République Algérienne démocratique et Populaire Ministère de L'enseignement Supérieur et de la recherche scientifique UNIVERSITE MENTOURI CONSTANTINE FACULTE SCIENCES DE L'INGENIEUR DEPARTEMENT DE GENIE CIVIL

N° D'ordre Série

# Thèse

# Présentée pour obtenir le Diplôme de Doctorat En science En Génie Civil

# Par : TOUMI Belkacem

ETUDE DE L'INFLUENCE DES HAUTES TEMPERATURES SUR LE COMPORTEMENT DU BETON

# **Option : Matériaux**

Soutenue le.....devant la Commission D'EXAMEN

Président : Prof. Mimoune M., Université Mentouri Constantine.

Rapporteur : Prof Chabil H., Université Mentouri Constantine.

Co-Encadreur : Prof Resheidat M., University of Science Technology, Irbid, Jordan.

Examinateurs : Prof kharchi F., Université Houari Boumediene Alger.

Prof. Mimoune F. Z., Université Mentouri Constantine.

Dr Mellas M., Université Mohamed Khider Biskra



Pour ma charmante épouse, ma fille, Zthour et rayanne

> Mes parents Djarmouma et Said

Mes beaux-parents Mohamed et Gzalla

# **Messoeurs et mes fréres:** Mesaouda, Khadouja, Razika , Amor, Salem et Rachid

à Nadia, Nadjet et Sabrina

# Remerciements

Je tiens d'abord à exprimer ma reconnaissance à Monsieur CHABIL Hocine, chef de département de Génie civil, d'avoir accepté d'en assurer la direction de ce travail, malgré ses multiples responsabilités. J'aimerais souligner aussi le plaisir que j'ai eu à travailler, et à discuter, avec mon Co-Encadreur Professeur **RESHEIDAT Musa**, pour avoir accepté de partager sa grande connaissance de la science des matériaux en me prodiguant ses nombreux conseils avisés.

Je voudrais également adresser mes plus sincères remerciements à:

Monsieur *MIMOUNE*. *M* Professeur à l'université Mentouri Constantine, en me faisant l'honneur de présider ce jury.

Madame *MIMOUNE. F. Z.* Professeur à l'université Mentouri Constantine, en me faisant l'honneur d'examiner mon travail qu'elle accepte mes remerciements.

Madame *KHARCHI. F* Professeur à l'université Houari Boumediene Alger, dont l'expérience dans le domaine des matériaux est bien attestée, c'est intéressé à mon travail. Aujourd'hui elle me fait l'honneur de l'examiner qu'elle accepte mes remerciements.

Monsieur *MELLAS M*. Maître de Conférences à l'université Mohamed Khider Biskra, me fait l'honneur d'examiner ce travail, qu'il accepte mes très sincères remerciements.

Monsieur *HOUARI*. *H* Professeur à l'université Mentouri Constantine qui a initié la recherche sur le béton à haute température au sein de son équipe.

Au cours de ma thèse j'ai eu l'occasion de travailler avec Monsieur G. Escadeillas directeur de laboratoire L.M.D.C I.N.SA de Toulouse.

Je remercie vivement tous les membres du laboratoire de l'université science et Technologie Irbid, Jordan, qu'ils soient Responsables, Professeurs, Maître de conférence ou ingénieurs de laboratoires (je pense tout particulièrement à M. Obaidat, et tous les personnels administratifs.

Enfin, un grand merci aux enseignants et professionnels de recherche que j'ai côtoyés tout le long de non parcours de thèse.

# Résumé

Les bétons ordinaires et les bétons à hautes performances, en possèdent des caractéristiques intrinsèques mécaniques très satisfaisantes. Cependant, plusieurs questions restent encore à poser notamment en ce qui concerne leur comportement sous des conditions extrêmes de hautes températures tel que le cas des incendies. En effet, les différents incendies survenu dans les tunnels et constructions ont montré que les caractéristiques physiques, thermiques et mécaniques des bétons sont fortement influencées par les hautes températures cela a donc une importance capitale sur la qualité du béton et essentiellement sur sa durabilité en cas d'incendie.

Pour examiner les performances du béton à hautes températures, nous avons formulé quatre bétons ordinaire et à hautes performances avec et sans ajouts de fibre, et on les a soumis à différents cycles de chauffages ayant une température allant de 25°C à 1250°C. L'étude a porté sur les performances mécaniques, physiques et sur leurs microstructures. Nous avons également proposé une méthode simple et économique pour la mesure de l'air occlus dans le béton durci et la densité de fissuration d'un béton endommagé par la température. L'étude démontre les chutes considérables des différentes propriétés des bétons soumis aux températures élevées ainsi que les changements qui se manifestent dans leurs microstructures.

# Abstract

Ordinary and high performance concrete, have intrinsic mechanical characteristics very satisfactory. However, several questions remain to be asked in particular about their behavior under extreme conditions of high temperatures as the case of fire. Indeed, the different fires occurred in tunnels and buildings have shown that the physical, thermal and mechanical properties of concrete are strongly influenced by the high temperatures it has an importance on the quality of the concrete and focus on sustainability in case of fire.

To examine the performance of concrete under high temperatures, we made four concrete ordinary and high performance with and without additions of fiber, and were subjected to different heating cycles with a temperature ranging from 25 °C to 1250 °C. The study focused on the physical and mechanical performance and their microstructures. We have also proposed a simple and economical method for measuring entrained air in hardened concrete and density of cracking of concrete damaged by temperature. The study demonstrates the considerable fall of the various properties of concrete subjected to high temperatures and changes that occur in their microstructures.

ملخ ص

والخرسانة العادية والخرسانة عالية االخصائص، لها خصائص جوهرية ميكانيكية مرضية للغاية. ومع ذلك، لا تزال العديد من الأسئلة التي يجب طرحها على وجه الخصوص حول سلوكهم في ظل الظروف القاسية من درجات حرارة عالية كما هو الحال في ظل الحرائق. في ظل آلحرائق آلمختلفة التي وقعت في الانفاق والمباني قد أظهرت أن الخصائص الفيزيائية والحرارية والميكانيكية للخرسانة تتأثر بشدة من ارتفاع درجات الحرارة لهدا التأثير أهمية كبير على خصائص الخرسانة و على وجه الخصوص على الاستدامة في حالة الحرائق .

لفحص أداء الخرسانة تحت تأثير الحرارة العالية، قمنا بتشكيل أربعة أنواع من الخرسانة، عادية و عالية الأداء مع وبدون اضافات من الألياف، وأخضعناها لدورات مختلفة من التسخين في درجة حرارة تتراوح ما بين 25 درجة مئوية إلى 1250 درجة مئوية. وركزت الدراسة على الخصائص الميكانيكية والفيزيائية والمجهرية. اقترحنا أيضا طريقة بسيطة واقتصادية لقياس الهواء في الخرسانية المتصلب وكثافة التشققات الناتجة عن تضرر ها

# بفعل الحرارة.

توضح الدراسة أيضا الانخفاض الكبير لمختلف الخصائص الخرسانة التي تعرضت لدرجات الحرارة المرتفعة والتغيرات التي تحدث في مبيتها المجهرية.

Figure 4.29	Vitesse des ultrasons en fonction de la température	110
Figure 4.30	analyse thermique différentiel (ATD) du BHP	111

# Table des matières

### **INTRODUCTION GENERALE**

1.	. Introduction	1
2.	Objectifs	2
3.	. Plan du memoire	2

# CHAPITRE 1

## $\label{eq:less} \textbf{Les betons en situation accidentelle} - \textbf{hautes temperatures}$

1. Introduction	4
2. Courbes températures-temps normalisées	4
2.1. Enceintes de confinement des réacteurs nucléaires	5
2.2. Cas des bâtiments	6
2.3. Cas des ouvrages de pétrochimie	7
2.4. Cas des tunnels	9
3. Effet des hautes températures sur la microstructure du béton	11
3.1. Microstructure de la pâte de ciment	11
3.2. L'eau dans la microstructure de la pâte de ciment et du béton	13
3.2.1. L'eau libre et capillaire	14
3.2.2. L'eau adsorbée et l'eau chimiquement liée	14
3.3. L'interface pâte de ciment-granulat	15
3.4. Caractéristiques de la structure poreuse	15
3.4.1 Porosité	15
4. Les principales modifications physico-chimiques dans le béton à haute température	16
5. Évolution des composants et de la structure du béton au cours de l'échauffement	17
5.1. Évolution de la pâte de ciment au cours du chauffage	18
5.2. Évolution de la porosité de la pâte de ciment	20
5.3. Évolution des granulats	21
5.3. Évolution de l'interface pâte granulats à haute température	22
6. Conclusions	23

## CHAPITRE 2

# LES PROPRIETES PHYSIQUES, THERMIQUES ET MECANIQUES DES BETONS A HAUTES TEMPERATURES

1. Introduction	24
2. Evolution des propriétés physiques	25
2.1. Densité apparente	
2.2. Perméabilité	
2.3. Evolution de la porosité	27
2.4. Perte de masse	
3. Evolution des propriétés thermiques	
3.1. Conductivité thermique	
3.2. Chaleur spécifique	
3.3. Déformation thermique	
3.3.1. Déformation thermique de la pâte de ciment	
3.3.2. Déformation thermique des granulats	33

1. 3.3.3. Déformation thermique du béton	34
3.3.4. Déformation Thermique Transitoire	35
3.3.5. Mécanismes déformation thermique transitoire	36
4. Evolution des propriétés mécaniques	36
4.1. Méthodes d'essai pour les propriétés du béton	37
4.1.1. Cycles thermiques utilisés 1. Introduction	37
4.1.1.1. Régime transitoire	37
4.1.1.2. Régime stationnaire	
4.1.2. Moment des essais	
4.1.2.1. Essais à chaud	38
4.1.2.2. Essais durant la phase de refroidissement	
4.1.2.3. Essais après refroidissement	
4.1.2.4. Essais après un certain temps après le refroidissement	39
4.1. 3. Présence de la charge durant l'échauffement	39
4.1.4. Conditionnement et condition hydriques	39
4.1.2.3. Résistance en compression	39
4. 2.1. Influence du moment d'application de la charge	40
4. 2.2. Influence de la vitesse de montée en température	43
4.2.3. Influence de l'étanchéité des échantillons	44
4.2.4. Influence de la classe de béton: haute performance et ordinaire	44
4.2.5. Influence des ajouts pouzzolaniques	45
4.2.6. Influence de l'eau sur les propriétés mécaniques à chaud	46
4.3. Documents normatifs relatif à la résistance du béton à hautes températures	47
4.4. Résistance à la traction	47
4.5. Module d'élasticité	48
4.6. Energie de fissuration	49
4.7. Coefficient de Poisson	50
5. Cas particulier des BHP	51
5.1. Phénomène d'éclatement et d'écaillage du béton	51
5.1.1. L'écaillage	51
5.1.2. L'éclatement	52
5.2. Mécanismes d'éclatement et d'écaillage du béton	53
5.2.1. Mécanisme d'éclatement par déformations thermiques empêchées	54
5.2.2. Mécanisme d'éclatement par pression interne	54
5.2.3. Autres facteurs favorisant l'éclatement du béton	56
5.2.3.1. La classe du béton	56
5.2.3.2. Teneur en eau dans le béton	57
5.2.3.3. Densité du béton	57
5.2.3.4. Vitesses de montée en température	57
5.2.3.5. Traitement thermique	57
5.2.3.6. La nature des granults n	57
5.3. Moyens de prévention de l'éclatement	57
6. Conclusion de la partie bibliographie	59

# CHAPITRE 3 MATERIAUX ET METHODOLOGIES D'ESSAIS

1. Introduction	60
2. Programme expérimental	60

3. Types d'éprouvettes utilisées
4. Matériaux utilisés
5. Caractéristiques des matériaux de bases
5.1 Granulats
5.2 Ciment
5.3 Fumée de silice
5.4. Fibres de Polypropylènes
5.5. Fibres Métalliques
5.6. Adjuvant
6. Confection du béton
6.1 Béton ordinaire
6.2. Béton haute performance et béton fibré
6.3. Malaxage
6.4. Contrôle sur le béton frais
6.4.1. Affaissement au cône d'Abrams
642 Air occlus 69
6.4.3. Densité réelle du béton frais
6.5 Confection des éprouvettes 70
6.5.1 Type et tailles des moules 70
6.5.2 Remplissage des moules 71
6 5 3 Conservation des éprouvettes 71
7 Essais mécaniques 72
7 1 Essai de compression 72
7 2 Essai de flexion 73
8 Propriétés physiques 74
81 Densité
8 2 Taux d'absorption initial 74
8 3 Porosité totale 76
9 Essais non destructifs 77
91 Vitesse de propagation des ultrasons 77
9 2 Dureté de la surface 77
9.3 Analyse par traitement d'images 78
9 3 1 Air occlus dans les bétons durcis
9 3 2 Densité de fissuration 79
10 Observation de la microstructure 80
10.1 Diffraction aux rayons X 80
10.2 Observation au microscone électronique à balavage 82
10.3 Analyse thermique par ATD et ATG 82
10.3.1 Courbe thermogravimétrique (ATG)
10.3.2 Courbe d'analyse thermique différentielle (ATD) 84
11 Four et cycles de traitement thermique (ATD)
12. Méthode simple pour l'analyse par traitement d'image
12. Tremode simple pour l'analyse par tratement à image
12.1. Equipements et materiaux necessaires
12.2. Acquisition des images Q0
12.3. Acquisition des inlages
13. Application de cette méthode nour déterminer le densité de fissuration 00
14. Conclusion
1 <del>4</del> . Conclusion

### CHAPITRE 4 Resultats et discussion

1. Introduction	92
2. Influence de la température de chauffage	92
2.1. Resistance en compression	92
2.2. Résistance en traction	94
3. Influence du mode de refroidissement	95
3.1. Resistance en compression 95	
3.2. Résistance en traction	97
4. Influence de l'effet combiné température-temps	99
4.1. Résistance en compression	100
4.2. Effet de la classe du béton	102
4.3. Effet des fibres polypropylènes	104
4.4. Résistance en traction 104	
5. Influence de la taille des éprouvettes	106
6. Taux d'absorption initial	110
7. Porosité totale 111	
8. Air occlus dans les bétons durcis	112
9. Densité de fissuration	113
10. Microstructure des bétons endommagés.	114
10.1 Observation par microscope électronique à balayage	114
10.2. Observation par diffraction aux rayons X.	116
10.3. Analyse par ATD et ATG du béton.	119
11. Vitesse de propagation des impulsions ultrasonores	120
12. Dureté de l a surface du béton	133
14. Conclusion.	125

# **CONCLUSION GENERALE**

### BIBLIOGRAPHIE

\_\_\_\_\_

# LISTE DES FIGURES

Figure 1.1, Courbes Température-Temps LOCA et SA	5
Figure 1.2, Courbes Pression-Temps LOCA et SA	5
Figure 1.3 : la courbe température-temps « CN »	7
Figure 1.4 : La courbe température-temps CH	8
Figure 1.5. La courbe température-temps « HCM »	8
Figure 1.6. La courbe température-temps « RABT »	9
Figure 1.7. La courbe température-temps « RWS »	10
Figure 1.8 : image de Silicate de Calcium Hydraté obtenu au MEB	12
Figure 1.9 : image de la portlandite obtenu au MEB	12
Figure 1.10 : Image des cristaux d'ettringite obtenu au MEB	13
Figure 1.11 : Spectre des tailles des pores du béton durci	16
Figure 1.12: Courbes déterminées par ATD sur 3 BHP	19
Figure 1.13: Evolution de la quantité des phases de la pâte de ciment Portland au c	ours de
l'échauffement.	19
Figure 1.14: Courbes ATD des différents types de granulats Bibliographie	22
Figure 2.1 : Densité apparente des bétons en fonction du traitement thermique	25
Figure 2.2: Variations de la masse volumique de différents types de bétons en fonction	n de la
température d'après Schneider	25
Figure 2.3: perméabilité apparente au gaz kg en fonction de la températ	ure de
conditionnement	27
Figure 2.4: Perméabilité intrinsèque résiduelle en fonction du traitement thermique	27
Figure 2.5: Distributions des pores d'un béton ordinaire à différentes températures	28
Figure 2.6: distribution des diamètres de pores dans le BHP en fonction de la température	
Figure 2.7: Perte de masse et vitesse de perte de masse en fonction de la température	29
Figure 2.8 : Perte de masse des bétons de différents types Granulats en fonction	n de la
température	30
Figure 2.9: Évolution de la conductivité thermique résiduelle avec la température	30
Figure 2.10 : évolution de la conductivité thermique en fonction de la température	31
Figure 2.11: Conductivité thermique d'un B60 en fonction de la température	31
Figure 2.12 : variation de la chaleur spécifique en fonction de la température	32
Figure 2.13 : Evolution de la chaleur spécifique résiduelle avec le traitement thermique	32
Figure 2.14 : Dilatation longitudinale de différents types de roches la température	34
Figure 2.15 : Développement du fluage thermique transitoire	35
Figure 2.16; Schéma des 3 technique d'essais à chaud sous charge, essais à chaud et essais	s à froid
	37
Figure 2.17 : Influence des conditions de la réalisation des essais sur la résistance à la comp	pression.
Z	42
Figure 2.18 : Résistance en compression à chaud et résiduelles	43
Figure 2.19 : Effet de la température et présence de la charge mécanique en compression	n durant
l'échauffement sur le comportement résiduel $\sigma(\epsilon)$	43
Figure 2.20: Diagramme schématique montrant l'influence des différents paramètres	sur la
résistance à la compression à haute température des bétons ordinaires	44
Figure 2.21 : Influence de la présence de fumée de silice sur la résistance à la compression .	46
Figure 2.22: Résistance en compression des bétonsdes différentes natures de granulat	46

Figure 2.23 : Variation de la résistance à la compression selon le DTU et l'EUROCODE 2	2.47
Figure 2.24: Compilation des résultats des résistances en traction résiduelles.	48
Figure 2.25: Modules d'élasticité en fonction de la température d'exposition;	49
Figure 2.26 : Evolution de l'énergie de fissuration relative en fonction de la température	50
Figure 2.27 ; Escaillage lors de l'incendie du tunnel mont blanc	52
Figure 2.28 Eclatement d'un poteau durant l'essai au feu	53
Figure 2.29, d'éclatement par déformations thermiques empêchées	54
Figure 2.30 Répartition de la température dans le béton	55
Figure 2.31 Répartition des pressions dans le béton	55
Figure 2.32 Séquences d'éclatement du béton	56
Figure 2.33 Apparence du béton avec et sans fibres après l'essai au feu	
Figure 2.34. Effet des fibres sur la courbe $\sigma$ - $\epsilon$ d'un BHP	
Figure 3.1 le malaxeur Little benfor TIP-UP 68	
Figure 3.2 affaissement au cône d'Abrams 69	
Figure 3.3 aéromètre à héton	70
Figure 3.4 mesure de la densité réelle	70
Figure 3.5 Moules utilisés	71
Figure 3.6 Remplissage des moules	71
Figure 3.7 Conservation des énrouvettes	71 72
Figure 3.8 Conservation des éprouvettes	72
Figure 2.0 Essai de compression	72
Figure 2.10 Machine d'assai de flavion	12
Figure 3.10. Machine d'essai de flexion	/3 72
Figure 2.12 Delance AE ADEM	/5 74
Figure 2.12 balance AE ADEM	/4 75
Figure 3.15 le système d'aggi ISAT	75
Figure 5.15 le système d'essai ISAT	13
Figure 3.16. Cuisson des eprouvettes dans I eau $\dots$	/0
Figure 3.17. Scierometre a beton Original Schmidt	//
Figure 3.18 le système The Rapid Air $457$	/9
Figure 3.19 acquisition d'image par scanner	
Figure 3.20. densite de fissuration (BO 1050 °C)	79
Figure 3.21, diffractometre D 5000	80
Figure 3.22. MEB JSM 6500F	82
Figure 3.23 Setaram dsc 92-16.18	83
Figure 3.24, Eprouvettes à l'intérieur du four durant le chauffage a 500. °C	85
Figure 3.25: The Rapid Air 457; le système d'analyse automatique de l'air occlus	86
Figure 3.26: Instruments nécessaire pour la méthode du scanner	87
Figure 3.27: Matériaux utilisés	88
Figure 3.28: Coloration des éprouvettes	88
Figure 3.29: Scanner et ordinateur	88
Figure 3.30: Scanne des éprouves	88
Figure 2.31: image typique obtenu par scan du béton ordinaire	90
Figure 3.32 : Photo de capture d'écran prise pendant le traitement d'image	90
Figues 3.33. Passage en niveau de gris avec rehaussement des contours	91
Figure 3.34 Application du filtre médian	91
Figure 3.35. Seuillage par maximation d'entropie et remplissage de trous.	91
Figure 3.36; Deuxième squelettisation puis second ébarbulage et reconnexion des poin	ts les plus
proches	91

