation initiale). Ils ont une faible capacité d'allongement mais ils s'allongent tout de même, notamment au niveau de la longueur libre. Cela est déduit des observations réalisées lors de l'essai de traction du fil non enrobé. Cet allongement peut cependant être plus ou moins bloquée le long de la longueur enrobée du fait de la présence de particules solides de matrice. Une fois que leur capacité maximum d'allongement est atteinte, les filaments sont alors plus ou moins retenus par leur enrobage par la matrice cimentaire. Le glissement des filaments pas ou très peu enrobés pourrait donc éventuellement commencer dans la phase pré-pic.

La charge augmente ensuite et les filaments sont de plus en plus sollicités. Puis, selon la résistance du filament (dépendant notamment de son endommagement), la résistance de la matrice, le degré d'enrobage du filament, chaque filament va rompre ou les points d'ancrage du filament vont rompre, suite à la rupture locale de la matrice au niveau des points d'ancrage, et le filament s'alignera. Si la résistance à la rupture du filament n'est jamais atteinte, alors le filament glissera après rupture de tous ses points d'ancrage.

Ce glissement peut éventuellement être ralenti ou bloqué, par la présence de particules de matrice de taille importante aux alentours des filaments le long de la longueur enrobée, ou par emmêlement des filaments entre eux.

Différentes études ont été menées afin de comprendre l'influence de tous ces mécanismes sur l'arrachement du fil. D'après la figure 7.6, il est observable pendant le test que les filaments commencent à glisser au moment où la charge maximale est atteinte, puis le glissement, couplée à la rupture de certains filaments, a lieu lors de la phase post-pic et de la phase résiduelle. La phase pré-pic et le pic comprennent donc la mise en tension des filaments, leur allongement et alignement, et le début du détachement des filaments de la matrice (par rupture des points d'ancrage de la matrice). Ces ruptures se poursuivent ensuite lors de la phase post-pic. La phase résiduelle est principalement caractérisée par l'extraction des filaments le long de la longueur d'enrobage, puisque l'espace laissé vide par les filaments extraits n'évolue que peu lors de cette phase.

Cela est confirmé par plusieurs conclusions de l'étude des paramètres mécaniques : la rigidité pré-pic et la rigidité post-pic sont liées au pic, mais la phase résiduelle est indépendante de cette phase de rupture. L'étude de l'influence de la matrice sur l'imprégnation du fil montre que les deux phases du test d'arrachement sont liées aux propriétés de la matrice. Cependant, il est notable que deux groupes de matrices se distinguent : les matrices considérées dans cette étude comme « à faibles résistances mécaniques » (résistances en compression entre 10 MPa et 30 MPa; contiennent du filler calcaire en substitution d'une part volumique du ciment) et les matrices considérées « à fortes résistances mécaniques » (résistances en compression entre 50 et 70 MPa).

En effet, pour les matrices à forte résistance, les propriétés mécaniques de la matrice semblent être déterminantes pour le comportement à l'arrachement du composite, avec une augmentation des paramètres mécaniques à l'arrachement dans les deux phases considérées proportionnelle à l'augmentation de la résistance en compression de la matrice.

A l'inverse, les propriétés mécaniques à l'arrachement pour les éprouvettes constituées d'une matrice de faible résistance ne présentent aucun lien avec la résistance mécanique de la matrice, mais plutôt avec ses propriétés rhéologiques, puisqu'une plus grande fluidité entraîne une augmentation des paramètres mécaniques à l'arrachement dans les deux phases considérées.

Cela montre donc que, dans le cas des éprouvettes avec une matrice de forte résistance, les filaments ont tendance à rompre lorsqu'ils sont ancrés, et plus le nombre de filaments ancrés est élevé, plus la résistance du composite sera élevée, ce qui est confirmé par les observations microscopiques et la visualisation des filaments restants par microscopie confocale. Dans le cas de ces éprouvettes, les filaments extraits n'ont que peu d'influence sur les propriétés du composite puisque ces filaments sont des filaments qui étaient peu imprégnés et n'ont pas participé à la résistance mécanique. Au contraire, pour les éprouvettes constituées d'une matrice de faible résistance, les filaments imprégnés sont également extraits puisque ce sont les liens filaments/matrice qui rompent, et pas les filaments eux-mêmes. Cela est confirmé par le lien constaté entre la masse extraite et les valeurs des paramètres mécaniques considérés, ainsi que par le fait que la fluidité de la matrice impacte les résultats à l'arrachement. En effet, les filaments les plus imprégnés présentent plus de points d'ancrage, et donc ils sont sollicités sur une plus grande longueur et participent davantage à la résistance à l'arrachement du composite.

Cela explique également que les résultats à l'arrachement augmentent avec la longueur d'enrobage. En effet, dans le cas de ces éprouvettes, les ancrages rompent successivement et les sollicitations mécaniques sont transmise tout le long de la longueur d'enrobage.

Concernant le lien entre la phase résiduelle et la longueur d'enrobage, il est dû au fait que les frottements filaments/matrice, lors de l'extraction des filaments, augmentent avec la longueur d'enrobage.

### 7.3.2 Bilan sur le mode de rupture 2

Le mode 2 est caractérisé par la rupture d'une majorité des filaments au niveau de l'interface  $L_e/L_f$ . Pour ce mode, la rigidité pré-pic est corrélée à la charge maximale mais la charge post-pic ne l'est pas. La mise en tension des filaments et leur alignement le long de la longueur enrobée est donc similaire ce qui est observé pour un arrachement, mais la phase post-pic est caractérisée par des ruptures successives des filaments, avec le même mécanisme que pour la traction d'un fil non enrobé. Ce mode apparaît pour les éprouvettes réalisées avec une matrice dense et fluide, qui permet une imprégnation importante des filaments mais ne permet pas leur mouvement et donc conduit à une absence de ductilité du composite, donc à un comportement similaire à la traction du fil non enrobé. Les valeurs obtenues pour la charge maximale sont inférieures à celles de la traction à cause de l'endommagement des filaments lors de la fabrication du composite. Elles sont cependant globalement supérieures à celles du mode 1 pour des longueurs d'enrobage équivalentes car les filaments sont plus fortement imprégnés (ce qui est confirmé par le fait que la résine ne peut pénétrer dans ces éprouvettes lors de la mise en œuvre de la méthode de double imprégnation utilisée avant les observations microscopiques).

Concernant les matrices pour lesquelles les éprouvettes présentent les deux modes, cela a lieu soit parce que la longueur d'enrobage choisie est la longueur critique permettant d'avoir un glissement, soit parce que la longueur libre est très endommagée, ce qui entraîne une rupture prématurée des filaments avant que les ancrages filaments/matrice soient détruits.

Pour les éprouvettes présentant le mode 2, la longueur d'enrobage n'a pas d'influence significative sur le comportement mécanique ou les valeurs obtenues pour les paramètres considérées puisque la longueur d'enrobage n'est que très peu sollicitée mécaniquement. Au contraire, pour le mode 1, la longueur d'enrobage a une influence directe sur les résultats obtenus, avec une augmentation des paramètres mécaniques considérée proportionnelle à cette longueur d'enrobage.

### 7.3.3 Contradictions entre les modèles existants et les résultats expérimentaux

Les éléments présentés aux deux paragraphes précédents montrent que le modèle de "telescopic failure" établi par Banholzer ne correspond pas aux résultats obtenus pour les essais d'arrachement de notre étude. En effet, la majorité des éprouvettes considérées, notamment les éprouvettes avec filler, présente un volume extrait de fil de forme cylindrique. Ce n'est pas compatible avec une succession de rupture des filaments le long de la longueur enrobée, comme le montre la figure 7.2. De même, il est visible que cette modélisation en couche concentrique n'est pas exacte, puisque les extractions se font par groupes de filaments, qui peuvent se trouver au cœur du fil mais également à sa périphérie.

Il semble donc qu'une modélisation du type de celles évoquées par Zastrau et al. [121] pour les fils pré-enrobés serait plus adaptée. Zastrau décrit ainsi différents types de modélisation de la section du fil multifilamentaire (voir figure 7.7) : le modèle par couches (b) dans la figure 7.7 est défini comme étant le modèle adapté pour le fil enrobé sans pré-enrobage et les modèles (c) et (d) dans cette même figure sont adaptés pour le fil multifilamentaire avec pré-enrobage pour améliorer l'adhésion fil / matrice.

En conséquence, il semble que la vision de Zastrau et al. pour les fils pré-enrobés, qui permet de sortir de la vision du fil modélisé par couches de différentes imprégnations et corrige les limites de ces modèles, soit la plus en adéquation avec les résultats expérimentaux de notre étude.

Le modèle de Zastrau et al. permet aussi de prendre en compte le fait que la longueur enrobée a une influence sur le comportement à l'arrachement du fil. En effet, avec l'augmentation de cette longueur, il y a une augmentation de la force transmise entre le fil et la matrice, et une rupture successive des filaments. La rigidité du composite est diminuée à cause de l'activation de plans de glissement dans le fil.



FIGURE 7.7: Modélisation du fil multifilamentaire enrobé (a) modélisation monolithique, (b) modèle par couches, (c) modèle par zone, (d) modèle mixte [121]

L'imprégnation du fil n'est donc pas le seul paramètre important pour déterminer l'occurrence de l'extraction des filaments. Il est également nécessaire de prendre en considération la résistance des liaisons filament / matrice qui dépendent des propriétés de la matrice, et notamment sa résistance en compression.

Ainsi, l'usage de matrices de faibles résistances entraine un mécanisme d'extraction des filaments particulier : l'extraction est facilitée puisque les particules de matrice ne bloquent pas l'extraction, et la liaison filaments / matrice est alors de faible résistance.

Pour les matrices de fortes résistances, cette extraction est moindre puisque les filaments ont tendance à rompre, et l'extraction peut être bloquée par la matrice dense.

De plus, et c'est un dernier point qui contredit le modèle de "telescopic failure", les ruptures de filaments dans le cas des matrices denses ont lieu au niveau de la face chargée (interface  $Le/L_f$ ).

Le modèle analytique établi par Zhang et al. [59], au contraire, semble plus proche des résultats expérimentaux obtenus dans cette étude. Ainsi, le comportement à l'arrachement du fil multifilamentaire est défini en 3 phases (présentées en figure 7.8) :

- une phase de cohésion parfaite,
- une phase de décohésion, qui débute lorsque la longueur libre de fil atteint une valeur critique de charge,
- une phase de frottement pur.



FIGURE 7.8: Modélisation des 3 phases de l'essai d'arrachement du fil multifilamentaire [59]

La seconde phase correspond à l'initiation d'un phénomène appelé "tunnel crack" à l'interface fil / mortier. Cela signifie que la décohésion du fil commence et qu'elle va se propager le long de la longueur d'enrobage. Lorsqu'elle atteint la longueur d'enrobage complète, la charge maximale est atteinte, et la phase de frottement pur commence.

Cela correspond bien au comportement observé en figure 7.6, et au fait que peu de liens ont été trouvés entre la phase de rupture et la phase d'extraction, soit entre  $P_{max}$  et  $P_{res}$ .

Le même raisonnement est utilisé dans le modèle récent de Djamai et al. [119]. Ce modèle est basé sur une modélisation multi-échelle comme le sont les modèles de Konrad et al. [99], avec une modification de la loi "Bond-Slip" et une amélioration du modèle pour les TRC.

