



Etude du comportement sous très hautes températures des bétons fibrés à ultra performances : application au BCV

Ludovic Missemmer

► To cite this version:

Ludovic Missemmer. Etude du comportement sous très hautes températures des bétons fibrés à ultra performances : application au BCV. Autre. Université de Grenoble, 2011. Français. NNT : 2011GRENI019 . tel-00680994

HAL Id: tel-00680994

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00680994>

Submitted on 20 Mar 2012

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

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Ludovic MISSEMER

Thèse dirigée par **Evariste OUEDRAOGO** et
codirigée par **Yann MALECOT**

préparée au sein du **Laboratoire Sols, Solides, Structures, Risques 3SR**
dans l'**École Doctorale Ingénierie – Matériaux, Mécanique,**
Environnement, Énergétique, Procédés, Production (IMEP-2)

Étude du comportement sous très hautes températures des Bétons Fibrés à Ultra Hautes Performances : application au BCV[®].

Thèse soutenue publiquement le **23 Mai 2011**,
devant le jury composé de :

M. Jean-Michel TORRENTI

Professeur à l'ENPC, responsable du Département Matériaux, IFSTTAR, Président

M. Albert NOUMOWE

Professeur des Universités, Université de Cergy-Pontoise, Rapporteur

M. François TOUTLEMONDE

Ingénieur, Adjoint au chef du Département Structures et Ouvrages d'art, IFSTTAR,
Rapporteur

M. Emmanuel DENARIE

Maître d'Enseignement et de Recherche, EPFL, Membre

M. Pierre PIMIENTA

Ingénieur recherche, CSTB, Membre

M. Evariste OUEDRAOGO

Maitre de Conférences HDR, Grenoble INP, Directeur de thèse

M. Yann MALECOT

Professeur des Universités, Université Joseph Fourier, Co-directeur de thèse

M. Christian CLERGUE

Directeur, Sigma Béton (Vicat), Co-directeur de thèse



Remerciements

Merci au jury d'avoir accepté de se déplacer jusqu'à Grenoble et d'avoir permis ces longues discussions lors de la soutenance.

Je tenais également à remercier Evariste OUEDRAOGO et Yann MALECOT, respectivement Directeur de thèse et encadrant du laboratoire 3SR, pour leurs conseils et le temps qu'ils m'ont consacré tout au long de ces trois années.

Je remercie également Christian CLERGUE, directeur de Sigma Béton, pour ses remarques toujours pertinentes, qui m'ont permis de garder un intérêt constant à mon étude. Merci également à Damien ROGAT, responsable de la section R&D de Sigma Béton, pour le temps que nous avons pu partager ensemble lors de réunions et pauses café.

Merci aux techniciens Jérôme FRECON, Hervé DENIS, Antoine MIRAS et bien d'autres sans qui le travail fourni n'aurait pas pu avancer de cette façon.

Merci aux équipes de Sigma Béton, les doctorants et permanents de 3SR pour leur bonne ambiance générale, et avec qui il est toujours agréable de passer du temps.

Maintenant j'aimerais remercier plus spécifiquement un certain nombre de collègues qui sont devenus des amis au cours de ces trois années. Tout d'abord Jef et Steph, mes premiers voisins de travail et avec qui j'ai pu beaucoup apprendre de la vie du labo. Zizou, qui a su remplacer parfaitement Steph en tant que voisin de bureau et ami. Et puis bien sûr les autres doctorants Cédric, Noémie, Antoine, Flo, François, Clément, Lio, Camille, Lolo... merci à vous pour tous les bons moments partagés dans et en dehors du labo.

Merci aux Tit Patapons de m'avoir embarqué dans l'aventure musicale qui m'a permis de passer une période délicate de la thèse.

Merci à Bijou et Valhrona d'avoir agrémenté nos pauses café avec de si bons biscuits et chocolats. Merci à Mady de nous offrir ce sourire éternel.

Merci à la famille d'avoir toujours été là quelque soit l'humeur, Nao pour les discussions que nous avons pu avoir et les potes de Paris, Céline, Etienne, Fanny, Olwenn pour avoir été une oreille attentive lorsque le moral en avait besoin.

Remerciements	i
Table des matières	vii
Résumé	1
Abstract	3
Introduction et cadre de l'étude	5
Chapitre 1 Étude bibliographique	9
1.1 Le phénomène d'incendie	9
1.2 Évolution du matériau béton avec la température	11
1.2.1 Microstructure du béton	11
1.2.2 L'eau dans le béton	13
1.2.3 Transformations physico-chimiques de la pâte de ciment durcie	14
1.2.4 Évolution de la porosité avec la température	17
1.2.5 Évolution des propriétés mécaniques avec la température	20
1.2.5.1 Comportement en compression	22
1.2.5.2 Comportement en traction	23
1.2.6 Évolution des propriétés thermiques avec la température	25
1.3 Éclatement des bétons sous sollicitations thermiques	30
1.3.1 Les différents types d'instabilités thermiques	30
1.3.2 Les hypothèses d'instabilités thermiques	30
1.3.2.1 L'aspect thermo-hydrique	30
1.3.2.2 L'aspect thermo-mécanique	32
1.3.2.3 Le couplage thermo-hydro-mécanique	33
1.3.2.4 Conclusions	33
1.4 Fibres pour la tenue au feu : rôle, référencement et caractéristiques	33

1.4.1	Rôle des fibres	33
1.4.2	Référencement et caractéristiques des fibres	33
1.5	Les bétons fibrés à ultra hautes performances (BFUP)	35
1.5.1	Définition des bétons fibrés à ultra hautes performances	37
1.5.2	Microstructure des bétons fibrés à ultra hautes performances	37
1.5.3	Propriétés thermo-mécaniques des bétons fibrés à ultra hautes performances et évolutions avec la température	38
1.5.3.1	Propriétés thermiques	38
1.5.3.2	Propriétés mécaniques	40
1.6	Le matériau d'étude : le BCV®.	47
1.7	Conclusions	47
I	Étude de l'instabilité thermique des bétons fibrés à ultra hautes performances	49
Chapitre 2	Analyse qualitative	53
2.1	Caractérisations des fibres non métalliques	53
2.1.1	Analyse des fibres de polypropylène par spectrométrie infrarouge	53
2.1.1.1	Méthodologie	54
2.1.1.2	Résultats de spectrométrie	54
2.1.2	Sélection des fibres	56
2.1.3	Détermination de la température de fusion des fibres	58
2.1.3.1	Pré-analyse par four industriel : objectifs et protocole	58
2.1.3.2	Analyse DSC et ATG : objectifs et protocole	59
2.1.3.3	Résultats de la pré-analyse	59
2.1.3.4	Résultats des analyses DSC et ATG	62
2.1.4	Détermination du dosage en fibres	63
2.2	Essai expérimental préliminaire : l'essai au chalumeau	66
2.2.1	Mise au point du protocole expérimental	68
2.2.2	Définition du protocole expérimental	70
2.2.3	Mesures de la température surfacique	71
2.2.4	Résultats	72
2.2.5	Bilan	75
2.3	Conclusions	77
Chapitre 3	Étude à l'échelle microscopique	79
3.1	Analyse au microscope électronique à balayage	79
3.1.1	Présentation du matériel	80

3.1.2	Programme expérimental	81
3.1.2.1	Préparation des échantillons	81
3.1.2.2	Première série d'observations	83
3.1.2.3	Deuxième série d'observations	83
3.1.2.4	Troisième série d'observations	84
3.1.3	Résultats et discussions	85
3.1.3.1	Première série d'observations	85
3.1.3.2	Deuxième série d'observations	88
3.1.3.3	Troisième série d'observations	91
3.1.4	Conclusions	93
3.2	Analyse porosimétrique du matériau	95
3.2.1	Présentation du matériel	95
3.2.2	Programme expérimental et résultats	96
3.2.2.1	Essais de répétabilité	97
3.2.2.2	Analyse de l'évolution de la porosité avec la température	98
3.2.2.3	Analyse de la porosité de différentes formulations	102
3.2.3	Conclusions	105
II	Caractérisations mécaniques à haute température du BCV®	109
Chapitre 4	Programme expérimental	113
4.1	Présentation du dispositif expérimental	113
4.2	Matériaux de l'étude	114
4.3	Confection et conservation des échantillons	116
4.4	Essais réalisés	117
Chapitre 5	Essais préliminaires de validation du dispositif expérimental	119
5.1	Caractérisation de l'homogénéité thermique des échantillons	119
5.1.1	Caractérisation expérimentale	119
5.1.1.1	Présentation des essais	119
5.1.1.2	Résultats expérimentaux des mesures de température au cœur de l'échantillon	121
5.1.2	Simulation numérique	121
5.1.2.1	Présentation du modèle	121
5.1.2.2	Choix des données numériques	124
5.1.2.3	Résultats numériques	125
5.1.3	Conclusions sur l'homogénéité de la température dans les échantillons	125
5.2	Corrélation entre la mesure des capteurs LVDT et celle des jauges de déformations	127
5.2.1	Description de l'expérimentation	127

5.2.2	Protocole	127
5.2.3	Résultats	128
5.2.4	Correction de la mesure du module d'Young déterminé par les capteurs LVDT	129
Chapitre 6	Essais de compression simple à haute température	133
6.1	Préparation des échantillons	133
6.1.1	Confection et cure des échantillons	133
6.1.2	Rectification des échantillons	134
6.1.2.1	Dispositif de rectification	134
6.1.2.2	Contrôle de parallélisme	134
6.1.3	Comparaison d'essais de compression entre notre dispositif expérimental et une presse à plateaux rotulées.	135
6.2	Protocole expérimental	137
6.2.1	Choix des températures d'essais	137
6.2.2	Cycles thermomécaniques appliqués	139
6.2.3	Synthèse	141
6.3	Programme des essais réalisés	141
6.4	Résultats des essais de compression simple	143
6.4.1	Répétabilité des essais	143
6.4.2	Analyses du comportement sous haute température du BCV [®]	144
6.4.3	Évolution des caractéristiques mécaniques f_c et E du BCV [®]	149
6.4.4	Synthèse des résultats	151
6.5	Discussions sur les résultats des essais	157
6.6	Conclusions sur les essais de compression simple à chaud	158
Chapitre 7	Essais de traction par flexion	159
7.1	Confection et cure des échantillons	159
7.2	Présentation du dispositif expérimental	161
7.3	Protocole de l'essai de flexion 4 points	161
7.3.1	Choix des températures d'essai	161
7.3.2	Cycles thermomécaniques appliqués	161
7.4	Programme des essais réalisés	162
7.5	Présentation des résultats des essais de flexion 4 points	162
7.5.1	Répétabilité des essais	163

7.5.2	Détermination de la résistance en traction $f_{tf}(\theta)$ et la résistance $\sigma_{btu}(\theta)$ du BCV®	163
7.5.3	Analyses du comportement sous haute température du BCV®	166
7.5.4	Influence des fibres synthétiques sur le comportement du BCV®	168
7.5.5	Évolution avec la température de la résistance en traction issue de la flexion 4 points	170
7.5.6	Évolution de la résistance maximale avec la température	170
7.5.7	Présentation et calcul de l'énergie dissipée	172
7.5.8	Évolution de l'énergie de dissipation avec la température	174
7.5.9	Synthèse des résultats	175
7.6	Discussions sur les résultats des essais	175
7.6.1	Évolution de la résistance avec la température	176
7.6.2	Influence des fibres synthétiques sur le comportement du BCV®	176
7.6.3	Évolution de l'énergie de dissipation avec la température	176
7.7	Conclusions sur les essais de flexion 4 points à chaud	177
	Conclusions de la partie sur la caractérisation mécanique du BCV®	179
	Conclusions générales et perspectives	181
	Bibliographie	192
	Table des figures	202
	Liste des tableaux	204
	Annexe A Clichés de la fonte des fibres synthétiques	207
	Annexe B Résultats de la porosimétrie au mercure	213
	Annexe C Annexes du chapitre 4	223
C.1	Porte-échantillon pour la rectification des éprouvettes	223
C.2	Comportement d'explosion	225
C.3	Résultats moyens $Effort(Raccourcissement)$ des essais de compression simple à haute température	226

L'étude du comportement sous incendie des bétons a particulièrement pris son essor depuis des incendies répétés de tunnels comme celui sous la Manche ou du Mont-Blanc. La problématique de résistance au feu est essentielle puisque les éclatements qui peuvent accompagner la diminution de résistance du matériau sont de nature à fragiliser fortement les structures. Depuis plusieurs décennies, le domaine de la résistance au feu des bétons ordinaires et à hautes performances a été exploré tant expérimentalement que théoriquement. Cependant il existe des matériaux plus récents, que sont les bétons fibrés à ultra hautes performances (BFUP), pour lesquels le risque d'instabilité thermique est accentué et dont le comportement mécanique à chaud n'a pas été beaucoup exploré.

L'étude menée ici a pour vocation de s'intéresser à un BFUP particulier, le BCV[®], fourni par l'entreprise Vicat. Les résultats exposés permettent de mieux comprendre l'efficacité des fibres de polypropylène face aux autres fibres synthétiques, grâce à une approche expérimentale originale complétée par une étude à l'échelle microscopique. Cette dernière est constituée de nombreuses analyses au microscope électronique à balayage ainsi que d'études de porosimétrie au mercure.

Cette première phase est suivie d'un vaste programme de caractérisations mécaniques à chaud sur le BCV[®] à des températures variant de 20°C à 1100°C, essais peu courants pour ce genre de matériau. Ce travail contribue à la compréhension du comportement des BFUP à haute température, et montre que l'évolution avec la température de leurs caractéristiques mécaniques principales (résistance en flexion, résistance en compression et module d'élasticité) est assez semblable à celle des bétons ordinaires.

Les résultats de cette étude contribuent à une meilleure connaissance du comportement à haute température des bétons fibrés à ultra hautes performances.

Mots-clés : BFUP, haute température, instabilité thermique, porosité, microscope électronique à balayage, caractérisation mécanique à chaud, compression simple, flexion 4 points.

Study of concrete behaviour under fire has really increased since the occurrence of several fires in tunnels such as the Chunnel or the Mont-Blanc tunnel. Fire resistance of concrete is a very important subject because the possible spalling coupled with a decrease of the strength of the material can deeply weaken the structures.

For decades the fire resistance field of ordinary concrete and high performance concrete has been studied experimentally and theoretically. However more recent materials such as ultra-high performance fibre reinforced concrete (UHPFRC), for which spalling risk is emphasized and whose high temperature mechanical behaviour has not been studied so much.

The present study is aimed to study a particular UHPFRC, the BCV[®], supplied by Vicat. The results enable to better understand the efficiency of polypropylene fibres compared to other synthetic fibres, thanks to an original experimental approach coupled with a study at the microscopic scale. The latter consists in various scanning electron microscope analysis and mercury intrusion porosimetry.

This first part is followed by a wide number of experimental results which characterize the mechanical behaviour of BCV[®] for a range of temperatures from 20°C to 1100°C. Experiments in such testing conditions are not common for this material. The work achieved contributes to a better understanding of the high temperature behaviour of UHPFRC. It reveals also that the evolutions with temperature of main mechanical characteristics (bending strength, compression strength and Young's Modulus) are really close to those of ordinary concretes. The results of this study contribute to a better knowledge of ultra-high performance fibre reinforced concrete under high temperature.

Keywords : UHPFRC, high temperature, spalling, porosity, scanning electron microscope, hot mechanical characterization, compression, 4-point bending.

Contexte

Comment évoquer les noms de tunnel sous la Manche (1996, 2006 et 2008), de tunnel du Mont-Blanc (1999) ou encore de tunnel du Fréjus (2005) sans avoir en tête les images de voussoirs détériorés par les incendies qui s'y sont produits. En Europe, la France n'est pas le seul pays à comptabiliser des morts dus à des incendies dans les tunnels (41 morts). De violents incendies souterrains se sont produits en Autriche (Gleinalm, 2001, 2 morts, Kitzsteinhorn, 2000, 155 morts, Tauern, 1999, 12 morts), en Italie (Palerme, 1999, 5 morts), au Danemark (Størebælt, 1994) et en Suisse (St Gothard, 2001, 11 morts). Dans bon nombre de cas, la température a dépassé les 1000°C et les voussoirs se sont retrouvés fortement endommagés avec des zones où le béton a éclaté. Ce que nous pouvons appeler écaillage a atteint des profondeurs allant jusque 450 mm, mettant aisément les armatures à nu. Pour le tunnel du Gothard, il s'est même produit une ruine d'une partie du tunnel, ce qui montre l'intensité des incendies.

L'instabilité thermique est certes un aspect important de la ruine éventuelle d'une structure mais il est également nécessaire de connaître l'évolution des caractéristiques mécaniques du matériau avec l'accroissement de la température.

Le confinement imposé par les tunnels permet une forte élévation de la température de l'air et rend très délicate l'intervention des services de secours. On s'aperçoit ainsi de l'importance de connaître le comportement du béton face aux très hautes températures et de comprendre les mécanismes mis en jeu dans le processus de détérioration de ce matériau.

Il convient de noter que pour la plupart des tunnels évoqués précédemment, les voussoirs qui ont subi des éclatements importants avaient une résistance à la compression supérieure à 60 MPa. De précédentes études ont montré une sensibilité accrue des bétons à résistance mécanique élevée lors de l'exposition aux hautes températures. Depuis la fin du XX^{ieme} siècle, l'ajout de fibres synthétiques de polypropylène devant prévenir la fissuration au jeune âge a montré un important rôle dans la tenue au feu des bétons. En effet, leur fonte, dès 170°C, permet la création de canaux supplémentaires dans le matériau. Cette porosité additionnelle entraine probablement une diminution de la pression interne liée à la vapeur d'eau, un relâ-

chement des contraintes internes, et évite ainsi l'écaillage du béton.

Actuellement la partie 1.2 de l'Eurocode 2 régit le calcul des bâtiments et ouvrages de génie civil soumis au feu. Il propose différentes méthodes de calcul permettant de déterminer la résistance d'un élément structurel (poutre, poteau...) lors d'un incendie. La limitation de cette norme vient du fait que les bétons traités par les différentes méthodes sont de classe normale ou haute résistance, c'est-à-dire jusqu'à des niveaux de résistance en compression de 90 MPa. Étant donnée la sensibilité plus élevée des bétons de classe supérieure face aux hautes températures, il est nécessaire d'approfondir les connaissances dans le domaine de la "haute performance". C'est également le thème de réflexion du groupe de travail qui rédige les recommandations sur les bétons fibrés à ultra hautes performances, dont la première et dernière version, provisoire, date de 2002. Mais cette version provisoire ne traite pas encore du comportement sous incendie de ce type de béton.

Dans le contexte réglementaire actuel, il n'existe donc pas de textes encadrant les dispositions à mettre en œuvre concernant la résistance d'éléments structuraux en béton fibré à ultra hautes performances face aux incendies. En outre, les modèles visant à représenter l'instabilité thermique du béton se développent mais ils n'apparaissent pas encore assez fiables pour prédire les risques qui pourraient exister. De ce fait les expérimentations sur éléments de structure restent nécessaires afin de justifier de la bonne tenue au feu d'une structure.

Objectif du travail de thèse

Les travaux de cette thèse visent à caractériser à l'échelle du matériau le comportement sous très haute température d'un béton fibré à ultra hautes performances, le BCV®. L'originalité tient au fait de pouvoir réaliser des essais de caractérisation mécanique à haute température, ce qui permet d'appréhender la résistance de la structure lors d'un incendie, sous réserve qu'il n'y ait pas d'instabilités thermiques. Un autre aspect intéressant est l'observation et l'analyse de la microstructure afin de mieux comprendre les phénomènes de détérioration du matériau. Il est à souligner que les travaux restent à l'échelle du matériau BCV® afin de limiter l'impact des effets structuraux sur la résistance du matériau à haute température.

La démarche permettant d'atteindre ces objectifs a été de diviser en deux temps l'étude. Tout d'abord, nous avons réalisé les essais en relation avec les instabilités thermiques, qui avaient pour but, à la fois de mieux comprendre pourquoi certaines compositions de béton sont plus performantes que d'autres vis-à-vis de l'éclatement thermique mais également de sélectionner les formules de béton qui pouvaient être testées mécaniquement sans risque de rupture due à la température.

Toutes les compositions testées sont issues de la formulation de référence du matériau BCV®, afin de permettre à l'entreprise Vicat, dans un futur proche, de proposer une variante "feu" à son matériau.

Organisation du document

Le premier chapitre du manuscrit contient une synthèse des différentes études qui ont précédé la nôtre. Elle rappellera notamment le processus d'apparition et de développement des incendies et comment on le modélise. Par la suite la synthèse des hypothèses de l'éclatement de

béton soumis à des sollicitations thermiques sera faite. Ensuite, les évolutions des caractéristiques mécaniques, thermiques ainsi que les phases du béton seront rappelées afin de mieux comprendre la relation entre sollicitation thermique et résistance à l'incendie. Enfin le domaine des BFUP sera abordé en définissant le matériau, ses particularités et les applications industrielles pour lesquelles il peut être utilisé, et qui nécessitent une bonne tenue au feu.

Le document se décompose ensuite en deux parties. La première vise à expliquer la façon dont les échantillons ont été sélectionnés par l'intermédiaire d'un programme expérimental efficace, élaboré au sein de l'entreprise. Elle regroupe également les analyses effectuées sur la structure à l'échelle microscopique grâce à la microscopie électronique à balayage et à la porosimétrie au mercure. Ceci vise à expliciter les paramètres nécessaires à la bonne tenue au feu des bétons, en ce qui concerne l'instabilité thermique. La deuxième partie expose le programme expérimental pour les caractérisations mécaniques à haute température, effectuées à travers la compression simple et la flexion 4 points, qui permettent d'avancer des principes pour l'utilisation du matériau dans le dimensionnement d'éléments de structure.

Ce chapitre a pour but de présenter le matériau sur lequel porte l'étude ainsi que les mécanismes et les phénomènes qui entrent en jeu dans la tenue au feu des ouvrages en béton. Les premiers paragraphes décrivent les résultats déjà obtenus sur les bétons dits ordinaires puis nous évoquerons en tout dernier lieu la spécificité des bétons fibres à ultra hautes performances et du BCV[®] en particulier.

1.1 Le phénomène d'incendie

Le terme incendie est connu du grand public mais sa définition n'est pas si clairement explicitée dans les dictionnaires. On trouve par exemple "réaction de combustion, feu non maîtrisé dans le temps et l'espace conduisant à l'embrasement d'un édifice, d'une maison, d'une forêt, etc..." [109].

Cependant, suivant le lieu d'apparition et de propagation de l'incendie, les paramètres (température atteinte, fumée ou durée) peuvent largement varier. Ainsi, un incendie en pleine nature diffèrera d'un incendie de véhicules en plein air qui diffèrera encore d'un incendie dans un tunnel.

On voit ici qu'il est difficile de trouver une caractérisation unique de l'incendie. Ainsi dans l'Eurocode NF EN1991-1-2 [3], on trouve plusieurs courbes de feux, qui permettent de caractériser différents incendies (dans chaque cas, t est exprimé en minutes) :

- la courbe température/temps normalisée (ISO 834) pour un incendie de bâtiment est définie par :

$$\theta_g = 20 + 345 \log_{10}(8t + 1) \quad [^{\circ}C] \quad (1.1)$$

- la courbe de feu extérieur est définie par :

$$\theta_g = 20 + 660(1 - 0.687e^{-0.32t} - 0.313e^{-3.8t}) \quad [^{\circ}C] \quad (1.2)$$

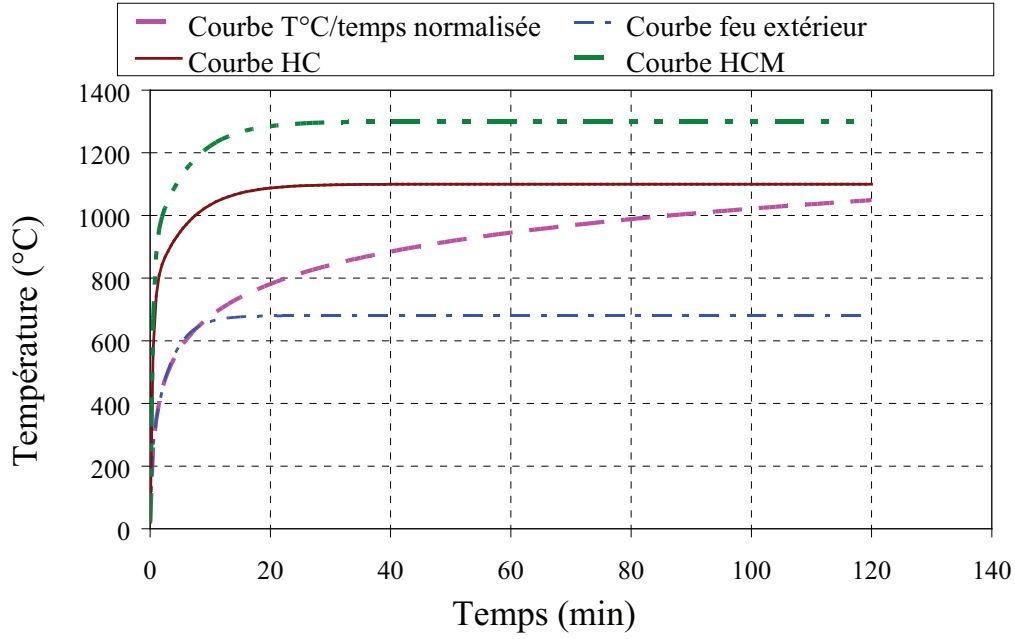


FIGURE 1.1: Courbes standards d'évolution de la température avec le temps, définies dans l'Eurocode NF EN1991-1-2 [3].

- la courbe d'hydrocarbure (HC) pour un incendie de stockage de produits hydrocarbures est définie par :

$$\theta_g = 20 + 1080(1 - 0.325e^{-0.167t} - 0.675e^{-2.5t}) \quad [^{\circ}C] \quad (1.3)$$

- la courbe d'hydrocarbure majorée (HCM) pour un incendie de tunnel est définie par :

$$\theta_g = 20 + 1280(1 - 0.325e^{-0.167t} - 0.675e^{-2.5t}) \quad [^{\circ}C] \quad (1.4)$$

Les évolutions des courbes sont représentées sur le graphique 1.1. À titre de comparaison nous pouvons regarder la température atteinte au bout de 20 minutes. Elle est de 670°C et 800°C respectivement pour les courbes "feu extérieur" et "T°/temps normalisée", comparée à 1100°C et 1250°C respectivement pour les courbes "HC" et "HCM". La différenciation dans le type de combustible (hydrocarbure ou non) influence fortement la vitesse de montée en température. Ces courbes permettent de calculer les niveaux de températures limites auxquels les matériaux doivent être testés pour répondre aux exigences des applications auxquelles ils sont destinés.

Il existe également d'autres paramètres dans ce même Eurocode qui permettent de modéliser de façon plus réaliste un incendie, tels que les propriétés des gaz, l'échange de masse ou d'énergie. Pour notre cas, nous n'allons pas détailler tous ces paramètres car nous nous contenterons, par la suite, de comparer notre sollicitation thermique expérimentale aux courbes normatives. Ayant présenté succinctement un aspect de notre problématique qu'est la sollicitation thermique, nous allons maintenant aborder le domaine des matériaux que nous avons rencontrés pour notre étude.

1.2 Évolution du matériau béton avec la température

Le béton est constitué de trois composants essentiels : le ciment, les granulats et l'eau. Peuvent être ajoutés divers additions et adjuvants afin de modifier les caractéristiques du matériau à l'état frais ou à l'état durci. Au cours du temps, l'évolution des propriétés (mécaniques, physico-chimiques, thermiques) est essentiellement liée à l'hydratation du ciment. En vue de l'étude portant sur les bétons fibrés à ultra hautes performances, nous nous intéressons particulièrement à la composition de la pâte de ciment durcie. Nous rassemblons également quelques résultats concernant l'évolution de paramètres physico-chimiques et mécaniques du béton qu'il est possible de trouver dans la littérature.

1.2.1 Microstructure du béton

Le ciment et l'eau confèrent la résistance au béton. Leur mélange déclenche des réactions d'hydratation permettant de passer d'un ciment anhydre à une pâte de ciment durcie. Les deux principaux hydrates formés sont alors :

- les silicates de calcium hydratés, notés $C - S - H$.
- la portlandite, notée $Ca(OH)_2$ ou également CH .

Les C-S-H contiennent les éléments CaO (C en notation cimentière), SiO_2 (S en notation cimentière) et H_2O (H en notation cimentière) en diverses proportions. Pour plus de simplicité nous conserverons la notation C-S-H par la suite. Selon M. Moranville [77], pour un rapport eau/ciment (noté e/c) de 0.5, la proportion de C-S-H serait de 50 à 70% et celle de CH de 25 à 30%. Le rôle de ces C-S-H est prépondérant dans la résistance de la pâte de ciment.

Étant donnée la grande proportion des hydrates C-S-H et leur importance dans la résistance de la pâte de ciment, nous allons détailler un peu plus leur composition.

Les hydrates C-S-H ont différentes formes suivant la proportion des éléments C, S et H, et suivant les conditions de température et de pression. Mais en général l'observation ne montre pas une cristallisation nette de ces hydrates, c'est pourquoi on les appelle aussi gel C-S-H. En 1968, Feldman et Serada [38] ont proposé un modèle de C-S-H (voir figure 1.2). Il suppose que le gel C-S-H se compose de particules fines (de 100 à 200 Å), qui se présenteraient sous forme de lamelles, chacune étant composée de deux ou trois feuillets très minces. Les liaisons entre particules de C-S-H seraient régies par des forces du type Van der Waals, électrostatiques ou bien interactions stériques.

Si r est la distance séparant les deux éléments affectés par la force, alors :

- les forces électrostatiques évoluent en $\frac{1}{r^2}$ [23]
- les forces de Van der Waals en $\frac{1}{r^7}$ [48]

Ainsi à longue distance, les forces électrostatiques dominent les forces de Van der Waals et inversement à courte distance. Suivant la nature des forces, on peut imaginer que les particules gardent plus ou moins bien leur cohésion avec la température.

Quant aux interactions stériques, elles agissent sur la stabilité des molécules en régissant les conformations qui présentent le potentiel énergétique le plus faible (voir figure 1.3).

Par ailleurs, le modèle montre la présence d'eau entre les feuillets de C-S-H. Comme cet hydrate est très présent dans le béton, on peut pressentir le rôle important de l'eau dans les caractéristiques du matériau.

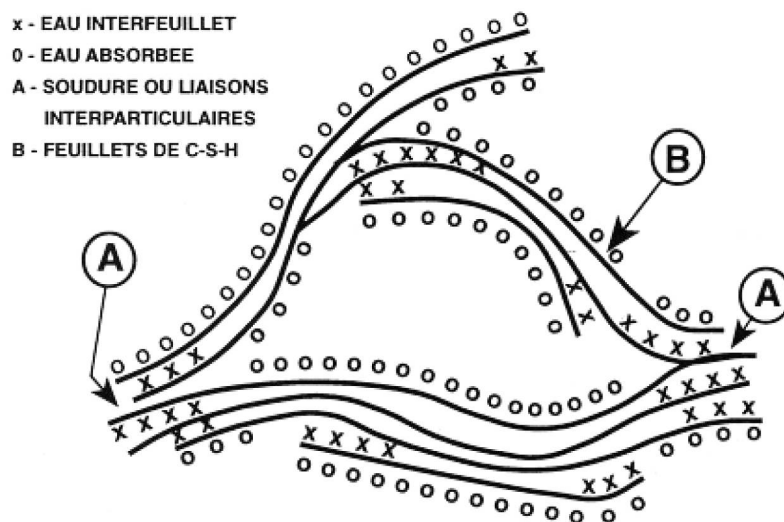


FIGURE 1.2: Modèle des particules de C-S-H de Feldman et Serada, revu par Sierra (repris de Mindeguia [75]).

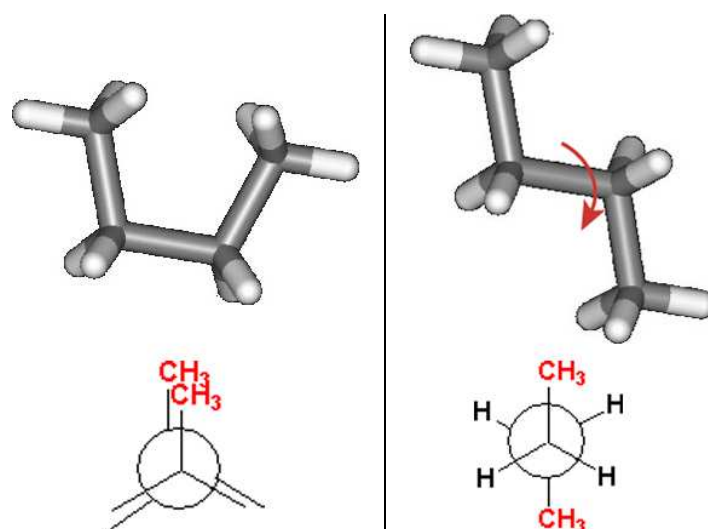


FIGURE 1.3: Illustration de l'interaction stérique avec une molécule de butane. Conformation instable (à gauche) et conformation stable (à droite) d'après Walchshofer [108].

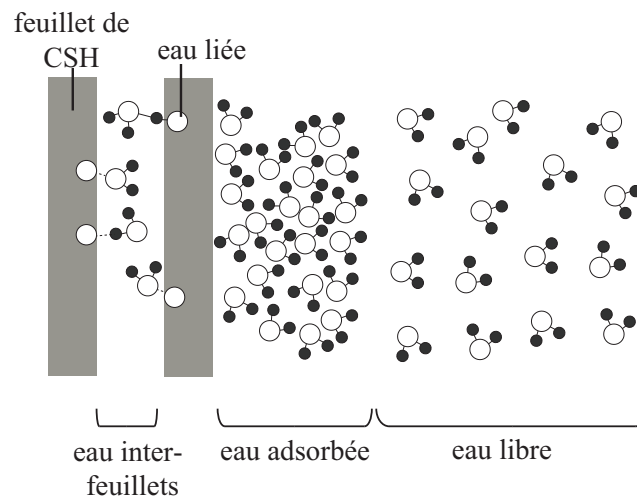


FIGURE 1.4: Récapitulatif simplifié des types d'eau dans le béton, d'après Baroghel [16] et cours de l'EPFL [34].

1.2.2 L'eau dans le béton

L'eau représente environ 15% à 20% en volume du béton ordinaire. Son rôle dans le béton est multiple. A l'état frais, elle permet d'une part une bonne maniabilité du béton. D'autre part, elle permet l'hydratation du ciment, nécessaire à la montée en résistance du béton. Enfin lorsque l'eau en surplus disparaît par séchage, elle laisse apparaître des pores influençant la durabilité du béton. Ce séchage par évaporation est plus ou moins possible suivant la nature de l'eau. En effet, on peut distinguer différents types d'eau schématisés 1.4 :

- L'eau libre dans les capillaires est présente loin des forces d'adsorption (voir après). Elle est présente dans les pores capillaires de dimension supérieure à $10\ \mu\text{m}$ généralement. L'équilibre entre la phase aqueuse et la phase gazeuse se fait par l'intermédiaire d'un ménisque. C'est l'eau la plus facile à évaporer lors d'une élévation de température.
- L'eau adsorbée : cette eau est liée chimiquement ou physiquement à la surface des hydrates par effet des forces de Van der Waals et des forces électrostatiques. L'influence de ces forces est inversement proportionnelle à la distance séparant la molécule d'eau de l'hydrate d'après Baroghel [16].

Enfin, sachant que le diamètre d'une molécule d'eau est d'environ $3\ \text{\AA}$, elle est adsorbée librement à la surface des CSH, c'est-à-dire sur cinq couches de molécules au maximum, correspondant environ à la distance d'action des forces de Van der Waals. En revanche, l'espace interfeuillets, très étroit ne peut accueillir que peu de molécules d'eau. L'adsorption est alors empêchée et l'eau peut se trouver sous forte pression, de l'ordre de $130\ \text{MPa}$ d'après Bazant [18]. Cette eau, apparentée à de la glace peut donc être considérée comme un élément structural, capable de transmettre des contraintes.

- L'eau chimiquement liée : c'est l'eau qui compose les hydrates créés au cours de la réaction d'hydratation.

On trouve aussi une autre classification qui prend en compte l'évaporabilité de l'eau, c'est-à-dire son aptitude à s'évaporer. On distingue alors :

- l'eau "évaporable" : principalement l'eau libre et l'eau adsorbée librement, dont l'évaporation est possible entre 30°C et 120°C . Cependant si la vitesse de montée en température est trop rapide, la vapeur peut se trouver piéger dans le béton. Ainsi, d'après Khoury [66], avec une vitesse de chauffage de $0.2^\circ\text{C}/\text{min}$, 9% d'eau s'évapore alors qu'à une vitesse de

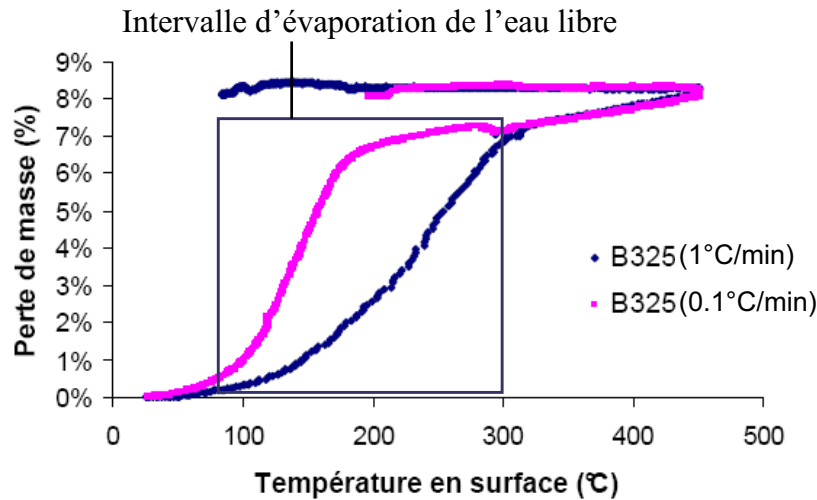


FIGURE 1.5: Perte de masse obtenue par Kanema sur un béton chauffé à 1°C/min (R450) et 0.1°C/min (V450), d'après Kanema [62].

1°C/min, seulement 3% de l'eau s'évapore. Cette constatation a également été faite par Kanema [62] sur les mesures de perte de masse. En effet, il note que la part d'eau libre évaporée est plus importante à température donnée lorsque la vitesse de chauffage est faible. Cela se traduit par une perte de masse plus importante (voir figure 1.5).

- l'eau "non évaporable" : correspond à l'eau interfeuillets et l'eau chimiquement liée. Leur évaporation nécessite un chauffage important prolongé qui peut ne pas être sans conséquences sur les granulats du béton et sur la pâte.

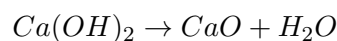
Au delà de l'évaporation de l'eau, une montée en température entraîne des transformations microstructurales qui peuvent impacter le comportement à l'état durci du béton, c'est ce qui est abordé maintenant.

1.2.3 Transformations physico-chimiques de la pâte de ciment durcie

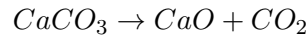
Au sein du matériau béton se déroulent de nombreuses réactions chimiques avec des cinétiques plus ou moins rapides. Ainsi tout au long de la vie du béton, celui-ci est sensible aux conditions d'humidité et de température de son environnement qui modifient ses caractéristiques macroscopiques (durabilité, résistance...). Pour notre cas, nous présentons maintenant les intervalles de température pour lesquels se produisent des changements physico-chimiques de la pâte de ciment et du béton ordinaire.

L'élévation de la température entraîne les processus suivants :

- entre 30°C et 120°C : l'eau libre et une partie de l'eau adsorbée s'évaporent. Castellote [26] montre aussi une décomposition de l'ettringite et son élimination complète avant 100°C.
- entre 130°C et 170°C : le gypse se décompose d'après Noumowé [82] et Alarcon [10]
- en dessous de 100°C jusque 400°C, d'après Castellote [26] : le gel C-S-H se déshydrate essentiellement en $\beta - C_2S$, $\beta - CS$ et en eau d'après Bažant [19].
- entre 450°C et 550°C : décomposition de la Portlandite selon l'équation :



- autour de 570°C : transformation des granulats quartziques de la phase α à la phase β . Ceci s'accompagne d'un gonflement [19], [50].
- entre 600°C et 700°C : deuxième phase de déshydratation du gel C-S-H d'après Noumowé [82]
- à partir de 650°C : décomposition endothermique du calcaire selon l'équation :



- à partir de 1300°C : début de fusion de la pâte et des granulats, éliminations des sulfates et évaporations des alcalins d'après Schneider [96].

Afin d'observer ces transformations on réalise des analyses thermogravimétriques (ATG) ou analyses thermodifférentielles (ATD). En effet, lorsque les transformations physico-chimiques se produisent dans les matériaux (le béton en l'occurrence), elles s'accompagnent de variations de masse ou de température suivant l'exothermie ou l'endothermie de la réaction. En mesurant les variations de masse et de température au cours du chauffage du matériau on peut alors mettre en évidence la manifestation des transformations physico-chimiques. Ainsi au cours d'une élévation continue de la température du matériau, l'ATG permet une mesure en continu de la masse et ainsi d'identifier les variations massiques. Pour l'ATD, la mesure en continu se fait sur la différence de température entre celle du matériau chauffé et une température de référence. Ces deux techniques sont en général couplées dans le but de confirmer les manifestations observées.

De tels essais réalisés sur des compositions de coulis variées par Alonso [11] et Ye et [111] permettent de retrouver les différents phases décrites précédemment. Les résultats sont présentés sur les figures 1.6 et 1.7. Plus particulièrement, sur la figure 1.6 on note les températures de fin de transformation (450°C pour les C-S-H, entre 450°C et 750°C pour la portlandite), et sur la figure 1.7, on observe clairement la différence entre les pâtes contenant des ajouts calcaires (Mix02 et Mix03) de celles n'en contenant pas (Mix01 et Mix04), par le pic apparaissant autour de 650°C. Le schéma 1.8 récapitule les transformations précédemment évoquées.

Outre les transformations physico-chimiques qui se déroulent au cours du chauffage, nous avons évoqué au début de la partie 1.2.2 la présence de pores dans les bétons. Or il est intéressant de suivre l'évolution de la porosité car son rôle est important dans le béton.

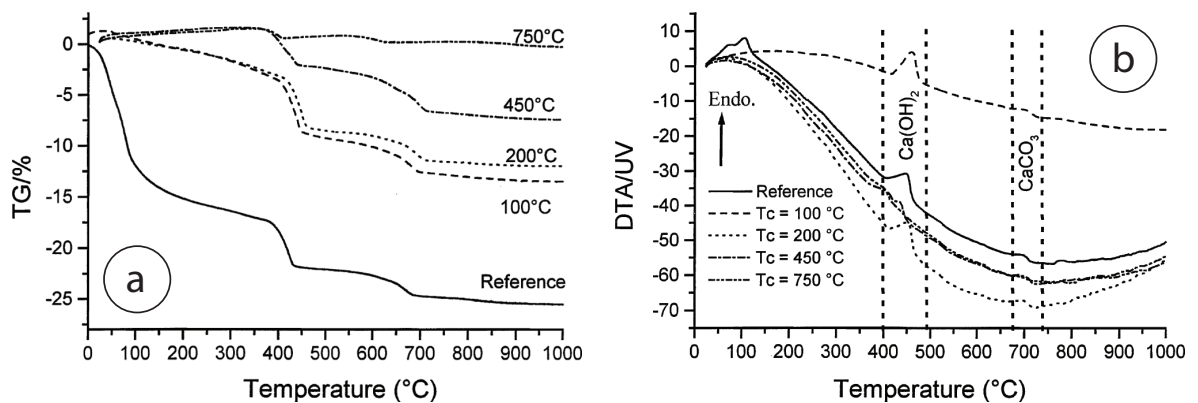


FIGURE 1.6: Analyses ATG (a) et ATD (b) d'une pâte de ciment hydratée d'après Alonso [11].

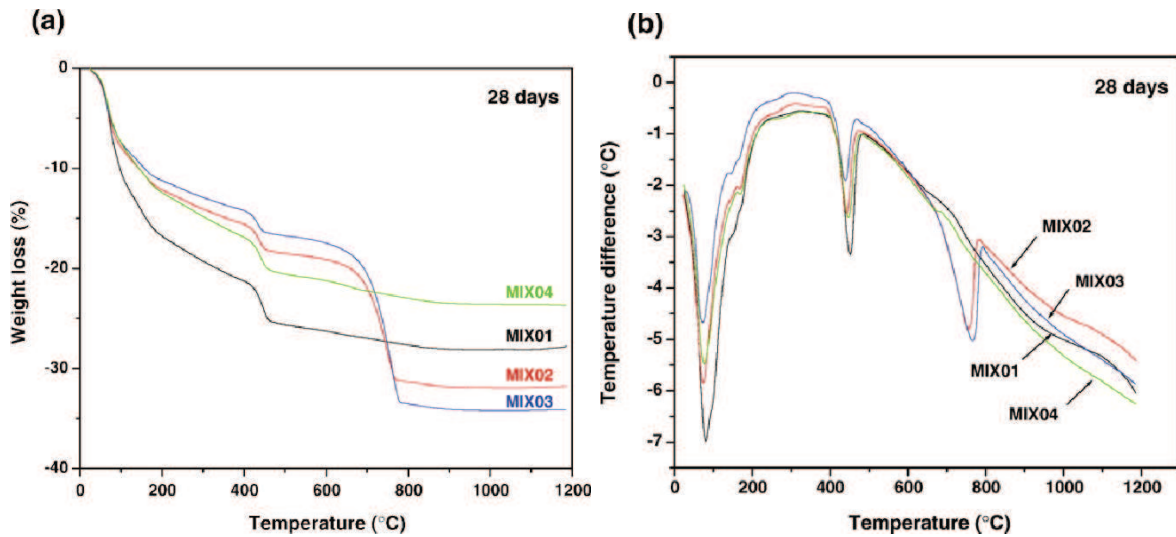


FIGURE 1.7: Analyses ATG (a) et ATD (b) de quatre pâtes de ciment différentes d'après Ye [111].

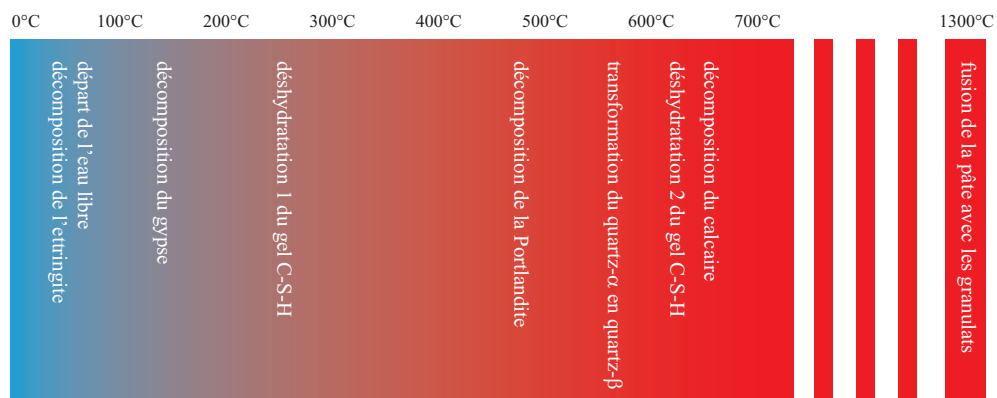


FIGURE 1.8: Récapitulatif des transformations physico-chimiques du béton.

1.2.4 Évolution de la porosité avec la température

Le béton est un matériau hétérogène qui contient inévitablement de l'air. Il apparaît lors du malaxage (air entraîné) mais aussi une fois qu'une partie de l'eau libre s'est évaporée ou qu'elle ait été consommée par l'hydratation une fois le squelette solide formé.

Cet air a des conséquences plutôt néfastes sur les caractéristiques mécaniques du béton, en diminuant principalement la résistance à la compression. Ainsi la formule de Féret tient compte de cet air pour l'estimation de la résistance en compression du béton [27].

En revanche, s'il est bien maîtrisé, il peut être bénéfique vis-à-vis de la résistance au gel/dégel. Pour le maîtriser, on utilise un entraîneur d'air qui permet la création de bulles d'air d'une taille de quelques dizaines de μm [24]. Afin de contrôler si le réseau de pores créés est satisfaisant, il existe un paramètre, le facteur d'espacement, mesuré suivant diverses normes américaine [14] ou française [4], [5]. Ce facteur permet de valider si le béton est résistant au gel interne. Sur ce sujet, la thèse de Fabbri [36] permet d'approfondir les mécanismes en jeu. La question que l'on peut se poser pour la problématique de résistance au feu pourrait être : est-il possible de mesurer également un facteur d'espacement adapté pour les sollicitations thermiques ?

Afin de mesurer la porosité du béton il existe essentiellement deux méthodes :

- la porosité totale à l'eau : il s'agit de saturer un échantillon en eau puis de le sécher à 105°C, jusqu'à ce que la masse se stabilise. On obtient alors une valeur de porosité totale, mais pas de répartition porale. L'ordre de grandeur de la porosité rencontrée pour les bétons ordinaires varie de 14 à 20 % et pour les bétons haute performance de 10 à 13 % d'après Carcasses [25]. Cette méthode permet d'atteindre les pores de la porosité capillaire du matériau (comprise entre quelques nanomètres et un micromètre).
- la porosité par intrusion de mercure : il s'agit d'injecter du mercure sous pression. Cette méthode permet de donner une information sur la porosité du matériau d'un point de vue de la répartition des pores. Concernant les tailles de pores, il existe des modèles qui permettent de les évaluer. L'échelle des pores accessibles est plutôt large (de quelques nanomètres aux dizaines de micromètres) ce qui en fait une méthode d'investigation appréciée. Plus de détails sur cette méthode sont fournis dans le chapitre 3.2.1.

Lors d'une élévation de température, l'évolution de la porosité est principalement liée à la pâte de ciment mais aussi à l'interface granulats/pâte. La figure 1.9 montre l'évolution de la porosité d'une pâte de ciment. On observe clairement le passage d'une répartition centrée autour de 0.05 μm à température ambiante à une répartition centrée aux environs de 0.1 μm pour les températures jusqu'à 400°C. Puis une nouvelle classe de pores apparaît, centrée autour de 0.5 μm . Cette classe serait dû à la déshydratation de la Portlandite qui se produit entre 450°C et 550°C, d'après Alarcon [9].

Sur les figures 1.10 à 1.12, on observe l'évolution de la porosité totale à l'eau avec la température. Quel que soit le béton considéré, la tendance est identique, la porosité augmente régulièrement jusque 450°C, puis de façon plus importante à partir de cette température. Cette évolution est attribuée à la détérioration de la pâte et de l'interface granulats/pâte, puis à la déshydratation de la Portlandite.

Les figures 1.13 à 1.14, issues d'essais au porosimètre à mercure, montrent l'évolution de la répartition porale de différents bétons. La proportion de plus en plus importante de pores de plus gros diamètres pourrait être expliquée par la détérioration et la fusion des petits pores qui créent alors des pores plus gros.

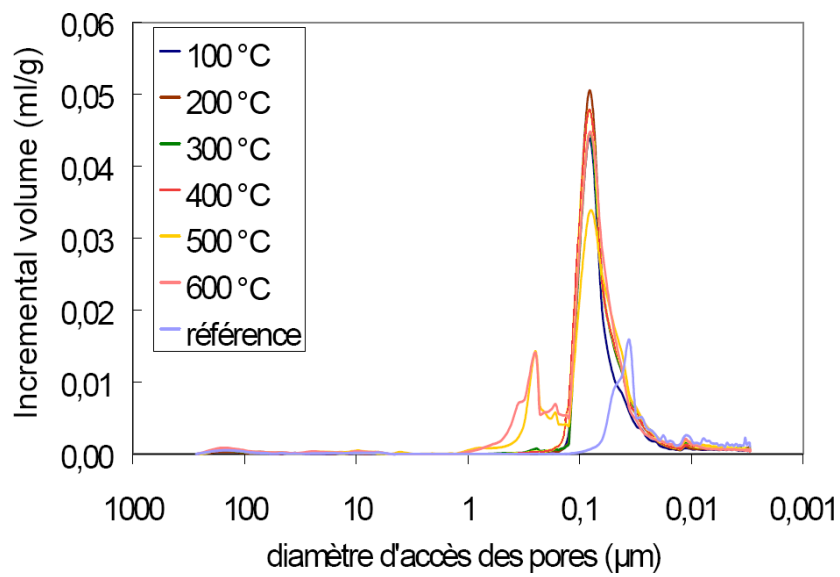


FIGURE 1.9: Évolution de la porosité d'une pâte de ciment CEM/A (CPJ) 32.5 d'un âge compris entre 40 et 60 jours, d'après Alarcon [9].

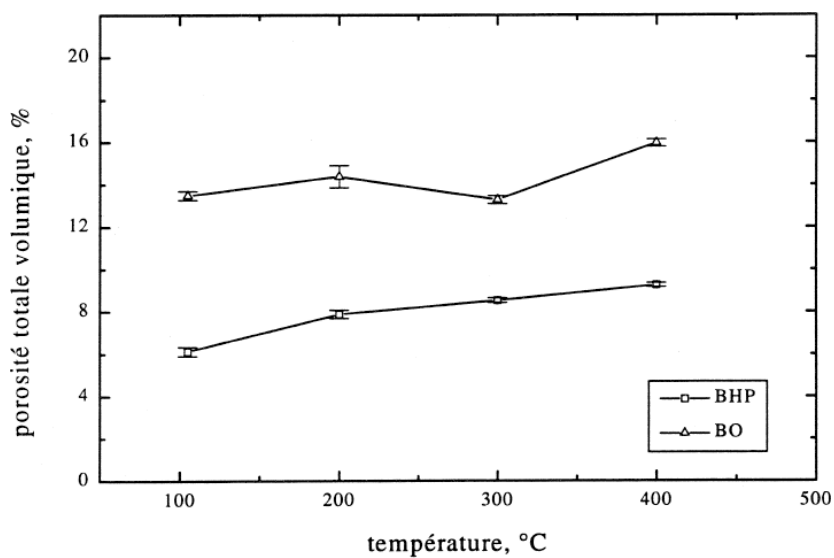


FIGURE 1.10: Évolution de la porosité totale d'un béton ordinaire ($R_c=36$ MPa) et d'un béton haute performance ($R_c=110$ MPa), d'après Tsymbrovska [102].

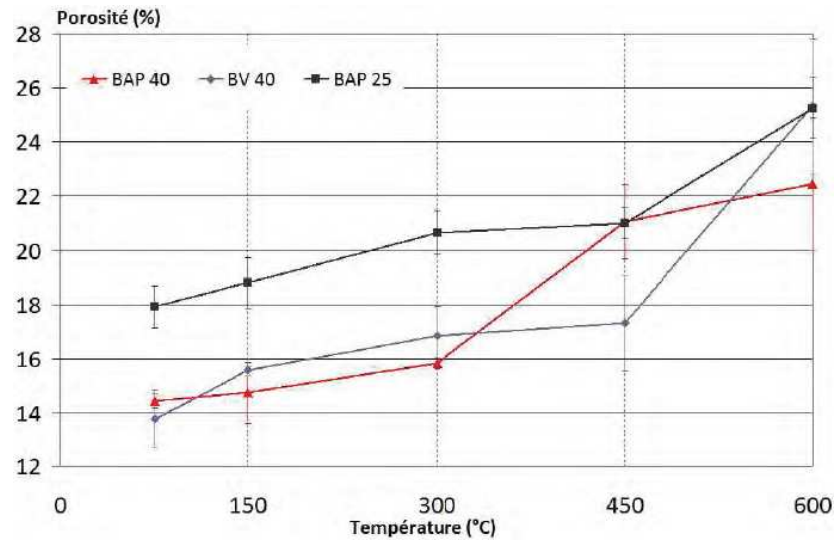


FIGURE 1.11: Évolution de la porosité totale d'un béton auto-plaçant, d'après Farès [37].

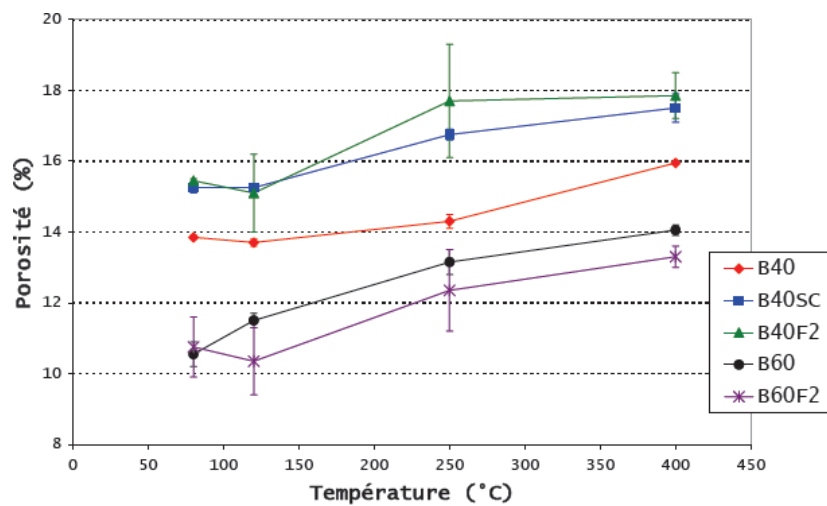


FIGURE 1.12: Évolution de la porosité totale de différents bétons, d'après Mindeguia [75].

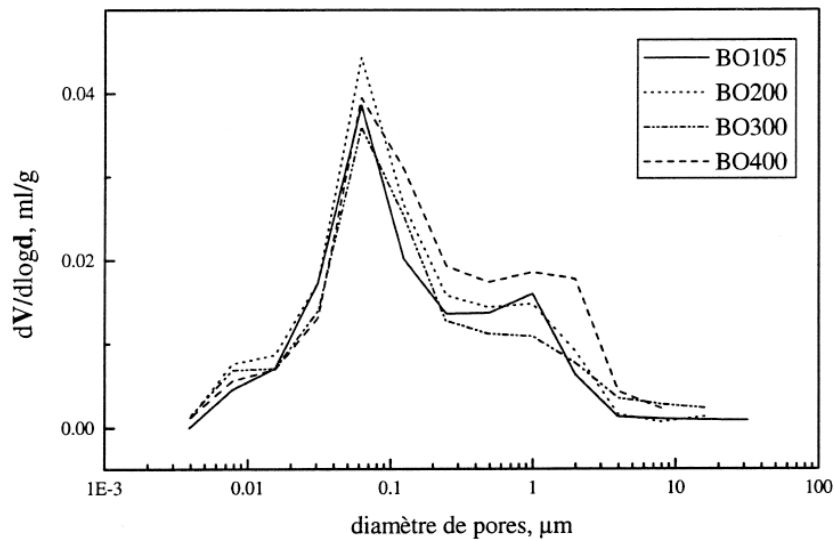


FIGURE 1.13: Évolution de la distribution des pores pour un béton ordinaire ($R_c=36$ MPa), d'après Tsybrovska [102].

Ces changements de distribution porale ont une influence sur les propriétés mécaniques. La relation entre la porosité et la résistance en compression simple est présentée par de Larrard [35] et a été modélisée par exemple par Matusinovic [73] ou bien mesurée par Vodák [106]. Dans les deux cas, les auteurs montrent bien que la compression simple diminue lorsque la porosité augmente, et pour Matusinovic, cela se fait de façon quadratique. Nous abordons donc maintenant l'évolution des propriétés mécaniques des bétons avec la température.

1.2.5 Évolution des propriétés mécaniques avec la température

Le comportement mécanique du béton est particulier dans le sens où sa résistance en compression est largement supérieure à celle en traction, d'un rapport de l'ordre de 10 à 15. Ainsi, pour les bétons ordinaires il est courant de négliger sa résistance en traction, ce qui n'est pas le cas pour les bétons fibrés à ultra hautes performances, sujet de la thèse, et que nous aborderons à la section 1.5. Lorsqu'on s'intéresse aux essais à haute température, il faut être conscient que deux caractérisations différentes sont bien souvent associées à l'expression "haute température". En effet, on peut effectuer des essais mécaniques (compression, traction ou autre) à température ambiante sur les matériaux ayant été portés à haute température pendant un certain temps puis refroidis. Avec cette première caractérisation que l'on notera "résiduelle", on s'intéresse aux propriétés dites résiduelles du matériau, après sa "cuisson" à haute température. Ces essais permettent de connaître le comportement actuel du matériau à température ambiante, compte tenu de son histoire thermique. Avec la deuxième caractérisation que l'on notera "à chaud", on s'astreint à étudier le matériau dans son état lorsqu'il est porté à température (la mesure s'effectue pendant l'application de la température). Ce dernier type d'essai permet de connaître la résistance ou plus globalement le comportement du matériau lorsqu'il est soumis à la température.

Dans la littérature, il règne une grande confusion. En effet les essais sont bien souvent effectués pour déterminer les caractéristiques résiduelles du matériau, car les caractérisations réellement effectuées à haute température sont plus difficiles à mettre en œuvre et donc beaucoup plus rares.

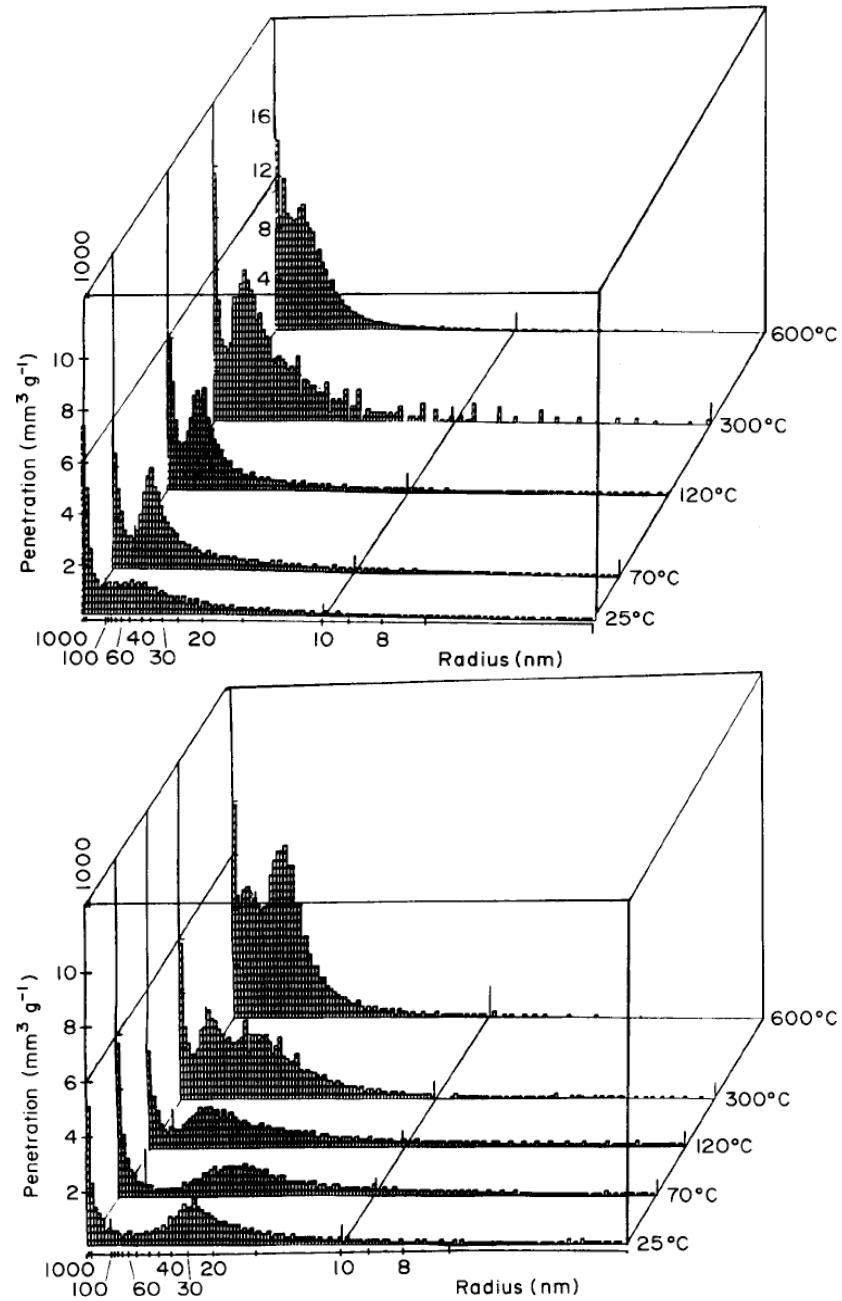


FIGURE 1.14: Évolution de la distribution des pores pour un béton ordinaire ($R_c=35$ MPa) en haut et un béton haute performance ($R_c=57$ MPa) en bas, d'après Noumowé [83].

Il existe une autre différence entre les essais que l'on peut trouver dans la littérature. Il s'agit de les réaliser avec ou sans précharge. Dans le premier cas, une précharge est appliquée pendant la phase de montée en température de l'échantillon alors que dans le deuxième cas, il n'y a pas de précharge. Cette précharge est parfois réalisée pour les essais de compression mais elle n'est pas courante. C'est pourquoi dans la suite, s'il n'y a pas de précision, cela signifie que l'essai est effectué sans précharge.

Enfin, il est utile de préciser la taille des échantillons afin d'estimer le gradient thermique qu'il peut y avoir dans l'échantillon lors de la sollicitation thermique. Ce gradient thermique pouvant alors entraîner d'éventuelles contraintes dues à des dilatations empêchées. Lorsque la température s'élève, les transformations physico-chimiques et la modification de la porosité du matériau vont entraîner une évolution des propriétés mécaniques que nous proposons de présenter maintenant.

1.2.5.1 Comportement en compression

L'essai de compression simple est une référence pour qualifier la résistance mécanique d'un béton. Cette dernière étant utilisée par la suite pour le dimensionnement de structures. Si cela est particulièrement vrai pour les bétons ordinaires, nous verrons que la simple valeur de résistance en compression d'un béton fibré ultra performant n'est pas suffisante pour juger de la bonne tenue d'une structure (voir partie 1.5).

Comme indiqué dans l'introduction, nous montrons ici des résultats de résistance "résiduelle" et "à chaud" de quelques bétons, sachant que le lecteur pourra trouver des résultats plus exhaustifs avec Hager [50], Kanema [62] ou Pliya [91].

La figure 1.15 présente l'évolution du comportement sous compression simple "à chaud" d'un béton ordinaire (rapport $E/C=0.5$). On note ainsi sur cette courbe "contrainte/déformation" une diminution du module d'élasticité du matériau (jusqu'à ne plus avoir de phase élastique) et une augmentation de la déformation à la rupture. Cette augmentation de la ductilité est intéressante puisque la fragilité de la structure est amoindrie, et donc la prévention de la rupture, non brutale, est plus aisée.

La figure 1.16 montre l'évolution de la résistance en compression simple "à chaud" et "relative" pour différentes valeurs du rapport E/C . Nous pouvons voir que peu importe la valeur de ce paramètre, l'évolution de la résistance relative en compression est similaire et passe par plusieurs phases (voir figure 1.16). Tout d'abord on peut observer une diminution de la résistance jusque 150°C environ dans le cas des essais "à chaud" (hormis le cas $e/c=0.3$), et qui ne se voit pas sur les essais "résiduels". Selon Khoury [63], cette diminution serait due à une dégradation de la cohésion des forces de Van der Waals entre les feuillets des C-S-H. Pour Hager [50], c'est la dilatation thermique de l'eau qui est responsable de cette diminution des forces à cause de l'écartement des feuillets de C-S-H. Elle ajoute également que des pressions de vapeur d'eau peuvent entraîner des contraintes internes sur le squelette non négligeables. Entre 150°C et 350°C , il est courant d'observer une stabilisation voire même une augmentation de la résistance en compression du matériau. Pour expliquer cela, plusieurs hypothèses sont mises en avant :

- la première consiste à dire que la déshydratation des C-S-H fournit de l'eau qui peut migrer dans la porosité du béton et ainsi venir hydrater les lieux où la formation d'hydrates n'a pas encore été effectuée, d'après Dias [32].
- une deuxième hypothèse serait liée au départ d'eau, le séchage qui rapproche alors les feuillets de C-S-H et améliore les liaisons entre hydrates, d'après Hager [50].
- l'autre hypothèse concerne l'apparition de nouveaux cristaux plus denses qui augmente-

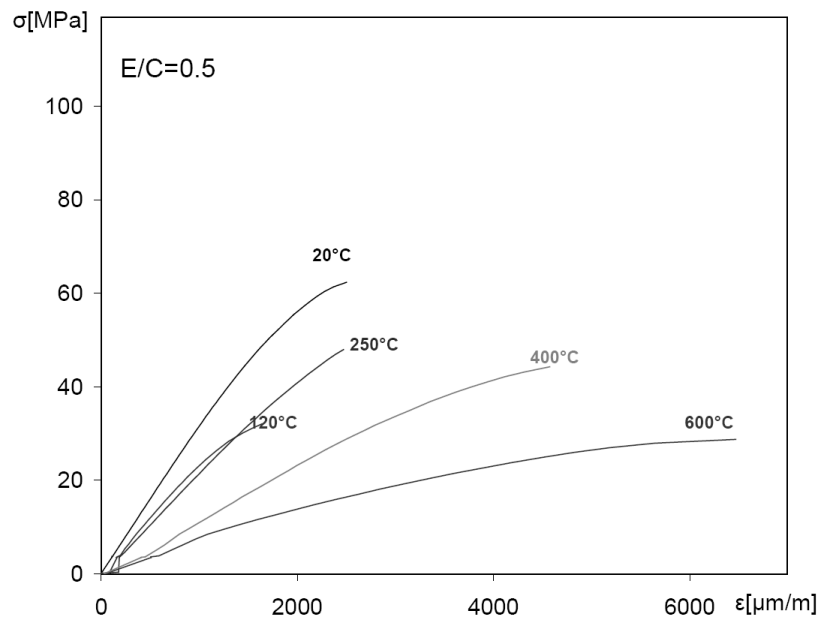


FIGURE 1.15: Courbes de résistance en compression "à chaud" à différentes températures pour un béton de rapport $E/C=0.5$, d'après Hager [50].

raient la résistance. Pour Khoury [63], ce serait une perte des liaisons entre les groupes silanol et l'eau qui engendrerait la création d'éléments siloxane plus courts et plus résistants. Pour Robert [94], ce serait l'apparition d'éléments appelés katoite, plus résistants qui seraient à l'origine de cette évolution.

Enfin, au delà de 300°C, la résistance décroît quasi-linéairement. Cette décroissance est due à la décomposition de la portlandite, la déshydratation des C-S-H et l'incompatibilité des dilatations thermiques entre pâte et granulats.

Avec la figure 1.15 nous avons déjà montré que la rigidité du matériau diminue avec la température dans le cas d'essais "à chaud". La figure 1.17 présente l'évolution du module d'Young apparent "résiduel" avec la température suivant le rapport E/C . On remarque qu'il y a également une diminution et qu'elle est similaire quel que soit le rapport E/C . Cette diminution quasi-linéaire est fortement liée à l'incompatibilité de la déformation entre pâte et granulats.

1.2.5.2 Comportement en traction

Dans la littérature, peu de résultats montrant l'évolution de la résistance en traction du béton avec la température sont exposés. Il est vrai que pour les bétons ordinaires la résistance en traction ne semble pas primordiale pour la bonne stabilité d'une structure. Cependant quelques auteurs ont pu réaliser des essais de traction directe à chaud, ce qui est en soi une performance. En effet ce genre d'essais est de loin le plus délicat des essais permettant de déterminer une résistance en traction. De fait l'essai de traction directe est très exigeant sur la préparation des échantillons et leur mise en place (problèmes de centrage, de rigidité des pièces, de système de traction...) et bien sûr la température ne facilite pas l'expérimentation. Sur la figure 1.18 sont recensés de façon quasi exhaustive des essais de traction directe sur béton existants, ainsi que des essais de résistance en traction par fendage. En particulier nous pouvons noter les essais réalisés dans le cadre du projet européen HITECO [40] qui a eu lieu dans la fin des années 90s. A cette occasion des essais de traction directe "à chaud", ont été réalisés, ce

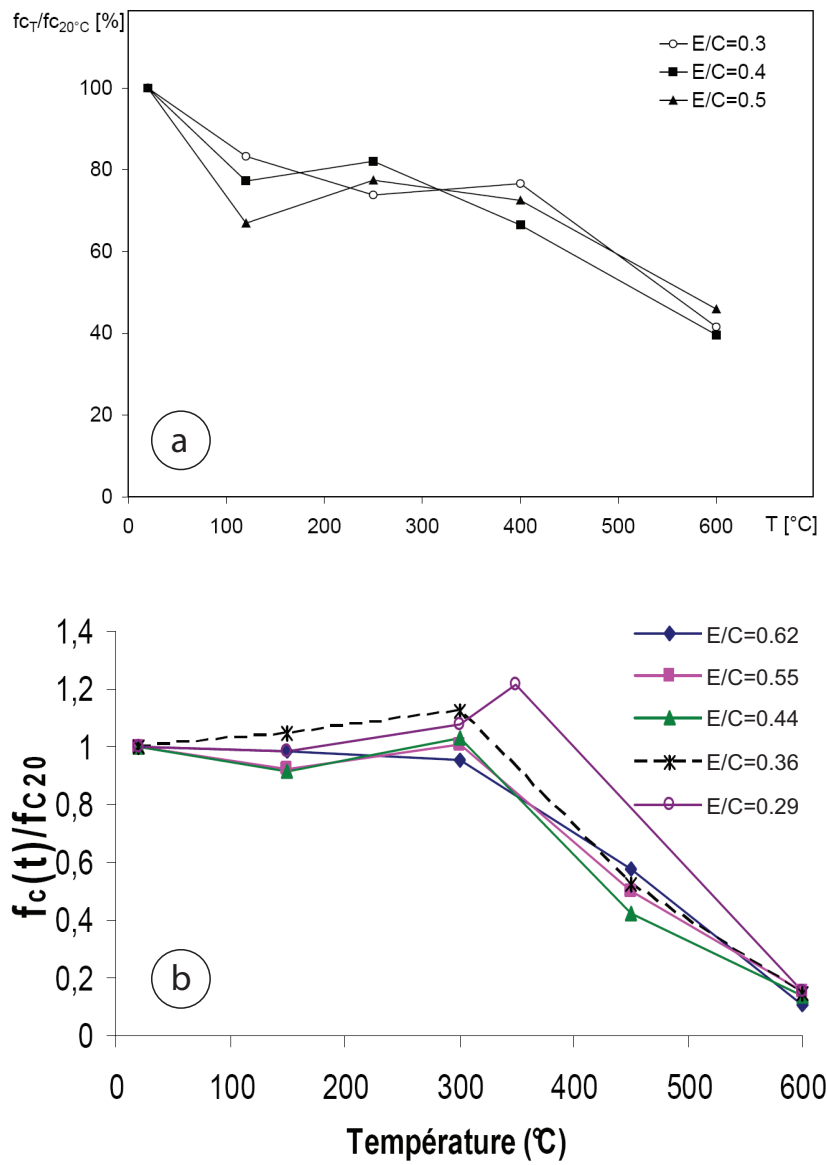


FIGURE 1.16: Évolution de la résistance relative en compression en fonction de la température pour différents rapports E/C : (a) "à chaud", d'après Hager [50], et (b) "résiduelle", d'après Kanema [62].

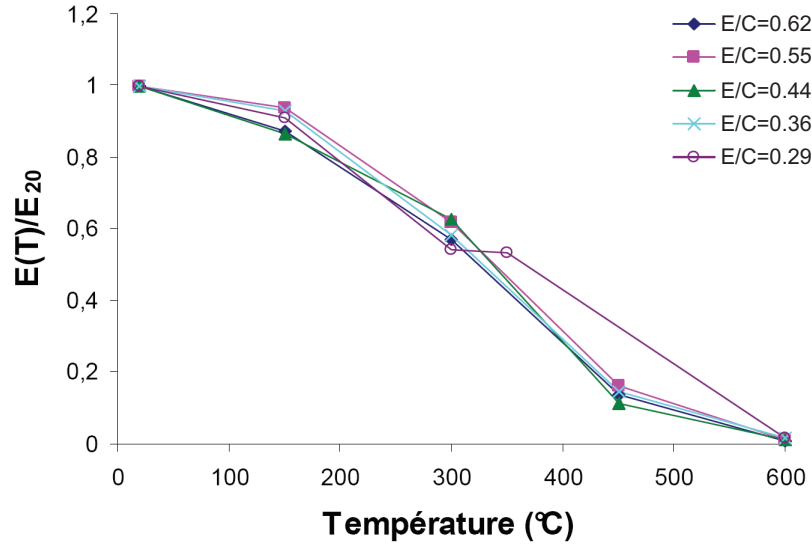


FIGURE 1.17: Évolution du module d'Young résiduel avec la température, suivant le rapport E/C, d'après Kanema [62].

qui n'est pas courant. Les résultats montrent une diminution rapide de la résistance jusqu'à 300°C, nous n'avons plus que 50% de la résistance en traction à température ambiante. Si l'on compare aux autres essais réalisés également par Felicetti et al. [39], cette fois-ci après refroidissement ("residual"), ces derniers montrent un meilleur comportement jusqu'à 300°C puis une diminution plus importante au-delà. Ainsi à 550°C, les essais "à chaud" sur béton hautes performances montrent une résistance relative de l'ordre de 20% alors que dans le cas de la résistance résiduelle, celle-ci n'est que de l'ordre de 5%. Nous pouvons noter ici l'influence de protocole d'essai.

La figure 1.18 montre une contradiction entre les résultats obtenus par Hager [50], où la résistance augmente avec la température, et ceux obtenus auparavant dans la littérature, où la résistance diminue avec la température. La tendance obtenue par Hager semble peu naturelle vis-à-vis des différents essais déjà réalisés. Cependant ses résultats restaient encore à confirmer par d'autres campagnes expérimentales, dont les aboutissements n'ont pas été trouvés.

1.2.6 Évolution des propriétés thermiques avec la température

Dans un contexte de haute température, tous les modes d'échange de chaleur, à savoir rayonnement, convection et conduction sont sollicités. En ce qui concerne le matériau lui-même, le mode de transfert par conduction régi par la loi de Fourier est prépondérant. Les paramètres essentiels sont :

- la chaleur spécifique ou capacité calorifique (C en $J/(kg.K)$) qui est l'énergie nécessaire à fournir pour élever d'un degré un kilo de béton.
- la conductivité thermique (λ en $W/(m.K)$) qui représente la capacité du matériau à conduire la chaleur. Plus elle est élevée, plus la température sera homogène au sein du matériau.

Comme il a été dit précédemment, ces paramètres de conduction sont liés entre eux par l'équation de la chaleur de Fourier [41] :

$$(\rho.C)\frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(\lambda \text{grad}(T)) + P \quad (1.5)$$

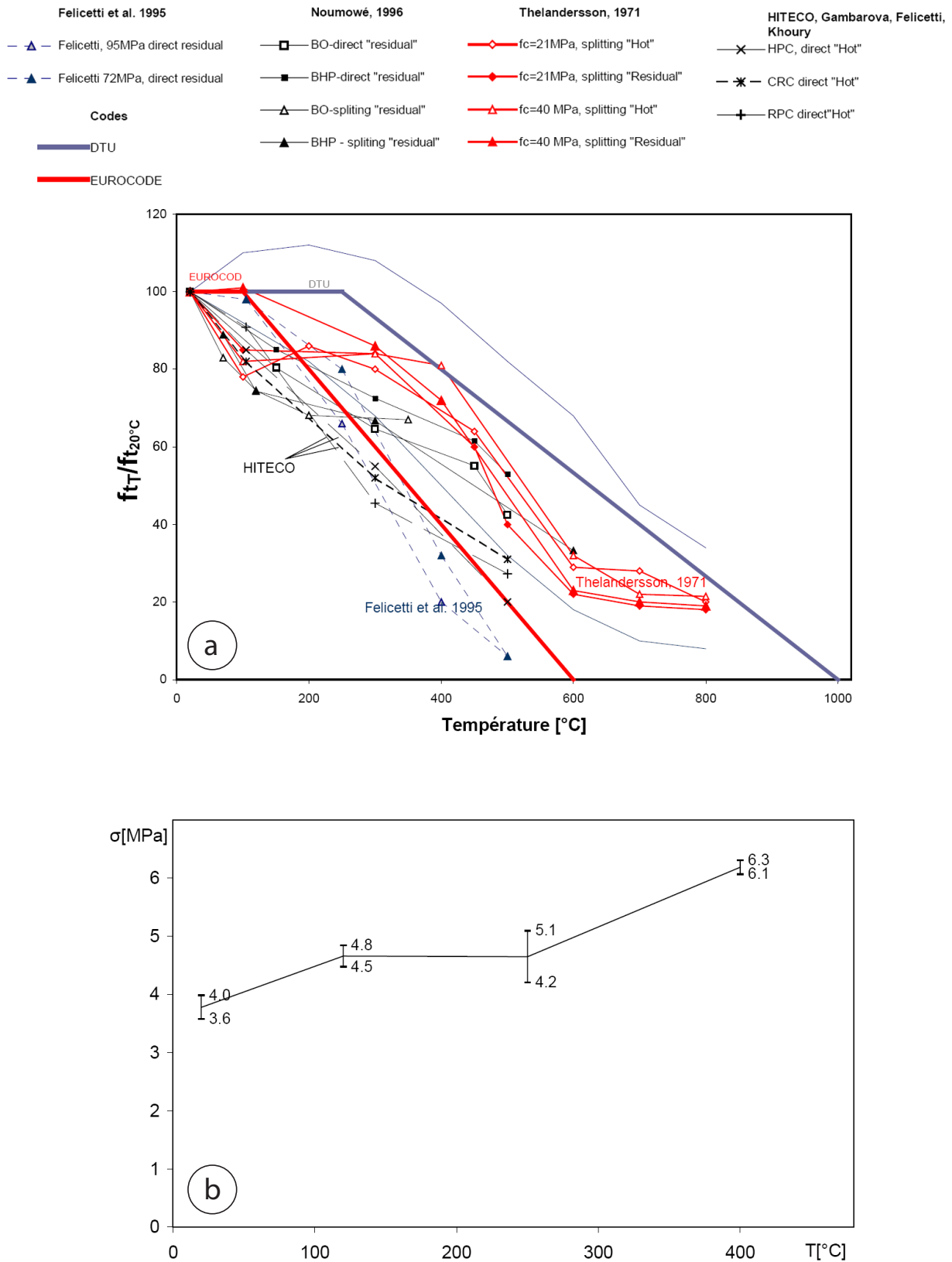


FIGURE 1.18: Compilation effectuée par Hager [50] des essais de traction directe "à chaud" (a) comparée aux résultats de traction directe "à chaud" (b) obtenus par Hager [50].

où P (en $W.m^{-3}$) est un terme de production d'énergie volumique.

L'équation 1.5 peut se simplifier sous les hypothèses :

- absence de production de source interne émettant une énergie volumique P
- λ est considérée comme constante dans tout le matériau en première approximation

Elle devient alors :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \cdot \Delta T \quad (1.6)$$

Avec $\alpha = \frac{\lambda}{\rho \cdot C}$ la diffusivité thermique du béton exprimée en $(m^2.s^{-1})$. Cette diffusivité représente la vitesse à laquelle se propage la chaleur dans le matériau.

Les valeurs à température ambiante couramment rencontrées pour les bétons ordinaires sont (d'après l'Eurocode 2 [3], et Bazant [19]) :

- $\lambda = 1.4 - 2 \text{ W/(m.K)}$
- $C = 900 \text{ J/(kg.K)}$
- $\alpha = 1 \text{ mm}^2/s$

L'application de la température va entraîner une modification des composants du béton (pâte de ciment, granulats...) ainsi que de sa structure. D'un point de vue macroscopique, il en résulte une modification des propriétés thermiques.

La figure 1.19 montre l'évolution avec la température des paramètres présentés précédemment. On peut noter que la tendance concernant la conductivité thermique est identique quel que soit le béton. Cette baisse quasi linéaire est expliquée par Mindeguia par la création de vides par le séchage du béton ou de fissures par le chauffage (voir 1.2.4). Quant à la chaleur spécifique, l'évolution est liée à celle des composants propres du béton, la pâte mais surtout les granulats (voir figures 1.21 et 1.22). En effet, pour les bétons présentés, la proportion de granulats représente environ 70% de la masse volumique. L'évolution de la chaleur spécifique de ces derniers influence donc l'évolution de la chaleur spécifique du béton. Comme pour les différentes roches, dont sont issus les granulats, le paramètre chaleur spécifique augmente, il en va de même pour le béton. Enfin, la diffusivité thermique étant une combinaison des deux paramètres conductivité thermique et chaleur spécifique, il est cohérent de trouver une tendance résultante à la baisse avec la température. Ce paramètre de diffusivité thermique pour des bétons auto-plaçants est également représenté sur la figure 1.20 sur laquelle nous pouvons voir les pics liés à l'évaporation de l'eau et la transformation du quartz pour des bétons de résistance 82 MPa (HPC) à 125 MPa (VHSC). Il semble que cette diffusivité augmente avec la classe de résistance jusqu'au béton VHSC pour lequel les valeurs sont proches de la limite inférieure de l'Eurocode.