Figure 4.1; Résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température	;
(refroidissement dans l'Air)	93
Figure 4.2; Résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température	<b>;</b>
(refroidissement par arrosage)	93
Figure 4.3; Résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température	;
(refroidissement dans l'eau)	93
Figure 4.4; Résistances résiduelles relatives à la traction par flexion en fonction de la temp	oérature
(refroidissement dans l'Air)	94
Figure 4.5; Résistances résiduelles relatives à la traction par flexion en fonction de la temp	oérature
(refroidissement par arrosage)	94
Figure 4.6; Résistances résiduelles relatives à la traction par flexion en fonction de la temp	oérature
(refroidissement dans l'eau)	95
Figure 4.7; résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température	et du
mode de refroidissement (BO)	95
Figure 4.8; résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température	et du
mode de refroidissement (BHP)	95
Figure 4.9; résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température	et du
mode de refroidissement (BHP-PP)	96
Figure 4.10; résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température	e et du
mode de refroidissement (BHP-PM)	96
Figure 4.11; résistances résiduelles relatives en traction par flexion en fonction de la temp	érature et
du mode de refroidissement (BO)	97
Figure 4.12; résistances résiduelles relatives en traction par flexion en fonction de la temp	érature et
du mode de refroidissement (BHP)	97
Figure 4.13; résistances résiduelles relatives en traction par flexion en fonction de la temp	érature et
du mode de refroidissement (BHP-PP)	98
Figure 4.14; résistances résiduelles relatives en traction par flexion en fonction de la temp	érature et
du mode de refroidissement (BHP-PM)	98
Figure 4.15: Eprouvettes cubiques à durant le chauffage.	99
Figure 4.16, Courbe température-temps comparer la courbe ISO 834.	99
Figure 4.17.A; Résistance à la compression du BO après chauffage	100
Figure 4.17.B; Résistance à la compression du BHP après chauffage	100
Figure 4.17.C; Résistance à la compression du BHP-PP après chauffage	.101
Figure 4.18.A ; Résistance relatif en compression des bétons chauffés pour 1h	.102
Figure 4.18.B ; Résistance relatif en compression des bétons chauffés pour 3h	103
Figure 4.18.C ; Résistance relatif en compression des bétons chauffés pour 6h	103
Figure 4.18.D; Résistance relatif en compression des bétons chauffés pour 9h	.103
Figure 4.19 ; Etat de surface de BO, BHP et BHP-PP chauffé à 700°C pour 3h	104
Figures 4.20.A; résistance a la traction par flexion du BO chauffé	.105
Figures 4.20.B; résistance a la traction par flexion du BHP chauffé	.105
Figures 4.20.C; résistance a la traction par flexion du BHP-PP chauffé	105
Figures 4.21.A; Résistance résiduelle relative du BO	107
Figures 4.21.B; Résistance résiduelle relative du BHP	108
Figures 4.21.C; Résistance résiduelle relative du BHP-PP	108
Figures 4.21.D; Résistance résiduelle relative du BHP-PM	108
Figure 4.22; variation de l'ISAT en fonction de la température de chauffage (BHP)	.110
Figure 4.23; porosité totale en fonction de la température de chauffage	.111
Figure 4.24: Valeurs de l'air occlus obtenues l'ASTM C 231-04 en fonction de ceux obten	ues par
In methode economique	112
Figure 4.25; Etat de surface du beton chauffé à différente températures	113

Figure 4.26 ; densité de fissuration en fonction de la température de chauffage	113
Figure 4.27.A. Micrographe du BO à 25 °C	115
Figure 4.27.B. Micrographe du BHP à 25 °C	115
Figure 4.27.C. Micrographe du BO à 250 °C	115
Figure 4.27.D. Micrographe du BHP à 250 °C	115
Figure 4.27.E. Micrographe du BO à 750 °C	115
Figure 4.27.F. Micrographe du BHP à 750 °C	115
Figure 4.27.E. Micrographe du BO à 1050 °C	116
Figure 4.27.F. Micrographe du BHP à 1050 °C	116
Figure 4.28 ; Diagrammes de diffraction des rayons X des bétons BHP et BO	117
Figure 4.29 analyse thermique différentiel (ATD) du BHP	120
Figure 4.30-A Vitesse des ultrasons en fonction de la temperature (BO)	121
Figure 4.30-B Vitesse des ultrasons en fonction de la temperature (BHP)	122
Figure 4.30-C Vitesse des ultrasons en fonction de la temperature (BHP-PP)	122
Figure 4.30-D Vitesse des ultrasons en fonction de la temperature (BHP-PM)	122
Figure 4.31-A Valeur de rebondissement (R) en fonction de la temperature (BO)	124
Figure 4.31-B Valeur de rebondissement (R) en fonction de la temperature (BHP)	124
Figure 4.31-C Valeur de rebondissement (R) en fonction de la temperature (BHP-PP)	124
Figure 4.31-C Valeur de rebondissement (R) en fonction de la temperature (BHP-PM).	125

# LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 évolution de la porosité pour des températures	20
Tableau 2.1 Coefficient de dilatation thermique des roches pour granulats	34
Tableau 3.1 Dosages en constituants des bétons	68
Tableau 4.1: Pertes et gain de résistance en fonction de la température et du temps de chaut	ffage 101
Tableau 4.2: Pertes et gain de résistance en fonction de la température et du temps de chaut	ffage 106
Tableau 4.3: Valeurs du modèle de variation fcu100 / fcy en fonction de la température de chauffage	109
Tableau 4.4: valeurs de l'air occlus mesurer les deux méthodesTableau 4.5; Évolution de la minéralogie des hydrates	112 118



# **INTRODUCTION GENERALE**

### **1. Introduction**

L'évolution actuelle que connaissent les bétons dans les pays industrialisés et ceux en voie de développement est liée aux meilleures connaissances acquises sur ce matériau grâce aux nombreuses recherches menées à travers le monde. Ces recherches ont prouvé que les bétons en général, et particulièrement les bétons à hautes performances, possèdent des caractéristiques mécaniques intrinsèques très satisfaisantes. Cependant, plusieurs questions restent encore posées notamment en ce qui concerne leur comportement sous des conditions extrêmes de hautes températures tels que les incendies.

En effet, malgré le bon fonctionnement des BHP à la température ambiante, ce type de béton peut présenter un comportement critique à des températures très élèves, qui peut, dans certaines conditions, se traduire par l'écaillage et l'éclatement du béton. L'actualité fournit aussi des exemples dramatiques qui mettent en évidence la nécessite de bien connaitre les dommages causés par les hautes températures (tunnel sous la manche, tunnel du Mont blanc, immeubles de grande hauteur, ...). Une compréhension complète des phénomènes thermo-physiques qui interviennent lorsque le béton est soumis à de hautes températures et qui provoquent sa dégradation est nécessaire pour une bonne pratique de ce matériau aussi bien que pour l'élaboration des documents normatifs.

Le béton est un matériau composite, hétérogène et particulièrement complexe et évolutif : il subit de profondes transformations physico-chimiques pas seulement au jeune âge (hydratation, prise et durcissement) mais aussi lorsqu'il est soumis à une élévation de température. Ces changements dépendent de plusieurs paramètres internes et externes tels que la composition du béton, la qualité de ses constituants, la vitesse de chauffage et/ou de refroidissement, la température maximale etc. Plusieurs recherches expérimentales et théoriques sur le comportement des bétons à hautes températures ont été accomplies en tenant compte de l'importance du facteur matériau dans le but de fournir aux industriels des informations utiles pour la sécurité et l'amélioration de la résistance au feu des constructions en béton.

Toutefois, il reste encore des lacunes et des contradictions qui font que le comportement du béton à hautes températures n'est pas totalement maitrisé. Malgré la variété des résultats expérimentaux et théoriques disponibles dans la littérature, plusieurs autres recherches sur ce sujet très important sont alors indispensables.

# 2. Objectifs de la thèse

Le premier objectif de ce travail est de faire un état des connaissances, d'une façon cohérente et synthétique, sur les éléments agissant sur le comportement du béton soumis à hautes températures.

Le second objectif est essentiellement articulé autour d'un programme expérimental afin d'examiner l'influence des hautes températures sur les performances physiques et mécaniques de différents bétons de classe ordinaire et à hautes performances et sous différents cycles de chauffage. Pour mieux comprendre les risques qui peuvent en résulter d'un refroidissement rapide (comme par exemple extinction d'un incendie par arrosage avec de l'eau), nous avons considéré dans ce travail trois types de refroidissement différents. L'importance de la taille des corps d'épreuves, l'air occlus dans le béton durci, la densité de fissuration ont également été investigués.

Le troisième objectif consiste à donner aux experts de la qualité des bétons quelques informations utiles pour pouvoir évaluer les dégradations des bétons sinistrés par le feu. Pour cela, l'investigation des propriétés du béton à hautes températures a été faite par des méthodes destructives et non destructives.

### 3. Plan de la thèse

# Chapitre 1 : Les bétons en situation accidentelle – hautes températures –

Ce chapitre répond au premier objectif, à savoir faire une étude bibliographique concernant quelques notions fondamentales sur le comportement du béton à hautes températures et l'effet des hautes températures sur la microstructure du béton.

# Chapitre 2 : Les propriétés physiques, thermiques et mécaniques des bétons à hautes températures

Ce chapitre est consacré à la description des principales modifications physico-chimiques dans le béton à hautes températures et l'évolution des composants et de la structure du béton au cours de l'échauffement.

# Chapitre 3 : Matériaux et méthodologies d'essais

Le troisième chapitre décrira les différents processus expérimentaux utilisés pour déterminer les différentes caractéristiques des matériaux et matériels utilisés.

Une méthode simple pour la mesure de l'air occlus dans le béton durci et pour la détermination de la densité de fissuration causée par les hautes températures est également présentée dans ce chapitre. Cette méthode utilise un scanner de bureau pour l'acquisition des images.

# Chapitre 4 : Résultats et interprétation des différents essais effectués

Dans le quatrième chapitre, l'ensembles des résultats obtenus sont présentés, interprétés et confrontées avec des travaux antérieurs.



# **CHAPITRE 1**

# LES BETONS EN SITUATION ACCIDENTELLE - HAUTES TEMPERATURES.

# 1. Introduction

Il est bien connu que la sécurité et la serviabilité des structures en béton ne peuvent pas être réalisées sans la connaissance complète des propriétés fondamentales du matériau et les conditions de service auxquelles la structure sera soumise.

L'incendie est l'une des conditions sévères à laquelle le béton peut être soumis. Historiquement, la résistance au feu du béton a souvent été prise pour acquise, compte tenu de sa nature inflammable, de sa bonne isolation thermique et de sa capacité de s'opposer à la propagation du feu.

Dans un feu de bac de fioul à l'air libre, les températures maximales ne dépassent pas les 800 °C, alors que dans les tunnels, ces températures peuvent atteindre jusqu'à 1300 °C. Ces températures extrêmes sont dues au fait que le feu est bien alimenté en oxygène et aussi à l'effet de four qui peut préchauffer l'air arrivant dans la zone de combustion. La connaissance de la puissance d'un incendie ne suffit pas à déterminer les températures maximales atteintes. Il n'est donc pas nécessaire de chercher à relier la température maximale à la puissance de l'incendie, mais plutôt, utiliser de préférence une courbe représentant les températures en fonction du temps (températures-temps) « feu standard ». Toutefois, l'applicabilité générale de cette approche peut être discutée vue que dans des incendies réels, les régimes initiaux de chauffage et les phases de refroidissement peuvent être très différents. Ces deux conditions sont reconnues comme imposant des contraintes supplémentaires aux structures en place. Il y a donc encore des lacunes évidentes dans la connaissance du comportement réel des structures en béton en situation d'incendie.

# 2. Courbes températures-temps normalisées

Au cours des dernières années, de nombreuses recherches [1-4] ont été effectuées à travers le monde pour définir les différents types d'incendie pouvant se déclarer dans les tunnels et dans les ouvrages. Elles ont été réalisées dans des tunnels existants, désaffectés et en laboratoire. Les données obtenues ont permis de tracer une série de courbes température-temps correspondant aux différentes expositions utilisées dans les tests au feu, dans l'analyse et la conception.

Les courbes de feu standard diffèrent d'un pays à un autre et dépendent de la destination de la structure. Il y a quatre catégories principales de courbes de feu: enceintes de confinement des réacteurs nucléaires, bâtiment, offshores/pétrochimiques et de tunnel

### 2.1. Enceintes de confinement des réacteurs nucléaires

Dans une enceinte de confinement d'un réacteur nucléaire, deux scénarios d'accident (Fig. 1.1et

1.2) sont envisageables [5] :

- 1. Scénario accidentel de Dimensionnement « D » appelé aussi « LOCA Loss Of Coolant Accident », correspondant à l'Accident de Perte de Refroidissement du circuit Primaire « APRP ».
- Scénario accidentel de Hors Dimensionnement « HD » appelé aussi « SA : Sever Accident », correspondant à un accident au-delà de la situation accidentelle conventionnelle de dimensionnement.



Figure 1.1, Courbes Température-Temps LOCA et SA



Figure 1.2, Courbes Pression-Temps LOCA et SA

Ces scénarios d'accident consistent en une montée en température et pression atteignant 160 °C et 6.5 bars en environ 20 secondes. Ce niveau est maintenu durant une trentaine de minutes. Ensuite deux cas sont envisageables :

- 1. Pour le premier, représentatif du scénario LOCA, ce palier à 6.5 bars est suivi d'un refroidissement permettant d'atteindre environ 120 °C et 2 bars en 12 à 24 heures. Ces conditions peuvent être maintenues plusieurs jours avant le refroidissement.
- 2. Le deuxième, représentatif du scénario SA, correspond à une deuxième montée en température et pression qui peut aller jusqu'à 200 °C et 10 bars.

# 2.2 Cas des bâtiments

La courbe normalisée « CN » (Fig. 1.3) telle qu'elle est définie par différentes normes (ISO 834, BS 476, DIN 4102, AS 1530 et ASTM E119) est la courbe à laquelle toutes les réglementations européennes se réfèrent. De façon simplifiée, il peut être retenu que cette courbe atteint environ 500 °C après seulement 3 minutes, 800 °C après 30 minutes et plus de 1000 °C après 90 minutes. L'équation caractérisant la courbe standard met en évidence deux phases distinctes lors d'un incendie : d'une part, la période d'embrasement généralisé durant laquelle se produit une augmentation très rapide de la température ou un choc thermique (jusqu'à une température d'environ 800 °C), suivie d'autre part, de la période où l'incendie est entièrement développé, caractérisée par une augmentation moins rapide de la température pouvant aller jusqu'à 1200 °C. Cette courbe a plutôt comme vocation de représenter les feux de produits cellulosiques.

Les conditions de température ainsi définies reproduisent l'élévation de la température des gaz chauds de combustion et non l'agression directe des flammes. Ainsi, les flammes des brûleurs sont disposées dans les fours de façon à éviter les attaques directes.

La courbe ISO, dont l'avantage pratique est certain, présente des écarts par rapport à un incendie naturel dans des bâtiments. En effet, les éléments suivants peuvent être notés [6] :

• La courbe ISO est une courbe théorique, qui peut être dépassée durant un temps limité dans un incendie réel ;

- La courbe ISO doit être prise en considération pour tout le compartiment, même si celui-ci est très grand. En réalité, lors d'un incendie, la température varie sensiblement selon l'endroit.
- La courbe ISO implique une température toujours croissante. Dans la pratique, il est prouvé que la température commence à diminuer après que la plus grande partie des combustibles ait brûlé.
- Il n'existe qu'une seule courbe ISO pour tous les types de bâtiments, quelles que soient les conditions de charge calorifique et de ventilation.



Figure 1.3 : Courbe température-temps « CN »

# 2.3. Cas des ouvrages de pétrochimie

Bien que la courbe ISO ait été utilisée pendant de nombreuses années, il est vite devenu évident que les taux de combustion de certains matériaux, tels que l'essence, les produits chimiques etc., étaient bien supérieurs à ceux du bois de construction par exemple. Cela étant, il s'est avéré nécessaire de trouver une autre courbe d'exposition pour la réalisation de tests sur les structures et matériaux utilisés dans l'industrie pétrochimique. C'est pourquoi la courbe Hydrocarbure « CH » a été mise au point.

La courbe Hydrocarbure (figure 1.4) est applicable dans le cas de petits incendies liés aux produits pétroliers tels que les incendies de réservoirs de voitures, camions-citernes transportant du fuel, de l'essence ou certains produits chimiques. En fait, quoique la courbe Hydrocarbure soit basée sur un incendie standard, il existe de nombreux types d'incendies associés aux produits pétrochimiques.

La réglementation française a institué une version majorée de la courbe HC, la courbe Hydrocarbure Majorée « HCM ». La température maximale de la courbe HCM (figure 1.5) est de 1300°C au lieu des 1100°C de la courbe Hydrocarbure standard

Cependant, le gradient de température obtenu au cours des premières minutes d'un incendie sous courbe HCM est aussi important lors d'incendies sous courbe Hydrocarbure (CH), il peut provoquer un choc thermique au niveau de la structure environnante et entraîner un problème d'écaillage du béton



Figure 1.4 : La courbe température-temps CH



Figure 1.5. La courbe température-temps « HCM »

# 2.4. Cas des tunnels

L'Allemagne a mis au point la courbe « RABT » qui résulte d'une série de programmes d'essais tels que le projet Euréka. Sur la courbe RABT (Fig. 1.6), l'augmentation de température est très rapide atteignant 1200 °C en 5 minutes, plus vite donc que la courbe Hydrocarbure qui atteint seulement 1150 °C en 60 minutes. La durée de l'exposition à 1200 °C est plus courte que dans les autres courbes et la baisse de température ne commençant qu'après 30 minutes.