Cependant, ces différents modèles, malgré leurs améliorations, sont tout de même basés sur le calage de paramètres empiriques sur des essais expérimentaux précis. Lorsque certaines conditions expérimentales sont modifiées, par exemple la matrice utilisée, alors ces modèles ne sont plus applicables. Avec notre étude notamment, il a été montré que les propriétés de la matrice ont une grande influence sur le mécanisme d'arrachement et donc sur le modèle à appliquer pour prédire le comportement des composites fil / matrice. Pour ces raisons, il est nécessaire de baser les modèles sur des paramètres d'imprégnation observables et quantifiables et non pas par un calage sur les courbes charge / déplacement d'arrachement.

## 7.4 Modèlisation phénoménologique et apports aux modèles existants

#### 7.4.1 Définition de deux modèles selon le type de matrice

Deux modèles phénoménologiques sont donc proposés selon le type de matrice considéré.

# 7.4.1.1 Premier modèle pour les fils enrobés dans une matrice sans filler avec une longueur d'enrobage courte

Les filaments s'alignent et s'allongent lors de la phase pré-pic, les plus fragiles et les mieux alignés rompent.

Lorsque les filaments sont alignés, les filaments peu imprégnés commencent leur glissement. Le pic est atteint. Les filaments imprégnés sont soumis à une force supérieure à leur résistance à la rupture et leur ancrage avec la matrice ne rompt pas car la matrice présente une résistance mécanique élevée. Les filaments vont donc rompre. Cela définit la valeur du pic et également la rigidité post-pic. La phase résiduelle dépend de paramètres non observables dans cette étude : frottement filament/matrice et présence de morceaux de matrice détachés qui bloquent l'extraction des filaments.

Les variables qui entrent en compte dans ce modèle phénoménologique sont donc :

- le nombre de filaments restants totalement imprégnés par le mortier
- la résistance mécanique de la matrice

#### 7.4.1.2 Deuxième modèle pour les fils enrobés dans une matrice avec filler et longueurs d'enrobage supérieures

La phase pré-pic est la même que pour le premier modèle. Cependant, à partir de l'obtention du pic, les filaments sont en majorité détachés de la matrice par rupture des points d'ancrage avec la matrice. Ils sont progressivement décrochés lors de la phase post-pic et la phase résiduelle consiste en l'extraction de ces filaments. L'interface filaments/mortier n'est ici pas la même que pour les matrices sans filler, ce qui est observable par la pénétration supérieure de la résine lors de la double imprégnation.

Les variables qui entrent en compte dans ce modèle phénoménologique sont donc :

- -la longueur d'enrobage
- le nombre de filaments restants totalement imprégnés par le mortier
- -- la fluidité de la matrice

#### 7.4.2 Modélisation de l'influence des différents paramètres expérimentaux

Il a été montré que le lien entre la longueur d'enrobage et la charge maximale à la rupture est une relation linéaire pour les matrices avec filler, avec une droite de régression d'équation :

$$P_{max}[N] = 23L_e[cm] + 52 \tag{7.1}$$

Concernant l'influence de la résistance mécanique et de la fluidité de la matrice, les liens ont été établis entre les valeurs mécaniques d'arrachement moyennes et les valeurs de résistance en compression et de maniabilité de la matrice. Pour les matrices sans filler, il existe une relation entre la résistance en compression de la matrice (noté ici  $R_c$ ) et la résistance à l'arrachement divisé par la longueur d'enrobage, avec une droite de régression d'équation :

$$\frac{P_{max}}{L_e}[N/cm] = 11R_c[MPa] - 554$$
(7.2)

Pour les matrices avec filler, le lien est entre la maniabilité (soit le logarithme du temps d'écoulement noté ici log(tps)) et la résistance à l'arrachement divisé par la longueur d'enrobage, selon l'équation :

$$\frac{P_{max}}{L_e}[N/cm] = -45 * \log(tps)[s] + 76$$
(7.3)

Les observations réalisées avec la méthode de double imprégnation par la résine ont également permis de définir des points cruciaux pour la modélisation phénoménologique.

Le volume de fil extrait est majoritairement de forme cylindrique, et la longueur extraite est égale à la longueur enrobée. L'écartement des filaments dans la matrice est supérieur dans le cas des matrices avec superplastifiant.

Concernant l'influence du nombre de filaments  $N_f$  restants totalement imprégnés par la matrice, il a été noté un lien entre ce nombre et le rapport  $P_{max}/Le$ , la droite de régression qui caractérise ce lien a pour équation :

$$\frac{P_{max}}{L_e}[N/cm] = 0,0308N_f + 3,1841$$
(7.4)

Il faut noter qu'il existe également un lien entre le nombre de filaments totalement imprégnés et  $P_{max}$  pour les éprouvettes avec matrice sans filler étudiées au microscope confocal. En effet, pour ces éprouvettes, la droite de régression a pour équation :

$$P_{max}[N] = 0,191N_f + 52,74\tag{7.5}$$

Les matrices avec superplastifiant présente un nombre de filaments restants supérieur à celui observé pour les matrices sans superplastifiant.

#### 7.4.3 Apports aux modèles existants

Langlois [84] a effectué une modélisation analytique du comportement à l'arrachement d'un fil multifilamentaire de carbone et d'un fil multifilamentaire de verre. Pour cela, il est parti du modèle défini par Li et al. [112] destiné à décrire le comportement à l'arrachement d'une structure monofilamentaire métallique. Langlois a montré que ce modèle n'était pas adapté pour les structures multifilamentaires puisqu'il considère comme constante la contrainte de cisaillement. Afin de reproduire la phase post-pic (comprenant la rupture des filaments et l'extraction des filaments), le modèle doit présenter une valeur de contrainte de cisaillement non constante et prenant en compte la rupture successive des filaments. Il faut également prendre en compte le fait que certains filaments, non suffisamment imprégnés par la matrice cimentaire, ne rompent pas et sont extraits de la matrice. Langlois propose donc une division des filaments en deux groupes : les filaments périphériques imprégnés par la matrice cimentaire qui vont rompre et les filaments de cœur, non suffisamment imprégnés par la matrice cimentaire qui glissent et sont extraits.

En raisonnant sur le comportement de ces deux groupes de filaments, il modélise l'effort de traction repris par les filaments périphériques avec la formule 7.6.

$$F_A = E_f n_p S_f[a(L_e - E_f \frac{\delta}{\sigma_f}) + (\frac{1}{L_e} - \frac{a}{2}L_e)\ln(\frac{\sigma_f L_e}{E_f \delta})] * \delta$$
(7.6)

avec  $E_f$  le module élastique des filaments

 $n_p$  la part de filaments périphériques

 $S_f$  la section totale des filaments

a est un paramètre à ajuster pour représenter la répartition des points d'ancrage dans la longueur d'enrobage

 $L_e$  la longueur d'enrobage

 $\delta$ la valeur d'allongement

 $\sigma_f$  la résistance en traction des filaments

Cet effort est bien-sûr nul après la rupture des filaments périphériques.

Concernant les filaments de cœur, leur effort en traction est uniquement pris en compte sous forme de frottement, avec la formule 7.7.

$$F_{NA} = F_{NA\infty} \frac{\sigma_f L_e}{E_f \delta} \tag{7.7}$$

avec  $F_{NA\infty}$  la valeur de charge pour laquelle la courbe atteint un plateau en phase post-pic

Concernant l'influence du mortier, qui a été montré dans cette étude, Langlois a fait l'étude de l'influence de l'âge du mortier sur l'effort maximal à l'arrachement. Pour cela, il émet l'hypothèse que cette influence vient soit d'une répartition des points d'ancrage qui varie lors du vieillissement du mortier, soit d'une variation du nombre de filaments totalement imprégnés par le mortier. Grâce aux observations microscopiques réalisées dans notre étude, il est possible de définir quel est le mécanisme à l'œuvre, même si nous n'avons pas étudié une même matrice à différents âges mais différentes matrices au même âge.

Pour appliquer le modèle de Langlois aux résultats de cette étude, différentes étapes ont été mises en place. Tout d'abord, contrairement à la méthode de Langlois qui consiste à caler la valeur du nombre de filaments périphériques  $n_p$  en fonction de la courbe expérimentale, la valeur de  $n_p$  dans le cas de cette étude peut être définie en utilisant le comptage des filaments par machine learning réalisé sur les images de microscopie confocal. Pour cela, les valeurs des filaments comptés dans la résine avec fluorescéine est considérée, puisqu'il s'agit des filaments qui ont été complètement imprégnés par la matrice cimentaire et qui influencent majoritairement le comportement à l'arrachement, comme cela a été montré dans le chapitre précédent.

Concernant la valeur de a, qui représente la distance entre l'entaille des éprouvettes utilisées par Langlois et le point d'ancrage du fil dans la matrice, il s'agit encore une fois d'un paramètre dont la valeur est calée selon la courbe expérimentale. Dans notre cas, l'essai réalisé est un essai d'arrachement direct, en conséquence la configuration pour la modélisation de la courbe charge / déplacement est différente. En effet, la longueur d'enrobage  $L_e$  considérée est uniquement la longueur de fil enrobée. Or une longueur libre est présente dans les essais d'arrachement direct de cette étude. Pour cette raison, la valeur du paramètre a est gardée égale à zéro.

Notre première approche consiste donc à garder la valeur de a égale à zéro et à considérer la valeur de la longueur libre dans la longueur enrobée (par exemple pour une éprouvette avec une longueur enrobée égale à 0,7 cm, la valeur de  $L_e$  considérée est de 10,7 cm). Il est ainsi possible d'avoir un modèle qui semble cohérent avec les résultats expérimentaux pour une majorité d'éprouvettes comme le montre l'exemple en figure 7.9.



FIGURE 7.9: Comparaison entre le modèle de Langlois et le comportement expérimental à l'arrachement pour  $L_e = 0.7$  cm et la matrice M57-00 100C

En revanche, pour les éprouvettes avec une matrice avec filler et des longueurs d'enrobage élevées, il est nécessaire de prendre pour les valeurs de  $n_p$  la valeur des filaments restants compris dans la

résine avec fluorescéine et rhodamine. Dans ce cas, le modèle de Langlois est également compatible avec nos résultats, comme le montre l'exemple en figure 7.10.

Cela confirme donc que la pénétration de la résine lors de la première injection (résine avec rhodamine) est différente pour les éprouvettes utilisant une matrice avec filler et les éprouvettes utilisant une matrice sans filler. Pour les éprouvettes réalisées avec une matrice avec filler, la résine avec rhodamine enrobe plus de filaments restants que pour la matrice sans filler.