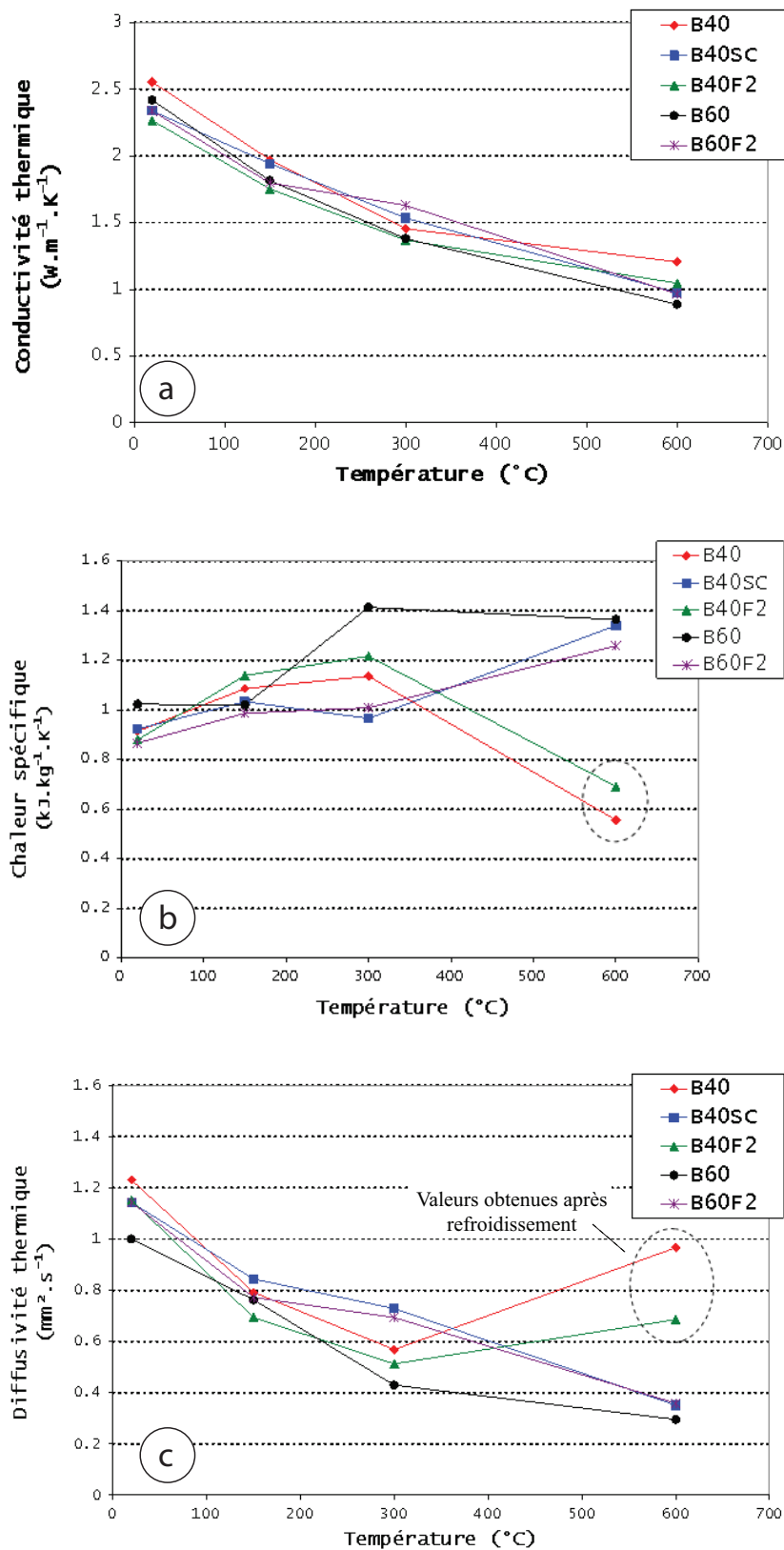


FIGURE 1.19: Évolution des propriétés thermiques obtenues sur des bétons ordinaires, avec et sans fibres, par Mindeguia : (a) conductivité thermique, (b) chaleur spécifique, et (c) diffusivité thermique [75].

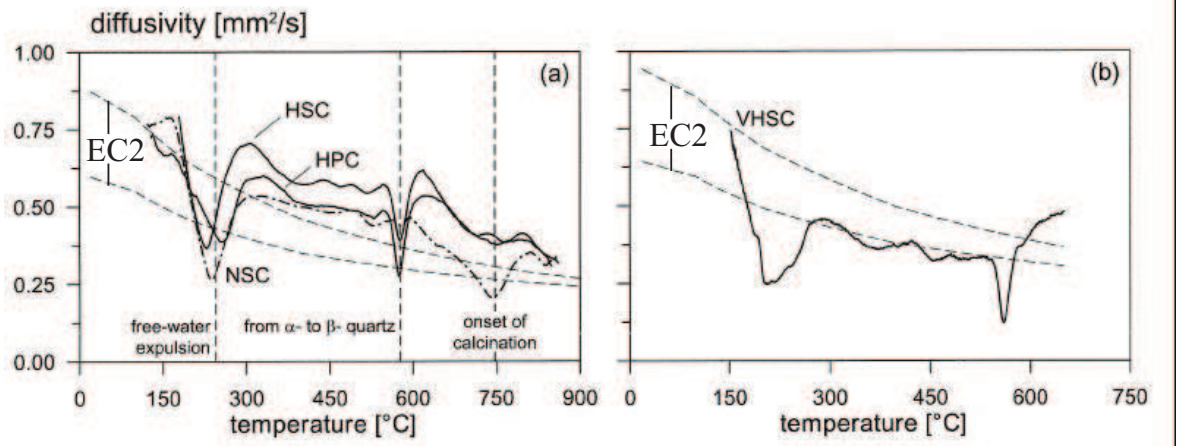


FIGURE 1.20: Évolution de la diffusivité thermique pour différents bétons auto-plaçants, d'après Bamonte [15]

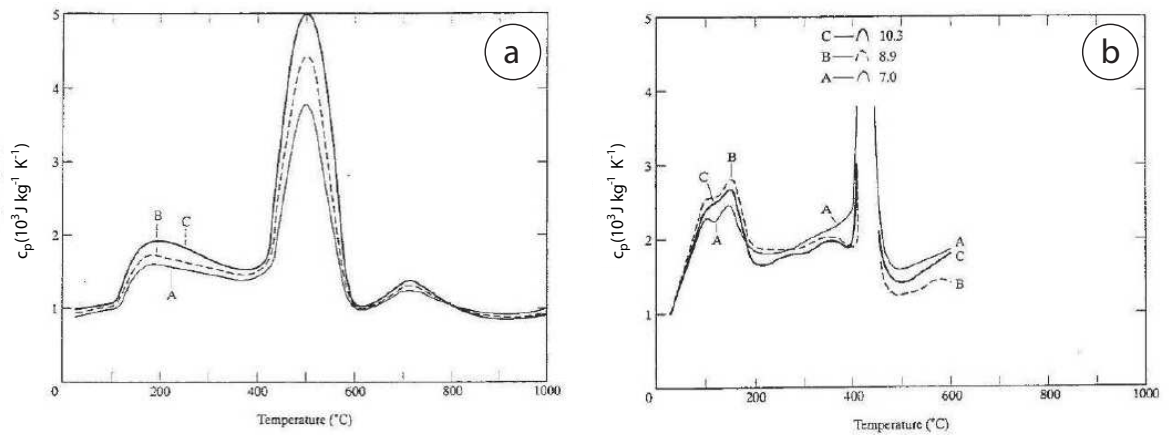


FIGURE 1.21: Évolution de la chaleur spécifique de trois pâtes de ciment en fonction de la température et de différents rapports e/c ($e/c_A = 0.25$, $e/c_B = 0.33$, $e/c_C = 0.50$) : (a) valeurs théoriques, et (b) valeurs expérimentales, d'après Harmathy [55].

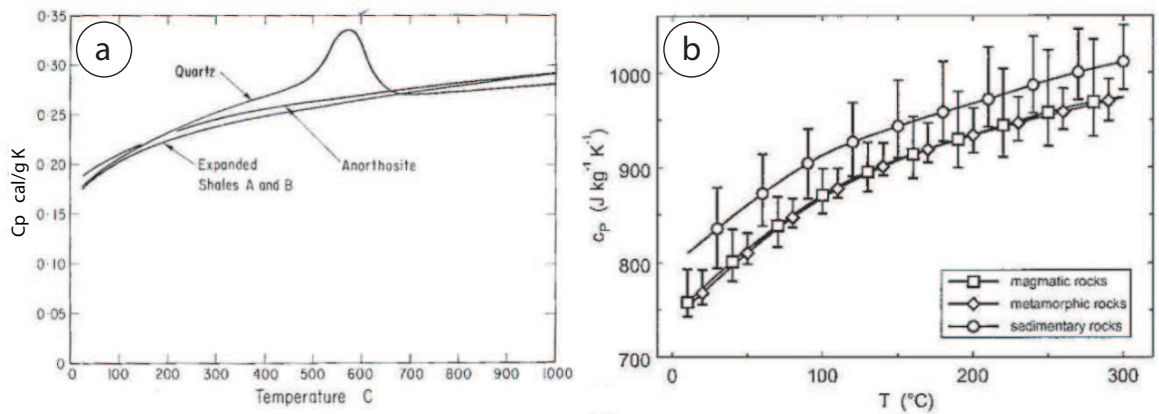


FIGURE 1.22: Évolution en fonction de la température de la chaleur spécifique de quelques roches d'après Harmathy (a) [55], et Vosteen et Schellschmidt (b) [107].

1.3 Éclatement des bétons sous sollicitations thermiques

1.3.1 Les différents types d'instabilités thermiques

La notion d'instabilité thermique est reprise de la thèse de Mindeguia [75]. Ce terme semble adapté pour décrire le phénomène rencontré lorsqu'on chauffe certains bétons. On peut définir plusieurs instabilités thermiques d'après l'étude d'Arup [13]. Les plus courantes et celles qui nous intéressent le plus sont :

- l'écaillage (*surface spalling* en anglais) correspondant à un détachement local, plus ou moins rapide, de la surface du matériau. Ce phénomène se produit généralement dans la première phase de l'élévation de température. Ceci peut amener les armatures à être à nu et donc compromettre fortement la stabilité de la structure, d'après Khoury [64].
- l'éclatement (*explosive spalling* en anglais) correspondant à un détachement violent de parties en général plus grosses que lors de l'écaillage. La caractérisation principale est l'énergie importante dégagée lorsque l'éclatement a lieu.

On rencontre plus souvent le phénomène d'éclatement dans les bétons à hautes performances que pour les bétons ordinaires, pour Phan [88]. Les raisons qui expliquent cela sont abordées dans les parties suivantes.

1.3.2 Les hypothèses d'instabilités thermiques

Les instabilités thermiques présentées précédemment reposent sur différentes hypothèses, qui sont défendues par les auteurs. Ces hypothèses sont elles-mêmes basées sur l'influence observée qu'ont les paramètres suivants : la teneur en eau et la compacité du béton, le type de sollicitation thermique. Ainsi, sur la figure 1.23 sont regroupés les différents facteurs principaux intervenant dans l'explication du phénomène d'instabilité thermique : le gradient de température et la pression interne. Nous allons traiter ces deux aspects séparément dans ce paragraphe.

1.3.2.1 L'aspect thermo-hydrrique

L'hypothèse considérant la pression interne élevée proche de la surface comme responsable de l'instabilité thermique est expliquée par Anderberg [12]. En effet, comme le montre la figure 1.23, on imagine trois zones au sein du béton soumis à une source de chaleur sur une paroi : la zone 1, proche de la surface, considérée comme sèche, croît au cours du temps. La zone 3, plus loin dans l'élément contient l'eau sous les formes décrites dans le paragraphe 1.4. Enfin la zone 2 en cours de séchage contient de l'eau sous forme de vapeur également. Cette vapeur migre vers la zone 1 mais aussi vers la zone 3, plus froide, où elle se condense. Ce faisant, les pores deviennent saturés en eau, créant un bouchon qui empêcherait la vapeur d'eau de migrer. Ainsi la pression interne augmente jusqu'à créer un état de contrainte dépassant la limite en traction du béton et serait responsable de l'instabilité thermique.

Cette hypothèse est soutenue par Harmathy [55], England [44], Kalifa et al [61], Yanko [110], Noguchi [81] et Dal Pont [29].

Nous verrons dans la partie 1.4.1 le rôle des fibres synthétiques et l'efficacité supérieure des fibres de polypropylène vis-à-vis de l'instabilité thermique. En revanche nous pouvons déjà dire que cette hypothèse serait bien en accord avec la capacité des fibres synthétiques à fondre et

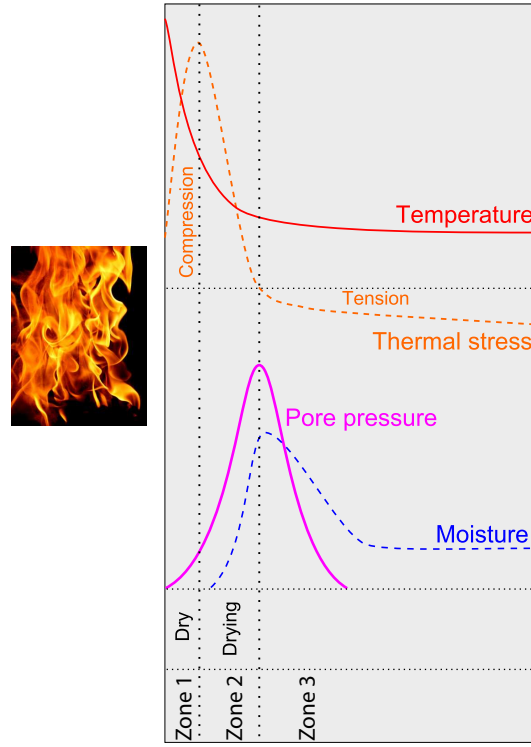


FIGURE 1.23: Suggestion d'évolution de la température et de la pression au sein d'un élément en béton soumis à un incendie, inspiré de Khoury [65].

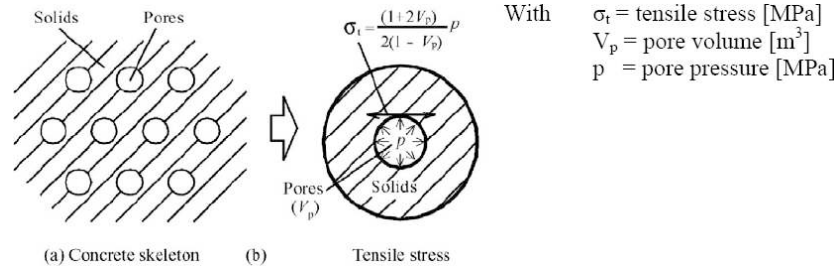


FIGURE 1.24: Modèle de pore sphérique utilisé par Lottman [71] pour le calcul des contraintes de traction.

donc à créer un volume améliorant la migration de la vapeur d'eau et permettant de diminuer la pression interne.

Cependant, de nombreuses expérimentations avec des mesures de pression interne ont montré que pour certains cas d'instabilité thermique la valeur de pression interne relevée n'était pas supérieure à la résistance en traction. L'inverse a également pu être observé. En revanche les observations effectuées sur de nombreuses expérimentations ont montré une tendance à l'éclatement plus élevée pour les bétons haute performance que les bétons ordinaires (Kalifa [61], Kodur [70], Phan [86] et Mindeguia [75]). Ceci est lié à la compacité de la pâte, et donc à la faible porosité du béton qui entraînent des pressions internes plus élevées.

Le tableau 1.1 expose des mesures de pression interne effectuées par différents auteurs. Le calcul de la contrainte directe présentée dans le tableau est basé sur un modèle sphérique de pore (voir figure 1.24, d'après Lottman [71]).

Une légère modification de l'hypothèse thermo-hydrique ci-dessus a été proposée par Jansson

Auteurs	Résistance en compression du béton <i>MPa</i>	Pression de vapeur <i>MPa</i>	Porosité (mesurée ou estimée) %	Contrainte de traction appliquée au solide <i>MPa</i>
Yanko_2004	127	1.1 λ	11.9	0.77
	86	5.2 λ	15	3.98
	123	0.42 λ	10.2	0.28
	80	0.61	19.3	0.52
	88	0.26	15	0.20
harada_1997 [54]	?	0.13	13	0.09
shekarchi_2007 [99]	?	0.35	13	0.25
	?	0.46	15	0.35
jansson_2007 [59]	37	1.7	14	1.27
	37	0.3 λ	14	0.22
phan_2002	75	2.1 λ	10	1.40
kalifa_2001	106	2.3	7.5	1.43
	111	4	7.5	2.49
mindeguia_2009	37	1.5	14	1.12
	37	0.2	14	0.15
	37	0.32 λ	14	0.24
	61	2.5	10.5	1.69

λ : signifie qu'il y a eu éclatement

TABLE 1.1: Pressions de vapeur mesurées expérimentalement par différents auteurs (repris de Mindeguia [75]).

et Boström [58]. Elle est que le rôle des fibres de polypropylène est d'éloigner l'eau sous forme liquide de la surface chauffée en créant par microfissuration une connectivité supplémentaire dans le matériau. L'effet d'eau liquide soumis à une élévation de la température a un impact important sur la pression interne dans le béton. En effet, l'eau liquide ayant une dilatation thermique bien plus élevée que le béton (de l'ordre de $2.5 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ contre $1 \cdot 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ pour le béton), sa dilatation entraîne des contraintes internes supplémentaires. Il a en outre été montré que le béton à caractère humide a des caractéristiques mécaniques plus faibles. Ceci associé à l'augmentation locale des contraintes internes accentue les risques d'éclatement. Hertz [57] a montré qu'une teneur en eau inférieure à 3% pour les bétons ordinaires permet de limiter le risque d'éclatement. Lorsque l'ajout de fibres est préconisé la zone critique étant éloignée de la source de chaleur, elle est soumise à une température plus faible, diminuant ainsi le risque d'éclatement.

1.3.2.2 L'aspect thermo-mécanique

L'instabilité thermique provoquée par des contraintes mécaniques engendrées par la dilatation thermique empêchée est soutenue par Bažant [19], Ulm [103], Msaad [78]. Cette hypothèse défend l'idée que le gradient de température entraîne des dilatations empêchées des granulats et de la pâte. Celles-ci engendrent alors des contraintes de compression parallèles à la surface chauffée, et par effet Poisson une déformation perpendiculaire à la surface chauffée, qui peut entraîner des contraintes de traction. De plus, le gradient thermique provoque des dilatations différentes entre pâte et granulats du fait de leurs caractéristiques thermiques. Cette incompatibilité de dilatation thermique entre granulats et pâte de ciment est intéressante, cependant, l'efficacité des fibres synthétiques dans la tenue au feu est difficilement explicable dans ce cas là. Il semble tout de même intuitif que cet aspect puisse entrer en jeu dans les instabilités. Si ce n'est pas le facteur principal, il peut être un élément déclencheur.

1.3.2.3 Le couplage thermo-hydro-mécanique

Chaque hypothèse précédemment évoquée, prise individuellement n'est pas totalement satisfaisante. L'idéal est de considérer les deux phénomènes en parallèle, l'effet de pression de vapeur et celui du gradient thermique. Ainsi certains modèles supposent un couplage thermo-hydro-mécanique afin de prédire les instabilités thermiques, comme Ožbolt [84], Gawin [42] et Meftah [74]. Ces modèles semblent représenter plutôt bien des expériences déjà réalisées mais le caractère prédictif du modèle reste encore à vérifier.

1.3.2.4 Conclusions

Quelle que soit l'hypothèse concernant le mécanisme d'instabilité thermique, il est une chose certaine montrée par de nombreux auteurs comme Han et Heo [52], [56] : l'ajout de fibres synthétiques dans le béton afin de pallier au problème d'éclatement est une solution efficace. Cependant, cette solution est bien plus efficace avec les fibres de polypropylène qu'avec les autres fibres synthétiques (Phan [87], Han [51], [53], Bilodeau [21], Kalifa [60], Heo [56]). Dans le prochain chapitre, nous allons nous intéresser aux fibres synthétiques qui existent afin d'exposer les caractéristiques qui les différencient.

1.4 Fibres pour la tenue au feu : rôle, référencement et caractéristiques

1.4.1 Rôle des fibres

Nous avons commencé à évoquer dans la partie 1.3 l'efficacité des fibres synthétiques dans la tenue au feu des bétons. Park [85] a montré que cette efficacité est liée à la température de fusion relativement basse des fibres (en dessous de 250°C). Ce faisant, un volume vide est créé (figure 1.25) et le transfert de l'eau sous forme de vapeur ou de liquide au sein du matériau est facilité. Pour que l'efficacité des fibres vis-à-vis de la tenue au feu soit suffisante, il faut un volume suffisant de fibres, qui augmente lorsque le ratio e/c diminue. Ainsi, pour Park [85] il faut un volume de fibres de l'ordre de 0.1% pour un ratio e/c de 0.3 et un volume de fibres de l'ordre de 0.2% pour un ratio e/c de 0.25. Cependant, comme il a été dit, l'efficacité est bien meilleure pour les fibres de polypropylène que pour les fibres d'une autre nature. Il nous semble intéressant de comprendre pourquoi il y a de telles différences.

La section suivante vise à faire la synthèse des fibres de natures diverses qui pourraient avoir le même rôle que le polypropylène et de présenter leurs propriétés physiques. Cette étude bibliographique s'oriente principalement vers les fibres synthétiques mais elle traite aussi celles d'origine végétale comme la cellulose.

1.4.2 Référencement et caractéristiques des fibres

Nous avons dit au paragraphe précédent que cette étude porte principalement sur des fibres d'origine synthétique. Sans parler de la problématique de la haute température, des fibres synthétiques sont déjà utilisées dans certaines constructions en béton. Notamment pour réduire

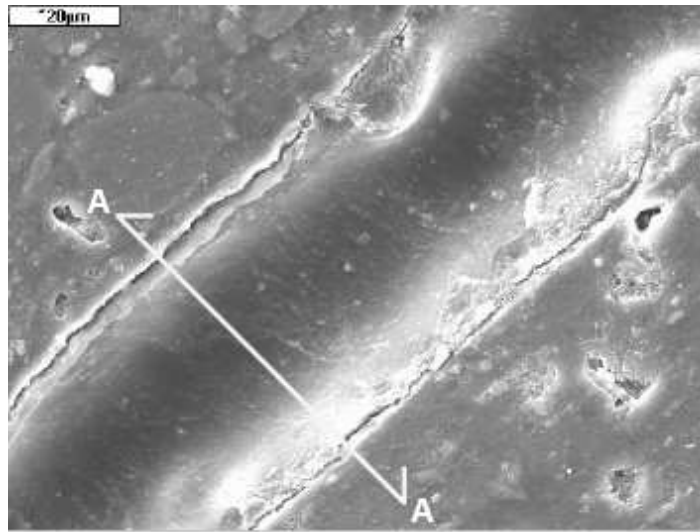


FIGURE 1.25: Trace d'une fibre de polypropylène après avoir fondu, d'après Hager [50].

la fissuration au jeune âge des grands éléments surfaciques comme les dalles, ou bien pour renforcer du béton projeté dans les tunnels, les fibres de polypropylène ou de polyvinyl alcool, entre autres, peuvent être employées. Nous nous intéressons également à d'autres natures de fibres synthétiques. Dans cette synthèse bibliographique, nous retenons les fibres suivantes : polypropylène (PP), polyéthylène (PE), polyvinyl alcool ou vinylal (PVA), acrylique (PAN) et polyamide ou nylon (PA). Et concernant les fibres non synthétiques nous avons choisi uniquement les fibres de cellulose.

Même si la nature des fibres est différente, certaines caractéristiques sont communes et importantes pour la résistance au feu :

Température de fusion (T_f) : c'est la température à laquelle la fibre passe de l'état solide à l'état liquide. Il ne faut pas la confondre avec la température de vaporisation (T_v), pour laquelle la fibre passe à l'état gazeux. T_f joue un rôle sur le niveau de température où apparaît le volume libéré. A priori, plus elle est basse, plus elle sera efficace.

Longueur de la fibre (L) : elle joue un rôle par rapport à la taille des granulats et au nombre de fibres présentes dans le béton, selon Khoury [65].

Diamètre de la fibre (D) : il entre en jeu dans le rapport L/D . Plus ce rapport est élevé, plus la fibre est élancée et meilleure serait la connectivité du réseau, selon Khoury [65].

Densité (ρ) : elle est importante car, pour un dosage donné, elle permet d'estimer le nombre de fibres ajoutées dans la composition, en utilisant la longueur et le diamètre.

Le Tableau 1.2 récapitule les caractéristiques des différentes fibres précédemment citées, ainsi que la plage des dimensions que nous pouvons trouver habituellement sur le marché. Il contient également un exemple de la molécule en formule semi-développée. Il apparaît, du Tableau 1.2, que la variété en terme de dimensions des fibres est très importante. On peut y voir que la seule fibre ayant une température de fusion inférieure à celle de la polypropylène est la fibre de polyéthylène. On peut donc penser, à bon escient, qu'elles sont plus efficaces que les fibres de polypropylène.

Par ailleurs, au sein même d'une appellation, il existe plusieurs noms de fibres suivant la composition chimique de celles-ci. Nous pouvons citer comme exemples :

- polyamide/nylon : Nylon 4.6, Nylon 6, Polyamide 66. . .
- acrylique : polyacrylonitrile, acrylic copolymers, polyméthacrylate de méthyle, anhydride phtalique . . .

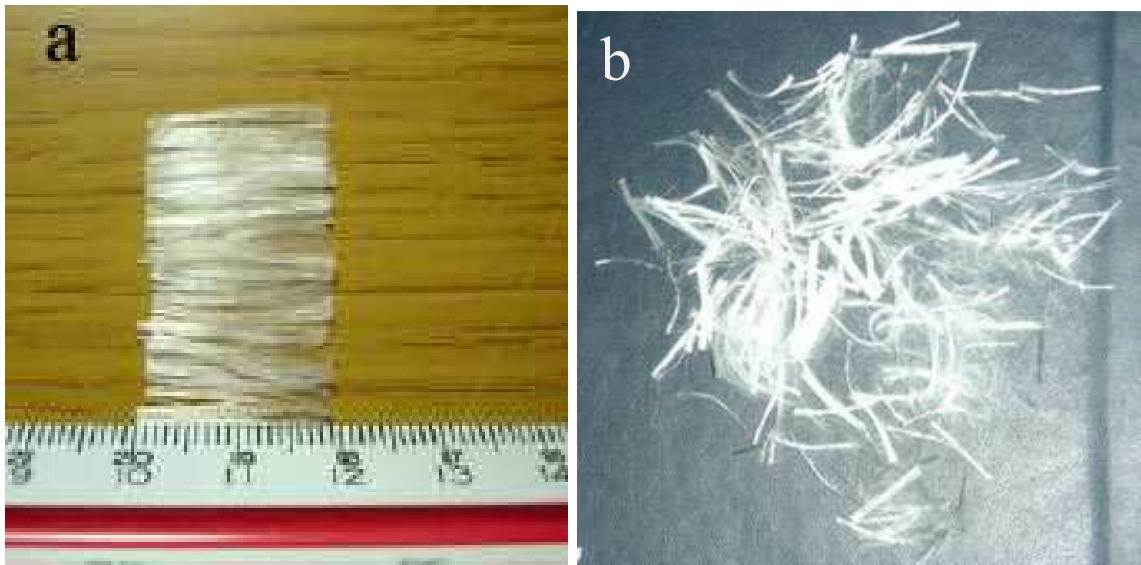


FIGURE 1.26: Fibres de polypropylène : (a) fibrillées d'après Han [52], et (b) monofilaments d'après Soymix [100].

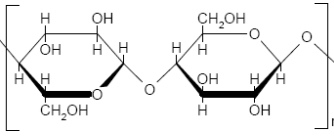
Cependant il est difficile de connaître précisément quelle est la composition chimique des fibres des fournisseurs, ce qui introduit une incertitude supplémentaire sur les propriétés thermiques des fibres. En particulier la température de fusion peut varier sensiblement.

Parmi les fibres, il existe encore une différence concernant la forme sous laquelle nous pouvons les retrouver. Ainsi il existe les fibres dites "fibrillées" et celles dites "monofilaments". Les "fibrillées" se présentent par petits paquets contenant plusieurs fibres, qui vont se délier lors du malaxage (figure 1.26). Quant aux "monofilaments", elles se présentent sous forme unitaire dans le conditionnement, ce qui fait qu'elles sont séparées avant même le malaxage. On peut concevoir alors que le type de conditionnement peut influencer grandement la qualité d'homogénéisation des fibres au sein du béton durci. Pour certains auteurs (Khoury [65] et Bilodeau [21]), l'utilisation de "monofilaments" est plus efficace pour la tenue au feu que celle des "fibrillées". C'est pourquoi, dans la mesure du possible, nous avons choisi des fibres "monofilaments" pour notre étude.

1.5 Les bétons fibrés à ultra hautes performances (BFUP)

Nous avons évoqué jusqu'à présent la problématique de la haute température et de l'évolution des caractéristiques physico-chimiques des bétons ordinaires ou à hautes performances. Dans ce paragraphe, il s'agit de parler des bétons fibrés à ultra hautes performances (BFUP) qui diffèrent quelque peu de leurs homologues ordinaires.

Après une définition du matériau nous présenterons les particularités de la microstructure, des propriétés thermiques et mécaniques et leur évolution avec la température.

Nom générique	Code	Exemple de molécule	T_f °C	ρ	L disponibles mm	D disponibles μm
Polypropylene	PP	$\left[\text{CH}_2 - \underset{\text{CH}_3}{\overset{\text{H}}{\text{C}}} \right]_n$ <p><i>polypropylene</i></p>	173	0.91	6 à 50	10 à 1100
Vinylal	PVA	$\left[\left(\text{CH}_2 - \underset{\text{OH}}{\overset{\text{H}}{\text{C}}} \right)_m \left(\text{CH}_2 - \underset{\text{O}-\text{R}-\text{O}}{\overset{\text{H}}{\text{C}}} - \text{CH}_2 - \underset{\text{H}}{\text{C}} \right)_n \right]_p$ <p><i>acetalized poly(vinyl alcohol)</i></p>	228	1.3	6 à 30	27 à 660
Acrylic	PAN	$\left[\text{CH}_2 - \underset{\text{CN}}{\overset{\text{H}}{\text{C}}} \right]_n$ <p><i>polyacrylonitrile</i></p>	317	1.12	4 à 80	14 à 80
Polyethylene	PE	$\left[\text{CH}_2 - \text{CH}_2 \right]_n$ <p><i>polyethylene</i></p>	85-110	0.93	1.5 à 18	20 à 115
Polyamide, nylon	PA	$\left[\underset{\text{H}}{\text{N}} - \left(\text{CH}_2 \right)_5 - \underset{\text{O}}{\text{C}} \right]_n$ <p><i>polycapraamide (polyamide 6)</i></p>	210-255	1.16	9 à 120	12 à 300
Cellulose	C	 <p><i>cellulose</i></p>	500	1.4	0.2 à 2.1	16 à 20

* : L(longueur en mm)D(diamètre en μm)

TABLE 1.2: Tableau des références des diverses fibres d'après les fournisseurs [80], [97], [46], [45], [98].

1.5.1 Définition des bétons fibrés à ultra hautes performances

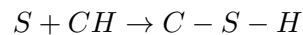
On pourrait donner une première définition de ce matériau comme étant un béton contenant des fibres métalliques dont la résistance en compression est supérieure à 150 MPa. Si en apparence, cela semble simple, pour y parvenir il faut adopter la "philosophie" du BFUP. Ceci repose sur le fait de créer une matrice la plus compacte possible et de réduire la taille des granulats. L'optimisation de la granulométrie, l'ajout d'éléments pouzzolaniques dans le liant et la réduction du rapport e/c contribuent à obtenir le résultat escompté (Habel [49], Brisard [22], Resplendino [92], Vieux-Champagne [105]).

Cette compacité de la pâte et la granulométrie travaillée des granulats sont associées à l'ajout des fibres métalliques. Elles sont indispensables pour ces matériaux mais le type de fibres employées diffère suivant les BFUP. Pour les BFUP les plus courants, la longueur des fibres varie entre 10 mm et 20 mm.

Nous allons voir maintenant plus en détails les particularités de la microstructure d'un BFUP.

1.5.2 Microstructure des bétons fibrés à ultra hautes performances

Les ajouts de fumée de silice ou de cendres volantes sont courants afin d'obtenir une compacité maximale de la pâte de ciment. Ces ajouts réagissent alors avec la Portlandite pour former des C-S-H selon la réaction suivante :



A travers cette équation, on peut comprendre le double rôle de la fumée de silice. Tout d'abord, du fait de sa faible granulométrie (le diamètre moyen est d'environ $0.2\mu\text{m}$ à comparer au diamètre moyen du ciment de $10\mu\text{m}$) elle peut remplir les vides initialement existants, et donc améliorer la compacité du matériau. D'autre part, la réaction avec la Portlandite permet d'augmenter la résistance de la pâte en créant les hydrates de C-S-H. Ainsi, en théorie il n'existe pas ou peu de Portlandite dans les BFUP.

Cette compacité permet d'obtenir également une porosité très faible par rapport aux autres bétons puisqu'on trouve en moyenne pour les BFUP avec fumée de silice une porosité inférieure à 6%.

La distribution porale est également différente, comme le montre la figure 1.27. On passe d'un domaine centré autour d'un diamètre de 80 nm pour les BHP à un domaine centré sur les pores capillaires de très petites dimensions : 10 nm.

Nous avons vu dans la partie 1.3 sur les instabilités, le rôle important que joue la porosité dans la tenue au feu des bétons. Nous voyons ici que les BFUP seront largement plus sensibles à la problématique de l'éclatement lors d'un incendie.

Ce petit tour d'horizon montrant les différences majeures de la microstructure avec les bétons ordinaires, nous abordons maintenant plus en détail les propriétés thermiques et mécaniques des BFUP.

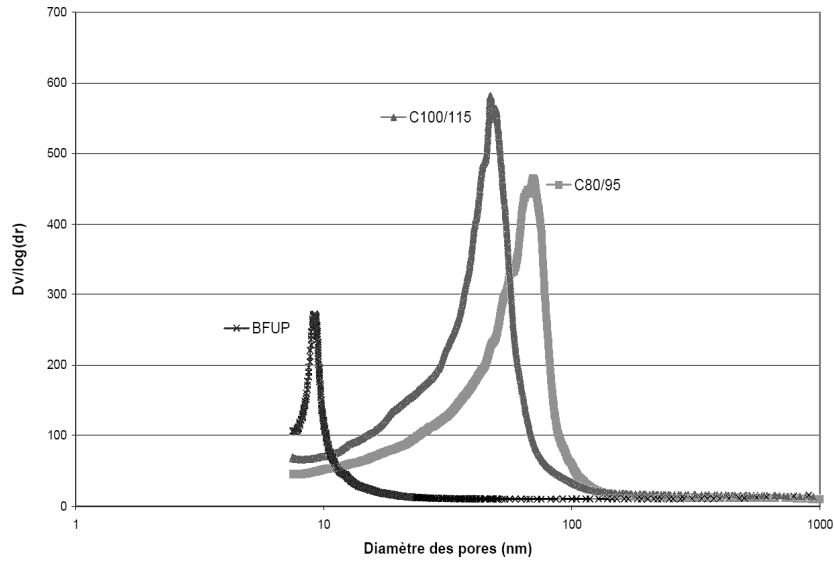


FIGURE 1.27: Répartition des pores dans un BFUP et dans deux BHP d'après Carcasses [25].

1.5.3 Propriétés thermo-mécaniques des bétons fibrés à ultra hautes performances et évolutions avec la température

1.5.3.1 Propriétés thermiques

Une particularité des BFUP par rapport aux bétons ordinaires (BO) et à hautes performances (BHP) est la présence de fibres métalliques, qui ont des propriétés thermiques bien différentes de la pâte de ciment ou des granulats. On s'attend donc à ce que l'évolution de leurs propriétés thermiques ne soit pas tout à fait identique à celle des BO et des BHP.

La figure 1.29 montre que la chaleur massique d'un BFUP est très proche de celle d'un béton ordinaire (environ $910 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à température ambiante contre $880 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ habituellement considéré pour les bétons ordinaires). Quant à la masse volumique à température ambiante, elle est également légèrement plus élevée, et ce, à cause de la présence des fibres métalliques. C'est pourquoi on retrouve sur la figure 1.28 une diffusivité thermique à température ambiante de l'ordre de $0.6 \text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$, inférieure à la plage $0.8\text{-}1 \text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$, usuellement rencontrée pour les bétons ordinaires. Concernant la conductivité thermique, les recommandations AFGC proposent une valeur de $1.6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [1].

Concernant les évolutions des paramètres avec la température, pour la diffusivité thermique on retrouve une tendance proche de celle proposée par le DTU. Pour la chaleur spécifique, on retrouve une évolution semblable à celle mesurée par Mindeguia (figure 1.28).

La similitude des propriétés thermiques des BFUP avec celles des bétons ordinaires nous permet de dire que l'on retrouvera les mêmes problématiques de gradient thermique, évoqué précédemment dans l'hypothèse thermo-mécanique de l'éclatement, avec un facteur d'amplification lié à la plus faible porosité des BFUP.

Nous présentons maintenant quelques particularités des propriétés mécaniques d'un BFUP.

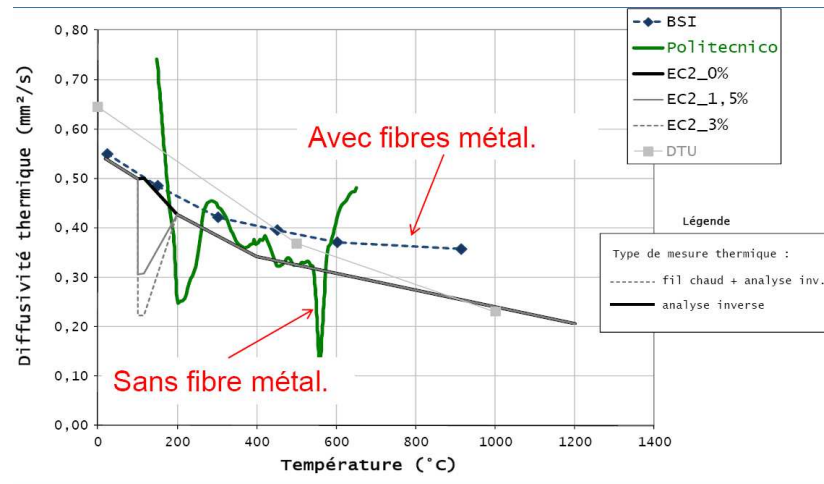


FIGURE 1.28: Évolution de la diffusivité thermique de quelques BFUP en fonction de la température, d'après Pimienta et Mindeguia [2].

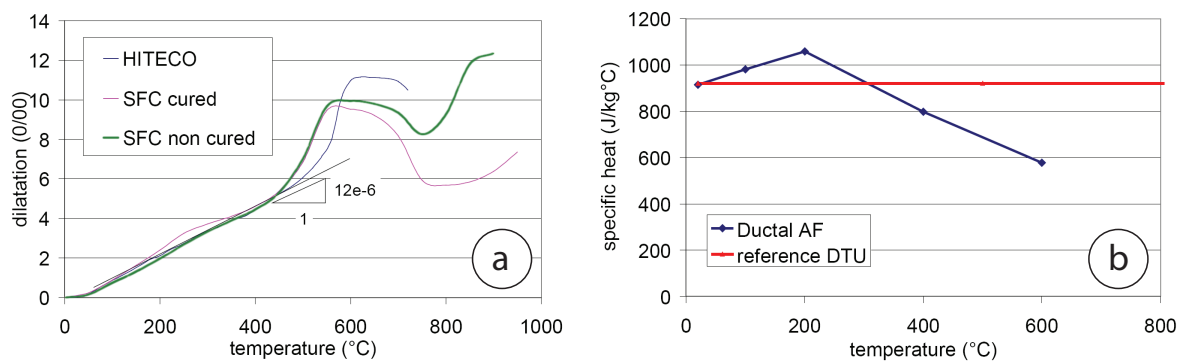


FIGURE 1.29: Évolution de la dilatation thermique (a) et de la chaleur massique (b) du Ductal en fonction de la température [20].

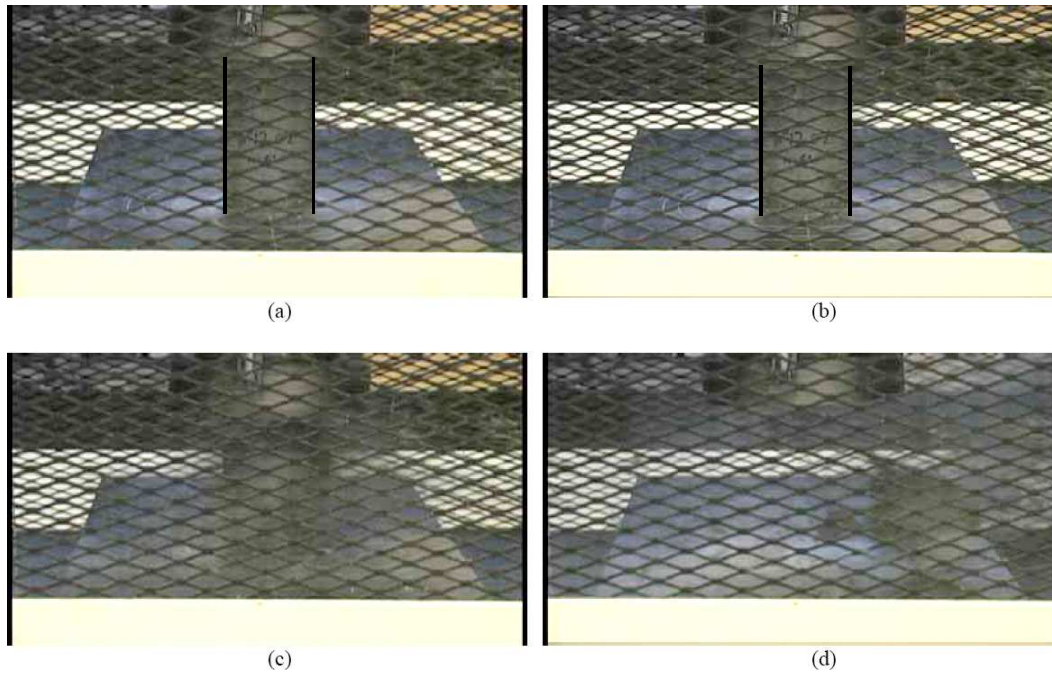


FIGURE 1.30: Étapes de rupture d'un béton à ultra hautes performances sans fibres métalliques : (a) 1/6 sec avant la rupture, (b) 1/30 sec avant la rupture, (c) pendant la rupture et (d) 1/10 après la rupture. D'après Graybeal [47].

1.5.3.2 Propriétés mécaniques

La définition des BFUP suppose que la résistance en compression est très élevée. Pour les bétons, le comportement est quasi-fragile et ce phénomène s'accroît avec l'augmentation de la résistance en compression. Ainsi un BFUP sans fibres métalliques explose littéralement lors de la rupture en compression simple. Un tel phénomène a été photographié par Graybeal (figure 1.30). On peut noter la fin très nette de résistance sur la courbe contrainte/déformation lors d'un essai de compression simple (figure 1.31(a)).

L'ajout des fibres métalliques permet alors de modifier très largement le comportement du matériau sollicité en compression simple. Elles permettent de supprimer le caractère fragile du béton. La ductilité alors acquise est visible sur la figure 1.31(b).

En ce qui concerne la caractéristique de traction des BFUP, le gain apporté par la combinaison fibres métalliques/compacité de la pâte est très intéressant. En effet, les fibres agissent comme de micro armatures qui permettent d'obtenir des déformations importantes avant rupture. La figure 1.32 montre les courbes schématisées que l'on peut acquérir pendant un essai de traction directe sur différentes catégories de bétons. L'apport tant en terme de résistance maximale que de déformation de la combinaison fibres/pâte est largement visible. Naaman [79] expose la différence entre un BFUP adoucissant et un BFUP écrouissant à travers les courbes de la figure 1.33.

Les essais de traction directe étant plus difficiles à mettre en œuvre que les essais de flexion, ce sont bien souvent ces derniers qui sont réalisés. La figure 1.34 montre la grande ductilité du matériau pour les essais de flexion 4 points et le caractère écrouissant des BFUP. La comparaison des courbes des figures 1.32 et 1.34 montre qu'il n'y a pas le même caractère écrouissant suivant l'essai réalisé. C'est une particularité à avoir en tête pour définir les BFUP.

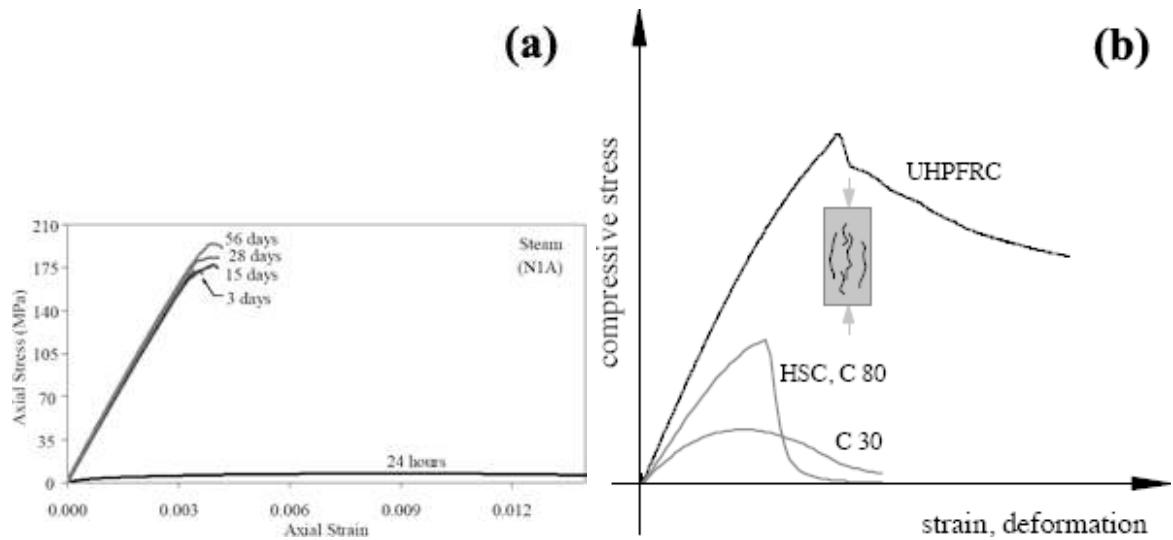


FIGURE 1.31: Courbes typiques de résistance en compression (a) d'un béton à ultra hautes performances sans fibres métalliques d'après Graybeal [47], et (b) d'un BFUP d'après Spasojevic [101].

Ainsi l'AFGC utilise trois dénominations différentes pour classer les BFUP du marché français [1] :

- les BFUP adoucissants : pour ces bétons, quel que soit l'essai de caractérisation : traction directe ou flexion, on n'observe pas de domaine écouissant
- les BFUP peu écouissants : pour ces bétons, un essai de caractérisation en flexion montrera un domaine écouissant, largement réduit, voir inexistant sur un essai de traction directe
- les BFUP écouissants : pour ces bétons, quel que soit l'essai de caractérisation : traction directe ou flexion, on observe un domaine écouissant

La majorité des BFUP présents sur le marché français sont considérés comme peu écouissants. Ces différents comportements sont fortement liés au dosage en fibres et aux caractéristiques des fibres.

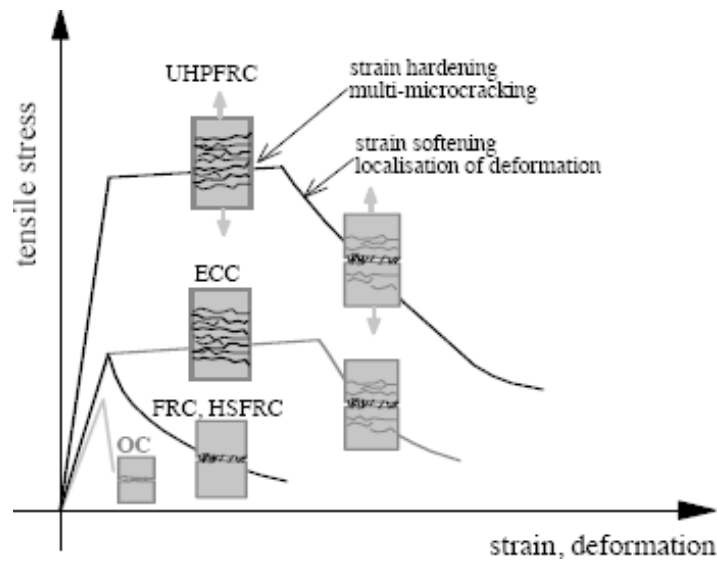


FIGURE 1.32: Courbes typiques de résistance en traction directe d'un BFUP et de bétons ordinaires et fibrés à haute résistance, d'après Spasojevic [101].

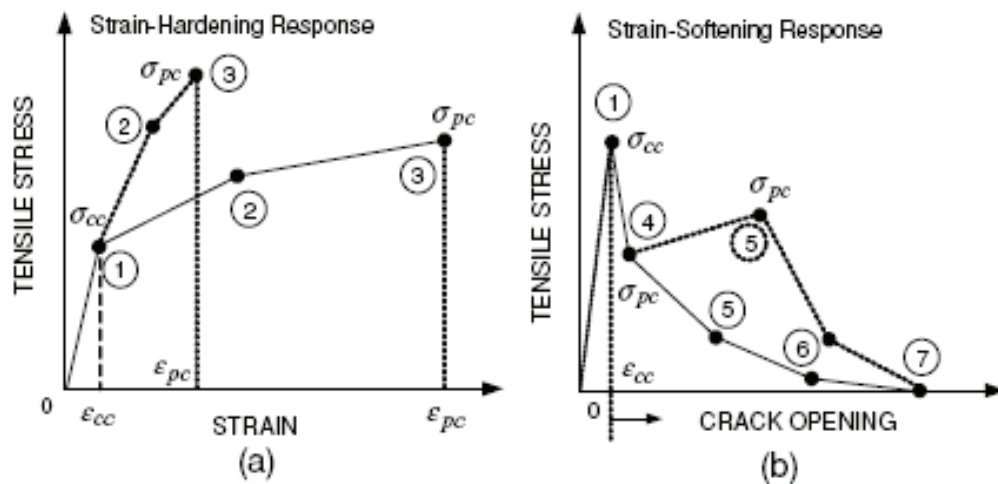


FIGURE 1.33: Courbe contrainte/déformation typique d'un BFUP écouissant (a) et courbe contrainte/ouverture de fissure typique d'un BFUP adoucissant (b), d'après Naaman [79].

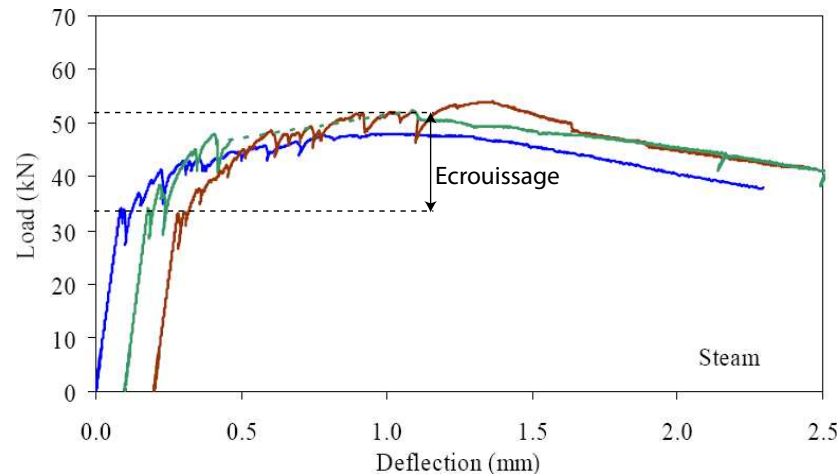


FIGURE 1.34: Courbe typique de résistance en flexion 4 points d'un BFUP avec traitement vapeur d'après Graybeal [47].

Contrairement aux bétons ordinaires on comprend maintenant pourquoi le paramètre de résistance en traction peut être pris en compte dans la stabilité et la résistance d'une structure en BFUP.

Les performances mécaniques présentées jusqu'ici et le comportement en déformation peuvent encore être améliorés par des traitements thermiques (d'après l'AFGC [1]) :

- le premier type correspondant à la "cure thermique" est appliqué pendant la phase de prise, à une température de 65°C environ pour accélérer le durcissement du BFUP.
- le deuxième type est effectué une fois le béton durci, après la fin de la prise, à une température de 90°C et sous une humidité proche de la saturation. Ceci a pour but de former de nouveaux hydrates, et donc augmenter les performances mécaniques.

Parmi les deux traitements thermiques possibles que l'on peut rencontrer usuellement, seul le deuxième type améliore significativement les caractéristiques mécaniques.

Plusieurs études récentes (Pimienta [90], Colombo [28], Behloul et al. [20], Mindeguia [76]) se sont penchées sur l'étude des BFUP sous sollicitations thermiques.

Notamment, la figure 1.35 montre des résultats d'essais en compression simple réalisés sur des cylindres $\phi 104 \times 300$ (mm) de BSI-"feu", le BFUP adapté pour tenir au feu, produit par la société Eiffage. On note clairement une diminution de la résistance maximale avec la température et une augmentation de la déformation à la rupture avec la température. La partie linéaire du matériau se réduit peu à peu jusqu'à être quasiment inexistante, ceci étant lié à l'incompatibilité entre pâte et granulats due à l'élévation de la température.

Comme pour les bétons ordinaires, l'évolution de la résistance maximale relative en compression montre un accroissement de la valeur entre 20°C et 300°C (voire 400°C pour le Ductal) (figure 1.36). Les hypothèses expliquant cette augmentation sont identiques à celles présentées pour les bétons ordinaires, à savoir :

- soit la formation de nouveaux hydrates par l'eau issue de la déshydratation des C-S-H
- soit le départ d'eau lors du séchage qui rapproche les feuillets de C-S-H, et augmente les liaisons entre hydrates
- soit l'apparition de cristaux plus denses.

A l'issue de cette augmentation de résistance, on retrouve une diminution monotone avec la l'élévation de température due à la déshydratation des C-S-H, et à l'incompatibilité pâte/granulats.

La figure 1.36 montre l'évolution de la résistance relative à la compression de plusieurs BFUP, obtenue avec des modes opératoires différents. On peut noter que la résistance relative est améliorée lorsqu'une précharge est appliquée. De plus, Pimienta montre que les valeurs ob-

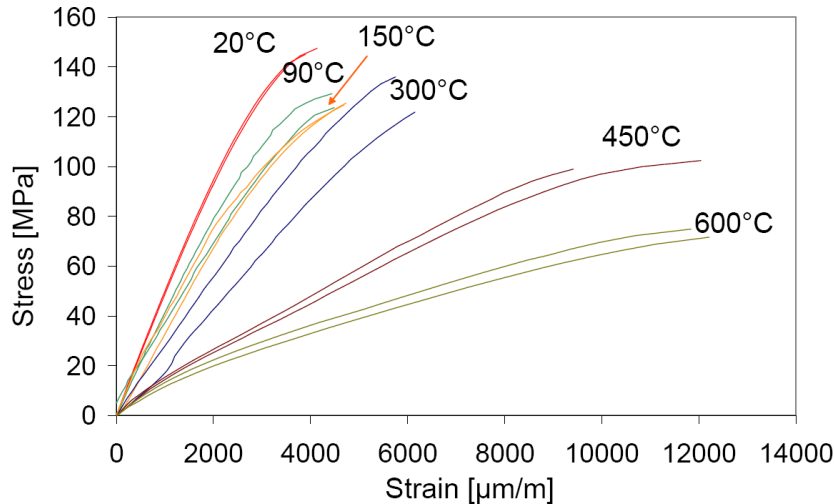


FIGURE 1.35: Évolution du comportement en compression simple à chaud du BSI pour différentes températures d'après Pimienta [90].

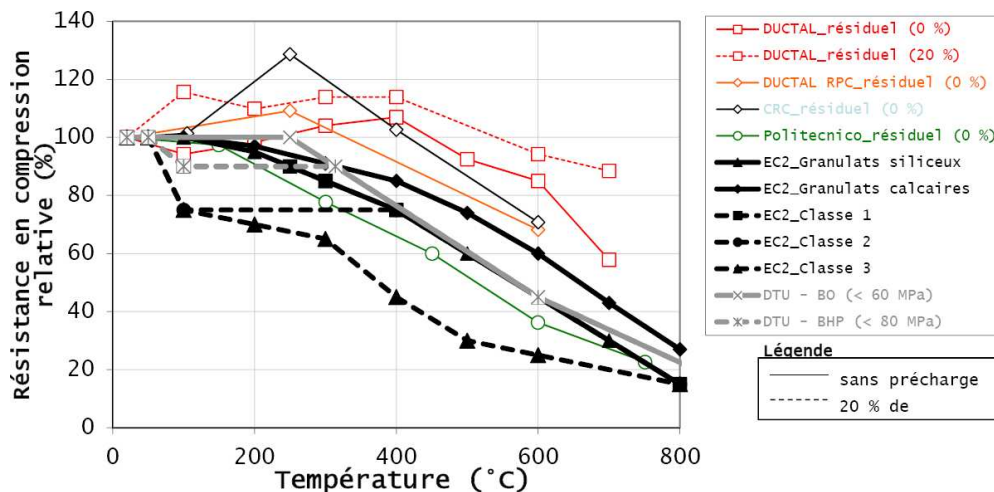


FIGURE 1.36: Évolution en fonction de la température de la résistance en compression simple de différents BFUP d'après Pimienta [2].

tenues au cours d'essais de compression simple après refroidissement sont plus importantes que celles obtenues à chaud. Les hypothèses expliquant cela ne sont pas très claires. En effet, le refroidissement entraîne a priori une détérioration de la structure, traduite par une augmentation de la porosité et de la perméabilité aux gaz par exemple, d'après Tsymbrovska [102]. Il semble donc que cette détérioration soit moins importante que celle qui subsiste à haute température. Dans tous les cas, cela souligne l'importance du mode opératoire pour la caractérisation à haute températures des BFUP, si on souhaite comparer des résultats.

En ce qui concerne la résistance à la traction, la figure 1.37 montre l'évolution du comportement à la traction d'un BFUP du Centre d'Études et de Recherches de l'Industrie du Béton (CERIB) [30]. On observe, outre la diminution de la résistance maximale, une chute importante de la ductilité du matériau. Ceci est lié à la perte d'adhérence entre la pâte et les fibres due aux fissurations qui limitent l'efficacité des fibres.

La figure 1.38 montre l'évolution de la résistance en traction directe du Ductal. Sont repré-

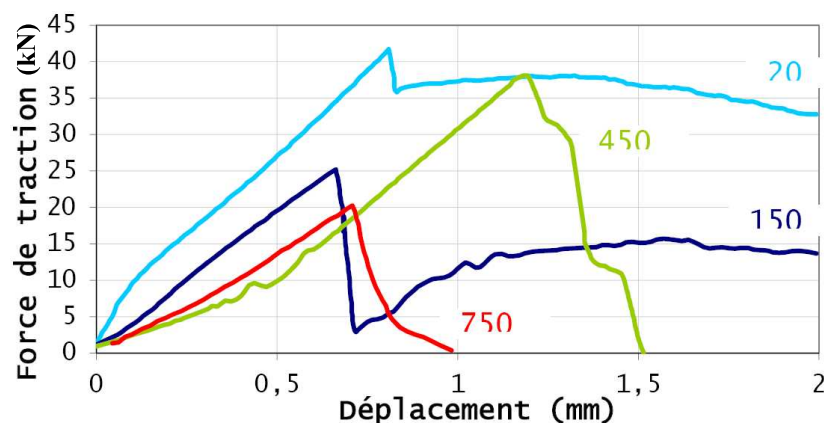


FIGURE 1.37: Évolution du comportement en traction directe d'un BFUP pour différentes températures d'après Chefdebien [30].

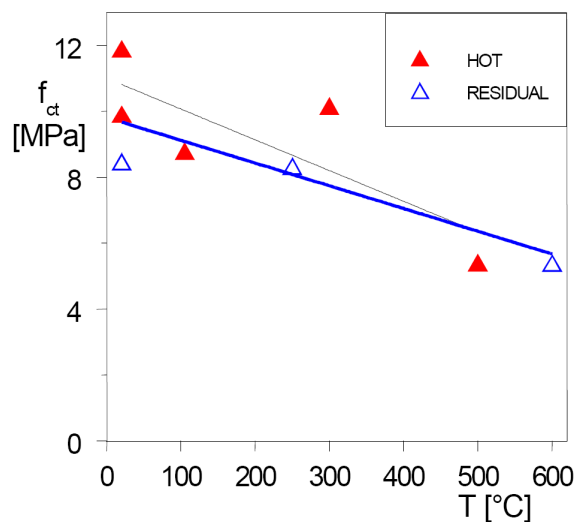


FIGURE 1.38: Évolution en fonction de la température de la résistance en traction directe du Ductal [20].

sentés les résultats d'essais effectués à chaud et après refroidissement. Les résistances relatives restent plus élevées dans le cas des essais à chaud, et la tendance à la baisse avec l'augmentation de la température est plus rapide dans le cas des essais après refroidissement. Ceci rejoint ce qui a été dit dans le cas des essais de compression simple.

Enfin la figure 1.39 présente l'évolution de la résistance relative en traction de plusieurs BFUP. On peut noter que les valeurs obtenues à basses températures sont inférieures à celles proposées par les règlements Eurocode 2 et DTU. Cependant ces derniers ne sont pas adaptés pour les BFUP, ils ne restent donc qu'indicatifs. La dispersion importante des résultats présentés pour les différents BFUP montre bien la nécessité de réaliser de nouveaux essais à hautes températures. À la fois pour mieux comprendre les phénomènes mis en jeu mais également pour alimenter la base de données qui pourrait permettre la création d'une nouvelle courbe normative sur la résistance en traction à hautes températures des BFUP.

En ce qui concerne l'évolution du module d'Young avec la température, la figure 1.40 montre celles du BFUP BSI (sans précharge) et du Ductal (avec précharge à 20% de la capacité portante de l'éprouvette). Si on avait une augmentation ou une stagnation de la résistance

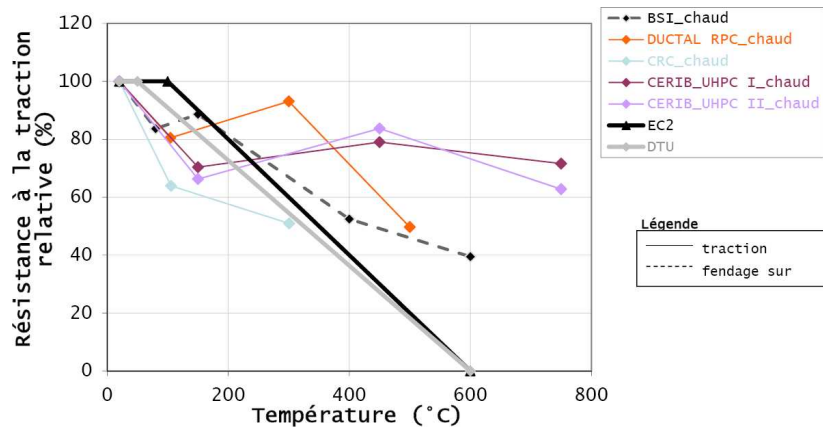


FIGURE 1.39: Évolution en fonction de la température de la résistance relative en traction de différents BFUP d'après Pimienta [2].

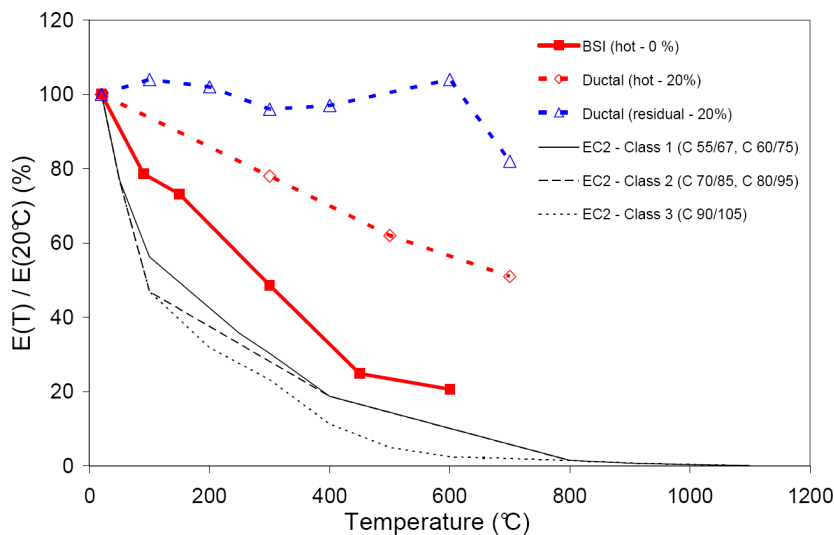


FIGURE 1.40: Évolution en fonction de la température de module d'Young du Ductal et du BSI d'après Pimienta [90].

pour la compression et la traction entre 25°C et 300°C, ce n'est pas le cas pour le module d'Young. Plus exactement, seul l'essai effectué après refroidissement et avec un chargement à 20% de la capacité fournit une stabilisation de la raideur du matériau entre 25°C et 600°C. La figure résume le fait que la diminution du module d'Young est la plus rapide pour un essai à chaud sans précharge. Puis la précharge densifie le matériau, ce qui permet d'avoir une diminution plus lente avec la température. Enfin, l'essai résiduel avec précharge permet d'obtenir une stabilisation du module jusqu'à 600°C.

Les caractéristiques des BFUP ayant été abordées, nous allons présenter un peu plus en détails le BCV[®] qui fera l'objet de la présente étude.

Caractéristique	Valeur <i>MPa</i>
Résistance en compression	150
Résistance en flexion 4 points	30
Résistance en traction directe	10
Module d'élasticité	44 000

TABLE 1.3: Caractéristiques mécaniques du BCV[®] d'après Vicat [104].

Constituants	Quantité <i>kg.m⁻³</i>
Premix	2085.6
Superplastifiant	28.7
Eau	194
Fibres métalliques	157
Rapport E/C	0.19

TABLE 1.4: Formulation de référence du BCV[®].

1.6 Le matériau d'étude : le BCV[®].

BCV[®] signifie "Béton Composite Vicat". Il a été développé par le partenariat Vinci/Vicat, au début des années 2000. Il entre tout juste dans la catégorie des BFUP, car sa résistance caractéristique en compression simple est de 150 MPa. Mais cette valeur est obtenue sans traitement thermique car c'est la philosophie choisie par l'entreprise Vicat. Étant donné qu'il n'est pas toujours possible de réaliser un traitement thermique dans de bonnes conditions et sachant que la résistance en compression n'est pas la caractéristique la plus recherchée, Vicat s'intéresse plus aux performances en flexion et en traction du matériau. De ce point de vue là, il offre une résistance en traction par flexion 4 points de 30 MPa et une résistance en traction directe de 10 MPa. L'ensemble des caractéristiques mécaniques sont rassemblées dans le tableau 1.3.

Pour arriver à de telles performances, le BCV[®] est constitué de granulats de petite taille ($D < 2$ mm), d'une pâte très compacte ($e/c = 0.19$) et de fibres métalliques dosées à 2%. Il y a en réalité des fibres dites "courtes" (13 mm de long) et des fibres dites "longues" (20 mm de long). Ces dernières améliorent la ductilité du matériau tandis que les courtes cousent les premières fissures qui apparaissent.

La composition du BCV[®] figure dans le tableau 1.4.

1.7 Conclusions

Nous avons abordé dans ce chapitre différents aspects concernant le comportement des bétons soumis à haute température. Sans être exhaustif, nous avons donné ici les éléments essentiels permettant au lecteur de mieux aborder les parties expérimentales de notre étude. Il a ainsi en

tête la composition d'un béton en général, et le rôle important que jouent les deux paramètres suivants dans le comportement du béton soumis à une sollicitation thermique :

- la compacité du béton, visible à travers sa porosité et sa résistance.
- la présence de l'eau, qui entraîne des pressions internes mais peut permettre aussi la formation de nouveaux hydrates.

La microstructure du béton est également très importante par rapport aux contraintes engendrées par les incompatibilités de dilatation thermique.

La notion d'instabilité thermique a été expliquée, ainsi que les hypothèses associées à ce mécanisme, afin de donner conscience de l'importance de la problématique du béton exposé à un incendie. Les hypothèses thermo-mécanique et thermo-hydrigue prises séparément ne semblent pas pouvoir expliquer le phénomène d'instabilité thermique. C'est un couplage entre la présence de l'eau chaude dans le béton, la vapeur et les contraintes thermiques engendrées par l'incompatibilité des dilatations thermiques qui contrôlent l'instabilité thermique.

Nous avons ensuite présenté une solution existante qui limite fortement l'éclatement du béton soumis à haute température. Les fibres de polypropylène sont très efficaces mais leur fonctionnement reste en partie inexpliqué. C'est leur capacité à fondre à faible température qui est ici recherchée. Ainsi, elles libèrent un volume disponible dans le béton pour évacuer les pressions exercées par l'eau chaude ou la vapeur. En revanche, il n'y a pas beaucoup d'arguments pour expliquer pourquoi les autres types de fibres synthétiques ne sont pas très efficaces pour contrer l'instabilité thermique des bétons.

Pour terminer cette bibliographie nous nous sommes intéressés plus spécifiquement au béton fibré à ultra hautes performances, qui est notre matériau d'étude. Le lecteur a ainsi les éléments qui différencient ce matériau des bétons ordinaires. Principalement, c'est la compacité importante des BFUP qui les rendent plus sensibles au phénomène d'écaillage thermique. Quant à l'évolution des propriétés thermiques et surtout mécaniques, elles suivent des tendances similaires à celles des bétons ordinaires :

- la résistance en compression reste stable ou augmente entre 25°C et 300°C, puis elle diminue jusqu'à atteindre à 800°C environ 20% de la valeur à température ambiante.
- la résistance en traction peut suivre la même tendance mais est plus encore plus sensible au protocole utilisé pour réaliser l'essai.
- le module d'Young diminue quasiment linéairement sauf dans le cas d'un protocole d'essai de mesure résiduelle avec précharge.

Nous avons également mis l'accent sur l'importance du protocole d'essai employé pour caractériser le matériau. En effet, on peut retenir la classification suivante concernant les valeurs que l'on peut obtenir par les essais :

Valeurs par essais à chaud sans précharge	<	Valeurs par essais à chaud avec précharge	<	Valeurs par essais résiduels avec précharge
--	---	--	---	--

Nous avons précisé que le nombre d'essais réalisés pour caractériser mécaniquement les BFUP sont peu nombreux, principalement les essais de traction. L'intérêt apporté par cette étude est donc d'alimenter la base de données sur le comportement mécanique des BFUP avec la température.

Première partie

Étude de l'instabilité thermique des
bétons fibrés à ultra hautes
performances

Nous avons vu qu'une solution existe pour limiter le problème d'écaillage sous haute température. Elle consiste à introduire des fibres de polypropylène dans la composition pour libérer des canaux supplémentaires permettant de diminuer la pression dans le béton. D'autres résultats ont montré que certaines fibres synthétiques (PVA par exemple) n'ont pas le même effet sur la résistance au feu. Nous avons voulu comprendre pourquoi il existe tant de différences en terme d'efficacité entre les fibres.

Le paragraphe 1.6 a montré que la composition de référence du BCV[®] comporte deux longueurs de fibres métalliques : 13 mm et 20 mm. En prévision des essais de caractérisation mécanique à hautes températures qui se feront sur des échantillons de petites dimensions, nous avons fait le choix de ne conserver que les fibres métalliques de 13 mm afin de faciliter la mise en œuvre. Ceci sera repris plus en détails dans la partie II de l'étude.

L'analyse qualitative a pour but de caractériser certaines des propriétés physico-chimiques des fibres non métalliques du marché et de connaître leur efficacité vis-à-vis de l'instabilité thermique, grâce à un essai simple au chalumeau.

L'étude à l'échelle microscopique permet ensuite de relier les modifications de la microstructure (porosité, images obtenues au microscope) avec l'efficacité des fibres synthétiques précédemment évoquées.

Un des objectifs de l'étude est d'optimiser le choix et la quantité des fibres synthétiques à prendre en compte dans la formulation du BCV[®], vis-à-vis de sa résistance au feu. Notamment de voir si certaines fibres synthétiques choisies sur le marché, qui pouvaient paraître a priori inappropriées ne se révèlent pas finalement pertinentes. Les expérimentations mécaniques à hautes températures étant coûteuses, il a fallu trouver un moyen de caractérisation simple qui permette de restreindre le nombre de formulations à un niveau acceptable.

Ainsi, cette partie a pour objectif d'explicitier les étapes qui ont permis de mener à la détermination d'un nombre restreint de formulations de BCV[®] à tester. Elle présente la gamme importante de matériaux fibres qui existent sur le marché. Pour notre étude les fibres de polypropylène (PP), de polyacétate de vinyle (PVA), d'acrylique (PAN) et de cellulose (C) ont été choisies. La démarche est ensuite de caractériser les fibres, de déterminer les dosages optimum et de sélectionner les fibres non métalliques les plus efficaces vis-à-vis de l'instabilité thermique.

2.1 Caractérisations des fibres non métalliques

Étant donnée la taille du plus gros granulat ($D \leq 2$ mm), nous avons limité la longueur des fibres synthétiques à 15 mm parmi les fibres synthétiques proposées sur le marché. Il est ensuite important de connaître les caractéristiques thermiques des fibres étudiées.

2.1.1 Analyse des fibres de polypropylène par spectrométrie infrarouge

Le chapitre 1 a présenté les fibres habituellement rencontrées pour la résistance au feu. Les plus courantes sont les fibres de polypropylène, dont les principaux fournisseurs sont Mapei, Bekaert, BASF, Axim ou encore Grace. Les combinaisons " longueur/diamètre " habituelle-

ment disponibles sur le marché sont les suivantes (la longueur "L" est en mm et le diamètre "D" est en μm) :

L6/D18 ; L12/D18 ; L12/D33 ; L12/D50

Étant donné le nombre important de fibres PP que l'on peut trouver en vente, nous nous sommes demandés s'il n'y avait pas quelques différences de composition chimique entre ces fibres. Pour répondre à cette question, nous avons réalisé des mesures d'absorbance par spectroscopie infrarouge sur pastille de fibres.

2.1.1.1 Méthodologie

Pour effectuer l'analyse, il faut former des pastilles de fibres que l'on place au dessus de la source infrarouge, de façon centrée. Ceci permet de limiter les hétérogénéités dans les mesures. Ces pastilles ont un diamètre de 13 mm et une épaisseur variant de 3 à 5 mm suivant leur préparation. Cette dernière s'effectue avec une presse manuelle de capacité de 15 tonnes servant habituellement à réaliser des pastilles de poudre. Le protocole consiste à exercer un effort de 5 tonnes sur la pastille pendant 30s. Après cette opération, la pastille est cohérente.

En plus des mesures brutes effectuées, nous avons voulu savoir s'il existait un quelconque agent de surface. Pour cela, les fibres de Mapei de 12 mm ont subi un traitement avec deux acides différents : de l'acide chlorhydrique (HCl) et de l'acide nitrique (HNO₃). Ces acides doivent permettre d'éliminer des agents de surface de type organique qui auraient pu être appliqués sur les fibres. Après ces bains d'acide, les échantillons sont séchés à l'étuve à 80°C avant d'être passés au spectromètre à infrarouge.

2.1.1.2 Résultats de spectrométrie

Les résultats obtenus sont présentés sur les graphes de la figure 2.1. Les résultats obtenus concernant le traitement des fibres Mapei à l'acide ont été rassemblés dans le graphique 2.2. La figure 2.1 révèle, pour les deux longueurs de fibres, deux groupes de pics d'absorbance, centrés sur 2800 cm^{-1} et 1400 cm^{-1} . Le bruit présent lors des mesures est sensiblement identique pour toutes les fibres. Dans l'ensemble, les spectres entre les fibres 6 mm et 12 mm sont très semblables quel que soit le fournisseur. Ceci est compréhensible du fait que la géométrie des fibres dépend du procédé de fabrication mais pas de la matière première.

Sur la courbe 2.2 on peut noter que pour les fibres passées seulement à l'étuve, la courbe résultat contient beaucoup de bruit comparée aux courbes des fibres ayant subi un traitement aux acides. Ceux-ci permettent probablement de nettoyer les fibres de particules qui pourraient avoir leur propre absorption d'infrarouge et donc pourraient perturber les mesures de la fibre en elle-même. Toutefois les spectres entre fibres traitées et fibres non traitées sont semblables, hormis le pic aux alentours de 1100 cm^{-1} qui est fortement réduit. Ceci correspondrait à un composé organique, qu'on peut supposer présent comme film sur les fibres et qui modifie la mesure.

En comparant les résultats aux bibliothèques de spectres connus, on remarque que pour chaque fibre, le spectre infrarouge fait référence à du polypropylène atactique (voir figures 2.3 et 2.4). Une molécule polymère est dite atactique lorsque les groupes méthyles sont situés dans n'importe

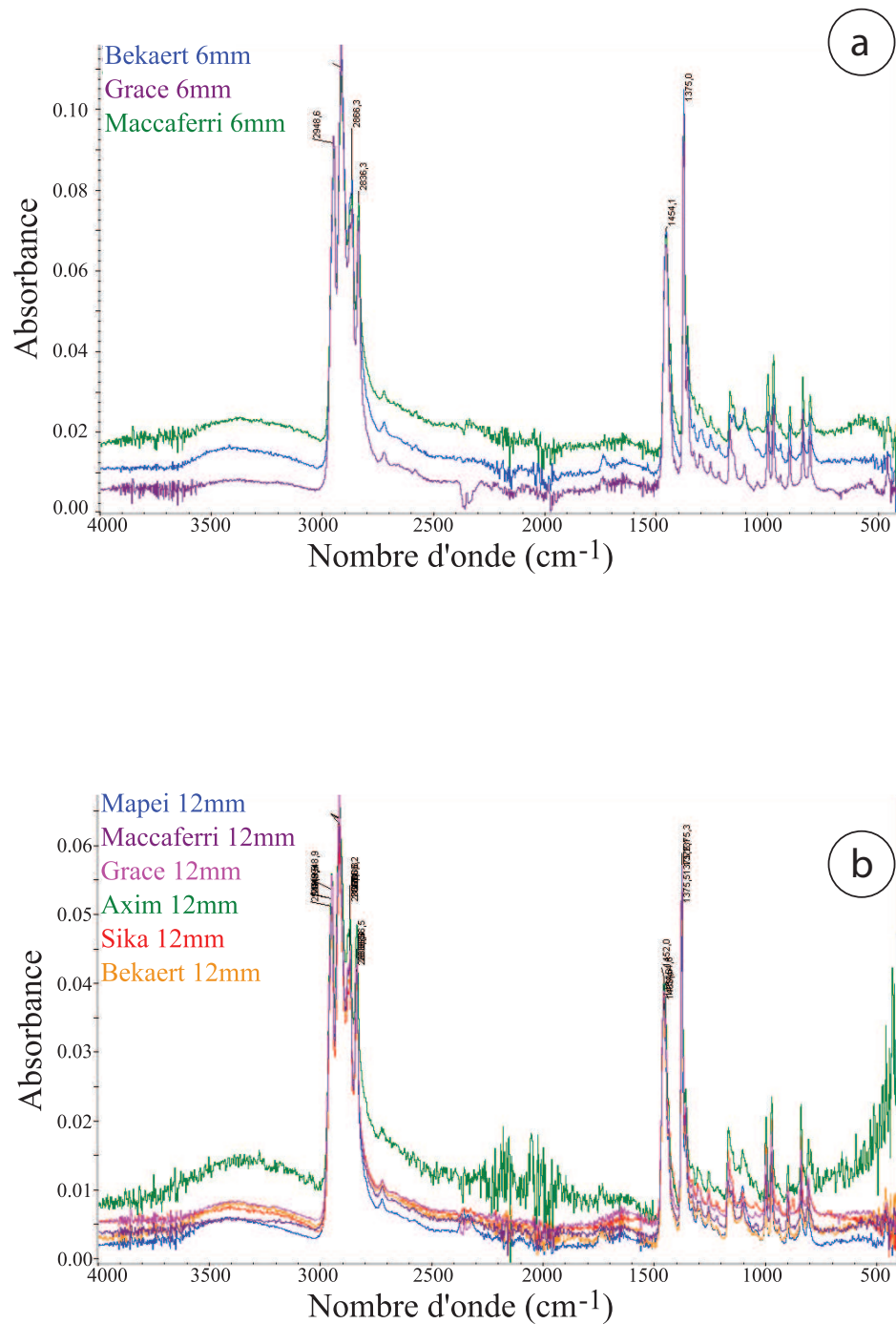


FIGURE 2.1: Spectres infrarouges des pastilles de fibres PP : (a) fibres de 6 mm, et (b) fibres de 12 mm.

quelle position, contrairement aux molécules dites isotactique pour lesquels les groupes méthyle sont du même côté d'un plan fictif d'observation (voir figure 2.5). Ceci ne va pas dans le sens de la description faite par Khoury ([67]), qui présente les fibres de polypropylène comme étant isotactique. Peut-être que les deux types existent, et que les fibres dont nous disposons sont bien atactique, car leur synthèse est économiquement plus intéressante.

Pour les autres natures de fibres, le nombre de fournisseurs est beaucoup plus restreint et la longueur maximale de 15 mm a réduit fortement le choix. Nous n'avons pas jugé utile

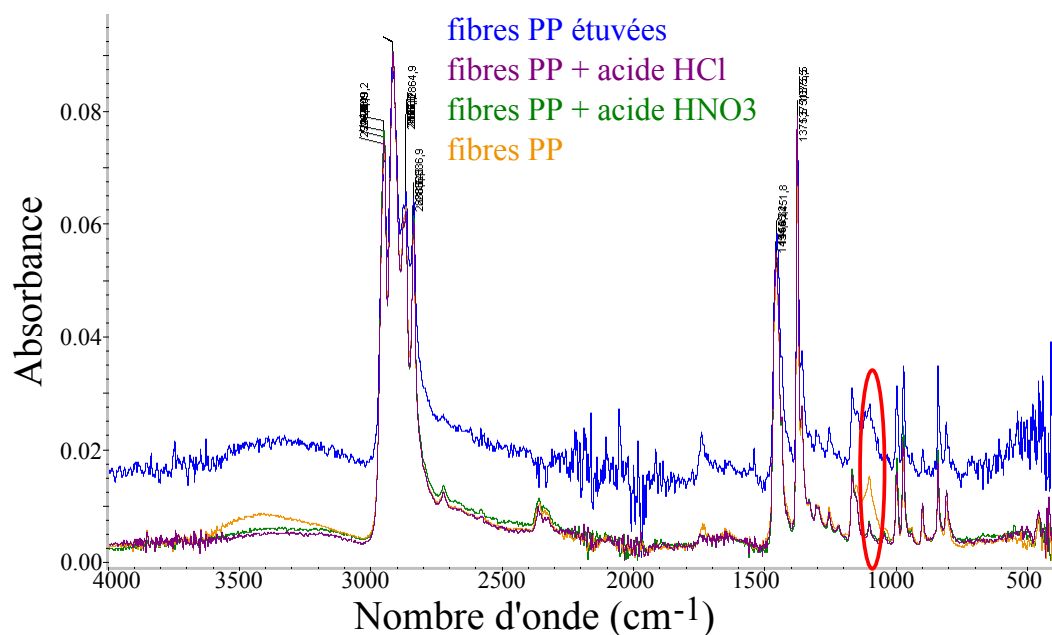


FIGURE 2.2: Spectres infrarouges des pastilles de fibres PP suivant leur traitement

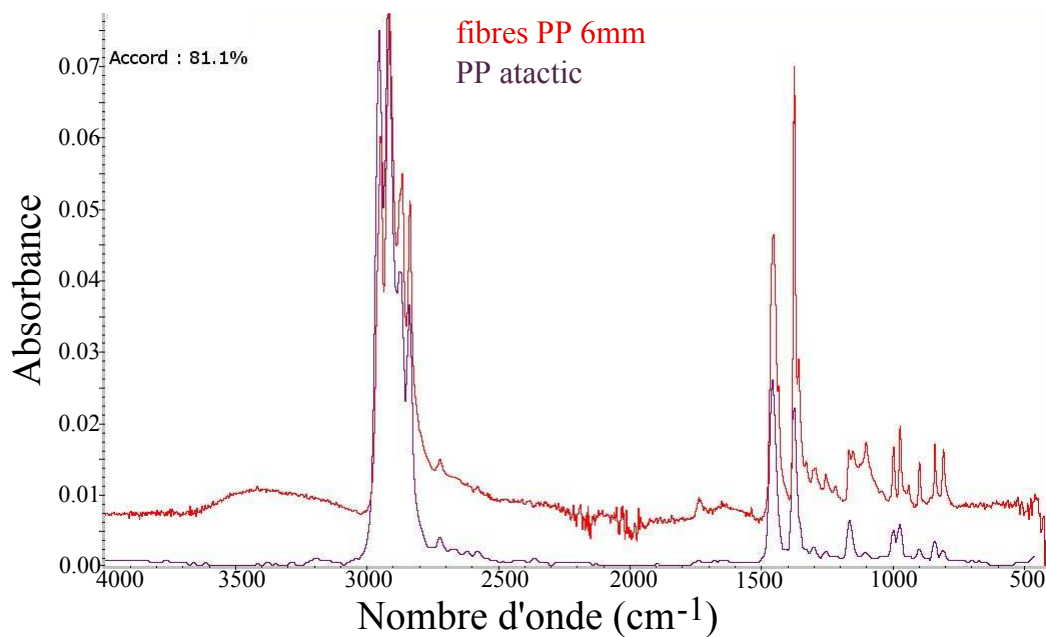


FIGURE 2.3: Spectre infrarouge d'une pastille de fibres PP 6 mm comparé à celui du PP atactic.

d'effectuer des analyses spectrométriques pour comparer les fibres de fournisseurs différents.