Cette courbe de test peut être adaptée pour répondre à des exigences spécifiques. Lors des tests effectués dans ces conditions d'exposition, l'élévation de température est très rapide mais ne dure que 30 minutes, ce qui est comparable à l'augmentation de températures élevées lors de la combustion d'un simple feu de camion, à la différence que la durée de refroidissement est de 110 minutes. Si nécessaire, pour certains types d'exposition spécifiques, la durée d'augmentation de température peut être étendue à 60 minutes ou plus, la durée de refroidissement restant cependant de 110 minutes.



Figure 1.6. La courbe température-temps « RABT »

En 1979 aux Pays-Bas, le « Rijkswaterstaat », Ministère des Travaux Publics et le TNO (Centre de recherche au feu) ont établi une nouvelle courbe température-temps « RWS » (Fig. 1.7). Cette courbe est basée sur l'hypothèse selon laquelle, dans un scénario extrême, un incendie d'un camion-citerne

contenant du fuel ou de l'essence peut atteindre une charge calorifique de 300MW pendant une durée allant jusqu'à 120 minutes

La différence entre la courbe RWS et la courbe Hydrocarbure se situe au niveau des températures. Pour cette dernière, on part d'un feu se déclarant dans un espace relativement dégagé, où la chaleur peut se dissiper, tandis que la courbe RWS se base sur des températures obtenues en milieu confiné comme un tunnel, où il y a peu de chance que la chaleur puisse se dissiper dans l'atmosphère environnante.

La courbe RWS simule la croissance initiale rapide lors d'un incendie de camion-citerne contenant de l'essence, puis la baisse progressive des températures une fois le chargement pétrolifère consumé.

Le critère de défaillance pour un spécimen exposé à la courbe température-temps RWS est que la température à l'interface béton-revêtement de protection ne doit pas excéder 380 °C et que la température de l'armature ne doit pas dépasser 250 °C.



Figure 1.7. La courbe température-temps « RWS »

La courbe de feu de RWS a été établie sur la base de l'expérience hollandaise dans les feux de tunnel. Cependant, les températures maximales qui ont été enregistrées dans la plupart des incendies récents des tunnels, par exemple Channel (1100 °C), Great Belt (800 °C), Mont Blanc (1000 °C), Tauern (1000 °C), n'ont pas atteint le niveau des températures prévues dans la courbe RWS. La courbe RWS représente donc la forme la plus sévère d'un incendie de tunnel en termes de taux initial de chauffage et température maximale. La courbe RABT, avec une branche descendante, représente un scénario d'incendie des tunnels moins sévère que la courbe RWS.

La France utilise une courbe semblable à la courbe RWS mais avec une température maximale moins élevée de 50 °C. Le Japon applique une courbe RABT de 120 minutes à tous les tunnels nécessitant une protection contre l'incendie.

L'Irlande utilise une courbe Hydrocarbure 180 minutes pour tous les nouveaux tunnels

### 3. Effet des hautes températures sur la microstructure du béton

Les propriétés mécaniques, physiques et thermiques d'un béton dépendent fortement de sa microstructure. A hautes températures et en cours de réchauffement du béton, on observe de nombreux phénomènes physico-chimiques et des transformations qui modifient sa microstructure. Ces changements sont principalement causés par l'évaporation de l'eau et les processus de déshydratation des hydrates formant la matrice cimentaire.

### 3.1. Microstructure de la pâte de ciment

Les principaux composants du ciment Portland sont les suivantes :

$45 \text{ à } 60\% \text{ - } \mathbf{C}_3 \mathbf{S} = 3 \text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	- silicate tricalcique	(alite)
15 à 30% - $\mathbf{C}_2 \mathbf{S} = 2 \mathrm{CaO} \cdot \mathrm{SiO}_2$	- silicate bicalcique	(bélite)

6 à 12% -  $C_3A=3CaO \cdot Al2O_3$  - aluminate tricalcique (célit)

6 à 8% -  $C_4AF = 4CaO \cdot Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3$  - alumino-ferrite tétracalcique

Ces constituants du ciment présentent des réactions hydrauliques, c'est-à-dire qu'ils se transforment en présence d'eau en hydrates qui précipitent et s'organisent en une structure mécaniquement résistante. Les principaux hydrates simples formés sont : *silicate de calcium hydraté CSH* (Fig. 1.8), *portlandite* (Fig. 1.9), *aluminates de calcium hydraté, ettringite* (Fig. 1.10) etc.

La réaction principale de l'hydratation du ciment peut être présentée de façon simplifiée :

$$2C_3S + 10.6H \rightarrow C_{3.4}S_2H_8 + 2.6 CH$$
 (Eq. 1.1)

$$2C_2S + 8.6H \rightarrow C_{3.4}S_2H_8 + 0.6 CH$$
 (Eq. 1.2)

Pour un ciment donné, les quantités de CSH et de CH formées dépendent essentiellement du rapport E/C et du temps de réaction. En moyenne, une pâte de ciment ordinaire durcie contient 50-70% de CSH et 25-27% de CH. Dans le cas des pâtes de ciment à haute performance, la quantité de phase CSH est encore plus importante. Ceci est favorable à l'augmentation de la résistance. En effet, la portlandite n'a que peu d'importance du point de vue de la résistance mécanique, ses cristaux de taille importante sont susceptibles de limiter la résistance en compression du béton. De plus, la portlandite est facilement soluble dans l'eau, ce qui diminue la durabilité du béton. Afin d'éliminer partiellement la portlandite, la fumée de silice peut être additionnée à hauteur d'environ 10 % de la quantité de ciment. La fumée de silice, du fait de la taille de ses grains, inférieure à celle de grains de ciment, augmente également la compacité de la matrice. De plus, la fumée de silice par sa réaction pouzzolanique, consomme de la portlandite et forme le gel CSH. Ceci permet ainsi d'augmenter les performances (résistance, durabilité...) du béton. L'utilisation se la fumée de silice accompagnée de plastifiants est très répandue dans la fabrication des bétons à haute performance.



Figure 1.8 : Image de Silicate de Calcium Hydraté obtenu au MEB



Figure 1.9 : Image de la portlandite obtenue au MEB



Figure 1.10 : Image des cristaux d'ettringite obtenue au MEB

Les observations microscopiques des particules de CSH ont permis de les classer en quatre types morphologiques [7]:

Type I : Feuillets très minces qui s'enroulent sur eux-mêmes en formant des tubes creux rayonnant autour des grains de ciment ; cette forme est visible pendant les premiers âges de l'hydratation.

Type II : Nids d'abeilles, forme alvéolaire

Type III : Petits disques ou de sphères assemblées pour former des particules plus massives.

Type IV : Structure dense et amorphe.

# 3.2. L'eau dans la microstructure de la pâte de ciment et du béton

Dans un béton durci, l'eau peut se présenter sous formes d'eau libre, capillaire, adsorbée, chimiquement liée et absorbée par les granulats. L'eau remplit plus ou moins d'eau tous les vides de la matrice et son mouvement est responsable de l'apparition de phénomènes comme: retraits de dessiccation, gonflement, fissuration du béton, etc... L'eau va donc jouer un rôle essentiel dans le comportement de matériau durci, non seulement du point de vue de son comportement mécanique, mais aussi de la durabilité.

Dans le béton, presque 50% de l'eau de gâchage est consommée par les réactions d'hydratation, environ 40% se trouvent dans les pores des hydrates et 10% se logent dans les vides présents dans la matrice. L'état hydrique dépend essentiellement de l'humidité relative, du degré d'hydratation et de la taille des pores.

# 3.2.1. L'eau libre et capillaire

L'eau libre réside dans les fissures et les gros pores et n'est pas dans le champ d'influence des forces superficielles. L'eau capillaire est constituée de la phase condensée remplissant le volume poreux et séparée de la phase gazeuse par des ménisques. L'évaporation de l'eau libre et capillaire s'effectue entre 30 et 120 °C.

# 3.2.2. L'eau adsorbée et l'eau chimiquement liée

L'eau consommée durant les réactions d'hydratation du ciment est combinée avec d'autres composants tels que calcium ou silice. En considérant le modèle lamellaire du gel de CSH, l'eau dans les CSH peut apparaître sous trois formes: interfeuillet, interlamellaire et hydroxylique.

- L'eau hydroxylique les hydroxyles OH liés aux atomes Si et Ca se trouvent sur les faces internes et externes des feuillets. Il y a deux OH par feuillet (l'eau chimiquement liée)
- L'eau interlamellaire c'est l'eau des micropores, adsorbée à la surface externe des particules (lamelles). L'eau interlamellaire est une eau structurée, soit fixée sur un hydroxyle isolé, soit liée à d'autres molécules d'eau. Les épaisseurs des espaces entre les feuillets du gel sont inférieures à 20Å. En sachant que l'épaisseur moyenne d'une couche de H<sub>2</sub>O est de 2,6 Å, nous pouvons observer que 6 couches d'eau peuvent être adsorbées à la surface des lamelles [8].
- L'eau interfeuillet c'est une eau moléculaire, de très faible degré de liberté. Les quatre molécules H<sub>2</sub>O interfolières seraient chacune triplement liée par des ponts hydrogènes comme dans la structure de la glace. L'eau interfeuillet intervient dans la cohésion intrinsèque de la lamelle. Il semblerait que seul un puissant séchage puisse extraire ces molécules d'eau qui seraient alors enlevées de manière irréversible [8].

L'eau interfeuillet s'évapore entre 30 et 120 °C, alors que l'eau absorbée à l'intérieur ou à l'extérieur des feuillets CSH qui est fortement liée au matériau s'évacue à des températures beaucoup plus élevées d'environ 120°C - 300°C. L'augmentation de la température provoque la libération de l'eau chimiquement liée qui se traduit par la déshydratation de la pâte de ciment. Tous les processus

d'évacuation de l'eau libre, liée et adsorbée, sont difficiles à dissocier, ce qui ne facilite pas les observations scientifiques.

# 3.3. L'interface pâte de ciment-granulat

Dans le béton durci, autour des granulats, une zone de pâte de ciment hydraté particulière, appelée «auréole de transition» [9], peut être présente en fonction de la forme et de la composition chimique des granulats. La liaison pâte-granulat est trouvée meilleure d'un point de vue mécanique avec des granulats concassés qu'avec des granulats roulés [10].

Par ailleurs, dans le cas de granulats peu poreux (par exemple : granulats siliceux), cette liaison qui s'établit au cours de l'hydratation, est fortement poreuse et ainsi moins résistante que la pâte ellemême. De ce fait, elle constitue le point faible des bétons : la fissuration se produit préférentiellement à ce niveau. Cependant, avec les granulats très poreux (par exemple : granulats calcaires), suite à la formation d'hydrates de carboaluminates de calcium à l'interface pâte-granulat [11], l'auréole est faiblement poreuse et sa résistance mécanique est élevée.

# 3.4. Caractéristiques de la structure poreuse

La structure poreuse de la pâte de ciment hydratée et du béton durci peut être caractérisée à travers des paramètres tels que la porosité, la distribution de la taille des pores, la connectivité ou la tortuosité des pores. Ces paramètres influencent aussi bien les propriétés mécaniques que la durabilité du béton par l'intermédiaire des propriétés de transferts.

# 3.4.1. Porosité

La porosité totale d'un béton ordinaire durci est de l'ordre de 10 % [12]. Cette porosité résulte de celle de la pâte, des granulats et de l'interface pâte-granulat. Les pores peuvent être interconnecté, aveugles ou isolés. Contrairement aux pores aveugles ou aux pores isolés, les pores interconnectés permettent le transport de matières dans le matériau.

La distribution des pores dans un béton forme un large spectre de taille des pores [13], capillaires, internes aux hydrates, bulles d'air et fissures (Figure 1.11). Les pores capillaires représentent les

espaces inter granulaires et sont directement liés au rapport Eau/Ciment. En raison de la maniabilité du béton, le volume d'eau fourni pour la fabrication du béton est supérieur au volume nécessaire pour l'hydratation. Par conséquent, cet excédent d'eau s'évacue par séchage au cours du temps et laisse des pores capillaires disponibles pour la circulation de gaz. Cependant, les pores internes aux hydrates et en particulier au gel C-S-H, ne sont pratiquement pas affectés par le rapport Eau/Ciment.



Figure 1.11 : Spectre des tailles des pores du béton durci [13].

# 4. Les principales modifications physico-chimiques dans le béton à haute température

Lorsque le béton est soumis à des températures en augmentation, différents phénomènes consécutifs à des transformations chimiques, physiques et minéralogiques se produisent [14].

Ces différents phénomènes, qui peuvent concerner aussi bien la pâte de ciment durcie que les granulats, sont les suivants [15]:

Entre 30 et 105 °C:	L'eau libre et une partie de l'eau adsorbée s'échappent du béton. Elle est
	complètement éliminée à 105°C.
	Simple dilatation (coefficient de dilatation du béton : $1.10^{-5}$ ).
Entre 130 et 170 °C:	l'eau d'hydratation de l'hydroxyde de calcium est libérée.
	La pâte de ciment durcie se contracte
	Les granulats se dilatent

Autour de 180 °C et jusqu'à	On a la première étape de la déshydratation. La chaleur brise le gel de
environ 300 °C:	ciment et arrache des molécules d'eau aux silicates hydratés. L'eau liée chimiquement commence à s'échapper du béton.
A environ 250 et 370 °C:	On peut avoir de petits pics endothermiques indiquant des effets de décomposition et d'oxydation d'éléments métalliques (ferriques).
Entre 450 et 550 °C:	L'hydroxyde de calcium se décompose selon la réaction :
	$Ca(OH)_2 \rightarrow CaO + H_2O.$
	La vapeur d'eau peut engendrer un phénomène d'écaillage local.
Autour de 570 °C:	Changement de phase spontanée du quartz, accompagnée d'un gonflement pour les granulats quartziques et basaltiques.
Entre 600 et 700 °C:	Il y a décomposition des phases de C-S-H et formation de $\beta$ -C2S. C'est la seconde étape de la déshydratation des silicates de calcium hydratés qui produit une nouvelle forme de silicates bi-calciques.
Entre 700 et 900 °C:	Il y a décomposition du carbonate de calcium $CaCO_3$ . Le calcaire se décompose autour de 800 °C en $CaO+CO_2$ , réaction fortement endothermique qui libère du gaz carbonique.
A dessus de 1300-1400 °C:	Début de la fusion de la pâte et de ciment des agrégats. Le béton se présente sous forme de masse fondue.

# 5. Évolution des composants et de la structure du béton au cours de l'échauffement.

La capacité d'un béton de résister au feu est une caractéristique très importante car elle permet aux structures de rester en place et d'assurer la stabilité des constructions. Les structures peuvent ainsi rester stables pendant une durée suffisante pour permettre l'intervention des secours et l'évacuation des occupants.

Le béton est un matériau à très faible en conductivité thermique : durant un incendie, la température à la surface du béton est bien plus grande que celle dans son cœur. Cela entraine des gradients de

températures et des modifications significatives à sa microstructure qui se traduisent par un affaiblissement des qualités mécaniques du matériau et dégradations de la durabilité des structures.

#### 5.1. Evolution de la pâte de ciment au cours du chauffage

L'exposition du béton à une température élevée provoque des dégradations mécanique, physique et chimique progressives de ses composants. Les principales modifications physico-chimiques se passent dans la pâte de ciment, en raison de la présence de l'eau sous différentes formes.

Une analyse thermique différentielle (ATD) permet de mettre en évidence les réactions physicochimiques au sein du matériau. Sur les courbes d'ATD de la figure 1.12, nous pouvons observer deux pics caractéristiques, un pic endothermique à 140 °C, dû au départ d'eau et un pic exothermique aux alentours de 840 °C correspondant aux changements morphologiques de la phase du gel CSH.

Dans la pâte de ciment chauffée, tous les changements commencent par l'évaporation de l'eau. Entre 30°C et 120°C, l'eau libre et l'eau adsorbée s'évaporent, et au-delà de 105°C les hydrates commencent à se décomposer. On observe la décomposition totale de l'ettringite, avant la température de 100 °C, alors que les premiers signes de la décomposition du gel CSH apparaissent à 180 °C et avant même cette température. La déshydratation est assez rapide jusqu'à la température de 300 °C. Lorsqu'on dépasse 300 °C, l'eau la plus fortement liée qui participe à la constitution des hydrates, commence à s'évaporer. Entre 450 et 550 °C, on observe les premiers signes de la décomposition de la portlandite :

$$Ca (OH)_2 \rightarrow CaO + H_2O$$
 (Eq. 1.3)

La deuxième étape de la décomposition des hydrates est observée à partir de 700 °C, avec une vitesse plus lente et la formation de  $\beta$ -C2S. Le calcaire se décompose autour de 800 °C en:

$$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$$
 (Eq. 1.4)

avec un dégagement de chaleur et la libération du gaz carbonique. A des températures au-dessus de

1300 °C, certains constituants fondent, ce qui provoque la destruction complète du matériau.

Certains travaux montrent que la déshydratation de la pâte de ciment débute dès l'évacuation de l'eau évaporable. Ensuite à partir de 180 °C et jusqu'au-delà de 800 °C, le gel de CSH se décompose essentiellement en silicate de calcium  $\beta$ -C<sub>2</sub>S,  $\beta$ -CS et en eau [16], tandis que se forme l'hydroxyde de calcium. Un phénomène d'hydratation additionnelle [17] a été observé entre 200 et 300 °C à l'aide de
la diffraction aux rayons X. Cette réaction se traduit par une diminution des phases  $\beta$ -C<sub>2</sub>S et  $\beta$ -C<sub>3</sub>S ainsi qu'une faible augmentation de la quantité de Ca(OH)<sub>2</sub>.



Figure 1.12: Courbes déterminées par ATD sur 3 BHP [15].

Castellotea et al. [18] et grâce à la technique de la diffraction des neutrons, ont déterminé les transformations des principaux composants de la pâte de ciment Portland au cours de l'échauffement (Figure 1.13). Le cycle de chauffe appliqué était de 1°C/min jusqu'à 700 °C. Les six composants de base ont été étudiés : portlandite, ettringite, calcite, larnite, silicate de calcium hydraté et CaO.

Sur cette figure, il est clair que l'ettringite se décompose totalement avant que le matériau n'atteigne 100 °C. Le début de la déshydratation du gel CSH est progressif et commence même avant 100 °C. Ceci signifie que le séchage à 105°C utilisé habituellement pour faire partir l'eau libre du matériau, provoque la déshydratation du CSH - c'est-à-dire modifie la structure du matériau. La déshydratation de la portlandite qui devient significative à 500 °C est accompagnée naturellement de l'augmentation de la quantité de CaO.



Figure 1.13: Evolution de la quantité des phases de la pâte de ciment Portland au cours de l'échauffement.

# 5.2. Evolution de la porosité de la pâte de ciment

Concernant la porosité de la pâte de ciment à haute température, Fischer [19] a montré que celle-ci augmente d'une manière parabolique en fonction de la température. Cette augmentation a été notée aussi dans les travaux de Bazant et al [20], accompagnée d'une évolution de la taille moyenne des pores et du volume poreux total. Ceci est dû en partie à la rupture interne de la structure du gel de CSH lors du processus de déshydratation.

Le tableau 1.1 [18] montre les résultats de porosité pour des températures allant de 20 à 800 °C.