Concernant la valeur de  $F_{NA\infty}$ , elle est considérée équivalente à la valeur de  $P_{res}$  définie dans les chapitres précédents lors de cette étude. En effet, aucun paramètre physique calculé lors de l'étude microscopique ne permet de s'affranchir de ce calage dans la phase post-pic résiduelle, puisqu'aucun de ces paramètres physiques ne semble avoir de lien direct avec notamment la valeur de charge résiduelle  $P_{res}$ . En revanche, certaines observations ont permis de préciser les mécanismes entrant en jeu dans cette phase résiduelle, et permet donc une modification de l'équation régissant le comportement des filaments de cœur dans cette phase. De plus, Langlois n'ayant considéré que le début de cette phase alors que nous en considérons l'ensemble, la modélisation en plateau n'est pas adaptée dans le cas de notre étude et doit absolument être modifiée. Pour les essais de la présente étude, il a été observé que les volumes extraits sont majoritairement de forme cylindrique (voir chapitre 6), donc que le frottement entre ce cylindre de fil et le mortier semble être régulier. Ainsi, cette phase résiduelle ne dépendrait que de la variation de la surface de contact entre la partie du fil contenant les filaments qui glissent et la partie du fil contenant ceux qui ne glissent pas et du frottement de coulomb entre les filaments et la matrice. Dans cette phase, la taille de la surface frottante varie quasiment linéairement jusqu'à l'extraction. Ainsi, l'équation pour le comportement des filaments de cœur, à partir de la valeur correspondant à la charge résiduelle, est désormais définie comme une droite linéaire dont l'équation est définie par les deux points (déplacement à  $P_{res}$ ;  $P_{res}$ ) et  $(L_e; 0)$ . Pour la phase de rupture, cette équation reste celle définie par Langlois, avec le calage de la valeur de  $F_{NA\infty}$  calée sur celle de  $P_{res}$ .



FIGURE 7.10: Comparaison entre le modèle de Langlois et le comportement expérimental à l'arrachement pour  $L_e = 4$  cm et la matrice M48-00 30C

## 7.5 Conclusion

Les différents modèles établis pour prédire le comportement mécanique des composites textile / matrice cimentaire sont ainsi explicités, en commençant par les premiers modèles mis en place. Ensuite, les modèles multi-échelles sont présentés. Ces modèles comportent des modélisations sur les échelles microscopique, mésoscopique et macroscopique, combinées ensuite afin d'avoir une modélisation aussi proche que possible du comportement expérimental. Ces modèles servent de base afin de développer des modélisations plus précises ou plus poussées, afin d'affiner le calage des paramètres précédemment définis de manière statistique, mais aussi de permettre la modélisation de structure en trois dimensions, dont la complexité (notamment au niveau de la structure textile de renforcement sous forme de grille) entraîne de grande difficulté de modélisation.

Ces modèles récents sont les plus précis en termes de modélisation du comportement mécanique d'un fil multifilamentaire enrobé par une matrice cimentaire. Les paramètres d'imprégnation, cruciaux pour cette modélisation, y sont définis à l'aide de tests mécaniques expérimentaux (par calage sur les résultats expérimentaux) mais pas par visualisation directe de l'imprégnation du fil, notamment le long de ce fil.

Les résultats obtenus à partir de notre étude expérimentale, et notamment ceux issus de nos observations de l'imprégnation du fil le long de sa longueur d'enrobage, sont utilisés pour évaluer la pertinence des modèles existants. Ainsi, certains modèles sont totalement réfutés, puisque, notamment, les ruptures télescopiques du modèle de Banholzer [67], utilisé également dans d'autre modèles, ne semblent pas correspondre aux observations expérimentales. De même, les modèles plus récents, basés sur des résultats expérimentaux, ne semblent valident que pour un type de matrice, alors que nous avons montré, en utilisant deux types de matrice, que celui-ci a une grande influence sur le mécanisme à l'arrachement du fil enrobé.

Le modèle de Langlois [84], prenant en compte beaucoup de paramètres pertinents pour la modélisation, est repris et les paramètres qui étaient déterminés statistiquement ont pu être déterminés directement en utilisant les résultats de notre étude. Ainsi, le nombre de filaments imprégnés par la matrice cimentaire, quantifié dans notre étude et semblant influencer grandement la résistance à l'arrachement, est précisé dans ce modèle pour chaque éprouvette testée. Il est alors montré que cela permet d'obtenir un résultat modélisé très proche du résultat expérimental, pour les deux types de matrice utilisés.

# Conclusion

L'objectif de cette thèse est l'étude de fils multifilamentaires de verre enrobés dans des matrices cimentaires, notamment leur comportement mécanique à l'arrachement et les facteurs physiques, plus particulièrement ceux de l'imprégnation qui déterminent ce comportement mécanique, et qui demandent la mise en place de méthodes d'observation et de quantification spécifiques. L'identification et la maîtrise de ces facteurs permet d'envisager une modélisation du comportement mécanique de l'arrachement de béton renforcé de structures textiles à base de fils multifilamentaires.

Dans un premier temps, l'étude bibliographique a montré que l'imprégnation, qui se fait ici entre deux matériaux hétérogènes qui s'interpénètrent, influence significativement le lien mécanique fil/matrice, qui est un élément déterminant pour le comportement mécanique du composite. Pour cette raison, de nombreuses études se sont attachées à décrire différentes techniques pour améliorer cette imprégnation et donc ce lien, et d'autres se sont davantage concentrées sur la modification de ce lien avec le temps, et son influence sur le comportement mécanique du composite. Ainsi, l'interface fil/matrice a été caractérisée avec différentes méthodes développées dans ces études. Ces méthodes sont basées sur différentes technologies d'observations (MEB, AFM, pétrographie, FILT...) ne permettant qu'une visualisation indirecte et à deux dimensions de l'imprégnation des filaments du fil. Les modèles qui découlent de ces observations doivent donc faire appel à des simplifications (simulant la section du fil en cercles concentriques) et à des paramètres déterminés statistiquement (comme par exemple le degré d'imprégnation de ces couches concentriques) pour correspondre aux résultats expérimentaux. Les modèles ne sont donc pas universels et ne permettent pas de prédire de façon fiable le comportement d'un composite précis étant donné que la géométrie du fil est beaucoup plus complexe et a fortiori l'imprégnation du fil par la matrice cimentaire.

En conséquence, cette étude a été particulièrement orientée vers l'étude des paramètres de la matrice influençant cette imprégnation et la mise en place de différentes méthodes d'observations et de mesures permettant une quantification de l'imprégnation afin d'expliquer les résultats obtenus lors des essais mécaniques à l'arrachement d'un fil multifilamentaire de verre.

Pour cela, des fils multifilamentaires de verre ont d'abord été caractérisés. En premier lieu, des études détaillées ont été menées sur la variabilité de l'absorption de l'eau par le fil ainsi que l'effet de l'eau sur ses propriétés mécaniques, par des essais de traction avec différents traitements préalables sur les échantillons de fil. Une étude de la variabilité du comportement mécanique due à la nature intrinsèque du fil multifilamentaire a également été menée.

Ce premier travail a permis de mettre en évidence la variabilité du comportement en traction du fil multifilamentaire, mais également de comprendre l'influence de l'eau sur ce comportement : l'eau entraîne une réorganisation des filaments dans le fil et une diminution de la résistance à la traction du fil, mais n'a aucun effet chimique significatif sur le fil, y compris l'eau alcaline.

Une étude de la capacité d'absorption par le fil de particules solides de la matrice cimentaire, ainsi que l'influence de la présence de superplastifiant sur cette absorption, a été réalisée par la suite. Elle a permis de constater que les paramètres influençant principalement ce phénomène semblent être : la concentration en particules solides de la matrice et la présence de superplastifiant, qui semble diminuer cette absorption modifiant les tensions superficielles de la matrice. La nature des particules (ciment ou filler calcaire) n'a pas d'influence significative.

En parallèle, différentes matrices ont été testées et caractérisées rhéologiquement et mécaniquement. Ces matrices ont des compositions variées permettant d'obtenir des gammes de résistance et de fluidité étendues. La modification de la fluidité est réalisée en variant les rapports E/C (eau/ciment) et A/C (adjuvant superplastifiant/ciment). Les résistances sont principalement modifiées en faisant varier le rapport E/C et en substituant un volume de ciment par un même volume de filler calcaire.

Des éprouvettes sont ensuite réalisées, avec différentes longueurs d'enrobage du fil, afin de réaliser des essais mécaniques d'arrachement direct.

Il apparaît que deux modes d'arrachement existent, selon la longueur d'enrobage et la qualité de l'imprégnation du fil par la matrice cimentaire influencée par la composition de cette dernière : un arrachement par rupture complète des filaments (avec une majorité des filaments qui rompent à l'interface longueur libre/longueur enrobée, voire dans la longueur enrobée ou la longueur libre) désigné mode 2 et un arrachement par rupture partielle et glissement/extraction des filaments (glissement complet sur toute la longueur d'enrobage) désigné mode 1.

L'apparition du phénomène de glissement, pour des éprouvettes d'une même matrice, ne semble pas liée aux paramètres mécaniques considérés. Certaines matrices présentent toutes une rupture en mode 1 avec une grande variabilité de charge maximale à la rupture. Pour les matrices dont certaines éprouvettes présentent des ruptures en mode 1 et certaines éprouvettes des ruptures en mode 2, la rupture en mode 1 correspond pour certaines matrices à l'éprouvette avec la charge maximale à la rupture la plus élevée et pour d'autres à l'éprouvette avec la charge maximale à la rupture la plus faible. Cependant, les valeurs de charge maximale à la rupture pour les éprouvettes avec un glissement (mode 1) sont globalement plus faibles que celles obtenues pour les éprouvettes sans glissement (mode 2).

Dans le cas des matrices avec filler dont la résistance en compression est plutôt faible ( $\leq 30$  MPa), la longueur d'enrobage a une influence significative sur toutes les phases du comportement à l'arrachement pour les éprouvettes présentant une rupture avec glissement. Ce qui n'est pas le cas pour les éprouvettes réalisées avec une matrice sans filler dont la résistance mécanique est beaucoup plus élevée et les longueurs d'enrobage permettant le glissement sont courtes ( $\leq 1$  cm). Cela indique que les liaisons filaments / matrice sont renforcées si la longueur d'enrobage est plus conséquente (> 1 cm), et donc que ces points d'ancrage plus nombreux sont plus difficiles à rompre. L'extraction est ensuite plus facilement bloquée le long d'une longueur d'enrobage plus importante. Cela permet de pressentir que le mécanisme déterminant la charge à la rupture pour les matrices à faible ou à forte résistance mécanique est différent.

L'étude des paramètres mécaniques calculés à partir des courbes expérimentales de chargement / déplacement de l'essai d'arrachement, à savoir  $K_{bond}$ , la rigidité pré-pic,  $P_{max}$ , la charge maximale,  $K_{debond}$ , la rigidité post-pic et les paramètres post-pic résiduels  $K_{res}$ , rigidité résiduelle et  $P_{res}$ , charge résiduelle, dans les cas où il y a glissement, nous permettent de faire certaines conclusions et de décrire le comportement à l'arrachement du fil multifilamentaire.

Tout d'abord, il existe un lien entre la rigidité pré-pic et la charge maximale, pour toutes les éprouvettes quels que soient leur mode de rupture, leur matrice et leur longueur d'enrobage. C'est également le cas pour les deux paramètres résiduels considérés, la rigidité résiduelle et la charge résiduelle. En revanche, la rigidité post-pic dépend du mode de rupture, puisque les éprouvettes avec un mode 1, quelles que soient leur matrice et leur longueur d'enrobage, présentent un lien entre la rigidité post-pic et la charge maximale, ce qui n'est pas le cas des éprouvettes avec un mode 2. Néanmoins, la rigidité pré-pic et la rigidité post-pic ne sont pas liées. Cela montre donc que le glissement influence principalement la phase post-pic, avant la phase résiduelle.