2.1.2 Sélection des fibres

En fin de compte il s'agit souvent de différents fournisseurs qui vendent des fibres de polypropylène du même producteur. Pour choisir le fournisseur, nous sommes partis sur les échantillons

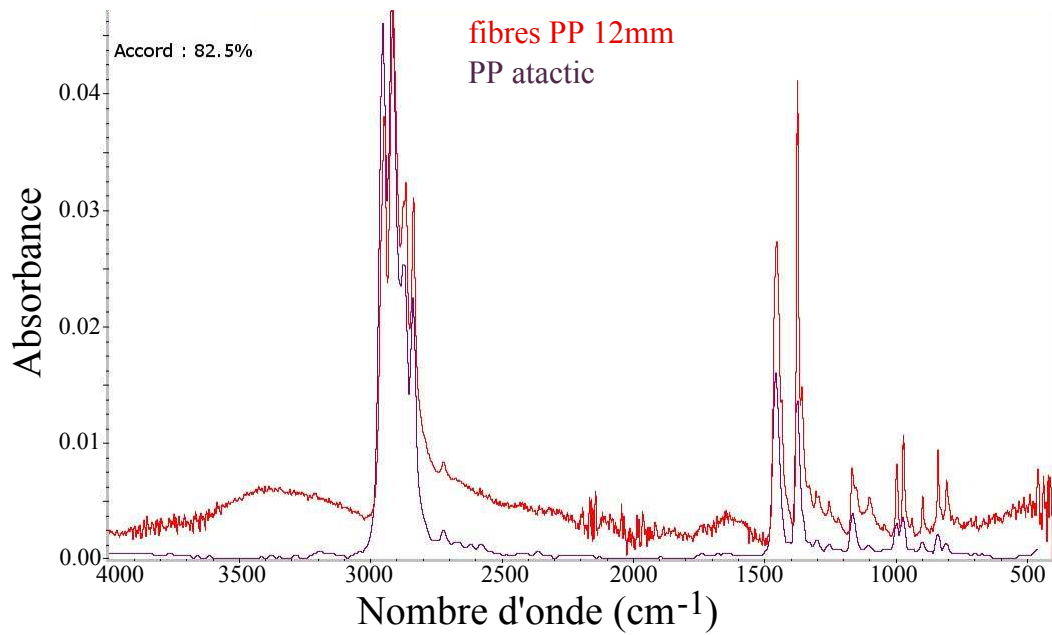


FIGURE 2.4: Spectre infrarouge d'une pastille de fibres PP 12 mm comparé à celui du PP atactic.

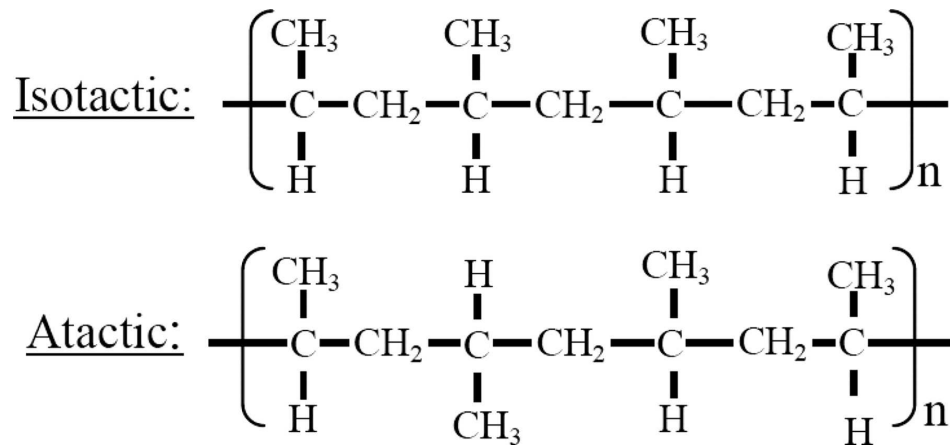


FIGURE 2.5: Schéma comparatif simplifié entre une molécule isotactic et une molécule atactic d'après Kim [68].

dont nous avons la plus grande quantité dans les dimensions qui nous intéressaient. Ainsi le choix des fibres de polypropylène s'est porté sur :

- L6/D18 : Bekaert Duomix Fire
- L12/D33 : Bekaert Duomix M12
- L12/D50 : Mapei Mapeplus

Le choix de ces dimensions permet de vérifier l'influence des paramètres suivants :

- la longueur en gardant à peu près constant le ratio L/D (L6D18 ↔ L12/D33)
- le ratio L/D en conservant la longueur (L12D33 ↔ L12/D50)

Le choix concernant les autres fibres non métalliques était beaucoup plus restreint vis-à-vis des fournisseurs. Nous nous sommes arrêtés sur les fibres présentées dans le tableau 2.1.

Type de fibre	Producteur <i>Pays</i>	Fournisseur <i>Pays</i>	Dimensions sélectionnées*
PVA	Kuralon REC15 de Kuraray <i>Japon</i>	Concretum <i>Suisse</i>	L6D40, L8D40, L12D40
	RF 1000 de Kuraray <i>Japon</i>	Sika <i>Suisse</i>	L15D310
PVA	Dolanit de Exo7 <i>France</i>	Exo7 <i>France</i>	L6D14
PE	Baumhüter <i>Allemagne</i>	Baumhüter <i>Allemagne</i>	L5D20
C	Arbocel de J. Rettenmaier & Söhne (JRS) <i>Allemagne</i>	Omya <i>Suisse</i>	L0.9D20

* : L(longueur en *mm*), D(diamètre en μm)

TABLE 2.1: Producteurs, fournisseurs et dimensions des fibres autres que polypropylène.

2.1.3 Détermination de la température de fusion des fibres

La température de fusion théorique des matériaux constituant les différentes fibres est donnée par les fabricants de fibres. Toutefois, nous avons voulu étudier le comportement des fibres lorsqu'on les soumet à une élévation continue de la température pour détecter, le cas échéant, les températures de fusion et/ou de sublimation. Cette information est intéressante car elle permettrait d'élaborer des hypothèses concernant la transformation des fibres dans le béton au cours de l'élévation de la température.

2.1.3.1 Pré-analyse par four industriel : objectifs et protocole

Pour ce faire, nous avons mis au point une manipulation qui permet, d'une part, de déterminer la perte de masse des différentes fibres au cours de l'élévation de la température et, d'autre part, d'observer l'état des fibres au cours de cette élévation afin d'identifier, par exemple, la température de fusion. Pour atteindre ces objectifs, nous avons élaboré le protocole expérimental suivant :

1. disposition dans un récipient en acier d'une quantité de fibres dont la masse varie de 5 à 9 g.
2. chauffage des échantillons par paliers de températures successifs :
 - températures de consigne : 100°C, 150°C, 175°C, 200°C, 240°C, 280°C, 340°C, 380°C, 430°C, 550°C, 750°C.
 - vitesse de chauffage : 10°C/min.
 - durée du palier : 2h.
3. pesée de l'échantillon après chaque palier.
4. cliché de l'échantillon après chaque palier.

Pour les températures basses, compte tenu de la montée rapide en température, il s'est avéré au cours de la manipulation que la température réelle affichée sur le four était plus élevée que la température de consigne. Les différences entre la température de consigne et la température affichée avant le palier sont indiquées dans le tableau 2.2.

Température de consigne °C	Température affichée °C
100	125
150	180
175	220
200	240
240	275

TABLE 2.2: Différences entre les températures de consigne et les températures affichées.

2.1.3.2 Analyse DSC et ATG : objectifs et protocole

La première expérience ayant des lacunes particulières en ce qui concerne la cohérence entre la température de consigne et la température mesurée, nous avons procédé en parallèle à une analyse DSC et ATG des fibres PP, PE, PVA, PAN et C. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) consiste à mesurer l'échange de flux thermique entre l'échantillon et une référence, ce qui permet d'identifier précisément les transformations endothermiques ou exothermiques de l'échantillon. Notamment un cycle de chauffage/refroidissement permet de savoir si la transformation est réversible ou non. Dans le cas des fibres synthétiques, la fusion de la fibre est une transformation réversible contrairement à une détérioration de la fibre. Quant à l'analyse thermo-gravimétrique (ATG) mesure l'évolution de la masse de l'échantillon en fonction de la température.

Le but ici est d'identifier la température à laquelle a lieu la première transformation des fibres, et de connaître si celle-ci est une fusion ou bien une détérioration.

2.1.3.3 Résultats de la pré-analyse

Sur les figures 2.6 à 2.9 sont sélectionnés les clichés sur lesquels on voit clairement un changement d'état ou de géométrie des fibres synthétiques. Les températures indiquées correspondent aux températures cibles du palier. La totalité des clichés est visible dans l'annexe A, sur les figures A.1 à A.4. Ainsi on observe une fusion claire des fibres PP et PE à partir des températures de consigne respectives de 175°C et 100°C. Malgré le problème d'asservissement rencontré pendant le protocole, il semble que les températures de consigne pour lesquelles nous notons la fonte des fibres de PP et de PE correspondent aux températures de fusion avancées par les fournisseurs. Ceux-ci annoncent en effet une température de fusion de 100°C environ pour les fibres PE et 171°C pour les fibres PP. Il semblerait donc que le pic de température observé avant le palier n'est pas suffisamment long pour affecter le volume de fibres présent dans chaque coupelle. L'élément principal à retenir est que nous confirmons le fait que la température de fusion des fibres de PE est plus faible que celle des fibres de PP.

Cette fusion se traduit par l'apparition d'un liquide plus ou moins fluide à la sortie du four, qui se solidifie en se refroidissant et donne l'apparence d'une cire. Sur la figure 2.6, la cire est encore liquide et donc quasiment transparente alors que sur la figure 2.7, elle est refroidie et se solidifie en surface. Pour les fibres PVA et PAN, le comportement des fibres est bien différent. Parmi tous les paliers de températures effectués, il n'y a pas d'observations pour lesquelles il y avait la présence franche d'un liquide. En revanche, sur les figures 2.8 et 2.9, l'apparence des fibres change radicalement, passant d'un aspect de fibres indépendantes à des copeaux de petites tailles pour les fibres PVA et à un conglomerat carbonisé pour les fibres PAN.

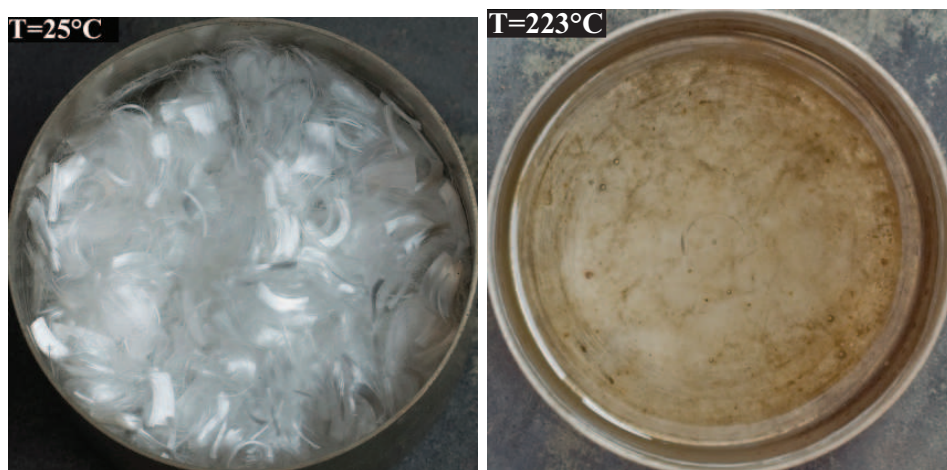


FIGURE 2.6: Échantillon de fibres PP à température ambiante puis après le cycle à la température de consigne de 175°C.

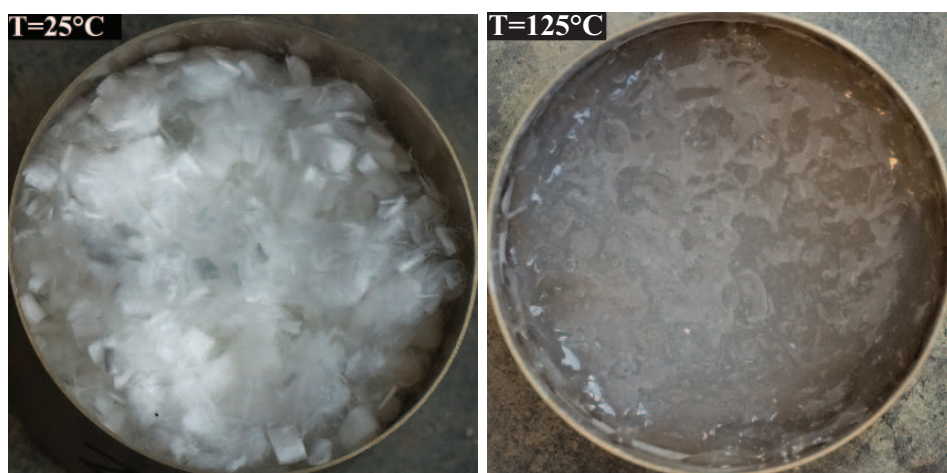


FIGURE 2.7: Échantillon de fibres PE à température ambiante puis après le cycle à la température de consigne de 100°C.

Il est important de noter que les fibres PVA et PAN ne présentent pas de phase liquide à proprement parler bien que les producteurs fournissent une température de fusion. Pour les fibres PVA, cette température est d'environ 230°C et pour les fibres PAN, elle est d'environ 320°C. Toutefois, il se pourrait qu'une phase liquide de courte durée se produise à une température de consigne que nous n'avons pas étudiée. Dans ce cas là, parler de température de fusion aurait un sens. Quoiqu'il en soit, il existe une différence importante dans le comportement entre les fibres PP, PE d'une part et PVA, PAN d'autre part vis-à-vis d'une élévation de la température.

Enfin, pour toutes les fibres, nous avons noté une modification de la coloration, soit de la cire, soit du conglomérat, suivant les cas, à mesure que la température augmente. En effet la couleur noire du carbone apparaît de plus en plus franchement, jusqu'à ne laisser qu'un faible résidu carbonisé à partir de 550°C. Pour observer cela, le lecteur pourra se référer aux photos en annexe.

L'autre paramètre étudié étant la perte de masse des fibres, la figure 2.10 présente le graphique



FIGURE 2.8: Échantillon de fibres PVA à température ambiante puis après le cycle à la température de consigne de 200°C.



FIGURE 2.9: Échantillon de fibres PAN à température ambiante puis après le cycle à la température de consigne de 200°C.

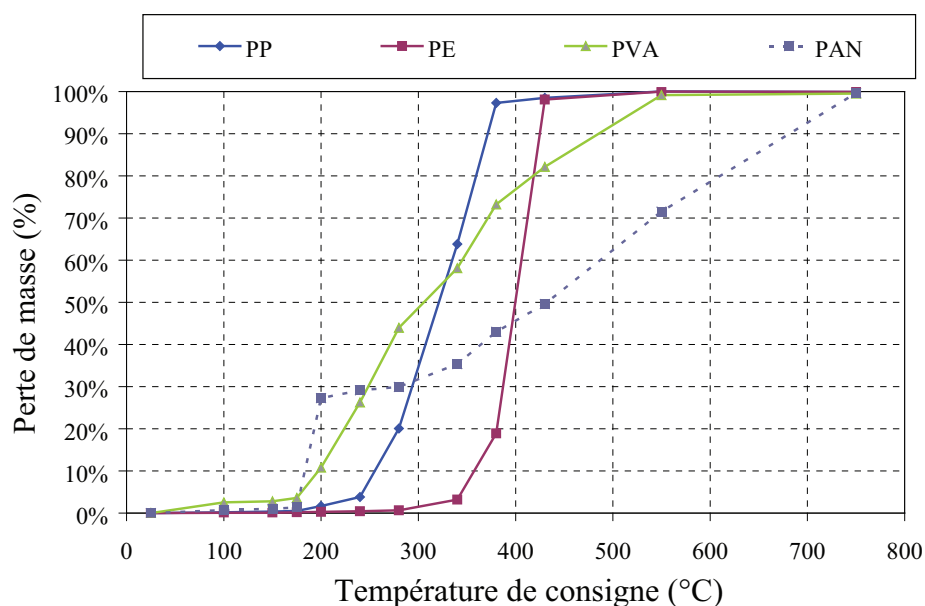


FIGURE 2.10: Perte de masse des fibres synthétiques.

de l'évolution de la perte de masse avec la température. Une fois de plus, il semble qu'il existe une différence de comportement entre les fibres PP, PE d'une part et PVA, PAN d'autre part. Tout d'abord, pour les premières, l'observation visuelle ne coïncide pas avec une perte de masse franche, et plus particulièrement dans le cas des fibres PE. Cela signifie que la cire formée ne s'évapore pas avant d'atteindre la température de consigne de 240°C pour les fibres PP et 340°C pour les fibres PE. Ainsi, si les fibres PE ont la température de fusion plus basse que celle des fibres PP, elles mettent plus de temps pour disparaître. Attention toutefois de nuancer car la quantité de fibres PE initialement déposée dans la coupelle était plus importante que celle des fibres PP, ce qui pourrait expliquer aussi le décalage entre les fibres PE et PP. Ensuite, pour les fibres PVA et PAN, la modification visuelle de l'apparence des fibres coïncide avec une perte de masse mesurée, et plus particulièrement pour les fibres PAN. À ce jour, nous n'avons pas d'explication pour justifier la perte de masse brusque qui se produit pour les fibres PAN. La seule différence dans la composition entre les fibres PAN et les autres fibres synthétiques est la présence du groupe nitrile ($C\equiv N$) dans les fibres PAN. Peut-être que ce groupe se détériore et disparaît entre 175°C et 200°C.

Cette manipulation contient à ce jour quelques points délicats que l'on doit encore éclaircir. Outre la température du four qui n'est pas précise pour les faibles températures, la question est de savoir si l'utilisation de masses de fibres différentes influence le comportement de celles-ci. Nous ne pensons pas que cette masse influence sur la température de fusion des fibres. En revanche, elle peut jouer un rôle sur la vitesse de perte de masse. En effet, à l'issue de palier, suivant la quantité de fibres présente, il se pourrait que tous les phénomènes d'évaporation n'aient pas eu le temps de se produire. Ceci expliquerait entre autres que les fibres PE, dont la quantité était la plus importante, aient une perte de masse qui tarde à se produire.

2.1.3.4 Résultats des analyses DSC et ATG

Les courbes résultats des analyses DSC et ATG sont présentées sur les figures 2.11 à 2.15. Nous pouvons observer les transformations des fibres PP sur la figure 2.11. La courbe DSC

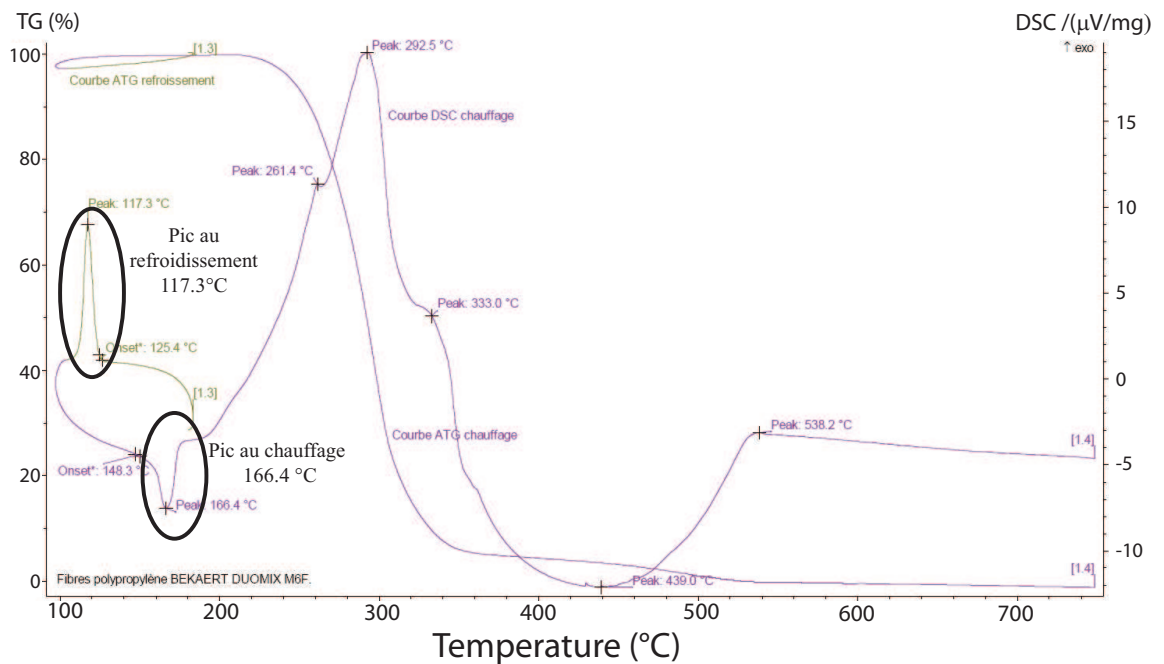


FIGURE 2.11: Courbes DSC et ATG des fibres PP.

montre le pic de la première transformation endothermique à 166.4 °C. Cette transformation est réversible puisqu'un pic de transformation exothermique est visible lors du refroidissement vers 117°C, il s'agit donc d'une fusion des fibres, dont la température de fin de transformation se situe aux alentours des 170°C.

Nous pouvons observer les transformations des fibres PE sur la figure 2.12. La courbe DSC montre le pic de la première transformation endothermique à 99 °C. Cette transformation est réversible puisqu'un pic de transformation exothermique est visible lors du refroidissement vers 83°C, il s'agit donc d'une fusion des fibres, dont la température de fin de transformation se situe aux alentours des 105°C.

Nous pouvons observer les transformations des fibres PVA sur la figure 2.13. La courbe DSC montre le pic de la transformation endothermique principale à 245.7 °C. Cette transformation n'est pas réversible puisqu'aucun pic de transformation exothermique n'est visible lors du refroidissement. Il s'agit cette fois-ci d'une décomposition, maximale à 245°C et qui perdure aux températures supérieures.

Nous pouvons observer les transformations des fibres PAN sur la figure 2.14. La courbe DSC montre le pic de la transformation exothermique principale à 311.1 °C. Cette transformation n'est pas réversible puisqu'aucun pic de transformation exothermique n'est visible lors du refroidissement. Il s'agit cette fois-ci d'une décomposition, maximale à 311°C, qui perdure aux températures supérieures et s'accroît aux alentours des 570°C.

2.1.4 Détermination du dosage en fibres

Afin de déterminer le dosage de ces fibres polymères, nous nous sommes basés sur un commentaire présenté par Khoury sur les surfaces spécifiques des fibres ([65]). Il montre l'évolution de la surface spécifique des fibres avec le diamètre. Pour lui, ce paramètre semble influent dans l'efficacité de la fibre puisqu'il est en lien avec le phénomène PITS ("Pressure Induced Tan-

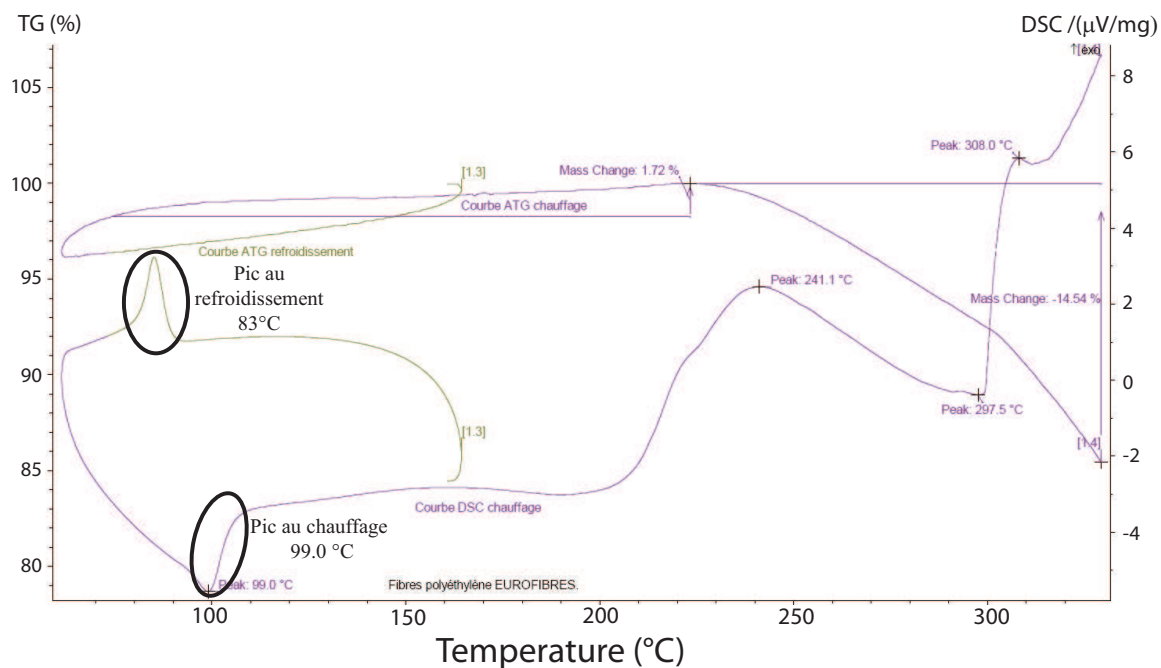


FIGURE 2.12: Courbes DSC et ATG des fibres PE.

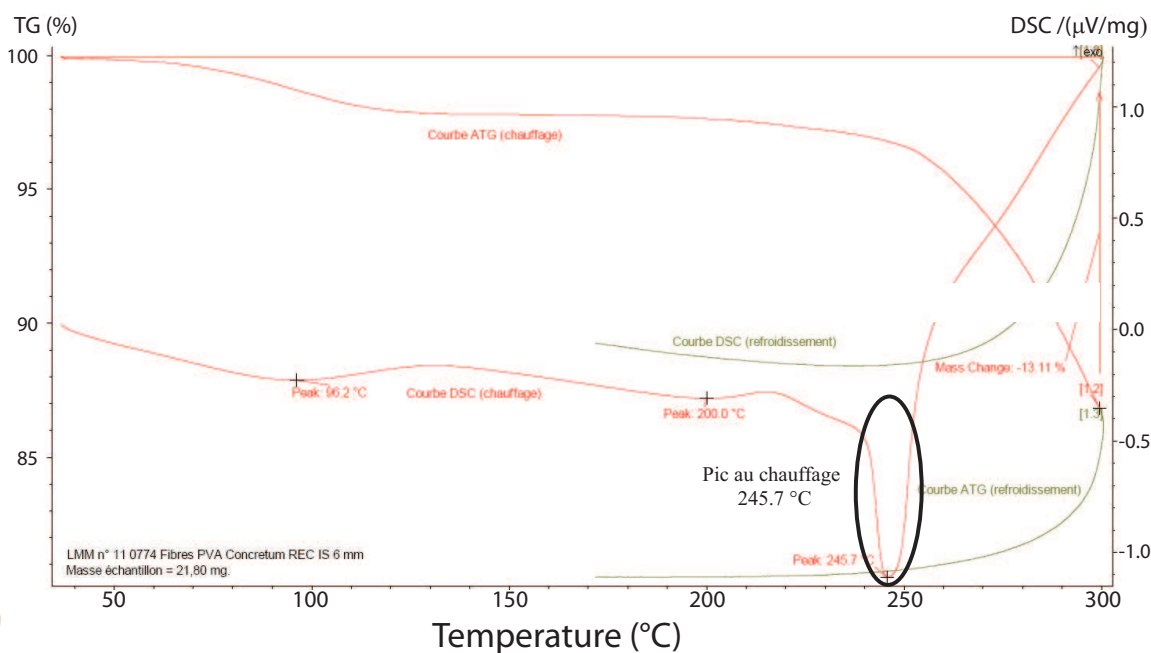


FIGURE 2.13: Courbes DSC et ATG des fibres PVA.

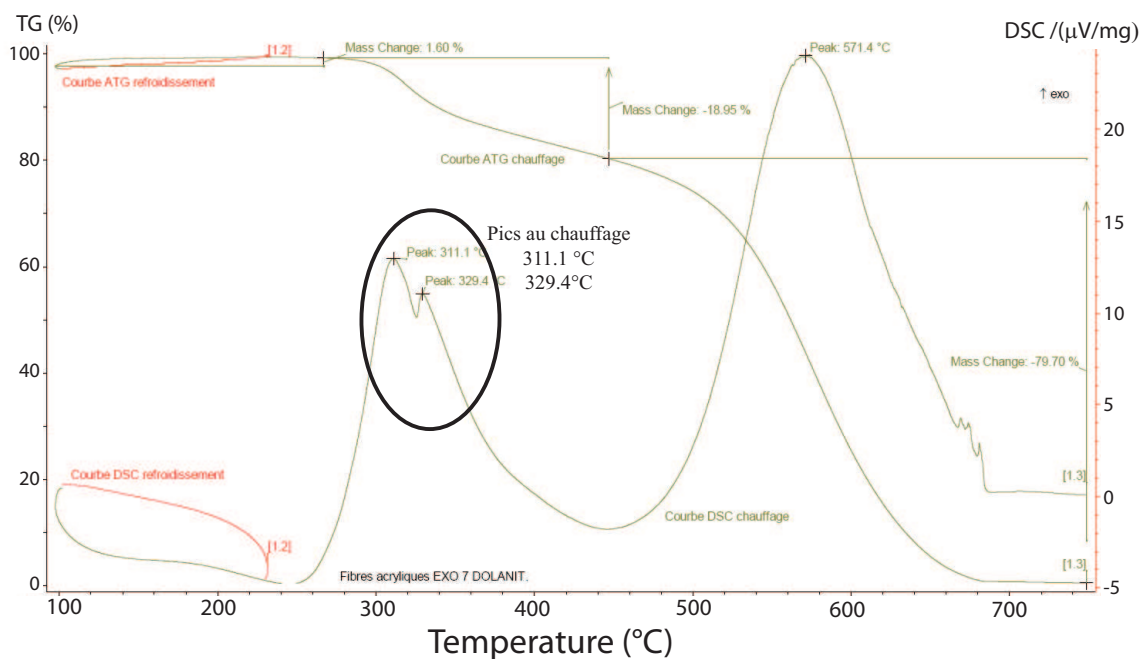


FIGURE 2.14: Courbes DSC et ATG des fibres PAN.

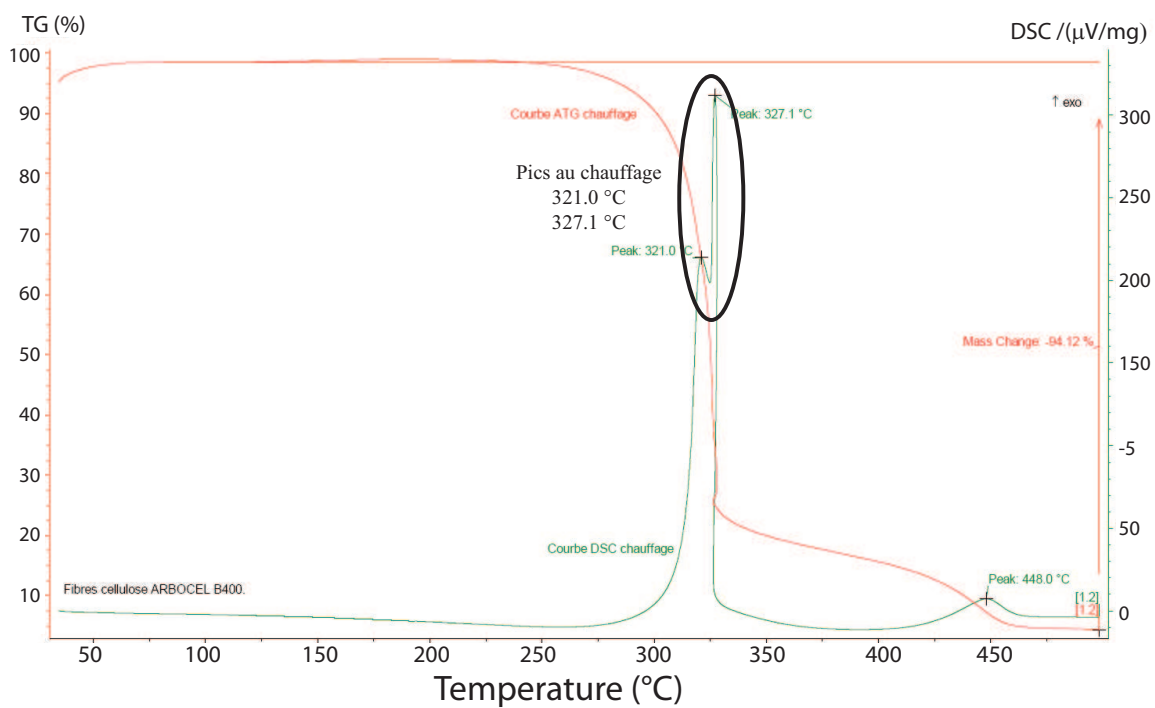


FIGURE 2.15: Courbes DSC et ATG des fibres C.

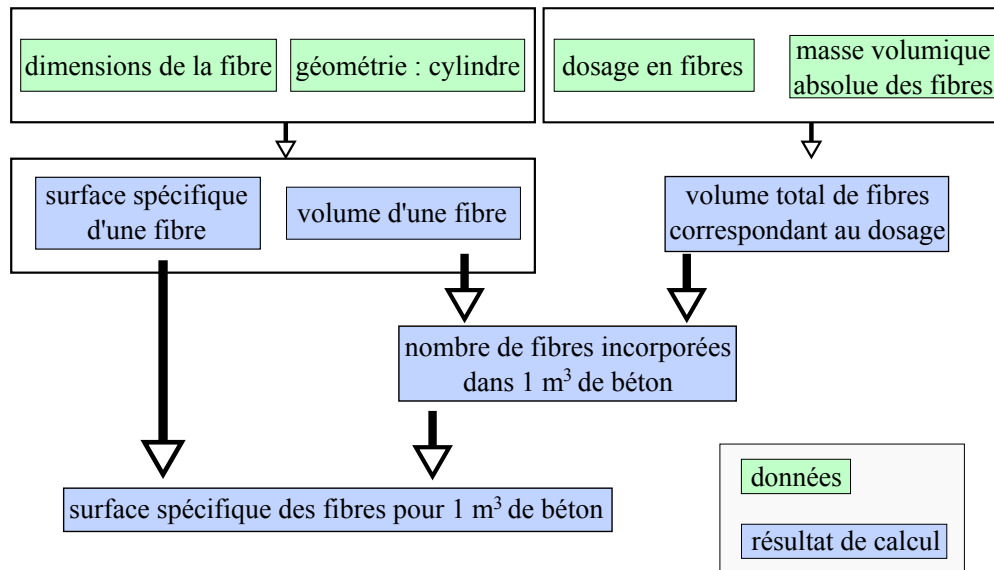


FIGURE 2.16: Étapes permettant le calcul de la surface spécifique des fibres dans le béton.

gential Space"). Ce phénomène se produit avec les fibres de polypropylène lorsqu'un espace suffisant permet à la vapeur de passer le long de la fibre. Ce faisant, elle crée une pression importante sur une partie de pâte moins résistante, ce qui engendre une microfissuration. Celle-ci permet alors à la vapeur de migrer. Pour Khoury, plus la surface spécifique de la fibre est importante, plus le nombre de microfissurations créées sera grand, limitant ainsi l'instabilité thermique.

Dans notre cas, nous utilisons ce commentaire pour la raison suivante : sous réserve que les fibres aient fondu et que le volume soit bien libre, il faut que la vapeur puisse y accéder. On fait alors l'hypothèse que ces canaux sont atteints par les micro-fissurations existantes dans la pâte, et ce, au travers de la surface du volume libéré par la fibre. Avec cette condition, plus la surface spécifique du volume libéré par les fibres est grande, plus la probabilité d'atteindre facilement ces volumes est grande.

Ainsi, partant des dosages classiquement rencontrés dans la littérature pour les fibres de polypropylène (L6D18), nous avons calculé les surfaces spécifiques correspondantes en considérant une géométrie des fibres cylindriques. Une fois cette référence acquise nous avons calculé les dosages de manière à atteindre les surfaces spécifiques de référence, tout en restant dans des dosages acceptables lorsque cela était possible.

Pour calculer la surface spécifique totale pour chaque dosage de fibres, les étapes sont explicitées sur la figure 2.16, et donne lieu à l'utilisation de la formule suivante : $S_s = (\pi * \phi * L + 2 * \pi * \frac{\phi^2}{4}) * \frac{dosage}{\rho * \pi * \frac{\phi^2}{4} * L}$.

Ainsi, les dosages retenus pour les fibres étudiées sont donnés dans le tableau 2.3.

Une fois déterminées les quantités de fibres pour la réalisation des gâchées, nous avons pu mettre en place l'essai au chalumeau.

2.2 Essai expérimental préliminaire : l'essai au chalumeau

L'objectif de l'essai au chalumeau est de comparer l'efficacité des fibres non métalliques vis-à-vis du phénomène d'instabilité thermique et de sélectionner les formulations aptes à résister

Type de fibre	Longueur <i>mm</i>	Diamètre <i>μm</i>	Dosages <i>kg.m⁻³</i>	Surface spécifique <i>m²/m³</i>
Polypropylene <i>PP</i>	6*	18*	0.82	200.5
			1.64	401.1
			2.46	601.6
			3.27	799.7
	12	33	1.5	200.1
			3	400.2
		50	4.5	600.2
			2.3	202.6
			3.4	299.5
			4.5	396.4
Acrylique <i>PAN</i>	6	14	0.81	201.1
			1.61	399.8
			2.42	600.9
			3.22	799.6
Polyacétate de vinyle <i>PVA</i>	6	40	2.6	200.7
			3.9	301.0
			5.2	400.6
			6.5	501.7
	8	40	2.6	200.5
			3.9	300.8
			5.2	400.2
			2.6	200.7
	12	40	3.9	300.5
			5.2	399.9
			6.5	500.8
			10	100.3
	15	310	20	200.6
			30	300.8
Polyethylene <i>PE</i>	4.6	20	0.94	200.6
			1.87	399.0
			2.81	599.6
			3.75	800.2
Cellulose <i>C</i>	0.9	20	1.09	233.6
			2.18	467.1
			3.26	698.6
			4.35	932.1

* :fibre référence utilisée pour le calcul des surfaces spécifiques

TABLE 2.3: Dosages retenus pour les différentes formulations.

au feu. Pour cela, partant de la formulation du BCV[®], nous avons enlevé les fibres métalliques pour obtenir un matériau de type mortier, qui sert de référence à l'essai. Par la suite, nous ajoutons uniquement un type de fibre non métallique selon les dosages présentés précédemment (paragraphe 2.1.4). Bien entendu, cet ajout a un impact sur les caractéristiques du béton à l'état frais (air occlus, étalement), mais nous avons choisi de ne pas modifier les autres dosages (superplastifiant, eau...) pour ne pas multiplier les paramètres qui pourraient influencer l'efficacité des fibres.

2.2.1 Mise au point du protocole expérimental

À la création de cette manipulation plusieurs questions relatives aux échantillons se sont posées :

- quelles formulations tester ? La réponse a été donnée dans les paragraphes précédents
- quelle taille d'échantillons tester ? Nous disposions effectivement de plusieurs dimensions et formes de moules classiques :
 - cylindres : 11x22 cm, 15x30 cm, 16x32 cm
 - prismes : 4x4x16 cm, 7x7x28 cm, 10x10x40 cm
 - cubes : 10x10x10 cm, 15x15x15 cm

L'idée étant de tester le matériau de manière la plus homogène possible, nous voulions une taille de surface en accord avec la source de chaleur afin de limiter les gradients thermiques radiaux au niveau de la surface chauffée.

Un tour d'horizon rapide des chalumeaux existants en magasin nous a dirigés vers un chalumeau Rothenberger dont la température de flamme est de 2000°C maximum, et dont le diamètre du brûleur est de 22 mm. La flamme quant à elle a un diamètre maximal de 28.7 mm.

Ainsi nous avons jugé bon de couler des prismes de 40*40*160 mm et de solliciter une des faces 40*40 mm avec la flamme du chalumeau.

Étant données les incertitudes sur la dangerosité de l'expérience, il n'était pas envisageable de tenir le chalumeau ou de modifier des réglages pendant l'expérience. C'est pourquoi le chalumeau a été fixé sur un bloc d'aggloméré à l'aide d'une sangle afin qu'il reste immobile tout au long de la manipulation. Afin de déterminer la distance à laquelle il faut disposer l'échantillon et la durée de la manipulation, un essai préliminaire a été effectué sur la formulation de référence BCV[®] (tableau 1.4), sans fibres métalliques, ni fibres synthétiques. Initialement l'éprouvette était placée à 5 cm de l'origine de la flamme. Immédiatement après l'allumage du chalumeau des éclatements de la surface avaient lieu, ce qui laissait penser que la distance était trop courte pour pouvoir discriminer les différentes formulations. Après quelques essais, il s'est avéré que des essais de cinq minutes aux distances de dix centimètres et quinze centimètres étaient judicieux afin de pouvoir différencier les efficacités de chaque formule vis-à-vis d'une flamme.

Les figures 2.17 et 2.18 révèlent la surface théorique chauffée par le chalumeau aux différentes distances.

On remarque sur la figure 2.18 que la zone d'impact de la flamme est relativement faible ce qui confirme la nécessité d'utiliser des échantillons de faibles dimensions pour limiter le gradient thermique radial. Ce dernier peut être considéré comme satisfaisant étant donnée l'évolution relativement homogène du séchage (figure 2.19).

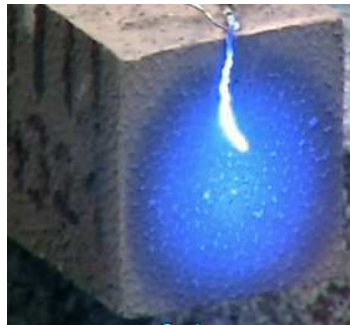


FIGURE 2.17: Vue au cours d'un essai à 10 cm (couleur modifiée).

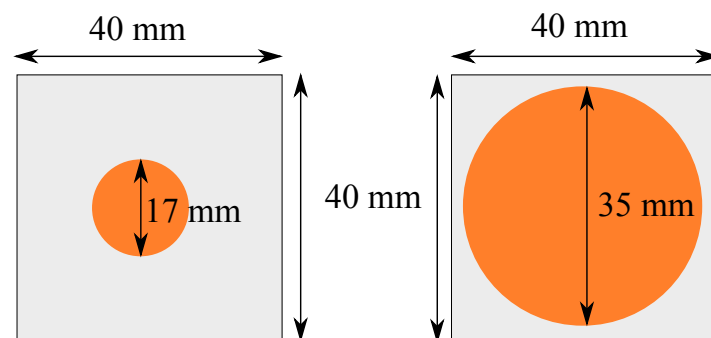


FIGURE 2.18: Schématisation de l'impact de la flamme du chalumeau, après 5 minutes d'essai. A gauche, distance de 15 cm. A droite, distance de 10 cm.



FIGURE 2.19: Évolution du séchage lors d'un essai à 15 cm.

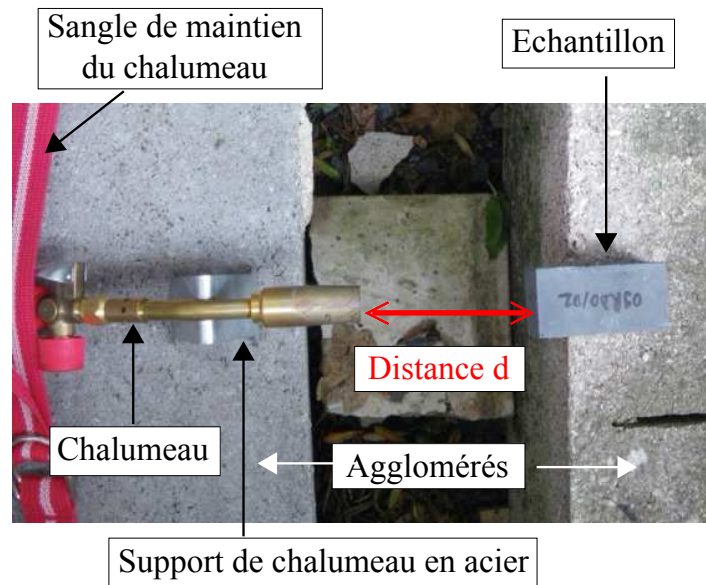


FIGURE 2.20: Vue en plan de l'installation de l'essai au chalumeau, configuration $d=10$ cm.



FIGURE 2.21: Capture d'image de l'installation de l'essai au chalumeau.

2.2.2 Définition du protocole expérimental

Finalement, la pré-étude précédente a abouti au protocole expérimental suivant. L'éprouvette prismatique est soumise sur l'une de ses deux petites faces carrées à la flamme d'un chalumeau, situé à une distance " d " de 15 cm ou de 10 cm (pour l'essai plus sévère). Le temps d'essai est de 5 minutes. La température sur la surface est mesurée par les méthodes présentées en détails dans le paragraphe suivant (2.2.3). Enfin, un caméscope numérique filme la scène, ce qui permet de connaître le temps à partir duquel l'éventuel écaillage débute et évolue dans le temps. En outre cette acquisition vidéo permet à l'opérateur d'observer l'expérience a posteriori sans être exposé au moment de la manipulation.

La mise en place de cette expérience est détaillée sur la figure 2.20, et une vue de l'essai en cours est montrée sur la figure 2.21.

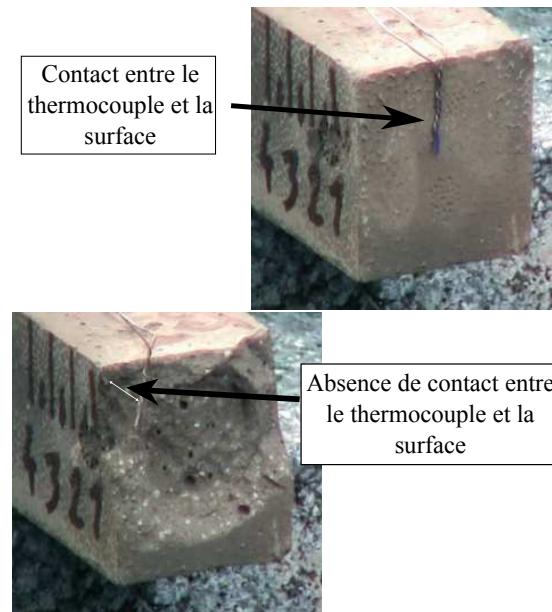


FIGURE 2.22: Disposition du thermocouple lors d'un essai à 15 cm (à gauche, thermocouple en contact de la surface, à droite, après éclatement).

2.2.3 Mesures de la température surfacique

Nous avons entrepris de mesurer la température de la surface chauffée par deux méthodes différentes.

La première consiste à mettre en place un thermocouple sur la surface chauffée (comme le montre la figure 2.22). Cette méthode a l'avantage d'enregistrer à intervalles réguliers la température (toutes les dix secondes) mais le gros inconvénient est que dès les premiers éclats apparus, le thermocouple n'est plus en contact avec la surface, et on n'accède plus à la température de chauffage.

La deuxième méthode consiste à mesurer la température à l'aide d'un thermomètre à infrarouge de la gamme Testo 845.

L'avantage de cette dernière méthode est de permettre la mesure de la température au niveau de la surface chauffée même en cas d'éclatements, et d'enregistrer 90 points de mesure à intervalles réguliers (toutes les trois secondes). Cependant, ce thermomètre a des inconvénients. D'abord la mesure doit se faire face à la surface chauffée, le laser perpendiculaire à celle-ci, avec le bon coefficient d'émissivité du matériau afin d'obtenir des valeurs correctes. Ensuite, la mesure oblige l'opérateur à s'exposer aux éventuels éclats qui peuvent parcourir plusieurs mètres à grande vitesse.

Ce deuxième inconvénient a poussé à mesurer la température sur un échantillon résistant à la flamme, ceci afin de limiter les risques de blessures. Les graphiques montrés dans la suite correspondent donc à l'évolution de la température, lissée, mesurée sur une surface chauffée qui n'éclate pas. L'échantillon était placé à dix centimètres et nous avons pu mener la mesure avec le thermocouple jusqu'au terme de l'expérience.

Le graphique 2.23 montre l'évolution de la température enregistrée par thermocouple une première fois, puis par thermomètre infrarouge une seconde fois. On note une bonne concordance en ce qui concerne l'évolution de la température, en revanche l'écart entre les températures relevées se stabilise à 100°C environ, à partir de 150s.

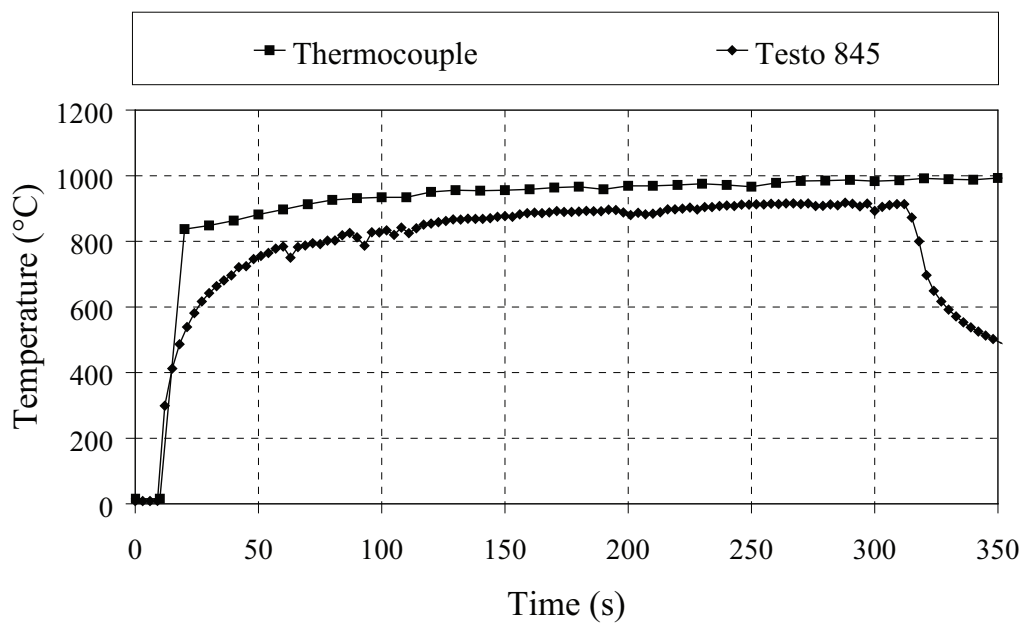


FIGURE 2.23: Évolution de la température sur la surface chauffée, à la distance de 10 cm.

Les raisons qui pourraient expliquer cet écart peuvent être :

- que l'émissivité théorique entrée dans le thermomètre à infrarouge est, par rapport à la réelle émissivité de la surface où s'effectue la mesure, légèrement fausse, ce qui entraîne une erreur de mesure. Mais la fourchette d'émissivité correspondant au matériau béton n'étant pas large, l'impact sur les valeurs mesurées ne serait probablement pas grand.
- que le rayonnement direct de la flamme pourrait perturber la mesure par thermocouple, or ce ne serait pas le cas avec le thermomètre à infrarouge.
- que la température de surface du béton est plus froide que celle du thermocouple du fait du gradient thermique très important.

2.2.4 Résultats

Afin d'identifier correctement les éprouvettes confectionnées pour l'étude nous avons défini une notation qui indique les principaux paramètres de la formulation (figure 2.24). En prenant l'exemple "CSPP6_18_400", ces paramètres sont : C pour spécifier le béton, S dans le cas où des fibres métalliques sont présentes, PP pour des fibres synthétiques de polypropylène, 6 définit la longueur en mm de la fibre synthétique utilisée, 18 définit son diamètre en μm et enfin, 400 définit la surface spécifique en m^2 correspondant au dosage en fibres synthétiques.

Les résultats sont fournis dans le tableau 2.4. Lorsque l'échantillon a manifesté de l'écaillage à la distance de 15 cm, il n'a pas été jugé nécessaire de réaliser l'essai à la distance de 10 cm. En outre, la résistance au feu augmentant avec le dosage en fibres, certaines formulations aux dosages faibles n'ont pas été testées si les dosages plus élevés n'ont pas donné de résultats concluants.

Dans les conditions dans lesquelles les essais ont été réalisés, voici les résultats obtenus. On constate d'abord que les fibres de cellulose et d'acrylique ont toutes fait l'objet d'écaillage. En revanche pour toutes les autres fibres, il y a toujours une formulation pour laquelle l'écaillage

Référence	Surface spécifique m^2	Dosages $kg.m^{-3}$	Résistance $d=10\text{ cm}$	Résistance $d=15\text{ cm}$	Type d'instabilité
CPP6_18_	200	0.82	*	NON	Éclatement
	400	1.64	*	OUI	—
	600	2.46	OUI	OUI	—
	800	3.27	OUI	OUI	—
CPP12_33_	200	1.5	*	NON	Éclatement puis écaillage
	400	3	*	NON	Éclatement puis écaillage
	600	4.5	OUI	OUI	—
CPP12_50_	200	2.3	*	NON	Écaillage
	400	3.4	OUI	OUI	—
	600	4.5	OUI	OUI	—
CPAN6_14_	200	0.81	*	NON	Écaillage
	400	1.61	*	NON	Écaillage
	600	2.42	*	NON	Écaillage
	800	3.22	*	NON	Écaillage
CPVA6_40_	200	2.6	NON	NON	Éclatement puis écaillage
	300	3.9	NON	NON	Éclatement**
	400	5.2	NON	NON	Éclatement puis écaillage
	500	6.5	OUI	OUI	—
CPVA8_40_	200	2.6	*	*	
	300	3.9	*	*	
	400	5.2	OUI	NON	Éclatement puis écaillage
CPVA12_40_	200	2.6	NON	NON	Éclatement puis écaillage
	300	3.9	NON	NON	Éclatement
	400	5.2	NON	NON	Éclatement
	500	6.5	NON	NON	Éclatement**
CPVA15_310_	100	10	*	NON	Éclatement puis écaillage
	200	20	*	NON	Éclatement puis écaillage
	300	30	*	NON	Éclatement puis écaillage
CPE4.6_20_	200	0.94	*	NON	Éclatement**
	400	1.87	NON	OUI	Éclatement puis écaillage
	600	2.81	OUI	OUI	—
	800	3.75	OUI	OUI	—
CC0.9_20_	234	1.09	*	NON	Éclatement puis écaillage
	467	2.18	*	NON	Éclatement puis écaillage
	699	3.26	*	NON	Éclatement puis écaillage
	932	4.35	*	NON	Éclatement**

* : essai non réalisé pour ce dosage

** : éclatement se produisant lors de l'arrêt du chalumeau

TABLE 2.4: Résultats des essais au chalumeau pour chaque dosage de fibres.

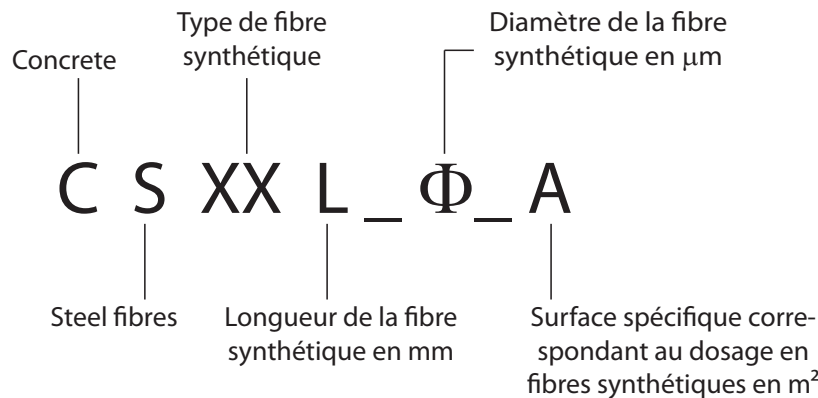


FIGURE 2.24: Principe de notation des échantillons de l'étude.

ne s'est pas produit. Pour l'essai à la distance de 10 cm c'est le cas des dosages 2.81 et 3.75 (kg.m^{-3}) pour le PE, 5.2 et 6.5 (kg.m^{-3}) pour le PVA et 2.46, 3.27, 4.5, 3.4 et 4.5 (kg.m^{-3}) pour le PP.

Le principal résultat à retirer de cette expérience est la supériorité de l'efficacité des fibres de PP sur celle des fibres d'autres natures. Les résultats obtenus tendent à corroborer les conclusions généralement admises dans la bibliographie. On aurait pu s'attendre à ce que les fibres de PE soient plus efficaces que les fibres de PP, étant donné leur température de fusion plus basse. Pourtant, d'après le tableau 2.4, le dosage minimum pour l'essai à la distance de 10cm équivaut à une surface spécifique de 600 m^2 que ce soit pour le PE ou bien pour le PP. Cependant, l'essai à une surface spécifique de 500 m^2 n'a pas été réalisé pour vérifier si l'efficacité entre les fibres PE et PP est comparable. Toutefois, lors de la manipulation, le volume d'écaillage semblait plus important dans le cas du PE que dans le cas du PP. Concernant les dosages, on peut se demander si on n'aurait pas eu un résultat positif avec une formulation de fibres acryliques à un dosage plus élevé ($>5 \text{ kg.m}^{-3}$ par exemple). Cela aurait impliqué une maniabilité du béton vraiment exécrable à l'état frais. Le chapitre 3 entrera dans des détails permettant d'avancer des hypothèses expliquant les différences d'efficacité entre fibres. Les résultats de ces essais au chalumeau mettent tout de même en lumière l'aptitude des fibres PP à améliorer la résistance des BFUP à l'écaillage à haute température.

Parmi les différentes fibres PP ayant fait l'objet d'essais, nous pouvons faire les observations suivantes :

- à ratio L/D proche (L6D18 et L12D33), les fibres les plus courtes sont plus efficaces. Il semble que ce ratio est à relier à la taille des granulats du matériau car Heo [56] montre pour des essais, avec un béton ayant des granulats de 20 mm, que les fibres de 12 mm sont plus efficaces que les fibres de 6 mm.
- à longueur identique (L12D33 et L12D50), les fibres de plus gros diamètre, autrement dit à ratio L/D le plus faible, sont plus efficaces. Ce résultat peut paraître contradictoire car à dosage identique, la surface spécifique des L12D50 est plus faible. A ce jour, nous n'avons pas réellement d'explications pour ce résultat si ce n'est de douter du calcul théorique de détermination du dosage. Il se pourrait que l'hypothèse des dimensions géométriques identiques pour toutes les fibres soit mauvaise, ce qui entraîne un calcul erroné du nombre réel de fibres.

Parmi les essais non résistants à la flamme, nous avons pu observer plusieurs types d'instabilités thermiques. La majorité des cas était des écaillages (figure 2.26), mais pour certains spécimens, nous avons constaté un éclatement plus ou moins important.

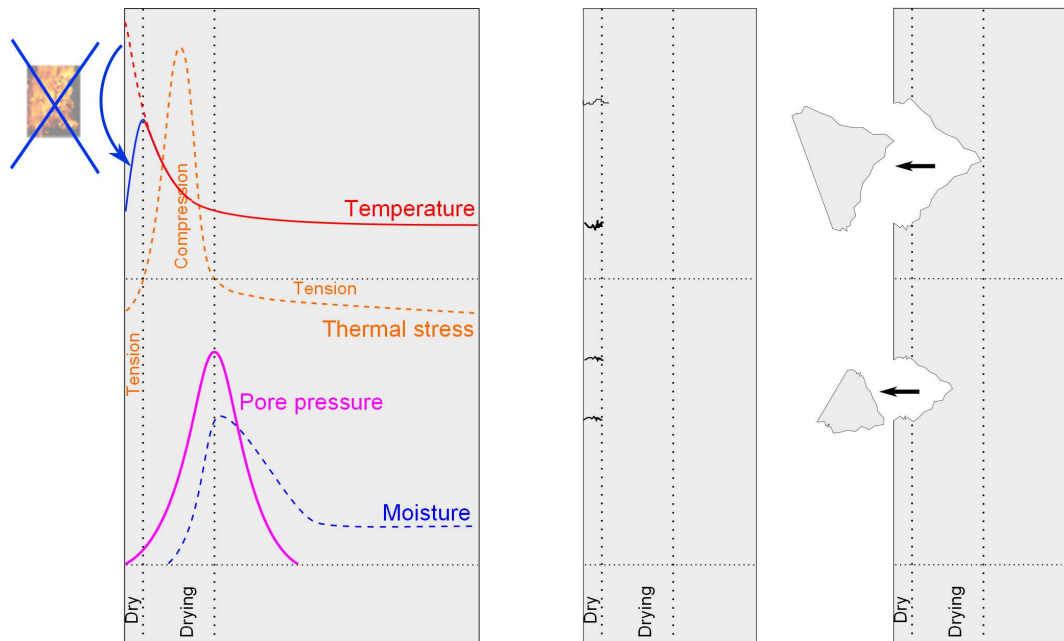


FIGURE 2.25: Schéma expliquant l'éclatement du au refroidissement.

Pour certains cas isolés, l'éclatement s'est même produit quelques secondes après avoir arrêté le chalumeau. Cette observation a souvent été faite lorsque le vent était bien présent au cours de la manipulation. Ceci appuierait l'hypothèse de l'importance du gradient thermique dans le déclenchement de l'instabilité thermique.

En effet, par opposition avec l'hypothèse du gradient thermique présentée dans le paragraphe 1.3.2, cette fois, le refroidissement rapide dû au vent entrainerait une contraction empêchée de la surface de l'éprouvette. Il en résulterait des contraintes de traction fragilisant localement le matériau. Ceci amorcerait l'éclatement provoqué par la pression interne plus importante en profondeur. Le schéma 2.25 explique ce phénomène qui pourrait avoir lieu lors du refroidissement.

Sur les figures 2.26 à 2.28, on peut voir quelques vues montrant différents morceaux de béton qui sont expulsés, faisant la différence entre écaillage et éclatement.

2.2.5 Bilan

L'essai au chalumeau a permis de discriminer les formulations de BCV[®] étudiées. Pour la suite, par abus de langage, nous appellerons formulations "résistantes au feu", les formulations qui ont subi avec succès l'essai au chalumeau, bien que ce dernier ne reflète pas totalement la courbe d'un feu (principalement concernant la durée de l'essai).

Nous avons retenu un nombre restreint de fibres et de dosages qui nous ont paru intéressants de tester d'un point de vue mécanique dans des formulations. Ce nombre restreint s'appuie bien évidemment sur les résultats de l'essai au chalumeau en considérant plus particulièrement les formulations avec des fibres de PP puisqu'il semble bien que cette solution soit la plus efficace pour la tenue au feu des BFUP. Ces formulations ainsi que leur caractérisation mécanique à haute température sont présentées dans la partie II. Nous donnons d'ores et déjà, dans le tableau 2.5, les fibres candidates et leur dosage pour ces essais mécaniques à haute température.

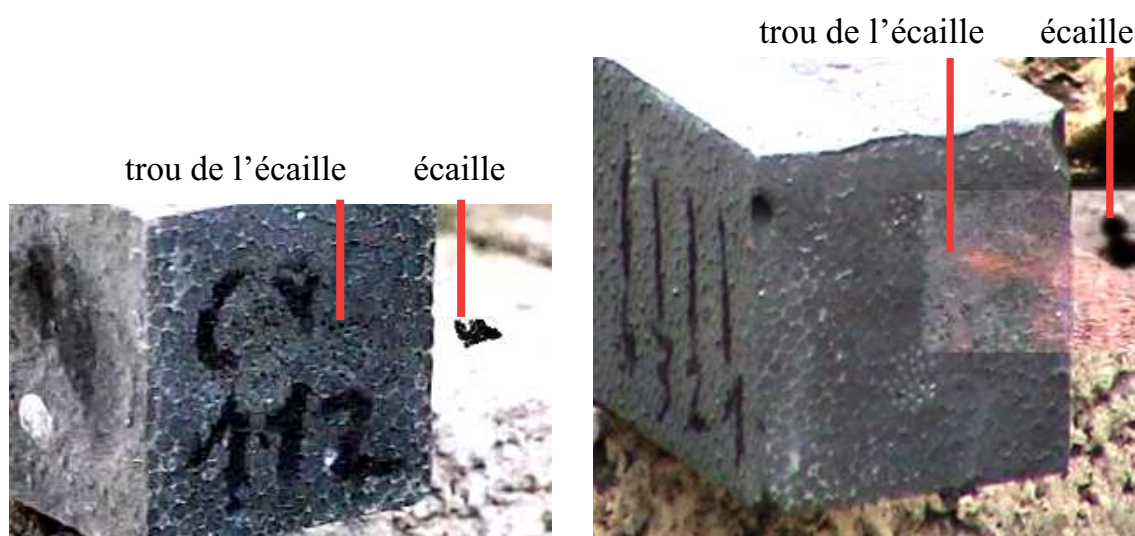


FIGURE 2.26: Écaillages se produisant lors d'un essai.



FIGURE 2.27: Éclatements se produisant lors d'un essai.

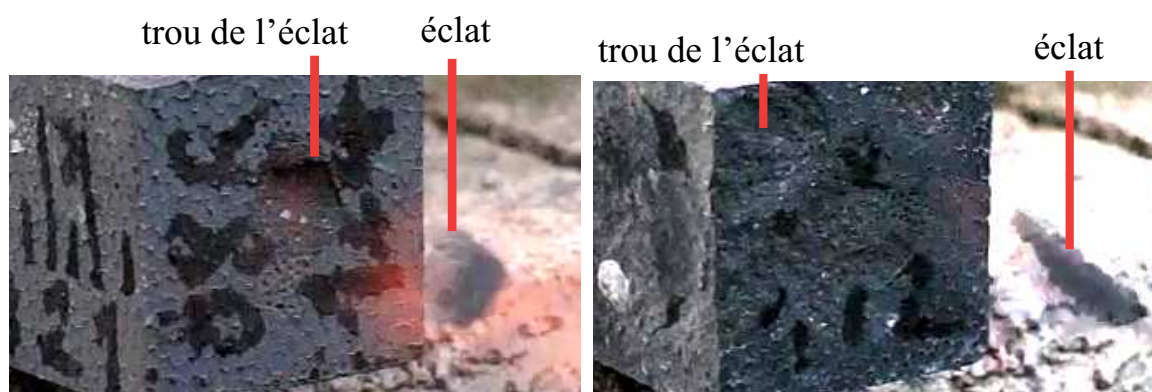


FIGURE 2.28: Éclatements se produisant lors d'un essai.

Type de fibre	Longueur de fibre <i>mm</i>	Diamètre de fibre μm	Dosages $kg.m^{-3}$	Surface spécifique m^2
PP	6	18	2.46	601.6
			3.27	799.7
PP	12	50	3.4	299.5
			4.5	396.4
PVA	6	40	6.5	501.7
PE	4.6	20	2.81	599.6
			3.75	800.2
C	0.9	20	5	1071.4

TABLE 2.5: Fibres et dosages retenus pour les essais mécaniques à haute température.

2.3 Conclusions

Ce chapitre a permis de montrer le nombre important de fournisseurs existant sur le marché des fibres de polypropylène. C'est à l'aide de l'essai de spectroscopie infrarouge que nous avons pu mettre en évidence les ressemblances physico-chimiques qui existent entre ces fibres. Il est également apparu que ces fibres de polypropylène sont de type atactique.

En ce qui concerne les autres natures de fibres (PVA, PAN, PE ou cellulose), il n'a pas été nécessaire de faire une analyse spectroscopique car le nombre de fournisseurs est réduit.

Une fois cette première caractérisation de fibres effectuées, leur dosage a fait l'objet d'une approche basée sur les études de Khoury utilisant la surface spécifique de fibres. Cette approche a permis de sortir des dosages cohérents entre les différents types de fibres.

Par la suite, un tri a été effectué en élaborant un protocole simple mais efficace d'essai au chalumeau. Cette expérience a révélé l'efficacité supérieure des fibres de polypropylène lorsqu'on les compare, entre autres, avec les fibres de polyéthylène et surtout avec les fibres d'acrylique. Cette supériorité peut a priori surprendre car d'une part il y a une forte analogie en terme de dosages et de dimensions entre les fibres acryliques et les fibres de polypropylène, et d'autre part les fibres de polyéthylène ont une température de fusion inférieure à celle des fibres de polypropylène.

C'est pour apporter des explications quant à l'inefficacité flagrante des fibres acryliques que nous les avons conservées pour les observations au microscope électronique à balayage, bien que nous ne les ayons pas retenues pour les essais de caractérisation mécanique à haute température. Enfin pour les fibres de polyéthylène, elles ont été conservées aussi bien pour les observations au microscope électronique à balayage que pour les essais de caractérisation mécanique à haute température.

Le chapitre suivant, en se plaçant à l'échelle microscopique, tente d'apporter des pistes innovantes pour expliquer ces résultats surprenants.

Étude à l'échelle microscopique

L'étude exposée dans la partie 2.2 du chapitre précédent a mis en évidence les principaux résultats suivants :

- pour deux fibres géométriquement proches mais de natures différentes (PP et PAN), le résultat concernant l'écaillage des éprouvettes diffère très sensiblement.
- malgré leur température de fusion plus basse, l'efficacité des fibres PE vis-à-vis de l'écaillage est inférieure à celle des fibres PP.

Dans la première partie de ce chapitre nous tâchons de comprendre pourquoi les fibres PP sont plus performantes que les fibres PAN et PE. Elle se basera sur des analyses au MEB. Dans la deuxième partie, nous tenterons d'apporter un éclairage sur le rôle de la porosité et nous examinerons comment il est possible de relier la nature de la porosité à la résistance au feu.

3.1 Analyse au microscope électronique à balayage

Le Laboratoire Matériaux et Microstructures (LMM) de l'entreprise Vicat dispose d'un microscope électronique à balayage (MEB) avec spectromètre à rayon X et chambre environnemental. C'est un outil très performant qui permet de repousser plus loin les limites de l'observation microscopique. Après une formation au LMM ainsi qu'au Consortium des Moyens Techniques Communs (CMTC) de Saint-Martin d'Hères sur l'utilisation du MEB, j'ai pu mener personnellement cette étude. J'ai pu ainsi faire des observations détaillées des micrographies avec une grande liberté.

3.1.1 Présentation du matériel

La description du microscope électronique a pour support graphique la figure 3.1. Comme tous les microscopes électroniques à balayage, il est constitué d'un canon à électrons, accélérés par un générateur haute tension. Une série de condensateurs permet de régler le diamètre du faisceau. Enfin, une lentille électromagnétique permet d'effectuer la mise au point sur l'échantillon.

Ensuite, il existe deux types de détecteurs d'électrons : le détecteur d'électrons rétro-diffusés (backscattered electron detector (BSED)) et le capteur d'électrons secondaires (large field detector (LFD) lorsque le vide est peu poussé (low vacuum) ou Everhart-Thornley detector (ETD) lorsque le vide est poussé (high vacuum)).

Le premier capte les électrons issus du faisceau initial. Ils ont une énergie élevée et ont été déviés par les différents atomes de l'échantillon. Ainsi, les éléments de numéro atomique élevé (dits lourds) dévient beaucoup d'électrons contrairement aux éléments de numéro atomique bas (dits légers). Ce détecteur permet donc d'avoir une information sur le contraste chimique du matériau, puisque les éléments légers apparaîtront sombres à l'image alors que les éléments lourds apparaîtront clairs.

Le deuxième capteur ressemble à une grille et "aspire" les électrons secondaires. Ceux-ci proviennent de l'interaction entre les électrons du faisceau principal avec les électrons des couches supérieures des atomes, qui sont éjectés avec une faible énergie. Ils sont donc facilement captés et sont très sensibles à la topographie de l'échantillon. On a alors une information du relief sur une très faible épaisseur d'échantillon, de l'ordre de quelques nanomètres.

Concernant les images qui seront présentées par la suite, il faut bien garder à l'esprit que le contraste vu ne sera représentatif de l'hétérogénéité chimique du matériau que si l'acquisition est faite par le détecteur BSED. De plus, ce détecteur ne permet pas de voir autant de détails de surface qu'avec le détecteur d'électrons secondaires, mais il permet d'observer plus facilement les fissurations de l'échantillon, car le contraste chimique entre les fissures (air) et le matériau est important.

La chambre environnementale permet d'étudier des échantillons sous conditions de température et d'humidité contrôlées. Ainsi il est possible d'observer l'hydratation du ciment par exemple. Dans la présente étude nous avons utilisé cette chambre pour étudier l'évolution avec la température du béton fibré.

Avant toute étude, il faut régler le microscope en ce qui concerne l'alignement, l'orientation du faisceau, et l'astigmatisme notamment. Les réglages détaillés ne sont pas présentés mais ils contribuent fortement à l'obtention d'images de qualité. Ainsi pour une même observation, si on oublie de régler l'astigmatisme, la meilleure mise au point ne donnera pas une image nette. A titre d'exemple, la figure 3.2 montre la même zone avant et après le réglage de l'astigmatisme. Pour finir, les photos étant présentées dans un format ".jpeg", la qualité peut avoir été détériorée par l'enregistrement.

L'acquisition d'images peut se faire de deux façons différentes. La première par un balayage lent du faisceau, afin de minimiser le bruit. Cette méthode peut dégrader les matériaux sensibles, du fait de l'énergie apportée par le faisceau. La deuxième peut se faire en intégrant une série d'images de fréquence de balayage élevée afin de minimiser le temps de présence du faisceau sur une zone, tout en diminuant un maximum le bruit électronique.

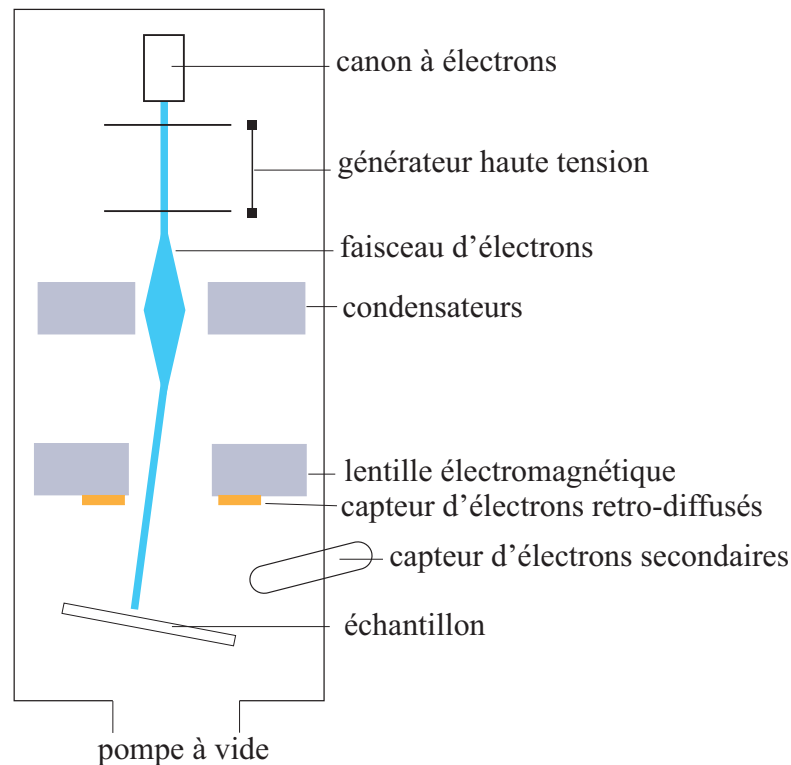


FIGURE 3.1: Schéma des éléments constituant le MEB.

3.1.2 Programme expérimental

Afin de répondre à la problématique posée en introduction du chapitre, plusieurs étapes se sont déroulées, pour aboutir à trois phases d'observations distinctes. La première série a consisté à observer les différents types de fibres fondues ou non. La deuxième série a, quant à elle, permis de suivre l'évolution d'une surface de l'échantillon après avoir subi des cycles de chauffage et de refroidissement. Enfin, la dernière série a consisté à observer la fonte et la disparition des fibres en chambre environnementale.

3.1.2.1 Préparation des échantillons

Avant de pouvoir observer des échantillons au microscope électronique à balayage, leur surface peut nécessiter une préparation particulière. Il existe trois méthodes de préparation différentes, suivant l'objectif recherché :

1. recouvrir la surface d'un dépôt conducteur comme l'or ou le carbone, afin de permettre l'évacuation des électrons et éviter un effet de charge (nous revenons sur cet aspect ci-après).
2. constituer une résine autour de l'échantillon. La surface est alors plane et lisse. C'est la préparation idéale pour l'analyse spectrométrique.
3. laisser l'échantillon tel quel, en le dépoussiérant. Les effets de charge, correspondant à la non évacuation des électrons à la surface du matériau peuvent alors être importants. Cette absence de préparation n'est pas à recommander.

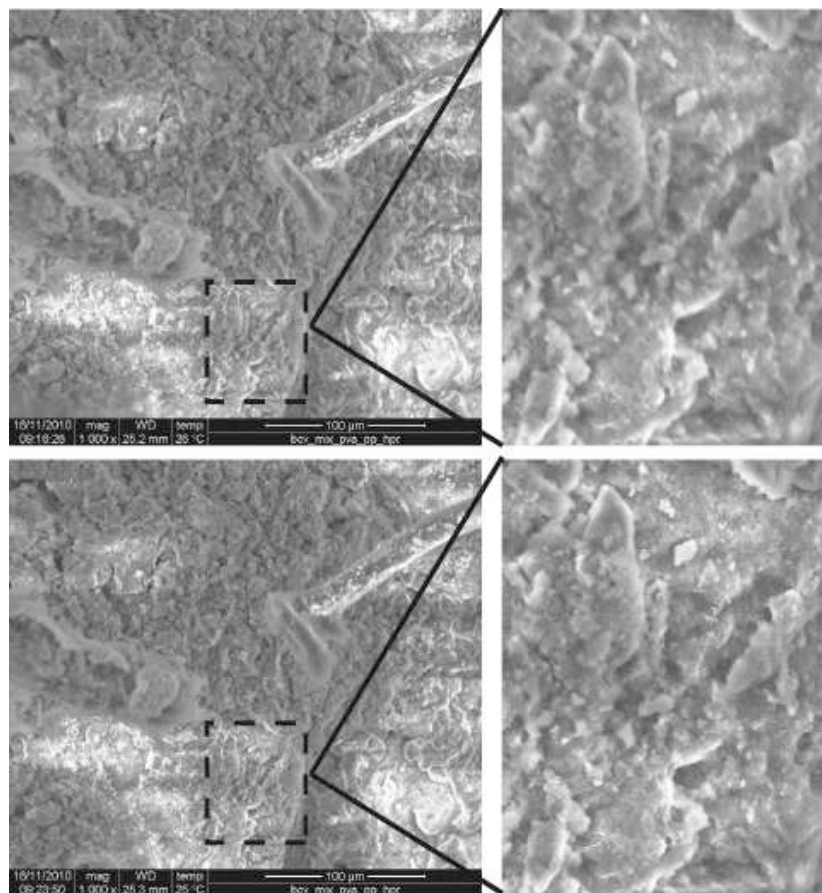


FIGURE 3.2: Observation d'une même zone de l'échantillon avant correction de l'astigmatisme (en haut) et après (en bas), pour un enregistrement .jpg de même qualité.

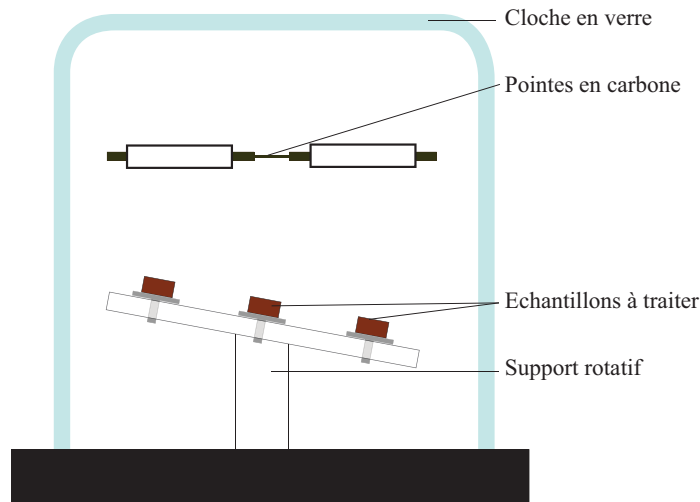


FIGURE 3.3: Schéma d'un appareil à déposer le carbone.

Pour notre étude, le choix s'est porté sur un recouvrement de la surface avec du carbone car les observations n'étaient pas couplées avec de l'analyse spectrométrique. Dans un premier temps, il s'agit de prélever un morceau de l'échantillon à l'aide d'un marteau et d'un burin. La taille prélevée est de l'ordre de $0.5 \times 0.5 \times 0.5$ (cm^3). Le morceau est alors positionné sur une pastille de carbone, collée à un porte-échantillon. On place alors plusieurs porte-échantillon dans la cloche à vide de l'appareil permettant de déposer une fine couche de carbone à la surface (carbon coater en anglais, voir le schéma sur la figure 3.3). Au-dessus se trouvent deux mines de carbone à travers lesquelles on fait passer un courant de 80mA afin de déposer un film de carbone.

Cette procédure globale demande une certaine minutie afin que l'observation qui s'en suit soit optimisée. En effet, si une couche trop importante de carbone est présente, on dégrade l'image obtenue par les électrons secondaires. S'il n'y en a pas assez, la conduction devient mauvaise et l'image n'est plus visible car il y a accumulation d'électrons sur l'échantillon, c'est l'effet de charge. On voit ici une difficulté principale liée aux matériaux peu conducteurs, tels que le béton, comparés aux matériaux conducteurs, tels que les métaux.

3.1.2.2 Première série d'observations

Comme indiqué en introduction, nous voulions dans un premier temps voir si les fibres PP, PE et PAN se différencient par leur géométrie ou par les traces qu'elles peuvent laisser dans la pâte une fois fondues.

Nous avons alors effectué une première série d'observations à température ambiante, puis une seconde après avoir placé les échantillons dans un four à la température de $280^\circ C$ pendant 4h. On a pu constater que les fibres ont disparu après ce cycle thermique. Le but est alors de concentrer les observations sur les lits laissés par les fibres lors de leur fonte.

3.1.2.3 Deuxième série d'observations

Le but de la deuxième série d'observations est de suivre l'évolution d'une zone de l'échantillon ayant subi différents cycles de chauffage. Pour réaliser ces cycles, le porte-échantillon est

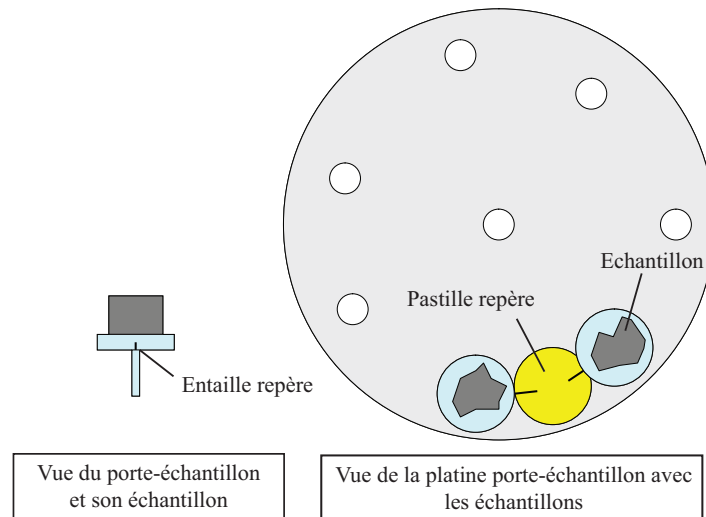


FIGURE 3.4: Schéma du marquage du porte-échantillon.

sorti du microscope, chauffé, puis replacé dans le microscope après refroidissement. Afin de pouvoir retrouver la zone observée au cycle précédent, le microscope permet d'enregistrer les positions de la platine. Afin de repositionner le porte-échantillon dans la même configuration que précédemment, nous avons fait un repère entaillé sur le porte-échantillon que l'on place face à une pastille repère solidaire de la platine porte-échantillons (voir le schema 3.4). L'étude a porté sur 3 formulations (CPAN6_14_400, CPE4.6_20_400 et CPP12_33_400) aux températures de **25 ° C**, **110 ° C**, **170 ° C**, **200 ° C**, **280 ° C**, et **350 ° C**. Le palier de température maximum était de 2h.