Droporty	Temperature C								
Froperty	20	100	200	300	400	500	600	700	800
Total porosity (cm <sup>3</sup> /g)	0.101	0.116	0.115	0.122	0.135	0.147	0.211	0.245	0.223
Mercury porosity									
(cm <sup>3</sup> /g)	0.083	0.098	0.089	0.105	0.109	0.107	0.153	0.189	0.159
Percentage of pores in radius intervals:									
5-10 (nm)	10	6.7	4	5.1	4.6	3.6	2.4	4.1	1.6
10-15	6.4	6.7	5.4	6.5	5.4	3.8	3.7	3.7	3.3
15-25	10.4	11.3	11.7	9.9	13.4	10.3	10.6	7.8	7
25-50	17.7	25.1	24.2	16	21.3	20.4	20.4	17.6	16.1
50-75	10.2	19.5	20.2	12.5	14.1	17.5	15.4	12.7	12.9
75-100	5	6.6	7.7	5.3	5.8	7.4	6.4	5.9	7
100-150	7.2	6.6	7.9	6.3	7.5	8.2	8	6.5	7.7
150-250	18.9	12.9	12.5	14.4	15.3	14.4	12.5	10.4	11.7
250-500	11.2	3.8	5.8	20.1	10.3	11	16.7	26.1	21.3
500-1000	2	0.2	1.8	2.3	1.6	2.2	2.9	4.3	10.5
1000-7500	0.8	0.7	0.9	1.1	0.7	1.2	1.1	1	0.9

Tableau 1.1 évolution de la porosité pour des températures

Jusqu'à 200 °C, la porosité totale ou la distribution de taille des pores ne sont pas significativement affectées. Entre 300-500 °C, la porosité totale augmente de façon significative avec de légères modifications de la porosité au mercure en raison de l'augmentation du pourcentage de pores supérieurs à 7500 nm de diamètre. Dans la porosité au mercure, il y a une diminution des pores 5-10 nm et une augmente des pores de 25-75 nm. La formation de microfissures entraînerait une augmentation dans les pores d'un diamètre supérieur à 500 nm dans la gamme de température de 300-500 °C. A 600 °C, un quasi doublement de la porosité totale se produit. Aussi à cette température, les

pores capillaires de 250-500 nm de diamètre, sont sensiblement augmentés. Cette augmentation rapide de la porosité est causée par deux processus chimiques, de la libération de l'eau provenant de la décomposition de CaCO<sub>3</sub> et du CO<sub>2</sub> provenant des carbonates de calcium (Equ. 1.3, 1.4).

La plus forte porosité totale est enregistrée à 700 °C. Le pourcentage de pores dans la gamme 25-75 nm de diamètre baisse avec l'augmentation des pores capillaires dans la gamme 250-1000 nm. La porosité totale diminue à 800 °C. Les pores de 5-10 nm sont nettement réduits avec l'augmentation considérable des pores 500-1000 nm. Cela peut être causé par le début de frittage de la pâte de ciment

#### 5.3. Evolution des granulats

A haute température, les granulats se décomposent et subissent des transformations chimiques et minéralogiques importantes qui modifient les caractéristiques microstructurales du matériau.

Une analyse thermique différentielle (ATD) permet de déterminer, par des pics endothermiques et exothermiques, les températures auxquelles une instabilité peut survenir dans les granulats. Les analyses thermogravimétriques (ATG), donnent des indicateurs de la progression des réactions de décomposition en mesurant les variations de masse des granulats au cours du chauffage.

Comme le montre la figure 1.14 [21], la majorité des granulats est généralement stable jusqu' à 600 °C. La structure des granulats siliceux contient dans ces minéraux environ de 20% d'eau combinée [22]. Entre 120 et 600 °C, cette eau est capable de se libérer partiellement en réduisant la résistance de ce matériau. Ce départ de l'eau peut entraîner un clivage des granulats. Un autre phénomène concerne le quartz à 575°C : un changement de phases avec un changement de volume de 1 à 5,7 %. Le quartz présent dans les granulats siliceux SiO4 est un édifice de tétraèdres soudés par les sommets, en chaînes. C'est une forme stable à basse température de la silice. Au-dessus de 573°C à la pression ambiante une légère rotation de liaisons entre tétraèdres, conduit à une forme cristalline de symétrie hexagonale : le quartz  $\beta$ . La température de transition du quartz  $\alpha$ - $\beta$  peut augmenter avec la pression.

Ainsi ces deux phénomènes qui apparaissent dans les granulats à base de quartz, peuvent provoquer l'endommagement de la structure du béton.

Les granulats calcaires présentent un bon comportement thermique jusqu'à 700 °C. Cette température est le début de la décarbonatation (CaCO<sub>3</sub>  $\rightarrow$  CaO + CO<sub>2</sub>) qui se produit entre 600 et 900 °C. Le CaO libre présent dans les bétons chauffés puis refroidis réagit avec l'humidité et se transforme

en Ca $(OH)_2$  avec une augmentation de volume de 44%. Cette réaction peut expliquer la diminution de la résistance résiduelle (résistance mesurée après refroidissement) par rapport à la résistance à chaud des bétons à granulats calcaires chauffés au-delà de 700 °C.



Figure 1.14: Courbes ATD des différents types de granulats [21].

#### 5.4. Evolution de l'interface pâte - granulats à haute température

Dans les bétons, l'interface pâte-granulats est la partie la plus fragile, la plus poreuse et la mieux cristallisée. La présence de la fumée de silice réduit sa porosité et permet ainsi une bonne adhérence entre la matrice cimentaire et les granulats. Par contre, cette zone est moins riche en gel de CSH.

A haute température, cette partie se dégrade progressivement en montant en température. Ceci est dû au départ de l'eau piégée dans les pores et liée chimiquement. Le retrait de dessiccation favorise le développement des fissures et au-delà de 120 °C, les phénomènes de déshydratation engendrent une détérioration rapide au niveau de cette zone à cause de la dilatation différentielle entre la pâte de ciment (retrait) et les granulats (expansion). Plus le matériau est hétérogène, plus la différence entre les coefficients de dilatation thermique des constituants est importante. Ces coefficients varient en

fonction de la température, et dépendent du type de granulat et de ciment utilisés. Ceci a été confirmé par Diederichs et al [18] en effectuant des essais de mesure du coefficient de dilatation thermique avec différentes natures de granulats.

#### 6. Conclusion :

La synthèse, tirée de la bibliographie, des observations concernant l'effet de la température sur le béton, a démontré que l'évolution des propriétés mécaniques est fortement conditionnée par l'évolution de la microstructure, au départ de l'eau et aux changements physico-chimiques. Ceci se traduit par l'évolution de la porosité, la taille caractéristique des pores et par conséquent la perméabilité. La présence de l'eau dans le béton est l'un des paramètres les plus significativement influençant le comportement du matériau béton à haute température. Sa quantité dans le béton dépend du rapport E/C et de la quantité d'eau de gâchage. Cette eau présente dans la matrice cimentaire sous forme d'eau libre, d'eau capillaire, d'eau adsorbée et d'eau chimiquement liée aux hydrates de ciment. Durant l'augmentation de la température, l'eau a une tendance de migrer vers l'extérieur du matériau, d'abord l'eau libre faiblement liée puis progressivement l'eau de déshydratation des hydrates du gel CSH. L'eau présente - sous forme liquide et sous forme de vapeur - modifie significativement les propriétés thermiques et mécaniques du matériau. Nous proposons dans le deuxième chapitre de cette thèse d'examiner l'influence des hautes températures sur les propriétés physiques et mécaniques de béton.

# Chapitre 02

# LES PROPRIETES PHYSIQUES, THERMIQUES ET

# **MECANIQUES DES BETONS A HAUTES**

TEMPERATURES

# CHAPITRE II. LES PROPRIETES PHYSIQUES, THERMIQUES ET MECANIQUES DES BETONS SOUS HAUTES TEMPERATURES

# 1. Introduction

La compréhension des propriétés du béton sous haute température est essentielle pour améliorer la résistance au feu des structures en béton armé et fournir des informations exactes pour la conception « anti feu » des structures. Des études approfondies sur ce sujet important ont été réalisées antérieurement. Malgré l'existence de nombreux résultats expérimentaux et théoriques disponibles dans la littérature, le comportement du béton sous l'action des hautes températures comporte encore des lacunes et les propriétés du béton n'ont pas été pleinement comprises. Des contradictions entre les observations existent et doivent être conciliées.

De précédentes études expérimentales sur le béton à des températures élevées se sont principalement concentrées sur la réduction de la résistance du béton, même si la perte de durabilité du béton peut gravement réduire la durée de vie résiduelle de la structure.

Lors d'un incendie, le chauffage très rapide du béton peut causer des grands changements de volume dû à la dilatation thermique, de retrait dû à la migration d'humidité et d'éventuel effritement dû à de fortes contraintes thermiques et à la pression interstitielle qui se développe dans la masse du béton. Le changement important de volume se traduit par microfissuration et de grandes fractures qui engendrent une insuffisance structurelle. L'ampleur des variations des propriétés du béton causées par des températures élevées dépend de nombreux paramètres internes et externes, tels que la composition du béton, les propriétés des constituants, le taux de chauffage, le taux de refroidissement, la température maximale atteinte, etc.

Les diverses études sur le béton exposé à des températures élevées ont été effectuées de manière expérimentale et analytique sur l'importance des différents paramètres afin de fournir des informations essentielles pour l'industrie du béton et améliorer la résistance au feu du béton.

Récemment, la recherche a été concentrée sur les effets de couplage des différents paramètres tels que l'accouplement thermo-hygro-mécanique et thermo-chimico-mécanique d'attelage.

Dans ce chapitre, nous allons tenter de faire un survol sur la bibliographie traitant l'évolution des propriétés physiques, thermiques et mécaniques des bétons exposés à des hautes températures.

#### 2. Evolution des propriétés physiques

#### 2.1. Densité apparente

Les mesures des densités apparentes obtenues par Kalifa et al. [23], dans le cadre du Projet National BHP 2000 [24], sont représentées sur la Figure 2.1. Elles montrent une légère diminution de la densité dans l'étendue des températures entre 100°C et 400°C. Des différences de densité entre le BO et le BHP peuvent être constatées.



Figure 2.1 : Densité apparente des bétons en fonction du traitement thermique [23]



Figure 2.2: Variations de la masse volumique de différents types de bétons en fonction de la température d'après Schneider [21]

A haute température, ce paramètre dépend fortement de la nature des granulats utilisés dans le béton. La Figure 2.2 montre les variations de la masse volumique de différents types de bétons en fonction de la température.

Une diminution quasi-linéaire de la masse volumique est observée à des températures allant jusqu'à 800°C, or le béton à base de granulats calcaire présente une forte diminution de la densité au-delà de 800°C. Cette baisse de la masse volumique est liée à deux phénomènes, à savoir l'hydratation complémentaire des anhydres et la carbonatation de la portlandite.

#### 2.2. Perméabilité

Au Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB), à l'aide du perméamètre à gaz CEMBUREAU, des essais ont été effectués pour mesurer de l'évolution de la perméabilité au gaz avec la température sur des éprouvettes de forme cylindriques préalablement séchées. Le gaz utilisé est de l'azote. Un gradient de pression de 1 bar est établi entre les deux faces du disque. Le coefficient de perméabilité déterminé à partir des mesures du débit de gaz correspondant au coefficient de perméabilité au gaz ou perméabilité apparente  $k_g$  exprimée en m<sup>2</sup>. De ce coefficient de perméabilité, on déduit directement la perméabilité relative au gaz exprimée en m/s tel que :

$$K_g = \frac{\rho_g g}{\mu_g} k_g \tag{Equ. 2.1}$$

Où :  $\rho_{g}$  et  $\mu_{g}$  sont respectivement la masse volumique et la viscosité dynamique du gaz d'instruction.

L'évolution de la perméabilité avec la température a été aussi étudiée dans le cadre du Projet National BHP 2000 [24]. La détermination de la perméabilité intrinsèque (k) a été réalisée à partir de la mesure de la perméabilité à l'azote ( $K_a$ ) à l'aide d'un perméamètre à charge constante de type Cembureau. La mesure a été effectuée à divers gradients de pression et la perméabilité intrinsèque  $k_a$  été déterminée selon la méthode de Klinkenberg en utilisant la relation :

$$Ka = k \left( 1 + \frac{b}{\overline{P}} \right)$$
 (Equ. 2.2)

où :  $\overline{P}$  est la pression moyenne et *b* un coefficient déterminé expérimentalement.

La Figure 2.3 montre l'évolution de la perméabilité  $k_{\text{g}}$  en fonction de la température. A 105°C, la perméabilité intrinsèque du BHP est nettement inférieure à celle d'un BO. Par contre, elle

augmente plus rapidement avec la température pour le BHP que pour BO. A 350°C, le BHP a une perméabilité équivalente à celle du béton ordinaire.



Figure 2.3: Perméabilité apparente au gaz  $k_g$ en fonction de la température de conditionnement [16]

Dans les travaux de Sliwinski et al. [25], il a été montré que la perméabilité du béton augmente avec la température de manière exponentielle (figure 2.4). Les valeurs de la perméabilité ont été obtenues pour un béton de granulats basalte chauffé à 1°C/min et refroidi à la température ambiante.



Figure 2.4: Perméabilité intrinsèque résiduelle en fonction du traitement thermique [25]

#### 2.3. Evolution de la porosité

Concernant la porosité de la pâte de ciment à haute température, Fischer [26] a montré que celleci augmente d'une manière parabolique en fonction de la température. Cette augmentation est accompagnée d'une évolution de la taille moyenne des pores et du volume poreux total. Ceci est dû en partie à la rupture interne de la structure du gel de CSH lors du processus de déshydratation.

Les travaux menés par Noumowé A. [20] montrent que la porosité augmente en fonction de la température. Cette augmentation est due en partie à l'augmentation du volume total de la dimension des pores ainsi qu'à la microfissuration engendrée par la dilatation différentielle entre la pâte et les granulats.

La Figure 2.5 montre les distributions des pores d'un béton ordinaire obtenues à différentes températures par la technique de porosimétrie au mercure. Le premier pic correspond aux pores capillaires de la pâte. En effet, à 25°C nous observons une population de pores qui se situe autour de 40 nm. Sous l'effet de la température, ce pic augmente en volume et son rayon moyen augmente légèrement entre 70 et 120 °C pour ensuite rester constant jusqu'à 600°C.

La Figure 2.6 montre la distribution porosimètrique obtenue par intrusion de mercure, des BHP à différentes températures (105 ; 200 ; 300 et 400°C) par Kalifa et al [24]. A 105°C, la distribution de tailles de pores du BHP présente un seul pic relativement peu étalé (autour de 30 nm), ce qui traduit un spectre étroit de tailles de pores. Ce pic reste constant avec la température. A 400 °C, on constate la formation d'un deuxième pic (autour de 4  $\mu$ m) avec une zone très étalée. Kalifa et al. [24] expliquent que ceci peut correspondre à la fissuration dans le BHP chauffé à 400°C.



Figure 2.5: Distributions des pores d'un béton ordinaire à différentes températures [20].



Figure 2.6: Distribution des diamètres de pores dans le BHP en fonction de la température [24]

#### 2.4. Perte de masse

Durant l'échauffement du béton, sa masse est soumise à une variation due à l'évaporation de l'eau et la déshydratation progressive du gel CSH. Sur la Figure 2.7, nous pouvons observer une courbe caractéristique de la perte de masse durant l'échauffement, ainsi que la courbe de la vitesse de la perte de masse.

La Figure 2.8 regroupe les résultats d'analyses thermogravimétriques (ATG), menées par différents auteurs sur des bétons comprenant différents granulats. Globalement, on observe entre 20°C et 200°C une perte de masse due à l'eau libre, entre 200 et 500°C une perte de l'eau liée chimiquement et au-delà de 500°C une perte liée aux dégradations chimiques des différents types de granulats.



Figure 2.7: Perte de masse et vitesse de perte de masse en fonction de la température [23]



Figure 2.8 : Perte de masse des bétons de différents types de granulats en fonction de la température [22]

#### 3. Evolution des propriétés thermiques

#### 3.1. Conductivité thermique

D'une manière générale, lorsque la température augmente, la conductivité thermique du béton diminue. Ce comportement met en évidence la détérioration de la microstructure: les microfissures limitent les transferts de la chaleur. La teneur en eau, le type de granulat, le type de ciment et la formulation du béton sont les principaux paramètres de cette variation.

La Figure 2.9 montre les résultats des mesure de la conductivité thermique pour les bétons M30 et M100 contenant des granulats calcaires. On constate sur cette figure que la conductivité thermique décroît de 0,3 à 0,4 W/m.K entre 105°C et 400°C.



Figure 2.9: Evolution de la conductivité thermique résiduelle avec la température [16]

La Figure 2.10 montre l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la température pour différents types de béton non préalablement séchés [17]. On constate sur cette figure que la conductivité augmente au début avec la température puis diminue au-delà de 50 à 90 °C. A titre d'exemple, la conductivité thermique du béton calcaire augmente de 15% entre 50 et 90°C. Cette augmentation est due essentiellement au fait que la conductivité thermique de l'eau varie de 0,6 W/m°C à 25°C jusqu'à 0,68 W/m°C à 130°C. La conductivité thermique du matériau commence à diminuer quand il commence à perdre de l'eau par évaporation.



Figure 2.10 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de la température.

La Figure 2.11 présente l'évolution de la conductivité thermique d'un B60 (béton sans fumée de silice de 65 MPa de résistance moyenne à la compression) [26].



#### 3.2. Chaleur spécifique

La chaleur spécifique varie peu avec le traitement thermique. La Figure 2.12 montre les variations de la chaleur spécifique en fonction de la température pour différents types de béton mesurées par différents auteurs.

Les résultats de ces mesures ont montré que la chaleur spécifique des bétons calcaires et bétons siliceux augmente avec la température. Pour les bétons granitiques, la variation de la chaleur spécifique en fonction de la température n'est pas significative.

Cette augmentation de la chaleur spécifique est peut-être liée aux réactions chimiques et physiques qui ont lieu dans le béton aux hautes températures et qui sont en général endothermiques [24].



Figure 2.12 : Variation de la chaleur spécifique en fonction de la température

La Figure 2.13 montre les résultats obtenus par KALIFA sur la mesure de la variation de la chaleur spécifique en fonction de la température pour le béton ordinaire et pour le BHP.

KALIFA [24] explique que la perte en eau du matériau contribue à la décroissance légère de la chaleur spécifique.



Figure 2.13 : Evolution de la chaleur spécifique résiduelle avec le traitement thermique

#### 3.3. Déformation thermique

Comme la plupart des matériaux, le béton subit une déformation thermique lorsqu'il est soumis à un changement de température. La déformation thermique du béton est la superposition des déformations de la matrice et des granulats au cours de l'échauffement. Dans les composites tels que le béton, elle dépend fortement des propriétés de ces constituants notamment de leur nature et de leur quantité [27].

#### 3.3.1. Déformation thermique de la pâte de ciment

La pâte de ciment durcie se dilate seulement dans la plage de températures allant jusqu'à 150°C [17]. A partir de 150°C, elle subit un retrait important. Ce mouvement provient de la diminution de la tension capillaire de l'eau absorbée dans la pâte au cours de l'échauffement.

La température à laquelle on observe le changement de signe du coefficient de dilatation thermique dépend de la vitesse d'échauffement. Lorsque la vitesse de montée en température est inférieure à 10°C/min, cette température se situe autour de 150-200°C. En augmentant la vitesse d'échauffement, la température de changement augmente également. Pour une pâte de ciment chauffée à 35°C/min, elle se situe à environ de 300°C.