La phase résiduelle quant à elle est indépendante des autres phases de l'arrachement. En effet, la rigidité résiduelle  $K_{res}$  et la charge résiduelle  $P_{res}$  sont liées entre elles pour toutes les éprouvettes, mais le lien avec les autres paramètres calculés est faible.

Une méthode de traitement des résultats basée sur l'étude de paramètres pouvant entraîner une augmentation de la variabilité est ensuite appliquée pour discriminer les éprouvettes présentant un comportement singulier, non représentatif, dû à des artéfacts provenant de la manipulation principalement. Ainsi, l'endommagement de la longueur libre est particulièrement étudié à l'aide d'une méthode de mesure directe (pesée des filaments cassés avant le test) mais également par une méthode indirecte basée sur l'étude des courbes de charge / déplacement des essais d'arrachement, couplée aux conclusions obtenues sur la traction des fils simples. Ainsi, les courbes présentant un rapport  $K_{bond}/P_{max}$  élevées sont symptomatiques d'un endommagement important du fil et de casses nombreuses de filaments, elles peuvent donc être exclues de l'étude. De même, les courbes présentant un comportement atypique, c'est-à-dire une forme différente de la forme en cloche présentée dans ce rapport, essentiellement due à la présence de bulles d'air au niveau de l'interface longueur libre / longueur enrobé ou à l'arrachement de grains de sable, sont exclues.

Ainsi, les corrélations effectuées en adoptant ces méthodes de traitement des résultats montrent qu'il y a en réalité deux phases distinctes et non liées lors de l'essai d'arrachement : la phase de rupture, comprenant l'arrachement proprement dit, regroupant la phase pré-pic, le pic et la phase post-pic (durant laquelle a lieu la majorité des ruptures des filaments); et la phase résiduelle, comprenant l'extraction des filaments. Ces deux phases semblent être indépendantes et obéir à des mécanismes différents. La première phase dépend de la résistance du lien fil/matrice mais également de la résistance des filaments, qui rompent si la résistance du lien filament/matrice est supérieure à sa résistance propre.

Pour les matrices sans filler de résistance mécanique élevée et les faibles longueurs d'enrobage, la proportion de filaments extraits par rapport aux filaments imprégnés influence ainsi les valeurs de la charge maximale à l'arrachement. Une masse de filaments extraite faible induit des valeurs de charges maximales supérieures, et les éprouvettes qui ne présentent pas de glissement, donc aucune masse extraite, présentent les valeurs de charges maximales les plus élevées. En conclusion, les matrices sans filler, du fait de leur cohésion élevée, présentent une résistance du lien fil/matrice élevée et donc le mécanisme prédominant de la première phase est la rupture des filaments ancrés, ainsi que l'extraction des filaments non ancrés qui participent peu à l'effort d'arrachement.

Pour les matrices avec filler de résistance mécanique faible, le mécanisme gouvernant la première phase est différent. En effet, dans le cas de ces matrices qui présentent une grande majorité de glissement, la masse extraite de filaments est proportionnelle à la charge maximale à la rupture à l'arrachement. Cela montre que ce sont alors les ruptures des liaisons filaments/matrice qui gouvernent cette première phase et donc que les filaments extraits sont les filaments auparavant ancrés qui se sont détachés de la matrice.

La phase résiduelle obéit en revanche au même mécanisme pour les deux types de matrices : elle dépend de la friction filaments/matrice et du blocage de l'extraction des filaments par des morceaux arrachés de la matrice (ce qui expliquerait qu'aucune des mesures réalisées dans cette étude ne permet d'expliquer les valeurs obtenues pour la charge résiduelle).

D'après l'étude effectuée sur les propriétés des matrices et la comparaison des résultats d'arrachement moyens des éprouvettes pour chaque matrice, la maniabilité a une influence sur  $P_{max}$  moyen obtenu puisque les matrices les plus fluides présentent des valeurs de  $P_{max}$  élevées mais ce n'est pas le seul paramètre influençant cette valeur puisque la maniabilité ne permet pas d'expliquer les valeurs de  $P_{max}$  moyens des autres matrices. En conséquence, la résistance mécanique en compression de la matrice a également été prise en compte dans l'étude des valeurs de  $P_{max}$  moyens des éprouvettes à l'arrachement. Il est possible de conclure que cette résistance a également une influence puisque les matrices ayant la plus faible et la plus forte résistance en compression sont les matrices dont les éprouvettes à l'arrachement présentent respectivement la valeur de  $P_{max}$  moyen la plus faible et la plus élevée. Cependant, cela ne permet pas non plus d'expliquer les valeurs de  $P_{max}$  des autres matrices. Quant à la probabilité d'obtenir un mode de rupture 1 ou un mode de rupture 2, elle semble liée au rapport E/C et à l'ajout d'adjuvant superplastifiant plutôt qu'à la maniabilité et à la résistance de la matrice.

Pour les paramètres physiques mesurés sur les éprouvettes, la première approche consistant à mesurer uniquement sur la face sciée les paramètres géométriques du fil dans la matrice (aire, périmètre, forme) avant arrachement et de l'espace laissé vide (aire, périmètre, forme) par les filaments extraits après arrachement dans le cas d'un glissement, s'est avérée être trop limitée pour caractériser l'imprégnation du fil par la matrice. Cependant, elle permet tout de même de montrer que le paramètre pertinent pour expliquer la première phase du comportement à l'arrachement semble être l'aire des filaments restants. En conséquence, une autre méthode a été mise en place, celle d'un moulage du trou laissé par les filaments extraits utilisant une technique de double imprégnation par de la résine époxy marquée à l'aide de fluorochromes.

Cette technique, basée sur la réalisation d'un moulage du fil restant après arrachement avec dissolution de la matrice cimentaire suivie d'observations au microscope confocal, permet la quantification de plusieurs paramètres d'imprégnation et l'établissement de plusieurs corrélations qui permettent de mettre en lumière les paramètres physiques de l'imprégnation qui influencent le comportement mécanique à l'arrachement du fil.

Tout d'abord, la forme du fil arraché le long de la longueur d'enrobage (cône ou cylindre) ne semble pas avoir de lien avec les paramètres mécaniques, tout comme l'écartement des filaments du fil pendant la mise en place de la matrice et l'augmentation de sa section apparente. Cependant, il est établi que cet écartement des filaments dépend de la composition de la matrice, notamment la présence de superplastifiant. De plus, il ne semble pas non plus y avoir de lien entre les caractéristiques de l'espace laissé libre par les filaments extraits et les paramètres post-pic résiduels et a fortiori les paramètres pré-pic, du pic et post-pic. Cependant, il y a un lien clair entre l'aire des filaments restants et les paramètres de cette première phase, notamment les valeurs de charge maximale à la rupture, au pic.

Afin de préciser cette influence, un comptage des filaments restants sur les images obtenues au microscope confocal est effectué par machine learning. Grâce à ce comptage, il est établi que c'est le nombre de filaments restants qui étaient totalement imprégnés par la matrice cimentaire qui détermine les valeurs de charge maximale à la rupture, et donc tous les paramètres de la première phase de l'arrachement, pour les éprouvettes constituées d'une matrice sans filler. En revanche, les filaments extraits et restants n'ont pas d'influence sur la phase résiduelle.

Pour les matrices avec filler, le comptage des filaments montre un nombre de filaments restants moins nombreux que pour les matrices sans filler, mais les tendances énoncées pour les matrices sans filler se vérifient également.

Enfin, une revue critique des modèles existants a été effectuée afin de déterminer les principaux éléments qui doivent être pris en compte pour que la modélisation corrobore le comportement du fil multifilamentaire à l'arrachement. Ainsi, certains des modèles les plus aboutis ont été repris et les paramètres cruciaux de ces modèles, auparavant déterminés statistiquement, ont été définis à l'aide des résultats de notre étude.

En résumé, cette étude nous a permis de préciser plusieurs facteurs déterminants, expliquant à la fois la variabilité des résultats des tests d'arrachement mais aussi les facteurs qui déterminent les valeurs obtenues pour les paramètres caractéristiques de cet essai. La méthode d'observation innovante mise au point permet de confirmer expérimentalement des hypothèses sur lesquelles sont appuyés certains modèles, mais également d'en infirmer d'autres. Ainsi, la rupture du fil n'est pas télescopique, il s'agit plutôt d'un mécanisme de rupture qui sera prépondérant selon les propriétés de la matrice et les caractéristiques du fil utilisé.

Cependant, même si la modélisation de l'arrachement du fil multifilamentaire a été améliorée, il est nécessaire d'effectuer d'autres études afin de préciser certains points. En effet, le comportement de la longueur libre de fil n'a pas été modélisé, et ses différences avec le comportement du fil sorti bobine en traction n'ont pas été complètement expliquées. De même, les différentes conclusions établies sur l'influence des propriétés de la matrice sur le comportement à l'arrachement n'ont pas été complètement exploitées dans la mise en place du modèle.

Parmi les points cruciaux à éclaircir, les phénomènes influençant la phase résiduelle restent assez mal identifiés. En effet, ni les propriétés de la matrice, ni la quantité de fil extrait lors de l'essai d'arrachement ne semblent être liées à la charge résiduelle calculée sur les courbes charge / déplacement des essais d'arrachement. Cela montre que cette phase résiduelle semble être liée à des phénomènes non quantifiés dans cette étude, comme par exemple les coefficients de frottement interfilamentaire et filament / matrice ou le mécanisme de glissement successif qui a été observé avec les suivis vidéos des essais d'arrachement.

Ainsi, il serait nécessaire d'appliquer la technique de double imprégnation suivie d'observations microscopiques sur des éprouvettes dont le processus d'arrachement a été interrompu avant de retrouver une charge nulle, en arrêtant le test à différentes étapes après le pic, puis en effectuant la double imprégnation et les observations le long de la longueur d'enrobage. Cela permettrait de comprendre le mécanisme de glissement des filaments et de modéliser correctement la partie post-pic et notamment la phase résiduelle.

En effectuant tout cela, il sera certainement possible de passer à une modélisation 2D puis 3D des TRC, basée sur des quantifications expérimentales et pas sur des méthodes statistiques. Des études complémentaires doivent également être effectuées afin d'optimiser le potentiel des fils dans les matrices cimentaires, en utilisant notamment des matrices avec des résistances mécaniques encore plus faibles. Ainsi, ce type de composite pourrait être très bien adapté au renforcement des maçonneries à base de mortier de chaux. Cependant, une étude complète et précise est nécessaire afin de comprendre le comportement mécanique du fil multifilamentaire en liaison avec son imprégnation par le mortier et la présence d'inclusions solides (pierres, briques) dans l'élément maçonné.