3.1.2.4 Troisième série d'observations

Le troisième type d'observation consiste à utiliser la platine chauffante du microscope qui permet de chauffer directement l'échantillon dans la chambre d'observation. La figure 3.5 montre la taille de la pastille céramique (environ 6 mm de diamètre et 10 mm de haut) recevant l'échantillon. Cette pastille vient ensuite se loger dans une platine équipée d'éléments chauffants, permettant de porter l'échantillon jusqu'à 1000°C (voir figure 3.5). Afin d'assurer une bonne adhérence entre l'échantillon et la pastille au cours des manipulations, nous avons décidé de gacher directement un peu de pâte de BCV[®] dans la pastille et d'y ajouter les fibres à observer.

Pour cette observation, le temps de chauffage est très court (de l'ordre de quelques dizaines de minutes) car la platine chauffante a une durée de vie limitée. Les types de fibres observées sont les PP et les PVA.

Sur le tableau 3.1 est donné le récapitulatif des différents paramètres des observations effectuées.

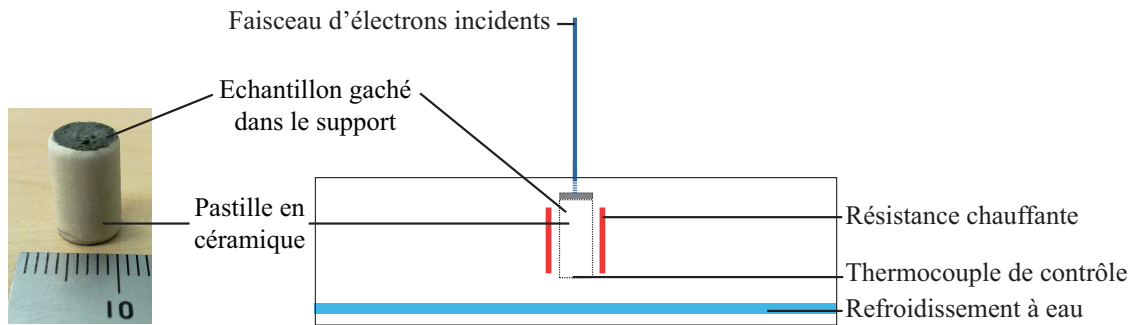


FIGURE 3.5: Photo de l'échantillon de béton gâché dans la pastille en céramique et schéma explicatif de la platine chauffante.

Observation	Suivi de la zone chauffée	Refroidissement	Palier à la température maximale
1	Non	Oui	4h
2	Oui	Oui	2h
3	Oui	Non	10 min

TABLE 3.1: Tableau récapitulatif des différentes observations.

3.1.3 Résultats et discussions

3.1.3.1 Première série d'observations

La première série d'observations a permis d'obtenir de nombreuses micrographies à température ambiante après le chauffage. Les résultats essentiels se basent sur les photos des figures 3.6 à 3.8.

Cette première série d'observations montre que les fibres ont une géométrie cylindrique. Cette forme laisse à penser que le volume créé dans la pâte sera efficace vis-à-vis du transport d'eau et de vapeur puisqu'il n'y a que très peu de tortuosité, qui aurait demandé une pression plus importante pour faire échapper l'eau et la vapeur dans le matériau.

Concernant la trace des fibres au niveau de la pâte, on note une différence non négligeable entre les lits laissés par les fibres de polypropylène (PP) ou de polyéthylène (PE) et ceux laissés par les fibres en acrylique (PAN). Les fibres PP et PE laissent une surface rugueuse, et fissurée de part et d'autre (figures 3.7 et 3.8). Les surfaces laissées par les fibres PAN semblent plus lisses et un agrandissement sur une fissure parcourant la surface, on peut observer un dépôt translucide semblable à une fine couche de plastique (figure 3.9). Ceci semble défavorable au bon transport de l'eau et de la vapeur à travers la pâte. En effet, l'eau présente dans le matériau, qu'elle soit libre ou liée d'une façon ou d'une autre, va se déplacer sous une forme de vapeur à travers les fissurations créées dans la pâte et atteindre un moment ou à un autre un volume libéré par une fibre fondue. Or cet accès correspond aux fissures traversant les lits de fibres. Si ces accès sont potentiellement recouverts par un dépôt comme c'est le cas pour les fibres acryliques, on peut concevoir que ce genre de fibres soit moins efficace.

Le problème de cette première observation est que les images des fibres à température ambiante puis des lits après chauffage sont totalement décorréliées les unes des autres, ce qui ne permet pas de voir l'évolution d'une même zone avec l'augmentation de la température. La question

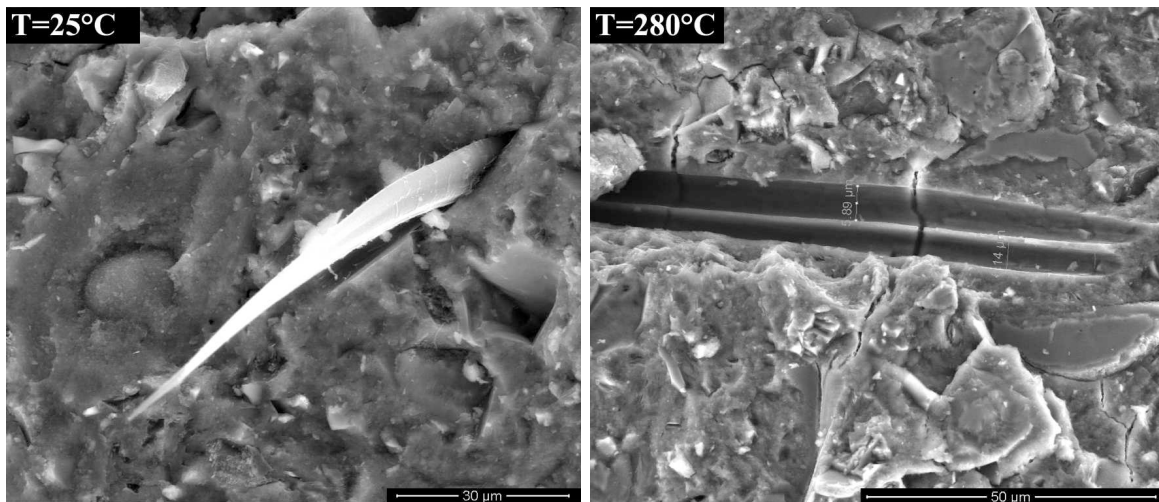


FIGURE 3.6: Vue d'une fibre acrylique à 25°C et d'un lit de fibre après chauffage du béton à 280°C puis refroidissement, au détecteur secondaire.

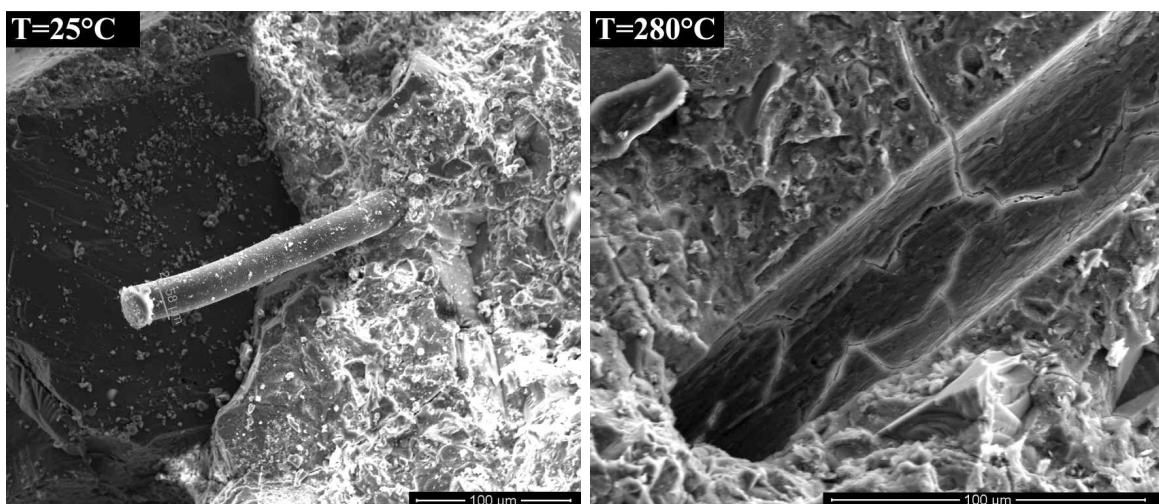


FIGURE 3.7: Vue d'une fibre polypropylène à 25°C et de son lit de fibre à 280°C, au détecteur secondaire.

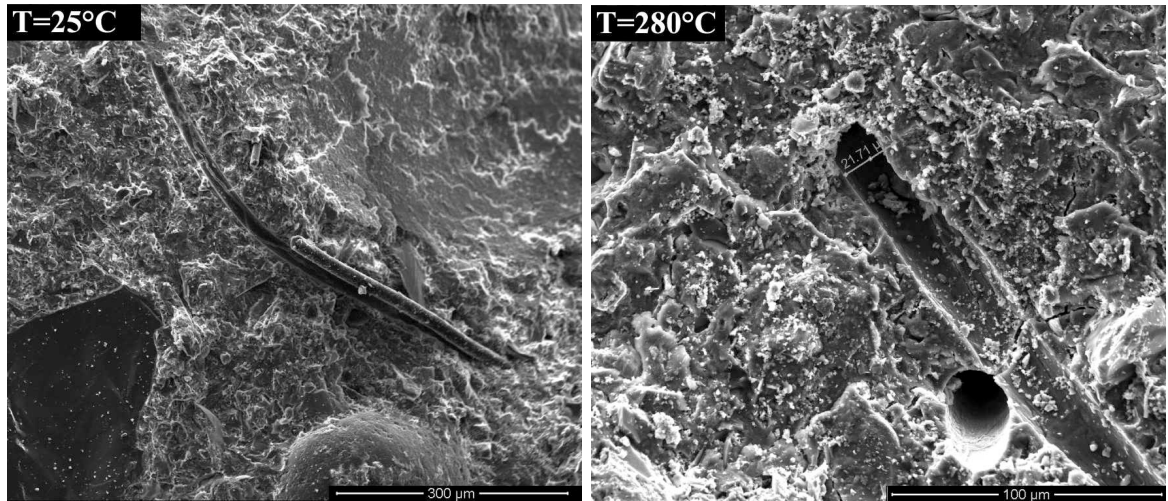


FIGURE 3.8: Vue d'une fibre polyéthylène à 25°C et de son lit de fibre à 280°C, au détecteur secondaire.

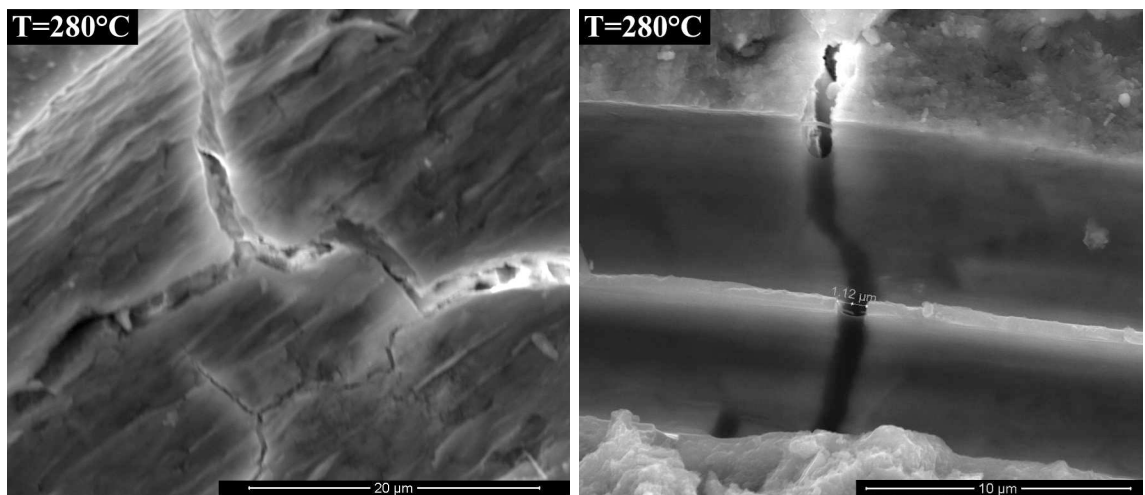


FIGURE 3.9: Détail du lit de fibre à 280°C : polypropylène (PP) à gauche et acrylique (PAN) à droite.

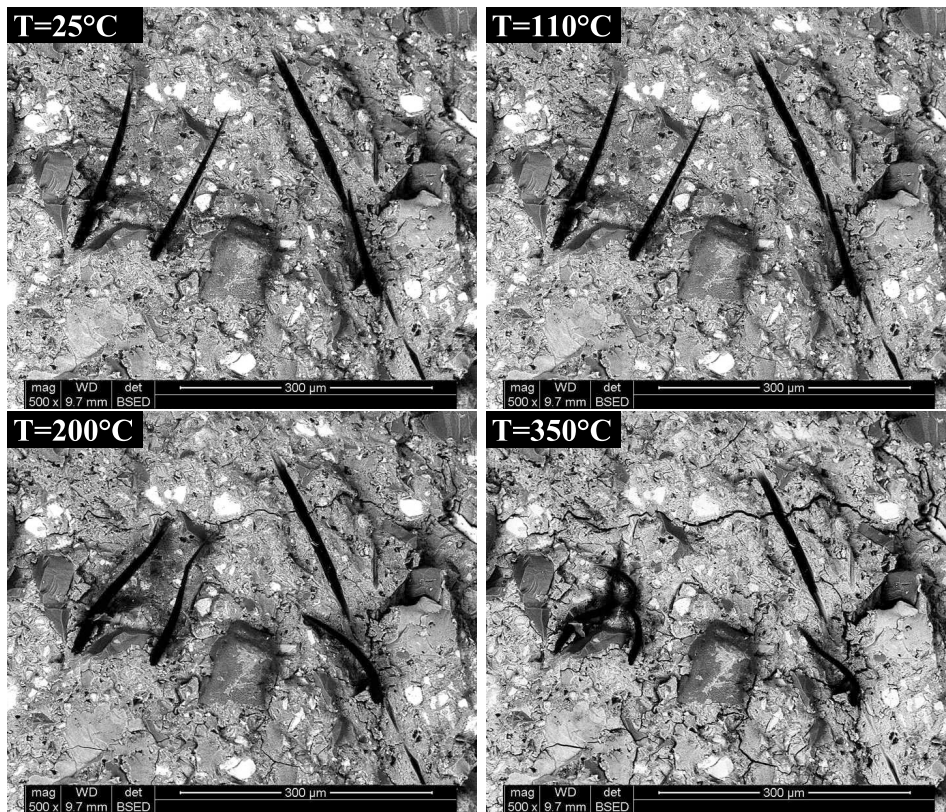


FIGURE 3.10: Évolution de la pâte et des fibres acryliques entre 25°C et 350°C, vues au détecteur BSED.

qui se pose est de savoir si le lit que l'on observe dans chaque cas contenait une fibre avant la montée en température ou bien si celle-ci a été délogée à température ambiante lors de la préparation de l'échantillon. Pour répondre à cette question, nous avons été conduits à mettre au point le deuxième protocole pour une nouvelle série d'observations.

3.1.3.2 Deuxième série d'observations

Comme il a été présenté plus haut, cette deuxième observation permet de suivre une même zone de l'échantillon pour observer son évolution avec la température. Les résultats obtenus sont visibles sur les figures 3.10 à 3.15. Nous rappelons que les fibres synthétiques, de faible numéro atomique, apparaissent en noir sur les images.

Le détecteur BSED (électrons rétro-diffusés) permet de bien visualiser les fissures dans la pâte. Ainsi, on note aisément l'élargissement des fissures existantes et l'apparition de nouvelles, dès 110°C. Ce qui est surprenant, c'est la température à laquelle les fibres disparaissent. En théorie, nous avons vu que les fibres de polyéthylène en l'absence de béton fondent autour de 130°C, celles de polypropylène fondent vers 170°C, et celles d'acrylique se dégradent largement vers 240°C. Or même après avoir passé un long palier à des températures supérieures à leur température de fusion, les observations montrent qu'une part des fibres reste encore présente sous la forme reconnaissable de fibres.

De plus, en ce qui concerne les fibres de polypropylène et de polyéthylène, nous avons claire-

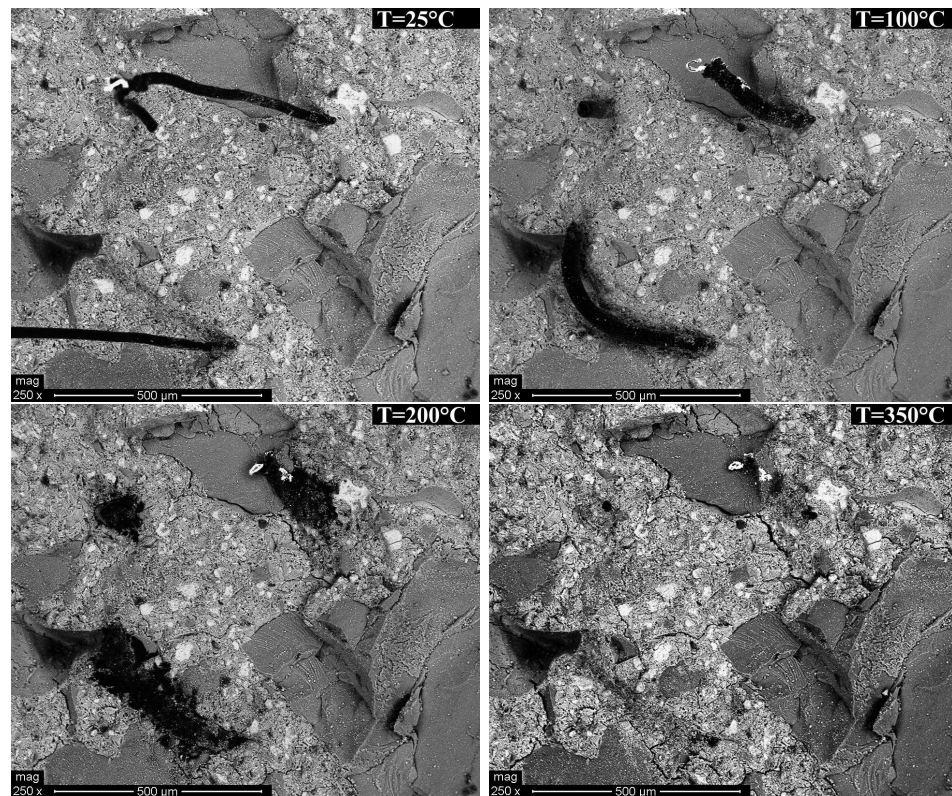


FIGURE 3.11: Évolution de la pâte et des fibres de polyéthylène entre 25°C et 350°C, vues au détecteur BSED.

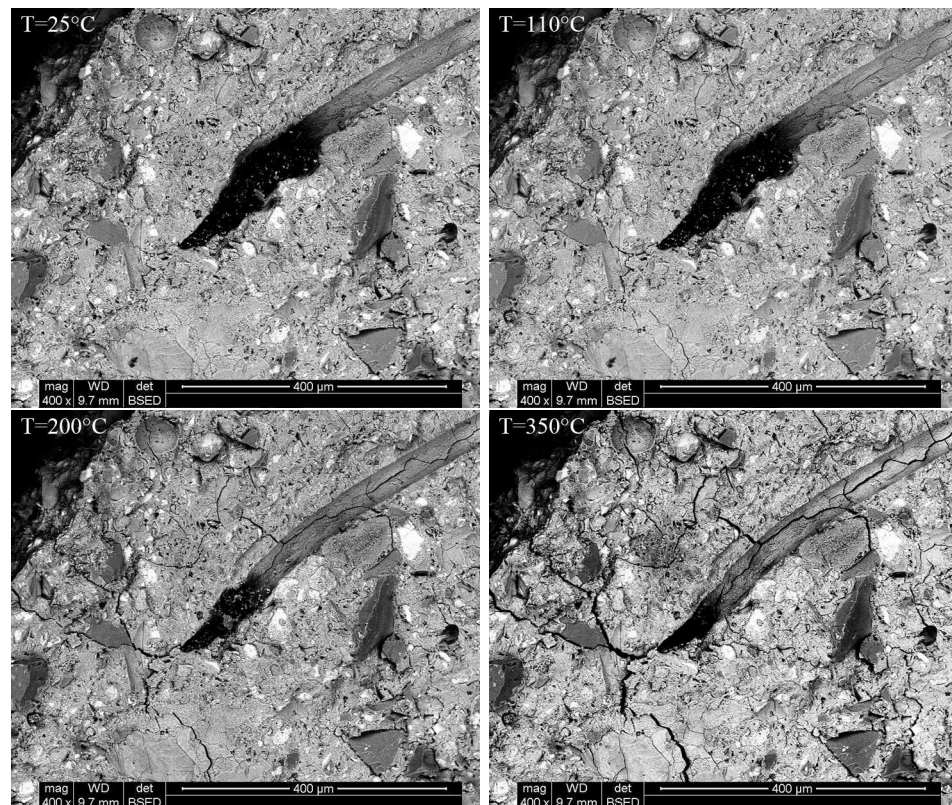


FIGURE 3.12: Évolution de la pâte et des fibres de polypropylène entre 25°C et 350°C, vues au détecteur BSED.

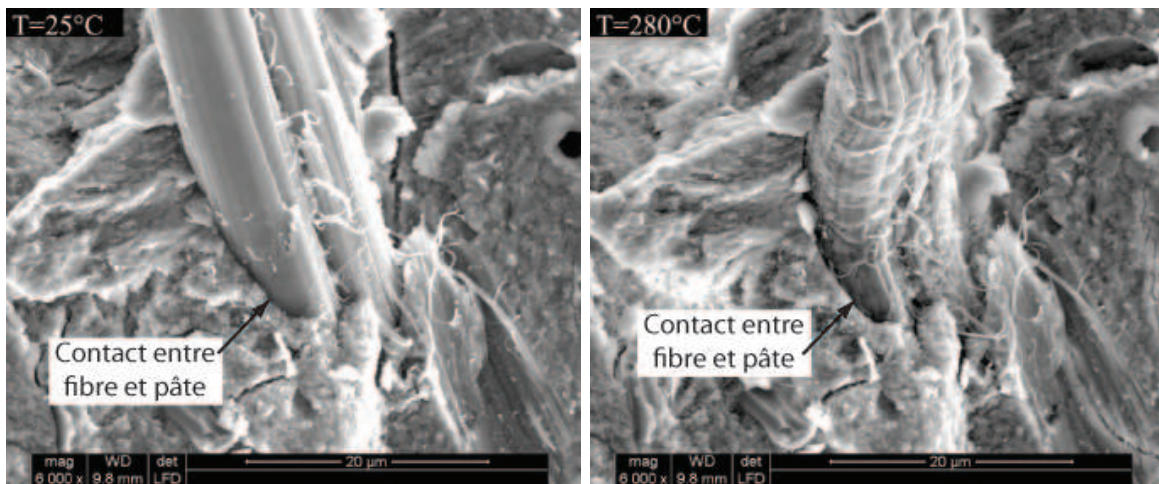


FIGURE 3.13: Évolution de l'interface entre la fibre PAN et la pâte entre 25°C et 280°C , vues au détecteur LTD.

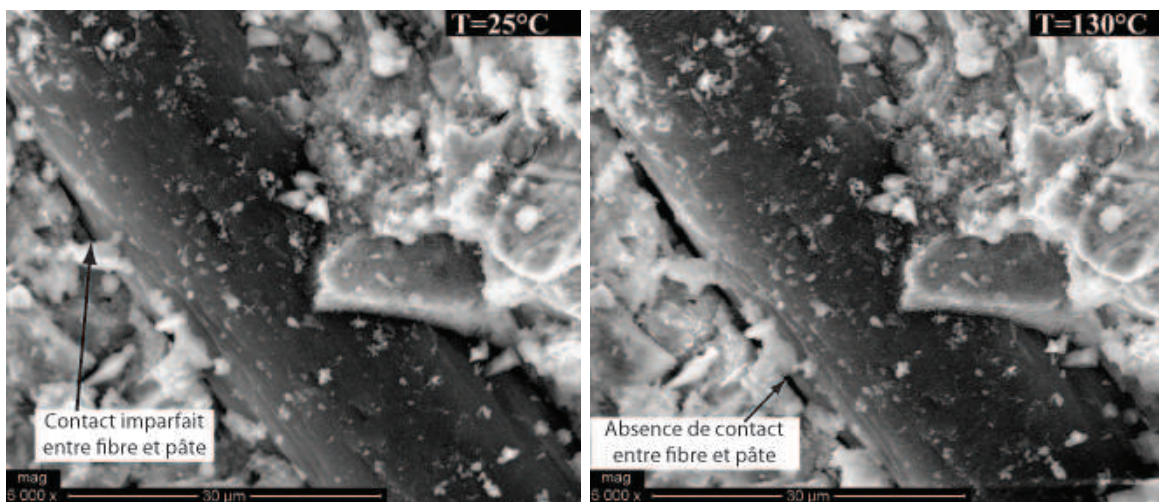


FIGURE 3.14: Évolution de l'interface entre la fibre PE et la pâte entre 25°C et 130°C , vues au détecteur LTD.

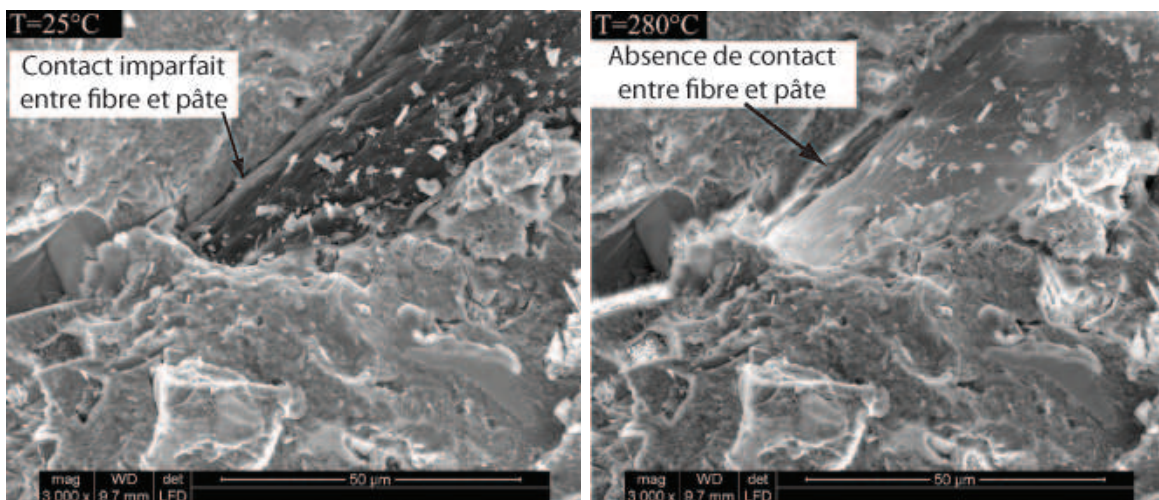


FIGURE 3.15: Évolution de l'interface entre la fibre PP et la pâte entre 25°C et 280°C , vues au détecteur LTD.

ment observé leur changement d'état dans le paragraphe 2.1.3. Lorsqu'elles sont seules, elles passent par une phase liquide avant de disparaître à une température supérieure à 350°C. Pendant cette phase liquide, du fait de la viscosité réduite du matériau, la forme reconnaissable de la fibre n'aurait pas du perdurer après les paliers de température supérieurs à 200°C. En effet le matériau aurait pu s'écouler par gravité dans la pâte. Pour le moment nous n'avons pas véritablement d'explication à cette observation.

Ce qu'on note au final, sur les vues au microscope, c'est qu'il faut atteindre la température de 350°C pour avoir la complète disparition des fibres de polypropylène, et la température de 550°C pour la disparition des fibres de polyéthylène.

Pour expliquer cette disparition plus rapide des fibres polypropylène par rapport aux fibres polyéthylène, nous proposons deux hypothèses :

- soit la viscosité du polypropylène est inférieure à celle du polyéthylène. Ceci impliquerait que les fibres PP s'écoulent plus facilement et disparaissent de l'image.
- soit des interactions physiques entre la pâte et la fibre auraient lieu, sous forme de forces de Van der Waals par exemple. Si le caractère hydrophobe est plus prononcé pour les fibres PP que pour les fibres PE, ces interactions auraient alors plus d'influence sur les fibres PE.

On imagine alors qu'elles soient "retenues" plus longtemps par la pâte que les fibres PP.

Le comportement des fibres acryliques avec la température est bien différent puisqu'on n'observe pas de passage par une phase liquide aussi marquée que pour les autres fibres. Ainsi elles vont être déformées lors d'une montée en température mais ne vont pas s'écouler. De plus, même à la température de 350°C, on observe encore clairement la présence des fibres acrylique dans la pâte.

En outre, le film aperçu dans le lit des fibres acryliques sur les clichés de la première série d'observations est également lié au caractère hydrophile des fibres PAN. Ce caractère permet une interaction entre les couches superficielles de la fibre et l'eau contenue dans la pâte lors du gâchage. Il s'en suit un contact permanent entre la fibre et la pâte comme le montre la figure 3.13, contrairement aux fibres PP et PE (figures 3.14 et 3.15). C'est ce contact du aux forces de Van der Waals créées lors du gâchage qui va entraîner le dépôt plastique dans le lit de fibre, correspondant aux couches superficielles de la fibre.

Les remarques établies concernant les fibres PE et PAN sont des éléments de réponse sur la meilleure efficacité des fibres PP par rapport à ces fibres.

Il semble donc que la viscosité du polypropylène puisse jouer un rôle important dans leur efficacité. C'est pourquoi cette caractéristique fait l'objet de recherches pour être améliorée, notamment par la société Baumhuetter extrusion. Celle-ci a ainsi déposé un brevet sur une catégorie de fibres de polypropylène encore plus efficaces pour la tenue au feu. Ces "super" fibres synthétiques ont été modifiées afin d'avoir une viscosité 40 à 50 fois plus faible à l'état liquide d'après la société [17], [69]. Le dosage équivalent aux fibres PP ordinaires pourrait alors être diminué de moitié.

La série d'observations effectuées avec le deuxième protocole permet d'apporter de nouveaux éléments intéressants dans la compréhension de l'efficacité des fibres de polypropylène pour la tenue au feu. En revanche, le protocole présente toujours l'inconvénient d'imposer un refroidissement avant l'observation. Ceci peut provoquer un gradient de contraintes qui accentue la fissuration de la pâte. Pour s'affranchir de cette gêne, nous avons réalisé une dernière série d'observations avec la chambre environnementale.

3.1.3.3 Troisième série d'observations

En théorie, l'observation à la platine chauffante est idéale puisqu'elle permet de voir les transformations en temps réel. En pratique, le système ne permet pas d'avoir la même qualité

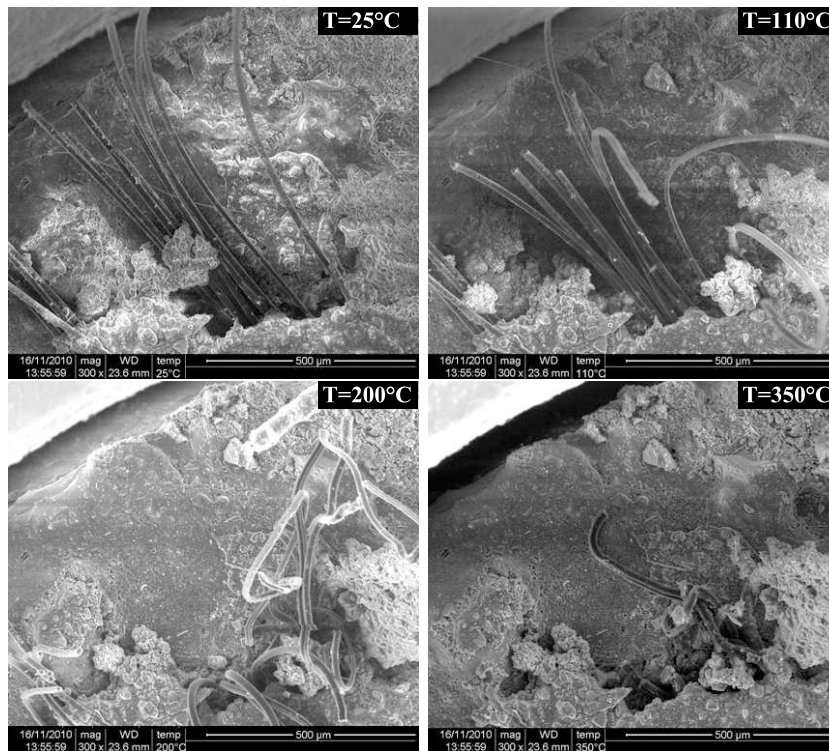


FIGURE 3.16: Évolution de la pâte et de fibres PVA entre 25°C et 350°C, vues au détecteur environnemental.

d'image que pour les méthodes précédentes. D'abord, il n'y a plus ici qu'un seul type de capteur équivalent aux capteurs d'électrons secondaires. Ensuite, le dispositif de refroidissement et le chauffage peuvent faire légèrement bouger l'échantillon, ce qui rend l'acquisition d'images plus délicate. Enfin, la manipulation impose un vide peu poussé, ce qui ne va pas dans le sens de l'amélioration de l'image.

Afin de diminuer l'impact du mouvement sur la qualité de l'image, nous avons pris le parti de réaliser les captures par photo, bien qu'il puisse y avoir un effet de charge, plutôt que par intégration d'images.

En revanche, à température ambiante, l'acquisition s'est faite par intégration d'images, pour limiter la dégradation de l'échantillon par balayage lent.

Les résultats obtenus concernant la pâte sont présentés sur les figures 3.16 à 3.17.

Les images obtenues par cette méthode ne donnent que des informations sur la topographie de la surface. La figure 3.16 permet de voir une vue d'ensemble comprenant la pâte et quelques fibres de PVA. Nous pouvons noter sur cette figure que les fissures sont moins présentes, comparées au cas du deuxième protocole.

Nous pouvons expliquer cela de la manière suivante :

- soit les dilatations thermiques entraînent des contraintes de compression du fait que l'échantillon est bloqué en périphérie, contrairement au refroidissement pendant lequel les fissures dues à la traction peuvent apparaître.
- soit le temps d'observation n'est pas suffisant pour voir les fissures apparaître. Effectivement chaque palier de température ne dure que 10 minutes pour préserver la platine chauffante. Cependant il n'y a pas loin de dix paliers différents de températures cibles, ceci constitue donc un temps global d'1h40 qui devrait être suffisamment long pour voir l'apparition des fissures.

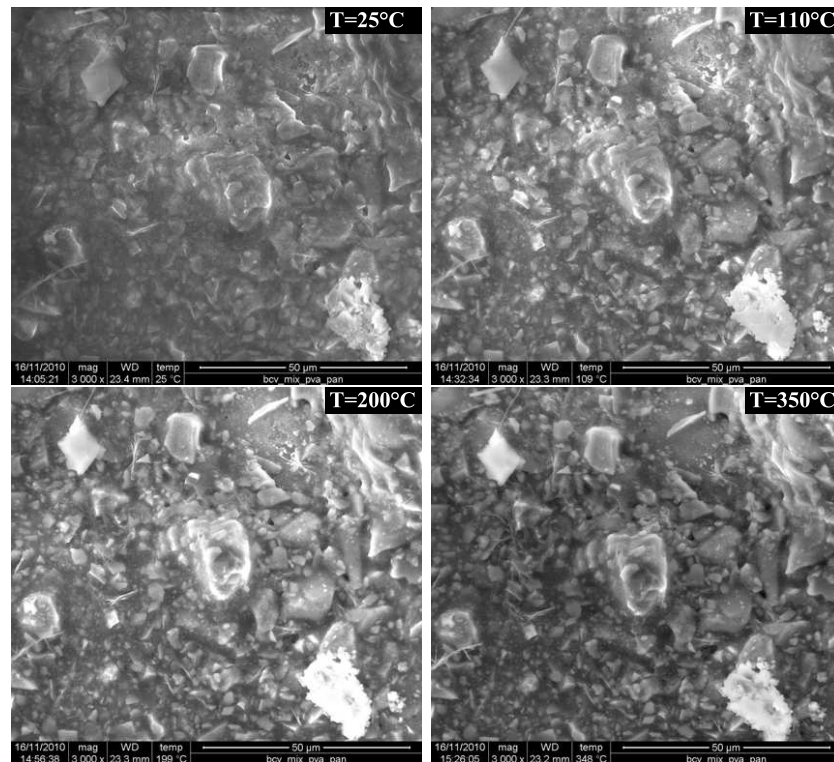


FIGURE 3.17: Évolution de la pâte entre 25°C et 350°C, vues au détecteur environnemental.

Pour l'étude des fibres de PP et de PVA, les observations obtenues sont visibles sur les figures 3.18 à 3.20. Avec ce troisième protocole, on note qu'à 350°C la fibre de polypropylène a quasiment disparu en dehors de la pâte mais qu'elle reste présente au niveau de l'ancrage (figure 3.18). Ceci ferait pencher sur l'hypothèse d'une interaction entre la pâte et la fibre qui l'empêche de fondre et de disparaître facilement. Pour les autres fibres, on voit clairement qu'elles sont fortement déformées mais toujours présentes à cette température.

Cependant, avec le dispositif utilisé, il peut subsister un doute quant à la température réelle qui règne au niveau de la surface d'observation. Si la température de consigne est effectivement correcte, celle de l'air environnant la fibre n'est peut-être pas tout à fait identique. Nous n'avons malheureusement pas pu mettre en œuvre de dispositif pour vérifier la véritable température au niveau de la fibre.

3.1.4 Conclusions

Les moyens techniques actuels performants permettent de mieux comprendre les phénomènes qui se passent à l'échelle de la microstructure. Le microscope électronique à balayage du LMM a permis de mettre en avant l'importance des propriétés physico-chimiques en température des fibres synthétiques pour l'efficacité de la tenue au feu du BCV[®]. Notamment on pouvait penser que la température de fusion était le paramètre primordial pour cette tenue au feu, ce qui est remis en cause lorsque l'on compare les fibres PP avec les fibres PE. En effet, bien que les fibres PE aient la température de fusion la plus faible, elles ne sont pas les plus efficaces. Nous pensons que cela est lié à la moins bonne viscosité à l'état liquide du polyéthylène par rapport au polypropylène. Ainsi, la libération du volume se fait plus tardivement, et les pressions internes peuvent alors être plus importantes.

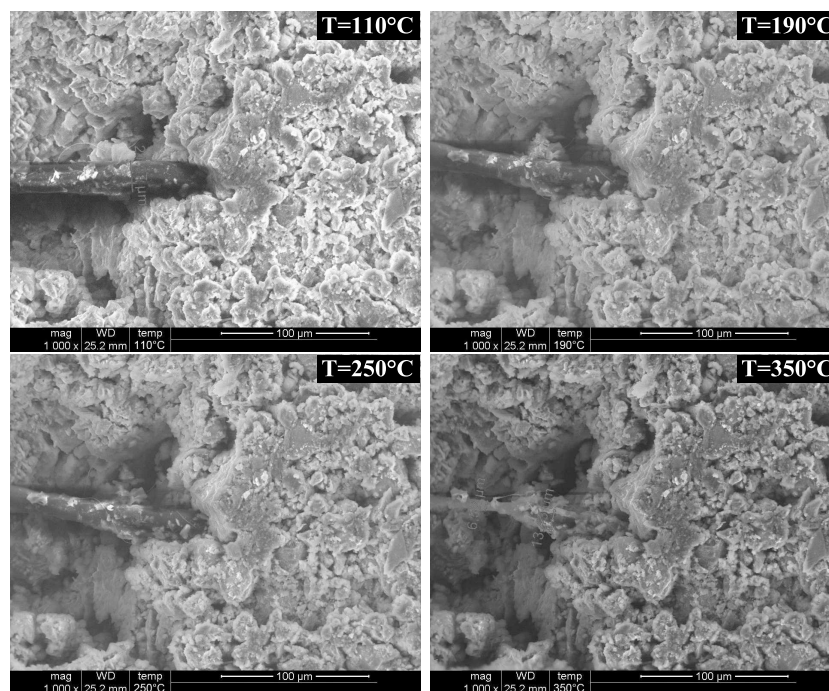


FIGURE 3.18: Évolution de la pâte et d'une fibre de polypropylène entre 110°C et 350°C, vues au détecteur environnemental.

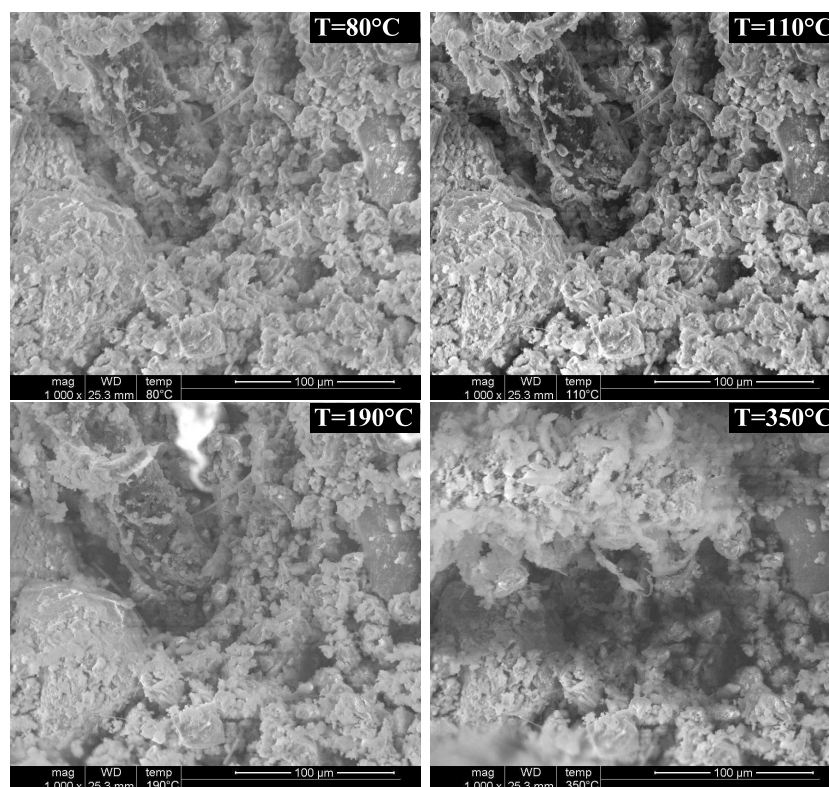


FIGURE 3.19: Évolution de la pâte et d'une fibre d'acétate de polyvinyle entre 80°C et 350°C, vues au détecteur environnemental.

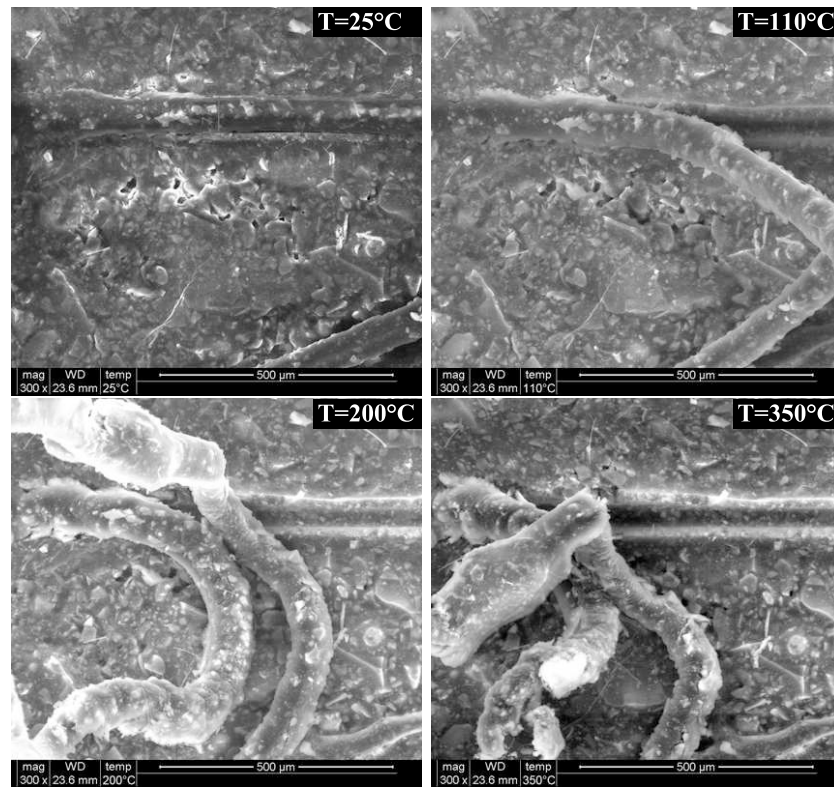


FIGURE 3.20: Évolution de la pâte et d'une fibre acrylique entre 25°C et 350°C, vues au détecteur environnemental.

Concernant les fibres acryliques, on observe qu'elles ne fondent pas comme les fibres PE et PP, et que de plus leur interaction avec la pâte est différente. Son caractère hydrophile semble créer une forte adhérence entre la fibre et la pâte. Ainsi, les couches superficielles de la fibre restent fixées à la pâte sous forme d'un film déposé, et rendent délicat l'accès aux volumes libérés.

Nous avons évoqué dans le chapitre 1 un possible parallèle entre la tenue au feu et la tenue au gel/dégel des bétons, concernant l'importance de la répartition porale du matériau. Afin de vérifier cela, nous avons effectué une étude de porosimétrie au mercure du BCV[®].

3.2 Analyse porosimétrique du matériau

Étant donnée l'importance que revêt la compacité d'un béton dans sa tenue au feu, il est apparu nécessaire d'effectuer une analyse de la répartition porale du BCV[®] et de son évolution avec la température. Les manipulations se faisant sur un matériel particulier, elles ont été menées par le service technique du LTHE (UJF) de Saint-Martin d'Hères qui dispose d'un porosimètre à mercure.

3.2.1 Présentation du matériel

La figure 3.21 montre un schéma explicatif du porosimètre utilisé. Il est constitué d'une cellule d'accueil appelée chambre d'analyse ($\phi = 25$ mm, $h = 25$ mm) dans laquelle on introduit

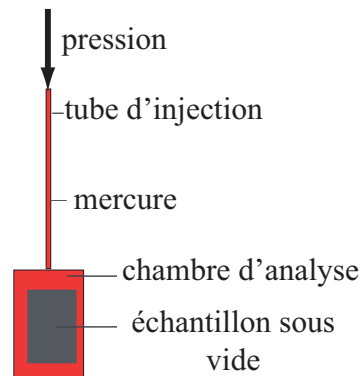


FIGURE 3.21: Schéma des éléments constituant le porosimètre à mercure.

l'échantillon à tester. On place le tube d'injection par dessus cette chambre et on remplit l'ensemble "chambre+tube" de mercure. Une première phase à basse pression permet de remplir les vides accessibles, apparus, par exemple lors de la mise en place de l'échantillon. Puis la phase haute pression démarre. On injecte le mercure par paliers successifs de pression. Chaque palier est maintenu 60s avant de passer au palier suivant. Le volume injecté est alors enregistré et permet d'obtenir un volume de pores en fonction des différentes pressions. Celles-ci sont ensuite traduites en terme de diamètres de pores en se basant sur un modèle de pores cylindriques qui peut être critiqué comme nous le verrons au paragraphe 3.2.2.2.

Pour obtenir une précision optimale de la mesure, le but est d'utiliser toute la longueur du tube d'injection lorsque le dernier palier de pression de 205.5 MPa est atteint. Le choix du tube est donc important, il est fait en fonction du volume de l'échantillon et de sa porosité présumée. C'est pourquoi des essais de mise au point sont nécessaires.

3.2.2 Programme expérimental et résultats

Les échantillons sont issus de prismes 4x4x16 (cm^3) dans lesquels on a scié des cubes dont la masse varie de 7g à 12g. Ils sont tous placés dans une étuve à 50°C et 8% d'humidité pendant au moins 15 jours avant l'essai afin d'accélérer la mise sous vide lors de l'essai de porosimétrie. Plusieurs campagnes d'analyses ont eu lieu :

- des essais de répétabilité afin de s'assurer que le mode de prélèvement n'influence pas fondamentalement les résultats (essais "R").
- des essais d'analyse de l'évolution de la porosité avec la température portant sur une formulation précise (essais "T").
- des essais de comparaison de porosité entre formulations ayant résisté ou non à l'essai au chalumeau (essais "P").

Le tableau 3.2 regroupe les formulations testées à la porosimétrie au mercure, en indiquant plus précisément quels essais elles ont subi. Le rappel de la résistance à l'essai au chalumeau est également effectué. Dans ce tableau apparaissent aussi deux formulations qui n'ont pas été présentées jusqu'ici. Il s'agit de CK_280 et CM_21800. Aucune des deux n'a résisté à l'essai au chalumeau. Nous voulions connaître quel est leur domaine poral afin de pouvoir comprendre pourquoi.

La dénomination CK_280 correspond à l'addition de cheveux. C'est une solution testée car la matière première ne coûte rien à fabriquer et se rapproche de la forme d'une fibre. En revanche, la géométrie est difficilement contrôlable et la préparation des cheveux à une lon-

Référence	Dosages $kg.m^{-3}$	Résistance au chalumeau	Essais réalisés
C	—	NON	R/P
CSF	158 (FM)	NON	P
CPP6_18_200	0.82	NON	P
CPP6_18_400	1.64	OUI	P
CPP6_18_800	3.27	OUI	P
CPP12_50_200	2.3	NON	P
CPP12_50_400	4.5	OUI	T/P
CSF_PP12_50_400*	4.5	OUI	P
CPP12_33_400	3	NON	P
CPVA6_40_200	2.6	NON	P
CPVA6_40_500	6.5	OUI	P
CK_280**	5.08	NON	P
CM_21800***	21800	NON	P

* : le dosage en fibres métalliques est identique à celui de CSF

** : K signifie que des cheveux ont été ajoutés

*** : M signifie que du micronal a été ajouté

TABLE 3.2: Échantillons testés à l'essai de porosimétrie au mercure.

gueur proche de celle des fibres synthétiques est fastidieuse. C'est pourquoi il n'y a pas de renseignements sur la longueur et le diamètre, car ces paramètres n'étaient pas constants. En ce qui concerne la formulation CM_21800, elle correspond à l'ajout de micro billes de polypropylène, du fabricant BASF, appelées Micronal. La dimension de ces billes n'est pas connue précisément, c'est pourquoi il n'y a pas de renseignements sur ce paramètre. C'est le parallèle avec la résistance au gel/dégel des bétons qui nous a poussés à tester cette formulation. En effet, l'idée de créer un réseau de micro billes qui deviendrait un réseau de micro bulles d'air à haute température nous a paru intéressante. Cette formulation n'a pas été présentée au cours de la partie sur l'essai au chalumeau (2.2) mais nous l'avons bien soumis à cet essai, et les échantillons ont éclaté quel que soit le dosage en micronal. Nous espérons grâce à la porosimétrie mercure mieux comprendre pourquoi cette formulation ne résiste pas à l'essai au chalumeau.

3.2.2.1 Essais de répétabilité

Afin de s'assurer que le protocole de préparation des échantillons et que l'essai sont fiables, nous avons réalisé une série de mesure de porosité sur une même formulation. Cette formulation C ne résiste pas au chalumeau.

À partir d'un prisme $4 \times 4 \times 16$ (cm^3) unique, nous avons découpé 4 cubes de 20mm de côté environ. L'idée est de voir si l'état de surface de l'échantillon a un impact sur les résultats. Pour cela, certains échantillons ne présentent qu'une face de type "face coffrée" alors que d'autres en présentent deux. Les autres faces étant de type "sciées".

Avant de passer les cubes à l'étude, nous les avons soumis à une température de $350^\circ C$ pendant 4h. La température de $350^\circ C$ a été choisie car nous avons observé au cours des essais au chalumeau et de certains essais mécaniques (voir partie II) que les instabilités se produisaient avant $400^\circ C$. Nous avons également choisi cette température car les observations microscopiques du paragraphe 3.1 ont montré que les fibres de polypropylène ont quasiment disparu en totalité à $350^\circ C$.

Les résultats sont donnés sur la figure 3.22. On peut noter sur les courbes de volume cumulé que seule celle de l'essai 3 n'est pas aussi bien superposée que les autres. Concernant les courbes de volume incrémental les répartitions des pores sont également très semblables. Certes on peut critiquer le fait que d'un point de vue statistique, il manque des mesures pour parler de parfaite répétabilité. Cependant, l'objet ici n'est pas de multiplier à outrance les essais pour faire une étude statistique mais de s'assurer que l'outil dont nous disposons permet d'obtenir des résultats considérés comme fiables pour le reste de l'étude.

3.2.2.2 Analyse de l'évolution de la porosité avec la température

Parallèlement aux essais précédents, nous avons voulu connaître l'évolution de la porosité avec la température pour une formulation donnée. La formulation choisie est CPP12_50_400, qui résiste à l'essai au chalumeau. Cela permet d'augmenter les chances de non destruction de l'échantillon pendant les phases de montée en température.

Les mesures au porosimètre sont effectuées après les cycles de chauffage aux températures suivantes :

- 130°C : température à laquelle une très grande majorité de l'eau libre s'est évaporée.
- 190°C : température pour laquelle les fibres PP ont théoriquement fondu.
- 350°C : température autour de laquelle ont été observées des instabilités thermiques.
- 550°C : température à laquelle la quasi-totalité de la Portlandite s'est décomposée.

Pour mener le matériau à cette température, nous avons procédé au cycle de chauffage visible sur la figure 3.23. Il s'agit de monter à la vitesse de 5.4°C/min à la température cible, puis de maintenir le palier pendant 4h afin d'être certains d'avoir une température homogène dans l'échantillon, identique à celle du four. Puis à l'issue du palier, le refroidissement n'est pas contrôlé mais est conditionné par l'inertie du four. Les échantillons sont ensuite placés dans des récipients contenant des billes de silicate afin de contenir l'humidité de l'air ambiant, avant de les placer dans une étuve à 50°C et 8% HR.

Les résultats de cette étude sont donnés sur la figure 3.24. Sur les courbes de volume incrémental, à température ambiante, on observe une répartition biporale, c'est-à-dire que la porosité est scindée en deux volumes bien distincts. Le premier au niveau de l'air occlus, correspondant à une pression faible (autour de 0.01 MPa) et le second au niveau de la porosité capillaire, correspondant à une pression élevée (autour de 100 MPa). Cette observation est faite pour toutes les formulations étudiées. Si on compare la répartition à température ambiante avec celle présentée dans le chapitre 1, figure 1.27, on retrouve effectivement un volume de pores dans le domaine capillaire. En revanche le BCV® présente ici des pores correspondant à l'air entraîné ou l'air occlus. Ce volume d'air disparaît très rapidement avec l'élévation de la température. En effet, dès la température de 130°C, la modification de répartition de la porosité est bien visible. En élevant la température, le domaine poral centré dans la porosité capillaire se décale vers la pression de 30 MPa.

A partir de la température de 190°C, on voit clairement apparaître un pic important à 0.05 MPa, correspondant à la fonte des fibres PP.

Pour savoir à quel diamètre de pore cela correspond, la porosimétrie mercure se base habituellement sur l'hypothèse d'un réseau de pores cylindriques pour lequel on peut appliquer

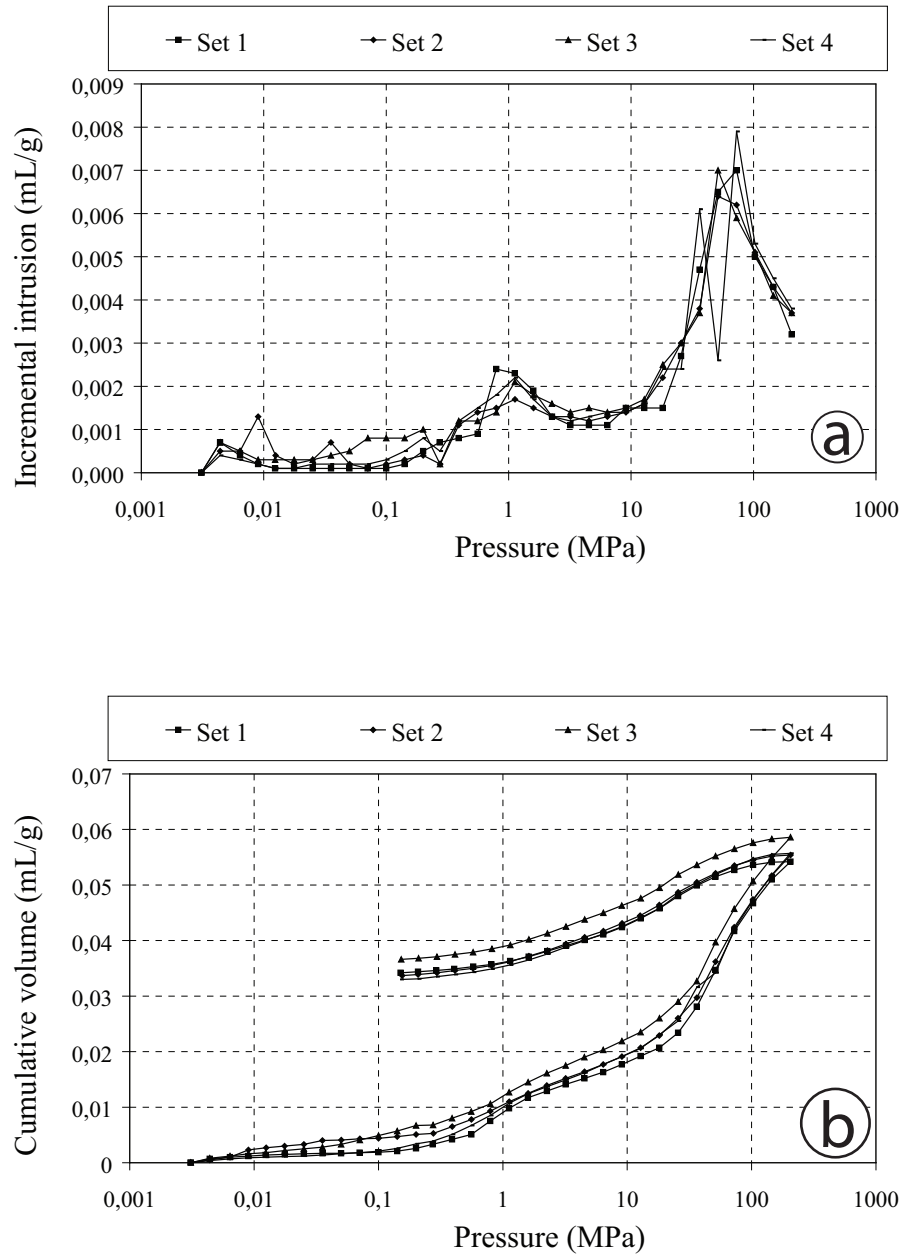


FIGURE 3.22: Résultats de la porosimétrie après le cycle à 350°C pour l'essai de répétabilité : a) volume incrémental, et b) volume cumulé.

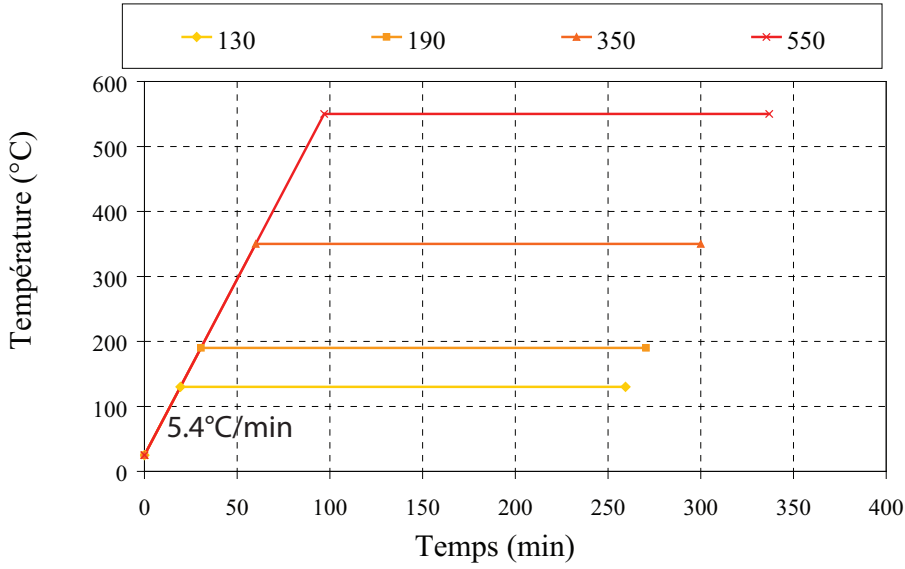


FIGURE 3.23: Protocole de montée en température des échantillons testés. Le refroidissement (non indiqué) est naturel.

l'équation modifiée de Young-Laplace, attribuée à Washburn [72], [43] :

$$r = -2 \frac{\gamma \cdot \cos(\theta)}{P} \quad (3.1)$$

où r est le rayon du pore, γ la tension de surface du mercure (485 dynes/cm), θ l'angle de contact du mercure (130°) et P la pression d'injection du mercure.

Selon cette équation le diamètre correspondant à la pression de 0.05MPa vaudrait $25 \mu\text{m}$. La diamètre théorique des fibres étant de $50 \mu\text{m}$, le modèle fonctionne plutôt bien. Cela s'explique par le fait que la fibre étant cylindrique (paragraphe 3.1), elle crée un pore cylindrique qui correspond à l'hypothèse du modèle.

Les courbes de volume incrémental montrent également que tout le volume des fibres n'est pas libéré à la température de 190°C puisqu'il continue à augmenter à 550°C . A noter qu'il évolue peu, voir diminue entre 190°C et 350°C . Cette diminution serait-elle liée à une simple dispersion expérimentale ou à la formation d'hydrates dans ce domaine poral, et donc à l'augmentation de résistance que l'on peut observer dans la bibliographie? Cette hypothèse n'a pas été plus approfondie.

Enfin, sur les courbes de volume incrémental, l'apparition du domaine poral entre 0.2 MPa et 2 MPa apparaît clairement à partir de la température de 350°C , pour s'agrandir à la température de 550°C .

Pour conclure, cette analyse montre que le modèle de détermination du diamètre des pores marche plutôt bien lorsque le pore a effectivement une géométrie cylindrique. Le chauffage de l'échantillon permet d'assurer une continuité entre les deux domaines poraux distincts qui existent à température ambiante. On observe également l'apparition du domaine poral compris entre 0.2 MPa et 1 MPa à partir de 350°C . Ce volume pourrait jouer un rôle dans la tenue au feu. Cette température semble donc intéressante pour comparer la répartition porale des différentes formulations.

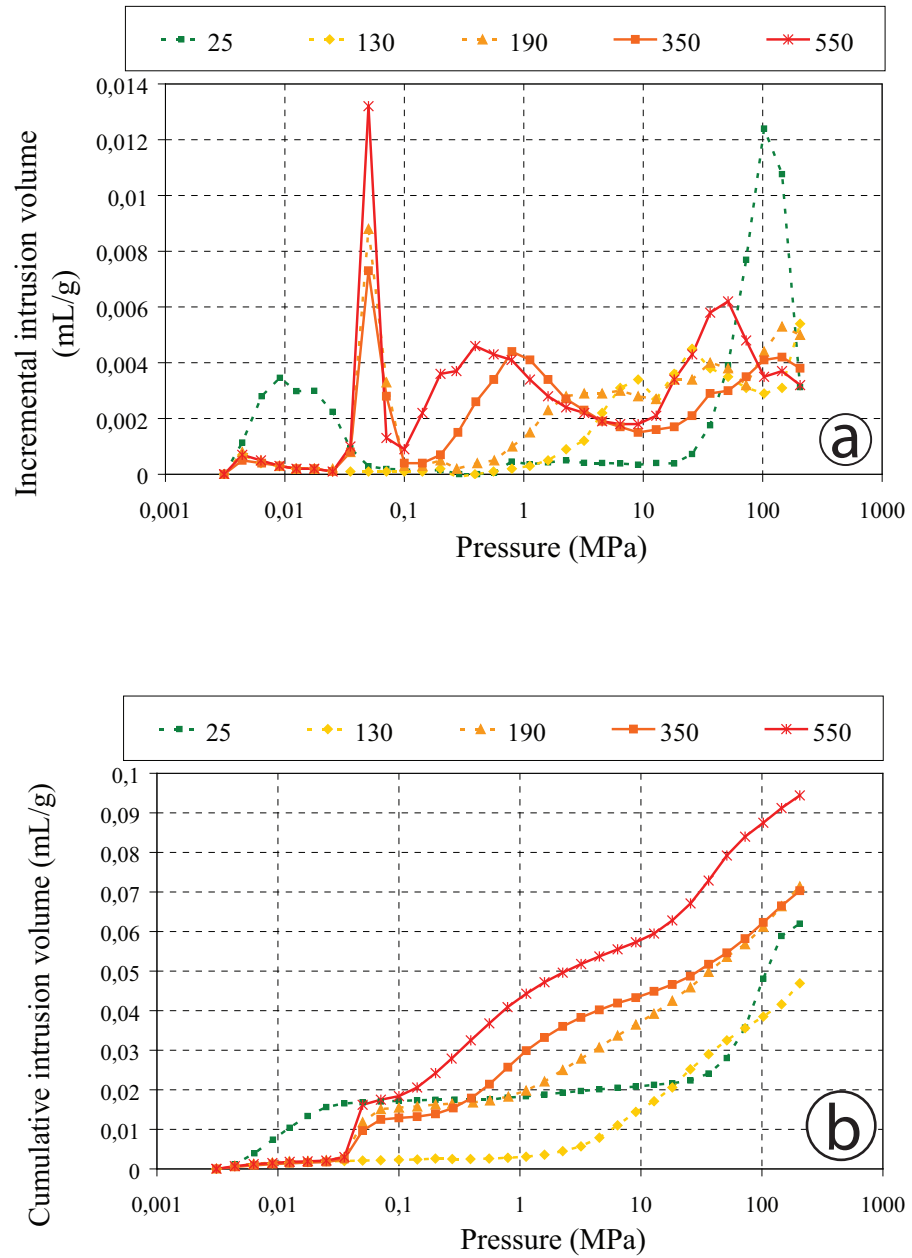


FIGURE 3.24: Évolution de la porosité avec la température pour l'échantillon CPP12_50_400 : a) volume incrémental, et b) volume cumulé.

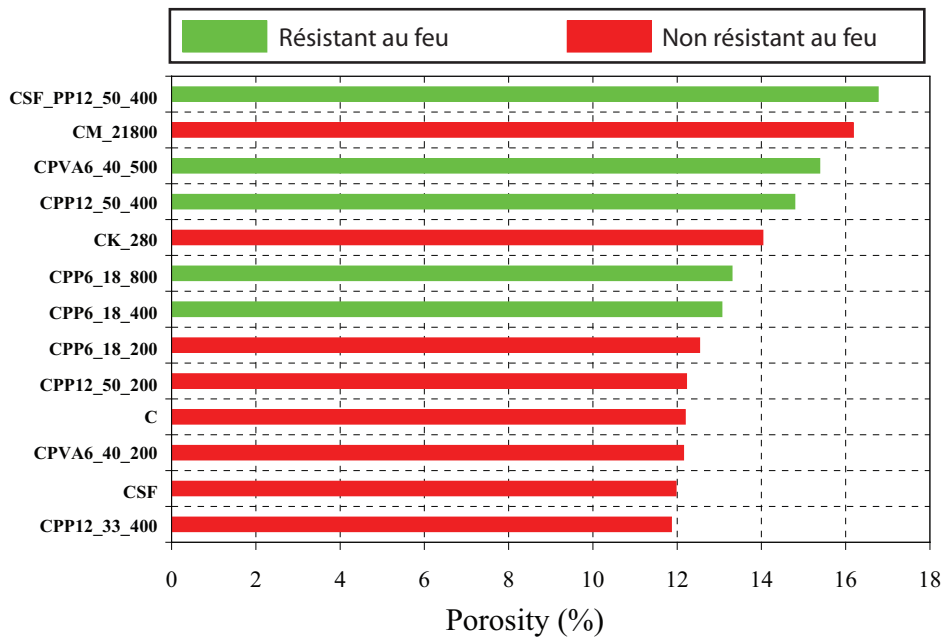


FIGURE 3.25: Porosité totale mesurée par intrusion au mercure après un cycle de chauffage à 350°C.

3.2.2.3 Analyse de la porosité de différentes formulations

Comme il a été dit précédemment, les formulations présentées dans le tableau 3.2 ont été analysées à la porosimétrie au mercure. La moitié des échantillons a résisté au chalumeau et l'autre non. Ainsi, nous espérons tirer une conclusion sur la distribution porale entre les formulations résistantes au chalumeau, de celles qui ne le sont pas.

La partie 3.2.2.2 a montré l'intérêt de la température de 350°C pour l'analyse du domaine poral. Pour chaque formulation, nous avons donc déterminé la porosité et la répartition des pores avant et après sollicitation thermique. Nous rappelons que cette sollicitation thermique est visible sur le graphique 3.23.

Malgré les critiques qui peuvent être faites sur la porosimétrie mercure (par Diamond par exemple [31]), il semble qu'une comparaison relative de la porosité totale puisse être faite entre les formulations. Les valeurs obtenues pour la porosité totale sont fournies de manière graphique sur la figure 3.25. A première vue, il semble délicat de séparer les échantillons résistants au feu de ceux qui ne le sont pas, avec le seul paramètre de la porosité.

L'idée est donc de trouver un autre moyen permettant la différenciation des échantillons. Pour cela nous avons tracé pour chaque échantillon testé les courbes de volume introduit incrémental et cumulé de mercure. Les courbes ainsi obtenues sont représentées sur la figure 3.26. Les mêmes courbes des essais effectués à température ambiante sont visibles dans l'annxe B, de la figure B.1 à la figure B.8.

Sur le graphique du volume introduit cumulé, une différenciation entre les échantillons résistants au feu de ceux qui ne le sont pas est faisable entre la pression de 0.2 MPa et 2 MPa. Afin de quantifier cela, nous avons calculé un indice correspondant à l'aire comprise sous la courbe du graphique de volume introduit cumulé entre les deux bornes $P=0.2$ MPa et $P=2$ MPa. Cet indice est appelé **facteur de zone critique** (F_{zc}) et est tracé sur la figure 3.27. Si on considère le modèle utilisé habituellement pour associer un rayon de pore à une pression

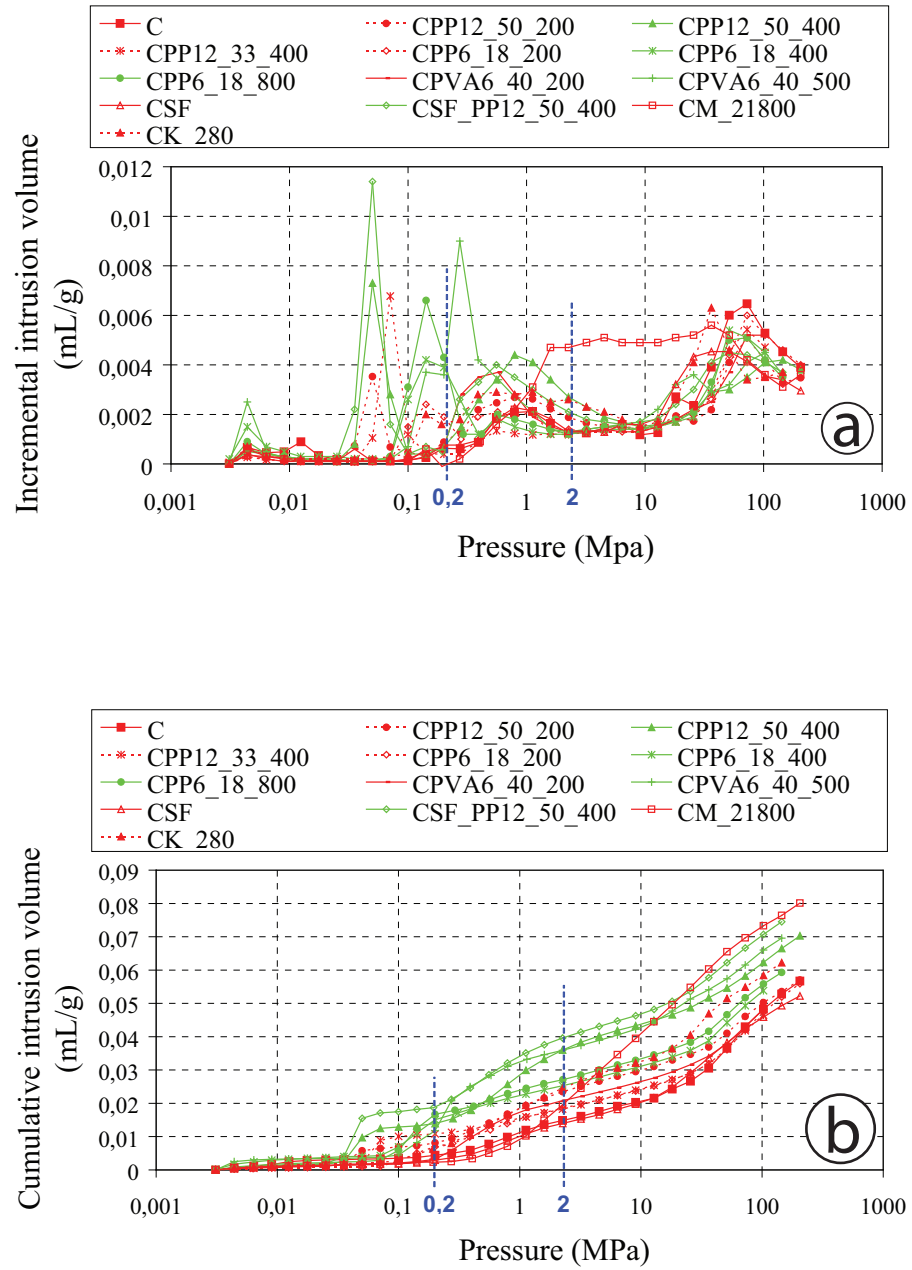


FIGURE 3.26: Résultats de la porosimétrie après le cycle à 350°C des différents échantillons : a) volume incrémental, et b) volume cumulé.

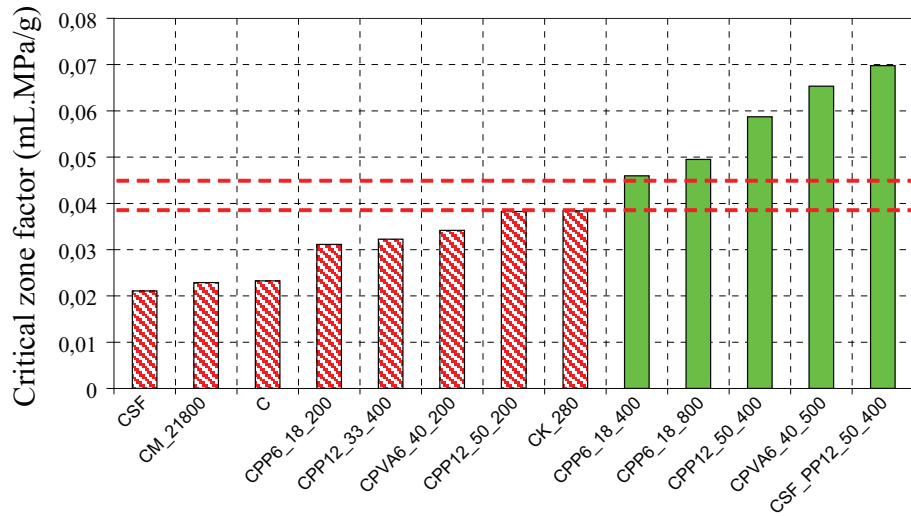


FIGURE 3.27: Valeur du facteur de zone critique calculé pour chaque formulation après le cycle à 350°C.

de mercure (modèle de Washburn [95]), la zone intéressante pour le facteur de zone critique serait comprise entre des pores de diamètre $0.62 \mu\text{m}$ et $6.2 \mu\text{m}$. Ces valeurs sont indicatives, elles permettent néanmoins de dégager un domaine poral autour du micromètre qui semble influencer la résistance au feu.

La figure 3.27 montre cette fois-ci une différence entre les échantillons ayant résisté au feu de ceux qui n'ont pas résisté, par une limite située entre 0.04 mL.MPa/g et 0.045 mL.MPa/g . Ce facteur n'a pas réellement de signification physique mais son calcul permet de classer nos échantillons sur la base de l'essai au chalumeau. Sur la figure 3.28, sont construites trois courbes types.

- Le type 1 correspondrait à une formulation avec des fibres en dosage suffisant et dont l'interaction avec la pâte permettrait de libérer un volume centré autour de 0.7 MPa suffisant, de sorte qu'on ait F_{zc} supérieur à 0.045 mL.MPa/g (exemple du CPP12_50_400).
- Le type 2 correspondrait à une formulation avec des fibres en dosage suffisant mais dont l'interaction avec la pâte ne permettrait pas de libérer un volume centré autour de 0.7 MPa suffisant, de sorte qu'on ait F_{zc} inférieur à 0.04 mL.MPa/g (exemple du CPP12_33_400).
- Le type 3 correspondrait à une formulation avec des fibres en dosage insuffisant pour avoir F_{zc} supérieur à 0.045 mL.MPa/g (exemple du CPP12_50_200).

La question qui peut se poser est alors : est-il possible d'avoir une courbe de type 3 mais dont le volume cumulé entre $P=0.2 \text{ MPa}$ et $P=2 \text{ MPa}$ serait tout de même suffisant pour avoir F_{zc} supérieur à 0.045 mL.MPa/g (courbe en pointillé rouge sur la figure 3.28, dont F_{zc} vaudrait 0.047) ?

Si la réponse est non, alors ce facteur F_{zc} semble un bon indicateur de résistance au feu. Si la réponse est oui, peut-être faut-il alors ajuster le domaine poral à considérer pour optimiser cet indice.

Il serait très discutable d'extrapoler les valeurs limites obtenues pour notre matériau BCV® à d'autres BFUP. En effet, la répartition des pores de chaque BFUP est spécifique. En revanche, pour l'entreprise Vicat qui développe le BCV®, cette limite peut être conservée pour estimer l'efficacité de formules optimisées par rapport au dosage en fibres et par rapport à de nouvelles

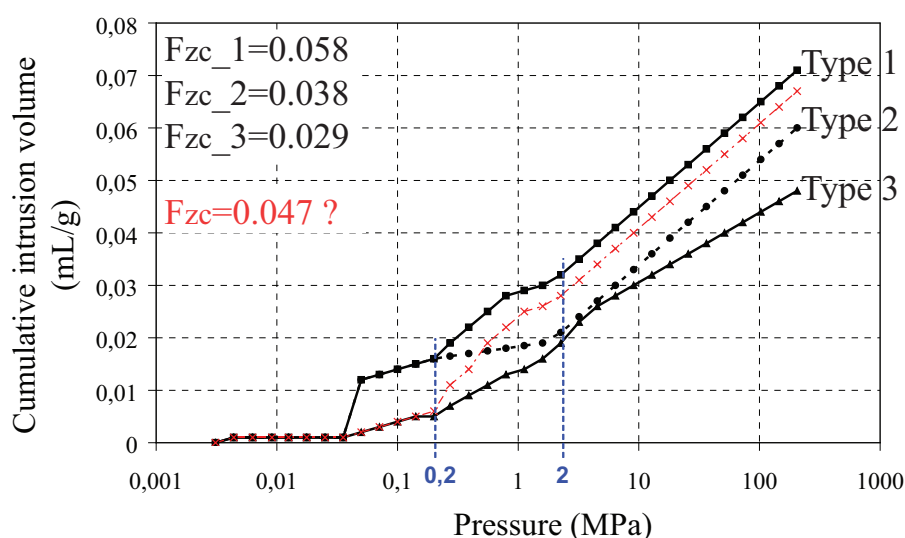


FIGURE 3.28: Exemple de courbes de porosimétrie illustrant différentes valeurs du facteur de zone critique.

additions qui pourraient être introduites dans les formulations. Ainsi, l'analyse d'échantillons gâchés et portés à la température de 350°C permettrait d'avoir une idée quant à la résistance par rapport à un essai au chalumeau. Par ailleurs, la démarche consistant à porter à 350°C des échantillons avant de les analyser peut être appliquée pour d'autres types de béton. Ceci permettrait peut-être de calculer un nouveau facteur de zone critique plus général qui tiendrait compte de la taille des granulats ou du rapport E/C par exemple.

3.2.3 Conclusions

Les résultats exhibant les courbes de volume injecté en fonction de diamètre de pores peuvent être critiqués étant donné le modèle de pores cylindriques utilisé pour calculer le diamètre. Nous avons donc pris le parti de ne représenter les courbes qu'avec les pressions d'injection, en se contentant de donner parfois le rayon des pores qu'on obtiendrait avec le modèle. Nous avons ici montré que notre méthode de prélèvement par sciage ne semblait pas impacter les résultats de porosimétrie. En outre, la température de sollicitation thermique choisie qui est de 350°C, est justifiée dans la partie sur l'analyse de l'évolution de la porosité avec la température. Celle-ci montre qu'à cette température apparaît un nouveau domaine poral compris entre 0.2 MPa et 1 MPa qui pourrait jouer un rôle dans la résistance au feu.

L'analyse des porosités des différentes formulations a montré que la simple valeur de la porosité totale ne suffit pas à caractériser la résistance au feu d'une formulation. Nous avons donc utilisé les courbes de volume de mercure injecté cumulé pour définir un facteur de zone critique (F_{zc}). Il montre l'importance du domaine situé entre 0.2 MPa et 2 MPa dans la résistance au feu des formulations de béton. Le calcul de F_{zc} pour chaque formulation testée a permis de dégager une limite comprise entre 0.04 mL.MPa/g et 0.045 mL.MPa/g en dessous de laquelle les formulations correspondantes seraient sensibles aux instabilités thermiques et au dessus, insensibles. Nous avons insisté sur le caractère très particulier de ce facteur F_{zc} , dans le sens où le seuil identifié n'a été testé que pour du BCV® et qu'il paraît délicat de l'extrapoler à tous les BFUP.

Conclusions sur la partie 1

Cette deuxième partie a traité de l'instabilité thermique, en tentant d'apporter des éléments de compréhension sur la tenue au feu des BFUP.

Tout d'abord, en utilisant un essai simple au chalumeau, nous avons pu différencier les formulations susceptibles de résister au feu de celles qui ne résistent pas. A noter, que par abus de langage, nous parlons de formulations "résistantes au feu", les formulations qui ont terminé avec succès l'essai au chalumeau, bien que ce dernier ne corresponde pas totalement à une courbe normalisée habituellement utilisée pour modéliser un feu (principalement concernant la durée de l'essai).

Ceci nous a permis de créer une base de données, point de départ des études à l'échelle microscopique.

De façon simplifiée, cette base de données est constituée :

- de formulations BCV[®] avec fibres acryliques inefficaces face à la haute température
- de formulations BCV[®] avec fibres de polypropylène efficaces face à la haute température et dans une moindre mesure de fibres de polyéthylène également efficaces
- de formulations BCV[®] avec fibres de polyvinyl alcool, efficaces à un dosage relativement élevé
- de formulations BCV[®] avec des additions diverses, dont l'investigation plus détaillée n'a pas été réalisée

Ces études ont utilisé les moyens performants que l'on peut trouver dans ce domaine, à savoir le microscope électronique à balayage et la porosimétrie au mercure.

L'observation au microscope a révélé des comportements réellement différents entre les fibres synthétiques de la base de données, qui expliquent en grande partie l'efficacité ou l'inefficacité des formulations les comportant.

Notamment, le caractère hydrophobe ou hydrophile des fibres semble essentiel lors de l'hydratation du ciment. Il conditionne l'interface fibre/pâte pour la suite du comportement au feu du béton. Dans le cas des fibres acryliques, le MEB a permis de montrer l'apparition d'un dépôt correspondant à une couche externe de la fibre, empêchant la bonne exploitation du volume de pore libéré.

A contrario, pour les autres fibres synthétiques, ce dépôt n'existe pas et l'exploitation du volume libéré est alors facilitée. Entre les fibres PP, PE ou PVA, la différence se situe sur la manière dont disparaît le matériau. Si pour le PP et le PE, la phase de fusion existe, cela

ne semble pas être le cas pour le PVA, qui se dégrade en restant toujours sous forme solide, ce qui empêche la bonne évacuation de la fibre. Enfin entre le PP et le PE, il semble que la viscosité à l'état liquide soit la principale différence qui permet d'expliquer la plus grande efficacité du PP par rapport au PE, bien que ce dernier ait une température de fusion plus faible. Une fois ces observations effectuées, l'impact de ces remarques a pu être vérifié sur l'analyse porosimétrique du matériau.