Les déformations thermiques des pâtes de ciments chauffées avec une vitesse de montée en température de 2°C/min, ont été déterminées aussi par Diederichs [17]. Dans les travaux de Sliwinski et al. [25], il a été montré que l'ajout de fumée de silice en quantité de 10% dans la pâte de ciment, augmente au cours de l'échauffement le retrait de celle-ci. Dans ces travaux, les auteurs ont également observé deux phases dans la déformation thermique des pâtes. Dans la première, les pâtes se dilatent jusqu'à environ  $250^{\circ}$ C –  $300^{\circ}$ C pour atteindre une déformation de 3‰. Ensuite les déformations changent de direction, le matériau commence à se rétracter. Le retrait peut atteindre à 700°C environ 35‰ pour la pâte avec 10% de la fumée de silice et 27‰ pour la pâte sans fumée de silice.

# 3.3.2. Déformation thermique des granulats

La dilatation thermique des bétons est principalement liée à la dilatation des granulats. On peut limiter la déformation du béton aux hautes températures en jouant sur la nature des granulats. Le Tableau 2.1 regroupe les valeurs du coefficient de dilatation thermique ( $\alpha_T$ ) des roches fréquemment utilisées comme granulats dans le béton.

Température	Coefficient de dilatation thermique $\alpha_{T}$ [10 <sup>-6</sup> /°C]						
Temperature	Grés	Calcaire	Granit				
20-100°C	10.0	3.0	4.0				
100-300°C	15.0	9.0	13.5				
300-500°C	21.5	17.0	26.0				
500-700°C	25.0	33.0	47.5				

Tableau 2.1 : Coefficient de dilatation thermique des roches pour granulats

La Figure 2.14 regroupe les courbes d'évolution de la déformation thermique de différentes roches. Il est à noter que le coefficient de dilatation thermique est plus faible pour les granulats calcaires que pour ceux de nature siliceuse.



Figure 2.14 : Dilatation longitudinale de différents types de roches suivant la température *1. Siliceux, 2. Grès, 3. Calcaire, 4. Basaltes, 5. Argiles expansées, 6. Pâte du ciment.* 

# 3.3.3. Déformation thermique du béton

La dilatation thermique des bétons dépend fortement de la nature de leurs granulats. Sur la Figure

2.14, on peut constater que :

- Les déformations thermiques du béton sont non linéairement dépendantes de la température,
- Le facteur prépondérant de la dilatation thermique est la nature des granulats,
- La pâte de ciment se rétracte aux températures supérieures à 150°C,
- Aux températures dépassant 600-800°C, on observe la réduction ou l'arrêt de la dilatation thermique.

#### 3.3.4. Déformation Thermique Transitoire

Le fluage thermique transitoire est la propriété des bétons de se déformer de façon très importante lorsqu'ils sont simultanément soumis à une sollicitation mécanique et à une augmentation de la température (essentiellement lors de la première montée en température). Les déformations ainsi engendrées sont largement supérieures à celles d'origine élastique et au fluage propre même si ce dernier est activé aux températures élevées [28-31]

Les conditions de déséquilibre hygrothermique engendrées lorsque les échantillons ne sont pas étanchés, en particulier aux températures supérieures à 100 °C, entraînent la superposition du fluage de dessiccation au fluage thermique transitoire

Illston et Sanders [32] ont montré qu'un changement de température ou d'humidité de la pâte de ciment au cours des essais de fluage entraîne une augmentation des valeurs de celui-ci (Figure 2.15). Les résultats publiés par Illston et Sanders [32] ont montré que les valeurs du fluage dépendent fortement de la chronologie de sollicitation thermo-mécanique. Les déformations du fluage sont plus élevées lorsque la mise en charge a lieu avant l'augmentation de la température.

Cette déformation supplémentaire engendrée par la température en régime transitoire a été appelée le fluage thermique transitoire.

A des températures inférieures à 100°C, le fluage thermique transitoire se poursuit généralement sur plusieurs jours, il est aux températures supérieures, quasi-instantané. En pratique, on le considère indépendant du temps et uniquement fonction de la température [34, 35]. Pour cela, il est souvent appelé : déformation thermique transitoire « DTT ».

Bazant [15] a confirmé ce phénomène pour les bétons. Cette déformation supplémentaire engendrée par la température en régime transitoire a été appelée « le fluage thermique transitoire ».



Figure 2.15 : Développement du fluage thermique transitoire

#### 3.3.5. Mécanismes de déformation thermique transitoire

Différentes hypothèses ont été avancées afin d'expliquer l'influence des changements de température sur les essais de fluage. Parrot [36] suggère que l'origine des déformations supplémentaires est liée aux réactions de polymérisation du CSH. En effet, cette réaction est accélérée par la mise en compression du matériau et l'augmentation de la température. Il est montré que les mono molécules du  $SiO_4$  initialement présentes dans le gel de CSH, se transforment progressivement en  $Si_2O_7$ , puis en polymères.

Bazant [25] et Mounajed [37-43] ont proposé d'expliquer le phénomène de la déformation thermique du matériau sous charge par un mécanisme présent dans les pores des hydrates du béton. Les hydrates CSH sont indépendants de la formulation du matériau qui n'influence que le volume de CSH. Mais à l'échelle microscopique, la structure des hydrates est commune pour tous les types du béton.

La déformation résulte essentiellement du glissement entre les feuillets de CSH. Les feuillets de CSH sont liés par les liaisons atomiques directes. La charge appliquée ou la température peuvent provoquer dans ces liaisons, instables et désordonnées, un déplacement des molécules comparable aux dislocations dans les matériaux cristallins.

Ce mouvement relatif des feuillets de CSH, animé par l'expulsion de l'eau cause une redistribution et une relaxation des contraintes internes. En présence de contraintes internes engendrées par une différence entre la dilatation thermique de la pâte de ciment durcie et celle des granulats, cette relaxation permettrait d'éviter la rupture du matériau.

La méthode pratique pour obtenir la valeur des déformations thermiques transitoires est la soustraction de déformations thermiques sous la sollicitation mécanique des valeurs de la déformation purement thermique.

# 4. Evolution des propriétés mécaniques

Les propriétés du béton soumis à des températures élevées dépend des conditions d'essais (le régime d'échauffement et refroidissement, la présence de la charge mécanique et l'histoire de son application) ainsi que de l'état des éprouvettes au moment de la réalisation des essais (à chaud, après refroidissement ou après un certain temps après le refroidissement).

#### 4.1. Méthodes d'essai pour les propriétés du béton

Bien que les modalités de réalisation des essais sur des bétons soumis aux températures élevées soient décrites par la RILEM [44-48] dans le cadre de recherches réalisées, on trouve une panoplie de techniques [49-53].

Trois grandes catégories sont généralement adoptées « Essais à chaud sous charge, Essais à chaud et Essais à froid » (figure 2.16). Le choix du type des essais est défini en fonction des conditions réelles qu'ils doivent représenter.



Figure 2.16 : Schéma des 3 technique d'essais à chaud sous charge, essais à chaud et essais à froid

Ainsi les essais réalisés à chaud permettent d'évaluer le comportement en cours d'incendie et ceux réalisés après refroidissement indiquent les valeurs « post incendie », importantes du point vu étude des propriétés résiduelles du matériau testé.

Il est donc nécessaire d'identifier et de dégager les paramètres influençant le comportement du béton à haute température liés aux conditions des essais et à la composition du matériau

# 4.1.1. Cycles thermiques utilisés

Dans les essais qui étudient l'influence de la température sur les propriétés d'un matériau, les échantillons subissent un échauffement préalable aux essais soit en régime transitoire d'échauffement ou en température stationnaire dans l'échantillon.

# 4.1.1.1. Régime transitoire

Les essais réalisés en régime transitoire sont caractérisés par la vitesse de montée en températures dT/dt exprimée en (°C/min), constante dans la plupart des cas (essais d'ATG, ATD, déformation

thermique etc.). Les essais en régime transitoire de la température peuvent également être réalisés sous charge mécanique (essais de la déformation thermique transitoire, essais de la relaxation à déformation constante ou essais de déformation thermique sous charge jusqu'à la rupture).

#### 4.1.1.2. Régime stationnaire

Les essais réalisés en régime stationnaire sont réalisés après un certain temps de stabilisation de température pour éviter les perturbations provoquées par les gradients thermiques présents dans l'échantillon. La durée du palier dépend de la taille de l'éprouvette, de la température de stabilisation mais aussi de la spécification de l'essai.

#### 4.1.2. Moment des essais

Comme il a été mentionné préalablement, les essais peuvent être réalisés à chaud, après refroidissement ou après un certain temps suivant le refroidissement.

#### 4.1.2.1. Essais à chaud

Les essais à chaud, comme les essais de la résistance à la compression et en traction à chaud, mesures de l'évolution du module d'élasticité à chaud etc., apportent une réponse du matériau plus précise concernant la valeur mesurée à la température donnée. Toutefois, la réalisation des essais est plus complexe et les mesures plus difficiles à effectuer.

# 4.1.2.2. Essais durant la phase de refroidissement

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

# 4.1.2.3. Essais après refroidissement

Les essais après refroidissement ou essais résiduels permettent d'étudier des grandeurs résiduelles après le cycle d'échauffement jusqu'à la température d'essais et refroidissement jusqu'à la température ambiante (résistance résiduelle, perméabilité résiduelle, module d'élasticité résiduel). Le fait de refroidir le matériau peut entraîner l'apparition d'une fissuration supplémentaire et une réhumidification, provoquant la réhydratation du gel CSH mais aussi la réaction de la CaO avec l'eau présente dans l'environnement endommageant davantage la structure du béton.

# 4.1.2.4. Essais après un certain temps après le refroidissement

Ces essais peuvent être réalisés immédiatement après refroidissement, mais ils peuvent aussi être menés après un temps défini qui suit le cycle de chauffe. Il a été rapporté [54] que le béton est capable de récupérer une partie de sa résistance. Ce phénomène d'autoréparation des bétons peut s'expliquer par la réhydratation des grains de ciment non hydratés présents dans les bétons caractérisés par un rapport E/C très faible.

#### 4.1.3. Présence de la charge durant l'échauffement

Deux groupes d'essais sont présentés dans la littérature. Un premier groupe d'essais menés sur le matériau chargé mécaniquement concerne les essais où la charge mécanique est de valeur constante et est appliquée durant la mise en chauffe. Le taux de chargement appliqué est exprimé par rapport à la résistance à la compression à 20°C. Ce type d'essais concerne plus particulièrement la déformation thermique sous la charge mécanique, la résistance d'un matériau chauffé sous charge constante et le fluage à température constante.

Un deuxième groupe d'essais représente les essais où la charge mécanique est appliquée avec une vitesse constante, cycliquement ou jusqu'à la rupture. Le chargement cyclique est utilisé afin d'établir le module d'élasticité à la température T constante ou après refroidissement. Le chargement jusqu'à la rupture du matériau peut être réalisé à haute température ou après refroidissement.

# 4.1.4. Conditionnement et condition hydriques

Nous pouvons considérer deux types de conditionnement des éprouvettes différemment décrites dans les recommandations de la RILEM. D'une part, les essais réalisés sur les éprouvettes non étanchées. Ce conditionnement s'applique à des situations où l'ouvrage exposé à l'air et d'épaisseur maximale inférieure à 400 mm ou à des ouvrages ne présentant aucun point situé à une distance des surfaces exposées à l'air, supérieure à 200 mm. Les recommandations distinguent également le cas des éprouvettes étanchées qui s'appliquent aux ouvrages étanchés et immergés, mais aussi aux zones de l'ouvrage distantes de la surface de plus de 200 mm.

#### 4.2. Résistance en compression

La résistance à la compression est la propriété la plus utilisée dans le dimensionnement et la conception des ouvrages en béton. C'est pour cette raison que l'essai de compression uniaxial est le plus étudié. Les résultats issus de différentes investigations sur le comportement du béton

exposé à des hautes températures, interprètent différemment les évolutions de ces paramètres. Ces différences ne sont pas dues seulement à la nature et au type du béton mais aussi aux conditions expérimentales comme : la durée et le taux de chauffage et de refroidissement, la géométrie des éprouvettes

#### 4.2.1. Influence du moment d'application de la charge

De manière générale, les résistances déterminées à froid sont le plus souvent inférieures à celles déterminées à chaud. Nous pouvons voir sur la Figure 2.17 les résultats des mesures de la résistance à la compression déterminées « à chaud » et « résiduelles » obtenues par Abrams [49], où il a observé l'influence de la présence de la charge mécanique durant l'échauffement sur le comportement mécanique des bétons ordinaires.

Les bétons ordinaires étudiés par Abrams ont été réalisés avec les granulats calcaires. Les résistances en compression ont été testées « à chaud » sur les bétons chargés en compression à 40% de  $f_c$  à 20°C. Ensuite, une comparaison a été faite avec des résultats obtenus sur des éprouvettes « non chargées », testées « à chaud » et celles testées après refroidissement.

En analysant les courbes obtenues pour le béton ordinaire, nous observons que les valeurs de la résistance à la compression obtenues après refroidissement sont plus faibles que celles obtenues « à chaud ».

Ces résultats sont comparables aux résultats des résistances résiduelles déterminées sur les BHP par Felicetti et Gambarova [55] (figure 2.18).

Sur les Figure 2.17 et 2.18, nous observons chez Abrams, que l'application de la charge mécanique de 0.4  $f_c$  durant l'échauffement, affecte fortement l'évolution de la résistance à la compression testée « à chaud ». La résistance à la compression du BO « chargé » ne varie pas jusqu'à 600°C, alors que la résistance du matériau « non chargé » se dégrade progressivement. La différence plus significative s'accentue vers 300°C où le matériau « chargé » enregistre une croissance de la résistance de 10% par rapport à la valeur de référence mesurée à la température ambiante.

L'étude réalisée par Castillo et Durrani [56] a été menée sur deux BHP et un BO ( $f_c$ = 31 MPa) de granulats calcaires. La composition des deux BHP était identique. Cependant la fabrication de gâchées de volume différent dans 2 malaxeurs différents a entraîné des différences de résistances non négligeables  $f_c$  = 63 et 89 MPa. Les essais ont été réalisés tous les 100 °C entre 100 °C et

800 °C. La vitesse de montée en température était de 7 à 8 °C/min, ce qui paraît très élevé. Le BHP de 63 MPa a été chauffé sans précharge préalable. Une fois la température de l'essai atteinte, un délai de 5 à 10 minutes a été respecté avant application de la charge afin que les conditions au centre de l'éprouvette soient proches de celles de l'équilibre. Une précharge correspondant à 40 % de la charge à rupture à température ambiante a été appliquée sur les éprouvettes de BHP (89 MPa) durant la montée en température. Une fois la température de l'essai atteinte, la charge a été augmentée jusqu'à rupture complète.

L'allure générale des courbes de la résistance à la compression testée « à chaud », obtenues par Castillo et Durrani, sur le BHP (fc=63 MPa) est similaire à celle du béton ordinaire (fc=31 MPa). La résistance à la compression augmente entre 200 et 400 °C. Cependant alors que la phase ascendante de la courbe du béton de référence se situe entre 100 et 200°C, celle des BHP est décalée vers les hautes températures. Pour le BHP sans précharge, elle a lieu entre 200 et 300°C pour le BHP avec précharge entre 300 et 400 °C. Castillo et Durrani relient ces différences de comportement aux capacités de rétention d'eau de ces trois bétons.

Dans les bétons ordinaires, l'eau absorbée est libérée aux températures légèrement supérieures à T = 100°C. Ceci conduit à une augmentation des forces de liaisons entre les hydrates et des énergies de surface. Il en résulte une augmentation de la résistance. Dans les BHP, plus compacts, le départ de l'eau est retardé. Ceci entraîne donc le décalage de l'augmentation des résistances vers les températures plus élevées. Ce décalage est plus marqué dans le BHP dont la compacité d'origine est plus élevée (la résistance plus grande) et est encore augmentée par l'effet de la précharge appliquée.

Plusieurs études ont, en effet, confirmé que l'application d'une précharge pouvait entraîner une augmentation des résistances relatives des bétons à hautes températures notamment de Abrams, Castillo et Durrani, D'autres résultats sont présentés dans la Figure 2.19, provenant du Projet HITECO [34].

De façon générale, il est admis que la précharge appliquée durant la phase d'échauffement peut entraîner une densification de la matrice cimentaire du béton et une limitation de la fissuration. De plus, les conditions d'échauffement et la présence d'une charge sont favorables à la formation de polysilicates.



Figure 2.17 : Influence des conditions de la réalisation des essais sur la résistance à la compression. [49]



Figure 2.18 : Résistances en compression à chaud et résiduelles [56]



Figure 2.19 : Effet de la température et présence de la charge mécanique en compression durant l'échauffement sur le comportement résiduel  $\sigma(\varepsilon)$ .

#### 4.2.2. Influence de la vitesse de montée en température

Dans les recommandations de la RILEM, la vitesse de montée en température est limitée afin de réduire le gradient thermique dans l'échantillon testé. En choisissant la vitesse d'échauffement correspondant à la taille d'échantillon testé, on réduit les contraintes thermiques dues au gradient tout en réduisant l'effet de structure dans le matériau. Pourtant, il a été noté par KHOURY [59] que les résistances résiduelles d'un béton chauffé avec une vitesse de1°C/min étaient plus importantes que celle d'un béton chauffé avec une vitesse lente de 0.1 °C/min.

Il apparaît que c'est la durée d'exposition à la température, paramètre majeur, qui détermine les propriétés à la haute température. En appliquant une vitesse plus lente, on permet aux transformations chimiques (notamment la déshydratation) de se poursuivre. Cependant, les vitesses beaucoup plus élevées figurent parmi les facteurs qui peuvent favoriser l'éclatement.

#### 4.2.3. Influence de l'étanchéité des échantillons

De façon générale, l'étanchéité des échantillons entraîne des résistances plus faibles. Ceci est attribué aux réactions hydro-thermiques des hydrates sous l'action de la température et la présence de vapeur d'eau. Ces réactions sont accentuées pour les échantillons étanches où les pressions internes sont plus significatives.

Lankard a groupé pour les bétons ordinaires (Figure 2.20) les informations concernant l'influence des différents paramètres liés à la technique de réalisation des essais sur la valeur de la résistance à la compression.



Figure 2.20: Diagramme schématique montrant l'influence des différents paramètres sur la résistance à la compression à haute température des bétons ordinaires

#### 4.2.4. Influence de la classe de béton: haute performance et ordinaire

Contrairement aux bétons ordinaires, l'étude du comportement mécanique à hautes températures des BHP a fait l'objet de peu de travaux. Une première synthèse bibliographique a été réalisée en 2001 par le CSTB à la demande du Projet National BHP 2000.