## Annexes

## Courbes d'arrachement $L_e=1$ cm



FIGURE 7.11: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes M57-00 100<br/>C $L_e{=}1\mathrm{cm}$ 



FIGURE 7.12: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-10 100C  $L_e$ =1cm



FIGURE 7.13: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M48-20 100C  $L_e{=}1\mathrm{cm}$ 



FIGURE 7.14: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M41-20 100C  $L_e$ =1cm



FIGURE 7.15: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M41-30 100C  $L_e$ =1cm



Courbes d'arrachement Le=0,7cm

FIGURE 7.16: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes M57-00 100C  $L_e=0,7$ cm



FIGURE 7.17: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-10 100C  $L_e$ =0,7cm



FIGURE 7.18: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M48-20 100C  $L_e$ =0,7cm



FIGURE 7.19: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M41-20 100C $L_e{=}0{,}7{\rm cm}$ 



FIGURE 7.20: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M41-30 100C $L_e{=}0{,}7{\rm cm}$ 



## Courbes d'arrachement avec matrices filler calcaire

FIGURE 7.21: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M46-00 50C différentes  $L_e$ 



FIGURE 7.22: Courbes charge/déplacement 5 éprouvettes mortier M57-00 50C  $L_e$ =2cm



FIGURE 7.23: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-00 30C différentes  $L_e$ 



FIGURE 7.24: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M48-00 30C différentes  $L_e$ 



FIGURE 7.25: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-00 30<br/>C $L_e{=}8\mathrm{cm}$ 



FIGURE 7.26: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-00 30<br/>C $L_e{=}1\mathrm{cm}$ 



FIGURE 7.27: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M48-00 30<br/>C $L_e{=}2\mathrm{cm}$ 



FIGURE 7.28: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M57-00 30<br/>C $L_e{=}2\mathrm{cm}$ 



FIGURE 7.29: Courbes charge/déplacement 6 éprouvettes mortier M41-00 30<br/>C $L_e{=}4\mathrm{cm}$


## Courbe de flexion, avec matrices sans filler

FIGURE 7.30: Courbes charge/déplacement pour 3 éprouvettes M57-00 100C



FIGURE 7.31: Courbes charge/déplacement pour 6 éprouvettes M57-05  $100\mathrm{C}$ 



FIGURE 7.32: Courbes charge/déplacement pour 3 éprouvettes M57-10 100C



FIGURE 7.33: Courbes charge/déplacement pour 3 éprouvettes M48-20 100C



FIGURE 7.34: Courbes charge/déplacement pour 3 éprouvettes M41-20 100C



FIGURE 7.35: Courbes charge/déplacement pour 6 éprouvettes M41-30 100C

### Tableaux de résultats

échantillon	$p_{va}$ en $\mu m$	coefficient de corrélation
1G M57-00 100C $L_e=0,7$ cm	-125	0,69
1D M57-00 100C $L_e$ =0,7cm	-143	0,94
2G M57-00 100C $L_e=0,7$ cm	-33	0,78
2D M57-00 100C $L_e=0.7$ cm	-53	0,99
$3G M57-00 100C L_e=0,7cm$	-125	0,94
3D M57-00 100C $L_e=0,7$ cm	-125	0,54
1G M57-10 100C $L_e=0,7$ cm	-93	0,93
2G M57-10 100C $L_e=0,7$ cm	-112	0,39
2D M57-10 100C $L_e=0,7$ cm	1667	0,01
$3G M57-10 100C L_e=0,7cm$	256	0,38
3D M57-10 100C $L_e=0,7$ cm	-139	0,15
1D M57-00 100C $L_e = 1$ cm	-417	0,03
2G M57-00 100C $L_e$ =1cm	-151	0,79
2D M57-00 100C $L_e = 1$ cm	-256	0,88
$3G M57-00 100C L_e = 1 cm$	-200	0,99
3D M57-00 100C $L_e = 1$ cm	-417	0,15
$1 \text{ M57-00 50C } L_e = 2 \text{cm}$	-25	0,699
$2 \text{ M57-00 50C } L_e = 2 \text{cm}$	167	0,05
3 M57-00 50C $L_e=2$ cm	58	0,703
2G M57-00 30C $L_e$ =4cm	-53	0,41
2D M57-00 30C $L_e$ =4cm	24	0,83
3G M57-00 30C $L_e$ =4cm	-17	1
3D M57-00 30C $L_e$ =4cm	-31	0,55
2G M48-00 30C $L_e$ =4cm	-30	0,89
2D M48-00 30C $L_e$ =4cm	-83	0,83
$3G M48-00 30C L_e=4cm$	-50	1
3D M48-00 30C $L_e$ =4cm	-28	0,67
1G M57-00 30C $L_e$ =1cm	-278	1
1D M57-00 30C $L_e=1$ cm	18	1
2G M57-00 30C $L_e = 1$ cm	-161	1
2D M57-00 30C $L_e = 1$ cm	-85	1
$3G M57-00 30C L_e = 1 cm$	77	1
3D M57-00 30C $L_e=1$ cm	74	1

Tableau 7.1:  $p_{va}$  et coefficients de corrélation de la droite de corrélation de la profondeur de la section étudiée sur la longueur d'enrobage  $L_e$  en fonction des aires de l'espace laissé vide par les filaments extraits pour toutes les éprouvettes

# Fiches techniques

Direction Commerciale Assistance et Prescription Clients Tél. : 01 34 77 78 81 Fax : 01 30 98 73 50

**Ciments Calcia** HEIDELBERGCEMENTGroup 0

BEFFES Version du : 09/02/2018 **Fiche produit** N\* DoP : 0333-CPR-1501 CEM I 52.5 R CE CP2 NF ULTRACEM Caractéristiques physiques et mécaniques Chaleurs Compression en MPa Eau pâte Début Masse Surface en J/g Stabilité pure de prise volumique Blaine L\* en mm en % en mn en cm²/g en g/cm³ 1J 2] 7j 28j 41h 120h 44 57 4449 417 60 31 66 31.3 3H20 1 3.14 -

élémentaire	on (%)		Cor	netituante	(%)			Caractéristiques des constituants			
Perte au feu	1.3		Princ	ipaux			1	Nature	Caractéristiques		
SIOz	19.6	(	Clinker (K	) de Beffe	8	99.0					
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.4							Clinker (K) de	CaO/SIO <sub>2</sub>	-	3.2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.7							Beffes	C38+C28 (%)	-	76
TIO2	0.3								MgO (%)	-	2.2
MnO	0.0										
CaO	63.6								Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	-	-
MgO	2.1		Secon	ndaires		1.0					
\$O3	3.7		Calca	aire (L)					C <sub>3</sub> S (%)	-	68
κ <sub>z</sub> o	1.01								C <sub>2</sub> 8 (%)	-	8
Na <sub>z</sub> O	0.11								C3A (%)	-	11
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.3		FD	)EC					C <sub>4</sub> AF (%)	-	8
S	<0,02										
CI-	0.02										
		<u>s</u>	ulfate d	e calciu	IM			Calcaire	CaCO <sub>3</sub> (%)		90.4
Insoluble	0.2		Gy	pse		5.8			Vb (g/100g)		0.8
			Anny	yarite		-			TOC (%)		0.2
Na <sub>z</sub> o eq.	0.77										
NazO eq. Acur	-		Add	<u>litifs</u>				Laitier	Laitler vitreux (	%)	
		Agent de mouture		0.030		<u>(S)</u>	(CaO+MgO)/SIOz				
C <sub>3</sub> A	9.8	A9	ent reduc	teur de C	r vi	0.130			CaO+MgO+SIO <sub>2</sub> (%)		-
C_AF+2xC_A								Cendres	PF (%)		
								(/)	CaO reactive (5	61	
							1		SIO- reactive (1	6)	
					800	Rac	1			-,	
Etablie	sement		Vrac	Big bag	25 kg	35 kg		Fumées de	SIO <sub>2</sub> amorphe (	%)	-
Usine d	e Beffes		Non	Non	Oul	Non	1	allice (D)	PF (%)		-
									Aire massique BET	(m²/kg)	•
Ces valeurs ne sont données qu'à titre indicatif. Les résultats d'auto-contrôle sont disponibles sur demande											
à la Direction Commerciale Assistance et Prescription Cilents											
Silge social:       ISO 9001       Datable       Traiso datamilia       Traiso datamilia       Silge social:       Silge social:       Traiso datamilia       Silge social:       Silg							tā e alīna				

FIGURE 7.36: Fiche technique du ciment utilisé



Fax

URL

Test Company POBox Test Postal Code Test City Tel

Betocarb<sup>®</sup> HP - MX

SITE:	MAXEY, France				
DESCRIPTION DU PRODUIT:	Addition calcaire sélectionnée pour bétons h bétons hydrauliques hautes performances (EN Produit particulièrement adapté aux bét architectoniques (essai LG_007). Ce produit est de catégorie A-F <sub>M</sub> selon la norme	ydrauliques et 12620). xons de par xNFP 18-508.	t filler pour rement et		
COMPOSITION TYPE DE LA ROCHE:	CaCO <sub>3</sub> Carbonates totaux Chlorures Sulfates Soufre total Matières organiques Essai au bleu de méthylène Alcalins équivalents Silice totale Réactivité aux alcalins	98.3 99 7 0.0125 0.060 0.010 0.4 0.010 0.1 NR	96 96 96 96 96 96 96 96		
CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT:	Granulométrie: • Particules < 2 mm • Particules < 0.125 mm • Particules < 0.063 mm • Surface spécifique Blaine (DIN 68126) CIE L* (ISO 11664-4) Indice d'activité à 28 jours Taux d'humidité départ usine (ISO 787/2)	100 99 97 788 92 0.79 0.2	% % m <sup>2</sup> /kg %		
CARACTERISTIQUES GENERALES DU PRODUIT:	Densité (ISO 787/10) Densité apparente tassée (ISO 787/11)	2.7 1.1	g/ml g/ml		
APPLICATIONS PRINCIPALES:	REPARTITION GRANULOMETRIQUE (Malvern Mastersizer 2000):				

Béton auto-plaçant Béton prêt à l'emploi Eléments préfabriqués architectoniques Applications spéciales - Béton projeté



#### CONDITIONNEMENT STANDARD:

VRAC

Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations foumies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont flables, touteols Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-é-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subls par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

édition : 19.11.2012 Product information : 505.03.01\_FR\_CORPIFRMX (29193\_12\_F version : 6

FIGURE 7.37: Fiche technique du filler utilisé

# Bibliographie

- A. BENTUR et S. MINDESS. Fibre reinforced cementitious composites. 2. ed. Modern concrete technology series 15. OCLC: 636909907. London: Taylor & Francis, 2007. 601 p. ISBN: 978-0-415-25048-1 978-0-203-08872-2.
- S. T. PETERS, éd. Handbook of composites. 2. ed. OCLC: 833259792. London: Chapman & Hall, 1998. 1118 p. ISBN: 978-0-412-54020-2.
- [3] A PELED et A BENTUR. "Fabric structure and its reinforcing efficiency in textile reinforced cement composites". In : Composites Part A : Applied Science and Manufacturing 34.2 (1<sup>er</sup> fév. 2003), p. 107-118. ISSN : 1359-835X. DOI : 10.1016/S1359-835X(03)00003-4.
- [4] C. BURGOYNE. "FIBRE REINFORCED POLYMERS STRENGTHS, WEAKNESSES, OPPORTUNITIES AND THREATS". In : (2009), p. 6.
- [5] Christian KULAS et SOLIDIAN. "Actual applications and potential of textile-reinforced concrete". In : *GRCA 2015 Congress Papers*. 17th International Congress of the GRCA. Dubai, 2016.
- [6] C. PAPANICOLAOU. "Applications of Textile-Reinforced Concrete in the Precast Industry". In : 31 déc. 2016, p. 227-244. ISBN : 978-1-78242-446-8. DOI : 10.1016/B978-1-78242-446-8.00011-2.
- [7] Antonio NANNI. "A New Tool for Concrete and Masonry Repair". In : (), p. 7.
- [8] Leonidas Alexandros S. KOURIS et Thanasis C. TRIANTAFILLOU. "State-of-the-art on strengthening of masonry structures with textile reinforced mortar (TRM)". In: Construction and Building Materials 188 (10 nov. 2018), p. 1221-1233. ISSN: 0950-0618. DOI: 10.1016/j. conbuildmat.2018.08.039. URL: http://www.sciencedirect.com/science/article/ pii/S0950061818319792 (visité le 21/02/2020).
- Xuan WANG, Chi Chiu LAM et Vai Pan IU. "Comparison of different types of TRM composites for strengthening masonry panels". In : Construction and Building Materials 219 (20 sept. 2019), p. 184-194. ISSN : 0950-0618. DOI : 10.1016/j.conbuildmat.2019.05.179. URL : http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061819313583 (visité le 21/02/2020).
- [10] P. D. ASKOUNI et C. G. PAPANICOLAOU. "Textile Reinforced Mortar-to-masonry bond : Experimental investigation of bond-critical parameters". In : *Construction and Building Materials* 207 (20 mai 2019), p. 535-547. ISSN : 0950-0618. DOI : 10.1016/j.conbuildmat.2019. 02.102. (Visité le 21/02/2020).
- [11] N. REBOUL et al. "Experimental study of the in-plane cyclic behaviour of masonry walls strengthened by composite materials". In: Construction and Building Materials 164 (10 mar. 2018), p. 70-83. ISSN : 0950-0618. DOI : 10.1016/j.conbuildmat.2017.12.215. URL : http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S095006181732620X (visité le 11/09/2020).
- [12] B. BANHOLZER. "Bond Behaviour of a Multi-Filament Yarn Embedded in a Cementitious Matrix". Thèse de doct. 2004.