A travers la porosimétrie au mercure nous avons montré que le paramètre seul de porosité total n'est pas suffisant pour caractériser une formulation par rapport à sa tenue au feu. Nous avons donc utilisé les courbes d'intrusion de volume incrémental et cumulé de mercure afin d'en tirer des remarques. Nous avons mis en évidence l'importance d'un domaine poral pour la tenue au feu, libéré lors de la fonte des fibres. Ce domaine est compris entre une pression d'injection de mercure de 0.2 MPa et de 2 MPa. Si nous considérons un modèle de pores cylindriques, cela correspondrait à un domaine de diamètre de pores compris entre 0.6 μm et 6.0 μm . La définition d'un facteur, appelé "facteur de zone critique" (F_{zc}) a été effectuée. Ce facteur consiste à calculer l'aire située sous la courbe entre les bornes de l'intervalle de pression d'injection cité précédemment. Ce facteur a permis de différencier les formulations testées résistantes au feu de celles qui ne le sont pas. La limite pour cette distinction se situe entre 0.04 mL.MPa/g et 0.045 mL.MPa/g.

Enfin, l'élaboration de ce facteur de zone critique F_{zc} se base sur l'essai au chalumeau qui peut sembler simple. Il reste néanmoins intéressant pour différencier rapidement des formulations quant à leur résistance au feu. Il faudrait donc maintenant s'assurer à l'aide d'un essai proche d'un incendie réel que nos hypothèses sont bonnes.

Cette deuxième partie a traité des instabilités thermiques qui ne sont pas forcément en lien avec la résistance mécanique du matériau. Nous pouvons imaginer une structure mécaniquement résistante mais qui éclate sous l'effet de la température, ce qui peut être préjudiciable pour les personnes à proximité. Inversement, une structure qui n'éclate pas peut ne pas résister mécaniquement à l'augmentation de la température. Ces deux phénomènes découplés montrent qu'il est nécessaire de connaître l'évolution des caractéristiques mécaniques du matériau avec la température. Ceci fait l'objet de la partie suivante.

Deuxième partie

Caractérisations mécaniques à haute température du BCV®

Nous avons vu dans la première partie l'instabilité thermique à laquelle est sujet le matériau BCV[®] si on ne met en place aucune disposition. Nous avons montré que l'ajout de fibres synthétiques permet de diminuer fortement l'instabilité thermique. La présente partie a pour but de caractériser mécaniquement ces nouvelles formulations qui intègrent une solution vis-à-vis de l'éclatement ou de l'écaillage à haute température. Nous voulons connaître quel est l'impact de l'ajout d'additions synthétiques en terme de comportement et de résistance à la compression simple ou de résistance en traction par flexion sous sollicitation thermique.

Le chapitre portant sur la bibliographie (chap. 1) a montré que beaucoup d'essais de caractérisations mécaniques ont été effectués afin d'obtenir les caractéristiques résiduelles des bétons, qu'ils soient ordinaires ou à hautes performances. Dans la présente étude, les essais mécaniques seront réalisés à chaud sur un béton fibré à ultra hautes performances, le BCV[®] et ses différentes formulations.

Nous présentons tout d'abord dans le chapitre 4 le programme expérimental et le matériel permettant de réaliser de tels essais. Le chapitre 5 traite des essais préliminaires effectués permettant de caractériser l'homogénéité de la température dans l'échantillon et de calculer le module d'Young. Par la suite, nous présentons au chapitre 6 les résultats des essais de compression simple à haute température et ceux de traction par flexion 4 points au chapitre 7.

4.1 Présentation du dispositif expérimental

L'installation à haute température est constituée d'une machine d'essais mécaniques, d'un four, d'un système de refroidissement des éléments de chargement et d'un dispositif d'extensométrie. La machine d'essais mécanique est une presse électromécanique Zwick Z400E d'une capacité de 400 kN avec une possibilité de pilotage en vitesse jusqu'à 250 mm/min et une précision de $3/100^{\text{ème}}$ de μm . Elle est couplée à un four de marque Pyrox de température maximale de 1500°C. Les dimensions de la chambre du four sont : 24x24x15 cm (LxpH). La figure 4.1 montre le four en position fermée. Une fois la position ouverte atteinte, le four peut reculer grâce à un système de roulements et de rails, ceci permet d'avoir une plus grande liberté de mouvement lors de la mise en place de l'échantillon. Les parois du four sont assez épaisses (de l'ordre de 15 cm, voir figure 4.2) afin de limiter les déperditions thermiques et d'assurer une sécurité concernant la présence éventuelle de personnes près du four lors d'un essai. Cette figure montre également les tringles métalliques, indispensables pour supporter l'ensemble des pièces supérieures isolantes, le temps d'effectuer le changement d'échantillon. Le système de chargement est constitué d'un empilement de différentes pièces métalliques et céramiques constituées de matériaux réfractaires. Un fourreau en céramique permet de protéger cet empilement du rayonnement direct du four (figure 4.3). Il résulte de cet empilement de pièces que le système de chargement ne peut être sollicité qu'en compression, permettant ainsi des essais de compression simple ou de flexion. D'autre part cet empilement est rigide et aucun rotulage n'est prévu à haute température. Cette réalité aura des conséquences sur la qualité de préparation des éprouvettes. Afin de mesurer la déformation de l'échantillon, un système de mesure de déplacement relatif par capteurs LVDT est en place. Puisque les essais se font à haute température, il est nécessaire de placer les capteurs LVDT à l'extérieur de l'enceinte du four. Le dispositif consiste alors à reporter le déplacement relatif du plateau supérieur par rapport au déplacement du plateau inférieur vers les capteurs LVDT. Pour ce faire, un anneau fixé ("anneau guide" sur le schéma) sur la partie basse de la presse guide



FIGURE 4.1: Vue du dispositif expérimental haute température, en position fermée.

4 tiges d'alumine. Deux d'entre elles, diamétralement opposées, sont fixées entre le plateau inférieur (correspondant à la base du corps d'épreuve) et un anneau support, libre en translation verticale ("anneau support" sur le schéma). Cet anneau est donc suspendu par ces deux premières tiges. Les deux autres tiges, également diamétralement opposées, reposent sur deux LVDT, de 4 mm de course, fixés sur l'anneau support et palpent le plateau supérieur mobile de la presse (l'illustration de la configuration est visible sur la figure 4.3).

L'acquisition des déplacements est automatisée grâce à une interface permettant d'enregistrer de façon régulière les valeurs à l'aide du logiciel testXpert, livré avec la presse et complètement personnalisable.

Pour compléter le dispositif expérimental, un bloc de commande, visible sur la figure 4.4, permet d'asservir en température le four. Enfin un système de refroidissement à l'eau permet de refroidir les plateaux supérieur et inférieur de la presse, extérieurs au four. Le programmeur associé au bloc de commande est très facile d'utilisation et permet de créer une large gamme de cycles thermiques en contrôlant notamment les vitesses de montée en température mais également de contrôler le refroidissement. Ce dernier permet d'éviter un gradient inverse trop important entre l'enceinte du four et les éléments de la presse extérieurs au four. Cependant, en dessous de 220°C environ, l'inertie du four est telle que le refroidissement devient suffisamment lent pour ne plus avoir à le contrôler.

4.2 Matériaux de l'étude

L'étude porte ici sur la composition de référence du BCV[®] (notée CSF) présentée dans le tableau 1.4 ainsi que sur ses variantes. Le tableau 2.5 du chapitre 2 rassemblait les fibres et dosages retenus à l'issue de l'essai au chalumeau. Dans le tableau 4.1 nous retrouvons les compositions finales prenant en compte les fibres retenues, le nom des échantillons ainsi que

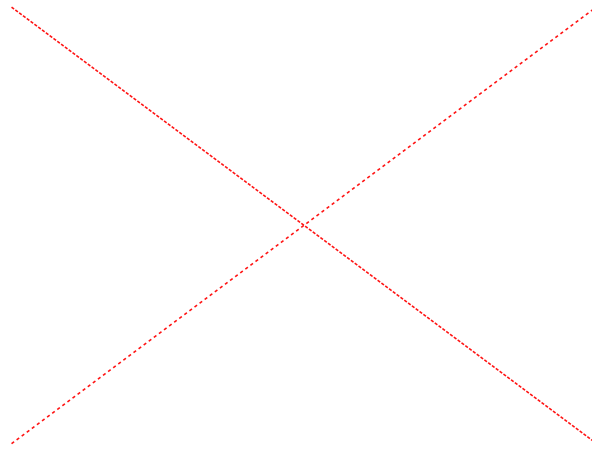


FIGURE 4.2: Vue détaillée de l'intérieur du dispositif expérimental haute température.

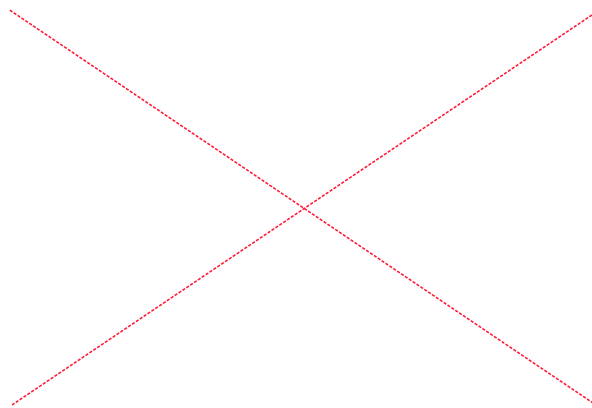


FIGURE 4.3: Schéma des éléments composant le dispositif expérimental haute température.



FIGURE 4.4: Vue du bloc de commande du four.

les caractéristiques du béton à l'état frais : étalement au mini-cône et air occlus, pour cette étude mécanique.

Au total nous avons retenu pour l'étude jusqu'à 10 formulations différentes. Le matériau de base CSF est la formule béton + fibres métalliques. Les autres formulations comportent en plus d'autres fibres, synthétiques ou non (cas de la cellulose et du basalte). Les références en italiques concernent les formules étudiées à la fois à la compression simple et à la flexion.

Référence	Type de fibre	Dosage $kg.m^{-3}$	Étalement mm	Air occlus $\%$	Masse volumique $kg.m^{-3}$
<i>CSF</i>	FM	158	335	2	2416
<i>CSPP6_18_600</i>	FM* et PP	2.46	236	6.4	2312
<i>CSPP6_18_800</i>		3.27	187	5.6	2316
<i>CSPP12_50_300</i>	FM* et PP	3.4	200	5.9	2320
<i>CSPP12_50_400</i>		4.5	205	11	2204
<i>CSPVA6_40_500</i>	FM* et PVA	6.5	255	5.7	2325
<i>CSPE4.6_20_600</i>	FM* et PE	2.81	285	3.2	2408
<i>CSPE4.6_20_800</i>		3.75	300	3.4	2380
<i>CSC0.9_20_1400</i>	FM* et C	5	258	2.9	2396
<i>CSB6.35_9_1480</i>	FM* et Basalte	6	295	2.85	2415

* : mêmes fibres métalliques et même dosage que pour la formule CSF

TABLE 4.1: Formulations des bétons pour les essais mécaniques à haute température.

4.3 Confection et conservation des échantillons

La confection des échantillons s'est faite dans un malaxeur 10L à train épicycloïdal 3 vitesses, en suivant les étapes suivantes :

1. Pré-mélange des constituants secs (et fibres synthétiques le cas échéant) pendant 1 minute à une vitesse de niveau 1
2. Ajout de l'eau à une vitesse de niveau 1
3. Addition des fibres métalliques au temps de virage, mélange à une vitesse de niveau 2 pendant 3 minutes
4. Raclage du bol
5. Mélange pendant 3 minutes à une vitesse de niveau 2

L'air entraîné est déterminée à l'aide d'un aéromètre [8], la masse volumique du matériau est calculée en pesant un volume connu de matériau frais [7], et son étalement est mesuré à l'aide d'un mini-cône [6]. Suite à cela le béton est coulé dans les moules métalliques correspondant aux essais mécaniques à réaliser. Étant données les dimensions de la chambre du four de la presse, les échantillons sont de petite taille :

- Pour les essais de compression simple, de longues discussions ont été menées pour savoir quel genre d'échantillons nous pouvions tester. Les dimensions utiles de l'installation existante imposaient une hauteur maximale de 65 mm. En ce qui concerne la géométrie des éprouvettes, notre choix s'est porté sur des éprouvettes cylindriques plus adaptées aux essais de compression simple. Ensuite, il nous tenait à cœur de tester des cylindres d'éclatement le plus proche de 2 afin de limiter les effets de fretage, au contact échantillon/presse. Selon cette règle, il aurait fallu prendre des éprouvettes d'un diamètre 32 mm, ce qui rendait

le coulage délicat en particulier avec les formulations contenant des fibres. C'est pourquoi des éprouvettes de diamètre 40 mm ont finalement été retenues, ce qui correspond à un élanement de 1.58.

- Pour les essais de flexion, les contraintes dimensionnelles du four imposaient de couler des barreaux carrés de 25 mm de côté et de 160 mm de longueur. Cette faible dimension force l'orientation des fibres longitudinalement lors de la confection. Ceci permet d'exploiter les fibres de façon optimale. Il en résulte de ce fait que les résultats sont probablement majorés, mais cela n'est pas gênant car ce sont essentiellement les variations relatives des caractéristiques mécaniques qui nous intéressent.

Par la suite, le démoulage s'effectue 24h après la confection, et les éprouvettes sont placées dans une salle à ambiance contrôlée (20°C, 30%HR) pour la cure.

L'âge des échantillons à la réalisation des essais à haute température a également fait l'objet d'une réflexion. Les essais à haute température sont longs essentiellement à cause des conditionnements thermiques antérieur et ultérieur à l'essai mécanique lui-même. Il n'est donc pas possible de réaliser plus d'un ou deux essais par jour ce qui signifie une durée de l'ordre de deux mois et demi pour toute la campagne expérimentale. Pour limiter cette variabilité liée à l'âge du béton, nous avons pris le parti de réaliser les essais à un âge où les caractéristiques du matériau varient faiblement avec le temps. La cure a donc duré trois mois avant l'essai mécanique. De ce fait, nous estimons que les résultats des essais sont comparables entre le premier et le dernier essai à haute température d'une même formulation.

4.4 Essais réalisés

Les essais réalisés se partagent en deux catégories. La première concerne les essais effectués pour vérifier certaines hypothèses utilisées lors des essais à haute température, ce sont des essais préliminaires de mise au point et de vérification. La deuxième catégorie regroupe les essais à haute température à proprement parler, destinés à caractériser le comportement des matériaux des différentes formulations.

Dans les essais préliminaires nous nous attachons d'abord à vérifier l'homogénéité du champ de température dans les éprouvettes. Ensuite nous voulons nous assurer que les déformations du matériau mesurées à partir des capteurs LVDT permettent bien de remonter aux caractéristiques du matériau, en particulier le module d'élasticité E . Pour ce faire, une comparaison avec les mesures de jauges de déformation effectuées simultanément est réalisée. Après ces essais de mise au point une campagne d'essais de compression simple et de flexion 4 points "à chaud" est menée à différentes températures.

Essais préliminaires de validation du dispositif expérimental

Comme il a été évoqué précédemment, ces essais ont pour but de valider les expérimentations et la chaîne de mesure. Dans un premier temps, nous avons voulu vérifier l'homogénéité de la température dans l'échantillon. L'objectif des essais mécaniques étant de caractériser le matériau en lui-même, il est important de s'affranchir d'éventuels effets structurels tels qu'un gradient de température. Dans un deuxième temps, une corrélation entre le calcul de déformation issu des mesures fournies par les LVDT et celles de jauges de déformation permet de valider la mesure du module d'Young réalisée par les LVDT afin de pouvoir suivre son évolution avec la température.

5.1 Caractérisation de l'homogénéité thermique des échantillons

Afin de vérifier l'homogénéité de la température dans les éprouvettes au cours des essais à haute température nous avons utilisé deux méthodes : une démarche expérimentale et une approche par simulation numérique. Nous allons maintenant exposer successivement les démarches et les résultats obtenus.

5.1.1 Caractérisation expérimentale

5.1.1.1 Présentation des essais

Les essais sont effectués sur deux éprouvettes avec la composition de référence CSF. Pour chaque échantillon, un thermocouple est placé au centre du moule en Plexiglas[®] en perforant la paroi de ce dernier. Après avoir coulé le béton et décoffré, nous obtenons ainsi deux éprouvettes munies chacune d'un thermocouple placé en son centre que nous appellerons par la suite thermocouple "coeur". Cette manipulation n'ayant pas pour but de charger l'échan-

Ordre	Température d'essai °C	N° Échantillon
1	200	1
2	550	1
3	300	1
4	200	1
5	550	1
6	400	2
7	200	2

TABLE 5.1: Historique des températures cibles et des échantillons associés pour la caractérisation d'homogénéité thermique de l'échantillon.

tillon pour le mener à la rupture, le surfaçage réalisé et le parallélisme des faces ne sont pas aussi bons que ce qu'ils le seront pour les essais de compression (voir paragraphe 6.1).

La cure des éprouvettes s'est déroulée dans la même salle à ambiance contrôlée que pour les éprouvettes à destination des essais mécaniques. La durée de la cure a été réduite à 28 jours car nous estimons que l'évolution de résistance qui existe entre 28 jours et 90 jours n'influence que peu les caractéristiques thermiques du béton. Une fois cette cure terminée, nous avons placé l'éprouvette dans le four de l'installation haute température entre les plateaux de la presse. Pour bien simuler les conditions thermiques des échantillons au cours des essais de compression, une précharge constante de 1kN est appliquée en réalisant un asservissement en force. Ainsi un contact permanent est assuré entre les faces de l'éprouvette et les plateaux de compression de la presse.

L'essai consiste à réaliser le cycle thermique de conditionnement des éprouvettes au cours des essais de compression et à mesurer l'évolution de la température au cœur de l'éprouvette. Le cycle thermique d'un essai mécanique consiste en l'application d'une vitesse de montée en température de 200°C/h (3,3°C/min), jusqu'à la température cible, au maintien de cette température constante pendant 2 heures, puis au refroidissement de l'ensemble de façon contrôlée à la température de 150°C/h (2,5°C/min). Pour cet essai de validation, nous nous intéressons exclusivement à savoir quelle est l'homogénéité de la température à l'issue d'un palier de 2h. Ainsi nous ne présentons pas la phase de refroidissement, et le palier de température constante sera supérieur à 2h dans les cas où la température à cœur reste éloignée de la température de consigne du four.

En plus du "cœur" de l'éprouvette, la température est mesurée par le thermocouple de contrôle du four lui-même, intitulé thermocouple "four".

Les températures cibles retenues sont les suivantes : 200°C, 300°C, 400°C et 550°C. La justification du choix de ces températures fera l'objet du paragraphe 6.2. L'histoire thermique des essais sera intéressante à analyser, c'est pourquoi nous donnons dans le tableau 5.1 l'ordre des mesures réalisées. De ce tableau nous pouvons noter qu'il existe trois températures cibles de 200°C, permettant de vérifier si l'évolution de la température dans l'échantillon dépend de l'histoire thermique (essais 1 et 2), ou du coulage (essais 1 et 7). Enfin, la température de 400°C a été choisie après avoir observé une tendance particulière autour de cette température qui sera montrée par la suite.

Par ailleurs, afin de vérifier la cohérence des valeurs de températures mesurées par les différents thermocouples, nous avons placé le thermocouple "cœur" au centre de l'enceinte du four et réalisé une montée en température jusqu'à 550°C à la vitesse de 200°C/h.

Nous avons reporté sur la figure 5.1 les mesures des deux thermocouples en fonction du temps

pour la température cible de 550°C. Il apparaît dans cet essai que les mesures des deux thermocouples ("coeur" et "four") sont proches avec un écart maximum de 11°C pour une température inférieure à 200°C, et une divergence de 7°C une fois le palier de 550°C atteint.

5.1.1.2 Résultats expérimentaux des mesures de température au cœur de l'échantillon

Sur la figure 5.2 nous avons représenté l'évolution des températures "four" et "coeur" pour les températures cibles de 200°C, 300°C, 400°C et 550°C. Sur le graphique est reporté l'écart de température relevé au bout de 2 heures de palier à la température cible. Nous avons noté un écart de -20°C à 200°C, de -10°C à 300°C, de -4°C à 400°C et de +10°C à 550°C. Ainsi, plus la température cible est basse et plus la convergence de la température "coeur" vers la température "four" est lente. En particulier, pour la température cible de 200°C, même après 5 heures de palier, l'écart reste encore de 10°C environ. Ces différences de convergence peuvent peut-être s'expliquer par la grande inertie opposée par tout l'environnement de l'éprouvette (en particulier l'empilement des pièces isolantes) au début du chauffage. Par ailleurs l'écart positif de +10°C à 550°C est probablement dû à l'observation faite dans le paragraphe précédent, où nous avons vu qu'un écart de +7°C entre les deux thermocouples existe. Quoiqu'il en soit les écarts obtenus restent raisonnables et de l'ordre de 10°C. En revanche pour mieux estimer l'homogénéité de la température au sein de l'échantillon, nous avons réalisé une simulation numérique, présentée dans le paragraphe 5.1.2.

Influence de l'histoire thermique des éprouvettes

Nous avons voulu voir si un traitement thermique préalable avait un effet sur la courbe d'élévation en température du matériau, du fait, par exemple, de l'évaporation de l'eau libre. Nous avons alors effectué les essais 1, 4 et 7, c'est-à-dire qu'après avoir effectué des essais aux températures cibles de 550°C puis 300°C sur l'échantillon 1, et de 400°C pour l'échantillon 2, nous les avons soumis à une température cible de 200°C. Nous pouvons voir sur la figure 5.3 la comparaison des résultats obtenus avec ceux de l'éprouvette 1 vierge portée à 200°C (voir figure).

Les échantillons qui ont été préalablement chauffés manifestent une température légèrement supérieure à celle de l'éprouvette vierge mais celle-ci n'est pas significative. Nous pouvons alors conclure que jusqu'à une température de 550°C, les effets de chauffage impactent peu les propriétés thermiques, ou bien que ces effets sont réversibles. En outre, nous voyons également que deux coulages différents fournissent des éprouvettes thermiquement équivalentes.

5.1.2 Simulation numérique

5.1.2.1 Présentation du modèle

Afin de mieux comprendre les paramètres régissant les éventuelles hétérogénéités thermiques dans l'échantillon, nous avons fait une modélisation numérique par éléments finis du chauffage de l'éprouvette.

Le calcul a été réalisé à l'aide du code de calcul par éléments finis Cast3M. La condition de

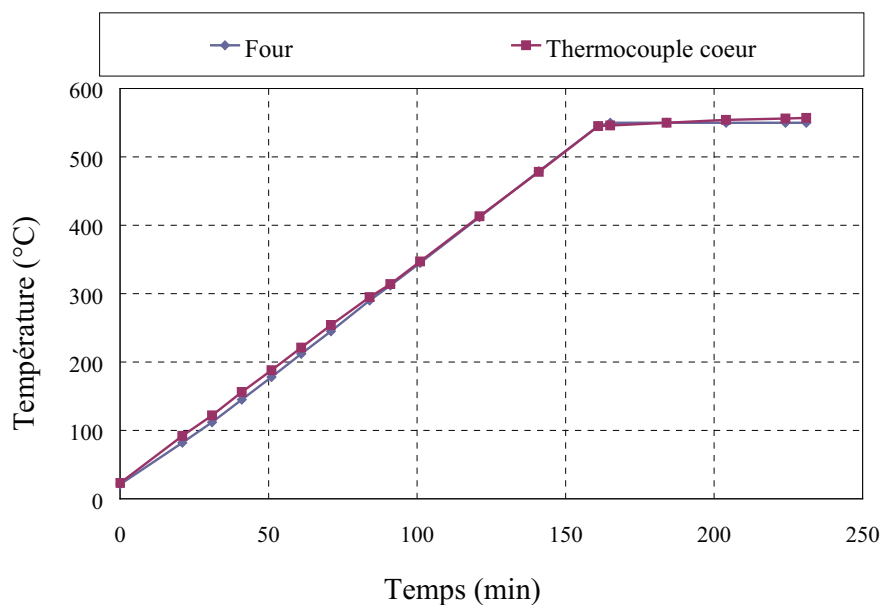


FIGURE 5.1: Comparaisons des mesures des thermocouples au cours de l'essai de contrôle à 550°C.

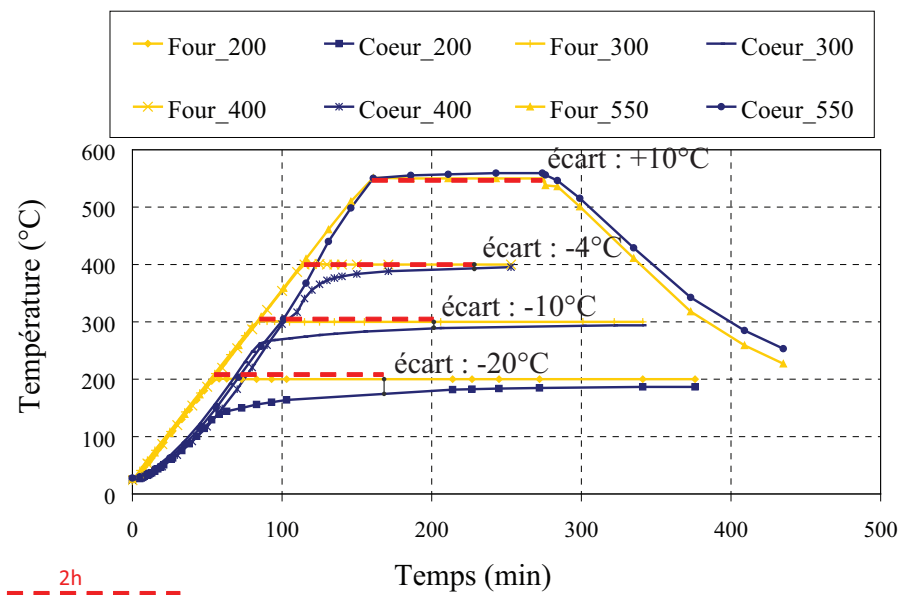


FIGURE 5.2: Récapitulatif des mesures de température au cœur de l'échantillon : $Température(Temps)$.

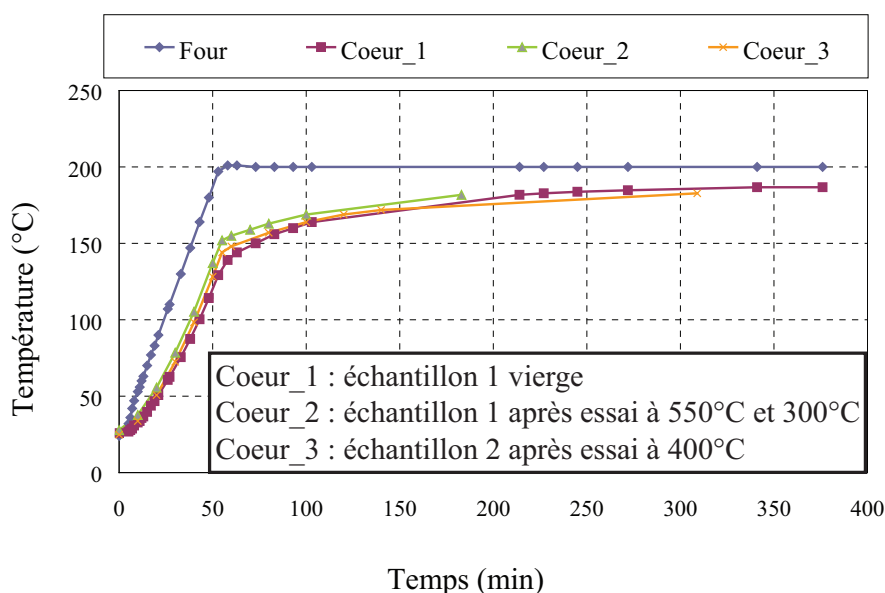


FIGURE 5.3: Récapitulatif des mesures de la température au cœur de l'échantillon, suivant l'histoire subie, pour la température cible de 200°C : $Température(Temps)$.

Condition à la limite	Modèle 1	Modèle 2
C.L. 1	flux nul	flux nul
C.L. 2	convection	convection
C.L. 3	conduction	convection

TABLE 5.2: Conditions aux limites appliquées pour chaque modèle.

chargement thermique a été considérée comme axisymétrique, et étant donné la géométrie cylindrique de l'éprouvette, le problème a été simplifié. Ainsi la modélisation a été effectuée en 2D, avec des éléments finis quadrangulaires 2D-axisymétriques. Le modèle géométrique considère un axe de symétrie de révolution sur toute la hauteur. Nous aurions également pu réduire le modèle de l'éprouvette à sa demi hauteur, mais le problème étant très simple cela n'a pas été considéré.

Une des difficultés de cette modélisation thermique réside dans le choix des conditions aux limites les plus réalistes à imposer au modèle. Sur l'axe de symétrie de révolution (C.L. 1) la condition de flux nul est évidente. Sur la face latérale de l'éprouvette (C.L. 2) nous avons choisi une condition de convection bien que du rayonnement soit également présent. Sur les faces supérieures et inférieures en contact avec les plateaux de compression en alumine (C. L. 3), l'incertitude sur les conditions limites réelles nous a amenés à en envisager deux types : une condition de conduction et une condition de convection. En effet, le parallélisme et l'état de surface de l'éprouvette n'étant pas parfaits, un film d'air pourrait exister entre le plateau et la surface de l'échantillon, entraînant un phénomène de convection. Les deux derniers types d'hypothèses pour la condition C.L. 3 correspondent alors à deux modèles résumés dans le tableau 5.2.

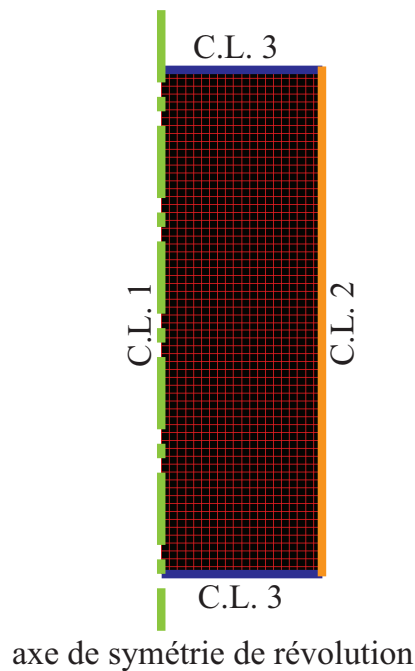


FIGURE 5.4: Vue du maillage du modèle et des conditions aux limites.

5.1.2.2 Choix des données numériques

Pour résoudre le problème, il est nécessaire d'entrer des valeurs pour les paramètres de masse volumique (ρ), conductivité thermique (λ), chaleur spécifique (C) et coefficient d'échange par convection (h). Hormis la masse volumique qui a été déterminée lors de la confection des éprouvettes, les autres valeurs sont issues de la bibliographie (chapitre 1). Ainsi nous obtenons les valeurs suivantes :

- $\rho=2324 \text{ kg/m}^3$
- $\lambda=2.5 \text{ W/(m.K)}$. La valeur considérée ici est plus faible que celle préconisée par l'AFGC, car nous nous sommes basés sur des données fournies par l'expérience de Sigma Béton.
- $C=880 \text{ J/(kg.K)}$. Ici également la valeur prise correspond plutôt à celle des bétons ordinaires, car nous avons trop peu de valeurs établies pour les BFUP.
- $h=6 \text{ W/(m}^2\text{.K)}$. Nous avons considéré ici l'échange comme naturel, s'exerçant sur une paroi verticale. La valeur retenue est rencontrée couramment dans la littérature

Il faut ajouter à ces paramètres présentés le choix des sollicitations imposées au niveau des conditions aux limites C.L. 2 et C.L. 3 (la condition C.L. 1 correspond à un flux nul) :

- pour C.L. 2, la condition imposée correspond à l'évolution donnée par le thermocouple du four. Cette condition sera notée "condition_limite_convection" dans les résultats.
- pour C.L. 3 (condition aux limites de conduction), comme nous ne disposons pas de l'acquisition de la température au niveau de la surface de contact entre l'éprouvette et le plateau, nous avons considéré une évolution de température de l'ordre de 10°C supérieure à celle donnée par le thermocouple à cœur. Cette sollicitation est notée "condition_limite_conduction" par la suite. Dans le cas de l'hypothèse de convection c'est à nouveau la sollicitation thermique correspondant à l'évolution donnée par le thermocouple du four qui est appliquée.

5.1.2.3 Résultats numériques

Nous donnons à la figure 5.5 les résultats des calculs correspondant aux modèles 1 et 2. Sur les deux graphiques, les courbes "Four_exp" et "Coeur_exp" correspondent aux valeurs mesurées expérimentalement, respectivement dans le four et au cœur de l'échantillon. Quant aux courbes "Surf_num" et "Coeur_num", elles correspondent aux valeurs issues du modèle numérique, calculées en un point, respectivement à mi hauteur de la surface latérale et au cœur, de l'éprouvette.

Quelque soit le modèle les valeurs numériques à cœur et à la surface sont confondues, et au bout des 2 heures de palier, les trois courbes "condition_limite_conduction", "Surf_num" et "Coeur_num" sont confondues avec la courbe "Coeur_exp". Nous pouvons d'ores et déjà noter que la conduction au sein de l'échantillon semble primordiale dans la répartition des températures, et que pour la taille de notre échantillon, l'homogénéité des températures est rapidement établie.

Pour le modèle 2, la seule condition de convection ne permet pas d'obtenir la même évolution à cœur, comparée à l'expérience. Ceci signifie que la condition de convection sur C.L. 3 n'est pas réaliste vis-à-vis de notre expérience, comme nous pouvions le pressentir. Nous avons donc confirmation que le contact entre l'échantillon et les plateaux est suffisamment bon pour que l'échange thermique se fasse par conduction. Sur le graphique, nous remarquons également que les courbes "Surf_num" et "Coeur_num", ce qui est synonyme d'homogénéité de la température dans l'échantillon. Certes nous n'avons pas représenté l'évolution numérique d'un point au niveau des faces en contact avec les plateaux mais le modèle 1 a montré que la conduction est suffisante pour que les températures soient identiques, en trois points bien distincts de l'échantillon, à l'issue du palier de 2 heures. Cela confirme également que la cinétique d'évolution dans le volume de l'éprouvette est supérieure à celle de la sollicitation thermique imposée par le four.

Cette étude numérique permet donc de confirmer le type d'échange par conduction entre l'éprouvette et les plateaux, ainsi que l'homogénéité de la température dans l'éprouvette.

5.1.3 Conclusions sur l'homogénéité de la température dans les échantillons

Les essais de mesures thermiques ont permis de montrer que les écarts de température entre le centre de l'éprouvette et la température de référence du four variaient de -20°C à $+10^{\circ}\text{C}$ lorsque la température cible de l'essai variait de 200°C à 550°C . Une partie des écarts semblent provenir du biais de mesure par thermocouple. L'étude numérique réalisée pour analyser ces écarts montre, d'une part, que l'échange thermique entre l'éprouvette et les plateaux de la presse se fait principalement par conduction, et d'autre part, que la conductivité thermique du matériau est suffisamment grande pour avoir très rapidement la même température entre la surface et le centre de l'éprouvette. Ceci permet de confirmer que notre hypothèse d'homogénéité de la température au sein de l'échantillon est fondée et qu'il subsiste malgré tout une différence comprise de l'ordre de -20°C à 200°C et -10°C à 300°C .

Par la suite, pour les essais mécaniques de compression simple et de flexion à haute température, les résultats seront donnés en fonction de la température de l'échantillon et non de la température de consigne cible.

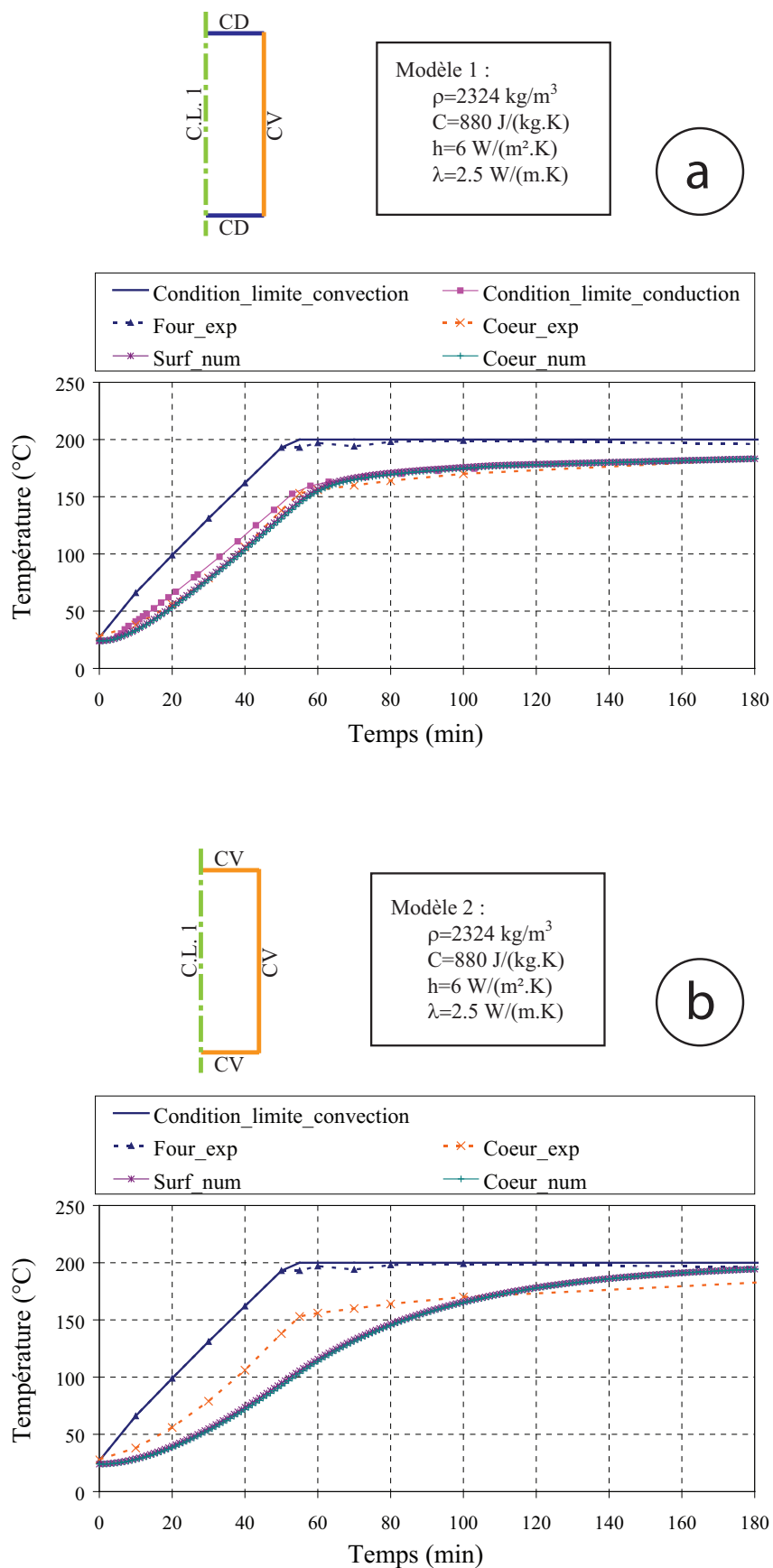


FIGURE 5.5: Résultats des évolutions des températures : (a) pour le modèle 1, et (b) pour le modèle 2 : $Température(Temps)$.

5.2 Corrélation entre la mesure des capteurs LVDT et celle des jauges de déformations

Dans cette étude nous souhaitons connaître l'évolution du module d'Young du matériau en fonction de la température. Ce module est obtenu en mesurant la pente du début de la courbe $\sigma - \epsilon$. La contrainte σ s'obtient en divisant simplement la force appliquée à l'instant t par la section initiale de l'éprouvette alors que la déformation ϵ est calculée en divisant par la hauteur initiale de l'éprouvette, le déplacement de la face supérieure de l'échantillon par rapport à sa face inférieure donné par la moyenne des capteurs LVDT. Malheureusement ce déplacement intègre des effets de contact dus aux interfaces éprouvette/pastilles en céramique qui, du fait de leur moindre rigidité, ont tendance à surévaluer la déformation calculée, ce qui aura pour conséquence de sous-estimer le module d'Young mesuré.

Or il n'est pas possible de procéder à des essais à des températures supérieures à 250 ° C avec des jauges de déformation collées sur l'échantillon, qui nous permettrait de calculer directement le module d'Young. Nous serons donc obligés de nous fier aux mesures des capteurs LVDT à haute température pour calculer le module d'Young, car seules ces mesures seront disponibles. Ce paragraphe vise alors à "qualifier" ces capteurs aux basses températures en effectuant en parallèle des mesures de déformations locales sur l'éprouvette à l'aide de jauges de déformations, et des mesures de déformation moyenne avec les capteurs LVDT. Grâce à cela, nous pourrions déterminer un moyen simple pour calculer le module d'Young directement à partir des capteurs LVDT.

5.2.1 Description de l'expérimentation

Nous avons recours à l'extensométrie par jauges de déformations qui permet d'effectuer des mesures locales de déformations sur des éprouvettes jusqu'à des températures de 250°C. Initialement les températures de 20°C et 200°C étaient ciblées.

Nous avons retenu des jauges de déformations de la marque Vishay, de type WD-DY-500BH-350, de taille relativement grande puisqu'elles font à peu près le 1/3 de la hauteur de l'éprouvette, ce qui permet de faire une mesure moyennée de la déformation de l'échantillon. Nous avons collé à mi hauteur de la surface latérale de chaque éprouvette 3 jauges parallèles à l'axe du cylindre, et faisant un angle de 120°C les unes par rapport aux autres (voir figure 5.6).

Le collage n'a pas été une opération aisée. La présence des fibres métalliques dans le matériau rend la surface assez rugueuse et les opérations de collage délicate. C'était aussi une première expérience pour nous. Ainsi, les mesures de certaines jauges manquent pour quelques figures, du fait qu'elles se sont décollées. Les acquisitions de données ont été effectuées à l'aide d'un pont d'extensométrie portatif équipé en conséquence.

5.2.2 Protocole

La formulation utilisée ici est la référence CSF. Le protocole consiste à charger de façon cyclique l'échantillon afin de mesurer le module sur le dernier cycle. Il y a au total quatre cycles de chargement/déchargement, et les caractéristiques sont données sur le tableau 5.3.

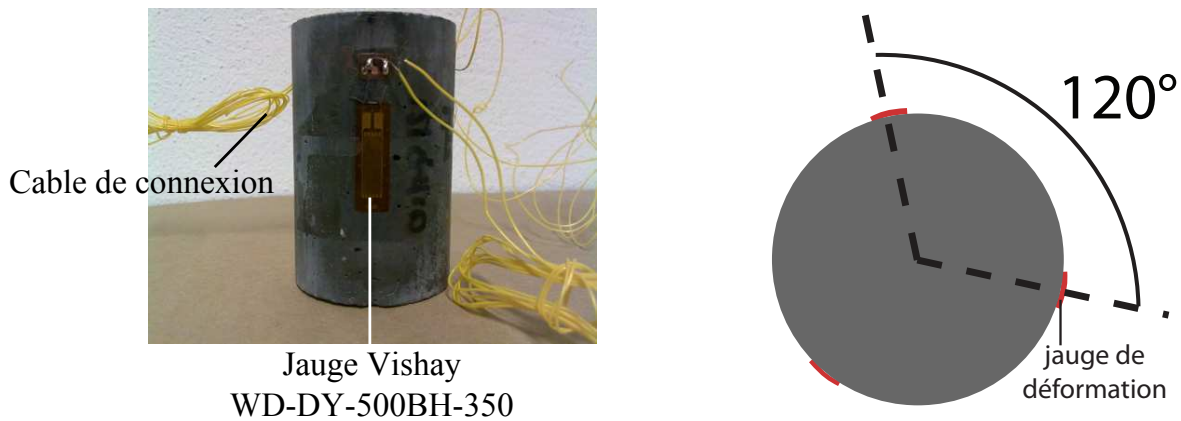


FIGURE 5.6: Implantations des jauges pour la mesure du module d'Young.

Paramètre	Unité	Valeur
Vitesse de chargement	mm/min	0.1
Charge maximale	% de la limite élastique du matériau	60
Palier à la charge maximale	s	10
Vitesse de déchargement	mm/min	1
Charge minimale	MPa	4

TABLE 5.3: Valeurs du protocole d'essai pour les mesures des modules d'Young.

5.2.3 Résultats

Nous présentons sur la figure 5.7 la réponse des jauges (et la moyenne) en (a) et une comparaison de la moyenne des capteurs LVDT avec celle des jauges en (b) pour les quatre essais réalisés, dans les phases de chargement uniquement. Les résultats montrent que les courbes des jauges sont proches les unes des autres, ce qui révèle une bonne homogénéité de la déformation dans l'échantillon. Il faut noter que le premier essai n'a subi que 3 cycles de chargement et le troisième essai a été effectué avec une vitesse de chargement de 1 mm/min. Cette dernière vitesse donne des résultats étranges puisqu'on peut voir clairement sur la courbe (a) de l'essai 3 un décalage apparaître à chaque nouveau cycle, tout en conservant la même pente. Nous n'avons pas d'explications précises pour ce phénomène, nous pouvons dire, en revanche, que la vitesse de 1 mm/min ne semble pas adaptée pour obtenir une bonne acquisition des déformations.

Sur les courbes en (b), nous pouvons voir qu'il y a une différence de pente entre les 2 courbes moyennes, celle des jauges étant logiquement plus grande. On observe également une courbure au début des chargements sur les acquisitions par LVDT. Ceci traduit la mise en place du système "pastille + éprouvette" qui ne se retrouve pas sur les courbes des jauges. Pour calculer le module d'Young par les LVDT, il est donc nécessaire de se situer en dehors de cette zone de mise en place. Dans tous les cas nous avons considéré une droite reliant une contrainte de 20 MPa et la contrainte maximale de l'essai, lors du dernier chargement. Quant au calcul du module d'Young par les jauges de déformations, il pose moins de problèmes car les courbes sont plus linéaires. Nous considérons cette fois une droite reliant une contrainte de 7 MPa et la contrainte maximale de l'essai, lors du dernier chargement. Les différentes valeurs obtenues sont reportées dans le tableau 5.4.

Nous pouvons noter que le module calculé varie de 38,1 GPa à 41,5 GPa environ pour les

Essai	Module d'Young moyen par les jauges <i>MPa</i>	Module d'Young moyen par les LVDT <i>MPa</i>	Ratio
1	41022	32892	0.80
2	41518	33200	0.80
3	38148	31972	0.84
4	40049	30468	0.76

TABLE 5.4: Modules d'Young moyens, calculés à partir des jauges et des capteurs LVDT.

jauges et de 30.5 GPa à 33.2 GPa environ pour les capteurs LVDT. Si l'on compare les modules obtenus par les jauges avec la valeur fournie dans la fiche d'identité du BCV[®] (module donné à E=44 GPa), on s'aperçoit que la mesure par jauges est en accord avec des mesures de caractérisation du BCV[®]. En effectuant le rapport des modules obtenus respectivement par LVDT et par jauges pour chacun des essais, le ratio varie de 0.76 à 0.84 avec une moyenne à 0.80.

Ce ratio est relativement constant mais montre qu'il est important de corriger la valeur du module d'Young calculée à partir des données des capteurs LVDT. Nous allons maintenant voir quelle approche nous proposons pour effectuer cette correction.

5.2.4 Correction de la mesure du module d'Young déterminé par les capteurs LVDT

Le paragraphe précédent a montré que les mesures effectuées par capteurs LVDT sont reproductibles puisque les valeurs obtenues varient peu. Nous allons maintenant modéliser les différentes raideurs que l'on a dans le dispositif expérimental. Nous faisons l'hypothèse que l'ensemble des éléments "disque en alumine supérieur, échantillon et disque en alumine inférieur" ont chacun une raideur que l'on place en série (voir la figure 5.8). Sur cette figure, nous distinguons le modèle I qui est une première simplification du montage expérimental. Nous pouvons noter l'attribution suivante des raideurs :

- k_1' : raideur symbolisant la pastille supérieure et l'interface de celle-ci avec l'éprouvette.
- k_1'' : raideur symbolisant la pastille inférieure et l'interface de celle-ci avec l'éprouvette.
- k_2 : raideur associée à l'éprouvette en BCV[®].

Pour simplifier encore le problème, nous rassemblons les deux raideurs k_1' et k_1'' en une seule, **k_1** , et nous obtenons le modèle II. Nous avons alors les raideurs suivantes :

- k_1 : raideur symbolisant tout ce qui n'est pas l'échantillon, c'est-à-dire les pastilles et les interfaces.
- k_2 : raideur associée à l'éprouvette en BCV[®].
- k : raideur symbolisant l'ensemble du système "échantillon+pastilles", prise en compte par les LVDT.

Reliées par la relation suivante :

$$\begin{aligned} \frac{1}{k} &= \frac{1}{k_1} + \frac{1}{k_2} \\ \Leftrightarrow k_1 &= \frac{k * k_2}{k_2 - k} \end{aligned} \quad (5.1)$$

Cette raideur k_1 peut être calculée pour les 4 essais effectués à température ambiante et présentés dans le paragraphe précédent. En effet, nous avons présenté les courbes " $\sigma - \epsilon$ " et les modules d'Young associés. Le calcul des raideurs est identique à celui du module d'Young

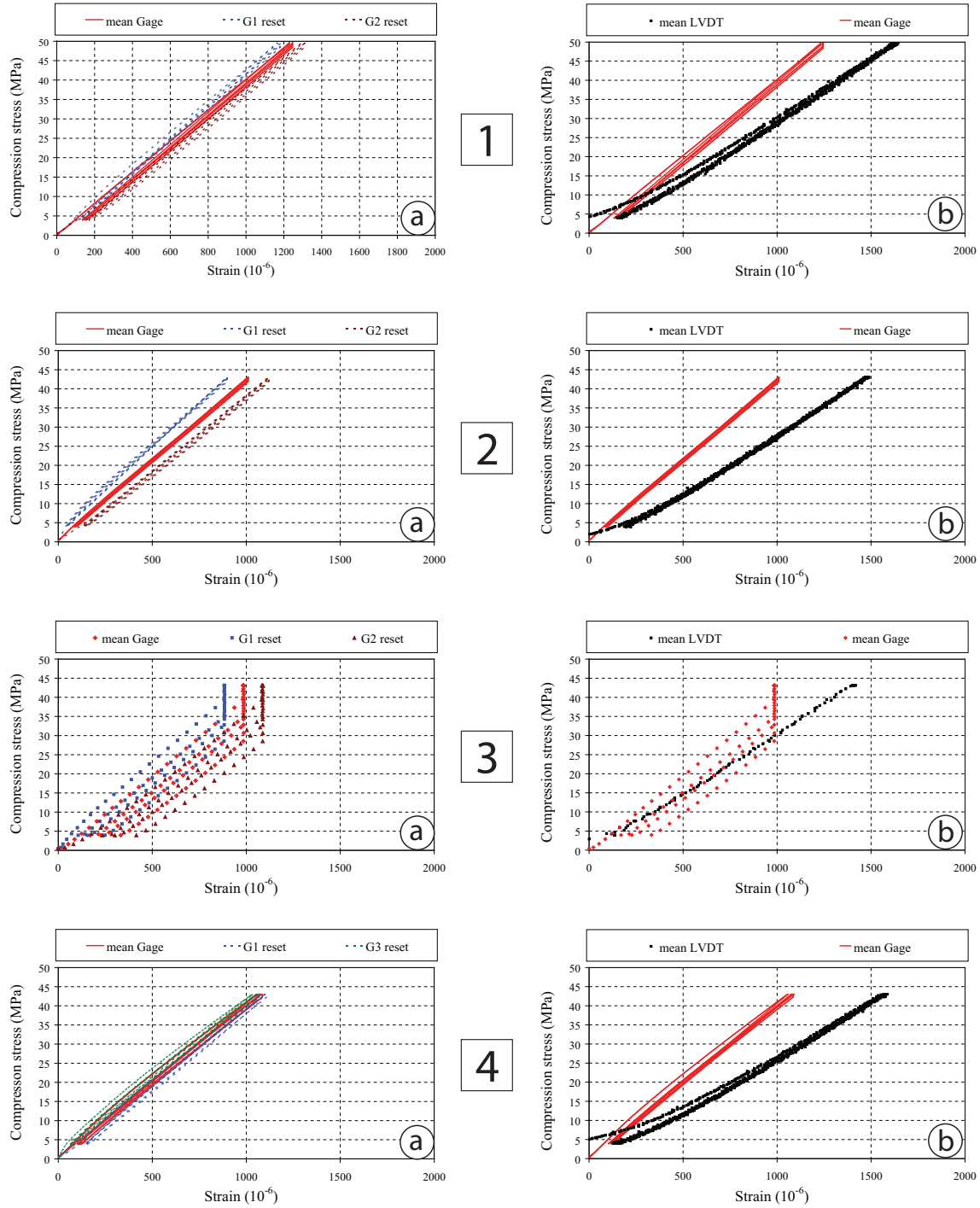


FIGURE 5.7: Courbes contraintes-déformations pour les 4 essais à température ambiante : (a) jauges, et (b) comparaison de la courbe moyenne des jauges avec celles des LVDT.

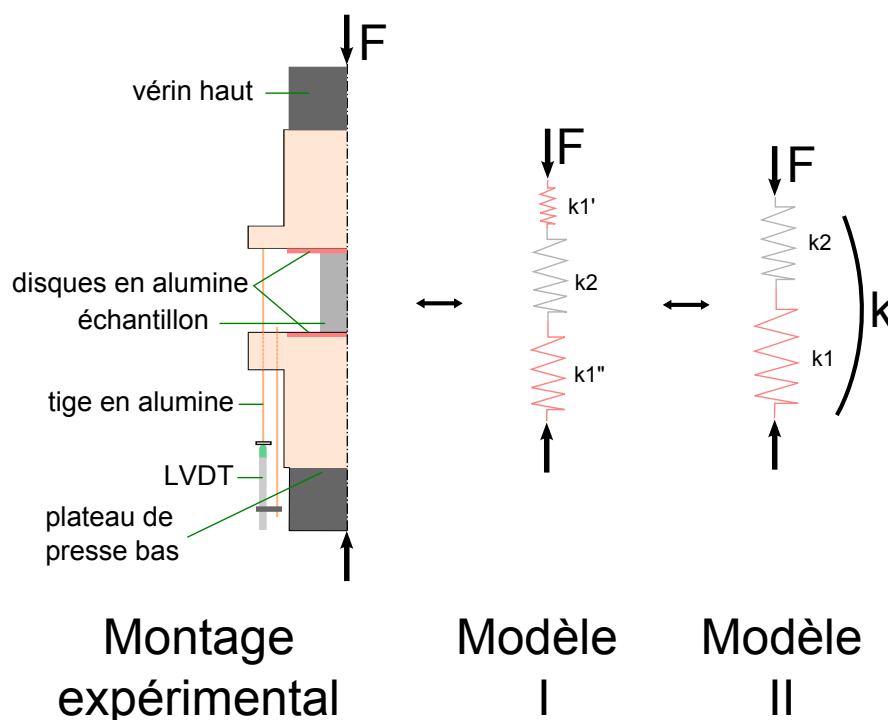


FIGURE 5.8: Décomposition des raideurs de l'essai de compression simple.

Essai	k kN/m	k_2 kN/m	k_1^* kN/m
1	649.7	821.7	3104.10
2	635.4	831.6	2692.57
3	630.6	764.1	3609.22
4	563.7	802.1	1896.61

* : déterminé à l'aide de la relation 5.1

TABLE 5.5: Raideurs k , k_1 et k_2 issues des 4 essais expérimentaux instrumentés effectués à température ambiante.

mais réalisé sur les courbes "force-déplacement" des essais. Ainsi k est calculé à partir des courbes moyennes des données issues des capteurs LVDT et k_2 est calculé à partir des courbes moyennes des données issues des jauges de déformation. Enfin, k_1 est déterminée à l'aide de la relation 5.1. Les valeurs obtenues pour les 4 essais effectués à température ambiante sont indiqués dans le tableau 5.5.

Nous pouvons remarquer que les résultats de k_1 sont plus variables que ceux concernant le module d'Young. Notamment, l'essai 3 ne semble pas adapté pour obtenir une valeur fiable du fait de sa vitesse plus élevée. Nous ne prenons donc pas en compte la valeur de k_1 associée à cet essai. De même nous éliminons la valeur la plus faible qui ne semble pas raisonnable. La moyenne que l'on obtient est alors : $k_{1moyen} = 2900 \text{ kN/m}$. C'est cette valeur que nous gardons en mémoire pour la suite et nous faisons l'hypothèse qu'elle n'évolue que peu par rapport à la raideur de l'échantillon. Ceci peut se justifier par le fait que l'alumine est un matériau bien plus rigide que le BCV[®] à température ambiante et qu'il est plus adapté aux hautes températures, ce qui laisse présager qu'il soit moins sensible, en terme de rigidité, à

une élévation de la température.

À titre d'exemple nous pouvons fournir cette même raideur k_1 calculé pour l'essai effectué à 200°C. Les résultats n'ont pas été présentés car la zone d'acquisition est très faible, et semble peu exploitable, cependant elle donne tout de même une indication sur l'évolution de k_1 . En considérant la même démarche que pour les essais à température ambiante, nous avons obtenu la valeur de $k_1 = 2800 \text{ kN/m}$. Elle est à comparer à $k_{1\text{moyen}} = 2900 \text{ kN/m}$. Notre hypothèse de constance du terme k_1 est alors justifiée.

Par ailleurs, si nous considérons E le module d'Young du BCV[®], S la section initiale de l'éprouvette, h sa hauteur, et k la raideur totale du système considéré, nous pouvons alors exprimer le module d'Young uniquement à partir de données connues issues des essais expérimentaux, de la façon suivante :

$$\begin{aligned} k_2 &= \frac{ES}{h} \\ \Leftrightarrow E &= \frac{h}{S} * \frac{k * k_{1\text{moyen}}}{k_{1\text{moyen}} - k} \end{aligned} \quad (5.2)$$

Dans cette formule 5.2, les paramètres h et S sont mesurés au début de l'essai et la raideur $k_{1\text{moyen}}$ est supposée constante. Quant à la valeur de k , nous rappelons qu'elle est issue de la mesure des capteurs LVDT.

Nous avons ainsi montré un moyen simple permettant d'ajuster le module d'Young initialement calculé par les données des capteurs LVDT. Pour la suite des résultats, le module d'Young sera calculé à partir de la formule 5.2 et avec la valeur $k_{1\text{moyen}} = 2900 \text{ kN/m}$.

Essais de compression simple à haute température

La résistance en compression simple f_c d'un béton est l'une de ses caractéristiques les plus importantes puisque sa dénomination contient explicitement la classe de résistance à laquelle il appartient. Il est donc important de savoir comment évolue cette caractéristique mécanique avec la température, d'autant que bon nombre d'études ont été faites sur les bétons ordinaires et à hautes performances mais très peu dans le domaine des BFUP. Ces essais de compression simple permettent de déterminer l'évolution du comportement du matériau avec la température, en particulier sa rigidité et sa ductilité, ainsi que le paramètre caractéristique de résistance f_c .

6.1 Préparation des échantillons

6.1.1 Confection et cure des échantillons

Nous avons vu dans la partie 4.3 que le choix de la géométrie des échantillons s'est porté sur des cylindres $\phi 40 \times 63$ (mm). Les premiers essais de compression simple pour caractériser le matériau à température ambiante ont été réalisés sur les éprouvettes confectionnées avec des moules pour coulis en Plexiglas® $\phi 40 \times 100$ (mm), dont l'ajustement à 63 mm est effectué après le démoulage par sciage et rectification. Afin d'obtenir des échantillons avec des faces latérales parfaitement cylindriques, ceci pour faciliter l'opération de rectification des faces en contact avec les plateaux de la presse, nous avons conçu un moule spécialement pour cette étude. Ce moule est un bloc métallique dans lequel on a usiné 3*5 trous de diamètre $\phi 40^{\pm 0.05}$ (mm). Plusieurs trous de petit diamètre le traversent à intervalles réguliers et permettent de le fixer sur son support pour les opérations de coulage et de vibration. L'usinage du moule a été particulièrement soigné afin de garantir une grande rectitude de leur surface latérale en vue des opérations de rectification. Deux vues de ce moule sont visibles sur la figure 6.1.

La phase de malaxage pour la confection des éprouvettes est identique à celle présentée dans le chapitre 4.3. Par la suite, le coulage s'effectue après avoir procédé aux essais de caractérisation du béton frais (masse volumique, air occlus, étalement) en introduisant du BCV® dans chaque trou du moule. Afin d'améliorer l'homogénéité du matériau, nous procédons à 5 chocs successifs du moule sur une table à chocs. Étant donné la variété des étalements obtenus, présentés dans le tableau 4.1, les formulations avec les étalements les plus faibles imposent d'ajouter 5 chocs supplémentaires pour obtenir une surface supérieure suffisamment plane. A posteriori la découpe verticale de certaines éprouvettes a montré que la répartition des fibres métalliques n'était pas strictement identique entre le haut et le bas de l'éprouvette. Cependant, cela n'a pas semblé gênant pour des essais de compression simple.

Après 24 heures dans le moule sous un film de polyane, pour éviter un dessèchement trop important, nous procédons au démoulage. Nous obtenons alors des éprouvettes parfaitement calibrées, dont le diamètre est $\phi 40$ (mm) et la hauteur 65 (mm), que nous plaçons en salle de cure.

Nous rappelons que les éprouvettes sont conservées dans une salle à ambiance contrôlée (20°C, 30%HR) pendant trois mois. Les opérations de rectification des éprouvettes ont lieu pendant cette période de conservation.

6.1.2 Rectification des échantillons

6.1.2.1 Dispositif de rectification

La rectifieuse utilisée permet de surfacier, une face à la fois, des éprouvettes de dimensions variant de $\phi 11 \times 22$ (cm) à $\phi 16 \times 32$ (cm). Puis, on retourne celles-ci pour rectifier la deuxième face. Après plusieurs passages, on obtient un état de surface satisfaisant. Étant donnée la taille de nos échantillons il a fallu adapter un dispositif avant de pouvoir utiliser cette rectifieuse. Nous avons fait fabriquer un porte-échantillon sur mesure pour nos éprouvettes, inspiré de celui utilisé pour les expérimentations sur la presse GIGA. Une vue de celui-ci est présentée sur la figure C.1 en annexe. Il est constitué d'une base cylindrique en acier, de diamètre 16 cm, et d'un étau, solidaire de la base par une vis, permettant de fixer l'échantillon.

L'idée principale est de retourner l'ensemble "étau+échantillon" de sorte que les contacts servant comme référence soient de l'acier usiné avec précision. Ce procédé de rectification nécessite tout de même d'avoir une surface latérale sans défaut pour que le contact éprouvette/porte-échantillon soit le plus propre possible, afin d'assurer un bon alignement entre l'axe de l'échantillon et celui de la meule. Des vues du porte-échantillon placé sur la rectifieuse sont données sur la figure C.2 en Annexe.

6.1.2.2 Contrôle de parallélisme

Grâce au moule métallique et au soin apporté lors du coulage, le parallélisme et l'état de surface de l'échantillon semblent très bon. Afin de vérifier cela, nous avons effectué une campagne de vérification du parallélisme des faces de l'éprouvette à l'aide de mesures faites avec un comparateur et un marbre. La figure 6.2 schématise le banc de mesure. Initialement nous posons l'échantillon sur le marbre, le comparateur posé sur le point "origine". Par la suite, nous pointons le comparateur en 8 points différents indiqués sur le schéma par translation de l'éprouvette. Initialement, les valeurs obtenues n'étaient pas admissibles (défaut de l'ordre de

500 μm), et ont jeté un doute sur la bonne fabrication du porte-échantillon. Après réflexion, nous avons déterminé que la cause principale de ce défaut venait du socle de la rectifieuse elle-même, qui était mal positionné. En effet, après un nettoyage poussé et un ajustement, nous avons fortement réduit les défauts. Les résultats des mesures sont indiquées dans le tableau 6.1. Afin de mieux se représenter les défauts de parallélisme, des vues en 3D issues des mesures effectuées sont présentées sur la figure 6.3.

6.1.3 Comparaison d'essais de compression entre notre dispositif expérimental et une presse à plateaux rotulés.

Pour contrôler si notre protocole de rectification donnait satisfaction avec le dispositif expérimental haute température (montage rigide), nous avons effectué des essais de compression sur cette presse. Ces essais sont comparés aux résultats obtenus lors d'essais réalisés sur une presse adaptée pour la compression simple du BCV[®], ayant des plateaux rotulés. Au total nous avons testé trois échantillons sur chaque presse pour chacune des formulations suivantes : CSF, CSPP6_18_800, CSPVA6_40_500 et CSC0.9_20_1400. Les éprouvettes ayant toutes subi le même procédé de rectification des surfaces. Pour ces essais nous avons uniquement comparé les efforts maximums obtenus, indicés F_{HT} pour la presse "haute température" et F_R pour la presse à plateaux rotulés. Nous avons ainsi obtenu les résultats suivants :

Essai	$\frac{F_{HT}}{F_R}$	Écart-type
1	0.93	—
2	0.95	—
3	1.03	—
4	0.98	—
5	0.93	—
6	0.87	—
7	0.94	—
8	0.95	—
9	0.97	—
10	1.09	—
11	0.91	—
12	0.96	—
Moyenne	0.96	0.06

Nous pouvons retenir des valeurs obtenues que la presse "haute température" est moins tolérante, comme nous pouvions le penser, vis-à-vis du parallélisme de l'éprouvette, puisque les résistances sont en moyenne moins élevées. Cependant le faible écart-type nous a satisfait quand à la reproductibilité du procédé de rectification malgré un léger défaut de parallélisme qui reste présent. Enfin, il s'est avéré que pour certaines formulations comportant un fort dosage en fibres synthétiques, malgré toutes les précautions prises, des éprouvettes présentaient un défaut trop important pour pouvoir être utilisées.

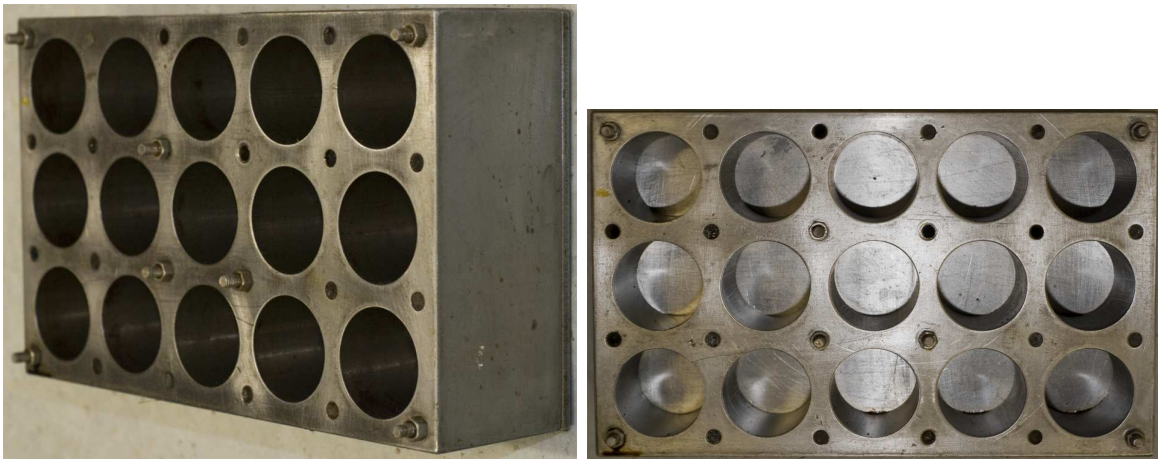


FIGURE 6.1: Vues du moule pour éprouvettes de compression.

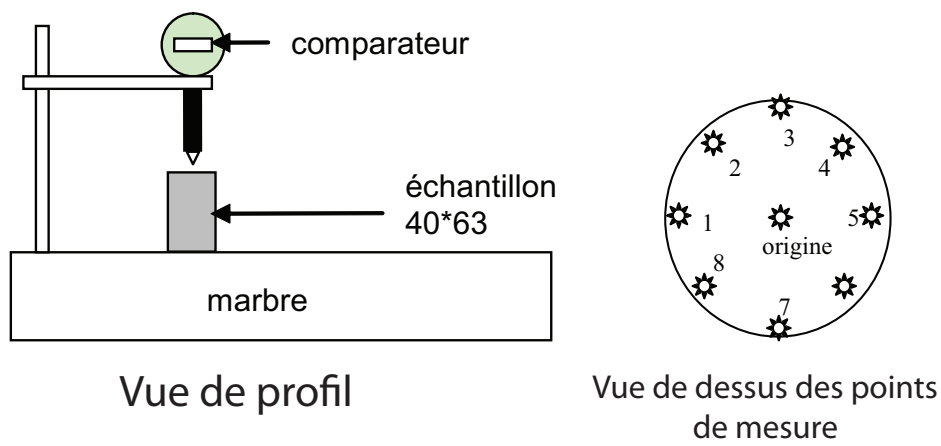


FIGURE 6.2: Schéma de principe de mesure de parallélisme.

Point	Échantillons		
	1	2	3
origine	0	0	0
1	14	-4	-30
2	14	-2	-24
3	0	-2	-9
4	-8	-1	21
5	13	3	42
6	9	-6	32
7	-2	-6	-1
8	13	-7	-30

TABLE 6.1: Défauts de parallélisme en μm issus des mesures par comparateur trois échantillons, selon la figure 6.2.

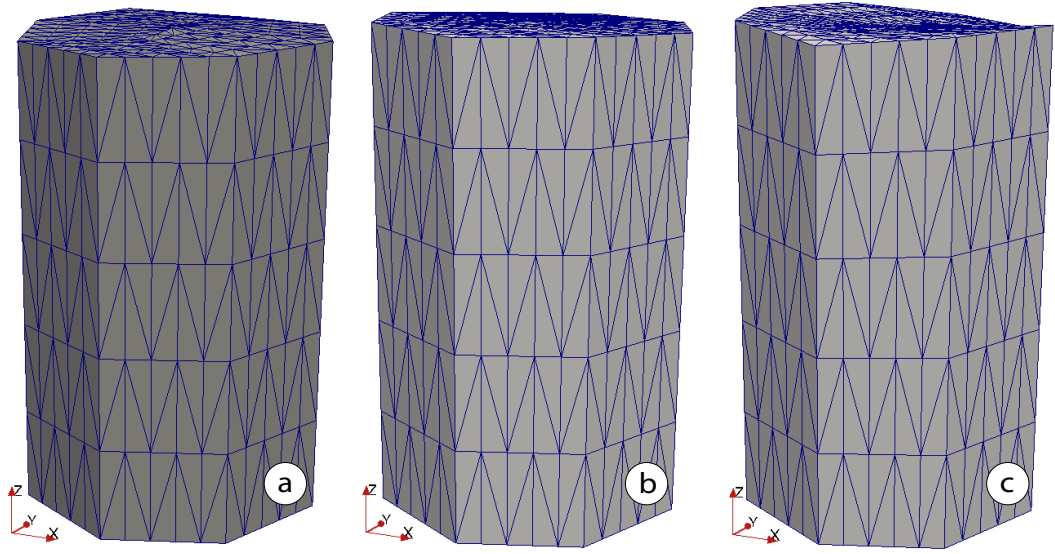


FIGURE 6.3: Représentation de la surface : (a) échantillon 1, (b) échantillon 2, et (c) échantillon 3.

6.2 Protocole expérimental

6.2.1 Choix des températures d'essais

La détermination des températures cibles s'est basée sur une analyse thermogravimétrique (ATG). L'ATG permet de connaître les changements de phase caractéristiques du béton au cours d'une montée en température. Nous avons réalisé une analyse sur deux échantillons de faible masse (0.8g) et dont la formulation est C (voir tableau 4.1). La vitesse de montée en température est de 5°C/min et nous sommes montés jusqu'à la température de 950°C.

Le résultat d'une des analyses est présenté sur les figures 6.4 et 6.5.

La figure 6.4 représente l'évolution de la perte de masse (V_{dm}) en fonction de la température, tandis que la figure 6.5 présente la dérivée par rapport à la température de cette même évolution. Ceci permet de mieux observer les variations de masse avec la température. Nous avons pu identifier les pics de changements de phase suivants : vers 475°C se situe la plus grande partie de la déshydratation de la Portlandite, et le pic vers 650°C correspond à la décomposition du calcaire.

Nous avons vu dans la partie 1.5.2 qu'il n'y a en principe pas de Portlandite dans les BFUP. Or l'ATG effectuée montre que le BCV[®] semble en contenir puisqu'on note une variation de masse légèrement plus importante aux environs de 475°C. Nous avons donc voulu estimer sa proportion dans le matériau.

Pour cela nous avons mesuré quelle masse supplémentaire (m_e) est perdue entre 450°C et 550°C. Ces températures correspondent en théorie à l'intervalle dans lequel s'effectue la majorité de la déshydratation de la Portlandite :

$$m_e = 0.450 \text{ mg}$$

Ensuite, connaissant le pourcentage massique d'eau ($\eta_{eau} = 24.3 \%$) que contient la molécule de Portlandite, nous avons déterminé la masse de la molécule ($m_{(port)}$) :

$$m_{(port)} = \frac{m_e}{\eta_{eau}} = 1.85 \text{ mg}$$

Pour cela nous prenons l'hypothèse que m_e correspond uniquement à l'eau issue de la déshy-

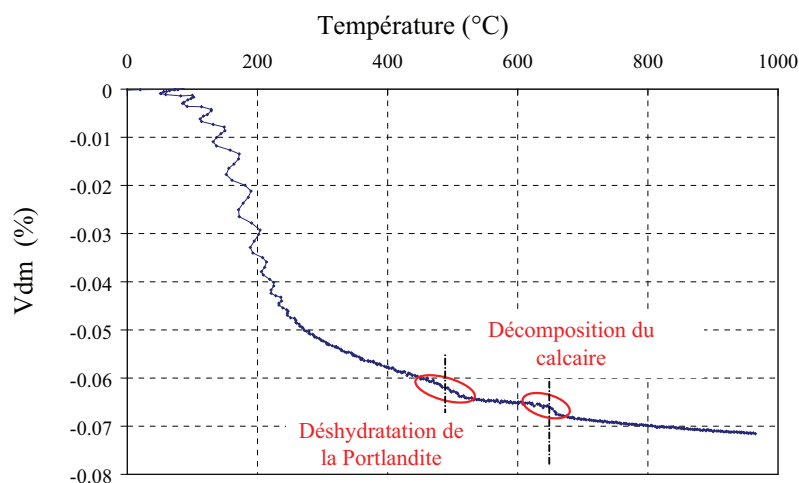


FIGURE 6.4: Résultats de l'ATG d'un échantillon de BCV[®] chauffé à 5°C/min : *Perte de masse(Température)*.

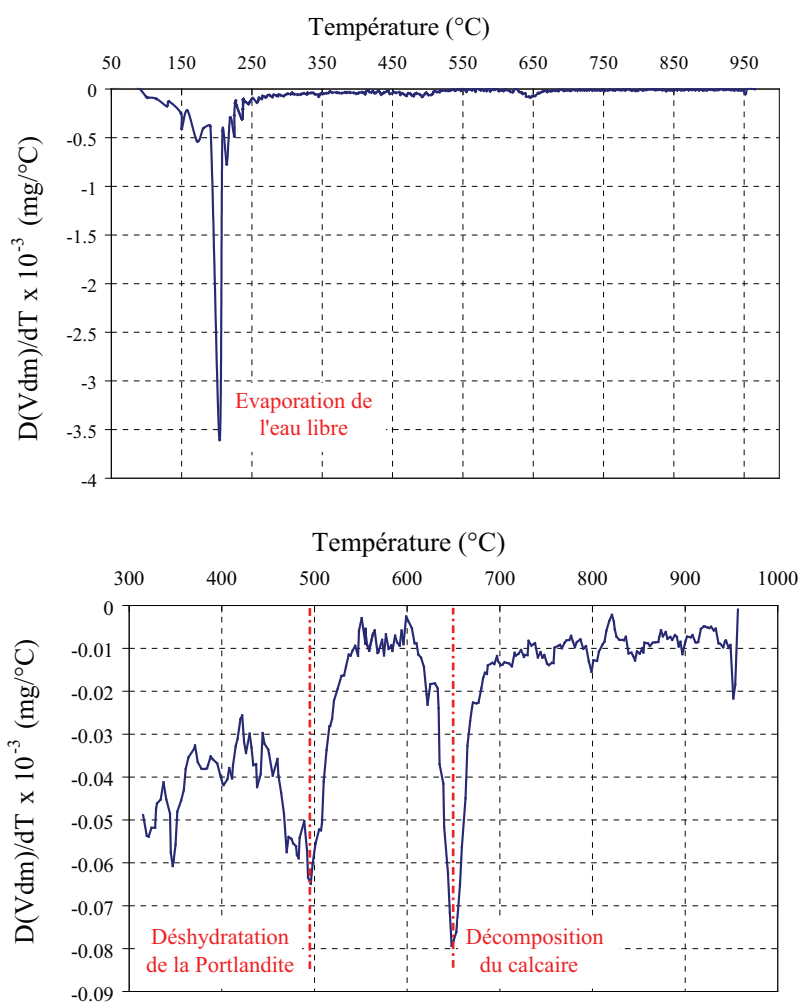


FIGURE 6.5: Courbes dérivées de l'ATG sur BCV[®](en bas, échelle diminuée mettant en évidence les pics).

Bétons ordinaires kg/m^3	Béton à hautes performances kg/m^3	Bétons à très hautes performances kg/m^3
76	86	66

TABLE 6.2: Valeurs de teneur en Portlandite usuellement rencontrées pour différents bétons([1]).

dratation de toute la Portlandite. Enfin, avec la masse connue de l'échantillon ($m_{ech} = 832 \text{ mg}$) et sa masse volumique ($\rho_b = 2300 \text{ kg/m}^3$) nous avons exprimé la proportion de Portlandite dans le BCV[®] ($m_{(port)v}$) en kg/m^3 :

$$m_{(port)v} = \frac{m_{(port)}}{\frac{m_{ech}}{\rho_b}} = 5.1 \text{ kg/m}^3$$

A titre de comparaison, les valeurs usuellement rencontrées pour la teneur en Portlandite sont indiquées dans le tableau 6.2.

La valeur de teneur en Portlandite que nous obtenons est évidemment faible en comparaison de celle que l'on trouve dans les bétons ordinaires ou à très hautes performances. Cependant notre calcul sous-estime probablement cette quantité. En effet, la lecture de la perte supplémentaire de masse liée à la déshydratation de la Portlandite est délicate à faire. En outre, nous considérons que la totalité de la Portlandite se déshydrate à la température de lecture, ce qui n'est peut-être pas le cas.

Nous pouvons toutefois considérer que le BCV[®] contient de la Portlandite dont la déshydratation pourrait jouer un rôle dans l'évolution des caractéristiques mécaniques.

A l'issue de cette analyse thermogravimétrique nous avons retenu les températures cibles suivantes :

- 200°C : température théorique à laquelle les fibres de polypropylène ont déjà fondu ($T_f=171^\circ\text{C}$)
- 300°C : température à laquelle on retrouve les résistances maximales dans la bibliographie
- 550°C : température à laquelle une bonne partie de la portlandite s'est décomposée (première chute sur l'ATG)
- 750°C : température usuellement atteinte dans le cas d'un feu ISO834 et correspond à la deuxième chute sur l'ATG
- 1200°C : température atteinte par la courbe feu d'hydrocarbure

6.2.2 Cycles thermomécaniques appliqués

Les cycles thermomécaniques effectués pour les essais à haute température sont tous identiques du point de vue de leur construction. Une schématisation en est présentée sur la figure 6.6. Cette figure représente en parallèle les cycles thermiques et mécaniques qui se déroulent lors de l'essai de caractérisation à haute température.

Cycle thermique

Pour le cycle thermique, nous avons utilisé les températures cibles présentées précédemment et une vitesse de montée en température unique. Le chauffage (phase 1) respecte les recommandations de la RILEM [93] pour les essais de compression simple à haute température.

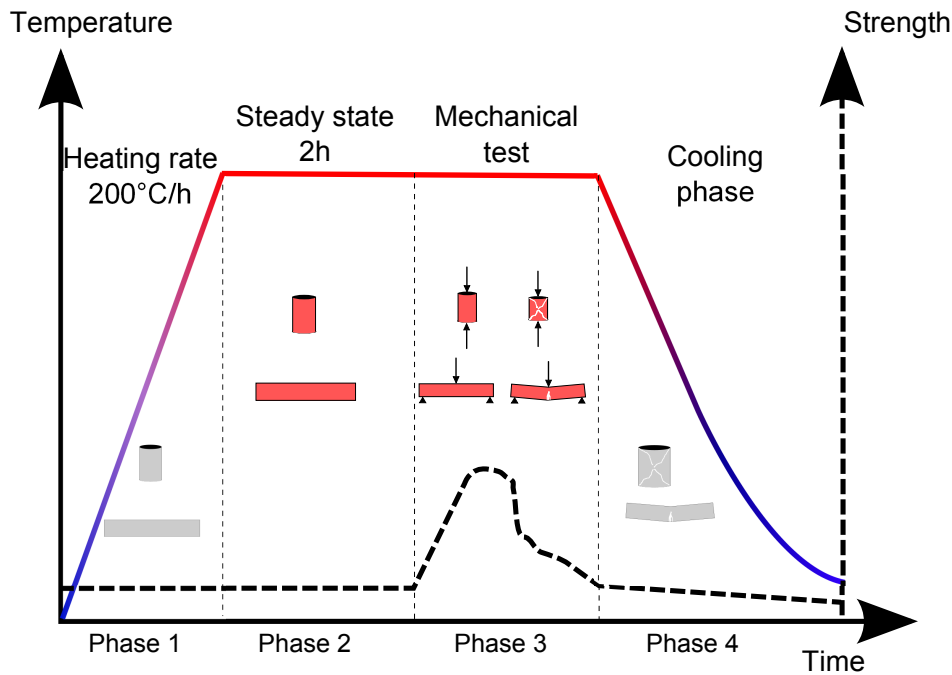


FIGURE 6.6: Évolutions de la température et du chargement au cours d'un essai mécanique à haute température.

Celles-ci préconisent, pour des bétons de densité normale, une vitesse de montée en température maximale de $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ pour un échantillon cylindrique de diamètre 60 mm maximum. Pour notre éprouvette de 40 mm de diamètre, nous avons choisi une vitesse de $200^{\circ}\text{C}/\text{h}$ soit environ $3.3^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Nous avons également conservé cette vitesse pour les essais de flexion.

L'essai de mesure de la température au cœur de l'échantillon (paragraphe 5.1) a montré que l'hypothèse d'homogénéité au sein de l'échantillon était vérifiée. En revanche pour réduire l'écart entre la température de consigne et la température dans l'éprouvette, la phase 2 est nécessaire et le palier de 2h est un bon compromis pour ne pas trop allonger la durée totale de l'essai.

Lors de la phase 3, la température cible est maintenue jusqu'à la fin du test mécanique. Enfin, la phase de refroidissement (phase 4) est contrôlée théoriquement en température à la consigne de $-150^{\circ}\text{C}/\text{h}$, afin d'éviter un choc thermique sur les pièces mécaniques de la presse. Cependant, lorsque la température devient inférieure à 180°C environ, l'inertie du four est trop importante pour pouvoir contrôler le refroidissement, celui-ci est alors naturel. Pour les températures de 300°C à 1200°C , la durée de la phase 4 est la plus longue des phases.

Cycle mécanique

Sur la figure 6.6 nous voyons qu'un faible effort est appliqué lors des phases 1 et 2. Cet effort est d'1 kN (soit $\sigma = 0.80 \text{ MPa}$) pour l'essai de compression simple, réduit à 0.7 kN (soit $\sigma = 0.56 \text{ MPa}$) lors des essais de flexion 4 points. Ce chargement est contrôlé en force, de sorte que le contact entre les plateaux et l'éprouvette soit maintenu malgré les dilatations thermiques dues à l'élévation de température. Nous nous affranchissons ainsi des contraintes de compression qui pourraient être générées dans cette phase.

Le véritable chargement mécanique ne s'effectue que lors de la phase 3, au cours de laquelle le chargement est asservi en déplacement à une faible vitesse afin de pouvoir capter au mieux le

Chauffage °C/h	Températures cibles °C	Palier h	Refroidissement °C/h	Effort de contrôle kN	Chargement mm/min
200	25	2	-150	1 (Essais de compression) 0.7 (Essais de flexion)	0.1
	200				
	300				
	550				
	750				
	1200				

TABLE 6.3: Valeurs des paramètres des essais mécaniques à hautes températures

pic d'effort et la partie post-pic. La vitesse choisie est de 0.1 mm/min (soit $\dot{\epsilon} = 2.6 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$). Il faut donc bien comprendre que le temps sur la figure 6.6 n'est pas à l'échelle. Bien qu'il s'agisse d'essais mécaniques à haute température, la phase 3 ne représente en réalité que 10% du temps total pour un essai à la température de 200°C jusqu'à 4% seulement pour une température supérieure à 1000°C. La durée totale de l'essai à haute température est donc très longue mais la phase du chargement mécanique à proprement parlé est plutôt courte.

6.2.3 Synthèse

Le récapitulatif des différents paramètres des essais mécaniques à hautes températures est donné dans le tableau 6.3 :

6.3 Programme des essais réalisés

Nous avons vu dans le paragraphe précédent que les essais mécaniques à haute température prennent beaucoup de temps. Une réflexion a donc été conduite pour optimiser le programme expérimental.