En comparant les résultats obtenus par Diederichs et al [17], Castillo et Durrani [56], Malhotra et al [52], il est difficile de déterminer, d'une façon claire, l'influence du paramètre E/C sur le comportement « à chaud »

#### 4.2.5. Influence des ajouts pouzzolaniques

L'objectif principal des travaux de Malhotra et al [52], était de déterminer l'influence des fumées de silice sur le comportement à haute température des bétons. Les essais ont été réalisés sur 8 compositions de bétons différentes, 4 valeurs de E/C ont été testées : 0.23, 0.35, 0.5 et 0.71. Pour chaque rapport E/C, deux bétons ont été étudiés avec et sans fumée de silice. La fumée de silice n'a pas été utilisée en remplacement du ciment mais a été ajoutée à raison de 8 % de la masse de ciment. Le sable était un sable naturel. Le granulat de diamètre maximum de 19 mm était un granulat concassé. Les auteurs ne précisent pas la nature minéralogique de ces agrégats. Un superplastifiant, condensât de naphtalène sulfonée formaldéhyde a été utilisé dans toutes les compositions. L'analyse que nous faisons de ces résultats porte principalement sur les bétons dont les rapports E/C = 0.35 et 0.23 et dont les résistances sont supérieures à 50 MPa. Les résistances de ces deux types de bétons déterminées après 28 jours de cure humide se sont échelonnées de 53 à 87 MPa. Les éprouvettes soumises à hautes températures étaient des cylindres 102 x 203 mm dans le cas des essais de compression. Les éprouvettes ont préalablement été conservées en cure humide durant 7 jours puis à T = 21 °C et 50 % HR durant 21 jours. La vitesse de montée en température était de 25 °C par minute jusqu'à 150 °C et 50 °C par minute au-delà. Les éprouvettes ont été soumises aux températures de 150, 300 et 450 °C. Elles ont été maintenues à ces températures durant 72 heures avant refroidissement. Le refroidissement a été effectué en éteignant le four. Les échantillons ont été maintenus dans le four lors du refroidissement afin d'éviter les chocs thermiques. La vitesse de refroidissement n'a pas été contrôlée.

La figure 2.21 montre une influence significative de l'ajout de fumée de silice sur la résistance relative des bétons avec E/C faible (0,35 et 0, 23). L'action de la fumée de silice sur le comportement des bétons ayant le rapporte E/C élevé est moins évidente. Pour les bétons plus résistants, l'ajout de la fumée de silice entraîne une baisse de la résistance (10%) dans la gamme de température testée, entre 150 et 450°C. Il est à noter que l'influence défavorable des fumées de silice est moins marquée pour les bétons également testés dont le rapport E/C = 0,50. Elle devient favorable lorsque E/C = 0,71

Dans les essais réalisés par Papayianni et Valiasis, [57], il a été montré que le remplacement de 40% du ciment Portland par des cendres volantes, provoque une plus forte réduction de la résistance à la compression pour les températures 200, 400, 600 et 800°C. L'auto réparation des

bétons après un et trois mois est plus lente pour les bétons avec les matériaux pouzzolaniques du type cendres volantes [57].



Figure 2.21 : Influence de la présence de fumée de silice sur la résistance à la compression

#### 4.2.6. Influence de l'eau sur les propriétés mécaniques à chaud

De nombreux essais réalisés sur bétons ordinaires présentent entre 50 et 150°C des valeurs de résistances relatives inférieures à 100 % avec un minimum aux environs de 80°C (Figure 2.22). Ce comportement est attribué à l'eau plus fluide à ces températures. Cette augmentation de la fluidité de l'eau pourrait entraîner une réduction des forces de liaisons faibles (Van der Waal) entre les couches de CSH, une réduction des énergies de surface du gel et le développement éventuel de groupes silanols (Si-OH-HO-Si) qui présentent des forces de liaisons faibles.

La présence d'eau sous forme de vapeur peut également influencer le comportement mécanique du béton au travers des réactions hygrothermiques [58, 59].



Figure 2.22: Résistance en compression des bétons des différentes natures de granulat.

#### 4.3. Documents normatifs relatifs à la résistance du béton à hautes températures

Dans les documents normatifs (DTU et l'EUROCODE2) nous trouvons les courbes d'évolution de la résistance à la compression avec la température (figure 2.23). Ces courbes ont été établies en se basant sur les résultats expérimentaux, obtenus sur les bétons de compositions variées par différentes équipes des chercheurs.



Figure 2.23 : Variation de la résistance à la compression selon le DTU et l'EUROCODE 2

# 4.4. Résistance à la traction

Le comportement mécanique du béton à la traction est moins étudié que la compression car d'une part le béton est conçu essentiellement pour résister à la compression, et d'autre part, dû à son comportement quasi fragile, l'essai de traction directe est difficile à réaliser. Par conséquent, on fait appel à des essais indirects de type flexion trois points pour identifier le comportement en traction du béton ou par fendage. Les valeurs obtenues en traction directe restent les plus proches de la réalité

L'évolution de la résistance à la traction en fonction de la température n'a pas été étudiée aussi souvent que celle de la résistance à la compression. En effet, la réalisation de l'essai de traction directe ou de flexion s'avère toujours difficile, compte tenu de la localisation de l'endommagement et du développement d'une macro-fissure généralement instable, qui mène par la suite à la rupture brutale du matériau. Les travaux réalisés à haute température montrent une chute de cette résistance avec la température

La plupart des observations de l'évolution de la résistance à la traction en fonction de la température sont réalisées par fendage après le refroidissement [58]. Des essais de traction directe, après l'exposition à haute température et refroidissement ont été réalisés par Noumowé [20].

Une compilation des résultats des résistances en traction résiduelles déterminées par fendage et par traction directe [50, 57, 58] est représentée sur la Figure 2.24. Les valeurs obtenues sont comparées avec les valeurs proposées par l'EUROCODE 2 et le DTU.

Toutes les valeurs déterminées se situent au-dessous de celles du DTU. De même que pour le comportement en compression, la résistance à la traction des BHP soumises à hautes températures est supérieure lorsque E/C est faible (0.23). L'origine de cette différence est également attribuée à l'accélération, à haute température, de l'hydratation de ces bétons non totalement hydratés avant les essais.

La résistance à la traction des bétons diminue avec l'augmentation de la température



Figure 2.24: Compilation des résultats des résistances en traction résiduelles.

# 4.5. Module d'élasticité

L'évolution du module d'élasticité en fonction de la température est déterminée à partir des courbes contrainte-déformation lors d'un essai de compression et simplement à partir des courbes

charge flèche dans le cas d'un essai de flexion. Il faut distinguer ainsi le module d'élasticité à chaud et le module d'élasticité résiduel. Plusieurs auteurs ont étudié l'influence de la température sur le module d'élasticité du béton à chaud et à froid [15, 50, 54]. Les différents résultats expérimentaux donnent des valeurs assez dispersées. Cela est sans doute dû à l'hétérogénéité du matériau d'une part et aux paramètres expérimentaux d'autre part. Les modules d'élasticité déterminés par Diederichs et al. [50] sur trois BHP et par Castillo et al. [56] sur le BHP et sur le béton ordinaire sont portés sur la Figure 2.25. Les valeurs du DTU sont également données sur la même figure.



Figure 2.25: Modules d'élasticité en fonction de la température d'exposition

Il est clair, qu'au-delà de 200°C, les modules d'élasticité déterminés sont supérieurs à ceux obtenus par Diederichs. Les deux séries de courbes restent cependant supérieures à celles du DTU. Les différences sont importantes sur une grande plage de température. Elles sont maximales à T = 400 °C et comprises entre 20 et 70 %. Seule une valeur déterminée à T = 100°C sur le BHP de cendres volantes se situe environ 5 % au-dessous de la courbe du DTU

#### 4.6. Energie de fissuration

L'énergie de fissuration peut être définie comme l'énergie nécessaire à la création d'une fissure de surface unitaire. Elle a été déterminée conformément aux recommandations de la RILEM par essai de flexion trois points sur éprouvette entaillée. Son expression est donnée par l'équation suivante :

$$G_f = \frac{W_0 + mg\delta_0}{A_{lig}} \qquad (J/m^2)$$
(Equ. 2.3)

 $O\dot{u}$  :  $W_0$  est l'aire sous la courbe effort-flèche en [J]

- *m* la masse de l'éprouvette en [kg]
- g l'accélération de la pesanteur en [m/s<sup>2</sup>]
- $\delta_0$  la flèche maximale en [m]
- $A_{lig}$  l'aire du ligament non entaillé de l'éprouvette en [m<sup>2</sup>].

La figure 2.26 présente l'évolution de l'énergie de fissuration résiduelle avec la température. Les valeurs sont obtenues après un cycle d'échauffement et refroidissent jusqu'à la température ambiante. Les matériaux testés étaient deux BHP (M75C et M75SC) et un BO (M30C). On peut noter la dispersion des résultats pour cette caractéristique et une forte dépendance de l'énergie de fissuration aux paramètres énoncés pour la résistance [60, 61].



Figure 2.26 : Evolution de l'énergie de fissuration relative en fonction de la température [59]

#### 4.7. Coefficient de Poisson

Sous le chargement en compression uniaxial, le coefficient de Poisson est un rapport entre la déformation latérale et la déformation axiale. Les valeurs généralement utilisées pour les bétons sont comprises entre de 0.20 et 0.21. Cependant cette valeur peut varier de 0,15 à 0,25 selon la nature de granulat, son contenu en humidité, l'âge du béton et sa résistance à la compression.

En se referant aux données expérimentales présentées dans la bibliographie, le coefficient de Poisson d'un béton ordinaire et d'un béton de haute performance dans la zone élastique restent comparables. En passant dans la zone anélastique, l'augmentation relative des déformations latérales est moins importante pour des bétons à plus haute résistance. Ainsi, les bétons à haute

performance présentent les déformations volumiques moins significatives que dans le cas des bétons ordinaires [59].

Peu d'informations sont disponibles dans la littérature sur le sujet de la variation du coefficient de Poisson avec la température. Il existe deux groupes de résultats provenant d'essais non destructifs (propagation des ondes ultrasonores) et destructifs. Les résultats des essais présents dans la littérature concernent des valeurs résiduelles, obtenues après refroidissement.

La diminution du coefficient avec l'augmentation de température a été rapportée par Marechal [59]. L'étude menée sur des bétons avec les granulats siliceux testés jusqu'à 400°C, a montré que les valeurs de coefficient de Poisson évoluent avec la température de la même manière que le module d'élasticité. Les résultats de la mesure du coefficient de Poisson en employant la technique de la propagation des ondes d'ultrasonores [61] ont été réalisés, sur la pâte de ciment pour une gamme de températures de 20 - 300°C. Il a été observé une diminution de la valeur du coefficient de 20% à 150°C, suivie d'une augmentation de 7.5% à 300°C.

Il faut souligner que dans la littérature, il y a peu de résultats concernant la variation du module d'élasticité avec la température, notamment ceux réalisés « à chaud ».

#### 5. Cas particulier des BHP

Bien que le béton à haute performance surpasse le béton conventionnel dans presque chaque critère de performance, l'une de ces faiblesses réside dans son comportement une fois exposé au feu [10]. Le feu est l'une des actions accidentelles les plus destructives à laquelle une structure peut être soumise. Dans un incendie typique, la température atteinte est d'environ 500 °C en 10 minutes et 950 °C en 1 h. A une telle température, seulement les couches superficielles du béton deviennent rigoureusement chaudes, alors que le cœur du béton demeure froid et il en résulte des phénomènes d'éclatement et d'écaillage. En anglais, on désigne respectivement ces deux phénomènes par «explosive spalling» et «progressive spalling».

#### 5.1. Phénomène d'éclatement et d'écaillage du béton

Quand un béton est chauffé, deux phénomènes proches peuvent conduire à la perte de matière: l'écaillage et l'éclatement. Ces deux termes peuvent être définis assez précisément.

#### 5.1.1. L'écaillage

L'écaillage consiste en un détachement progressif (figure 2.27) et continuel de très petits morceaux de béton qui sont expulsés avec force du parement exposé au feu. Ces morceaux ont la

particularité d'être de très faible épaisseur (quelques millimètres) et très aplatis (leurs dimensions perpendiculaires à l'épaisseur sont de l'ordre de quelques centimètres). Ces morceaux sont très nombreux et sont assimilables à des copeaux minces qui se détachent successivement en grand nombre et sur des surfaces très étendues en proportion de leur taille. La manifestation de ce phénomène peut commencer dès les premières minutes de l'incendie. Elle dépend de caractéristiques telles que la composition du béton et ses propriétés associées, sa teneur en eau et sa géométrie. Dans certains cas, elle se poursuit continuellement tant que l'incendie n'est pas maîtrisé, à une vitesse qui semble quasi constante. L'épaisseur de la pièce diminue donc progressivement et de façon quasi proportionnelle au temps. La présence d'une cage d'armature ne modifie pas significativement le phénomène sauf si les barres d'acier sont d'un diamètre tel qu'elles constituent un obstacle physique à l'expulsion du béton qu'elles masquent. Elles permettent alors de limiter le phénomène aux zones masquées par les barres. En revanche, les aciers de petit diamètre ne permettent pas d'escompter l'effet de ralentissement significatif de l'enlèvement progressif de matière. C'est la forme la plus dangereuse de délitescence.



Figure 2.27 ; Ecaillage lors de l'incendie du tunnel mont blanc

#### 5.1.2. L'éclatement

L'éclatement désigne le mécanisme par lequel les parements en béton perdent une partie de leur béton de surface. Il s'agit de morceaux de béton qui se détachent au cours de l'agression par le feu, souvent dans les zones les plus chauffées et les moins confinées, tels que, par exemple, les angles inférieurs de la retombée rectangulaire d'une poutre de plancher: on constate alors que des morceaux significatifs de section triangulaire se détachent mettant à nu l'armature latérale du premier lit d'acier (figure 2.28). Ces morceaux sont assez gros et peu nombreux. Ils résultent du détachement de la zone d'enrobage non armée située dans l'angle de section. Les morceaux détachés ne proviennent jamais du volume intérieur à la cage d'armature. Ils sont d'autant plus gros que l'enrobage des aciers est important.



Figure 2.28 Eclatement d'un poteau durant l'essai au feu

# 5.2. Mécanismes d'éclatement et d'écaillage du béton

Les premières mentions concernant l'éclatement des bétons datent des années soixante. Les observations du comportement des bétons à haute température menées par Harmathy [62] ont montré que ces bétons chauffés pouvaient présenter, dans certains cas, un comportement explosif. Deux principaux effets ont été attribués à l'éclatement des bétons ordinaires, effets du gradient thermique et formation de pressions de vapeur d'eau dans le matériau.

Ce n'est qu'en 1984 qu'Hertz [63], en étudiant les propriétés de bétons à haute performance (120 MPa et 170 MPa) soumis à des températures élevées, a observé une forte sensibilité de ces bétons à l'éclatement.

# 5.2.1. Mécanisme d'éclatement par déformations thermiques empêchées

**Bazant** [25] a montré que la dilatation thermique empêchée génère des contraintes internes en compression dans la direction parallèle à la surface soumise au feu (figure 2.29) et provoque la fissuration, tandis que les pressions internes dans la structure ne jouent qu'un rôle secondaire en influençant l'éclatement après localisation des déformations. Cette hypothèse est en rapport avec le fait que les BHP ont une faible ductilité en compression et présentent un risque d'écaillage plus marqué que celui des bétons ordinaires.


Figure 2.29. Eclatement par déformations thermiques empêchées

#### 5.2.2. Mécanisme d'éclatement par pression interne

Lors d'un chargement thermique sévère, l'écoulement de la chaleur dans le matériau (figure 2.30), aura comme conséquence une augmentation de la température du squelette solide et de l'eau capillaire. Quand l'eau capillaire atteint une température assez haute, il commencera à se vaporiser. Une partie de l'écoulement de la chaleur dans le matériau sera consommée par ce procédé de vaporisation d'eau capillaire. De ce fait, la présence de l'eau capillaire est bénéfique pour le béton car elle ralentit le taux d'échauffement du squelette solide. Cependant, au cours de la vaporisation, il en résulte une augmentation de pression capillaire et se forme ainsi un gradient de pression entre la zone de la vaporisation, les zones de plus faibles pressions à l'intérieur du béton et la surface extérieure du matériau (figure 2.30). Ceci a été démontré par la simulation numérique. En outre, lorsque la température d'eau capillaire augmente, la dilatation thermique de la phase liquide se produira et peut également augmenter la pression capillaire. Une partie de cette vapeur qui s'écoule selon le gradient de pression, va s'échapper à l'atmosphère et l'autre partie s'acheminera vers l'intérieur du béton jusqu'à atteindre une zone de plus basse température où il se condense. Une telle migration de vapeur soulagera l'accroissement de la pression capillaire au niveau de la zone de la vaporisation mais augmentera également le degré de saturation.

La partie de la vapeur, qui émigre dans le béton et se condense dans une zone plus fraîche, s'ajoutera à l'eau capillaire déjà existante dans les pores de cette zone. Comme le cycle

évaporation – migration – condensation continue, l'eau capillaire s'accumulera dans les zones plus fraîches jusqu'à ce qu'une couche complètement saturée soit formée. Une fois que cette couche soit formée, elle empêche la migration de la vapeur d'eau vers l'intérieur du béton et se trouve forcer d'émigrer par la région sèche pour s'échapper dans l'atmosphère. Si la perméabilité du béton est suffisamment faible ou le taux d'échauffement est suffisamment élevé, la vapeur d'eau ne pourra pas s'échapper assez rapidement pour que les pressions capillaires n'atteignent pas des niveaux supérieurs. L'écaillage se produira lorsque la résistance à la traction du béton est excédée par l'effet combiné de pression capillaire et contrainte thermique. Le processus complet est illustré sur la figure 2.31.



Figure 2.30 Répartition de la température dans le béton



Figure 2.31 Répartition des pressions dans le béton



Figure 2.32 Séquences d'éclatement du béton [64]

## 5.2.3. Autres facteurs favorisant l'éclatement du béton

Les résultats des études effectuées par un certain nombre d'organismes et chercheurs [63-77], dans le monde entier prouvent que le comportement au feu des BHPs, est complexe et est affecté par un certain nombre de facteurs. Basés sur l'analyse des modèles de prévisions, les essais et les observations visuelles faites pendant et après les essais du feu, certains des facteurs qui favorisent l'éclatement du BHP sont brièvement cités ci-dessous.

#### 5.2.3.1. La classe du béton

Les résultats d'un certain nombre d'essais de résistance au feu montrent qu'il est difficile d'indiquer la gamme exacte de classes de résistances, basée sur l'information disponible, les bétons ayant des résistances à la compression supérieures à 70 MPa sont plus susceptibles à l'éclatement et peuvent avoir en conséquence la résistance de feu inférieure.

## 5.2.3.2. Teneur en eau dans le béton

Le teneur en eau contenue dans le béton, exprimée en termes d'humidité relative (HR), favorise l'éclatement : plus le niveau d'humidité relative augmente, plus le risque d'éclatement augmente. Les essais de résistance au feu sur les potaux à échelle réel ont montré qu'un éclatement significative se produit lorsque le taux d'humidité relative est superieur à 80%.

## 5.2.3.3. Densité du béton

L'effet de la densité du béton a été étudié au moyen d'essais du feu sur des blocs en BHP confectionés avec des grnulats normaux et des granulats légers [68]. L'éclatement s'est avéré beaucoup plus remarquable pour les granulats légers que ceux normaaux.

## 5.2.3.4. Vitesses de montée en température

La vitesse de montée en température est très importante ainsi que l'échauffement des éléments asymétriques. Ces facteurs entraînent des gradients thermiques et hydriques plus importants ainsi que des états de contraintes qui favorisent l'éclatement.

## 5.2.3.5. Traitement thermique

Le traitement thermique du type autoclavage augmente la densification de la structure du matériau et ainsi que les risques d'éclatement.

## 5.2.3.6. La nature des granults

Les granulats calcaires offrent une résistance de feu plus élevée et améliorent la résistance l'éclatement du béton, comparés à ceux quartzeux. En général, la résistance du feu des colonnes de BHP faites avec le béton de granulats calcaires est 10% plus élevée que des colonnes de BHP faites avec le béton de granulats siliceux.