- [13] H. ALJEWIFI. "Etude du comportement mécanique à l'arrachement de fils multi-filamentaires enrobés dans une matrice cimentaire et influence de l'imprégnation". Thèse de doct. Université de Cergy Pontoise, 12 déc. 2011.
- F. T. WALLENBERGER, J. C. WATSON et H. LI. "Glass Fibers". In: Composites. Sous la dir. de D. B. MIRACLE et S. L. DONALDSON. T. 21. ASM International, 1<sup>er</sup> jan. 2001, p. 27-34. ISBN: 978-1-62708-195-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v21.a0003353.
- J. M. STICKEL et M. NAGARAJAN. "Glass Fiber-Reinforced Composites : From Formulation to Application". In : International Journal of Applied Glass Science 3.2 (2012), p. 122-136. ISSN : 2041-1294. DOI : 10.1111/j.2041-1294.2012.00090.x.
- [16] J. LAMANCHE. "Renforts en fibres de verre". In : Technique de l'ingénieur (1988), p. 25.
- [17] A. BERTHEREAU et E. DALLIES. "Fibres de verre de renforcement". In : *Technique de l'ingénieur* Ref : TIP100WEB "Plastiques et composites" (10 jan. 2008).
- [18] L. CARAMARO. "Fibres et fils à usage technique". In : Technique de l'ingénieur (2005), p. 18.
- [19] J. L. THOMASON. "Glass fibre sizing : A review". In : Composites Part A : Applied Science and Manufacturing 127 (1<sup>er</sup> déc. 2019), p. 105619. ISSN : 1359-835X. DOI : 10.1016/j. compositesa.2019.105619. URL : http://www.sciencedirect.com/science/article/ pii/S1359835X19303689 (visité le 18/05/2020).
- [20] S.-L. GAO et al. "Sizings on Alkali-Resistant Glass Fibers : Environmental Effects on Mechanical Properties". In : *Langmuir* 19.6 (1<sup>er</sup> mar. 2003). Publisher : American Chemical Society, p. 2496-2506. ISSN : 0743-7463. DOI : 10.1021/la020778t.
- [21] E. B. COHEN, W. N. STASSEN et J. C. WINTGENS. "Size compositions for glass fiber reinforced cementitious products". Brev. 4147555. 1979. URL : http://www.freepatentsonline. com/4147555.html.
- [22] E. B. COHEN, W. N. STASSEN et J. C. WINTGENS. "Size compositions for glass fiber reinforced cementitious products". Brev. amér. 4119477A. Owens CORNING. Library Catalog : Google Patents. 10 oct. 1978.
- [23] S. L. GAO, E. MÄDER et R. PLONKA. "Coatings for glass fibers in a cementitious matrix". In : Acta Materialia 52.16 (20 sept. 2004), p. 4745-4755. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j. actamat.2004.06.028.
- [24] K. M. MBEMBA. "Etude de la durabilité chimique des verres alcali-résistants de type Cemfil synthétisés à partir des Refiom en vue de la valoriser comme des renforts dans les matrices cimentaires". Thèse de doct. Paris Est, 2010.
- [25] A. J. MAJUMDAR, J. M. WEST et L. J. LARNER. "Properties of glass fibres in cement environment". In : Journal of Materials Science 12.5 (1<sup>er</sup> mai 1977), p. 927-936. ISSN : 1573-4803. DOI : 10.1007/BF00540975.
- [26] J. M. WEST et A. J. MAJUMDAR. "Strength of glass fibres in cement environments". In : Journal of Materials Science Letters 1.5 (1<sup>er</sup> mai 1982), p. 214-216. ISSN : 1573-4811. DOI : 10.1007/BF00724899.
- [27] L. J. LARNER, K. SPEAKMAN et A. J. MAJUMDAR. "Chemical interactions between glass fibres and cement". In : Journal of Non-Crystalline Solids 20.1 (1<sup>er</sup> jan. 1976), p. 43-74. ISSN : 0022-3093. DOI : 10.1016/0022-3093(76)90107-1. (Visité le 15/11/2017).
- [28] N. ARABI, L. MOLEZ et D. RANGEARD. "Durability of Alkali-Resistant Glass Fibers Reinforced Cement Composite : Microstructural Observations of Degradation". In : *Periodica Polytechnica Civil Engineering* (14 fév. 2018). ISSN : 1587-3773, 0553-6626. DOI : 10.3311/ PPci.10631.
- [29] S. MARIKUNTE, C. ALDEA et S. P. SHAH. "Durability of glass fiber reinforced cement composites : Effect of silica fume and metakaolin". In : Advanced Cement Based Materials 5.3 (1<sup>er</sup> avr. 1997), p. 100-108. ISSN : 1065-7355. DOI : 10.1016/S1065-7355(97)00003-5.

- B. A. PROCTOR. "The stress-strain behaviour of glass-fibre reinforced cement composites". In : Journal of Materials Science 21.7 (1<sup>er</sup> juil. 1986), p. 2441-2448. ISSN : 1573-4803. DOI : 10.1007/BF01114290.
- [31] K. L. LITHERLAND, P. MAGUIRE et B. A. PROCTOR. "A test method for the strength of glass fibres in cement". In : International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete 6.1 (1<sup>er</sup> fév. 1984), p. 39-45. ISSN : 0262-5075. DOI : 10.1016/0262-5075(84)90058-7.
- [32] H. CUYPERS et al. "Durability of glass fibre reinforced composites experimental methods and results". In : Composites Part A : Applied Science and Manufacturing. CompTest 2004 37.2 (1<sup>er</sup> fév. 2006), p. 207-215. ISSN : 1359-835X. DOI : 10.1016/j.compositesa.2005.03.027.
- [33] C. BURGOYNE. "Fibre reinforced polymers-strengths, weaknesses, opportunities and threats". In : Proceedings of the 9th international symposium on fiber reinforced polymer reinforcement for concrete structures (FRPRCS-9), Sydney, Australia. 2009, p. 13-15.
- [34] W. H. OTTO. "Relationship of Tensile Strength of Glass Fibers to Diameter". In : Journal of the American Ceramic Society 38.3 (1<sup>er</sup> mar. 1955), p. 122-125. ISSN : 1551-2916. DOI : 10.1111/j.1151-2916.1955.tb14588.x.
- [35] FO ANDEREGG. "Strength of glass fires". In : Industrial & Engineering Chemistry 31.3 (1939). Publisher : ACS Publications, p. 290-298.
- [36] JB MURGATROYD. "The strength of glass fibres, Part 1 : elastic properties". In : J Soc Glass Technol 28 (1944), p. 368-387.
- [37] C. BALEY. "Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites". In : *Technique de l'ingénieur* (2013), p. 25.
- [38] B. BANHOLZER, T. BROCKMANN et W. BRAMESHUBER. "Material and bonding characteristics for dimensioning and modelling of textile reinforced concrete (TRC) elements". In : *Materials and Structures* 39.8 (oct. 2006), p. 749-763. ISSN : 1359-5997, 1871-6873. DOI : 10.1617/s11527-006-9140-x.
- [39] F. JESSE et M. CURBACH. "Strength of continuous AR-glass fibre reinforcement of cementitious composites". In : PRO 30 : 4th International RILEM Workshop on High Performance Fiber Reinforced Cement Composites (HPFRCC 4). T. 1. RILEM Publications, 2003, p. 337.
- [40] A. R. OSKOUEI et M. AHMADI. "Fracture Strength Distribution in E-Glass Fiber Using Acoustic Emission". In : Journal of Composite Materials 44.6 (mar. 2010), p. 693-705. ISSN : 0021-9983, 1530-793X. DOI : 10.1177/0021998309347963.
- [41] S. L. PHOENIX. "Probabilistic strength analysis of fibre bundle structures". In: *Fibre Science and Technology* 7.1 (1<sup>er</sup> jan. 1974), p. 15-31. ISSN: 0015-0568. DOI: 10.1016/0015-0568(74) 90003-7.
- [42] S. Leigh PHOENIX et Howard M. TAYLOR. "The asymptotic strength distribution of a general fiber bundle". In : Advances in Applied Probability 5.2 (août 1973), p. 200-216. ISSN : 0001-8678, 1475-6064. DOI : 10.1017/S0001867800039148.
- [43] H. E. DANIELS. "The maximum of a Gaussian process whose mean path has a maximum, with an application to the strength of bundles of fibres". In : Advances in Applied Probability 21.2 (juin 1989), p. 315-333. ISSN : 0001-8678, 1475-6064. DOI : 10.2307/1427162.
- [44] B. D. COLEMAN. "On the strength of classical fibres and fibre bundles". In : Journal of the Mechanics and Physics of Solids 7.1 (1<sup>er</sup> nov. 1958), p. 60-70. ISSN : 0022-5096. DOI : 10.1016/0022-5096(58)90039-5.
- [45] W. WEIBULL. "The Phenomenon of Rupture in Solids". In : IVA Handlingar 153 (1939).
- [46] M. D LUND. "Tensile strength of glass fibres". Thèse de doct. Section of Chemistry, Aalborg University, 2010.