Nous avons découpé la campagne d'essais en deux parties contenant des groupes de températures différentes. La première campagne porte sur l'ensemble des formulations du tableau 6.4 aux températures de 25°C, 200°C, 300°C et 550°C tandis que la deuxième campagne concerne une partie seulement des formulations de ce même tableau, qui a fait l'objet d'essais aux températures de 25°C, 750°C et 1200°C. Comme nous avons dû procéder à de nouvelles gâchées pour confectionner les 15 nouvelles éprouvettes par formulation entre les deux campagnes, des essais réalisés à 25°C ont permis de s'assurer de l'homogénéité des nouvelles formulations en terme de résistance mécanique. Nous avons ainsi pu obtenir une nouvelle référence.

Ce choix a été fait par prudence vis-à-vis du dispositif expérimental car le comportement des éprouvettes dans le four n'était pas connu. Bien que les essais au chalumeau aient permis de sélectionner les formulations qui étaient a priori stables à haute température, les conditions de chauffage et de durée étant différentes de celles de l'essai au chalumeau, le doute était encore présent quant à la stabilité thermique des échantillons.

La première campagne a servi à mieux comprendre le comportement de chaque formulation, et à choisir les formulations soumises aux températures les plus élevées.

Dans la construction du programme expérimental, nous avons souhaité réduire au minimum

Référence	Dosage $kg.m^{-3}$	Étalement mm	Air occlus %	Masse volumique $kg.m^{-3}$
CSF	158	335	2	2416
CSPP6_18_600*	2.46	236	6.4	2312
CSPP6_18_800*	3.27	187	5.6	2316
CSPP12_50_300*	3.4	200	5.9	2320
CSPP12_50_400*	4.5	205	11	2204
CSPVA6_40_500*	6.5	255	5.7	2325
CSPE4.6_20_600*	2.81	285	3.2	2408
CSPE4.6_20_800*	3.75	300	3.4	2380
CSC0.9_20_1400*	5	258	2.9	2396
CSB6.35_9_1480*	6	295	2.85	2415

* : mêmes fibres métalliques et même dosage que pour la formule CSF

TABLE 6.4: Récapitulatif des formulations conservées pour les essais de compression simple à chaud.

le nombre de tests à haute température d'une formulation donnée. Tout d'abord nous avons pris le parti de ne réaliser que deux essais par formulation, un troisième essai n'est effectué que lorsque l'écart entre les deux premiers est supérieur à 5% (nous avons réalisé de nombreux essais à température ambiante qui ont prouvé la reproductibilité des essais sur le BCV®). Puis nous avons abouti au regroupement des essais suivants, qui peuvent être réalisés en une journée, si l'ordre est respecté : (25°C, 200°C, 550°C) et (300°C et 300°C). Ainsi, en théorie, nous pouvons effectuer tous les tests de la première campagne pour une formulation donnée en 4 jours. Bien évidemment en pratique, des essais ont du être réitérés pour atteindre l'objectif de l'écart à 5%.

L'établissement du programme de la deuxième campagne s'est fait après avoir retenu les formulations suivantes : CSF, CSPP6_18_600, CSPVA6_40_500, CSC0.9_20_1400 et CSB6.35_9_1480. Le nombre plus restreint de températures cibles de cette deuxième partie compense le fait que ces températures soient bien plus élevées et ne permettent pas de faire plus d'un essai par jour (hormis l'essai à 25°C). Là encore, en considérant théoriquement 2 essais par formulation, l'ensemble des essais de la deuxième campagne est réalisé en 4 jours pour chaque formulation.

En pratique ce programme a été légèrement modifié car le premier essai effectué à 1200°C a montré que la déformation de l'échantillon était trop importante durant le palier, de sorte qu'il n'était plus possible de réaliser le test mécanique. Nous avons donc décidé de nous limiter à une température maximale de 1000°C.

Le tableau synthétique 6.5 récapitule l'ensemble des essais effectivement réalisés pour les essais de compression simple.

Nous pouvons noter sur le tableau la présence d'essais intitulés "Extras". Ils ont été effectués, une fois que les deux campagnes d'essais ont été réalisées, sur des éprouvettes supplémentaires qui restaient pour certaines formulations et dont les états de surface permettaient de le faire. Les essais aux températures de 150°C, 250°C et 400°C servent à mieux cerner l'augmentation de la résistance en compression que l'on peut observer habituellement entre 200°C et 300°C. Les essais à 1100°C ont été réalisés pour voir si la déformation importante de l'éprouvette observée durant le palier de 2 heures à 1200°C existe aussi à 1100°C.

Enfin lors du premier essai à 750°C de la formulation CSB6.35_9_1480, l'éprouvette a littéralement explosé dans le four, détruisant les baguettes d'alumine d'acquisition des déplacements (voir figure C.3 en annexe). L'essai n'a donc pas pu être réalisé, et nous n'avons pas jugé bon

Formulation	1ère campagne				2ème campagne			Extras			
	25°C	200°C	300°C	550°C	25°C	750°C	1000°C	150°C	250°C	400°C	1100°C
CSF	2	3	2	3	2	3	2	2	2		1
CSPP6_18_600	4	2	2	2	3	3	2	2	2	2	1
CSPP6_18_800	3	3	2	2							
CSPP12_50_300	2	2	2	2							
CSPP12_50_400	3	2	2	2							
CSPVA6_40_500	2	2	3	2							
CSPE4.6_20_600	3	2	2	2							
CSPE4.6_20_800	2	2	2	2							
CSC0.9_20_1400	2	2	2	2	2	3	2				
CSB6.35_9_1480	2	2	2	2	2	1					
NOMBRE D'ESSAIS											134

TABLE 6.5: Tableau récapitulatif des essais de compression simple réalisés à hautes températures.

de poursuivre à des températures supérieures avec cette formulation...

6.4 Résultats des essais de compression simple

Les résultats des mesures de module d'Young sont présentés dans ce chapitre car leur calcul est issu du relevé de raideur fait sur l'essai de compression, couplé à l'équation 5.2 présentée dans le paragraphe 5.2.3.

A noter que pour l'essai de compression nous n'avons pas fait de cycles de chargement-déchargement comme dans l'essai de vérification préliminaire. Le calcul de la raideur a donc été effectué dans la zone la plus linéaire possible.

6.4.1 Répétabilité des essais

Le lecteur aura remarqué dans le tableau synthétisant les essais de compression simple, qu'il y a environ 20% des éprouvettes pour lesquelles il a été nécessaire de multiplier les essais pour obtenir un écart inférieur à 5%, ce qui n'est pas excessif.

Les figures 6.7 à 6.10 présentent les résultats brutes des différents essais réalisés sur les formules CSF, CSPP6_18_600, CSPVA6_40_500 et CSC0.9_20_1400, pour lesquels l'écart entre les résultats est le plus faible. Cet écart entre les courbes est calculé à partir des efforts maximums des courbes.

La figure 6.7 montre que cet écart est effectivement inférieur à 5% dans la majorité des cas. Pour être plus précis, les parties pré-pics des courbes sont quasiment superposables et nous pouvons observer parfois une légère divergence à partir de la perte de linéarité, correspondant à des fissurations plus importante (cas des températures de 200°C et 750°C pour la formule CSF). Puis le comportement post-pic peut être dans certains cas largement différent (températures de 200°C et 750°C pour la formule CSF) notamment du fait d'une forte localisation

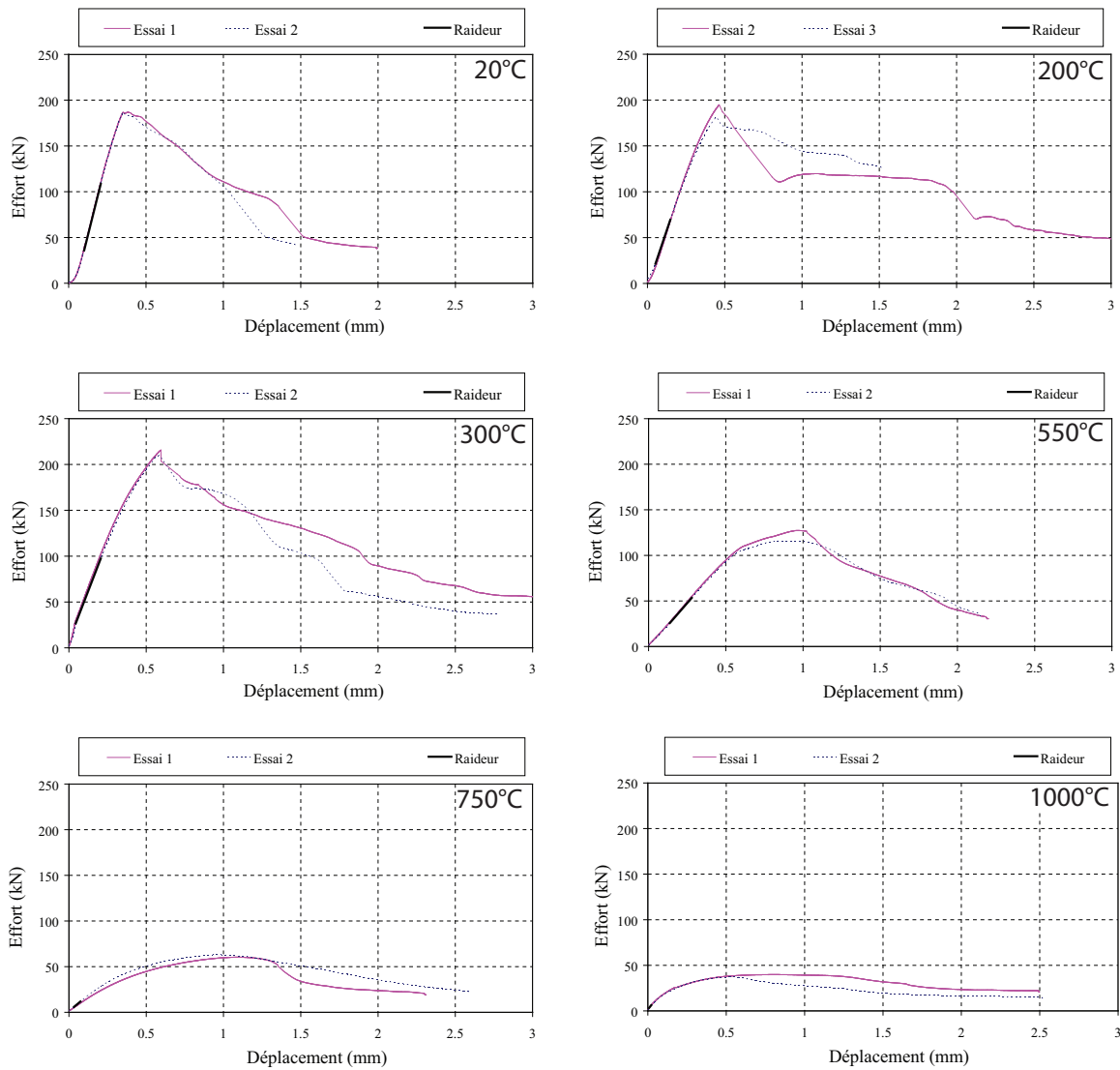


FIGURE 6.7: Courbes *Effort(Raccourcissement)* brutes obtenues pour l'échantillon de référence BCV[®] (formule CSF) à différentes températures.

de la déformation dans cette phase.

Les courbes brutes obtenues permettent de nous rassurer sur la répétabilité et la fiabilité des essais. Pour la suite des résultats (résistance à la compression (f_c) ou module d'Young (E)) seront présentées les courbes moyennes des essais respectant le critère d'écart-type inférieur à 5%, c'est-à-dire qu'en chaque point de déplacement nous calculons la moyenne des efforts.

6.4.2 Analyses du comportement sous haute température du BCV[®]

Les figures 6.11 à 6.14 présentent l'évolution du comportement en compression simple du matériau BCV[®] pour toutes les formulations ayant subi les deux campagnes d'essai. Le lecteur pourra trouver les courbes similaires pour toutes les formulations de la première campagne dans l'annexe C.3.

Nous avons reporté sur les figures 6.12 à 6.14 les courbes de la formulation CSF en traits fins,

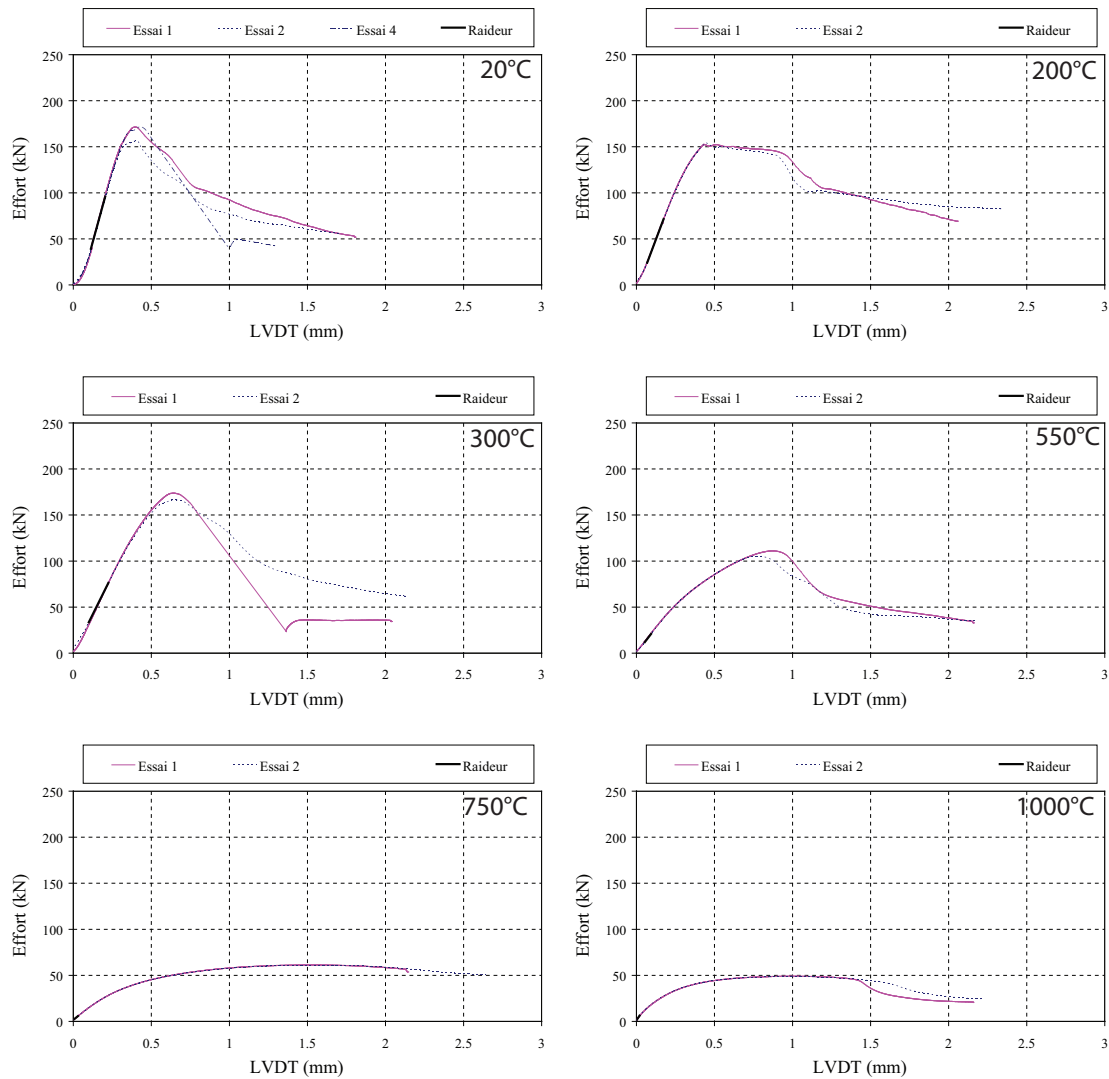


FIGURE 6.8: Courbes $Effort(Raccourcissement)$ brutes obtenues pour l'échantillon de formule CSPP6_18_600 à différentes températures

comme référence. Plusieurs remarques se dégagent de ces courbes :

- durant la phase pré-pic, pour des températures inférieures à 300°C, la rigidité du matériau reste élevée et ne diminue véritablement qu'à partir de 550°C et jusqu'à ce qu'il n'y ait plus vraiment de zone linéaire pour les températures de 750°C et 1000°C. Il est alors délicat de mesurer le module d'Young.
- pour la phase post pic, on distingue également une différence de comportement entre les températures inférieures à 300°C et celles supérieures. En effet, jusqu'à 300°C le matériau reste fragile pour certains essais où nous avons observé une chute brutale de l'effort (voir figure 6.15 pour illustration). Puis, à partir de 550°C, nous n'avons plus jamais observé de rupture brutale et la ductilité devient grande. Il devient même difficile de définir le pic d'effort maximum pour les températures de 750°C et 1000°C.

Pour synthétiser nous pouvons dire que le comportement en dessous de 300°C peut être qualifié d'élastique quasi-linéaire à faible ductilité, avec un comportement peu dépendant de la température.

A partir de la température de 550°C le BCV[®] devient beaucoup moins résistant et plus duc-

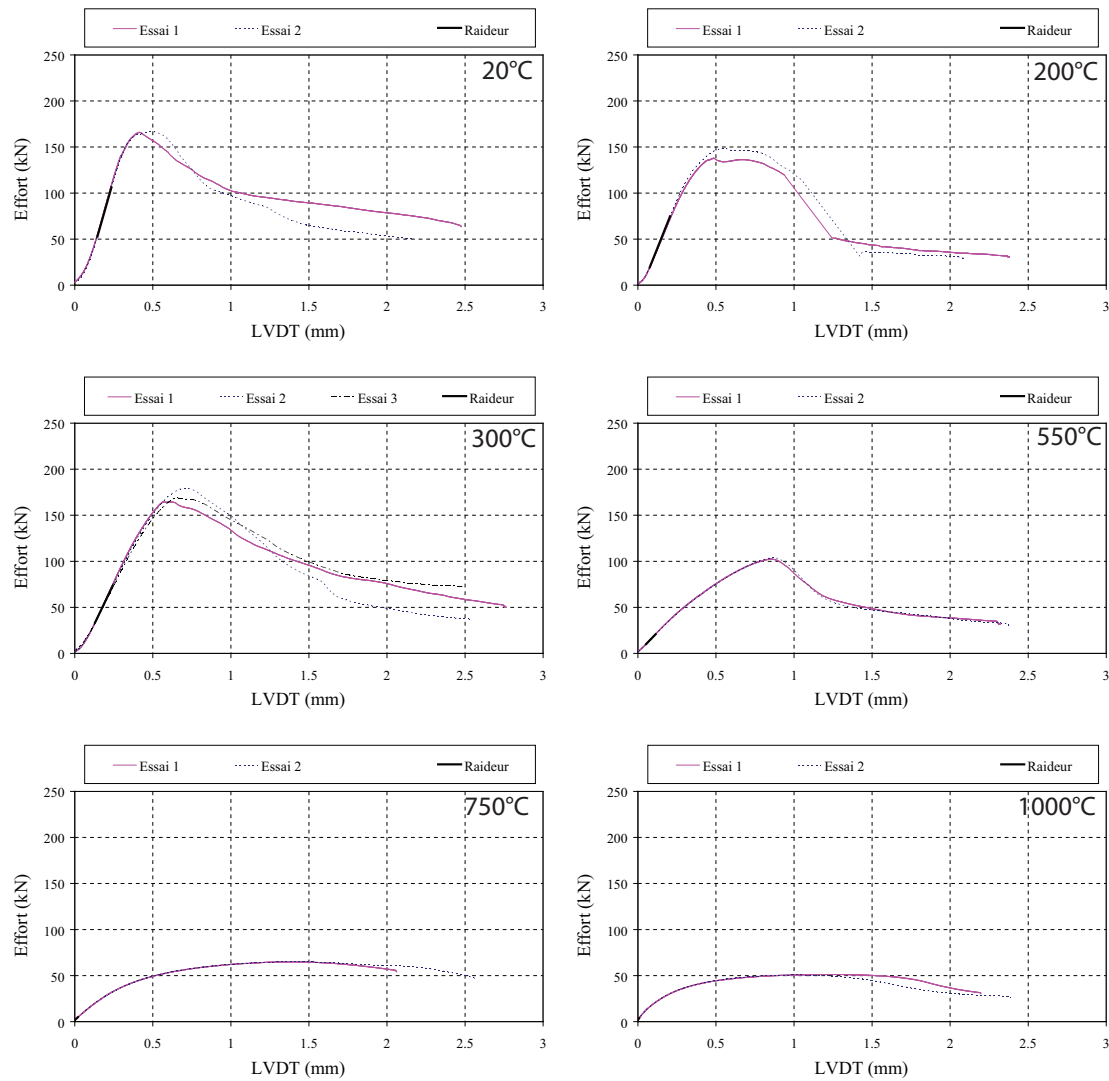


FIGURE 6.9: Courbes $Effort(Raccourcissement)$ brutes obtenues pour l'échantillon de formule CSPVA6_40_500 à différentes températures

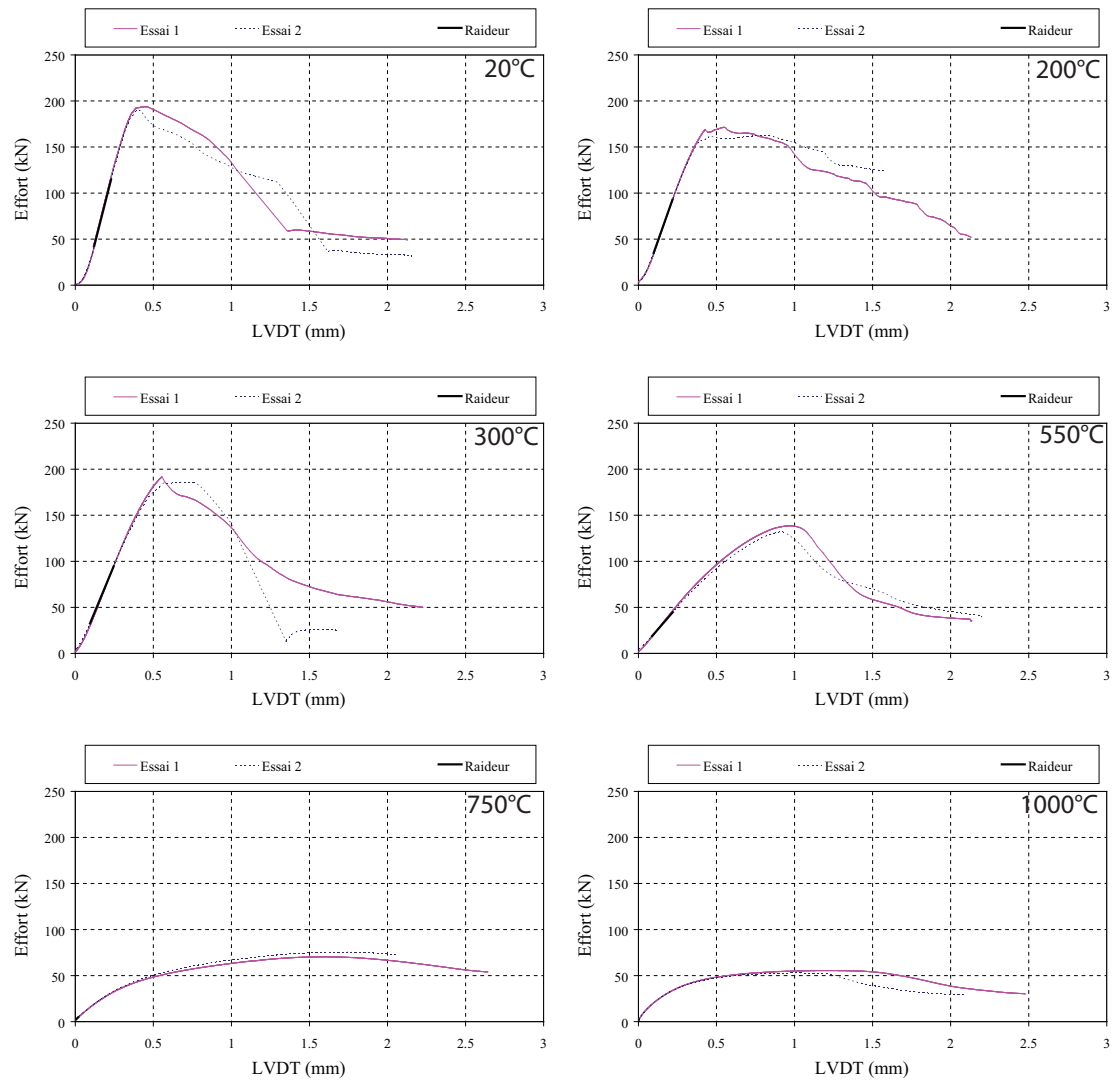


FIGURE 6.10: Courbes $Effort(Raccourcissement)$ brutes obtenues pour l'échantillon de formule CSC0.9_20_1400 à différentes températures

tile, et il devient difficile d'identifier l'effort maximum. Le comportement pourrait alors être qualifié de non linéaire à grande ductilité, avec une évolution du comportement monotone avec la température.

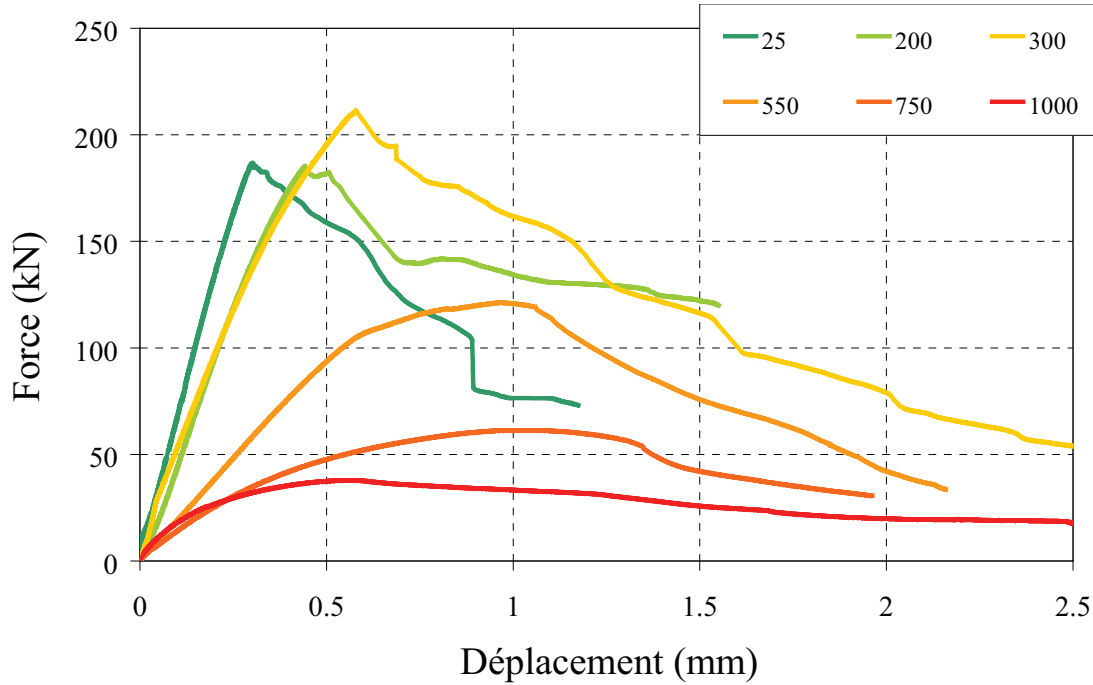


FIGURE 6.11: Résultats moyens $Effort(Raccourcissement)$ des essais de compression simple obtenus pour la formulation CSF aux différentes températures d'essais.

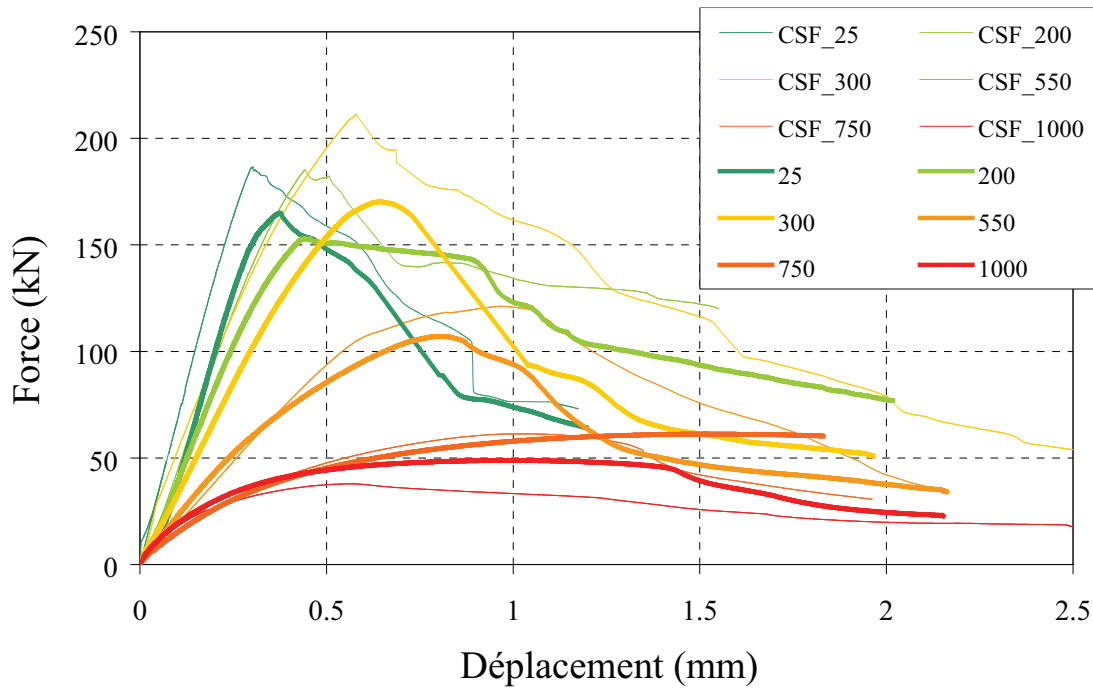


FIGURE 6.12: Résultats moyens $Effort(Raccourcissement)$ des essais de compression simple obtenus pour la formulation CSPP6_18_600 aux différentes températures d'essais.

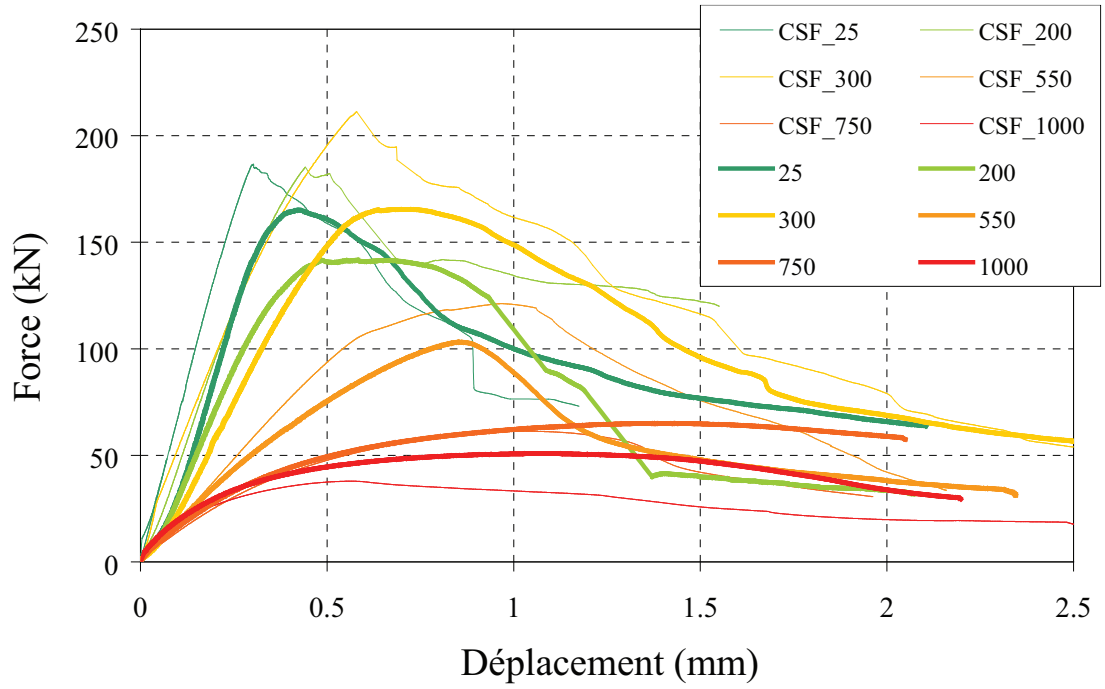


FIGURE 6.13: Résultats moyens $Effort(Raccourcissement)$ des essais de compression simple obtenus pour la formulation CSPVA6_40_500 aux différentes températures d'essais.

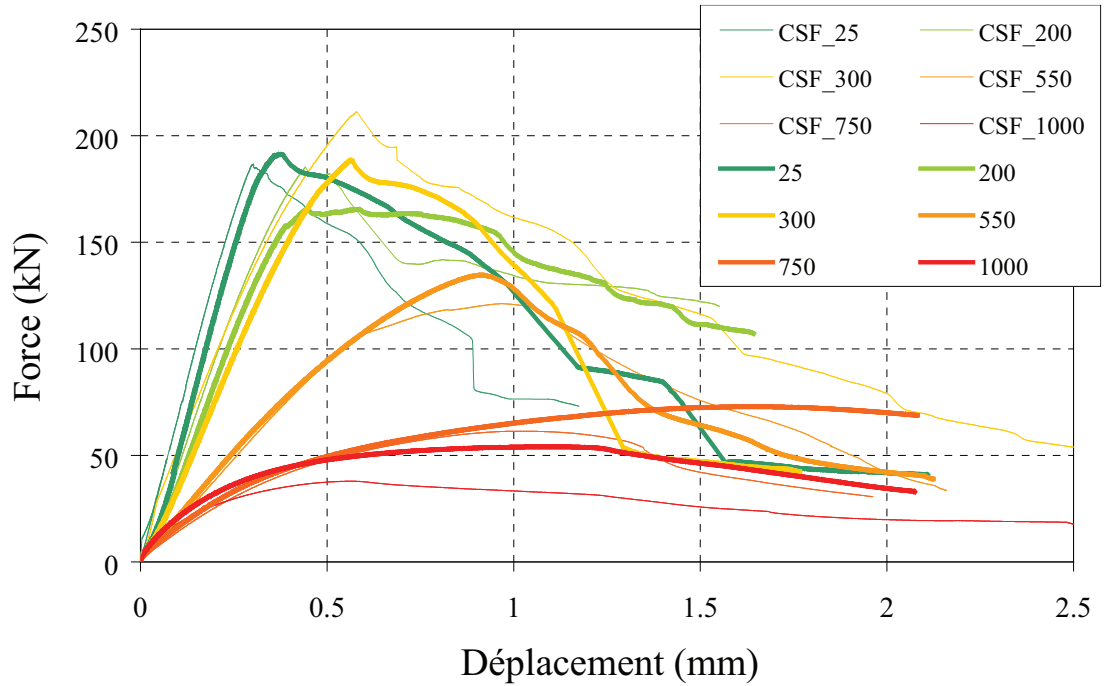


FIGURE 6.14: Résultats moyens $Effort(Raccourcissement)$ des essais de compression simple obtenus pour la formulation CSC0.9_20_1400 aux différentes températures d'essais.

6.4.3 Évolution des caractéristiques mécaniques f_c et E du BCV[®]

La figure 6.16 présente les évolutions absolues de l'effort maximum avec la température. Quant à la figure 6.17, elle présente les évolutions relatives de l'effort maximum avec la température.

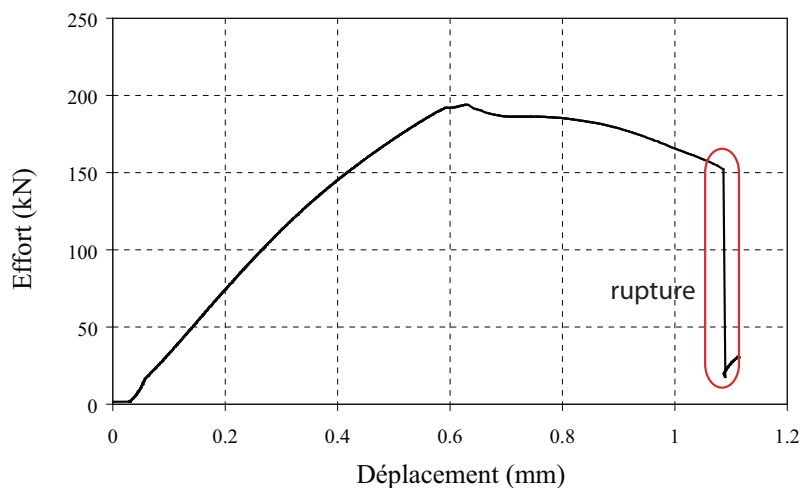


FIGURE 6.15: Exemple d'un essai avec fissuration brutale de l'échantillon.

Pour les graphiques (a), toutes les formulations testées lors de la première campagne sont représentées. Pour les graphiques (b) seules les formulations testées lors des deux campagnes ainsi que les courbes normatives de l'Eurocode 2 (NF EN1992 1-2) pour les bétons C90/105 et pour les bétons à granulats siliceux sont représentées, dans le cas des évolutions relatives. De façon générale on observe une stagnation, voire une augmentation de la résistance au pic entre la température ambiante et 300°C. Vient ensuite une diminution jusqu'à 550°C, où la valeur de résistance en compression est encore de 60% à 80% de la valeur initiale.

Il faut noter que pour un essai réalisé a posteriori à 400°C, sur la formulation CSPP6_18_600, visible sur le graphique 6.17-(b) montre bien que la baisse de la résistance est effective pour une température supérieure à 300°C. On peut penser que cette évolution serait identique pour les autres formulations.

Sur le graphique 6.17-(a), si l'on compare les différentes formulations, bien que les tendances générales soient identiques, on peut remarquer que les formulations à plus fort dosage en fibres synthétiques (CSPP6_18_800 et CSPP12_50_400 par exemple) ont une résistance relative plus faible que les autres formulations à 200°C et 300°C.

Le graphique 6.17-(b) permet de voir qu'au delà de 550°C, les évolutions des résistances relatives pour toutes les formulations avec des fibres non-métalliques sont presque confondues et supérieures à l'évolution pour la formule de référence (CSF). Nous avons alors une résistance en compression variant entre 20% et 40% de sa valeur initiale. Ainsi, on peut noter que les fibres non métalliques ont une efficacité plus importante vis-à-vis de la résistance en compression pour les températures supérieures à 550°C.

Enfin, sur ce même graphique, la comparaison avec les courbes normatives montre que le BCV[®] se situe au dessus de la courbe des bétons avec granulats siliceux et de la courbe des bétons C90/105 à partir de 300°C. À 1000°C la résistance est même 4 à 8 fois supérieure à celle donnée par l'Eurocode 2. On peut imaginer utiliser la courbe des bétons avec granulats siliceux pour dimensionner au feu des éléments en BCV[®], en étant du côté de la sécurité.

L'étude des courbes des évolutions absolues des résistances montre bien l'influence de l'air occlus mesuré sur béton frais lors de la confection des éprouvettes. Ainsi ce sont les formulations avec l'air occlus le plus faible (CSF, CSC0.9_20_1400, CSB6.35_9_1480) qui voient leur résistance la plus élevée à température ambiante. Nous notons également que la valeur anormalement élevée de 11% d'air occlus pour la formulation CSPP12_50_400 se répercute par une résistance d'environ 100 MPa seulement à température ambiante. Sur le graphique 6.17-(b), nous notons que les résistances des différentes formulations contenant des fibres syn-

thétiques convergent à partir de 750°C. L'influence des fibres synthétiquement initialement introduites n'est donc plus perceptible à de telles températures.

La figure 6.18 présente les évolutions absolues du module d'Young avec la température. Quant à la figure 6.19, elle présente les évolutions relatives du module d'Young avec la température. Contrairement à l'évolution relative des résistances mécaniques nous pouvons observer une diminution quasiment linéaire du module d'Young jusqu'à 550°C, quelle que soit la formulation, pour atteindre encore 25 à 30% de la valeur initiale. À partir de cette température, nous avons vu qu'il était difficile de déterminer un module d'Young, cependant il semble que le pied de courbe des essais à 1000°C soit plus raide que pour les essais à 550°C et 750°C ce qui se traduit par une croissance de la courbe d'évolution. Nous n'avons pas réellement d'explications pour ce phénomène à ce jour. Les courbes normatives montrent bien qu'il semble que le module d'Young atteigne un palier vers 800°C, mais comme nous n'avons pas de données jusqu'à 1000°C, nous ne savons pas ce que préconisent les normes au delà de 800°C.

Si l'on compare les évolutions du module d'Young des différentes formulations du BCV® avec les courbes normatives, elles restent en tout point supérieures à l'Eurocode. Cependant il est délicat de conclure si cela est positif ou non. En effet selon les conditions aux limites d'un élément de structure, la rigidité excessive d'un matériau peut entraîner des contraintes de compression supplémentaires et compromettre la tenue de la structure.

Enfin, si l'on s'intéresse à la comparaison entre les formulations nous pouvons noter que la dispersion est plus importante à partir de 750°C, ceci est probablement à mettre en lien avec la forte non linéarité du comportement et la difficulté de définir le module d'Young.

Tout comme la résistance à la compression, l'étude des courbes des évolutions absolues du module d'Young montre bien l'influence de l'air occlus mesuré sur béton frais lors de la confection des éprouvettes. Ainsi nous retrouvons à nouveau les formulations à faible teneur en air occlus avec un module d'Young élevé et a contrario la formulation CSPP12_50_400 à teneur en air occlus élevé qui se trouve fortement affecté avec un module d'Young de 33 GPa seulement. Les valeurs absolues des modules d'Young convergent également à partir de 550°C, signe que l'influence des ajouts synthétiques à partir de cette température est faible.

6.4.4 Synthèse des résultats

Le tableau 6.6 résume l'évolution des paramètres de résistance maximale (f_{max}), déformation au pic (ϵ_{pic}) et module d'Young (E) des échantillons testés en compression simple, en fonction des températures.

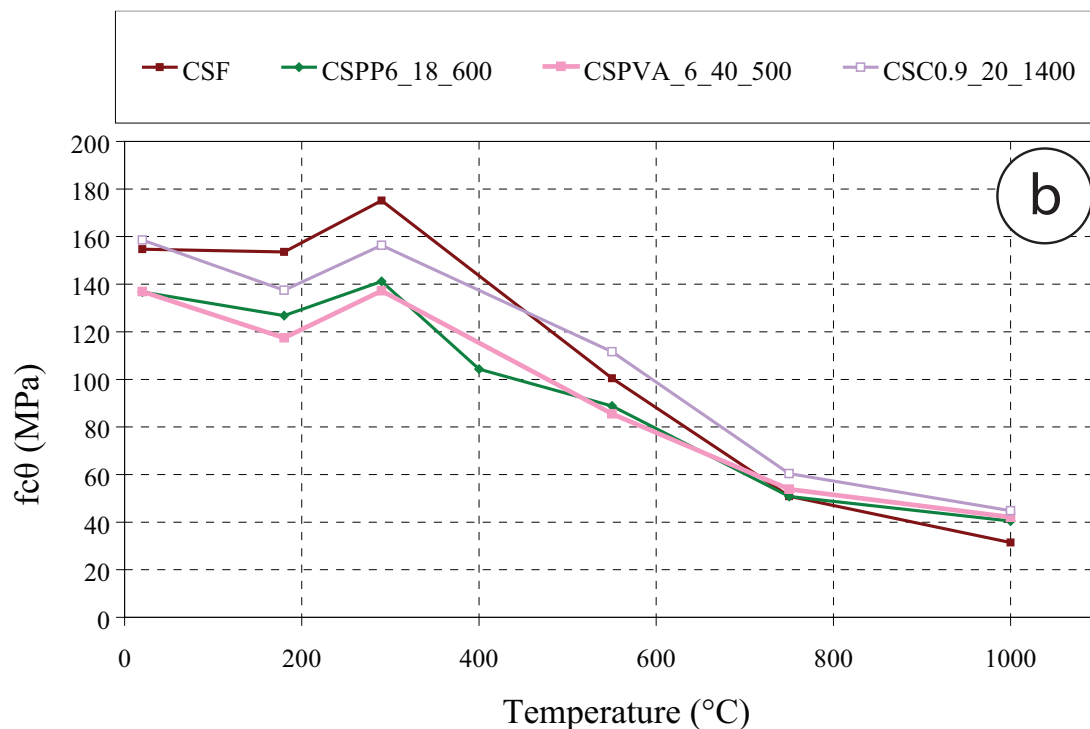
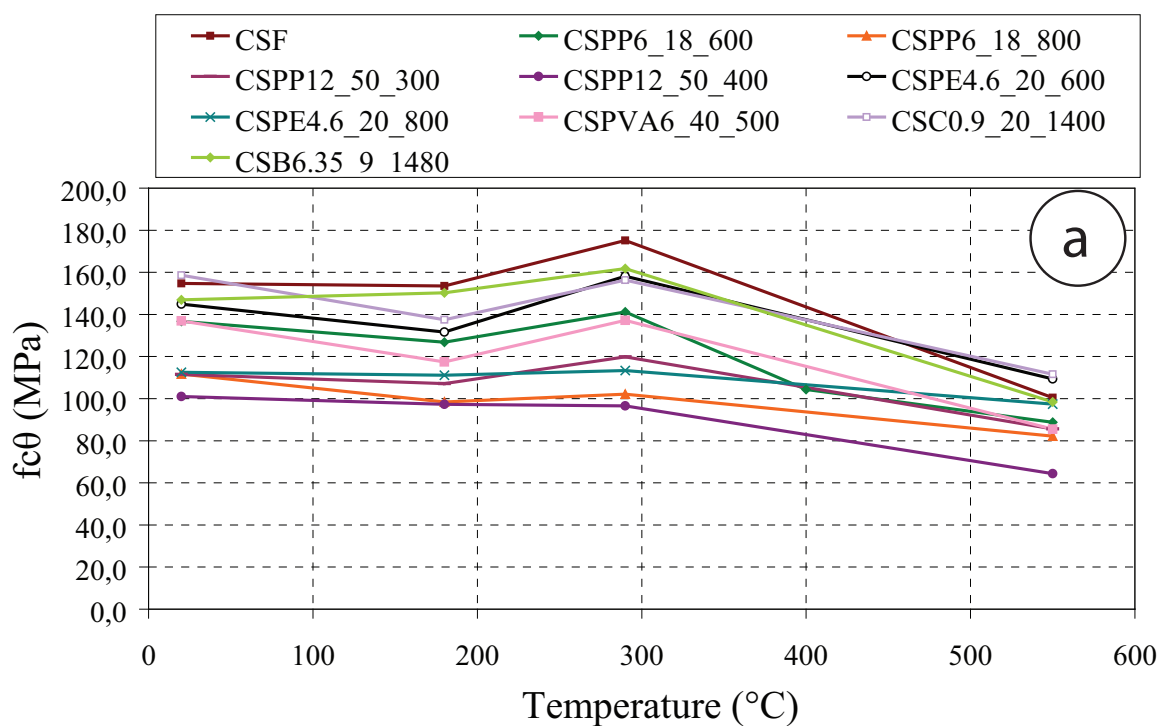


FIGURE 6.16: Évolution de la résistance **absolue** en compression simple, en fonction de la température : (a) jusqu'à 550°C, et (b) jusqu'à 1000°C pour les formulations de la deuxième campagne : *Résistance relative(Température)*.

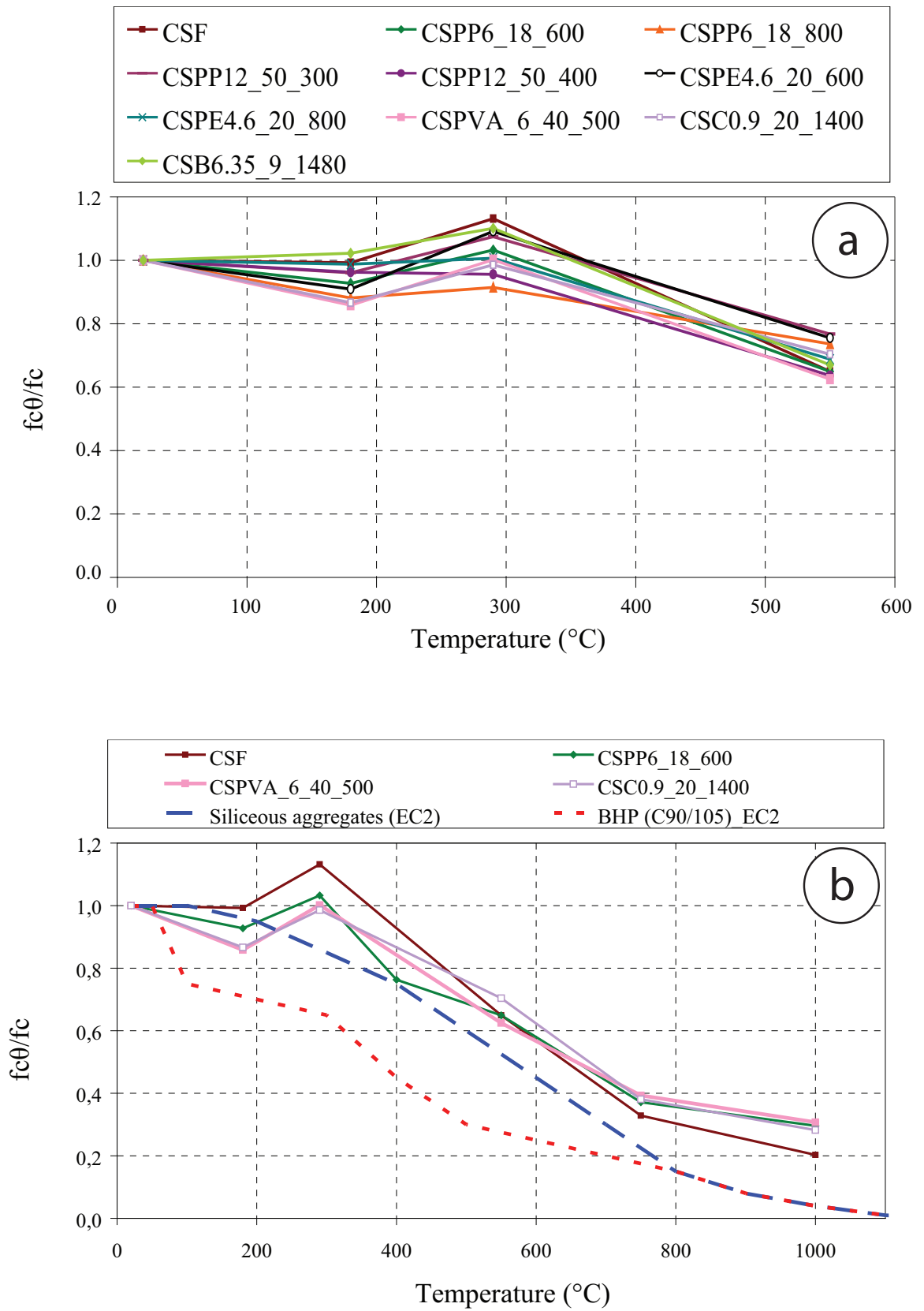


FIGURE 6.17: Évolution de la résistance en compression simple, **relative** à la valeur à température ambiante en fonction de la température : (a) jusqu'à 550°C, et (b) jusqu'à 1000°C pour les formulations de la deuxième campagne : *Résistance relative(Température)*.

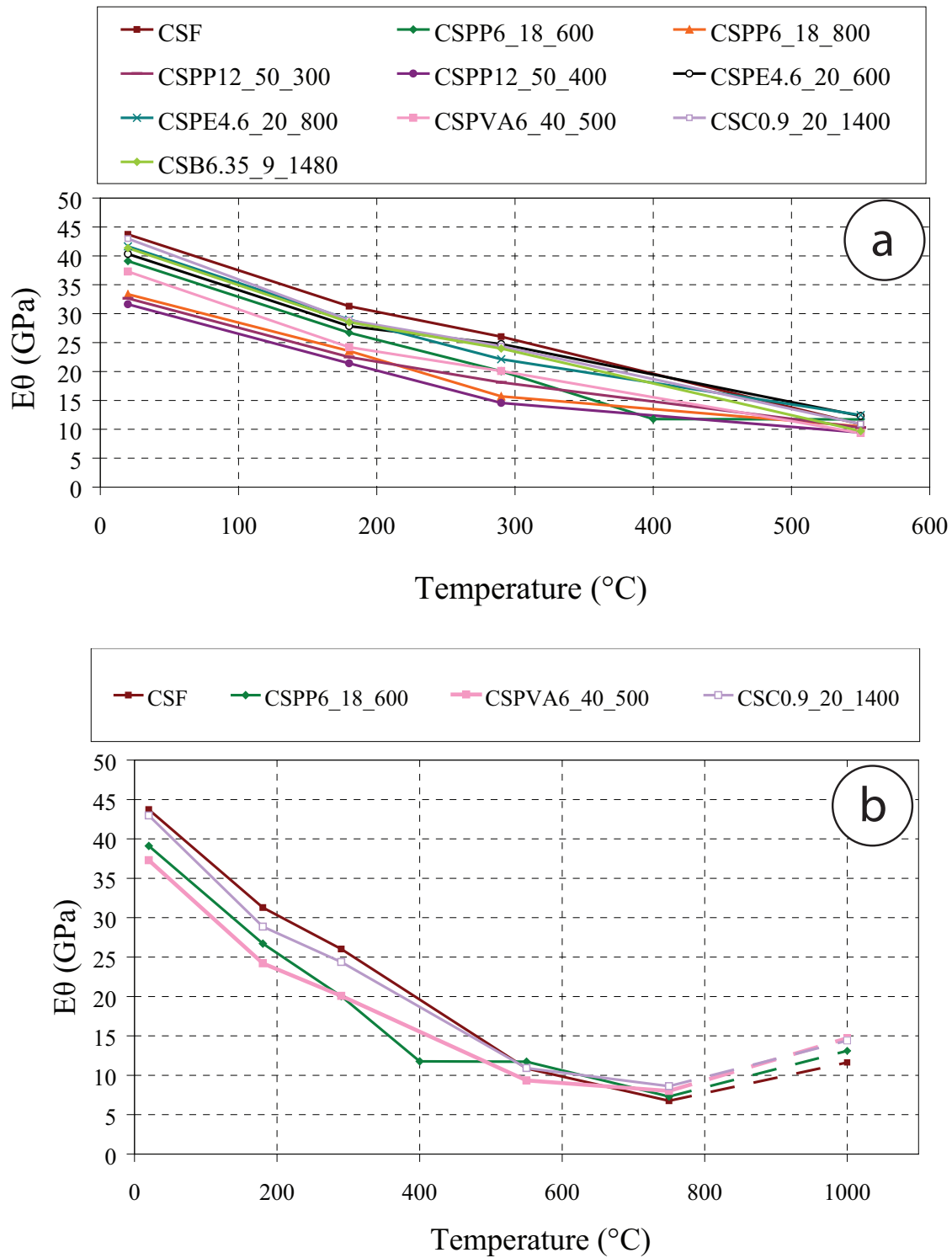


FIGURE 6.18: Évolution du module d'Young **absolu**, en fonction de la température : (a) jusqu'à 550°C, et (b) jusqu'à 1000°C pour les formulations de la deuxième campagne.

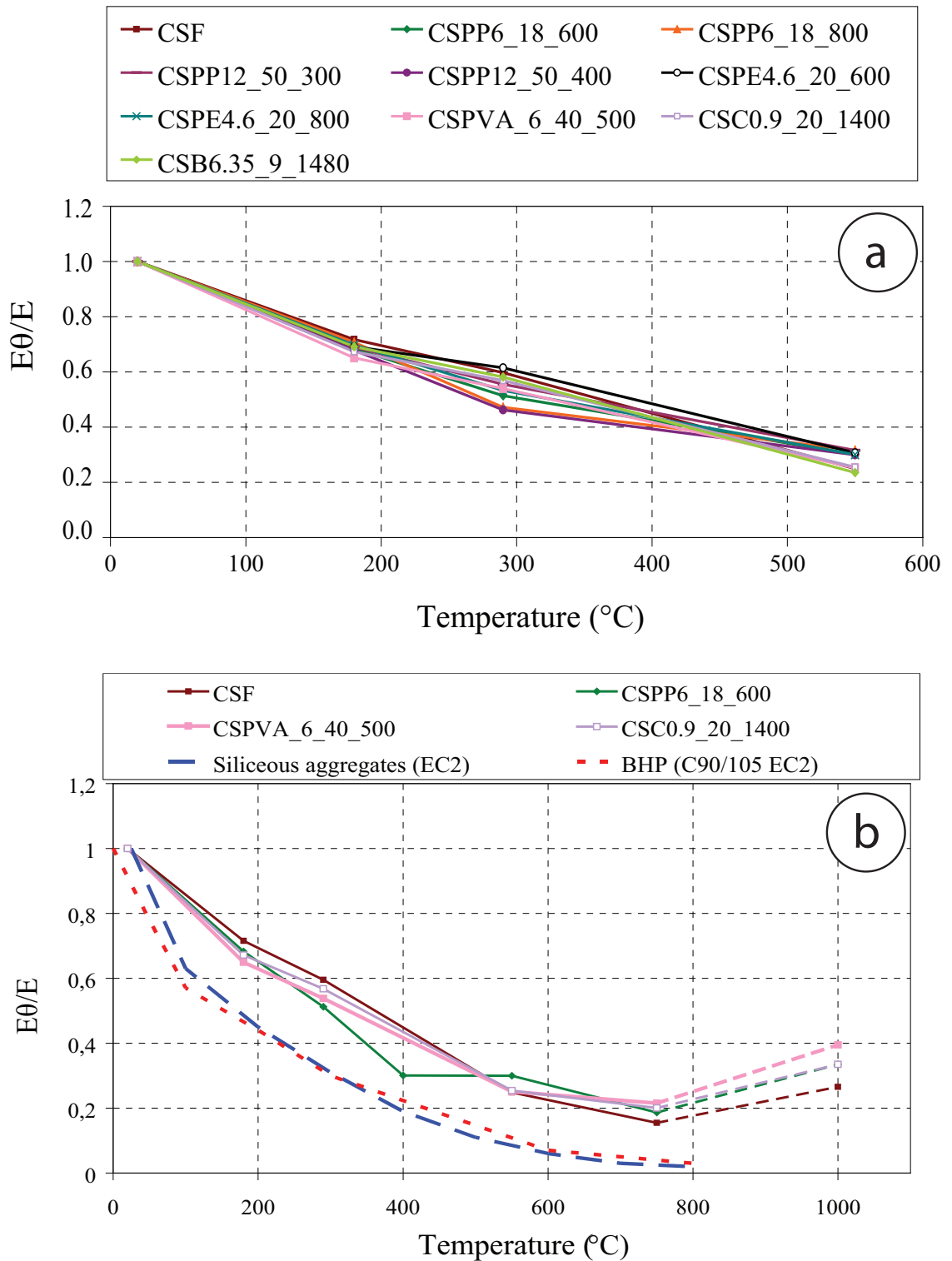


FIGURE 6.19: Évolution du module d'Young, **relative** à la valeur à température ambiante en fonction de la température : (a) jusqu'à 550°C, et (b) jusqu'à 1000°C pour les formulations de la deuxième campagne.

Échantillon	Température °C	f_{max} MPa	ϵ_{pic} %	E GPa
CSF	25	154.7	0.5	43.7
	200	153.5	0.7	31.3
	300	175.1	1.0	26.0
	550	100.5	1.5	10.9
	750	50.9	1.6	6.7
	1000	31.4	0.9	11.6
CSPP6_18_600	25	136.7	0.6	39.1
	200	126.8	0.7	26.7
	300	141.2	1.0	20.0
	550	88.8	1.3	11.7
	750	50.8	2.4	7.3
	1000	40.5	1.6	13.1
CSPVA6_40_500	25	136.9	0.6	37.3
	200	117.5	0.9	24.2
	300	137.2	1.1	20.1
	550	85.5	1.4	9.4
	750	53.8	2.2	8.0
	1000	42.1	1.7	14.7
CSC0.9_20_1400	25	158.6	0.6	43.0
	200	137.4	0.9	28.9
	300	156.3	0.9	24.4
	550	111.6	1.5	10.9
	750	60.4	2.6	8.6
	1000	44.8	1.7	14.4
CSPP6_18_800	25	111.7	0.5	33.4
	200	98.4	0.8	26.7
	300	102.1	0.9	20.0
	550	82.2	1.3	11.7
CSPP12_50_300	25	111.5	0.5	32.7
	200	107.1	0.7	22.5
	300	119.9	0.9	18.1
	550	85.6	1.3	10.3
CSPP12_50_400	25	101.0	0.5	31.6
	200	97.3	0.7	21.4
	300	96.6	0.9	14.6
	550	64.3	1.2	9.4
CSPE4.6_20_600	25	144.9	0.6	40.3
	200	131.7	0.7	27.9
	300	158.1	0.9	24.8
	550	109.4	1.4	12.3
CSPE4.6_20_800	25	112.6	0.6	41.7
	200	111.2	0.7	29.0
	300	113.3	0.9	22.1
	550	97.4	1.3	12.4
CSB6.35_9_1480	25	147.0	0.5	41.3
	200	111.2	0.7	28.6
	300	113.3	0.9	24.0
	550	97.4	1.3	9.7

TABLE 6.6: Synthèse des principaux paramètres caractéristiques f_{max} , ϵ_{pic} , et E en fonction de la température, des échantillons testés en compressions simple.

6.5 Discussions sur les résultats des essais

Nous allons maintenant tenter d'apporter un éclairage complémentaire sur les observations faites sur les différentes courbes présentées précédemment.

Évolution de la résistance en compression f_c avec la température

Concernant ce paramètre, le principal point est l'augmentation importante de la résistance jusqu'à 300°C (voire 400°C), plus particulièrement pour les formulations CSF et CSPP6_18_600. Cette augmentation se rencontre régulièrement dans la littérature, et a été expliquée de diverses façons, comme cela a été dit dans la partie 1.2.5.1. Ainsi nous rappelons que ce phénomène est parfois attribué à la déshydratation des C-S-H qui fournirait de l'eau libre capable de former des hydrates qui ne l'étaient pas déjà (Dias [32]), ou bien Hager [50] suggère que le séchage des C-S-H rapprocherait les feuillets, ce qui densifierait le gel. Enfin, Khoury [63] et Robert [94] proposent que cette augmentation de résistance soit associée à l'apparition de nouveaux cristaux plus denses comme les siloxanes (pour Khoury) ou bien la katoite (pour Robert).

À partir de notre étude, il est délicat de prendre position par rapport à l'une des trois hypothèses car nous n'avons pas mis en place de protocoles qui auraient pu permettre de confirmer ou d'infirmer une des hypothèses. Nous apportons simplement des données supplémentaires qui montrent que pour un BFUP, comme le BCV[®], qu'il y ait des ajouts supplémentaires (autres que les fibres métalliques) ou non, il y a toujours, si ce n'est une augmentation, au moins un maintien de la résistance entre 200°C et 300°C.

Caractère fragile du matériau à basse température

En ce qui concerne la partie post-pic et le caractère parfois brutal qui a pu être observé avec quelques formulations pour des températures jusque 300°C, il faut rappeler que le matériau contient uniquement des fibres de 13 mm, qui permettent de dissiper l'énergie en se déchaussant principalement pour les micro-fissurations. Lorsque la chute de résistance est très franche, cela est le signe que la fissure se développe dans une zone de faiblesse où la densité de fibres métalliques est insuffisante pour dissiper cette énergie.

Influence des fibres synthétiques dans la résistance en compression

Nous avons pu remarquer que pour les compositions avec des dosages différents, la résistance en compression des formulations avec le dosage le plus élevé semblait inférieure à la formulation avec le dosage le plus faible. Ce constat est lié à la rhéologie du béton frais et sa teneur en air occlus en particulier, que l'on retrouve dans le tableau présenté dans la partie 6.3. La porosité peut être en partie liée avec la teneur en air occlus à l'état frais, or la résistance en compression est également reliée à la porosité (voir partie 1.2.4). Ainsi parmi les différents dosages, celui qui a la valeur de teneur en air la plus élevée voit sa résistance diminuer plus rapidement avec la température.

Une fois la température de 550°C atteinte, nous avons pu observer que toutes les formulations autres que CSF avaient des évolutions très similaires, voire superposables. Il semble donc que les additions synthétiques n'influencent plus le comportement du matériau une fois qu'elles ont disparu, ce serait alors les caractéristiques de la pâte seule qui auraient une influence. Comme cette pâte est identique pour chacune des formulations, l'évolution de la résistance en

compression serait alors similaire, ce qui n'est pas le cas de la référence CSF. En effet celle-ci n'ayant pas d'ajout synthétique supplémentaire on peut supposer que les caractéristiques de la pâte diffèrent légèrement, et l'évolution de la résistance en compression également.

Évolution du module d'élasticité E avec la température

Nous avons noté une diminution quasi-linéaire du module d'Young E avec la température, et ce jusqu'à 550°C. Nous retrouvons là un résultat présenté dans la partie 1.2.5.1, sur l'évolution et les causes d'une telle diminution. Ainsi nous rappelons que l'incompatibilité des déformations entre pâte et granulats est fortement responsable de cette décroissance. En revanche, contrairement à ce qui peut être observé par Pimienta [89], le module d'Young du matériau à 550°C est encore supérieur à 20% de sa valeur initiale dans notre cas.

Influence des fibres synthétiques sur le module d'Young

Contrairement à ce qui a pu être dit dans le cas du paramètre f_c , nous n'avons pas de tendance générale qui ressorte concernant l'influence du dosage en fibres synthétiques. Bien qu'il semblerait cohérent qu'une porosité faible (donc un dosage faible) entraîne une rigidité de matériau plus importante, cela ne se retrouve pas. De même les dispersions observées à partir de 750°C sont peut-être délicates à relier avec les types de fibres non métalliques ajoutées car ces dispersions viennent essentiellement de la difficulté à définir un module d'Young.

6.6 Conclusions sur les essais de compression simple à chaud

Cette étude expérimentale sur l'évolution de la résistance en compression du BCV[®] est assez inédite du fait que la résistance est mesurée à chaud. Le dispositif expérimental installé permet la mesure, outre de la résistance maximale, du module d'Young. Cette dernière valeur est obtenue par l'intermédiaire de capteurs LVDT mesurant la raideur de l'échantillon en tenant compte de la raideur des plateaux. La bonne corrélation des résultats obtenus pour les essais de compression simple permet de garantir une bonne fiabilité à ces résultats.

Cette étude a ainsi permis d'identifier le comportement en compression simple du BCV[®] en fonction de la température. Comme les autres bétons fibrés à ultra hautes performances, le BCV[®] voit sa résistance en compression augmenter entre la température ambiante et 300°C (voire 400°C) pour chuter de manière monotone jusqu'à 1000°C, température pour laquelle la résistance résiduelle devient faible.

Concernant le module d'Young du matériau, il décroît dès la température de 200°C, et ce de façon linéaire jusque vers 750°C. Au-delà, il paraît contestable de définir un module d'Young, étant donné que la partie linéaire du comportement est quasiment inexistante.

La comparaison avec les courbes normatives montre un comportement satisfaisant du BCV[®] puisque les évolutions obtenues sont similaires à celles de l'Eurocode 2 mais avec des valeurs plus élevées.

Essais de traction par flexion

Du fait de leur caractère fragile, la caractérisation en traction des bétons est plus délicate que celle en compression. Il est courant de procéder à un essai de flexion pour cette caractérisation, on parle alors de résistance à la flexion ou bien de résistance en traction par flexion. Nous avons alors le choix entre une flexion dite 4 points ou une flexion dite 3 points. Cette dernière, du fait que le moment est maximum au point d'application de la charge, conduit à une surestimation de la résistance avec une plus grande dispersion des résultats par rapport à la flexion 4 points. La flexion 3 points est idéale pour les éprouvettes entaillées où justement la localisation du moment maximal à l'entaille est recherchée. Dans la flexion 4 points, le moment est maximal dans toute la zone située entre les points d'application de la charge, ce qui donne une plus grande probabilité de rupture du matériau, une plus faible dispersion des valeurs, donc des résultats plus représentatifs. C'est pourquoi nous avons opté pour de la flexion 4 points non entaillée.

7.1 Confection et cure des échantillons

Le procédé de fabrication du matériau BCV[®] est identique à celui effectué pour la compression simple. Les formulations que nous avons retenues pour réaliser les échantillons sont basées sur l'analyse des résultats de compression (tableau 7.1) :

- une formulation BCV[®] sans fibres métalliques (C). En la comparant avec la formulation de référence CSF, elle nous permettra de connaître le gain apporté par les fibres métalliques à température ambiante.
- une formulation BCV[®] de référence sans fibres synthétiques (CSF).
- une formulation BCV[®] avec des fibres de polypropylène. Le dosage retenu nous semble pertinent tant d'un point de vue de l'efficacité que d'un point de vue économique.
- une formulation BCV[®] avec des fibres de vinylal (PVA). Ces fibres étant utilisées parfois en remplacement des fibres métalliques pour ses propriétés transparentes, il nous est paru

Référence	Dosage $kg.m^{-3}$	Étalement mm	Air occlus %	Masse volumique $kg.m^{-3}$
C	—	395	1.7	2324
CSF	158	395	1.7	2420
CSPP6_18_600*	2.46	275	5.7	2325
CSPVA6_40_500*	6.5	255	4.4	2342

* : mêmes fibres métalliques et même dosage que pour la formule CSF

TABLE 7.1: Formulations des bétons pour les essais de flexion 4 points à haute température.

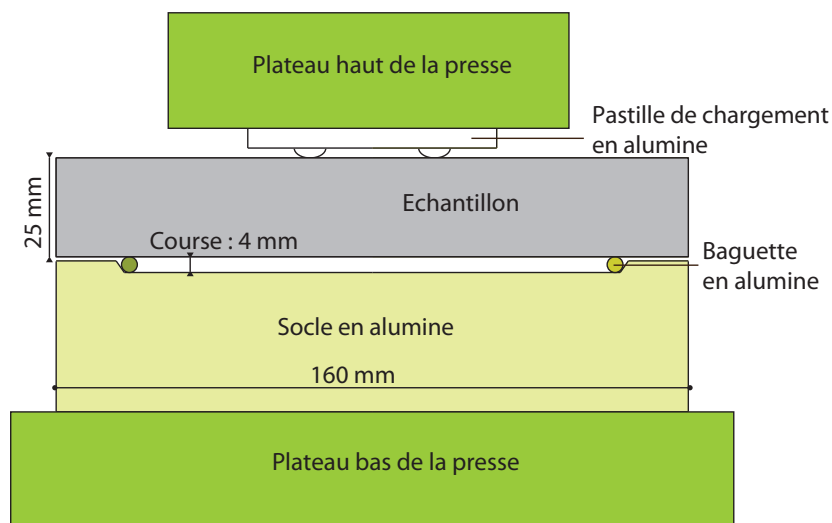


FIGURE 7.1: Schéma du montage de flexion quatre points.

intéressant d'étudier le comportement du cocktail fibres métalliques et fibres PVA à haute température.

Une fois les différentes formulations confectionnées, il faut couler le matériau dans les moules adaptés à la réalisation de prismes de dimensions 25*25*160 (mm), utilisés pour ces essais de flexion 4 points. Ces dimensions résultent d'un compromis compte tenu du faible volume disponible dans le dispositif expérimental. La dimension des éprouvettes favorise la direction longitudinale des fibres du fait du coulage du matériau d'un côté du moule et de son écoulement. Nous avons également effectué un léger serrage avec 5 chocs successifs, du fait de la maniabilité plus réduite des formulations avec fibres synthétiques. Comme nous disposions uniquement de deux moules, nous n'avons pu réaliser que 2*3 éprouvettes par gâchées. Afin d'obtenir suffisamment d'échantillons pour les essais, nous avons dû effectuer deux gâchées pour obtenir un total de 12 éprouvettes. Les valeurs caractéristiques du béton frais indiquées dans le tableau 7.1 correspondent alors à la moyenne (et l'écart-type entre parenthèses) sur les deux gâchées.

Une fois les éprouvettes confectionnées, elles sont démoulées après avoir passé 24h sous un film plastique pour diminuer le séchage. Les moules sont alors nettoyés et de nouveau disponibles. Quant aux échantillons, ils sont placés dans la salle à ambiance contrôlée (20°C, 30%HR) pendant 3 mois.

7.2 Présentation du dispositif expérimental

Pour réaliser des essais de flexion avec la presse haute température, il existe un dispositif spécifique (figure 7.1). C'est un montage créé et usiné lors de la thèse de Djaknoun [33], parfaitement adapté à la presse. Initialement l'application de l'effort se faisait au centre pour réaliser un essai de flexion 3 points. Nous avons modifié la pastille supérieure en alumine afin d'effectuer une flexion 4 points. Le placement de l'éprouvette s'effectue de telle sorte que seules les faces "moulées" soient en contact avec le support d'essai.

Les mesures des déplacements par les capteurs LVDT au cours des essais à chaud ont une signification un peu particulière dans notre cas. En effet, l'indication des capteurs LVDT correspond au déplacement des appuis supérieurs du dispositif de flexion par rapport aux appuis inférieurs. Ainsi, dans le cas de la flexion 4 points, les points d'application étant aux distances de $1/3$ et de $2/3$ par rapport à la portée, la mesure des capteurs LVDT est différentes de la flèche de l'éprouvette.

De ce fait, malgré une course effective de 4 mm pour les capteurs LVDT, l'échantillon touchera le socle en alumine avant que la course des capteurs LVDT ne soit atteinte. Ceci permet d'éviter d'endommager les capteurs.

Enfin, par manque de temps, nous n'avons pas été en mesure d'effectuer une campagne de caractérisation des éventuelles déformations du bâti (sous l'effet du chargement ou de la température), ni du tassement des appuis. Par la suite, les analyses proposées qui font appel à la mesure des déplacements par capteurs LVDT ne tiennent pas compte de correction de déformations du bâti. Ce seront donc les évolutions générales des conclusions qui seront à retenir.

7.3 Protocole de l'essai de flexion 4 points

7.3.1 Choix des températures d'essai

Le nombre plus restreint d'échantillons nous a poussés à nous limiter aux températures cibles de 25°C, 200°C, 300°C et 550°C car nous nous attendions à une forte chute de résistance à partir de 550°C qui aurait été difficilement mesurable. Nous verrons dans les résultats que les valeurs obtenues nous ont conduits à réaliser des essais à des températures plus élevées.

7.3.2 Cycles thermomécaniques appliqués

Pour réaliser l'essai de flexion 4 points nous appliquons le même cycle thermomécanique que pour les essais de compression simple (figure 6.6). Ainsi, côté thermique, la vitesse de chauffage est toujours de 200°C/h, la durée du palier de la phase 2 reste de 2h, afin d'obtenir la température de l'échantillon la plus proche possible de celle du four, et le refroidissement est contrôlé à la vitesse de -150°C/h jusque 180°C environ. Côté mécanique, la presse est régulée en effort pendant les phases 1 et 2 avec une valeur cible cette fois-ci de 0.7 kN, afin d'éviter un fluage trop important pendant ces phases, et le chargement mécanique de la phase 3 est contrôlé en déplacement à la vitesse de 0.1 mm/min.

7.4 Programme des essais réalisés

Pour les essais de flexion, nous avons vu que le nombre d'éprouvettes et de formulations est restreint, ce qui permet d'établir un planning d'essais plus court. La particularité étant cette fois-ci qu'il a fallu deux gâchées pour pouvoir traiter toutes les températures cibles, car nous avons pris à nouveau le parti de ne réaliser que deux essais par température. Cependant l'objectif ici n'était plus d'obtenir un écart-type de 5% entre ces deux essais car les résistances étant beaucoup plus faibles, cela aurait été trop contraignant par rapport à la disparité naturelle des échantillons. Nous nous sommes donc basés sur un écart sur l'effort maximum de 0.5 kN environ (soit environ un écart relatif de 12%).

Afin de s'assurer que les deux gâchées par formulation étaient homogènes, nous avons décidé de réaliser les deux essais à température ambiante avec chacune des formulations. Si les résultats entrent dans la fourchette admissible alors nous faisons l'hypothèse que le choix de la gâchée pour les autres températures n'a pas beaucoup d'importance.

Tout comme pour l'essai de compression simple, nous avons réalisé des essais à des températures supplémentaires après analyse des premiers résultats. Cependant, le faible nombre d'éprouvettes ne nous a pas permis de tester ces températures supplémentaires pour toutes les formulations. Ainsi, pour vérifier le résultat présenté par Hager dans le chapitre 1 (figure 1.18) montrant que la résistance augmente continument jusque 400°C, nous avons uniquement testé la formule de référence CSF à la température de 400°C.

Le tableau 7.2 synthétise l'ensemble des essais de flexion réalisés.

Formulation	Gâchée	25°C	200°C	300°C	550°C	400°C	750°C
C	1	1					
	2	1					
CSF	1	1	1	2	1	1	
	2	1	1	1	2	1	
CSPP6_18_600	1	1	1	2	2		
	2	1	2	1	2		
CSPVA6_40_500	1	1	1	2	1		1
	2	1	1	1	1		2
NOMBRE D'ESSAIS							38

TABLE 7.2: Tableau récapitulatif des essais de flexion 4 points réalisés à hautes températures.

7.5 Présentation des résultats des essais de flexion 4 points

Les déplacements acquis par les capteurs LVDT nous permettent de tracer les courbes "effort/déflexion entre appuis (notée LVDT)", à partir desquelles nous allons étudier les paramètres suivants :

- Évolution avec la température du comportement du BCV[®] en flexion 4 points.
- Influence des fibres synthétiques sur le comportement du BCV[®].
- Évolution avec la température de la résistance en traction issue d'un essai de flexion 4 points, notée $f_{tf}(\theta)$.
- Évolution avec la température de la résistance maximale en flexion 4 points, notée $\sigma_{btu}(\theta)$.

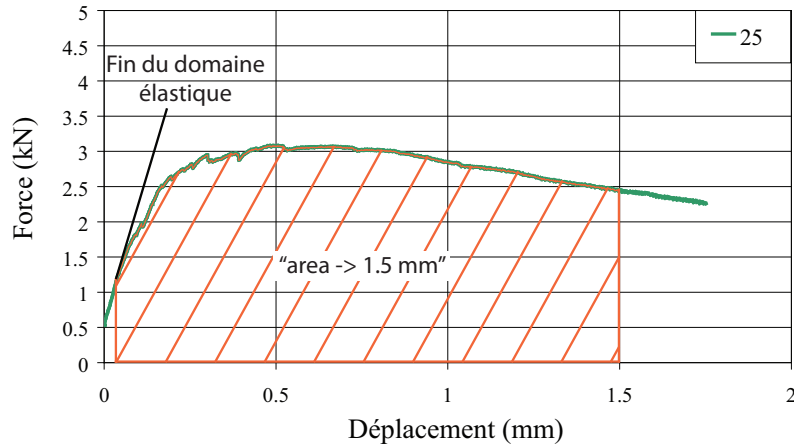


FIGURE 7.2: Exemple de calcul du paramètre "area \rightarrow 1.5 mm" dans le cas de la formulation CSF à température ambiante.

- Évolution avec la température de l'aire située sous la courbe "effort/LVDT" après la zone élastique (voir figure 7.2).

7.5.1 Répétabilité des essais

Les figures 7.3 à 7.5 présentent les courbes "effort/LVDT" brutes des différents essais réalisés pour la formule de référence CSF et les formules avec fibres synthétiques.

Sur la figure 7.3, nous pouvons voir que les parties pré-pics des courbes sont quasiment superposables et nous pouvons observer parfois une légère divergence à partir de la perte de linéarité, correspondant à l'apparition de la première fissure (le décrochement de la fibre s'entend d'ailleurs au cours de l'essai). Puis, passé l'effort maximum le comportement n'est jamais identique mais la tendance reste similaire.

Les courbes brutes obtenues permettent de nous rassurer sur la répétabilité et la fiabilité des essais. Pour la suite, les résultats donnés sont issus des courbes moyennes calculées à partir des courbes respectant un écart sur l'effort maximal inférieur à 0.5 kN environ.

7.5.2 Détermination de la résistance en traction $f_{tf}(\theta)$ et la résistance $\sigma_{btu}(\theta)$ du BCV®

La résistance en traction $f_{tf}(\theta)$ correspond à la résistance de la pâte seule. Pour cette valeur nous considérons la formule donnée par l'AFGC [1] qui permet de déterminer la résistance en flexion (R_{fl} en MPa) puis la résistance en traction en (f_{tf} en MPa) ([1]) :

$$R_{fl} = F \frac{L}{a^3} \quad (7.1)$$

avec :

F, effort de la presse à la fin du domaine élastique

L, portée entre appuis et a, côté de l'éprouvette

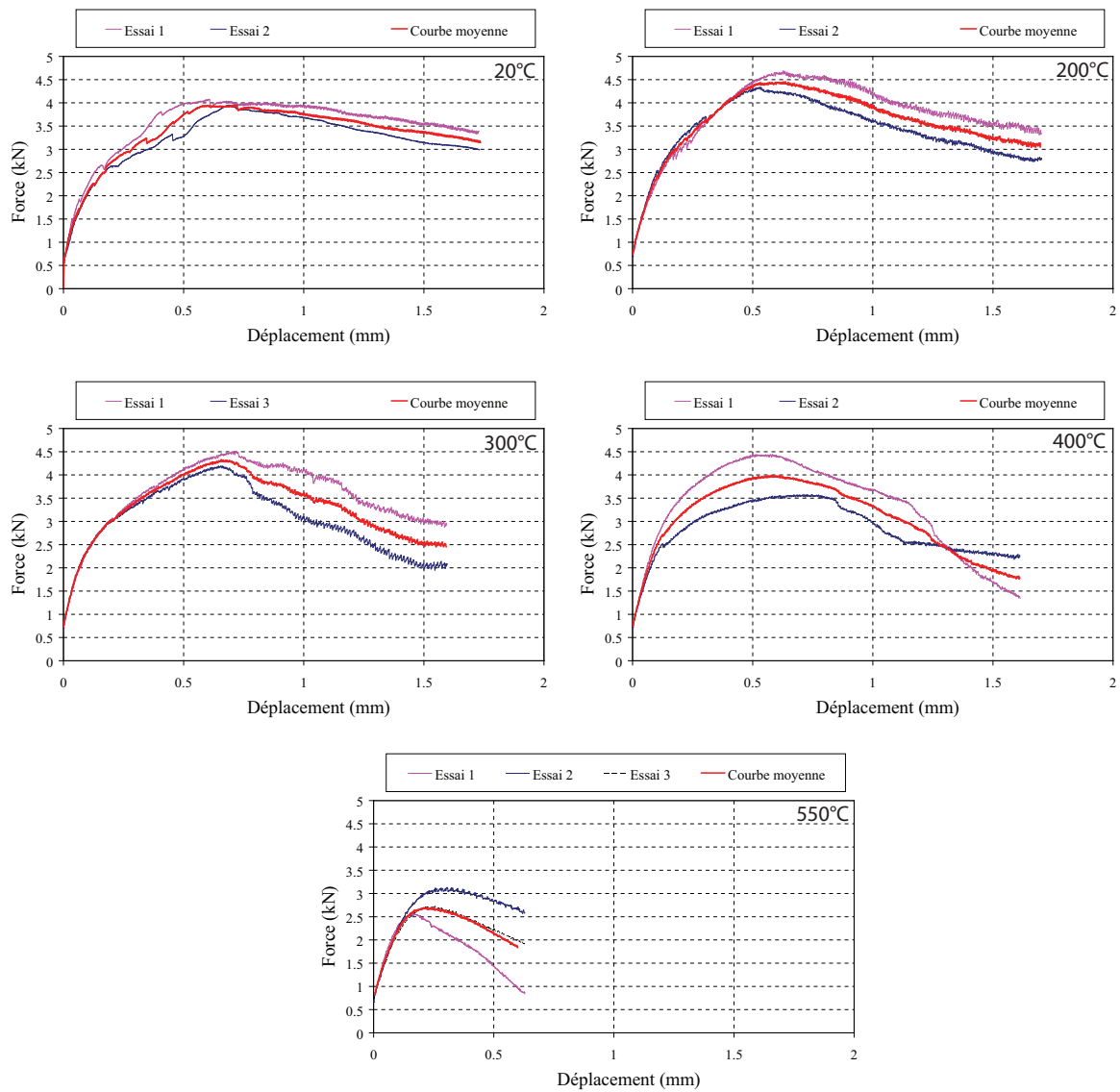


FIGURE 7.3: Résultats bruts et courbe moyenne des essais de flexion en fonction de la température pour le béton de référence CSF : *Effort de flexion(déflexion entre appuis)*.