## 5.3. Moyens de prévention de l'éclatement

Plusieurs recherches [74-77] ont montré l'effet bénéfique de l'addition de fibres polypropylènes comme moyen permettant la réduction des risques d'éclatement des BHP, lorsqu'ils sont soumis au feu. La totalité des études expérimentales concordent pour conclure que l'addition des fibres polypropylènes est généralement une solution efficace permettant de réduire la sensibilité à l'éclatement des BHP. Les fibres sont employées en quantité de 0.1% à 0.2% du volume du béton. Ceci correspond à une quantité couramment employée dans le but de la prévention de l'écaillage.



Figure 2.33 Apparence du béton avec et sans fibres après l'essai au feu [74]

Les fibres fondent à 171°C et sont absorbées totalement ou partiellement par le réseau poreux de la matrice cimentaire. A 341°C, le polypropylène se vaporise. L'incorporation des fibres diminue significativement les valeurs des pressions et diminue la température de l'apparition des pics de la pression (180 - 200°C). Les bétons avec fibres polypropylènes, après l'échauffement jusqu'à 400°C, présentent une densité de fissuration de la matrice plus importante. Les fissures observées sont de taille de 1µm pour un béton avec des fibres et de taille de 10 µm pour le béton non-fibré. L'étude de Kalifa et al. a mis en évidence l'efficacité des fibres comme moyen de réduction des

pressions de vapeur d'eau dans les bétons. Cette étude comme le montre la figure 2.34 a montré que l'utilisation des fibres en quantité d'environ 0.2 % du volume permet de réduire efficacement les pressions internes. L'ajout de  $1.75 \text{ kg/m}^3$  entraîne une réduction de 70% de la valeur de la pression maximale observée au cours d'essais sur un béton de référence sans fibres.

Par ailleurs, l'efficacité des fibres polypropylènes a été mise en évidence par simulation numérique réalisée au NIST par l'équipe de Bentz [78], les fibres les plus longues sont les plus efficaces.

L'ajout des fibres polypropylènes en quantité d'environ 2 kg/m<sup>3</sup> provoque une diminution de la résistance à 20°C par rapport au matériau sans fibres. Pour compenser cette décroissance, il est conseillé d'augmenter la quantité de ciment de 20-30 kg/m<sup>3</sup> [25], notamment pour assurer la maniabilité du mélange. Les fibres polypropylènes améliorent également la ductilité des bétons à hautes performances.



Figure 2.34. Effet des fibres sur la courbe  $\sigma$ - $\epsilon$  d'un BHP

#### 6. Conclusion de la partie bibliographie

La synthèse des observations révèle que l'évolution des propriétés mécaniques est fortement liée à l'évolution de la microstructure, au transfert de masse et aux réactions de déshydratation. Ceci se traduit par l'évolution de la porosité, la taille caractéristique des pores et par conséquent de la perméabilité. Parmi les paramètres significativement influençant le comportement du matériau béton à haute température figure la présence de l'eau dans le matériau. Sa quantité dans le béton dépend du rapport E/C et de la quantité d'eau de gâchage, l'eau présente dans la matrice cimentaire sous forme de l'eau libre, l'eau capillaire, l'eau adsorbée et l'eau chiquement liée aux hydrates de ciment. Durant l'augmentation de la température, l'eau a une tendance à partir du matériau en commençant par l'eau libre faiblement liée, passant progressivement à la déshydratation des hydrates et du gel CSH. L'eau présente sous forme liquide et sous forme de vapeur modifie significativement les propriétés thermiques du matériau mais aussi mécaniques. Notamment dans le cas des bétons à haute performance, l'augmentation de la pression de la vapeur contribue de façon significative dans l'apparition du phénomène de l'écaillage.

Parmi les autres aspects controversés, nous pouvons citer l'influence des conditions de réalisation des essais mécaniques « à chaud » en comparaison aux valeurs résiduelles.

En se référant à l'étude bibliographique concernant le phénomène de l'éclatement, nous observons que les contraintes induites par les pressions de vapeur d'eau dans les pores entraînent des efforts de traction. Par conséquent, c'est par le dépassement de la résistance à la traction que le béton s'écaille. Il est donc nécessaire d'étudier le comportement à la traction de façon directe.

Un travail nécessaire doit être réalisé sur le comportement mécanique des bétons avec des fibres polypropylène, qui est une solution permettant efficacement de réduire les pressions de vapeur d'eau dans les BHP, mais leur influence sur les propriétés mécaniques à haute température demeure peu connue. Ceci apporterait les éléments de réponse permettant de mieux comprendre le phénomène de l'éclatement.

# Chapitre 03

MATÉRIAUX ET MÉTHODOLOGIES D'ESSAIS

## CHAPITRE III : MATERIAUX ET METHODOLOGIE D'ESSAIS

#### **1. Introduction**

Les bétons soumis aux essais dans la présente étude sont des bétons ordinaires et des bétons à hautes performances. Les constituants de ces bétons (en dehors des fumées de silice, des fibres et de l'adjuvent) sont des produits locaux de Jordanie. La confection du béton et tous les essais ont été réalisés au sein des laboratoires de l'Institut de Génie Civil – Université des Sciences et Technologie – Irbid/Jordanie. Les essais ont été faits suivant les normes ASTM (ou leurs équivalents).

#### 2. Programme expérimental

Le programme expérimental réalisé a pour but d'examiner le comportement des bétons sous conditions extrêmes de hautes températures. Il comprend treize (13) séries de mesures organisées en quatre groupes d'essais.

- A. Le premier groupe d'essais correspond aux essais mécaniques.
- La première série de mesures a été réalisée pour l'étude de l'influence de la température de traitement sur les propriétés mécaniques des bétons chauffés à 105 °C, 250 °C, 500 °C, 750 °C, 1050 °C et 1250 °C.
- La deuxième série de mesures a été réalisée pour l'étude de l'influence de la vitesse de refroidissement (naturel, par pulvérisation d'eau et par l'eau tout court) sur les propriétés mécaniques des bétons chauffés.
- La troisième série de mesures a été réalisée pour examiner l'effet combiner du temps-température sur les résistances mécaniques des bétons (températures : 300 °C, 600 °C, 900 °C ; temps : 3h, 6h, 9h).
- La quatrième série de mesures a été réalisée pour examiner l'influence de la taille des éprouvettes sur les propriétés mécaniques
- B. Le deuxième groupe d'essais correspond aux mesures des propriétés physiques,
- La cinquième série de mesures a été réalisée pour évaluer le taux d'absorption initial.
- La sixième série de mesures a été réalisée pour évaluer la porosité totale.
- La septième série de mesures a été réalisée pour mesurer les valeurs de l'air occlus dans les bétons durcis.

- La huitième série de mesures a été réalisée pour mesurer les valeurs de la densité de fissuration causée par les hautes températures.
- C. Le troisième groupe d'essais correspond aux observations de la microstructure des bétons.
- La neuvième série de mesures a été réalisée pour l'observation de la microstructure au microscope électronique à balayage (MEB).
- La dixième série de mesures a été réalisée pour l'observation de la microstructure par diffraction aux rayons X.
- La onzième série de mesures a été réalisée pour l'observation de la microstructure par analyse thermique (ATD, TG).
- D. Le quatrième groupe d'essais correspond aux essais non destructifs
- La douzième série de mesures a été réalisée pour mesurer les valeurs de la vitesse de propagation des imputions ultrasonores dans les bétons.
- La treizième série de mesures a été réalisée pour mesurer les valeurs de la dureté de la surface des bétons (essai au scléromètre)

#### 3. Types d'éprouvettes utilisées

Dans ce programme expérimental, six types de moules ont été utilisés :

- Des éprouvettes de forme cylindrique 11x 22 cm.
- Des éprouvettes de forme cubique 5x5x5cm.
- Des éprouvettes de forme cubique 10x10x10cm.
- Des éprouvettes de forme prismatique 10x10x30 cm.
- Des éprouvettes de forme prismatique 4x4x16 cm.
- Des demi-prismes des éprouvettes 4x4x16 cm.

#### 4. Matériaux utilisés

La caractérisation du matériau béton à haute température nécessite la connaissance de la nature de ses composants et des conditions expérimentales auxquelles il a été testé (dispositifs d'essais et méthodologies empruntées).

Nous procéderons donc dans cette partie à une identification des matériaux de base utilisés, la formulation des bétons étudiés et les méthodes utilisées pour réaliser les différents essais expérimentaux de notre programme de recherche.

## 5. Caractéristiques des matériaux de base

## 5.1 Granulats

## Description

Les granulats utilisés dans cette recherche sont produits localement dans la ville d'Irbid-Jordanie, conformément à la norme ASTM C33-03. Ce sont des matériaux calcaires concassés rugueux et propres, issus de la même livraison. D'autre part, leur stockage s'est effectué dans des sacs en plastique conservés à l'abri des intempéries. Quelques semaines avant leur utilisation, les granulats sont entreposés dans des bacs et conservés dans le laboratoire pour un séchage à l'air ambiant. Les classes granulaires utilisées pour la confection des bétons sont 0/4 pour le sable et 4/12,5 pour le gravier.

#### Propretés physiques

	Sable	Gravier
Densité	2.46	2.75
Masse volumique apparente (kg/m <sup>3</sup> )	1705	1617
Absorbation d'eau à 24 h (%)	1.62	1.05



Photographie du Sable





Photographie du Gravier



## 5.2 Ciment

#### Description

Le ciment Portland utilisé est un CEM I 42.5R conforme à la norme ASTM C150, produit localement en Jordanie par « *Jordan Cement Factories*».

Propretés physiques			Propriétés chimiques					
Couleur	Beige	Analyse	e chimique	e moyenne	(%)			
Masse volumique	3150	SiO <sub>2</sub>	$Al_2O$	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO		
Surface spécifique Blaine	$4000 \text{ cm}^2/\text{g}$	21.70	6.10	3.60	3.60	58.80		
Granularité approximative	$d_{50} = 12 \ \mu m$							
Morphologie	Particules anguleuses	TiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	Sulfates	PF		
Temps de début de prise Temps de fin de prise	145 min 260 min		0.72	0.44	3.00	1.50		

#### Propriétés minéralogiques

#### Composition potentielle de Bogue



#### Diffraction aux rayons X



#### Photographie du Ciment



## 5.3 Fumée de silice

#### Description

C'est un sous-produit de l'industrie de la fabrication du silicium. Elle fut largement étudiée et utilisée depuis une quinzaine d'années car elle présente une finesse très élevée et une réactivité importante lorsqu'elle est mise en présence de chaux.

La fumée de silice densifiée, conforme à la norme ASTM C494, que nous avons utilisée pour la confection des bétons à hautes performances provenant de l'usine de « *Elkem Materials* » en Jordanie. Nous présentons ci-dessous ces propriétés physiques et chimiques.

#### Propriétés physiques

#### Propriétés chimiques

Couleur	Gris-bleu	Analyse chimique moyenne (%)				
Masse volumique	$2400 \text{ kg/m}^3$	$SiO_2$	$Al_2O$	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO
Surface spécifique (BET)	$20 \text{ m}^2/\text{g}$	> 95				
Granularité approximative	$d_{50} = 0.3 \ \mu m$					
	$d_{max} < 10 \ \mu m$	TiO <sub>2</sub>	$K_2O$	Na <sub>2</sub> O	Sulfates	PF
Morphologie	Particules sphériques					

#### Propriétés minéralogiques



Diffraction aux rayons X



Photographie au MEB des fumées de silice



Photographie du Fumet de Silice



## 5.4. Fibres de Polypropylène

## Description

Les fibres de polypropylène, également appelées fibres multi filaments, sont des polymères possèdant des diamètres et des géométries très différentes des autres fibres : 6 à 20 mm de long avec des diamètres de l'ordre du micromètre. Elles sont utilisées pour éviter la fissuration de retrait du béton au très jeune âge. Dans des applications en béton à haute performance, elles sont employées pour améliorer la résistance au feu de ces structures et en particulier dans les bétons de revêtement des tunnels. Les fibres polypropylènes que nous avons utilisé sont conformes aux normes ASTM C11695 et ASTM E11985.

## Propretés physiques

Nature
Resistance à la traction
Module de Young
Point de fusion
Point de combustion
Peristance chimique
Resistance chilling
Absorption d'acu
Absorption d eau
Longueur
Conditionnement

100% Polypropylène 670 MPa 4 GPa 166 °C 593 °C Elevée Elevée Nulle 20 mm Fournis en sac de 900 g

## Photographie des fibres polypropylènes



# 5.5. Fibres Métalliques

## Description

Les fibres métalliques 'FIBRAFLEX' sont produites par la société SAINT-GOBAIN SEVA, et sont obtenues à partir d'un alliage de fer et de chrome et se présentent sous la forme de fibres très fines et brillantes. Ces fibres utilisées dans le BHP-PM sont conformes aux normes ASTM A 820 et (ASTM G48-76-A, résistance à la corrosion).

# Propretés physiques

Nature Resistance à la traction Module de Young Longueur / Diamètre Nombre moyen de fibres/kg Resistance a la corrosion Conditionnement Alliage Fer-Crome 2000 MPa 4 GPa 10 mm / 0.25 mm 580000 Elevée Sacs papier de 10 kg

#### Photographie des fibres métalliques



## 5.6. Adjuvant

#### Description

Un superplastifiant haut réducteur d'eau « Conplast SP 561 S», conforme à la norme ASTM C 494 a été utilisé pour la confection des BHP. Ce produit a une bonne compatibilité avec le ciment et permet de diminuer considérablement la demande en eau du béton, cela permet d'obtenir des bétons de très haute qualité.

## Caractéristiques du Conplast SP 561 S

Photographie de l'adjuvent

Couleur	Marron
Forme	Liquide
PH	8.2
Densité	$1.20 \pm 0.01$
Teneur en chlore	< 1g/L
Extrait sec	40%
Dosage recommandée	0.6 à 2.5% du poids de ciment



## 5.7 Eau de gâchage

L'eau utilisée pour le gâchage des bétons, est de l'eau potable, sa teneur en matières en suspension et sels dissous est autorisée par la norme ASTM C1602-04.

Ca	Mg	Na	K	Cl	$SO_4$	$CO_3$	$NO_3$	insoluble
116	36	80	3	140	170	305	5	786

## 6. Confection du béton

En partant du principe qu'un béton est composé d'une phase fluide (la pâte) et d'une phase solide (granulats et sable optimisés), les performances du béton proviennent nécessairement de celles de sa pâte. Pour cela, les études de formulation se basent essentiellement sur la pâte et ses constituants. Pour la formulation de nos bétons, plusieurs essais de mesures des diamètres d'étalement au mini-cône et des temps d'écoulement au cône de Marsh ont été effectués sur des pâtes confectionnées par une combinaison des constituants.

Quatre bétons ont été formulés dans notre programme, notés BO (Béton Ordinaire), BHP (béton haute performance), BHP-PP (béton haute performance avec ajout des fibres de polypropylènes) et BHP-PM (béton haute performance avec ajout des fibres polypropylènes et des fibres métalliques)

#### 6.1 Béton ordinaire

Le béton ordinaire a été formulé selon la méthode graphique C.E.S de Dreux-Gorisse [71], qui consiste à étudier le meilleur arrangement des granulats de manière à obtenir la meilleure compacité. Le rapport Eau/Ciment a été pris égal à 0,5 et la résistance en compression visée était de 35 MPa. Après des gâchées d'essais, les dosages des constituants ont été corrigés et sont portés sur les tableaux 3.1.

#### 6.2. Béton à haute performance et béton fibré

Le point critique de la formulation d'un BHP consiste à associer un ciment et un superplastifiant afin d'obtenir un mélange fluide mais de faible teneur en eau, tout en permettant une mise en œuvre aisée pendant un temps donné. Ainsi, pour formuler les BHP, nous avons utilisé la méthode des coulis dans le principe est le suivant :

En étudiant la partie de béton frais contenant les grains solides de taille < 2mm et la pâte de ciment, on obtient un "béton en réduction" dont la fluidité fournira l'image du comportement du béton frais.

#### Etape 1: Formulation d'un B.H.P de référence

- 1. Le béton de départ est formulé avec la quantité de liant susceptible de fournir la résistance recherchée ;
- 2. On optimise le squelette granulaire avec une méthode du type C.E.S [71];
- 3. On fixe un dosage en superplastifiant à 1,5%.
- 4. On ajuste finalement la quantité d'eau pour obtenir un affaissement au cône > 20 cm.

#### Etape N°2 : Courbe de saturation en superplastifiant

- A partir du béton de référence ci-dessus, on déduit les proportions d'un coulis de référence. Sur ce premier coulis, on fait une mesure du temps d'écoulement de référence au cône de Marsh, soit T<sub>0</sub>.
- 2. On procède ensuite à différentes mesures du temps d'écoulement sur différents coulis pour lesquels on fait varier uniquement le dosage en superplastifiant.

3. On construit le graphique "temps d'écoulement en fonction du dosage en superplastifiant" pour en déduire la dose de saturation.

La composition des bétons est portée sur les tableaux 3.1.

Constituent	BO		BHP		BHP-PP		BHP-PM	
Constituant	kg	%	kg	%	kg	%	kg	%
Ciment	500	16.16	500	14.60	500	14.60	500	14.60
Sable	1125	36.35	1220	35.63	1220	35.63	1220	35.63
Gravier	1470	47.43	1450	42.35	1450	42.35	1450	42.35
Eau	250	8.07	185	540	185	540	185	540
Fumée de silice	-	-	50	1.46	50	1.46	50	1.46
Fibres polypropylènes	-	-	-	-	1.5	0.04	0.75	0.02
Fibres métalliques	-	-	-	-	-	-	0.75	0.02
Superplastifiant	-	-	15	0.03	15	0.03	15	0.03
E/C	0.50		0.37		0.37		0.37	
G/S	1.39		1.19		1.19		1.19	
Affaissement au cône	10-14 cm		18-20 cm		15-17 cm		14-17 cm	
Air occlus	2 %		1.1 %		3.4 %		5.6 %	

Tableau 3.1 Dosages en constituants des bétons.

#### 6.3. Malaxage

Le sable et le gravier sont introduits dans un malaxeur de laboratoire à axe incliné (*LITTLE BENFOR TIP-UP*, Fig. 3.1) et malaxés avec l'eau de saturation durant 3 min. Le ciment et les fumées de silice sont alors ajoutés et malaxés pendant 3 min. L'eau ajoutée du superplastifiant est ensuite introduite dans le malaxeur et un troisième malaxage de 3 minutes a été réalisé. Les fibres ont été dispersées à la main pour assurer une bonne répartition dans la masse du béton.



Figure 3.1 Le malaxeur Little benfor TIP-UP

## 6.4. Contrôle sur le béton frais

Nous nous intéressons ici au contrôle du béton frais, à sa sortie du malaxeur, en mesurant son affaissement, l'air occlus et sa densité.

#### 6.4.1. Affaissement au cône d'Abrams

L'essai d'affaissement au cône d'Abrams ou slump-test (fig. 3.2) est l'essai le plus employé pour la mesure de consistance du béton. Cet essai a été effectué conformément aux prescriptions de la norme ASTM C143-90.

Le moule tronconique étant légèrement huilé et fixé sur la plaque d'appui, on le remplit en trois couches d'égale hauteur, mises en place par piquage à raison de 25 coups par couche à l'aide de la tige de piquage. Après avoir arasé le bord supérieur, le moule est soulevé avec précaution. La mesure, exprimée en cm, est réalisée sur le point le plus haut du béton et dans la minute qui suit le démoulage. Les affaissements des quatre mélanges de béton sont portés dans le tableau 3.1.