- [47] R. CHUDOBA, M. VOŘECHOVSKÝ et M. KONRAD. "Stochastic modeling of multi-filament yarns. I. Random properties within the cross-section and size effect". In : International Journal of Solids and Structures 43.3 (1<sup>er</sup> fév. 2006), p. 413-434. ISSN : 0020-7683. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2005.06.063.
- [48] M. VOŘECHOVSKÝ et R. CHUDOBA. "Stochastic modeling of multi-filament yarns : II. Random properties over the length and size effect". In : International Journal of Solids and Structures 43.3 (1<sup>er</sup> fév. 2006), p. 435-458. ISSN : 0020-7683. DOI : 10.1016/j.ijsolstr. 2005.06.062.
- [49] R. RYPL et al. "A novel tensile test device for effective testing of high-modulus multi-filament yarns". In : Journal of Industrial Textiles 44.6 (mai 2015), p. 934-947. ISSN : 1528-0837, 1530-8057. DOI : 10.1177/1528083714521069.
- [50] F. PEIFFER. "Framework for adaptive multi-scale simulation of textile reinforced concrete". Thèse de doct. 2019.
- [51] B. MOBASHER. Mechanics of Fiber and Textile Reinforced Cement Composites. Google-Books-ID : mc47jtRnUYYC. CRC Press, 20 sept. 2011. 476 p. ISBN : 978-1-4398-0660-9.
- [52] T. BROCKMANN et W. BRAMESHUBER. "Mechanical and fracture mechanical properties of fine grained concrete for textile reinforced composites". Thèse de doct. Aachen : Mainz, 2006. 227 p.
- [53] P. PURNELL. "The durability of glass fibre reinforced cements made with new cementitious matrices". Thèse de doct. Aston University, 1998.
- [54] J. PÉRA et J. AMBROISE. "New applications of calcium sulfoaluminate cement". In: Cement and Concrete Research 34.4 (1<sup>er</sup> avr. 2004), p. 671-676. ISSN : 0008-8846. DOI : 10.1016/j. cemconres.2003.10.019.
- [55] H. CUYPERS et al. "Durability aspects of AR-glass-reinforcement in textile reinforced concrete, Part 1 : Material behaviour". In : Advances in Construction Materials 2007. Sous la dir. de Christian U. GROSSE. Springer Berlin Heidelberg, 2007, p. 381-388. ISBN : 978-3-540-72448-3.
- [56] P PURNELL et al. "Microstructural observations in new matrix glass fibre reinforced cement". In : Cement and Concrete Research 30.11 (1<sup>er</sup> nov. 2000), p. 1747-1753. ISSN : 0008-8846.
  DOI : 10.1016/S0008-8846(00)00407-5.
- [57] A. PELED et B. MOBASHER. "Properties of Fabric-Cement Composites made by Pultrusion". In: *Materials and Structures* 39.8 (oct. 2006), p. 787-797. ISSN: 1359-5997, 1871-6873. DOI: 10.1617/s11527-006-9171-3.
- [58] T. BROCKMANN. "Mechanical and Fracture Mechanical Properties of Fine Grained Concrete for TRC Structures". In : Advances in Construction Materials 2007. Sous la dir. de C. U. GROSSE. Springer Berlin Heidelberg, 2007, p. 119-129. ISBN : 978-3-540-72448-3.
- [59] X. B. ZHANG, H. ALJEWIFI et J. LI. "Failure behaviour investigation of continuous yarn reinforced cementitious composites". In : Construction and Building Materials 47 (1<sup>er</sup> oct. 2013), p. 456-464. ISSN : 0950-0618. DOI : 10.1016/j.conbuildmat.2013.05.022.
- [60] U. HÄUSSLER-COMBE et J. HARTIG. "Bond and failure mechanisms of textile reinforced concrete (TRC) under uniaxial tensile loading". In : Cement and Concrete Composites 29.4 (1<sup>er</sup> avr. 2007), p. 279-289. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/j.cemconcomp.2006.12.012.
- [61] F. TEKLAL et al. "A review of analytical models to describe pull-out behavior Fiber/matrix adhesion". In : Composite Structures 201 (1<sup>er</sup> oct. 2018), p. 791-815. ISSN : 0263-8223. DOI : 10.1016/j.compstruct.2018.06.091.
- [62] A. PELED, E. ZAGURI et G. MAROM. "Bonding characteristics of multifilament polymer yarns and cement matrices". In : Composites Part A : Applied Science and Manufacturing 39.6 (1<sup>er</sup> juin 2008), p. 930-939. ISSN : 1359-835X. DOI : 10.1016/j.compositesa.2008.03.012.

- [63] J HEGGER, O BRUCKERMANN et R CHUDOBA. "134. A smeared bond-slip relation for multifilament yarns embedded in fine concrete". In : 6th International RILEM Symposium on Fibre Reinforced Concretes. RILEM Publications SARL, 2004, p. 1453-1462.
- [64] B. BANHOLZER, W. BRAMESHUBER et W. JUNG. "Analytical simulation of pull-out tests—the direct problem". In : Cement and Concrete Composites 27.1 (1<sup>er</sup> jan. 2005), p. 93-101. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/j.cemconcomp.2004.01.006.
- [65] P. BARTOŠ. "Analysis of pull-out tests on fibres embedded in brittle matrices". In : Journal of Materials Science 15.12 (1<sup>er</sup> déc. 1980), p. 3122-3128. ISSN : 1573-4803. DOI : 10.1007/ BF00550385.
- [66] C. SCHEFFLER, S. ZHANDAROV et E. MÄDER. "Alkali resistant glass fiber reinforced concrete : Pull-out investigation of interphase behavior under quasi-static and high rate loading". In : Cement and Concrete Composites 84 (1<sup>er</sup> nov. 2017), p. 19-27. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/j.cemconcomp.2017.08.009. (Visité le 19/11/2019).
- [67] B. BANHOLZER. "Bond of a strand in a cementitious matrix". In : Materials and Structures 39.10 (1<sup>er</sup> déc. 2006), p. 1015-1028. ISSN : 1359-5997, 1871-6873. DOI : 10.1617/s11527-006-9115-y.
- [68] O. WEICHOLD et M. HOJCZYK. "Size Effects in Multifilament Glass-Rovings : the Influence of Geometrical Factors on Their Performance in Textile-Reinforced Concrete". In : Textile Research Journal 79.16 (1<sup>er</sup> nov. 2009), p. 1438-1445. ISSN : 0040-5175. DOI : 10.1177/ 0040517508100628.
- [69] O. HOMORO, M. MICHEL et T. N. BARANGER. "Pull-out response of glass yarn from ettringite matrix : Effect of pre-impregnation and embedded length". In : Composites Science and Technology 170 (20 jan. 2019), p. 174-182. ISSN : 0266-3538. DOI : 10.1016/j.compscitech. 2018.11.045.
- [70] J. HARTIG et al. "Influence of experimental setups on the apparent uniaxial tensile loadbearing capacity of Textile Reinforced Concrete specimens". In : *Materials and Structures* 45.3 (1<sup>er</sup> mar. 2012), p. 433-446. ISSN : 1871-6873. DOI : 10.1617/s11527-011-9775-0.
- [71] R. CONTAMINE, A. SI LARBI et P. HAMELIN. "Contribution to direct tensile testing of textile reinforced concrete (TRC) composites". In : *Materials Science and Engineering : A* 528.29 (15 nov. 2011), p. 8589-8598. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2011.08.009.
- [72] N. WILLIAMS PORTAL et al. "Pull-out of textile reinforcement in concrete". In: Construction and Building Materials 71 (30 nov. 2014), p. 63-71. ISSN: 0950-0618. DOI: 10.1016/j. conbuildmat.2014.08.014.
- [73] S. KAZANO et al. "Experimental and analytical investigation on resin impregnation behavior in continuous carbon fiber reinforced thermoplastic polyimide composites". In : *Mechanics* of Advanced Materials and Modern Processes 4.1 (24 oct. 2018), p. 6. ISSN : 2198-7874. DOI : 10.1186/s40759-018-0039-3.
- [74] H. ALJEWIFI, B. FIORIO et J.-L. GALLIAS. "Pull-out behaviour of a glass multi-filaments yarn embedded in a cementitious matrix". In : Computational Modelling of Concrete Structures (2010), p. 77.
- [75] V. LAWS, A. A. LANGLEY et J. M. WEST. "The glass fibre/cement bond". In : Journal of Materials Science 21.1 (1<sup>er</sup> jan. 1986), p. 289-296. ISSN : 0022-2461, 1573-4803. DOI : 10.1007/BF01144734.
- [76] W. ZHU et P. J. M. BARTOS. "Assessment of interfacial microstructure and bond properties in aged GRC using a novel microindentation method". In : *Cement and Concrete Research* 27.11 (1<sup>er</sup> nov. 1997), p. 1701-1711. ISSN : 0008-8846. DOI : 10.1016/S0008-8846(97)00155-5.

- [77] M BUTLER et V MECHTCHERINE. "Crack-bridging behaviour of AR-glass multifilament yarns embedded in cement-based matrix – Modelling of ageing effects". In : *Proceedings* of *FraMCoS-7*. Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures Proceedings of FraMCoS-7. Seoul, Korea, 2010, p. 7.
- [78] M. BUTLER, V. MECHTCHERINE et S. HEMPEL. "Durability of textile reinforced concrete made with AR glass fibre : effect of the matrix composition". In : *Materials and Structures* 43.10 (1<sup>er</sup> déc. 2010), p. 1351-1368. ISSN : 1871-6873. DOI : 10.1617/s11527-010-9586-8.
- [79] M. BUTLER, V. MECHTCHERINE et S. HEMPEL. "Experimental investigations on the durability of fibre-matrix interfaces in textile-reinforced concrete". In : Cement and Concrete Composites 31.4 (1<sup>er</sup> avr. 2009), p. 221-231. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/j.cemconcomp. 2009.02.005.
- [80] M. BUTLER, S. HEMPEL et V. MECHTCHERINE. "Modelling of ageing effects on crackbridging behaviour of AR-glass multifilament yarns embedded in cement-based matrix". In: *Cement and Concrete Research* 41.4 (1<sup>er</sup> avr. 2011), p. 403-411. ISSN : 0008-8846. DOI : 10.1016/j.cemconres.2011.01.007.
- [81] M. A GLINICKI et A. M BRANDT. "Quantification of glass fibre-cement interfacial properties by SEM-based push-out test". In : Proc 5th int RILEM workshop high performance fiber reinforced cement composites, Proc. T. 53. 2007, p. 343-355.
- [82] M. TSESARSKY et al. "Textile reinforced concrete (TRC) shells for strengthening and retrofitting of concrete elements : influence of admixtures". In : *Materials and Structures* 48.1 (1<sup>er</sup> jan. 2015), p. 471-484. ISSN : 1871-6873. DOI : 10.1617/s11527-013-0197-z.
- [83] O. HOMORO. "Influence de la pré-imprégnation sur le comportement mécanique des composites verre-matrice ettringitique : étude expérimentale et numérique". Thèse de doct. Université de Lyon, 20 nov. 2019.
- [84] V. LANGLOIS. "Etude du comportement mécanique de matériaux cimentaires à renforts synthétiques longs ou continus". thesis. Cergy-Pontoise, 1<sup>er</sup> jan. 2004.
- [85] A. BADANOIU et J. HOLMGREN. "Cementitious composites reinforced with continuous carbon fibres for strengthening of concrete structures". In : Cement and Concrete Composites 25.3 (1<sup>er</sup> avr. 2003), p. 387-394. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/S0958-9465(02)00054-9.
- [86] A. PELED et A. BENTUR. "Geometrical characteristics and efficiency of textile fabrics for reinforcing cement composites". In : *Cement and Concrete Research* 30.5 (1<sup>er</sup> mai 2000), p. 781-790. ISSN : 0008-8846. DOI : 10.1016/S0008-8846(00)00239-8.
- [87] A. PELED, A. BENTUR et D. YANKELEVSKY. "Woven fabric reinforcement of cement matrix". In : Advanced Cement Based Materials 1.5 (1<sup>er</sup> juil. 1994), p. 216-223. ISSN : 1065-7355. DOI : 10.1016/1065-7355(94)90027-2.
- [88] Z. COHEN et A. PELED. "Controlled telescopic reinforcement system of fabric-cement composites Durability concerns". In : Cement and Concrete Research 40.10 (1<sup>er</sup> oct. 2010), p. 1495-1506. ISSN : 0008-8846. DOI : 10.1016/j.cemconres.2010.06.003.
- [89] R. NADIV et al. "Micro- and nanoparticle mineral coating for enhanced properties of carbon multifilament yarn cement-based composites". In : Composites Part B : Engineering 111 (Supplement C 15 fév. 2017), p. 179-189. ISSN : 1359-8368. DOI : 10.1016/j.compositesb. 2016.12.005.
- S. XU et H. LI. "Bond properties and experimental methods of textile reinforced concrete". In: Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed. 22.3 (1<sup>er</sup> sept. 2007), p. 529-532. ISSN: 1993-0437. DOI: 10.1007/s11595-006-3529-9.
- [91] S. XU et al. "Bond Characteristics of Carbon, Alkali Resistant Glass, and Aramid Textiles in Mortar". In : Journal of Materials in Civil Engineering 16.4 (août 2004), p. 356-364. ISSN : 0899-1561, 1943-5533. DOI : 10.1061/(ASCE)0899-1561(2004)16:4(356).