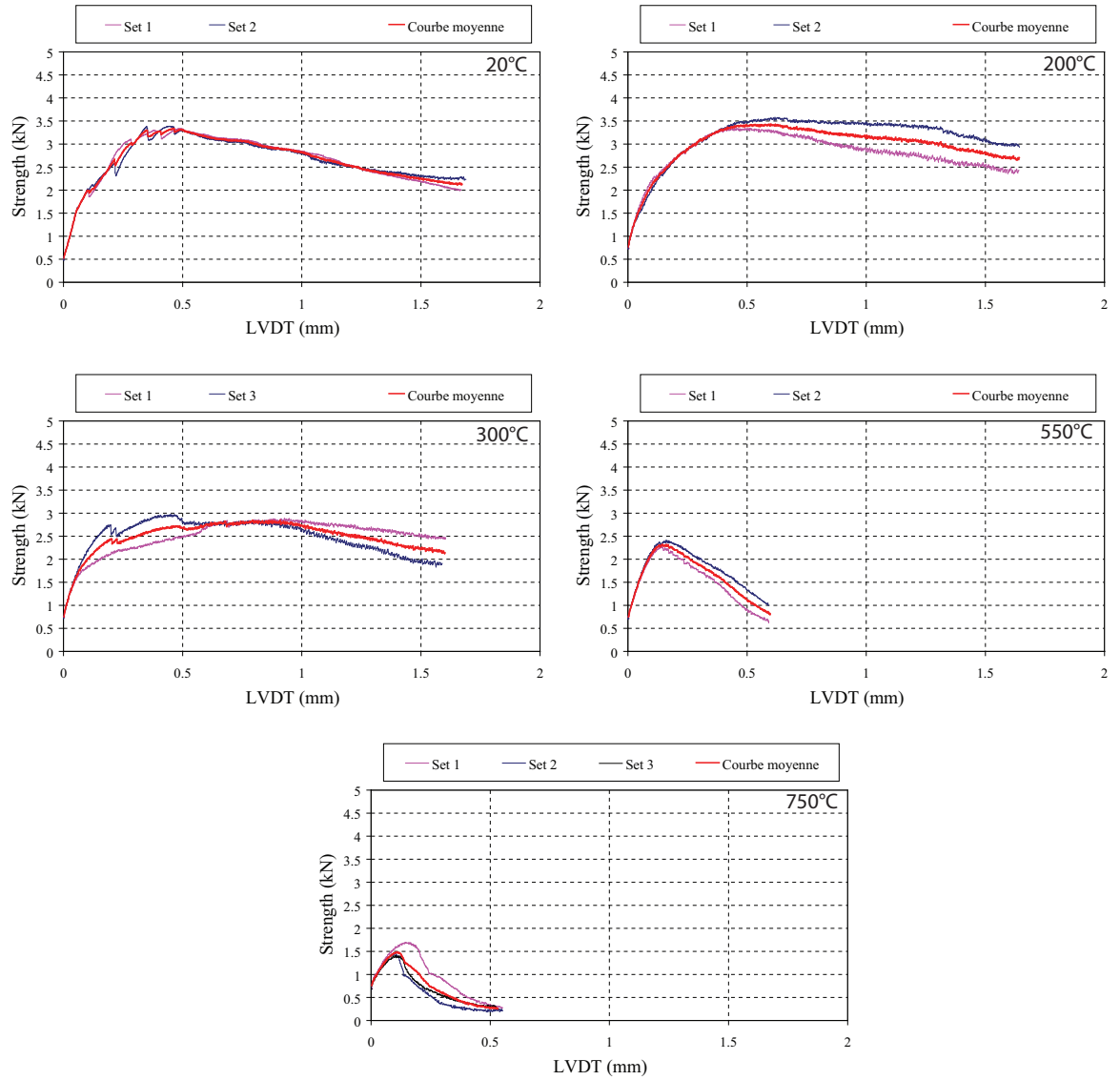


FIGURE 7.4: Résultats bruts et courbe moyenne des essais de flexion en fonction de la température pour le béton de formulation CSPVA6_40_500 : *Effort de flexion(déflexion entre appuis)*.

puis :

$$f_{tf} = R_{fl} \frac{2 * \left(\frac{a}{a_0}\right)^{0.7}}{1 + 2 * \frac{a}{a_0}^{0.7}} \quad (7.2)$$

avec $a_0 = 100 \text{ mm}$

La valeur $\sigma_{btu}(\theta)$ correspond à l'effort maximal qu'a pu reprendre l'échantillon. Il n'y a pas de calcul simple qui permet de passer de l'effort maximum à la contrainte maximale car le comportement n'est plus linéaire. Ce que nous pouvons dire c'est que la différence entre $\sigma_{btu}(\theta)$ et l'effort correspondant à $f_{tf}(\theta)$ représente la résistance apportée par les fibres métalliques.

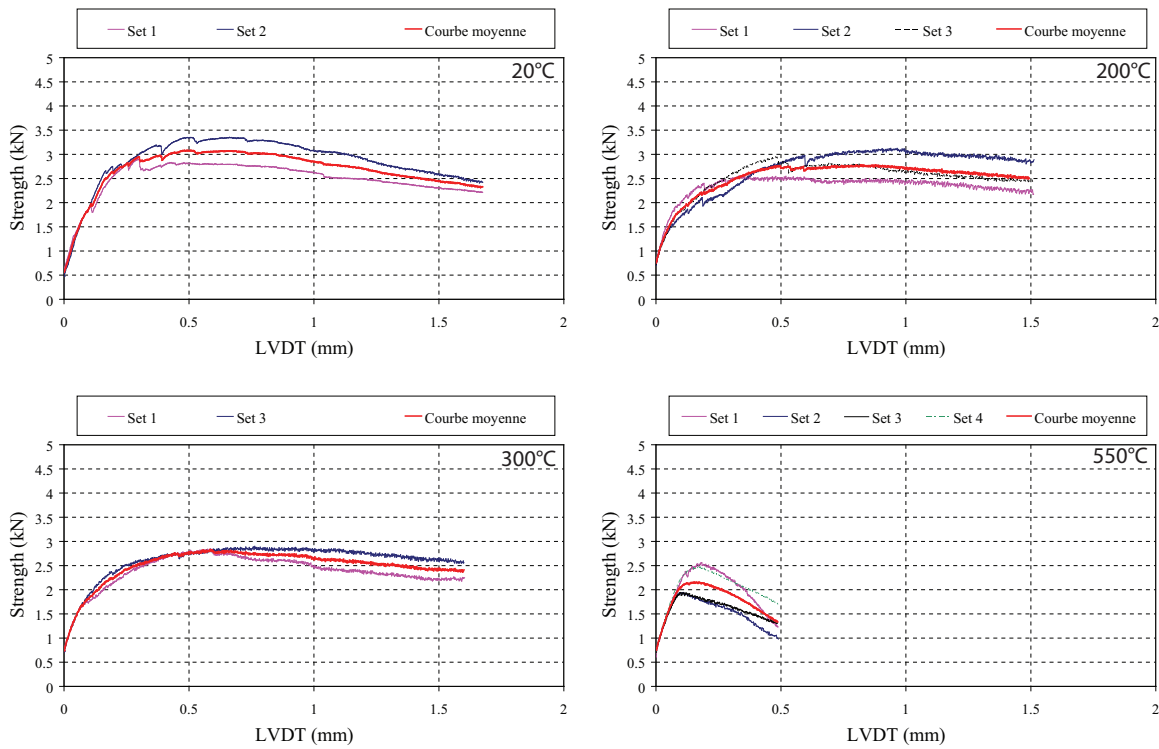


FIGURE 7.5: Résultats bruts et courbe moyenne des essais de flexion en fonction de la température pour le béton de formulation CSPP6_18_600 : *Effort de flexion(déflexion entre appuis)*.

7.5.3 Analyses du comportement sous haute température du BCV[®]

Les figures 7.6 à 7.8 présentent l'évolution du comportement en flexion 4 points du BCV[®] pour les 3 formulations avec fibres.

On peut noter les observations suivantes. Concernant la résistance maximale, elle reste à peu près constante jusqu'à la température de 300°C puis diminue. Parallèlement à cela le matériau se raidit dès 200°C par rapport à la température ambiante puisque la pente en début de courbe augmente avec la température. Enfin la ductilité de l'éprouvette diminue lorsque la température augmente.

Les deux dernières observations sont à l'opposé de ce que nous avons pu observer pour les essais de compression simple. En effet, pour rappel, dans le cas de la compression simple, lorsque la température monte, nous avons observé que le module d'Young, et donc la raideur diminuaient et que la ductilité augmentait.

Les conséquences d'une élévation de la température ne sont donc pas identiques selon la sollicitation mécanique.

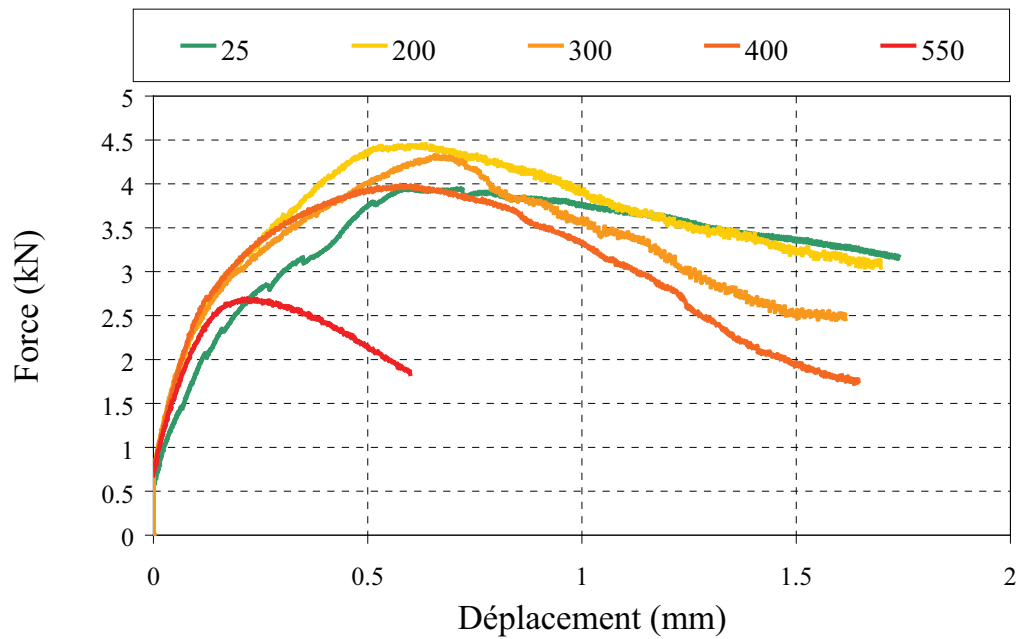


FIGURE 7.6: Évolution avec la température du comportement en flexion 4 points de la formulation CSF : *Effort de flexion(déflexion entre appuis)*.

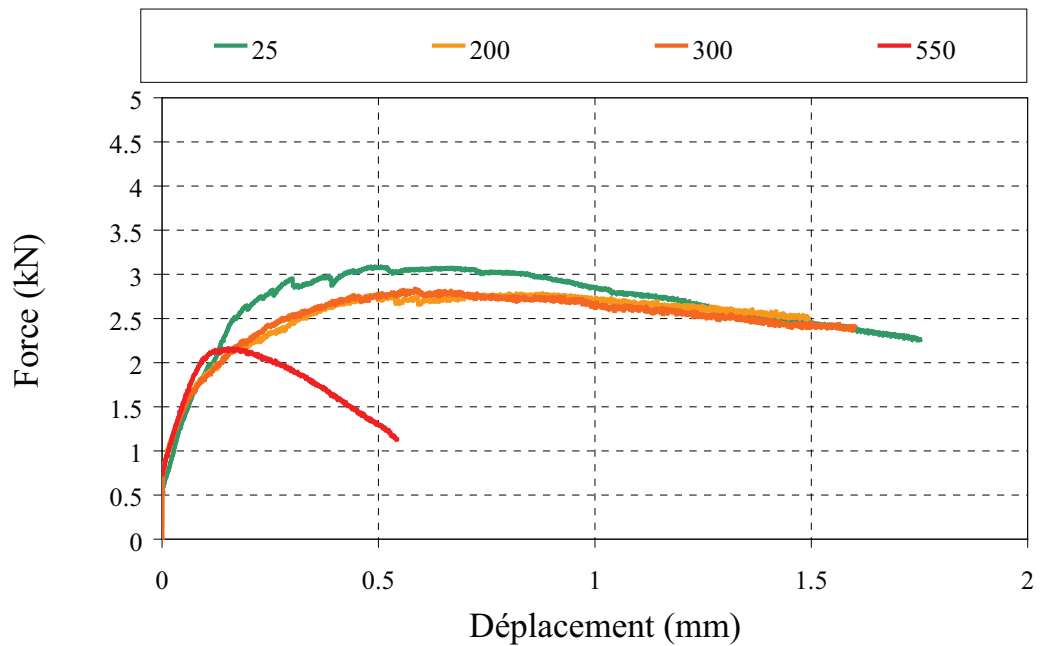


FIGURE 7.7: Évolution avec la température du comportement en flexion 4 points de la formulation CSPP6_18_600 : *Effort de flexion(déflexion entre appuis)*.

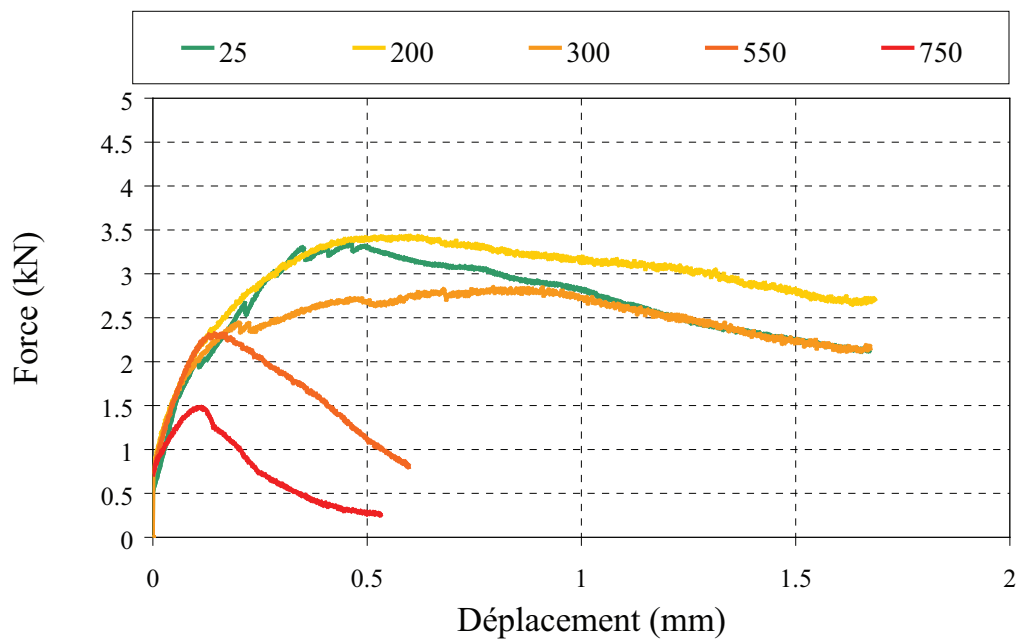


FIGURE 7.8: Évolution avec la température du comportement en flexion 4 points de la formulation CSPVA6_40_500 : *Effort de flexion(déflexion entre appuis)*.

7.5.4 Influence des fibres synthétiques sur le comportement du BCV[®]

En regroupant sur la figure 7.9 les courbes de comportement moyennes des compositions obtenues pour les différentes températures cibles, on met en évidence l'impact des fibres synthétiques sur le comportement en flexion 4 points.

Plusieurs éléments se dégagent des résultats obtenus :

1. à 25°C, l'ajout de fibres synthétiques diminue les performances mécaniques en flexion du matériau.
2. entre 25°C et 200°C, la formulation CPP6_18_600 voit sa résistance diminuée plus fortement que pour les deux autres formulations.
3. entre 200°C et 300°C, le comportement de la formulation CPP6_18_600 n'évolue pas contrairement à la formulation CPVA6_40_500.
4. à 300°C, le comportement du matériau avec fibres synthétiques ne dépend plus de la nature de la fibre incorporée à température ambiante.
5. entre 300°C et 550°C, le comportement des formulations avec fibres synthétiques évolue de façon similaire. Cela fait suite à la remarque précédente pour laquelle nous avons dit qu'à 300°C le type de fibre synthétique n'importait pas sur le comportement du matériau. Nous pouvons donc en déduire que cette remarque s'étend pour des températures supérieures à 300°C.
6. pour chaque température la formulation de référence CSF est plus performante mécaniquement.

Les remarques 3 et 4 nous ont conduits à effectuer des essais à la température 750°C sur la formulation CPVA6_40_500 et nous avons pu refaire des essais aux températures retenues pour renforcer les cas qui n'étaient pas satisfaisants.

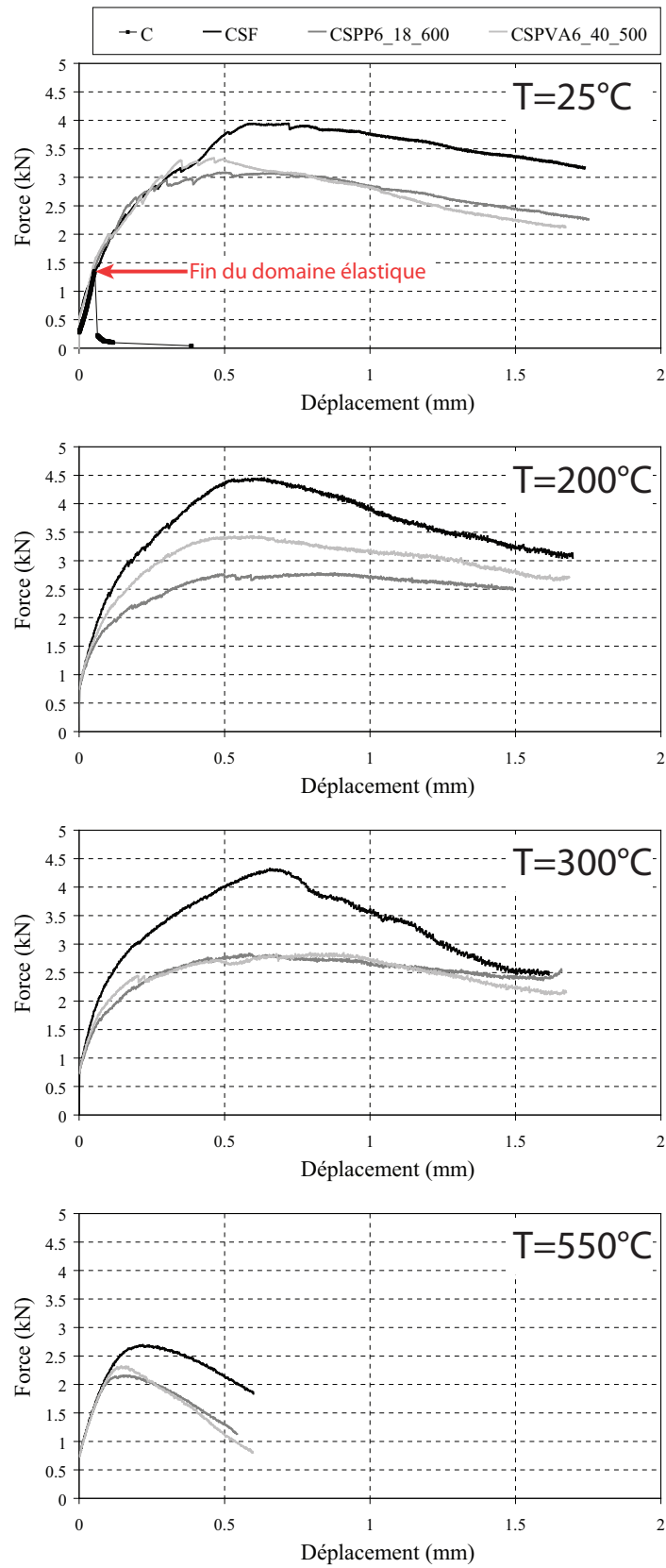


FIGURE 7.9: Évolution avec la température du comportement en flexion 4 points des formulations de BCV[®] : *Effort de flexion (déflexion entre appuis)*.

Référence	25°C	200°C	300°C	550°C
C	5.0	—	—	—
CSF	4.5	4.6	4.4	4.1
CPP6_18_600	4.2	4.0	4.1	4.1
CPVA6_40_500	4.8	3.8	4.1	3.5

TABLE 7.3: Valeurs en MPa des résistances en traction f_{tf} obtenues pour les différentes formulations, d'après l'équation 7.2.

7.5.5 Évolution avec la température de la résistance en traction issue de la flexion 4 points

Le paramètre f_{tf} est calculé à l'aide de l'effort F à partir duquel la courbe "Effort/LVDT" n'est plus linéaire. Pour les formulations avec fibres métalliques, elle est déterminée lorsque la courbe et la tangente à l'origine ne sont plus confondues.

Nous comparons également les valeurs déterminées à la résistance maximale de la formulation C. En effet, nous rappelons que cette formulation ne comporte pas de fibres métalliques. Son comportement peut être considéré comme élastique fragile sans trop d'erreur.

La figure 7.9 montre ainsi les comportements obtenus pour toutes les formulations, y compris la formulation C, à température ambiante. Nous voyons que pour ce cas, après une mise en place du système d'essai, le comportement est bien élastique fragile pour la formulation C. La valeur maximale semble également correspondre à la résistance élastique des autres formulations. Il faut dire cependant que sa détermination est délicate à réaliser, ce qui peut entraîner des variations plus ou moins sensibles sur la valeur du résultat.

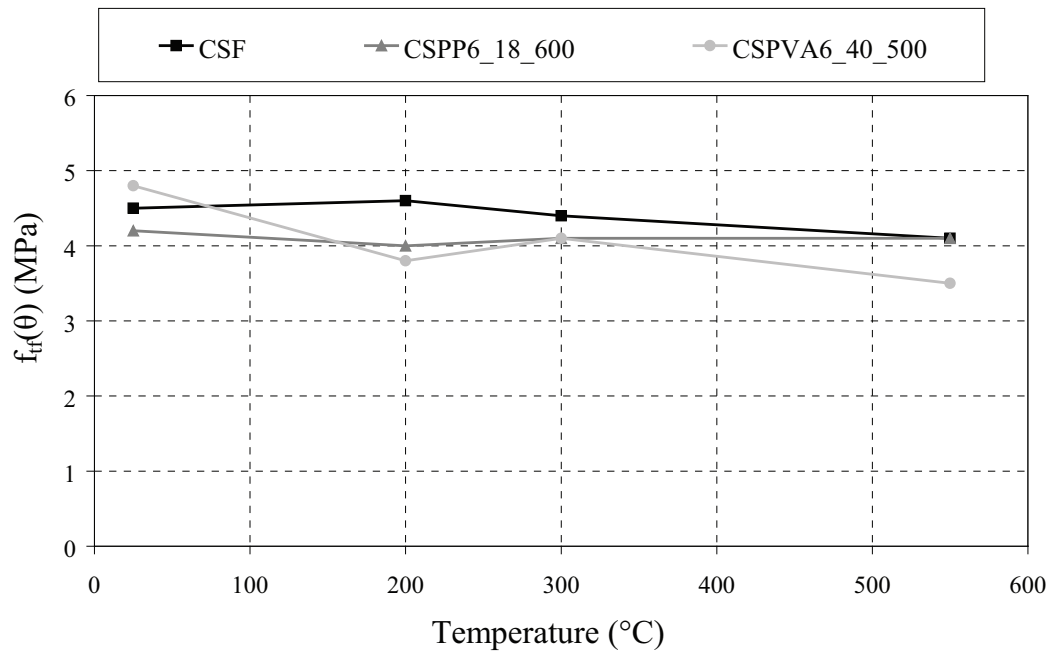
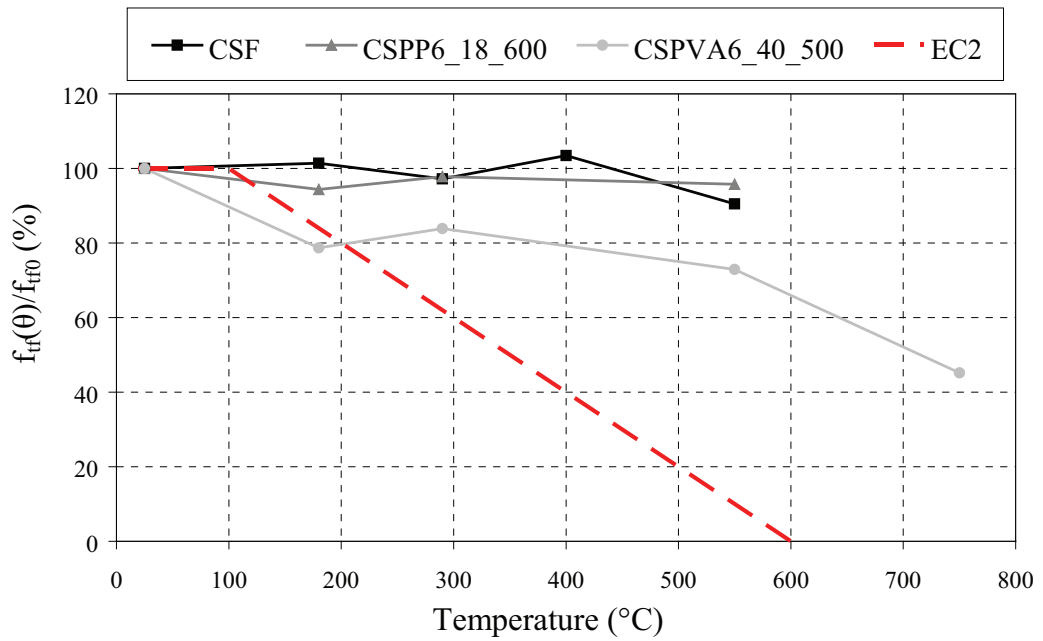
Les valeurs déterminées par le calcul exposé précédemment (équation 7.2) sont récapitulées dans le tableau 7.3. On peut noter de ce tableau que les valeurs obtenues sont relativement proches les unes des autres. Cela signifie que les fibres ajoutées n'influencent que très peu le comportement élastique du matériau. L'évolution avec la température de ce paramètre, en valeurs absolues est visible sur la figure 7.10, alors que les valeurs relatives à la température ambiante sont présentées sur la figure 7.10.

Sur cette dernière figure est tracée également l'évolution de la résistance relative en traction de l'Eurocode 2. Nous pouvons noter que mis à part le point à 200°C pour la formulation CPP6_18_600, les valeurs sont supérieures à la courbe de l'Eurocode.

7.5.6 Évolution de la résistance maximale avec la température

Comme nous l'avons dit précédemment, la résistance σ_{btu} ne peut que s'exprimer conventionnellement sous forme de contrainte, du fait du comportement non linéaire du matériau.

Le tableau 7.4 regroupe les efforts maximums obtenus pour chaque formule, la figure 7.12 montre l'évolution avec la température de la résistance à la flexion 4 points, en valeurs absolues, et la figure 7.13 cette même résistance en valeurs relatives. Nous pouvons remarquer que l'évolution de ce paramètre est semblable à celle de la résistance en compression vue au chapitre 6. Ainsi nous obtenons une résistance relative à 550°C de 70%, et à 750°C de 45%. Sur ce graphique a été portée la courbe résultant de l'application de l'Eurocode 2 pour la traction (en pointillés). La comparaison avec les valeurs de notre matériau montre que l'Eurocode 2 est sécuritaire puisque tous les points de mesures sont supérieurs à la courbe normative. Il faut toutefois rappeler que cette norme ne s'applique que pour des bétons dont la résistance à la compression n'est pas supérieure à 90 MPa. Les résultats obtenus permettraient d'élargir

FIGURE 7.10: Évolution avec la température de la résistance en traction f_{tf} .FIGURE 7.11: Évolution avec la température de la résistance en traction f_{tf} .

Référence	25°C	200°C	300°C	550°C
C	5.0	—	—	—
CSF	3.9	4.4	4.3	2.7
CPP6_18_600	3.1	2.8	2.8	2.2
CPVA6_40_500	3.3	3.4	2.8	2.3

TABLE 7.4: Valeurs en kN de la résistance en flexion en fonction de la température obtenues pour les différentes formulations.

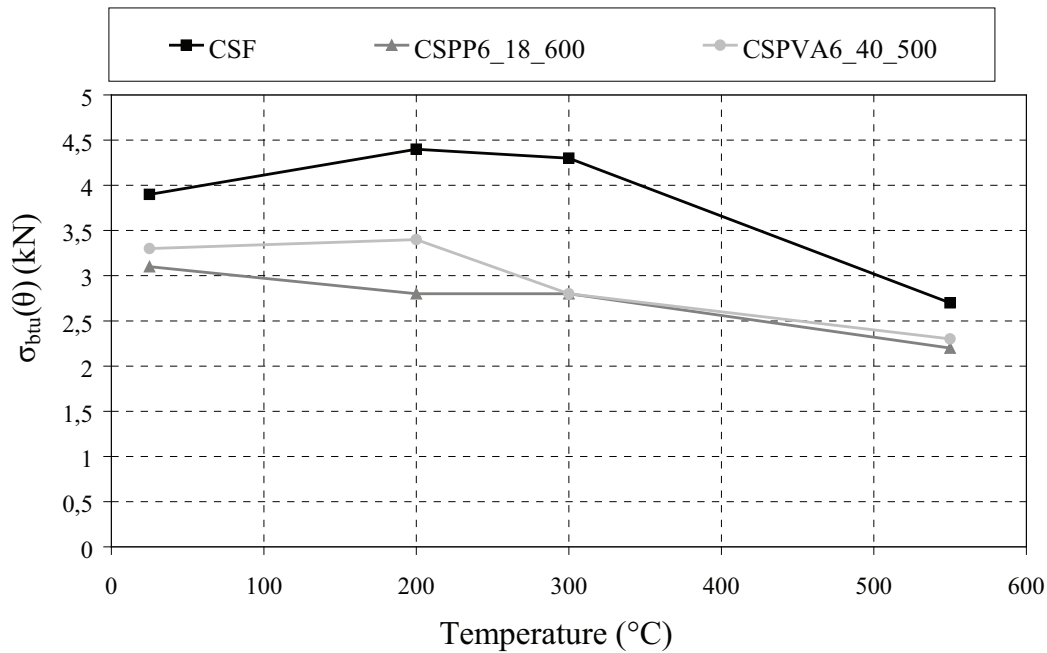


FIGURE 7.12: Évolution avec la température de la résistance σ_{btu} .

le domaine d'application de l'Eurocode.

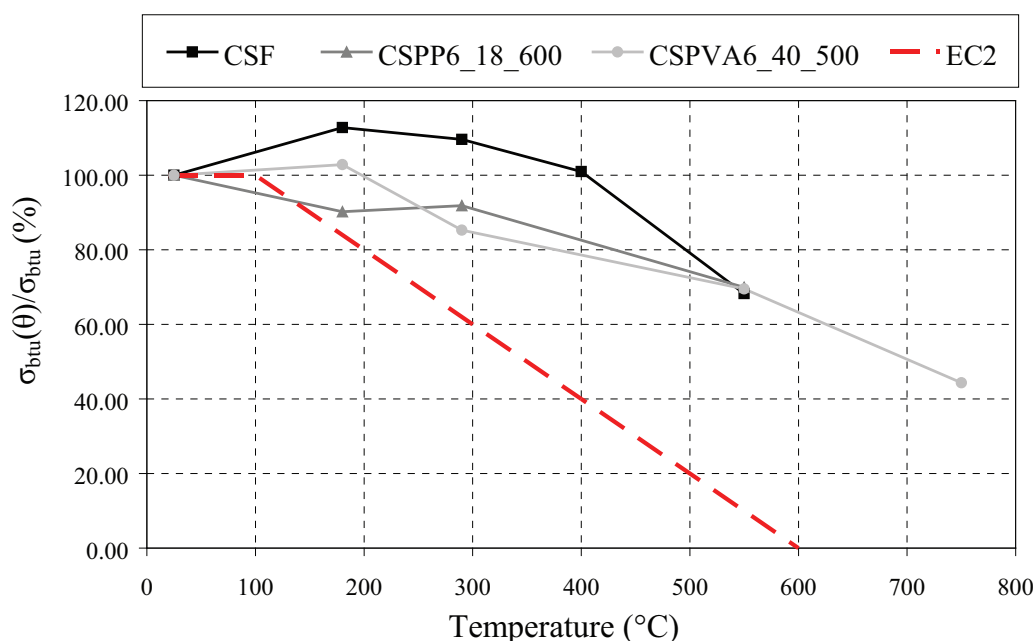
Nous pouvons également souligner qu'à 400°C, nous n'observons pas d'importante diminution de la résistance maximale mais nous n'avons pas non plus d'augmentation comme le montre Hager dans le chapitre 1 (figure 1.18). A ce jour nous n'avons pas d'hypothèses pour expliquer l'augmentation de résistance qu'elle a obtenue mais nous pouvons rappeler, en revanche, qu'une augmentation similaire a été observée dans nos essais en compression.

Savoir que la diminution de la résistance en traction du BCV[®] n'est pas supérieure à celle de la résistance en compression est intéressant car ce sont les caractéristiques du matériau BFUP en traction qui sont en général recherchées.

Cependant, ce n'est pas le seul paramètre auquel il faut s'intéresser, la capacité du matériau à dissiper l'énergie est également importante.

7.5.7 Présentation et calcul de l'énergie dissipée

Ce paramètre n'est pas à proprement parler une énergie de fissuration, mais il reflète la capacité qu'a le matériau à dissiper de l'énergie lorsqu'il est soumis à de la traction. Le béton sans fibres métalliques est très fragile et l'incorporation des fibres métalliques modifie son comportement qui devient beaucoup plus ductile. Cela est caractérisé par le déplacement atteint

FIGURE 7.13: Évolution avec la température de la résistance σ_{btu} .

au pic de charge mais surtout par l'aire sous la courbe *charge(déflexion)*. Nous proposons donc de calculer cette surface pour des valeurs caractéristiques du déplacement et nous les analyserons par la suite. Son unité est "kN.mm" et son calcul est effectué par morceau. Grâce au pas de temps d'acquisition (1s), le résultat peut être considéré comme suffisamment précis. Deux valeurs seront étudiées :

- "area → 0.5 mm" (cas a) correspond à l'aire calculée jusqu'à la valeur $LVDT = 0.5 \text{ mm}$. Pour les températures 25°C à 400°C, la valeur $LVDT = 0.5 \text{ mm}$ est le déplacement correspondant environ à la valeur maximale de l'effort. Pour les températures supérieures, c'est une valeur que nous avons pu atteindre expérimentalement avant que l'éprouvette ne touche le socle du banc de flexion.
- "area → 1.5 mm" (cas b) correspond à l'aire calculée jusqu'à la valeur $LVDT = 1.5 \text{ mm}$. Pour les températures 25°C à 400°C, c'est une valeur que nous avons pu atteindre expérimentalement avant que l'éprouvette ne touche le socle du banc de flexion. Pour les températures supérieures, nous avons extrapolé linéairement à partir du dernier point obtenu expérimentalement et la tangente à la courbe en ce même point puisque l'éprouvette touchait le socle, nous ne pouvions pas aller plus loin (voir figure 7.14). Le déplacement maximal ainsi obtenu est inférieur à 1.5 mm. Le résultat correspond donc à l'aire maximale approximative pour l'essai réalisé.

L'importance de cette aire, par rapport à des bétons non fibrés, est une propriété recherchée des BFUP et du BCV® en particulier. C'est grâce aux fibres métalliques que l'on peut l'obtenir. Cela repose sur l'adhérence fibres/pâte, qui doit être suffisamment bonne pour pouvoir tirer parti de la résistance en traction de l'acier, et donc avoir une résistance maximale plus élevée. Cette adhérence ne doit pas non plus être parfaite car on souhaite dissiper l'énergie par les frottements qui ont lieu lorsque la fibre se déchausse. Afin d'avoir une bonne ductilité en flexion, il est donc impératif que les fibres se déchaussent et non pas qu'elles se cassent. Plus les frottements seront nombreux, plus l'énergie pourra être dissipée.

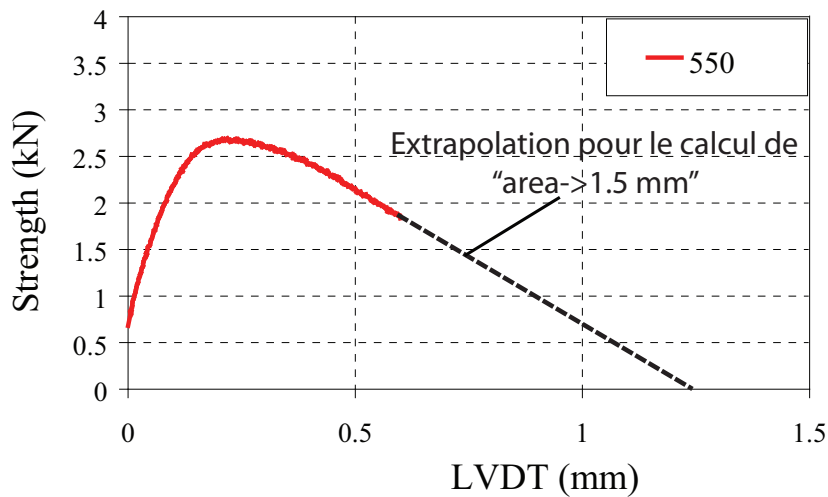


FIGURE 7.14: Principe d'extrapolation pour le calcul du paramètre "area \rightarrow 1.5 mm", dans le cas des températures supérieures à 400°C.

7.5.8 Évolution de l'énergie de dissipation avec la température

Les valeurs obtenues pour les deux cas sont représentées sur la figure 7.15. Nous rappelons qu'une seule formulation avec fibres synthétiques a été testée à 750°C. Cependant nous avons montré au paragraphe 7.5.4 qu'à partir de 550°C, le comportement ne dépend quasiment plus des fibres introduites. Nous pouvons donc supposer que l'évolution est identique pour les formulations autres que CPVA6_40_500.

Nous pouvons noter que pour le **cas a**, la variation est peu prononcée.

Pour la température de 550°C, nous observons une baisse qui reste de l'ordre de celle de la résistance maximale, c'est-à-dire 70% de la valeur à température ambiante. Il n'y a qu'avec la formulation CSF que la diminution n'est pas aussi prononcée.

En revanche, avec le **cas b**, nous pouvons traduire plus fortement l'évolution du comportement à partir de 550°C. Une fois de plus, en dessous de cette température il n'y a quasiment pas de variation, mais à la température de 550°C l'aire ne représente plus que 20% à 30% de la valeur à température ambiante. Il faut rappeler qu'expérimentalement nous n'avons pas pu atteindre le déplacement de 1.5 mm à 550°C. Il semblerait que l'éprouvette ait rompu avant. Ceci explique la chute importante de ce paramètre entre 300°C et 550°C par rapport **cas a**.

Si dans le cas de la résistance, l'évolution est intéressante car bien au-dessus de la courbe normative même jusque 550°C, l'observation de l'aire sous la courbe montre que la capacité à dissiper l'énergie se réduit fortement à partir de 550°C. Ceci peut être dommageable sur une structure qui viendrait à beaucoup se déformer sous l'effet de la température.

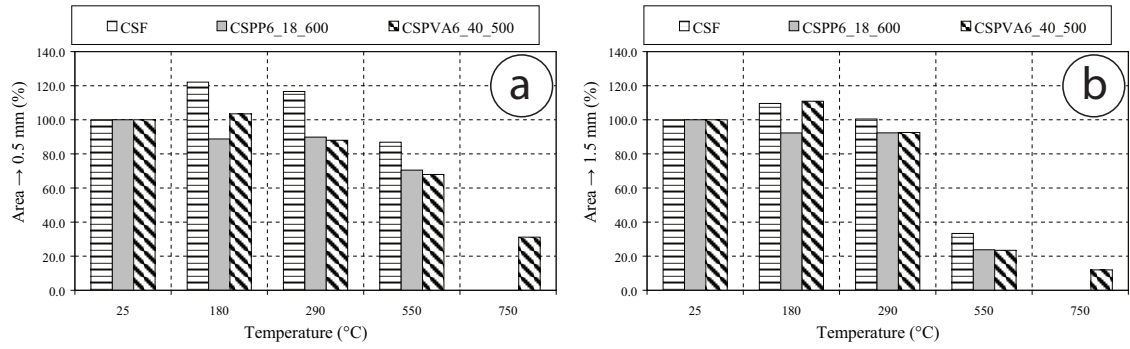


FIGURE 7.15: Évolution avec la température de l'aire sous la courbe : (a) jusqu'à un déplacement de 0.5 mm ("area \rightarrow 0.5 mm"), et (b) jusqu'à un déplacement de 1.5 mm ("area \rightarrow 1.5 mm").

Échantillon	Température °C	f_{max} kN	δ_{pic} mm
CSF	25	3.9	0.72
	200	4.4	0.64
	300	4.3	0.66
	400	4.0	0.58
	550	2.7	0.22
CSPP6_18_600	25	3.1	0.48
	200	2.8	0.88
	300	2.8	0.58
	550	2.2	0.15
CSPVA6_40_500	25	3.3	0.46
	200	3.4	0.60
	300	2.8	0.79
	550	2.3	0.14
	750	1.5	0.11

TABLE 7.5: Synthèse des paramètres caractéristiques f_{max} et δ_{pic} en fonction de la température des échantillons testés en flexion 4 points.

7.5.9 Synthèse des résultats

Le tableau 6.6 résume l'évolution des paramètres de résistance maximale (f_{max}) et de déflexion au pic (δ_{pic}) des échantillons testés en flexion 4 points, en fonction des températures.

7.6 Discussions sur les résultats des essais

Nous allons maintenant tenter d'apporter une interprétation aux observations faites sur les différentes courbes présentées précédemment.

7.6.1 Évolution de la résistance avec la température

Nous pouvons penser que les raisons expliquant la résistance élevée entre 25°C et 300°C sont les mêmes que pour la compression simple. Soit de nouveaux hydrates ou autres minéraux (comme la katoite [94]) améliorent la compacité de la pâte, soit le séchage et le rapprochement des feuillets de C-S-H viennent confiner les fibres métalliques. De ce fait, il est envisageable que l'adhérence pâte/fibre soit elle aussi améliorée. Or cette adhérence joue un rôle très important dans la capacité qu'a l'éprouvette à reprendre un chargement.

7.6.2 Influence des fibres synthétiques sur le comportement du BCV[®]

À température ambiante, le comportement des formulations avec fibres synthétiques est assez significativement moins performant que la formulation de référence CSF. Ceci s'explique par la difficulté à obtenir une même fluidité pour le béton à l'état frais. Ainsi, nous voyons sur le tableau 7.1 que l'air occlus et l'étalement sont affectés par l'ajout de fibres synthétiques. En outre, que ce soit les fibres PP ou les fibres PVA, l'impact est équivalent, ce qui explique également que leurs courbes de comportement à température ambiante soient similaires.

Entre 25°C et 200°C, seul le comportement de la formulation avec les fibres de PP évolue significativement à la baisse. C'est la fonte des fibres des fibres PP qui est responsable de cette évolution puisqu'à 200°C, elles sont sous forme liquide et modifient probablement l'adhérence entre l'ensemble "pâte+fibres synthétiques" et les fibres métalliques. En revanche, le comportement de la variante avec les fibres PVA n'évolue quasiment pas puisque nous avons vu dans le paragraphe 2.1 qu'à 200°C les fibres PVA ne sont pas encore détériorées.

Entre 200°C et 300°C, c'est cette fois-ci le comportement de la formulation avec les fibres PVA qui évolue significativement à la baisse. En effet, pendant cette montée en température, les fibres PVA sont fortement dégradées et créent un domaine poral supplémentaire, ce qui diminue l'adhérence entre la pâte et les fibres métalliques.

À partir de 300°C, le comportement ne semble plus être dépendant de la nature de la fibre synthétique mais uniquement des caractéristiques du béton frais telles que l'étalement ou l'air occlus. Comme ces caractéristiques sont très similaires pour les deux formulations avec fibres synthétiques, nous comprenons pourquoi les comportements deviennent superposables et pourquoi le comportement de la formulation de référence CSF est toujours meilleur quelle que soit la température. Son étalement et sa valeur de l'air occlus sont le reflet d'une meilleure compacité, qui laisse supposer une meilleure adhérence entre la pâte et les fibres métalliques.

7.6.3 Évolution de l'énergie de dissipation avec la température

Dans un premier temps, nous avons vu que pour le cas a, la variation est peu prononcée. Ceci s'explique par le fait que le déplacement de 0.5 mm correspond environ à la valeur maximale de l'essai pour les températures inférieures à 550°C. Or la résistance ne varie que très peu et le comportement pré-pic du matériau est semblable quelle que soit la température.

Puis, le cas b a montré une forte chute de l'énergie entre 300°C et 550°C. Afin d'expliquer une telle chute, il faut revenir sur le processus qui permet d'avoir une dissipation d'énergie. A température ambiante, le déchaussage des fibres s'effectue car l'adhérence fibre/pâte est inférieure à la résistance en traction de la fibre. Lorsque la température augmente, cette inégalité évolue et la résistance en traction de la fibre devient trop faible par rapport à l'adhérence

pour pouvoir se déchausser, elle se rompt alors.

Pour observer cela, nous avons pris les échantillons en fin d'essai et nous avons tenté de les mener à la rupture à la main. J'ai pu personnellement rompre les éprouvettes qui ont été chauffé à 400°C, 550°C et 750°C mais pas celles chauffées aux températures inférieures.

Parmi ces trois échantillons, il y a une différence en ce qui concerne la résistance des fibres qui est la suivante. Pour la température de 400°C, il est possible de déchausser les fibres à la pince, signe que la résistance en traction de la fibre est encore supérieure à l'adhérence fibre/pâte. En revanche, pour les températures de 550°C et 750°C, la même opération mène à la rupture de la fibre, signe que sa résistance à la traction n'est plus suffisante pour qu'elle puisse se déchausser.

Cette petite manipulation permet de comprendre pourquoi la capacité à dissiper l'énergie chute entre 300°C et 550°C. Pour nuancer cette chute importante de l'énergie, il faut rappeler que dans notre étude nous n'avons pas utilisé de fibres métalliques longues ($l=20\text{mm}$). Ces dernières pourraient peut-être améliorer la dissipation de l'énergie.

7.7 Conclusions sur les essais de flexion 4 points à chaud

De même que pour la compression simple, cet essai est original car l'essai mécanique de flexion 4 points est réalisé à chaud. Le protocole mis au point et la taille de l'échantillon permettent d'assurer une homogénéité de la température dans l'éprouvette, qui soit proche de la température de consigne.

Les résultats obtenus présentent une bonne répétabilité, ce qui assure de la pertinence aux courbes présentées. Les principales conclusions que nous tirons de ces essais sont les suivantes :

1. le comportement en flexion 4 points du BCV[®] diffère de celui en compression simple lorsque la température augmente. Nous avons dans le premier cas une augmentation de la raideur en début d'essai et une diminution de la ductilité avec l'augmentation de température. La raideur est probablement liée à la compacité de la pâte qui améliore l'adhérence pâte/fibre, ce qui augmente la rigidité du matériau. La diminution de la ductilité est liée à la diminution de résistance des fibres métalliques qui devient inférieure à l'adhérence fibre/pâte. Le déchaussage des fibres ne se produit plus, et donc l'énergie se dissipe plus brutalement. Ceci se traduit par une ductilité moins importante.
2. l'ajout de fibres synthétiques dégrade les caractéristiques du matériau à l'état frais (air occlus et étalement). S'en suivent des performances mécaniques réduites aux températures élevées. Nous avons pu observer que le changement de morphologie des fibres (fonte par exemple) impacte la résistance maximale à la flexion.
3. à partir de 300°C, le comportement à la flexion des formulations avec fibres PP ou fibres PVA ne dépend plus de la nature de la fibre synthétique. Il semble donc que le comportement ne soit régi que par les caractéristiques du matériau à l'état frais.
4. la résistance en traction $f_{tf}(\theta)$ est sensiblement identique quelque soit la formulation et correspond à peu de chose près à la résistance maximale pour l'essai sur béton sans fibres (formulation C). Son évolution avec la température reste faible.
5. la résistance à la flexion suit la même évolution que la résistance maximale en compression simple. Elle augmente pour des températures inférieures à 550°C, puis diminue à 550°C pour atteindre 30% à 40% de la valeur à température ambiante. Les mécanismes expliquant la stagnation ou la légère augmentation de la résistance maximale peuvent

être identiques à ceux fournis pour la compression simple. Le mécanisme le plus probable serait la formation d'hydrates qui améliorent la compacité de la pâte, entraînant une meilleure adhérence pâte/fibre. Cette compacité expliquerait la bonne performance mécanique en compression simple et l'adhérence fibre/pâte la bonne performance mécanique en flexion 4 points.

6. nous n'avons pas retrouvé l'augmentation de résistance qui était observée par Hager ([50]) entre 300°C et 400°C.
7. la capacité à dissiper l'énergie en traction se dégrade fortement à partir de 550°C. Le point 1 permet d'expliquer qu'une telle dégradation vient des fibres métalliques qui se cassent à partir de cette température.

Conclusions de la partie sur la caractérisation mécanique du BCV[®]

Cette seconde partie s'intéresse aux caractéristiques mécaniques du matériau BCV[®] et de ses variantes qui sont insensibles aux instabilités thermiques lors de l'essai au chalumeau. Il est important de connaître l'évolution des paramètres de résistance en compression et en traction du BFUP avec la température afin de pouvoir les prendre en compte dans les modèles de comportement en vue du dimensionnement de structures.

La particularité de ces essais de caractérisation effectués au laboratoire 3SR est la détermination à chaud du comportement mécanique. Nous avons montré par des essais préliminaires que le choix des dimensions des éprouvettes et le protocole de chauffage adopté permettent d'avoir une température homogène et proche des températures de consigne (200°C, 300°C, 550°C, 750°C et 1000°C) au sein de l'échantillon.

D'autre part, la mesure des déplacements par LVDT permet de déterminer le module d'Young du matériau à haute température lors de l'essai en compression simple. Il est donc possible de suivre son évolution avec l'élévation de la température.

Concernant les résultats des essais en compression, il faut retenir les points suivants :

1. le BCV[®] passe d'un comportement élastique linéaire peu ductile à température ambiante à un comportement non linéaire et ductile à partir de 550°C.
2. l'ajout de fibres synthétiques influence les valeurs absolues des résistances en compression mais pas les évolutions de celles-ci qui sont très semblables pour les différentes formulations.
3. la résistance maximale évolue peu, voire augmente entre 25°C et 300°C, ce qui recoupe les résultats observés dans la bibliographie.
4. les valeurs relatives de résistances maximales restent au-dessus de la courbe normative de l'Eurocode 2 pour les bétons C90/105. Ce résultat permet de se baser sur l'Eurocode 2 pour le calcul de structures en BCV[®] soumises à haute température.
5. le module d'Young diminue de façon quasi-linéaire jusqu'à 550°C. A partir de 750°C, il est délicat de déterminer un module d'Young étant donné l'absence de phase linéaire dans le comportement non linéaire du matériau. Les valeurs relatives se situent elles aussi au-dessus de la courbe normative de l'Eurocode 2 pour les bétons C90/105. Pour ce résultat il est plus délicat de savoir si cela va dans le sens sécuritaire ou non car dans le cas de dilatations thermiques empêchées, plus un élément est rigide, plus cela va engendrer des contraintes thermiques élevées dans le matériau.

Concernant les résultats des essais de flexion 4 points, il faut retenir les points suivants :

1. la résistance maximale évolue peu, voire augmente entre 25°C et 300°C, ce qui recoupe les résultats observés dans la bibliographie. En revanche nous n'observons pas d'augmentation de cette résistance à 400°C.
2. lorsque la température atteint 550°C le matériau perd la ductilité qu'il a à température ambiante. Ceci semble lié à la perte de résistance des fibres métalliques qui se rompent avant de se déchausser, comme identifié qualitativement. La dissipation d'énergie initialement réalisée par ce déchaussement n'est plus possible.
3. l'addition des fibres synthétiques impacte le comportement du BCV[®] principalement pour les températures inférieures à 550°C. À partir de 550°C, la nature de la fibre introduite dans le matériau n'influence pas son comportement en flexion. Ce sont les caractéristiques de porosité du BCV[®] qui guident alors les résultats.
4. les valeurs relatives de résistances restent au-dessus de la courbe normative de l'Eurocode 2 pour les bétons C90/105. Ce résultat permet de se baser sur l'Eurocode 2 pour le calcul de structures en BCV[®] soumises à haute température.

La caractérisation mécanique en compression et en flexion du BCV[®] a montré qu'il se comportait bien vis-à-vis d'une élévation de la température par rapport aux courbes normatives de l'Eurocode 2. Ceci montre que l'utilisation du BCV[®] dans le calcul de structures peut se faire comme n'importe quel béton, en ce qui concerne le dimensionnement mécanique.

Enfin, il semble que la transition entre 400°C et 550°C soit importante dans les modifications des performances mécaniques du BCV[®]. Or cette zone correspond à la déshydratation de la Portlandite, que contient le BCV[®]. Il semble donc que la déshydratation de la Portlandite joue un rôle majeur dans la dégradation des caractéristiques mécaniques.

Conclusions générales

La présente étude est divisée en deux parties, abordant chacune un aspect important du comportement sous incendie des bétons fibrés à ultra hautes performances. Le matériau choisi est le BFUP fabriqué par l'entreprise Vicat, le BCV®.

La première partie traite du caractère explosif des BFUP lorsqu'ils sont soumis à haute température, qui est une particularité plus fréquente que pour les bétons ordinaires. C'est la conjonction de la forte compacité du matériau avec la présence d'eau qui est la cause majeure de ce qu'on appelle aussi l'instabilité thermique du béton.

Nous avons rappelé la principale solution qui existe pour limiter ce risque d'explosion du béton : l'ajout de fibres de polypropylène (PP). Leur rôle est de fondre autour de 170°C et de diminuer les contraintes internes liées à l'élévation de la température. Cependant, nous ne savons pas vraiment pourquoi d'autres fibres synthétiques ne sont pas efficaces pour éviter le phénomène de spalling des BFUP. Nous avons donc sélectionné des fibres de natures différentes afin de les incorporer dans le matériau :

- fibres acryliques (PAN)
- fibres vinylal (PVA)
- fibres de polyéthylène (PE)
- fibres de cellulose (C)

Avant d'étudier les formulations de bétons avec ces fibres, nous avons observé comment celles-ci se comportent avec la température. Nous avons pu ainsi vérifier les températures de fusion théoriques des fibres et observer de quelle manière elles se dégradent. Cette première manipulation a mis en avant deux comportements bien différents des fibres avec la température :

1. les fibres PP et PE passent par un état fondu, respectivement à 100°C et 170°C avant de s'évaporer et de ne laisser que du carbone à partir de 350°C environ.
2. les fibres PVA et PAN ne passent pas par un état fondu mais se dégradent en s'agglomérant entre elles pour ne laisser qu'un dépôt de carbone à partir de 550°C pour les fibres PVA et au-dessus pour les fibres PAN.

Cet essai préfigure déjà des différences entre les fibres en terme d'efficacité par rapport au spalling.

Un essai simple au chalumeau a permis de différencier les formulations vis-à-vis de la tenue au feu du BCV®. Même si cet essai n'est pas identique à un essai normalisé de feu, il nous a permis de créer une base de données contenant les formulations dites "résistantes au feu" et les formulations qui ne le sont pas. Ce caractère "résistant au feu" reste lié à cet essai au chalumeau tout au long de l'étude.

À partir de ce premier essai, nous avons retrouvé l'efficacité des fibres PP vis-à-vis du spalling mais parmi les autres fibres étudiées nous avons été étonnés de voir que les fibres PE n'étaient pas plus efficaces, bien qu'elles aient une température de fusion plus basse.

Afin de mieux comprendre les paramètres qui influencent l'efficacité des fibres synthétiques, nous avons utilisé les moyens d'investigation que sont le microscope électronique à balayage et la porosimétrie mercure.

Les observations au microscope ont montré plusieurs éléments :

1. le caractère hydrophobe ou hydrophile de la fibre influence largement l'adhérence entre la fibre et la pâte. Ainsi pour les fibres PP et PE hydrophobes l'adhérence n'est pas bonne et il se crée un espace entre la fibre et la pâte qui permet à l'eau de circuler autour. De plus, une fois la fibre disparue, le lit de fibre est traversé de fissures permettant à l'eau sous forme gazeuse ou liquide d'accéder au volume libéré. Ceci n'est pas le cas pour les fibres PAN. Celles-ci étant hydrophiles, il se crée une forte adhérence avec la pâte. Ce bon contact empêche la bonne circulation de l'eau autour de la fibre et une fois la fibre disparue, le lit de fibre est recouvert d'un léger film qui bouche les fissures. Ceci bloque l'accès au volume libéré.
2. le point qui expliquerait pourquoi les fibres PE sont moins efficaces que les fibres PP malgré leur température de fusion plus basse serait la viscosité des fibres à l'état fondu. Ce serait donc leur capacité à s'écouler dans le matériau qui expliquerait pourquoi les fibres PP sont les plus efficaces. Elles libèreraient ainsi le volume plus facilement. Cette hypothèse expliquerait pourquoi l'entreprise Baumhueter a déposé un brevet sur des fibres PP plus performantes en modifiant leur viscosité à l'état fondu.

Quant à la porosimétrie au mercure, elle a révélé les points suivants :

1. à température ambiante, on obtient un domaine poral scindé entre deux échelles bien distinctes. Le premier correspond à l'air entraîné et le second à la porosité capillaire de petite dimension.
2. lors de l'élévation de température, la fonte des fibres est remarquablement visible et nous avons déterminé que la température de 350°C semble adaptée pour comparer les domaines poraux des différentes formulations et comprendre pourquoi certaines formulations sont plus efficaces que d'autres.
3. la porosité totale déterminée à cette température n'est pas suffisante pour classer les formulations selon leur efficacité vis-à-vis de la tenue au feu, c'est pourquoi nous avons défini un facteur de zone critique F_{zc} . Il correspond à l'aire située sous la courbe de mercure injecté dans un diagramme "volume cumulé/pression", bornée entre les pressions d'injection de 0.2 MPa et 2 MPa. Les résultats obtenus montrent qu'il existe un seuil (entre 0.04 mL.MPa/g et 0.045 mL.MPa/g) permettant de discriminer les formulations stables au feu (le facteur est supérieur au seuil) de celles qui ne le sont pas (le facteur est inférieur au seuil).

Cette première partie a donc permis de mieux comprendre pourquoi les fibres synthétiques autres que le polypropylène sont moins efficaces vis-à-vis de la tenue au feu des bétons. À partir d'une simple analyse porosimétrique à 350°C, nous avons également élaboré un facteur qui permet de prédire la sensibilité de variantes de formulation de BCV® à l'instabilité thermique. Cette instabilité étant toujours basée sur l'essai au chalumeau.

La première partie a finalement permis de conserver les formulations qui n'ont pas de risque d'explosion. Celles-ci ont donc été soumises à des essais mécaniques afin de déterminer leurs caractéristiques en compression simple et en traction par flexion à haute température.

La deuxième phase de l'étude portant sur la caractérisation mécanique du BCV[®] est également très importante puisque si la formulation employée n'est pas sensible à l'instabilité thermique, encore faut-il que sa résistance mécanique ne chute pas trop rapidement.

Pour ce faire, nous avons réalisé des essais de compression simple et de flexion 4 points qui ont permis de mettre en avant les points suivants :

1. en compression, le matériau BCV[®] passe d'un comportement élastique linéaire avec peu de ductilité à 25°C à un comportement non linéaire à ductilité élevée à partir de 550°C.
2. en flexion 4 points, le matériau BCV[®] passe d'un comportement à ductilité importante à 25°C à un comportement quasi-fragile à partir de 550°C. Nous avons montré que ceci est dû à la rupture des fibres métalliques qui se produit dans le matériau. La dissipation de l'énergie par déchaussage de ces fibres n'est alors plus possible et la déformation à la rupture se réduit fortement.
3. en compression comme en flexion, la résistance maximale évolue peu entre 25°C et 300°C. Elle peut même augmenter pour certaines formulations. L'évolution de la résistance relative avec la température comparée à la courbe de l'Eurocode 2 pour les bétons C90/105 est encourageante. En effet, les valeurs relatives sont toutes supérieures à la courbe normative. On peut donc envisager d'utiliser le référentiel normatif pour dimensionner des structures en BCV[®].
4. à la température de 400°C, nous n'avons pas retrouvé l'augmentation de résistance à la traction par flexion qu'a pu montrer Hager dans sa thèse [50].
5. l'addition de fibres synthétiques dans le béton impacte les résistances maximales en compression et en flexion. Pour les deux types d'essais, les fibres synthétiques entraînent des résistances maximales relatives inférieures au béton référence jusqu'à 550°C, puis la tendance s'inverse dans le cas de la compression et nous n'avons pas pu vérifier cela dans le cas de la flexion.

Dans le cas des essais de flexion nous pouvons observer nettement l'influence de la disparition de ces fibres sur la résistance maximale. Bien que leur rôle ne soit pas mécanique, leur disparition impacte la répartition porale et probablement l'adhérence entre les fibres métallique et la pâte. C'est ce qui expliquerait la diminution de la résistance une fois les fibres synthétiques disparues.

Cette deuxième phase a permis de mieux connaître le comportement mécanique du BCV[®] et d'alimenter la base de données sur les BFUP concernant leurs performances mécaniques à haute température.

Perspectives

Le travail effectué est malgré tout très spécifique vis-à-vis d'une composition de béton particulier. Des perspectives peuvent donc être envisagées afin d'élargir le champ des résultats et de pouvoir extrapoler les conclusions avancées.

1. Le matériau étudié reste spécifique, notamment car, dans le domaine des BFUP, chaque composition est particulière. Le point important est en particulier que la taille des gra-

nulats est limitée à 2 mm dans notre cas. Or il est probable que les granulats aient une influence sur l'instabilité thermique du matériau, même si la pâte reste prédominante dans la composition. Il serait à l'avenir intéressant d'étudier l'influence de la taille des granulats sur l'efficacité des fibres synthétiques et d'optimiser éventuellement les dimensions de ces fibres.

2. D'autre part, nous n'avons pas pu réaliser d'essai feu normalisé sur les formulations sélectionnées. Il serait intéressant de voir si les conclusions obtenues à partir de l'essai au chalumeau se retrouve sur un essai de feu plus réaliste. Ces essais sont d'ailleurs programmés par l'entreprise Sigma Béton pour cet été.
3. La détermination du facteur de zone critique F_{zc} semble pertinente pour la prédiction de la tenue au feu d'une composition de BFUP. Il serait intéressant de calculer ce facteur pour des essais de porosimétrie qui seraient réalisés sur d'autres types de BFUP. Ces autres BFUP pourraient avoir, entre autre, des tailles de granulats et des fibres métalliques différentes.
4. La formulation BCV[®] de référence utilisée pour cette étude ne contient que des fibres courtes, du fait de la petite taille des éprouvettes confectionnées. Nous proposons de tester la tenue au feu du BCV[®] incluant les fibres métalliques longues de 20 mm. Cela impliquerait de modifier les dimensions des échantillons mais permettrait de caractériser cette formulation qui est la plus souvent utilisée.
5. Il pourrait être intéressant d'identifier les paramètres d'un modèle uniaxial à partir des courbes $\sigma(\epsilon)$ qui peuvent être déterminées à partir des essais effectués dans cette étude. Nous aurions alors la possibilité d'analyser l'essai de flexion, plus structurel, par un modèle multifibres, et en effectuant une analyse inverse, il serait alors possible d'identifier une loi $\sigma(\epsilon)$ en traction.
6. La détermination plus précise des caractéristiques thermiques du BCV[®] permettrait de mettre en place un modèle thermo-mécanique, applicable au calcul de structures en BCV[®] soumises au feu.

Bibliographie

- [1] AFGC. *Bétons fibrés à ultra-hautes performances / Recommandations provisoires*. Documents scientifiques et techniques, 2002. 38, 41, 43, 139, 163, 204
- [2] AFGC. *Bétons fibrés à ultra-hautes performances / Projet des nouvelles recommandations*. Caractériser et dimensionner les Bétons Fibrés à Ultra Hautes Performance BFUP, afnor edition, 2011. 39, 44, 46, 194, 195
- [3] AFNOR, Commission de normalisation. *Eurocode 2 : Calcul des structures en béton. Partie 1-2 : Règles générales/Calcul du comportement au feu*. Afnor edition, 2005. 9, 10, 27, 193
- [4] AFNOR, Commission de normalisation. NF P18-424. Bétons - essai de gel sur béton durci - gel dans l'eau - dégel dans l'eau, 2008. 17
- [5] AFNOR, Commission de normalisation. NF P18-425. Bétons - essai de gel sur béton durci - gel dans l'air - dégel dans l'eau, 2008. 17
- [6] AFNOR, Commission de normalisation. NF P18-431-8. NF EN 12350-8 : Essai pour béton frais - partie 8 : béton auto-plaçant - essai d'étalement au cône d'abrams, 2010. 116
- [7] AFNOR, Commission de normalisation. NF P18-440. NF EN 12350-6 : Essai pour béton frais - partie 6 : masse volumique, 1999. 116
- [8] AFNOR, Commission de normalisation. NF P18-443. NF EN 12350-7 : Essais pour béton frais - partie 7 : teneur en air - méthode de la compressibilité, 1999. 116
- [9] L. Alarcon-Ruiz, C. Gallé, and E. Massieu. Analyse de l'évolution de la porosité des pâtes de ciment à haute température. *Premier congrès interdisciplinaire sur les matériaux en France*, 2002. 17, 18, 193
- [10] L. Alarcon-Ruiz, G. Platret, E. Massieu, and A. Ehrlacher. The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste. *Cement and Concrete research*, 35 :609–613, 2005. 14

- [11] C. Alonso and L. Fernandez. Dehydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperature environments. *Journal of Materials Science*, 39 :3015–3024, 2004. 15, 193
- [12] Y. Anderberg. Spalling phenomena of hpc and oc. In L.T. Phan, D. Carino, E. Duthiuh, and Garboczi, editors, *Proceedings of the International Workshop on Fire Performance of High-Strength Concrete, NIST, Gaithersburg (USA)*, pages 69 – 73, 1997.
- [13] ArupFire. *Fire resistance of concrete enclosures*. Arup Group Ltd, Oct 2005. 30
- [14] ASTM. Astm c457 / c457m - 10a : Standard test method for microscopical determination of parameters of the air-void system in hardened concrete. www.astm.org, 2010a. 17
- [15] P. Bamonte, P.G. Gambarova, and P. Panzeri. Thermal properties and residual behavior of heat-damaged self-compacting concrete. In *Consec'07*, pages 1609–1616, Tours, France, 2007. F. Toutlemonde and K. Sakai and O. E. Gjorv and N. Banthia. 29, 194
- [16] V. Baroghel-Bouny. *Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances*. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris/Marne la Vallée, 1994. 13, 193
- [17] Baumhueter extrusion GmbH. PB EUROFIBER HPR. 2010.
- [18] Z. Bazant and L. Najjar. Nonlinear water diffusion in nonsaturated concrete. *Materials and Structures*, 5 :3–20, 1972.
- [19] Z.P. Bažant and M.F. Kaplan. *Concrete at high temperatures : material properties and mathematical models*. Longman, © longman group limited edition, 1996. 14, 15, 27, 32
- [20] M. Behloul, G. Chanvillard, P. Casanova, and G. Orange. Fibre resistance of Ductal® ultra high performance concrete. In *1st fib Congress*, volume 1, pages 421–430, 2002. 39, 43, 45, 195
- [21] A. Bilodeau, V.K.R. Kodur, and G.C. Hoff. Optimization of the type and amount of polypropylene fibres for preventing the spalling of lightweight concrete subjected to hydrocarbon fire. *Cement and Concrete Composites*, 26(2) :163–174, 2004. 33, 35
- [22] S. Brisard. Conception et calcul de structures en BFUP. Setra, 2005. 37
- [23] G. Bruhat. *Cours de physique générale à l'usage de l'enseignement supérieur scientifique et technique : électricité*. Masson et cie edition, 1947.
- [24] F. Buyle-Bodin. Projet national calibé/fabrication. méthode ava, 2000. 17
- [25] M. Carcasses. La durabilité des BFUP / recommandations AFGC. In *Caractériser et dimensionner les Bétons Fibrés à Ultra Hautes Performance BFUP*, 2011. 17, 38, 194
- [26] M. Castellote, C. Alonso, C. Andrade, X. Turillas, and J. Campo. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cement and Concrete Research*, 34(9) :1633–1644, 2004. 14
- [27] Cimbéton. *Fiches techniques/Les bétons : formulation, fabrication et mise en œuvre*. Collection technique Cimbéton, cimbéton/efb edition, 2006. 17
- [28] M. Colombo, M. di Prisco, and R. Felicetti. Mechanical properties of steel fibre reinforced concrete exposed at high temperatures. *Materials and Structures*, 43 :475–491, 2010. 43

- [29] S. Dal Pont, H. Colina, and A. Ehrlacher. A relationship between liquid saturation and crack opening in concrete at high temperature. In *Consec'07*, pages 1581–1588, Tours, France, 2007. F. Toutlemonde and K. Sakai and O. E. Gjorv and N. Banthia.
- [30] A. De Chefdebien and F. Robert. Mechanical properties of ultra high performance fibre reinforced concrete at high temperature. In *7th International Congress 'Concrete : Construction's Sustainable Option', Concrete for fire Engineering*, pages 139–148, Dundee, Scotland, July 8-10, 2008. R. K. Dhir and P. Chana and S. Caliskan and R. Lavingia. [44](#), [45](#), [195](#)
- [31] S. Diamond. Mercury porosimetry an inappropriate method for the measurement of pore size distribution in cemen-based materials. *Cement and concrete research*, 30(10) :1517–1525, 2000.
- [32] W.P.S. Dias, G.A. Khoury, and P.J.E. Sullivan. Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperatures up to 700 °c. *ACI Materials Journal*, 87(2) :160 – 166, 1990.
- [33] S. Djaknoun. *Caractérisation et durabilité des milieux poreux soumis à une sollicitation thermique. Application au béton à haute performance*. PhD thesis, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (USTHB), 2010.
- [34] EPFL. Hydration of cement. website : http://wiki.epfl.ch/coursmateriauxgc/documents/beton3_hyd_ciment.pdf, 2010. [13](#), [193](#)
- [35] F. de Larrard. *Structures granulaires et formulation des bétons*. OA34, études et recherches des laboratoires des ponts et chaussées edition, 2000. [20](#)
- [36] A. Fabbri. *Physico-mécanique des matériaux cimentaires soumis au gel-dégel*. PhD thesis, Université de Marne-La-Vallée, 2006. [17](#)
- [37] H. Fares. *Propriétés mécaniques et physico-chimiques de bétons autoplaçants exposés à une température élevée*. PhD thesis, Université de Cergy-Pontoise, 2009. [19](#), [193](#)
- [38] R.F. Feldman and P.J. Serada. A model for hydrated portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties. *Matériaux et constructions*, 1 :509–519, 1968. [11](#)
- [39] R. Felicetti and P. G. Gambarova. Effects of high temperature on the residual compressive strength of high-strength siliceous concretes. *ACI Materials Journal*, 95(4), 1995.
- [40] R. Felicetti, P. G. Gambarova, MP. N. Sora, and G. A. Khoury. Mechanical behaviour of hpc and uhpc in direct tension at high temperature and after cooling. In *5th RILEM Symposium on Fibre-Reinforced Concrete*, pages 749–758, Cachan (France), 2000. RILEM.
- [41] J. Fourier. *Théorie analytique de la chaleur*. Firmin didot, père et fils edition, 1822. [25](#)
- [42] D. Gawin, F. Pesavento, and B.A. Schrefler. Towards prediction of the thermal spalling risk through a multi-phase porous media model for concrete. *Computer Methods in applied Mechanics and Engineering*, 195 :5707–5729, 2006. [33](#)
- [43] H. Giesche. Mercury porosimetry : a general (practical) overview. *Particle and Particle Systems Characterization*, 23 :9–19, 2006. [100](#)

- [44] N. Khoylou G.L. England. Pore pressure and moisture flow in concrete : steady and transient temperatures. In *Proceedings of SMiRT 14*, pages 491–501, Lyon (France), 1997.
- [45] Goodfellow. Tableau de propriétés des matériaux. website : <http://www.goodfellow.com/fr/>, 2008. 36, 203
- [46] Gouvernement du Québec. Service du répertoire toxicologique de la comission de santé et de la sécurité du travail. website : <http://www.reptox.csst.qc.ca/Default.htm>, 2000. 36, 203
- [47] B.A. Graybeal. *Material property characterization of ultre-high performance concrete*. U.s. department of transportation edition, 2006. 40, 41, 43, 195
- [48] A. Guinier. *La structure de la matière, du ciel bleu à la matière plastique*. Hachette, cnrs edition, 1980.
- [49] K. Habel, M. Viviani, E. Denarié, and E. Brühwiler. Development of the mechanical properties of an ultra-high performance fibre reinforced concrete (uhpfrc). *Cement and Concrete Research*, 36 :1362–1370, 2006. 37
- [50] I. Gaweska Hager. *Comportement à haute température des bétons à haute performance - évolution des principales propriétés mécaniques*. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris/Marne la Vallée et Ecole polytechnique de Cracovie, 2004. 15, 22, 23, 24, 25, 26, 34, 157, 178, 183, 194
- [51] C.-G. Han, M.-C. Han, and Y.-S. Heo. Spalling properties of high strength concrete mixed with various mineral admixtures subjected to fire. *International journal of concrete structures and materials*, 2(1) :41–48, 2008. 33
- [52] C.-G. Han, M.-C. Han, and Y.-S. Heo. Improvement of residual compressive strength and spalling resistance of high-strength rc columns subjected to fire. *Construction and building materials*, page doi :10.1016, 2009. 33, 35, 194
- [53] C.-G. Han, Y.-S. Hwang, S.-H. Yang, and N. Gowripalan. Performance of spalling resistance of high performance concrete with polypropylene fiber contents and lateral confinement. *Cement and Concrete Research*, 35 :1747–1753, 2005. 33
- [54] K. Harada and T. Terai. Heat and mass transfer in the walls subjected to fire. *Fire Research and Safety*, 32(7) :423–435, 1997. 32
- [55] T.Z. Harmathy. Thermal properties of concrete at elevated temperatures. *Journal of Materials*, 5 :47–74, 1970. 29, 30, 194
- [56] Y.-S. Heo, J. G. Sanjayan, C.-G. Han, and M.-C. Han. Effect of fiber type, length and numbers of fibers per unit volume on spalling protection of high strength concrete. In *1st International Workshop on concrete spalling due to Fire Exposure*, pages 211–220, Leipzig, 2009. F. Dehn and E. Koenders. 33, 74
- [57] K.D. Hertz. Limits of spalling of fire-exposed concrete. *Fire safety journal*, 38 :103–116, 2003. 32
- [58] R. Jansson and L. Boström. The influence of pressure in the pore system on fire spalling of concrete. In *Structure in Fire*, pages 418–429, Singapore, 2008. 32

- [59] R. Jansson and L. Boström. Fire spalling : Theories and experiments. *5th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, 2 :735–740, 3/5 sept 2007. 32
- [60] P. Kalifa, G. Chéné, and C. Gallé. High-temperature behaviour of hpc with polypropylene fibres : from spalling to microstructure. *Cement and Concrete Research*, 31(10) :1487–1499, 2001. 33
- [61] P. Kalifa, F.D. Menneteau, and D. Quenard. Spalling and pore pressure in hpc at high temperatures. *Cement and Concrete Research*, 30 :1–13, 2000.
- [62] M. Kanema-Tshimanga. *Influence des paramètres de formulation sur le comportement à haute température des bétons*. PhD thesis, Université de Cergy Pontoise, 2007. 14, 22, 24, 25, 193, 194
- [63] G.A. Khoury. Compressive strength of concrete at high temperature : a reassessment. *Magazine of Concrete Research*, 44(16) :291–309, 1992.
- [64] G.A. Khoury. Spalling. *Course on effect of heat on concrete*, 2003. 30
- [65] G.A. Khoury. Polypropylene fibres in heated concrete. part 2 : pressure relief mechanisms and modelling criteria. *Magazine of concrete research*, 60(3) :189–204, 2008. 31, 34, 35, 63, 194
- [66] G.A. Khoury, B.N. Grainger, and G.P.E. Sullivan. Transient thermal strain of concrete : literature review, conditions within specimen and behaviour of individual constituents. *Magazine of concrete research*, 37(132) :131–144, 1985. 13
- [67] G.A. Khoury and B. Willoughby. Polypropylene fibres in heated concrete. part 1 : molecular structure and materials behaviour. *Magazine of concrete research*, 60(2) :125–136, 2008.
- [68] S.H. Kim and G. A. Somorjai. Surface science of single-site heterogeneous olefin polymerization catalysts. In *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United State of America*, volume 103, pages 15289–15294, 2006. 57, 196
- [69] I. Knack. New pp-fibre with exceptional melting characteristics for improved fire protection in concrete building. In *1st International Workshop on concrete spalling due to Fire Exposure*, pages 238–247, Leipzig, 2009. F. Dehn and E. Koenders.
- [70] V.K.R. Kodur. Performance of high strength concrete in fire. In *NRC-CNRC. review of NRC*, jan 2000.
- [71] B.B.G. Lottman. *Fire in bored tunnels. Structural behaviour, during fire conditions, of bored tunnels made with a concrete segmental lining*. PhD thesis, Delft University of Technology, 2007. 31, 194
- [72] S. Lowell and Joan E. Shields. Influence of pore potential on hysteresis and entrapment in mercury porosimetry. *Journal of colloid and interface science*, 90(1) :203–211, 1982. 100
- [73] T. Matusinovic, J. Sipusic, and N. Vrbos. Porosity-strength relation in calcium aluminate cement pastes. *Cement and concrete research*, 33 :1801–1806, 2003. 20
- [74] F. Meftah. A mesoscale thermo-hygro-mechanical analysis of microstructure effects on heated concrete. In *1st International Workshop on concrete spalling due to Fire Exposure*, pages 436–445, Leipzig, 2009. 33

- [75] J.-C. Mindeguia. *Contribution expérimentale à la compréhension des risques d'instabilité thermique des bétons*. PhD thesis, Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2009. 12, 19, 28, 30, 31, 32, 193, 194, 203
- [76] J.-C. Mindeguia, M. Dhiersat, A. Simon, and P. Pimienta. Behaviour of the UHP-FRC BSI at high temperatures. In *Structure in Fire*, volume 2, pages 683–695, Aveiro, Portugal, 2006. 43
- [77] M. Moranville-Regourd. Microstructure des bétons à hautes performances. *Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*, 1990. 11
- [78] Y. Msaad and G. Bonnet. Analyses of heated concrete spalling due to restrained thermal dilation : Application to the “chunnel” fire. *Journal of Engineering Mechanics*, 132(10) :1124–1132, 2006. 32
- [79] A. E. Naaman and H. W. Reinhardt. Proposed classification of hpfrc composites based on their tensile response. *Materials and Structures*, 39 :547–555, 2006. 40, 42, 195
- [80] National Oceanic and Atmospheric Administration. Cameo chemicals. website : <http://cameochemicals.noaa.gov/>. 36, 203
- [81] T. Noguchi, M. Kanematsu, J. W. Ko, and D. W. Ryu. Heat and moisture movement and explosive spalling in concrete under fire environment. In *Consec'10*, pages 537–544, Merida, Mexico, 2010. P. Castro-Borges and E.I. Moreno and K. Sakai and O.E. Gjorv and N. Banthia.
- [82] A. Noumowé. *Effet de hautes températures (20-600°C) sur le béton. Cas particulier du béton à hautes performances*. PhD thesis, INSA, Lyon, 1995. 14, 15
- [83] A.N. Noumowé, P. Clastres, G. Debicki, and J.-L. Costaz. Transient heating effect on high strength concrete. *Nuclear Engineering and Design*, 166 :99–108, 1996. 21, 194
- [84] J. Ozbolt, G. Periškić, M. Jelčić, and H.W. Reinhardt. Modelling of concrete exposed to high temperature. In *1st International Workshop on concrete spalling due to Fire Exposure*, pages 461–469, Leipzig, 2009. 33
- [85] C.-K. Park, G.-D. Kim, S.-H. Lee, and Y.-S. Sohn. The effect of thermal characteristics of organic fibers on the spalling of high-strength concrete. In *Consec'07*, pages 1627–1632, Tours, France, 2007. F. Toutlemonde and K. Sakai and O. E. Gjorv and N. Banthia.
- [86] L. T. Phan. Spalling and mechanical properties of high strength concrete at high temperature. In *Consec'07*, pages 1595–1608, Tours, France, 2007. F. Toutlemonde and K. Sakai and O. E. Gjorv and N. Banthia.
- [87] L. T. Phan and N. J. Carino. Effects of test conditions and mixture proportions on behavior of high-strength concrete exposed to high temperatures. *ACI Materials Journal*, 99(1) :54–66, 2002. 33
- [88] L.T. Phan, J.R. Lawson, and F.L. Davis. Effects of elevated temperature exposure on heating characteristics, spalling, and residual properties of high performance concrete. *Matériaux et constructions*, 34 :83–91, mars 2001. 30
- [89] P. Pimienta and I. Hager. Mechanical behaviour of HPC at high temperature. In *6th International Symposium on Utilisation of High Strength/high Performance Concrete*, Leipzig, 16-20 june 2002.

- [90] P. Pimienta, J.-C. Mindeguia, A. Simon, and M. Behloul. Behaviour of UHPFRC at high temperatures. In *Designing and Building with UHPFRC : State of the Art and Development*, Marseille, France, 17-18 november 2009. 43, 44, 46, 195
- [91] P. Pliya. *Contribution des fibres de polypropylène et métalliques à l'amélioration du comportement du béton soumis à une température élevée*. PhD thesis, Université de Cergy-Pontoise, 2010.
- [92] J. Resplendino. Présentation générale des BFUP. In *Caractériser et dimensionner les Bétons Fibrés à Ultra Hautes Performance BFUP*, Paris, 2011. École des Ponts - Paristech. 37
- [93] RILEM. Recommendation of rilem tc 200-htc : mechanical concrete properties at high temperatures - modelling and applications - part 2 : Stress-strain relation. *Materials and Structures*, 40 :855–864, 2007. 139
- [94] F. Robert, E. Véron, M. Moranville, and G. Matzen. Link between cement paste chemical changes and mortar mechanical resistance at high temperature. In *1st International Workshop on concrete spalling due to Fire Exposure*, pages 311–321, Leipzig, 2009. F. Dehn and E. Koenders. 23, 157, 176
- [95] C. Salmas and G. Androutsopoulos. Mercury porosimetry : contact angle hysteresis of materials with controlled pore structure. *Journal of colloid and interface science*, 239 :178–189, 2001.
- [96] U. Schneider, U. Diederichs, and C. Ehm. Effect of temperature on steel and concrete for PCRVŠ. *Nuclear Engineering and Design*, 67 :245–258, 1987. 15
- [97] Scholar Chemistry. Material safety data sheet. Safety Data sheet, 2005. 36, 203
- [98] C. E. Scott. Polymerprocessing. website : <http://www.polymerprocessing.com/index.html>, 2000. 36, 203
- [99] M. Shekarchi and G. Debicki. Comportement thermohydrigue d'une paroi en béton : influence du type de béton, influence du type de chargement. *Canadian Journal of Civil Engineering*, 34(10) :1364–1370, 2007. 32
- [100] Soymix. Products description. website : http://www.soymix.com/index_eng.html, 2007. 35, 194
- [101] A. Spasojević. *Structural implications of ultra-high performance fibre-reinforced concrete in bridge design*. PhD thesis, EPFL, 2008. 41, 42, 195
- [102] M. Tsymbrovska. *Dégradation des bétons à hautes performances soumis à des températures élevées, évolution de la perméabilité en liaison avec la microstructure*. PhD thesis, Université de Grenoble UJF, 1998. 18, 20, 44, 193, 194
- [103] F.-J. Ulm, P. Acker, and M. Levy. The chunnel fire. ii : Analysis of concrete damage. *Journal of engineering mechanics*, 125(3) :283–289, 1999. 32
- [104] Vicat. Fiche technique bcv[®] fibres métalliques, 2004. 47, 203
- [105] F. Vieux-Champagne. Caractérisation du comportement en traction du Béton Composites Vicat par voie expérimentale. Insa de Strasbourg, 2010. 37

-
- [106] F. Vodák, K. Trtík, O. Kapičková, Š. Hošková, and P. Demo. The effect of temperature on strength / porosity relationship for concrete. *Construction and building materials*, 18 :529–534, 2004. 20
- [107] H.-D. Vosteen and R. Schellschmidt. Influence of temperature on thermal conductivity, thermal capacity and thermal diffusivity for different types of rock. *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C*, 28(9-11) :499–509, 2003. 29, 194
- [108] N. Walchshofer. Analyse conformationnelle, des cycles en particulier. Université de Lyon 1. 12, 193
- [109] xmatiere. Dictionnaire de la langue française. website : <http://dict.xmatiere.com>, 2010. 9
- [110] W. A. Yanko. *Experimental and numerical evaluation of concrete spalling during extreme thermal loading*. PhD thesis, University of Florida, 2004.
- [111] G. Ye, X. Liu, G. De Schutter, L. Taerwe, and P. Vandewelde. Phase distribution and microstructural changes of self-compacting cement paste at elevated temperature. *Cement and Concrete Research*, 37(6) :978 – 987, 2007. 15, 16, 193

Table des figures

1.1	Courbes standards d'évolution de la température avec le temps, définies dans l'Eurocode NF EN1991-1-2 [3].	10
1.2	Modèle des particules de C-S-H de Feldman et Serada, revu par Sierra (repris de Mindeguia [75]).	12
1.3	Illustration de l'interaction stérique avec une molécule de butane. Conformation instable (à gauche) et conformation stable (à droite) d'après Walchshofer [108].	12
1.4	Récapitulatif simplifié des types d'eau dans le béton, d'après Baroghel [16] et cours de l'EPFL [34].	13
1.5	Perte de masse obtenue par Kanema sur un béton chauffé à 1°C/min (R450) et 0.1°C/min (V450), d'après Kanema [62].	14
1.6	Analyses ATG (a) et ATD (b) d'une pâte de ciment hydratée d'après Alonso [11].	15
1.7	Analyses ATG (a) et ATD (b) de quatre pâtes de ciment différentes d'après Ye [111].	16
1.8	Récapitulatif des transformations physico-chimiques du béton.	16
1.9	Évolution de la porosité d'une pâte de ciment CEM/A (CPJ) 32.5 d'un âge compris entre 40 et 60 jours, d'après Alarcon [9].	18
1.10	Évolution de la porosité totale d'un béton ordinaire (Rc=36 MPa) et d'un béton haute performance (Rc=110 MPa), d'après Tsymbrovska [102].	18
1.11	Évolution de la porosité totale d'un béton auto-plaçant, d'après Farès [37]. . .	19
1.12	Évolution de la porosité totale de différents bétons, d'après Mindeguia [75]. .	19

1.13 Évolution de la distribution des pores pour un béton ordinaire ($R_c=36$ MPa), d'après Tsybrovska [102].	20
1.14 Évolution de la distribution des pores pour un béton ordinaire ($R_c=35$ MPa) en haut et un béton haute performance ($R_c=57$ MPa) en bas, d'après Noumowé [83].	21
1.15 Courbes de résistance en compression "à chaud" à différentes températures pour un béton de rapport $E/C=0.5$, d'après Hager [50].	23
1.16 Évolution de la résistance relative en compression en fonction de la température pour différents rapports E/C : (a) "à chaud" , d'après Hager [50], et (b) "résiduelle", d'après Kanema [62].	24
1.17 Évolution du module d'Young résiduel avec la température, suivant le rapport E/C , d'après Kanema [62].	25
1.18 Compilation effectuée par Hager [50] des essais de traction directe "à chaud" (a) comparée aux résultats de traction directe "à chaud" (b) obtenus par Hager [50].	26
1.19 Évolution des propriétés thermiques obtenues sur des bétons ordinaires, avec et sans fibres, par Mindeguia : (a) conductivité thermique, (b) chaleur spécifique, et (c) diffusivité thermique [75].	28
1.20 Évolution de la diffusivité thermique pour différents bétons auto-plaçants, d'après Bamonte [15]	29
1.21 Évolution de la chaleur spécifique de trois pâtes de ciment en fonction de la température et de différents rapports e/c ($e/c_A = 0.25$, $e/c_B = 0.33$, $e/c_C = 0.50$) : (a) valeurs théoriques, et (b) valeurs expérimentales, d'après Harmathy [55].	29
1.22 Évolution en fonction de la température de la chaleur spécifique de quelques roches d'après Harmathy (a) [55], et Vosteen et Schellschmidt (b) [107].	29
1.23 Suggestion d'évolution de la température et de la pression au sein d'un élément en béton soumis à un incendie, inspiré de Khoury [65].	31
1.24 Modèle de pore sphérique utilisé par Lottman [71] pour le calcul des contraintes de traction.	31
1.25 Trace d'une fibre de polypropylène après avoir fondu, d'après Hager [50].	34
1.26 Fibres de polypropylène : (a) fibrillées d'après Han [52], et (b) monofilaments d'après Soymix [100].	35
1.27 Répartition des pores dans un BFUP et dans deux BHP d'après Carcasses [25].	38
1.28 Évolution de la diffusivité thermique de quelques BFUP en fonction de la température, d'après Pimienta et Mindeguia [2].	39

1.29	Évolution de la dilatation thermique (a) et de la chaleur massique (b) du Ductal en fonction de la température [20].	39
1.30	Étapes de rupture d'un béton à ultra hautes performances sans fibres métalliques : (a) 1/6 sec avant la rupture, (b) 1/30 sec avant la rupture, (c) pendant la rupture et (d) 1/10 après la rupture. D'après Graybeal [47].	40
1.31	Courbes typiques de résistance en compression (a) d'un béton à ultra hautes performances sans fibres métalliques d'après Graybeal [47], et (b) d'un BFUP d'après Spasojevic [101].	41
1.32	Courbes typiques de résistance en traction directe d'un BFUP et de bétons ordinaires et fibrés à haute résistance, d'après Spasojevic [101].	42
1.33	Courbe contrainte/déformation typique d'un BFUP écrouissant (a) et courbe contrainte/ouverture de fissure typique d'un BFUP adoucissant (b), d'après Naaman [79].	42
1.34	Courbe typique de résistance en flexion 4 points d'un BFUP avec traitement vapeur d'après Graybeal [47].	43
1.35	Évolution du comportement en compression simple à chaud du BSI pour différentes températures d'après Pimienta [90].	44
1.36	Évolution en fonction de la température de la résistance en compression simple de différents BFUP d'après Pimienta [2].	44
1.37	Évolution du comportement en traction directe d'un BFUP pour différentes températures d'après Chefdebien [30].	45
1.38	Évolution en fonction de la température de la résistance en traction directe du Ductal [20].	45
1.39	Évolution en fonction de la température de la résistance relative en traction de différents BFUP d'après Pimienta [2].	46
1.40	Évolution en fonction de la température de module d'Young du Ductal et du BSI d'après Pimienta [90].	46
2.1	Spectres infrarouges des pastilles de fibres PP : (a) fibres de 6 mm, et (b) fibres de 12 mm.	55
2.2	Spectres infrarouges des pastilles de fibres PP suivant leur traitement	56
2.3	Spectre infrarouge d'une pastille de fibres PP 6 mm comparé à celui du PP atactic.	56
2.4	Spectre infrarouge d'une pastille de fibres PP 12 mm comparé à celui du PP atactic.	57

2.5	Schéma comparatif simplifié entre une molécule isotactic et une molécule atactic d'après Kim [68].	57
2.6	Échantillon de fibres PP à température ambiante puis après le cycle à la température de consigne de 175°C.	60
2.7	Échantillon de fibres PE à température ambiante puis après le cycle à la température de consigne de 100°C.	60
2.8	Échantillon de fibres PVA à température ambiante puis après le cycle à la température de consigne de 200°C.	61
2.9	Échantillon de fibres PAN à température ambiante puis après le cycle à la température de consigne de 200°C.	61
2.10	Perte de masse des fibres synthétiques.	62
2.11	Courbes DSC et ATG des fibres PP.	63
2.12	Courbes DSC et ATG des fibres PE.	64
2.13	Courbes DSC et ATG des fibres PVA.	64
2.14	Courbes DSC et ATG des fibres PAN.	65
2.15	Courbes DSC et ATG des fibres C.	65
2.16	Étapes permettant le calcul de la surface spécifique des fibres dans le béton.	66
2.17	Vue au cours d'un essai à 10 cm (couleur modifiée).	69
2.18	Schématisation de l'impact de la flamme du chalumeau, après 5 minutes d'essai. A gauche, distance de 15 cm. A droite, distance de 10 cm.	69
2.19	Évolution du séchage lors d'un essai à 15 cm.	69
2.20	Vue en plan de l'installation de l'essai au chalumeau, configuration d=10 cm.	70
2.21	Capture d'image de l'installation de l'essai au chalumeau.	70
2.22	Disposition du thermocouple lors d'un essai à 15 cm (à gauche, thermocouple en contact de la surface, à droite, après éclatement).	71
2.23	Évolution de la température sur la surface chauffée, à la distance de 10 cm.	72
2.24	Principe de notation des échantillons de l'étude.	74
2.25	Schéma expliquant l'éclatement du au refroidissement.	75
2.26	Écaillages se produisant lors d'un essai.	76
2.27	Éclatements se produisant lors d'un essai.	76

2.28 Éclatements se produisant lors d'un essai.	76
3.1 Schéma des éléments constituant le MEB.	81
3.2 Observation d'une même zone de l'échantillon avant correction de l'astigmatisme (en haut) et après (en bas), pour un enregistrement .jpg de même qualité.	82
3.3 Schéma d'un appareil à déposer le carbone.	83
3.4 Schéma du marquage du porte-échantillon.	84
3.5 Photo de l'échantillon de béton gâché dans la pastille en céramique et schéma explicatif de la platine chauffante.	85
3.6 Vue d'une fibre acrylique à 25°C et d'un lit de fibre après chauffage du béton à 280°C puis refroidissement, au détecteur secondaire.	86
3.7 Vue d'une fibre polypropylène à 25°C et de son lit de fibre à 280°C, au détecteur secondaire.	86
3.8 Vue d'une fibre polyéthylène à 25°C et de son lit de fibre à 280°C, au détecteur secondaire.	87
3.9 Détail du lit de fibre à 280°C : polypropylène (PP) à gauche et acrylique (PAN) à droite.	87
3.10 Évolution de la pâte et des fibres acryliques entre 25°C et 350°C, vues au détecteur BSED.	88
3.11 Évolution de la pâte et des fibres de polyéthylène entre 25°C et 350°C, vues au détecteur BSED.	89
3.12 Évolution de la pâte et des fibres de polypropylène entre 25°C et 350°C, vues au détecteur BSED.	89
3.13 Évolution de l'interface entre la fibre PAN et la pâte entre 25°C et 280°C, vues au détecteur LTD.	90
3.14 Évolution de l'interface entre la fibre PE et la pâte entre 25°C et 130°C, vues au détecteur LTD.	90
3.15 Évolution de l'interface entre la fibre PP et la pâte entre 25°C et 280°C, vues au détecteur LTD.	90
3.16 Évolution de la pâte et de fibres PVA entre 25°C et 350°C, vues au détecteur environnemental.	92
3.17 Évolution de la pâte entre 25°C et 350°C, vues au détecteur environnemental.	93
3.18 Évolution de la pâte et d'une fibre de polypropylène entre 110°C et 350°C, vues au détecteur environnemental.	94

3.19 Évolution de la pâte et d'une fibre d'acétate de polyvinyle entre 80°C et 350°C, vues au détecteur environnemental.	94
3.20 Évolution de la pâte et d'une fibre acrylique entre 25°C et 350°C, vues au détecteur environnemental.	95
3.21 Schéma des éléments constituant le porosimètre à mercure.	96
3.22 Résultats de la porosimétrie après le cycle à 350°C pour l'essai de répétabilité : a) volume incrémental, et b) volume cumulé.	99
3.23 Protocole de montée en température des échantillons testés. Le refroidissement (non indiqué) est naturel.	100
3.24 Évolution de la porosité avec la température pour l'échantillon CPP12_50_400 : a) volume incrémental, et b) volume cumulé.	101
3.25 Porosité totale mesurée par intrusion au mercure après un cycle de chauffage à 350°C.	102
3.26 Résultats de la porosimétrie après le cycle à 350°C des différents échantillons : a) volume incrémental, et b) volume cumulé.	103
3.27 Valeur du facteur de zone critique calculé pour chaque formulation après le cycle à 350°C.	104
3.28 Exemple de courbes de porosimétrie illustrant différentes valeurs du facteur de zone critique.	105
4.1 Vue du dispositif expérimental haute température, en position fermée.	114
4.2 Vue détaillée de l'intérieur du dispositif expérimental haute température.	115
4.3 Schéma des éléments composant le dispositif expérimental haute température.	115
4.4 Vue du bloc de commande du four.	115
5.1 Comparaisons des mesures des thermocouples au cours de l'essai de contrôle à 550°C.	122
5.2 Récapitulatif des mesures de température au cœur de l'échantillon : <i>Température(Temps)</i>	122
5.3 Récapitulatif des mesures de la température au cœur de l'échantillon, suivant l'histoire subie, pour la température cible de 200°C : <i>Température(Temps)</i>	123
5.4 Vue du maillage du modèle et des conditions aux limites.	124
5.5 Résultats des évolutions des températures : (a) pour le modèle 1, et (b) pour le modèle 2 : <i>Température(Temps)</i>	126

5.6	Implantations des jauges pour la mesure du module d'Young.	128
5.7	Courbes contraintes-déformations pour les 4 essais à température ambiante : (a) jauges, et (b) comparaison de la courbe moyenne des jauges avec celles des LVDT.	130
5.8	Décomposition des raideurs de l'essai de compression simple.	131
6.1	Vues du moule pour éprouvettes de compression.	136
6.2	Schéma de principe de mesure de parallélisme.	136
6.3	Représentation de la surface : (a) échantillon 1, (b) échantillon 2, et (c) échan- tillon 3.	137
6.4	Résultats de l'ATG d'un échantillon de BCV [®] chauffé à 5°C/min : <i>Perte de masse(Température)</i>	138
6.5	Courbes dérivées de l'ATG sur BCV [®] (en bas, échelle diminuée mettant en évidence les pics).	138
6.6	Évolutions de la température et du chargement au cours d'un essai mécanique à haute température.	140
6.7	Courbes <i>Effort(Raccourcissement)</i> brutes obtenues pour l'échantillon de réf- érence BCV [®] (formule CSF) à différentes températures.	144
6.8	Courbes <i>Effort(Raccourcissement)</i> brutes obtenues pour l'échantillon de for- mule CSPP6_18_600 à différentes températures	145
6.9	Courbes <i>Effort(Raccourcissement)</i> brutes obtenues pour l'échantillon de for- mule CSPVA6_40_500 à différentes températures	146
6.10	Courbes <i>Effort(Raccourcissement)</i> brutes obtenues pour l'échantillon de for- mule CSC0.9_20_1400 à différentes températures	147
6.11	Résultats moyens <i>Effort(Raccourcissement)</i> des essais de compression simple obtenus pour la formulation CSF aux différentes températures d'essais.	148
6.12	Résultats moyens <i>Effort(Raccourcissement)</i> des essais de compression simple obtenus pour la formulation CSPP6_18_600 aux différentes températures d'es- sais.	148
6.13	Résultats moyens <i>Effort(Raccourcissement)</i> des essais de compression simple obtenus pour la formulation CSPVA6_40_500 aux différentes températures d'essais.	149
6.14	Résultats moyens <i>Effort(Raccourcissement)</i> des essais de compression simple obtenus pour la formulation CSC0.9_20_1400 aux différentes températures d'essais.	149

6.15	Exemple d'un essai avec fissuration brutale de l'échantillon.	150
6.16	Évolution de la résistance absolue en compression simple, en fonction de la température : (a) jusqu'à 550°C, et (b) jusqu'à 1000°C pour les formulations de la deuxième campagne : <i>Résistance relative(Température)</i>	152
6.17	Évolution de la résistance en compression simple, relative à la valeur à température ambiante en fonction de la température : (a) jusqu'à 550°C, et (b) jusqu'à 1000°C pour les formulations de la deuxième campagne : <i>Résistance relative(Température)</i>	153
6.18	Évolution du module d'Young absolu , en fonction de la température : (a) jusqu'à 550°C, et (b) jusqu'à 1000°C pour les formulations de la deuxième campagne.	154
6.19	Évolution du module d'Young, relative à la valeur à température ambiante en fonction de la température : (a) jusqu'à 550°C, et (b) jusqu'à 1000°C pour les formulations de la deuxième campagne.	155
7.1	Schéma du montage de flexion quatre points.	160
7.2	Exemple de calcul du paramètre "area → 1.5 mm" dans le cas de la formulation CSF à température ambiante.	163
7.3	Résultats bruts et courbe moyenne des essais de flexion en fonction de la température pour le béton de référence CSF : <i>Effort de flexion(déflexion entre appuis)</i>	164
7.4	Résultats bruts et courbe moyenne des essais de flexion en fonction de la température pour le béton de formulation CSPVA6_40_500 : <i>Effort de flexion(déflexion entre appuis)</i>	165
7.5	Résultats bruts et courbe moyenne des essais de flexion en fonction de la température pour le béton de formulation CSPP6_18_600 : <i>Effort de flexion(déflexion entre appuis)</i>	166
7.6	Évolution avec la température du comportement en flexion 4 points de la formulation CSF : <i>Effort de flexion(déflexion entre appuis)</i>	167
7.7	Évolution avec la température du comportement en flexion 4 points de la formulation CSPP6_18_600 : <i>Effort de flexion(déflexion entre appuis)</i>	167
7.8	Évolution avec la température du comportement en flexion 4 points de la formulation CSPVA6_40_500 : <i>Effort de flexion(déflexion entre appuis)</i>	168
7.9	Évolution avec la température du comportement en flexion 4 points des formulations de BCV [®] : <i>Effort de flexion(déflexion entre appuis)</i>	169
7.10	Évolution avec la température de la résistance en traction f_{tf}	171
7.11	Évolution avec la température de la résistance en traction f_{tf}	171

7.12 Évolution avec la température de la résistance σ_{btu}	172
7.13 Évolution avec la température de la résistance σ_{btu}	173
7.14 Principe d'extrapolation pour le calcul du paramètre "area \rightarrow 1.5 mm", dans le cas des températures supérieures à 400°C.	174
7.15 Évolution avec la température de l'aire sous la courbe : (a) jusqu'à un déplacement de 0.5 mm ("area \rightarrow 0.5 mm"), et (b) jusqu'à un déplacement de 1.5 mm ("area \rightarrow 1.5 mm").	175
A.1 Étapes de fonte des fibres de PP	208
A.2 Étapes de fonte des fibres de PE	209
A.3 Étapes de fonte des fibres de PVA	210
A.4 Étapes de fonte des fibres de PAN	211
B.1 Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule C à température ambiante et après le cycle à 350°C	214
B.2 Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CPP12_33_400 à température ambiante et après le cycle à 350°C	215
B.3 Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CPP12_50_200 à température ambiante et après le cycle à 350°C	216
B.4 Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CPP12_50_400 à température ambiante et après le cycle à 350°C	217
B.5 Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CSF à température ambiante et après le cycle à 350°C	218
B.6 Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CSF_PP12_50_400 à température ambiante et après le cycle à 350°C	219
B.7 Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CK_280 à température ambiante et après le cycle à 350°C	220
B.8 Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CM_21800 à température ambiante et après le cycle à 350°C	221
C.1 Porte-échantillon pour la rectification	224
C.2 Vues du porte-échantillon placé sur la rectifieuse	224

C.3	Reste de l'échantillon CSB6.35_9_1480 à l'issue de l'essai en compression simple à 750°C	225
C.4	Résultats moyens <i>Effort(Raccourcissement)</i> des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSPP6_18_800	226
C.5	Résultats moyens <i>Effort(Raccourcissement)</i> des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSPP12_50_300	226
C.6	Résultats moyens <i>Effort(Raccourcissement)</i> des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSPP12_50_400	227
C.7	Résultats moyens <i>Effort(Raccourcissement)</i> des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSPE4.6_20_600	227
C.8	Résultats moyens <i>Effort(Raccourcissement)</i> des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSPE4.6_20_800	228
C.9	Résultats moyens <i>Effort(Raccourcissement)</i> des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSB6.35_9_1480	228

Liste des tableaux

1.1	Pressions de vapeur mesurées expérimentalement par différents auteurs (repris de Mindeguia [75]).	32
1.2	Tableau des références des diverses fibres d'après les fournisseurs [80], [97], [46], [45], [98].	36
1.3	Caractéristiques mécaniques du BCV [®] d'après Vicat [104].	47
1.4	Formulation de référence du BCV [®]	47
2.1	Producteurs, fournisseurs et dimensions des fibres autres que polypropylene. .	58
2.2	Différences entre les températures de consigne et les températures affichées. .	59
2.3	Dosages retenus pour les différentes formulations.	67
2.4	Résultats des essais au chalumeau pour chaque dosage de fibres.	73
2.5	Fibres et dosages retenus pour les essais mécaniques à haute température. . .	77
3.1	Tableau récapitulatif des différentes observations.	85
3.2	Échantillons testés à l'essai de porosimétrie au mercure.	97
4.1	Formulations des bétons pour les essais mécaniques à haute température. . . .	116
5.1	Historique des températures cibles et des échantillons associés pour la caractérisation d'homogénéité thermique de l'échantillon.	120

5.2	Conditions aux limites appliquées pour chaque modèle.	123
5.3	Valeurs du protocole d'essai pour les mesures des modules d'Young.	128
5.4	Modules d'Young moyens, calculés à partir des jauges et des capteurs LVDT.	129
5.5	Raideurs k , k_1 et k_2 issues des 4 essais expérimentaux instrumentés effectués à température ambiante.	131
6.1	Défauts de parallélisme en μm issus des mesures par comparateur trois échantillons, selon la figure 6.2.	136
6.2	Valeurs de teneur en Portlandite usuellement rencontrées pour différents bétons([1]).	139
6.3	Valeurs des paramètres des essais mécaniques à hautes températures	141
6.4	Récapitulatif des formulations conservées pour les essais de compression simple à chaud.	142
6.5	Tableau récapitulatif des essais de compression simple réalisés à hautes températures.	143
6.6	Synthèse des principaux paramètres caractéristiques f_{max} , ϵ_{pic} , et E en fonction de la température, des échantillons testés en compressions simple.	156
7.1	Formulations des bétons pour les essais de flexion 4 points à haute température.	160
7.2	Tableau récapitulatif des essais de flexion 4 points réalisés à hautes températures.	162
7.3	Valeurs en MPa des résistances en traction f_{tf} obtenues pour les différentes formulations, d'après l'équation 7.2.	170
7.4	Valeurs en kN de la résistance en flexion en fonction de la température obtenues pour les différentes formulations.	172
7.5	Synthèse des paramètres caractéristiques f_{max} et δ_{pic} en fonction de la température des échantillons testés en flexion 4 points.	175

Annexes

ANNEXE A

Clichés de la fonte des fibres synthétiques

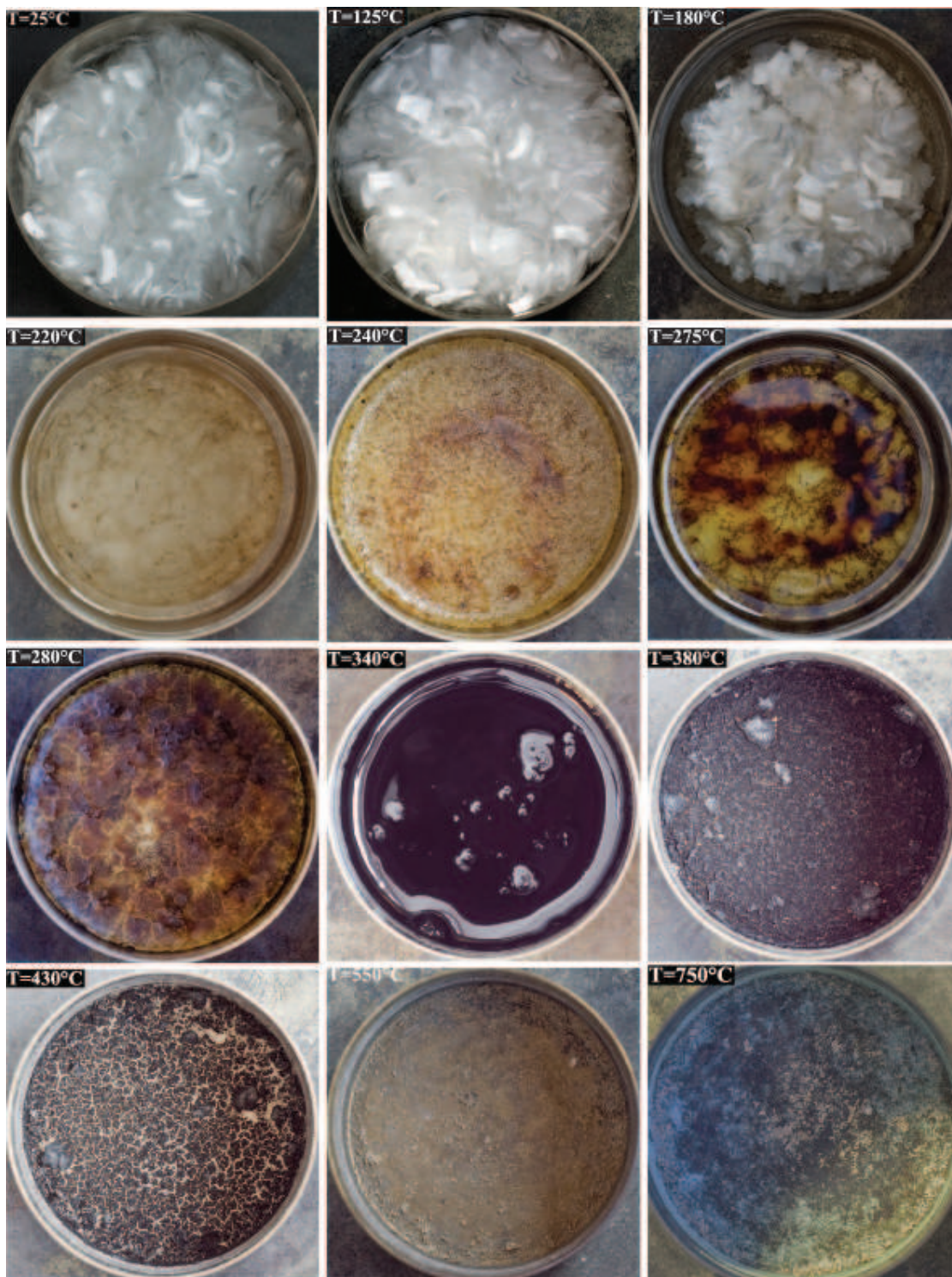


FIGURE A.1: Étapes de fonte des fibres de PP

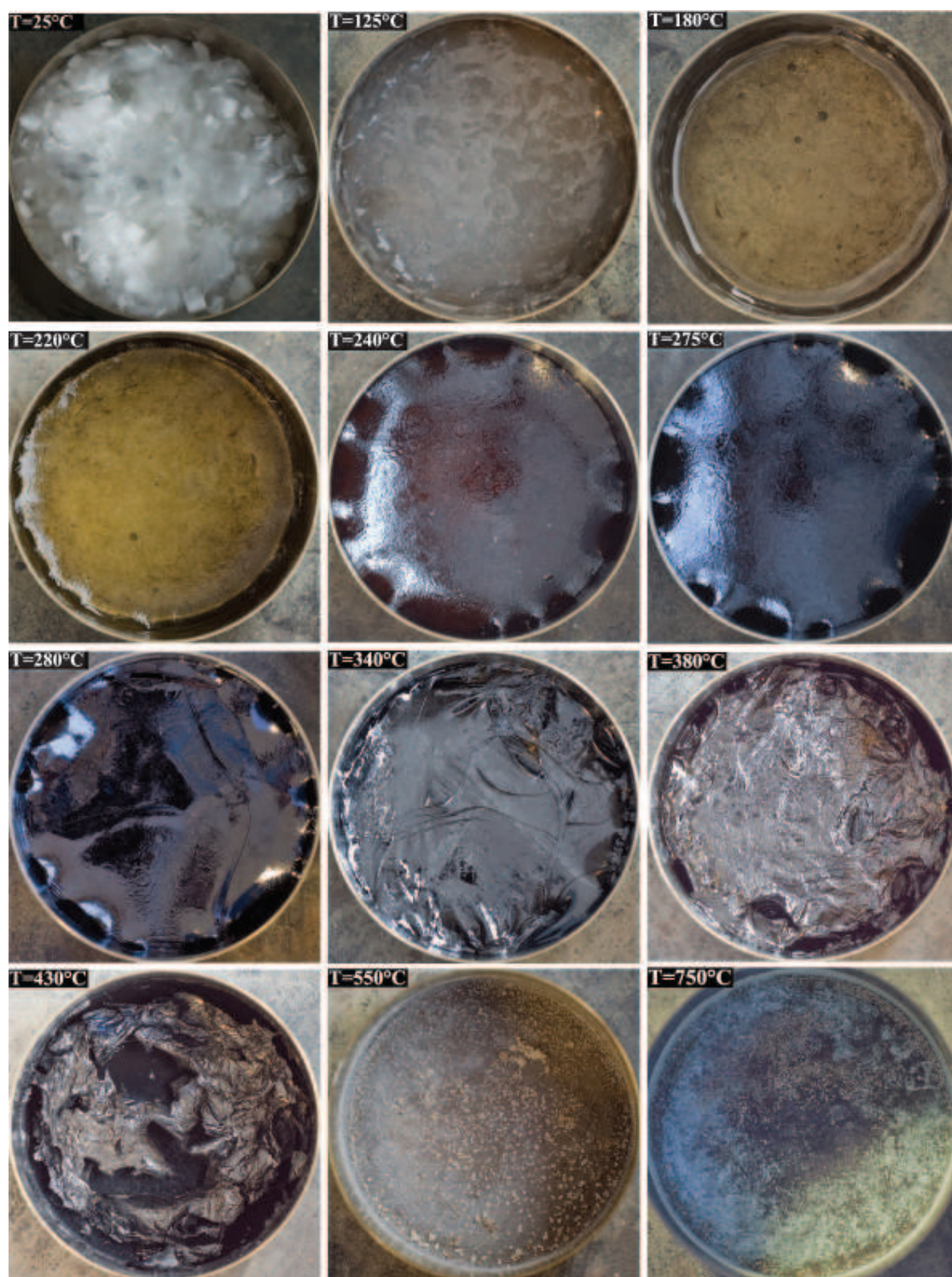


FIGURE A.2: Étapes de fonte des fibres de PE

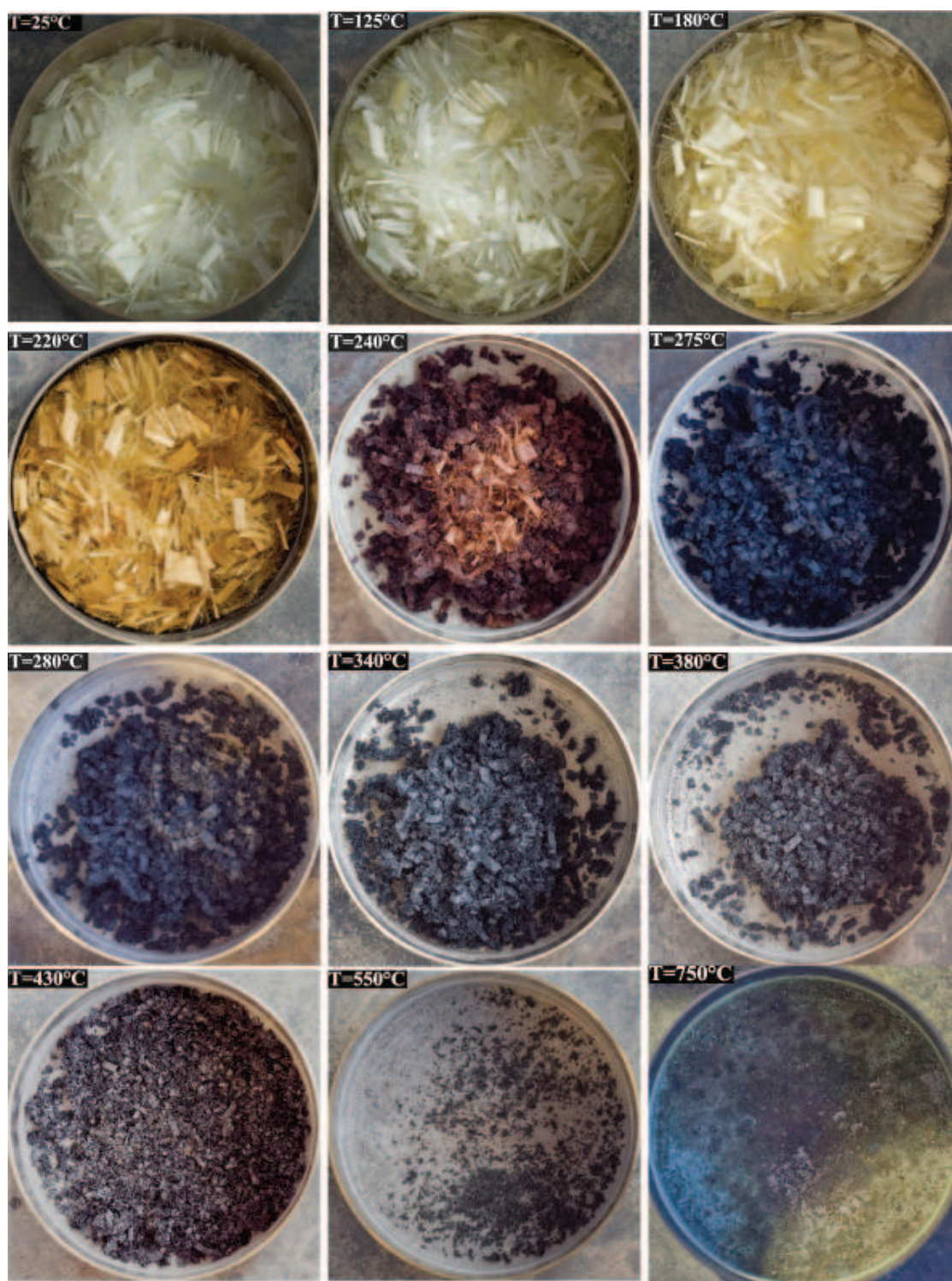


FIGURE A.3: Étapes de fonte des fibres de PVA

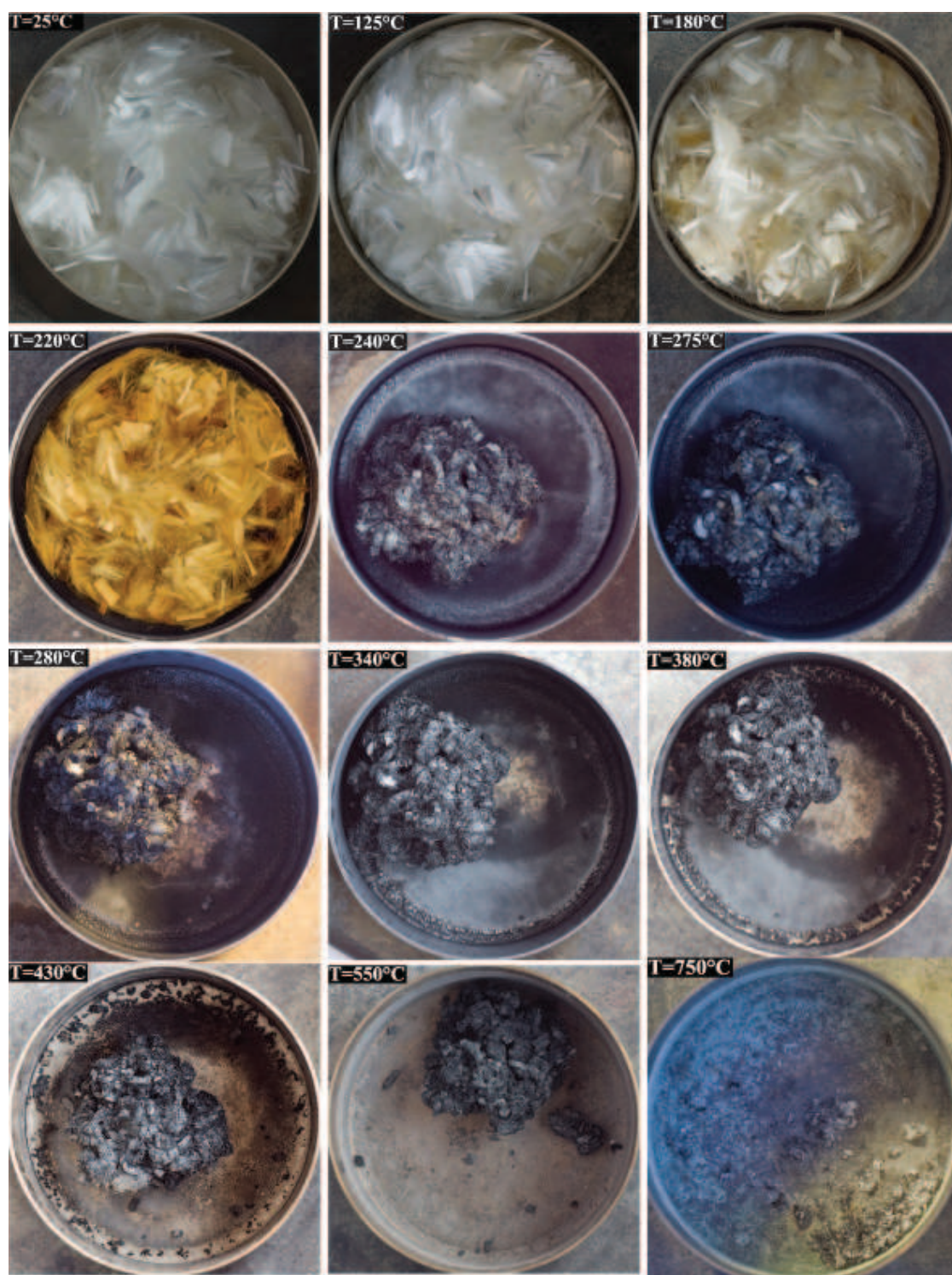


FIGURE A.4: Étapes de fonte des fibres de PAN

ANNEXE B

Résultats de la porosimétrie au mercure

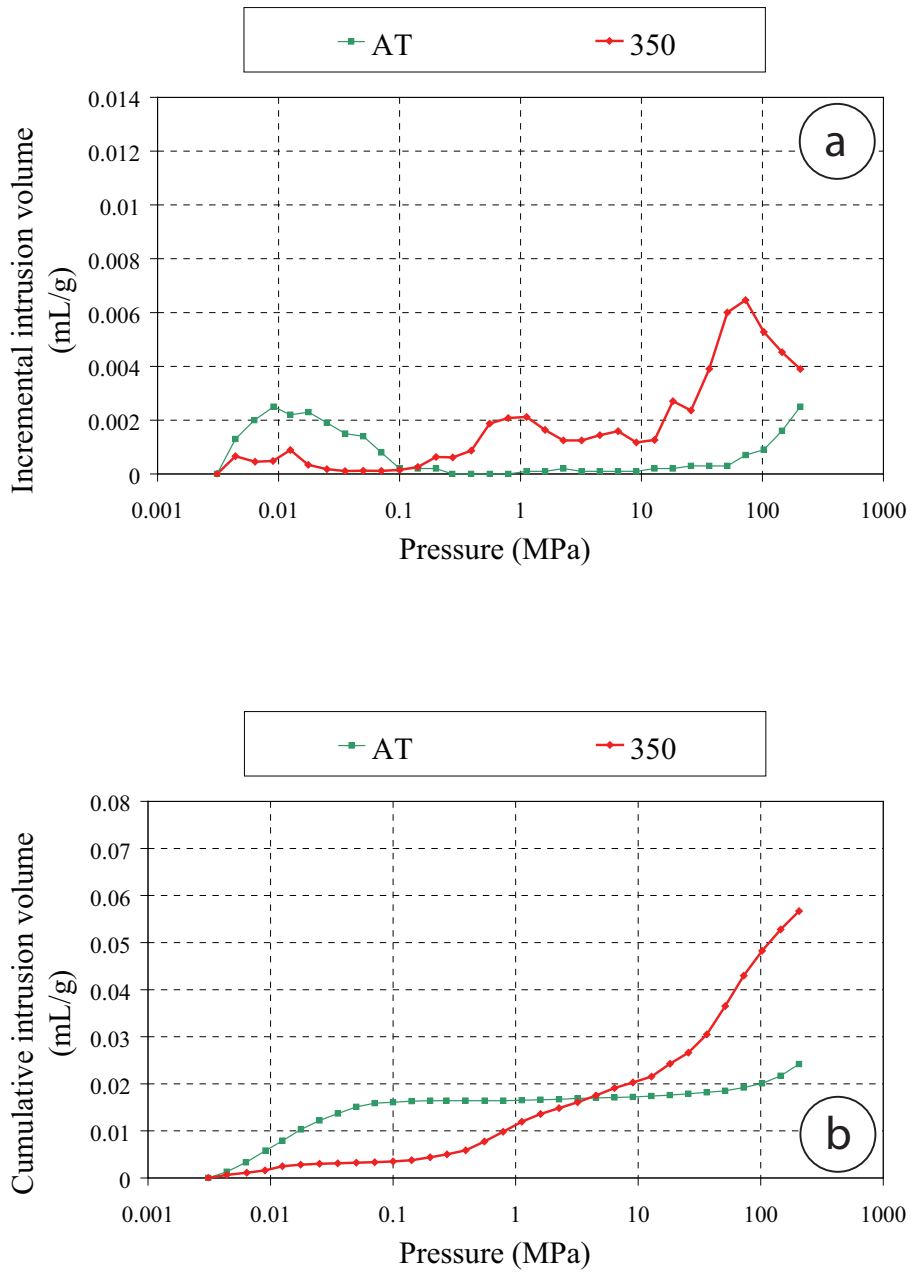


FIGURE B.1: Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule C à température ambiante et après le cycle à 350°C

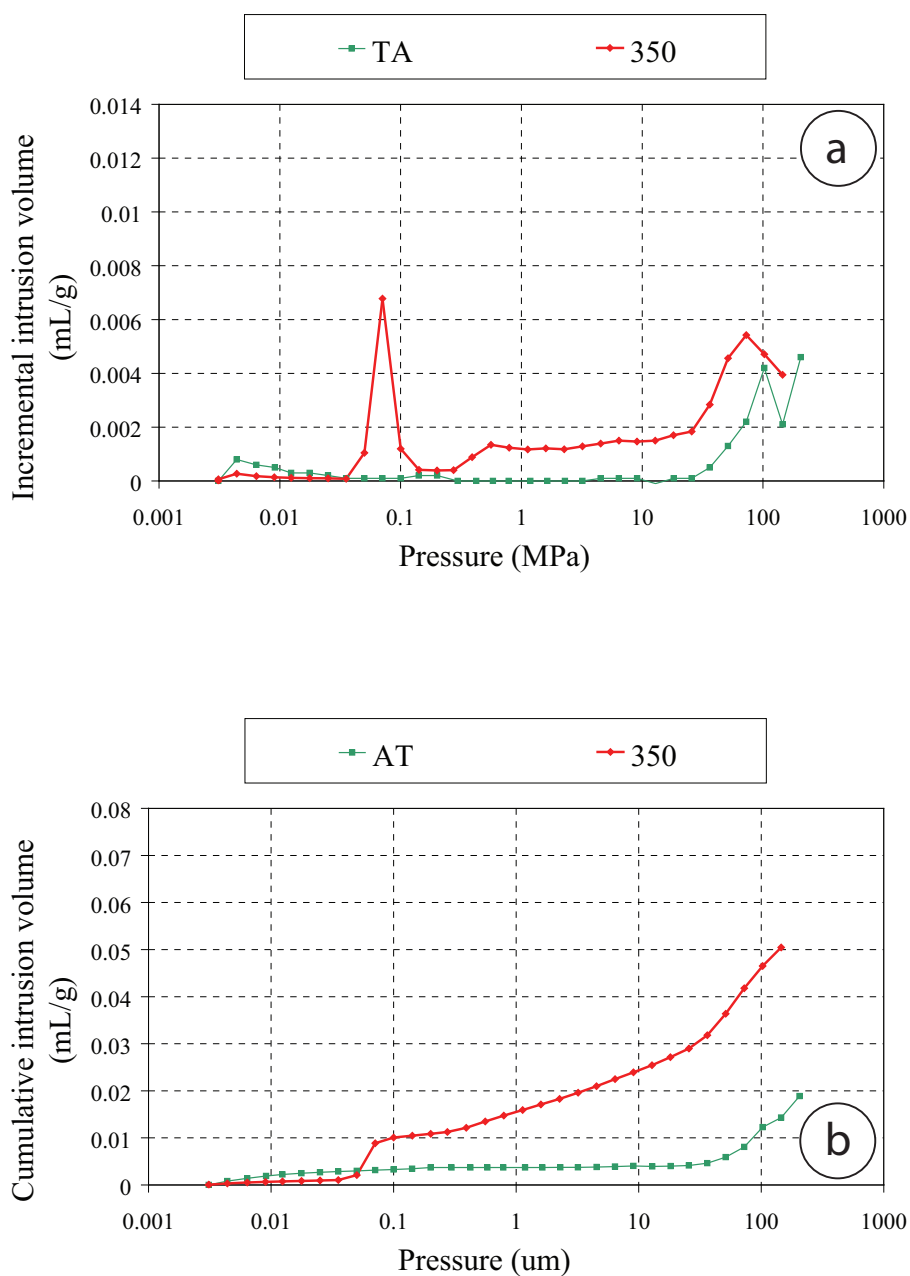


FIGURE B.2: Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CPP12_33_400 à température ambiante et après le cycle à 350°C

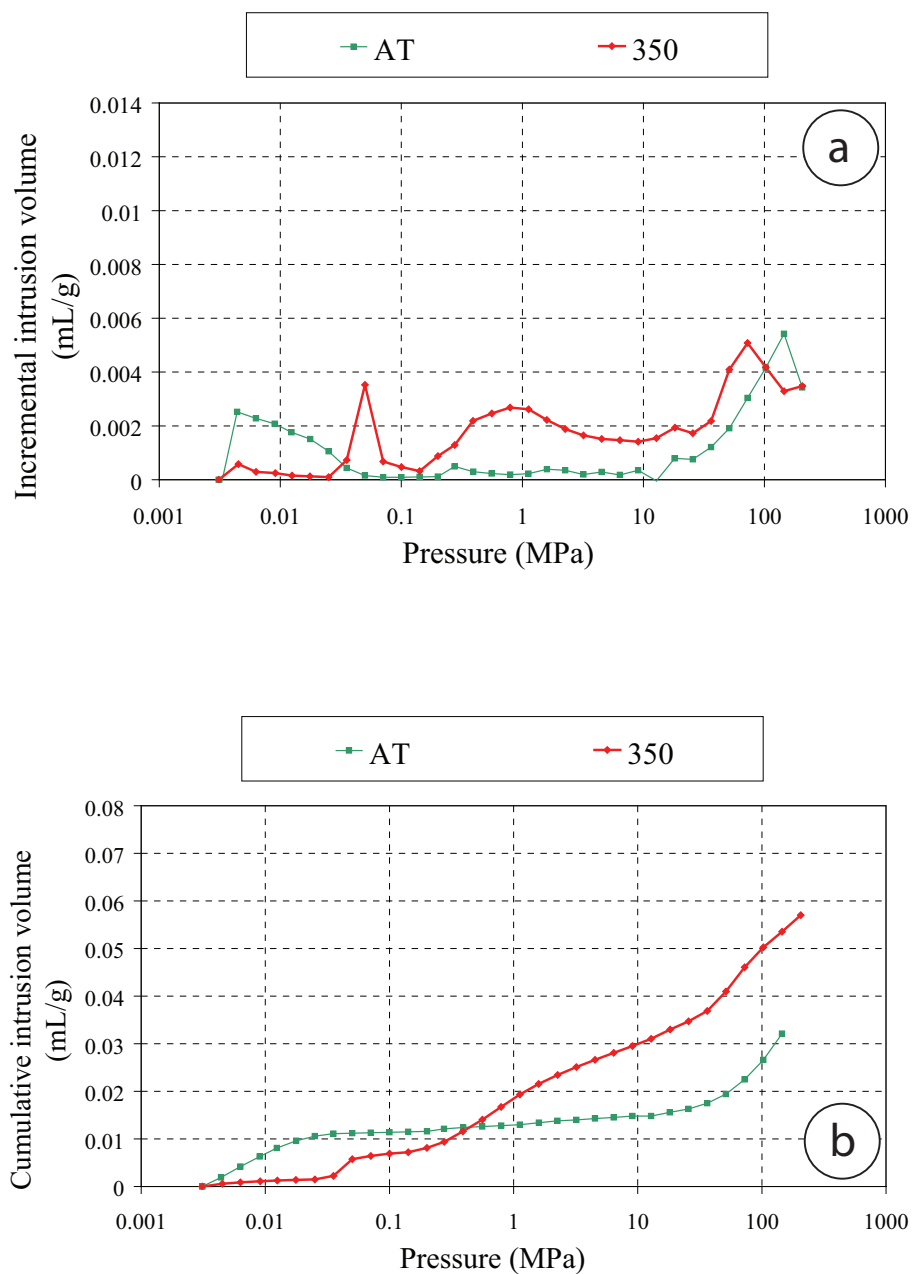


FIGURE B.3: Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CPP12_50_200 à température ambiante et après le cycle à 350°C

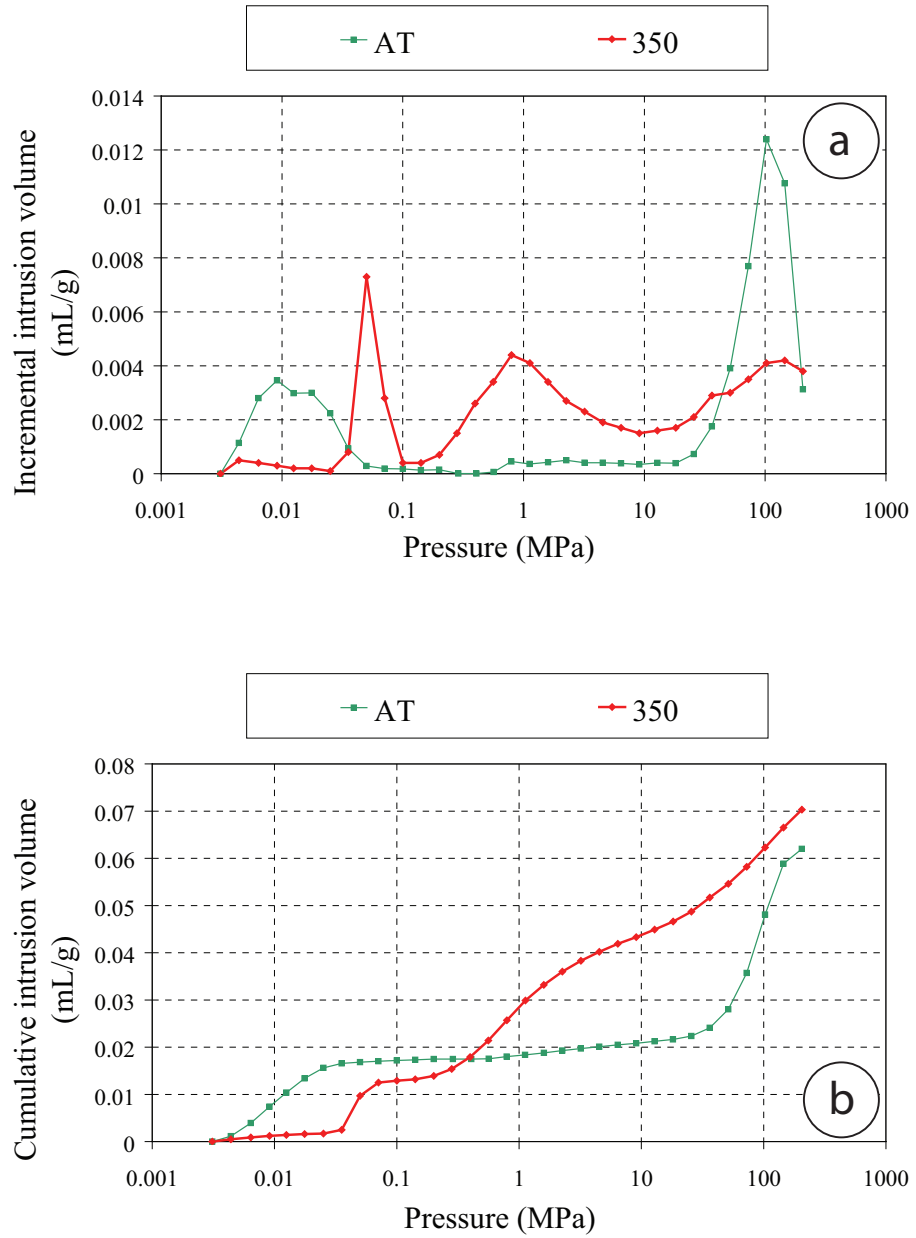


FIGURE B.4: Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CPP12_50_400 à température ambiante et après le cycle à 350°C

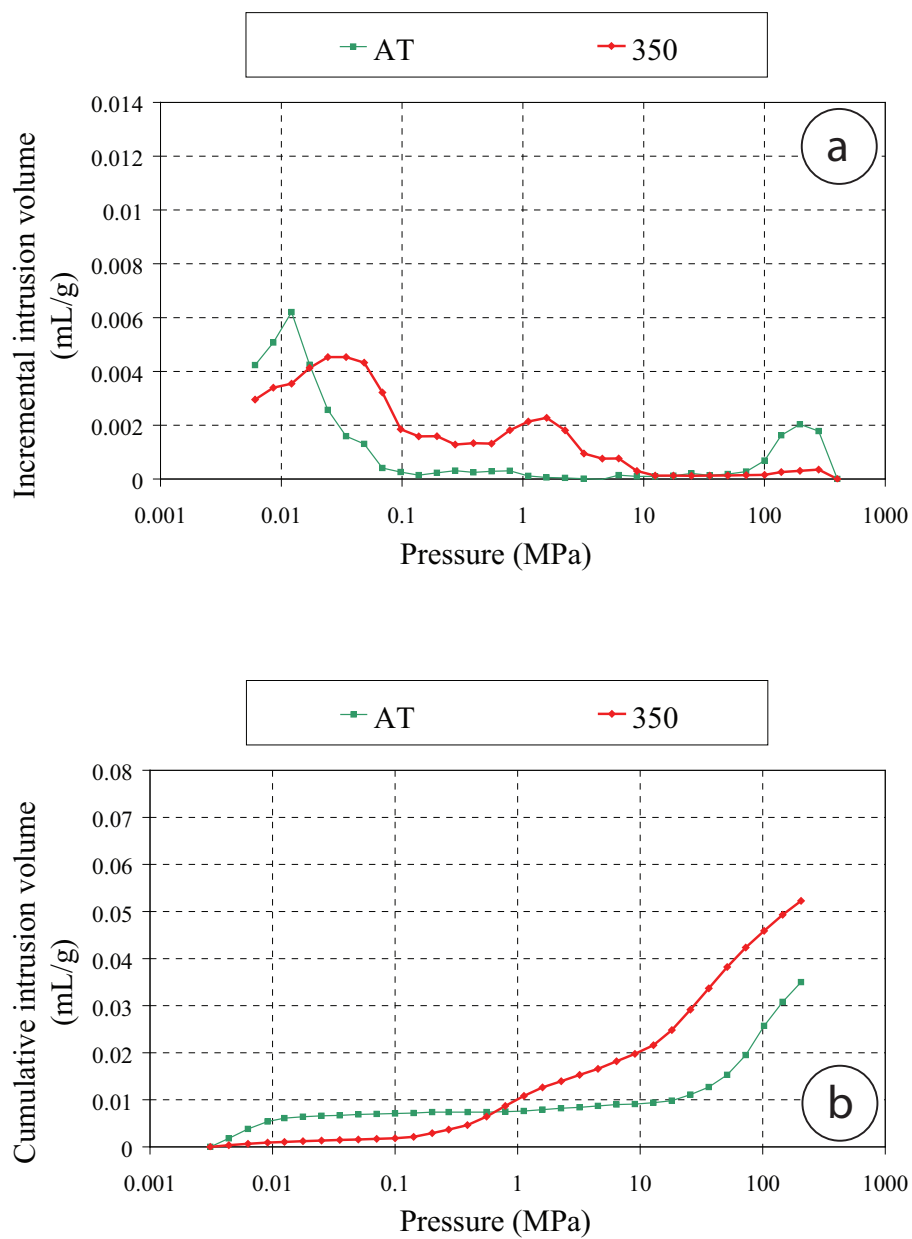


FIGURE B.5: Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CSF à température ambiante et après le cycle à 350°C

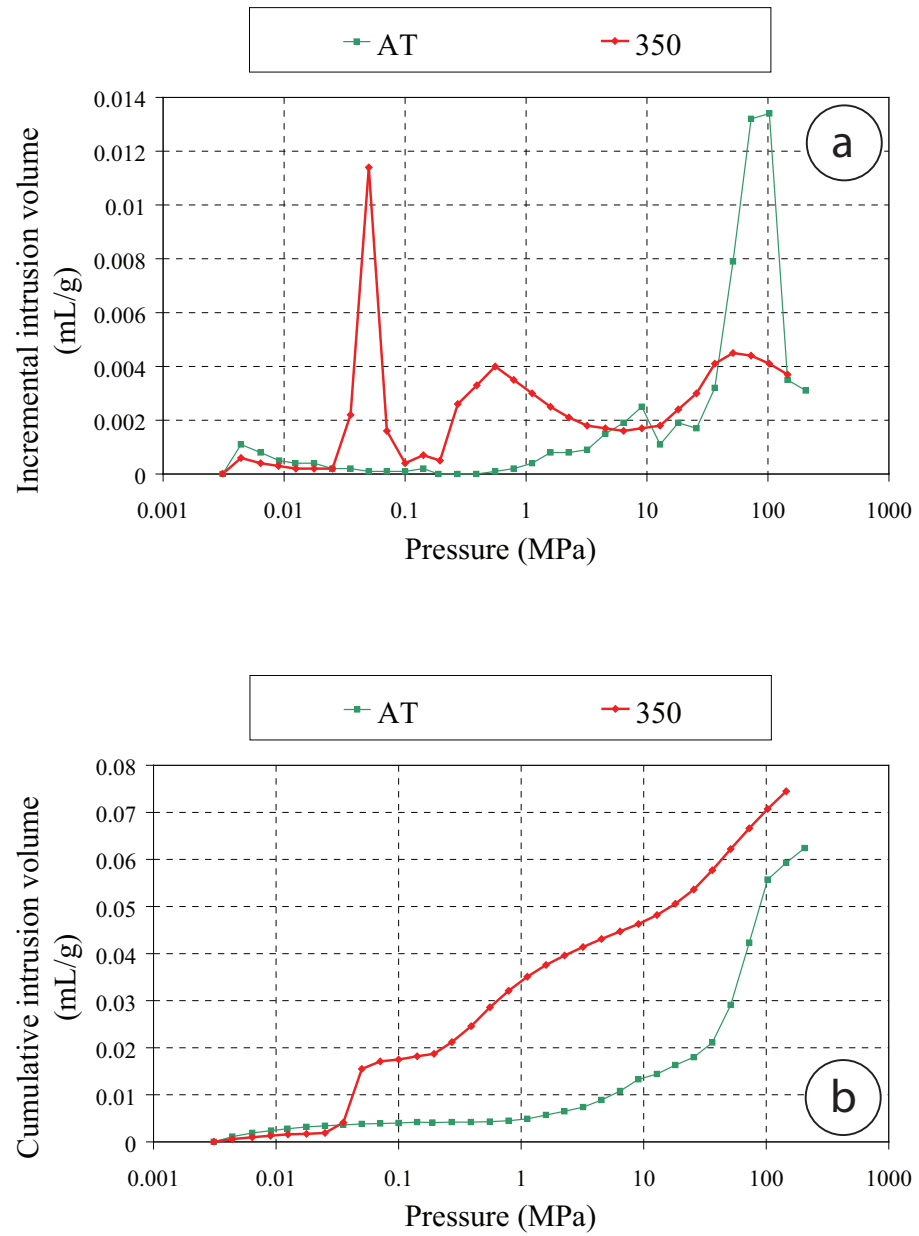


FIGURE B.6: Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CSF_PP12_50_400 à température ambiante et après le cycle à 350°C

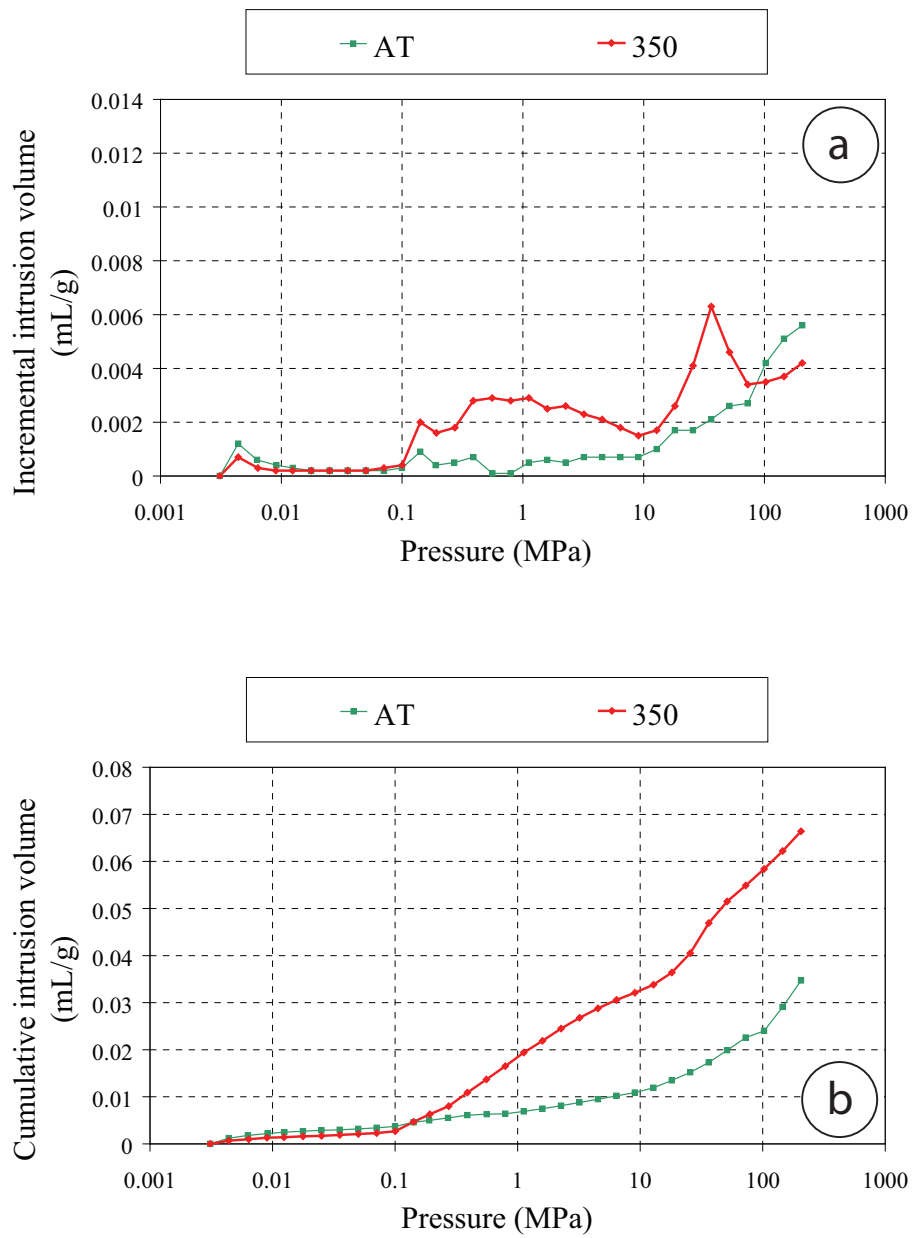


FIGURE B.7: Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CK_280 à température ambiante et après le cycle à 350°C

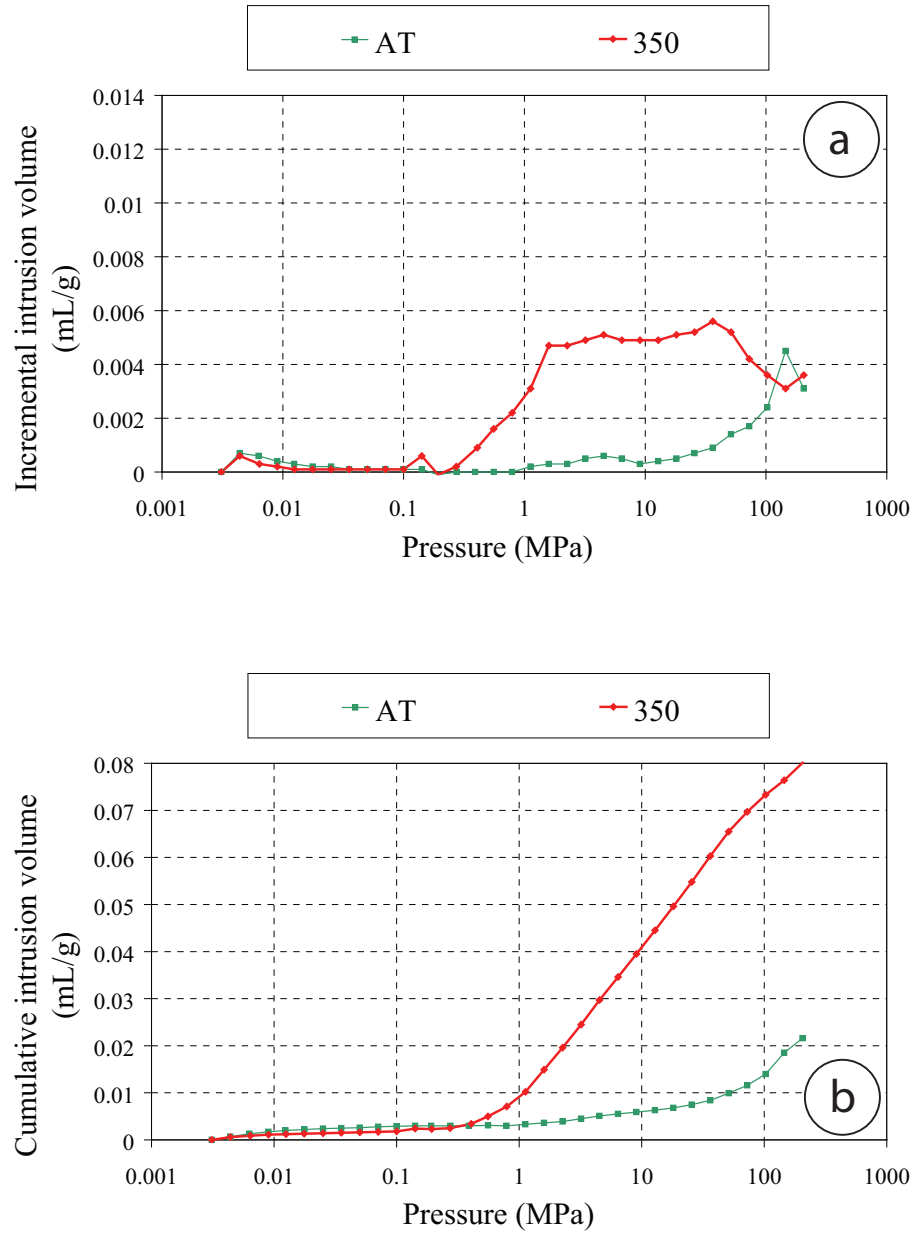


FIGURE B.8: Courbes incrémentales (a) et cumulées (b) d'injection de volume de mercure pour la formule CM_21800 à température ambiante et après le cycle à 350°C

C.1 Porte-échantillon pour la rectification des éprouvettes

Sur les vues [C.1](#) et [C.2](#) sont présentées le dispositif porte-échantillon qui permet de rectifier les éprouvettes de petites dimensions sur une rectifieuse admettant en temps normal des éprouvettes cylindriques $\phi 11*22$ (cm) ou $\phi 16*32$ (cm).

Le principe est de fixer la petite éprouvette dans l'étau du porte-échantillon, de sorte que chaque face à surfacer dépasse de part et d'autre. On place alors le support dans l'étau de la rectifieuse (photo de gauche sur [C.2](#)) et on peut effectuer la rectification de la première face par des mouvements rotatifs successifs de la meule. À chaque passe, la hauteur de la meule est ajustée de sorte que 0.1 mm de matière soit enlevée. Après un nombre total de 10 passes, on retourne l'ensemble "étau du porte-échantillon + éprouvette" en dévissant la vis de montage. Dix nouvelles passes sont alors effectuées, de sorte qu'au total 2 mm de matière soient enlevés, ainsi, d'une éprouvette de 65 mm de haut, nous obtenons la bonne hauteur de 63 mm.

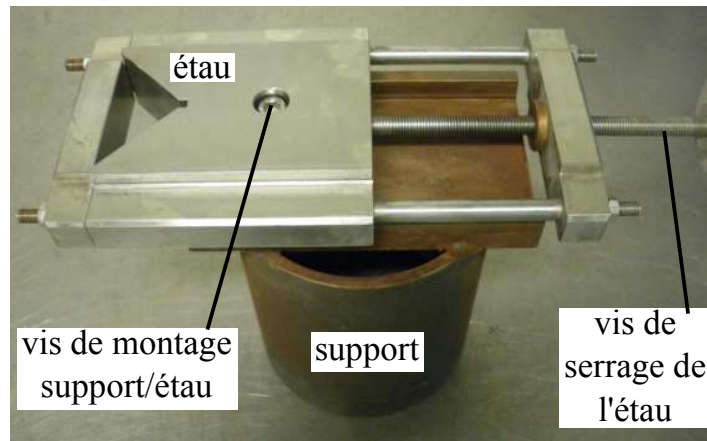


FIGURE C.1: Porte-échantillon pour la rectification

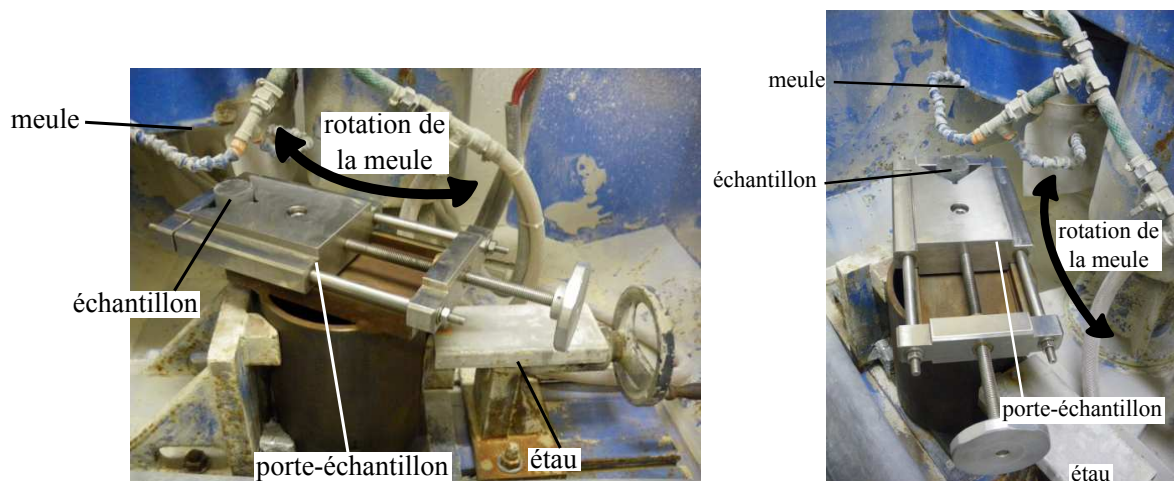


FIGURE C.2: Vues du porte-échantillon placé sur la rectifieuse

C.2 Comportement d'explosion

Sur la figure C.3 nous pouvons voir deux photos, après ouverture du four, de l'échantillon CB6.35_9_1480 après l'essai interrompu à 750°C. L'explosion violente qui a eu lieu a complètement endommagé les baguettes en alumine ce qui rendait impossible l'acquisition des déplacements.



FIGURE C.3: Reste de l'échantillon CSB6.35_9_1480 à l'issue de l'essai en compression simple à 750°C

C.3 Résultats moyens *Effort(Raccourcissement)* des essais de compression simple à haute température

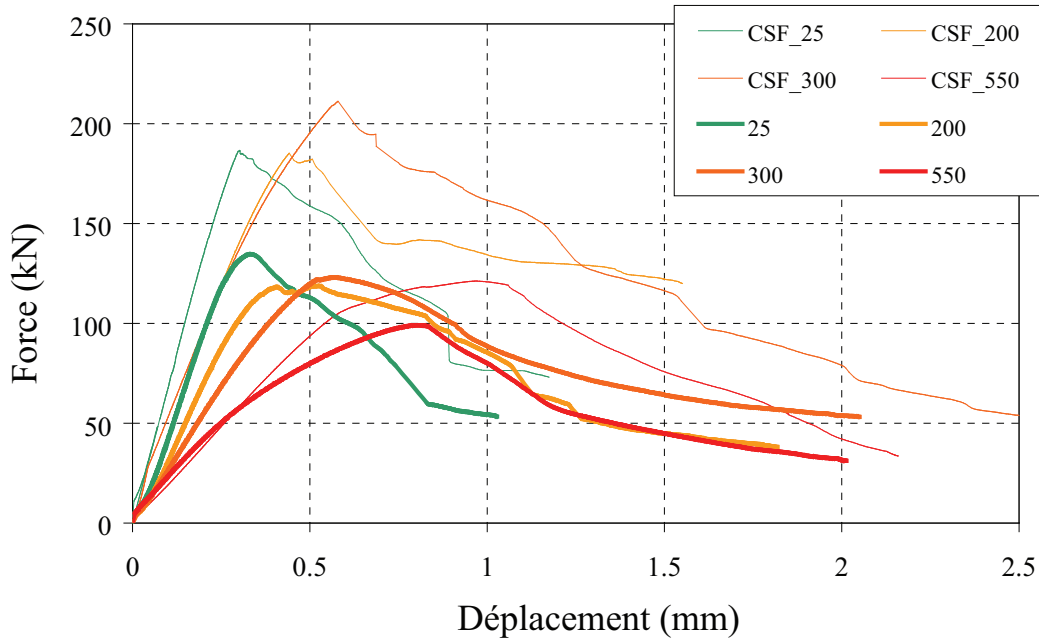


FIGURE C.4: Résultats moyens *Effort(Raccourcissement)* des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSPP6_18_800

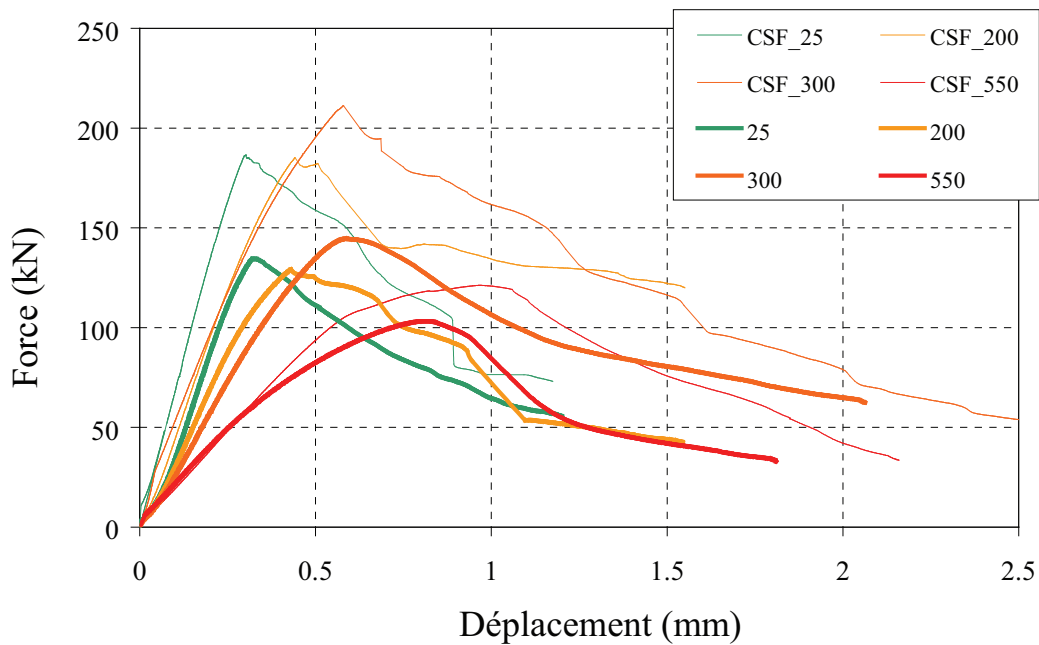


FIGURE C.5: Résultats moyens *Effort(Raccourcissement)* des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSPP12_50_300

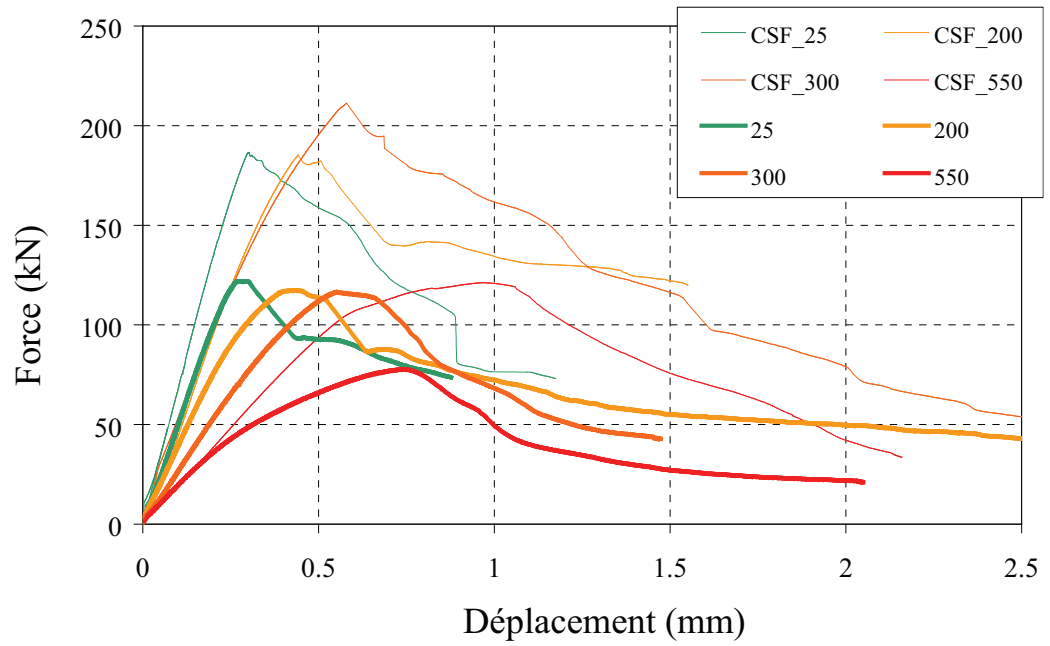


FIGURE C.6: Résultats moyens *Effort(Raccourcissement)* des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSPP12_50_400

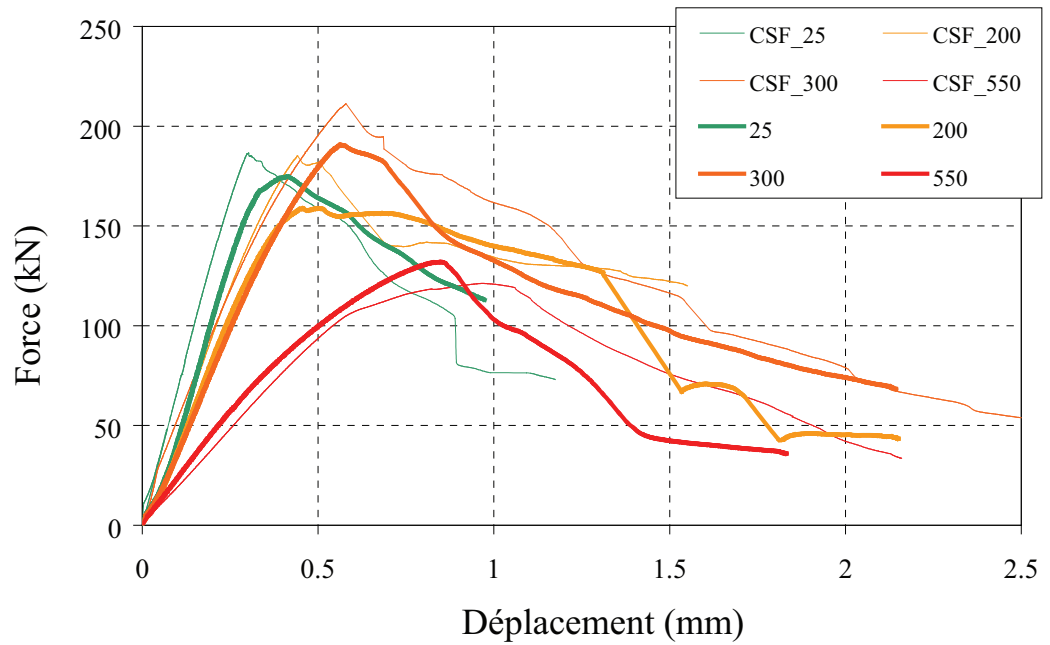


FIGURE C.7: Résultats moyens *Effort(Raccourcissement)* des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSPE4.6_20_600

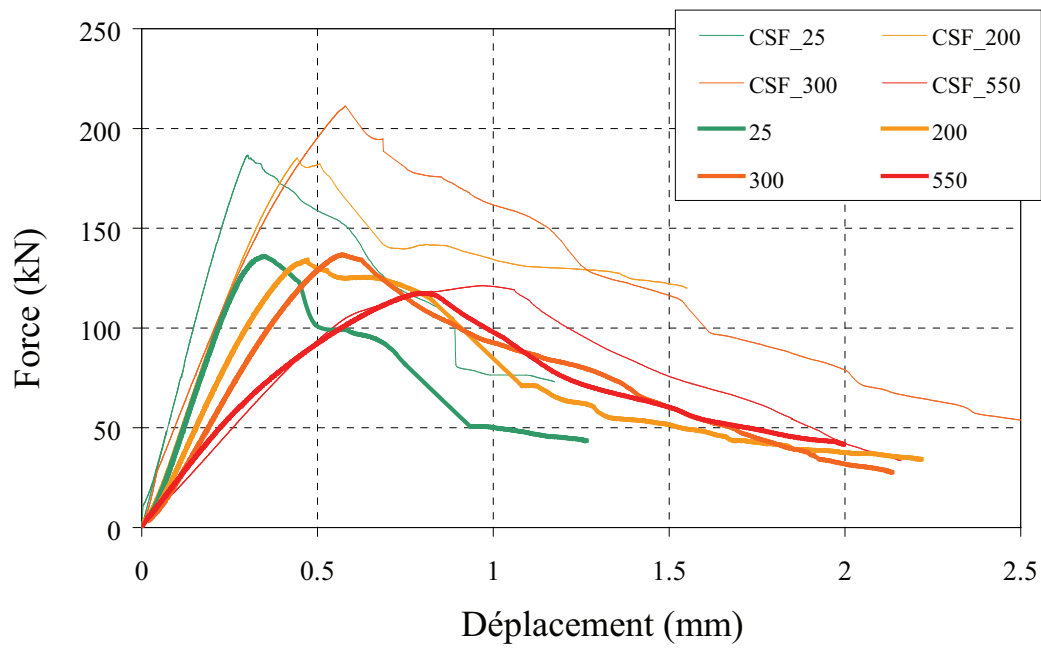


FIGURE C.8: Résultats moyens *Effort(Raccourcissement)* des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSPE4.6_20_800

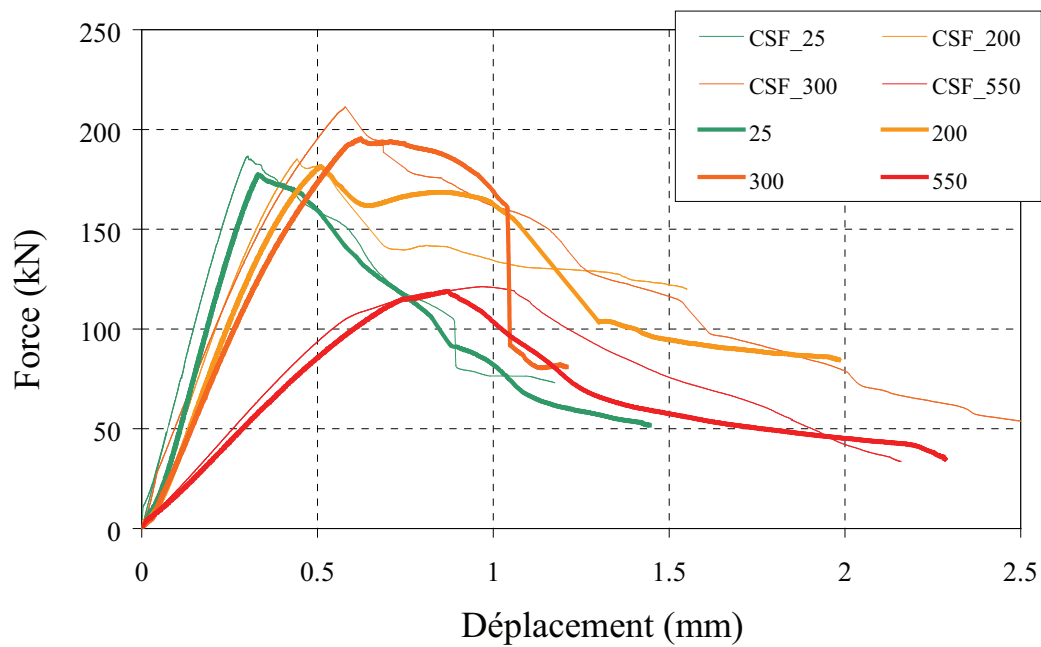


FIGURE C.9: Résultats moyens *Effort(Raccourcissement)* des essais de compression simple en fonction de la température pour la formulation CSB6.35_9_1480