- [92] M. KRÜGER. "A discrete bond model for 3D analysis of textile reinforced and prestressed concrete elements". In : *Otto-Graf-Journal* 13 (2002), p. 111.
- [93] M. Y. YARDIMCI et al. "Improving the bond characteristics of AR-glass strands by microstructure modification technique". In : *Cement and Concrete Composites* 33.1 (1<sup>er</sup> jan. 2011), p. 124-130. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/j.cemconcomp.2010.09.005.
- [94] J. AVESTON et A. KELLY. "Theory of multiple fracture of fibrous composites". In : Journal of Materials Science 8.3 (mar. 1973), p. 352-362. ISSN : 0022-2461, 1573-4803. DOI : 10. 1007/BF00550155.
- [95] S. OHNO et D. J. HANNANT. "Modeling the Stress-Strain Response of Continuous Fber Reinforced Cement Composites". In : *Materials Journal* 91.3 (1<sup>er</sup> mai 1994), p. 306-312. ISSN: 0889-325X. DOI: 10.14359/4293.
- [96] I. LEPENIES. "On the hierarchical material modelling of textile reinforced concrete". In : *ICTRC'2006 - 1st International RILEM Conference on Textile Reinforced Concrete*. IC- TRC'2006 - 1st International RILEM Conference on Textile Reinforced Concrete. Aachen, Germany : RILEM Publications SARL, 2006, p. 223-232. ISBN : 978-2-35158-008-0. DOI : 10.1617/2351580087.022.
- [97] I LEPENIES et al. "Modeling of Load Transfer Behavior of AR-Glass-Rovings in Textile Reinforced Concrete". In : Special Publication 244 (2007), p. 109-124.
- B. BANHOLZER, W. BRAMESHUBER et W. JUNG. "Analytical evaluation of pull-out tests—The inverse problem". In : Cement and Concrete Composites 28.6 (1<sup>er</sup> juil. 2006), p. 564-571. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/j.cemconcomp.2006.02.015.
- [99] M. KONRAD, R. CHUDOBA et C. BUTENWEG. "Textile Reinforced Concrete Part II : Multi-Level Modeling Concept". In : Special Publication 224 (2005). DOI : 10.25643/bauhausuniversitaet.323.
- [100] M. KONRAD et R. CHUDOBA. "The Influence of Disorder in Multifilament Yarns on the Bond Performance in Textile Reinforced Concrete". In : Acta Polytechnica 44.5 (5 jan. 2004). ISSN : 1805-2363. DOI : 10.14311/654.
- [101] F. OMRANI et al. "Mechanical properties of flax-fibre-reinforced preforms and composites : Influence of the type of yarns on multi-scale characterisations". In : Composites Part A : Applied Science and Manufacturing 93 (1<sup>er</sup> fév. 2017), p. 72-81. ISSN : 1359-835X. DOI : 10.1016/j.compositesa.2016.11.013. URL : http://www.sciencedirect.com/science/ article/pii/S1359835X16303943 (visité le 11/09/2020).
- [102] A.-C. CORBIN et al. "Towards hemp fabrics for high-performance composites : Influence of weave pattern and features". In : Composites Part B : Engineering 181 (15 jan. 2020), p. 107582. ISSN : 1359-8368. DOI : 10.1016/j.compositesb.2019.107582. URL : http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836819347262 (visité le 11/09/2020).
- [103] R. CHUDOBA et al. "Multiscale modeling of textile reinforced concrete within a consistent modeling framework". In : 5th International Conference on Computation of Shell and Spatial Structures. Salzburg, Austria, 2005.
- [104] Cem-FIL® Roving 5325 Owens Corning Composites. URL : https://www.owenscorning. com/composites/product/cem-fil-roving-5325 (visité le 28/04/2020).
- [105] M. BRECCOLOTTI et A. L. MATERAZZI. "Structural reliability of bonding between steel rebars and recycled aggregate concrete". In: Construction and Building Materials 47 (1<sup>er</sup> oct. 2013), p. 927-934. ISSN: 0950-0618. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2013.05.017.

- [106] A.-C. SLAMA, J.-L. GALLIAS et B. FIORIO. "Study of the pull-out test of multifilament yarns embedded in cementitious matrix". In : *Journal of Composite Materials* (29 juil. 2020). Publisher : SAGE Publications Ltd STM, p. 0021998320946368. ISSN : 0021-9983. DOI : 10.1177/0021998320946368. URL : https://doi.org/10.1177/0021998320946368 (visité le 14/09/2020).
- [107] U. HÄUSSLER-COMBE, F. JESSE et M. CURBACH. "Textile reinforced concrete overview, experimental and theoretical investigations". In : (), p. 8.
- [108] M. H. N. YIO et al. "3D imaging of cement-based materials at submicron resolution by combining laser scanning confocal microscopy with serial sectioning". In : Journal of Microscopy 258.2 (1<sup>er</sup> mai 2015), p. 151-169. ISSN : 1365-2818. DOI : 10.1111/jmi.12228.
- [109] M. K. HEAD et N. R. BUENFELD. "Confocal imaging of porosity in hardened concrete". In : Cement and Concrete Research 36.5 (1<sup>er</sup> mai 2006), p. 896-911. ISSN : 0008-8846. DOI : 10.1016/j.cemconres.2005.06.006.
- [110] K. E. KURTIS et al. "Examining cement-based materials by laser scanning confocal microscopy". In : Cement and Concrete Composites 25.7 (1<sup>er</sup> oct. 2003), p. 695-701. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/S0958-9465(02)00114-2.
- [111] J. HEGGER et al. "Load-bearing behaviour and simulation of textile reinforced concrete". In : *Materials and Structures* 39.8 (1<sup>er</sup> oct. 2006), p. 765-776. ISSN : 1359-5997, 1871-6873. DOI : 10.1617/s11527-005-9039-y.
- [112] V. C. LI, Y. WANG et S. BACKER. "Effect of inclining angle, bundling and surface treatment on synthetic fibre pull-out from a cement matrix". In : *Composites* 21.2 (1<sup>er</sup> mar. 1990), p. 132-140. ISSN : 0010-4361. DOI : 10.1016/0010-4361(90)90005-H.
- [113] J. HEGGER et al. "Textile Reinforced Concrete : Investigations at Different Levels". In : Special Publication 224 (1<sup>er</sup> déc. 2004), p. 33-44. DOI : 10.14359/13406.
- [114] Y. LI et al. "An incremental inverse analysis procedure for identification of bond-slip laws in composites applied to textile reinforced concrete". In: Composites Part B : Engineering 137 (15 mar. 2018), p. 111-122. ISSN: 1359-8368. DOI: 10.1016/j.compositesb.2017.11.014.
- [115] O. BRUCKERMANN, J. HEGGER et A. G SHERIF. "Modeling of textile-reinforced concrete with inclined textile orientation". In : ACI Materials Journal 104.5 (2007), p. 511.
- [116] M MOMBARTZ. "Simulation of textile reinforced concrete with 2D discrete crack and discrete crack bridges representation". In : Computational Modelling of Concrete Structures : Proceedings of the EURO-C 2006 Conference, Mayrhofen, Austria, 27-30 March 2006. CRC Press, 2006, p. 167.
- [117] J HEGGER, O BRUCKERMANN et S VOSS. "AR-Glass and Carbon Fibers in Textile Reinforced Concrete–Simulation and Design". In : *Special Publication* 244 (2007), p. 57-76.
- [118] J HEGGER et O BRUCKERMANN. "Aspects of modeling textile reinforced concrete (trc) in 2d". In : Measuring, monitoring and modeling concrete properties. Springer, 2006, p. 769-776.
- [119] Z. I. DJAMAI et al. "Textile reinforced concrete multiscale mechanical modelling : Application to TRC sandwich panels". In : *Finite Elements in Analysis and Design* 135 (1<sup>er</sup> nov. 2017), p. 22-35. ISSN : 0168-874X. DOI : 10.1016/j.finel.2017.07.003.
- J. HARTIG, U. HÄUSSLER-COMBE et K. SCHICKTANZ. "Influence of bond properties on the tensile behaviour of Textile Reinforced Concrete". In : *Cement and Concrete Composites* 30.10 (1<sup>er</sup> nov. 2008), p. 898-906. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/j.cemconcomp.2008.08.004.
- [121] B ZASTRAU, I LEPENIES et M RICHTER. "On the multi scale modeling of textile reinforced concrete". In : *Technische Mechanik* 28.1 (2008), p. 53-63.

- [122] M. EL KADI et al. "A layered-wise, composite modelling approach for fibre textile reinforced cementitious composites". In : Cement and Concrete Composites 94 (1<sup>er</sup> nov. 2018), p. 107-115. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/j.cemconcomp.2018.08.015.
- [123] S. HOLLER et al. "Computational model of textile-reinforced concrete structures". In : Computers & Structures. Computational Structures Technology 82.23 (1<sup>er</sup> sept. 2004), p. 1971-1979. ISSN : 0045-7949. DOI : 10.1016/j.compstruc.2004.03.076.
- [124] S. HOLLER, C. BUTENWEG et S. Y. NOH. "Numerical simulation of textile-reinforced concrete structures". In : International Conference on Computational Structures Technology - Proceedings (2002) 287-288. 2002.
- [125] W. E. WEBER et V. MECHTCHERINE. "Modeling the dynamic properties of fibre-reinforced concrete with different coating technologies of multifilament yarns". In : *Cement and Concrete Composites* 73 (1<sup>er</sup> oct. 2016), p. 257-266. ISSN : 0958-9465. DOI : 10.1016/j. cemconcomp.2016.07.017.
- [126] W WEBER et BW ZASTRAU. "On the influence of asymmetric roving configurations on the wave scattering behaviour of TRC". In : *Proceedings of the International RILEM Conference* on Material Science. T. 1. RILEM Publications Bagneux, 2010, p. 271-281.