Figure 3.2 Affaissement au cône d'Abrams

## 6.4.2. Air occlus

La mesure de l'air occlus a été faite à l'aide d'un aéromètre à béton de huit litres, model « *ELE AIR ENTRAINMENT METER* » (ASTM C 231-04). Après avoir rempli la chambre inférieure de l'aéromètre de la même façon que celle pour remplir les moules, la chambre supérieure étant soigneusement fixée, on applique une pression à l'aide de la pompe manuelle intégrée jusqu'à ce que l'aiguille de l'appareil indique 0%. A ce moment, en ouvre la valve qui sépare les volumes des deux chambres, le béton se comprime et le pourcentage de l'air occlus est directement indiqué par le manomètre intégré dans l'aéromètre. Les teneurs en air occlus des quatre bétons étudiés sont portées sur le tableau 3.1.

## 6.4.3. Densité réelle du béton frais

Pour la mesure de la densité réelle du béton frais, on s'est servi de la chambre inférieure de l'aéromètre à béton (figure 3.4). La densité réelle est obtenue à partir de la différence de poids du récipient (pesé vide puis rempli de béton) divisée par le volume de cette chambre (huit litres).

La densité réelle est donc calculée par l'expression suivante:

$$\rho = (P_{\text{plain}} - P_{\text{vide}}) / V$$
(Equ. 3.1)

Où :

- $\rho$  : Densité du béton frais
- P<sub>plain</sub> : Poids du récipient plein
- Pvide: Poids du récipient vide
- V : volume du récipient



Figure 3.3 Aéromètre à béton



Figure 3.4. Mesure de la densité réelle

## 6.5. Confection des éprouvettes

## 6.5.1. Type et tailles des moules

Les moules (figure 3.5), utilisés pour la confection des éprouvettes sont des moules normalisés en acier de forme:

Cylindrique(11x22 cm)Cubique(5x5x5 cm et 10x10x10 cm)Prismatique(4x4x16 cm et 10x10x30 cm)



Figure 3.5 Moules utilisés

## 6.5.2. Remplissage des moules

Le remplissage des moules (cylindrique, cubique et prismatique) a été fait en deux couches conformément aux prescriptions de la norme ASTM. Après chaque couche, les moules ont été vibrés pour 10 secondes à l'aide d'une table vibrante (Figure 3.6). L'opération de finition a été effectuée à l'aide d'une règle à araser comme il est mentionné dans les prescriptions de la norme ASTM.



Figure 3.6 Remplissage des moules

## 6.5.3. Conservation des éprouvette

Juste après leurs vibration, chaque moule a été couvert par une feuille de plastique (figue 3.7) et stocké dans l'ambiance du laboratoire. Le démoulage de toutes les éprouvettes a été effectué 24h après le

coulage puis conservées sous l'eau saturée de chaux à une température de  $20 \pm 2$  °C (figure 3.8). Après 28 jours de cure dans l'eau, les éprouvettes sont retirées et stockées a l'air dans une chambre de conservation afin qu'elles subissent un séchage naturel j'jusqu'à l'âge du traitement thermique et des essais.



Figure 3.7. Conservation des éprouvettes



Figure 3.8 Conservation des éprouvettes

## 7. Essais mécaniques

Les essais mécaniques ont été réalisés sur les éprouvettes en béton à différentes échéances d'âges 3, 7, 28 et 90 jours pour les essais de caractérisation du béton, alors que les propriétés résiduelles ont été déterminées à 90 jours et après chauffage.

## 7..1. Essai de compression

L'essai de compression consiste à rompre le corps d'épreuve entre les deux plateaux d'une presse de compression. La presse utilisée est une machine de compression « *ELE AUTOTEST* » (figure 3.9) à cycle d'essai automatique et d'une capacité maximale de 2000 KN, conforme à la norme ASTM C39.



Figure 3.9 Essai de compression

Après un bon centrage de l'éprouvette, on lance la mise en charge (vitesse de montée de la charge constante).

Au moment de la rupture, la machine s'arrête et on lit alors la charge de rupture.

En divisant la charge de rupture sur la section de l'éprouvette, on obtient la contrainte en compression  $(f_c)$  de cette éprouvette

$$f_c (MPa) = P_r (N) / S (mm^2)$$
 (Equ. 3.2)  
où :

- $P_r$ : la charge de rupture en Newton.
- S : la section droite d'une éprouvette.

#### 7.2. Essai de flexion

La résistance à la traction par flexion a été déterminée à l'aide d'une machine de flexion 3 points de 150 KN, sur des éprouvettes prismatiques 4x4x16 cm et 10x10x30 cm. Les éprouvettes ont été disposées dans la machine d'essais comme indiqué sur la figure 3.10. Après un bon centrage, la mise en charge a été effectuée avec une vitesse de montée de charge constante.



Figure 3.10. Machine d'essai de flexion



Figure 3.11 Essai de flexion

La résistance à la traction par flexion (figure 3.11) est calculée comme suit :

$$M_r = \frac{P_r l}{2}$$
(Equ.3.3)
$$f_t = \frac{M_r . v}{I}$$
(Equ.3.4)

En supposant que la contrainte est affectée par la valeur 0.6, on trouve :

$$f_t = 1.8 \frac{P_r}{a^2}$$
 (Equ.3.5)

où :

- $P_r$  : Charge de rupture.
- *a* : Côté de la section carrée de l'éprouvette.

## 8. Propriétés physiques

L'analyse des propriétés physiques ont été effectuées après avoir soumis les éprouvettes aux cycles de chauffage.

## 8.1. Densité

La densité a été déterminée par pesée des éprouvettes juste à leur sortie du four à l'aide d'une balance électronique ayant une précision de 0.1g (model AE ADAM, Figure 3.12).



Figure 3.12 Balance AE ADEM

## 8.2. Taux d'absorption initial

Le test de taux d'absorption initial (ISAT) spécifié dans la norme BS 1881 partie 5 a été initialement développé comme une méthode de laboratoire de mesure de la porosité du béton. Le test consiste en la mesure du débit d'eau dans l'éprouvette à travers une surface connue. La surface de contact est définie par une cellule de plastique étanche montée sur la surface du béton. La valeur du débit est obtenue par la mesure de la longueur de l'écoulement le long d'un capillaire de dimensions connues.

La cellule est fabriquée à partir d'acrylique clair pour permettre l'observation du niveau d'eau et d'assurer le renouvellement complet de l'air. Un réservoir est clairement relié à «l'entrée» de la cellule.

La «sortie» de la cellule est reliée à un tube capillaire avec une échelle imposée. Une vanne est montée sur le côté d'entrée pour isoler le réservoir. Le système d'analyse du taux d'absorption initial (ISAT) est montré sur la figure 3.13.



Figure 3.13 le système d'essai ISAT

La taille des cellules est normalement de 100 mm de diamètre (figure 3.14), mais pour certains spécimens, il est nécessaire d'utiliser une cellule de taille plus petite. Pour notre cas, et par besoin d'un grand nombre de cellules de mesure, nous avons adapté le système pour qu'il permette de faire 24 mesures à la fois. Pour cela, nous avons utilisé des récipients en plastique comme cellules (figure 3.15)



Figure 3.14. Cellule du system ISAT



Figure 3.15 le système d'essai ISAT

Avant l'essai, la section transversale du tube capillaire est calibrée. L'étendue de la cellule est mesurée et le facteur d'échelle de la combinaison tube-cellule est déterminé. Une fois la cellule complètement

remplie, le réservoir est isolé et les mesures de l'écoulement le long du tube capillaire sont effectuées. Une série de lectures est prise à 10 minutes, 30 minutes et 1 heure après le mouillage initial de la surface. Il ya aussi une option de lecture à 2 heures.

#### 8.3. Porosité totale

Pour déterminer la porosité totale du béton, la procédure standard (ASTM C462) a été employée. Les demi-prismes issus de l'essai de flexion ont été séchés à l'étuve à  $105\pm5$  °C pendant plus de 48 h puis pesés dans l'air pour obtenir la masse sèche (M<sub>d</sub>). Afin de déterminer la masse saturée (M<sub>s</sub>), les demiprismes ont été pesés dans l'air après avoir été immergés dans l'eau fraîche à environ 21 °C pendant plus de 48h. Enfin, dans un récipient, les demi-prismes ont été cuits 5 h dans l'eau portée à ébullition (figure 3.16), ensuite laissés refroidir pendant 19 h à une température finale de 20-25 °C. La masse (M<sub>b</sub>) est alors obtenue par pesée dans l'eau.



Figure 3.16. Cuisson des éprouvettes dans l'eau

A partir des gains de poids par saturation et les pertes de poids par séchage, la porosité totale peut être calculée par l'équation 3.6

Porosité totale = 
$$\frac{W_s - W_d}{W_s - W_b} \cdot 100$$
 (Equ. 3.6)

où :

W<sub>s</sub> : Poids de l'échantillon saturé dans l'air

- W<sub>d</sub> : Poids de l'échantillon sec dans l'air
- W<sub>b</sub> : Poids de l'échantillon saturé bouillant dans l'eau

#### 9. Essais non destructifs

#### 9.1. Vitesse de propagation des ultrasons

Cette technique est standardisée par la norme ASTM C597-1980. L'équipement utilisé pour la mesure de la vitesse de l'ultrason est le PUNDIT (*Portable Ultrasonic Non-Destructive Digital Indicating Tester*), appareil fabriqué par la CNS Electronics, qui donne le temps de parcoure d'une impulsion traversant le matériau testé. A l'usage, un transducteur de transmission est placé sur un côté du béton à être mesuré et un transducteur de réception placé directement en face de l'autre côté. Une graisse comme le «Castrol LM» est utilisée comme milieu de couplage entre les transducteurs et le béton pour assurer un contact suffisant. La longueur du trajet doit ensuite être mesurée avec précision. Les vitesses des ondes de compression « $V_P$ » et de cisaillement « $V_S$ » peuvent être calculées par les expressions suivantes ;

$$V_P = L/t_P \tag{Equ. 3.7}$$

$$V_s = L/t_s \tag{Equ. 3.8}$$

Où :

Vp	: Vitesse de l'onde sonique longitudinale, m/s
Vs	: Vitesse de l'onde sonique transversale, m/s
ρ	: Densité du béton, kg/m <sup>3</sup>
L	: Longueur du trajet de l'onde sonique, m

#### 9.2 Dureté de la surface

L'essai de la dureté de surface (ASTM C 805) constitue la méthode la plus utilisée dans le monde entier pour les tests non destructifs du béton. Cet essai a été réalisé avec le scléromètre à béton Original Schmidt modèle N.



Figure 3.17. Scléromètre à béton Original Schmidt

Ces scléromètres (figure 3.17) sont conçus pour évaluer la résistance à la compression du béton dans une plage comprise entre 10 et 70 MPa.

Apres nettoyage de la surface du béton, le scléromètre est pressé contre la surface du matériau à tester, la masse suspendue se dégage à la fin de la course. Le pourcentage de rebond est mesuré par un coureur de fermeture sur le côté du marteau. Pour chaque essai au scléromètre, une série de douze lectures sont prises

#### 9.3. Analyse par traitement d'images

L'analyse par traitement d'images est une technique non destructive basée sur des concepts mathématiques qui permet de décrire quantitativement des images de provenances diverses et de relier les caractéristiques morphologiques aux autres propriétés des objets ou matériaux étudiés. Elle est utilisée dans des nombreuses disciplines très variées, citons par exemples : les sciences des matériaux, les sciences de la vie, l'astronomie, la reconnaissance automatique des formes ...Cette technique peut être divisée en trois parties : la formation d'une image à partir d'un capteur approprié, le traitement de cette image pour obtenir les informations pertinentes et la quantification de ces dernières par des mesures. Les images à analyser peuvent être issues de différentes sources, citons par exemples : le microscope optique, le microscope électronique à balayage, les cameras numériques et les scanners.

#### 9.3.1. Air occlus dans les bétons durcis

Le pourcentage d'air occlus dans un béton durci est l'un des indicateurs de sa durabilité. La détermination du système d'air occlus dans le béton durci est généralement effectuée conformément aux procédures exposées dans la norme ASTM C457 en utilisant un microscope optique.

Actuellement, avec les progrès récents de l'outil informatique et la technologie de l'imagerie numérique, des systèmes automatisés ont été mis au point pour quantifier automatiquement l'air occlus comme par exemple « *THE RAPID AIR 457* » (Figure 3.18)

Dans notre cas, par manque de disponibilité de ces systèmes automatisés, nous avons développé une méthode simple pour l'évaluation du pourcentage d'air occlus dans le béton durci. L'acquisition d'image est faite par un scanner de bureau (figure 3.19) et le traitement de l'image par le logiciel grand public «*PAINT SHOP PRO V7.0*», le pourcentage des vides (air occlus) est équivalent au pourcentage de la surface noire (vides). Les détails de cette méthode sont exposés à la fin du chapitre (paragraphe 12).



Figure 3.18. Le système The Rapid Air 457



Figure 3.19. Acquisition d'image par scanner

## 9.3.2. Densité de fissuration

Les informations sur la densité et la répartition des fissures sont très utiles pour déterminer les températures minimales auxquelles le béton a été exposé. Les hautes températures (incendie par exemple) peuvent générer un faïençage de surface ou en accroître un préexistant. La méthode de traitement des images reste applicable pour quantifier la densité de fissuration.

La méthode repose sur l'hypothèse que la géométrie du faïençage et des fissures reflète la dégradation du béton et dépend de l'intensité de l'incendie.

Pour la détermination de la densité de fissuration, exprimée par mm de longueur de fissure par cm<sup>2</sup>, nous avons utilisé la même méthode que pour l'air occlus mais la procédure de traitement a été adaptée à ce type de problème. La figure 3.20 montre un exemple de la densité de fissuration.



Figure 3.20. Densité de fissuration (BO 1050 °C)

#### 10. Observation de la microstructure

#### **10.1. Diffraction aux rayons X**

Les rayons X sont des radiations électromagnétiques de très courtes longueurs d'onde (de 0,1 à 10Å). Les cristaux constituent des réseaux naturels dont les intervalles caractéristiques (intervalles entre plans réticulaires) sont du même ordre de grandeur que la longueur d'onde des rayons X. En conséquence, les rayons X sont diffractés par les cristaux comme la lumière l'est par les réseaux et donnent des phénomènes d'interférences identiques. Les conditions de diffraction d'un rayonnement X par une famille de plans réticulaires sont définies par la loi de Bragg :

$$n\,\lambda = 2\,d\,\sin\theta \tag{Equ. 3.9}$$

où :

- n = nombre entier désignant l'ordre de réflexion ;
- $\lambda =$  longueur d'onde du rayonnement X ;
- d = distance entre les plans réticulaires d'une même famille (raie exprimée en Å) ;
- $\theta$  = angle de diffraction.

Les analyses par diffraction des rayons X ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre Siemens D 5000 (figure 3.21), utilisant une anticathode de cobalt (Co K $\alpha$ ,  $\lambda = 1.789$  Å), sur une plage de 4 à 70° (2 $\theta$ ) avec un pas d'avancement de 0.04° et un temps de comptage de 12 s.



Figure 3.21. Diffractomètre D 5000

#### Préparation de l'échantillon

L'échantillon de béton à analyser est fragmenté au concasseur de façon à obtenir une granulométrie inférieure à 2,5mm. Cette opération doit se faire en récupérant soigneusement toutes les fines produites. Prélever au moins 100g d'échantillon au moyen d'un échantillonneur ou par quartage. Broyer l'échantillon pendant quelques secondes puis tamiser à 315 ou 80 µm. Répéter l'opération «broyage plus tamisage» jusqu'à passage complet à 315 ou 80 µm. Transférer l'échantillon dans un flacon propre et sec à fermeture hermétique, prendre soin de ne pas perdre de fines et agiter vigoureusement pour l'homogénéiser.

Enfin, une prise d'essai de l'ordre de 80 à 100mg est placée dans la cavité du porte échantillon (0,6 ml) et surfacée afin d'obtenir une surface bien plane pour éviter les phénomènes d'exaltation de certaines raies de diffraction des rayons X.

#### Description de l'essai

L'analyse par diffractométrie des rayons X est conduite selon le déroulement suivant :

- Mise en place du porte échantillon ;
- Mise en fonctionnement du générateur de rayons X ;
- Choix du programme d'analyse (pas, temps de comptage, angle de départ et d'arrivée, tailles des fentes);
- Ouverture de la fenêtre des rayons X ;
- Début des comptages ;
- A la fin de l'acquisition, l'exploitation des données enregistrées peut commencer.

## Exploitation des résultats

Le dépouillement d'un diagramme de diffraction consiste à affecter à chaque raie observée repérée par son angle  $\theta$ , la distance inter-réticulaire correspondante en appliquant la relation de Bragg, puis à comparer les résultats avec ceux d'un fichier de données de référence indiquant pour chaque minéral la distance inter-réticulaire et l'intensité normalisée des raies expérimentales. L'analyse successive des différents pics du diagramme permet de détecter toutes les phases cristallisées présentes, de donner la nature minéralogique et accessoirement, une appréciation sur le degré de cristallinité (par la forme des raies de diffraction) des composants du matériau soumis à l'essai.

## 10.2. Observation au microscope électronique à balayage

Le principe du microscope électronique à balayage (MEB) est de balayer un échantillon avec un faisceau d'électrons incidents. L'interaction de ce faisceau avec un matériau conduit alors à l'émission d'électrons secondaires qui proviennent de la zone superficielle du matériau. L'intensité de l'émission dépend de la topographie de surface du matériau du potentiel locale et du numéro atomique de l'élément excité. Les matériaux observés sont généralement recouverts de carbone pour améliorer leur conductibilité superficielle. Le faisceau d'électrons émis est transformé en signal électrique, ce dernier module l'intensité du faisceau d'un tube à balayage synchrone. L'image est obtenue après balayage complet de l'écran.

Les observations au MEB (model JSM 6500F, figure 3.22) ont porté sur des échantillons de béton après traitement à hautes températures dans le but de compléter les analyses aux rayons X et observer l'évolution de la microstructure de ces bétons en fonction de la température de traitement.



Figure 3.22. MEB JSM 6500F

## 10.3. Analyse thermique par ATD et ATG

Le principe de l'analyse thermogravimétrique est de mesurer en fonction du temps ou de la température les variations de masse d'un échantillon soumis à un programme de température déterminé.

Le principe de l'analyse thermique différentielle est de mesurer, en fonction du temps ou de la température, la différence de température entre un échantillon et une référence, provoquée par toutes

modifications physique et/ou chimique de l'échantillon lorsqu'ils sont soumis à une même loi de variation de température.

Ces deux méthodes permettent d'obtenir des données soit qualitatives soit quantitatives.

La thermogravimétrie et sa dérivée, notée DTG, quantifient les diverses pertes ou reprises de masse observées au cours de l'essai.

#### Préparation de l'échantillon

L'échantillon de béton à analyser est fragmenté au concasseur de façon à obtenir une granulométrie inférieure à 2,5mm. Cette opération doit se faire en récupérant soigneusement toutes les fines produites. Prélever au moins 100 g d'échantillon au moyen d'un échantillonneur ou par quartage. Broyer l'échantillon pendant quelques secondes puis tamiser à 315 µm. Répéter l'opération «broyage plus tamisage» jusqu'à passage complet à 315 µm. Transférer l'échantillon dans un flacon propre et sec à fermeture hermétique, prendre soin de ne pas perdre de fines et agiter vigoureusement pour l'homogénéiser. Enfin, une prise d'essai de l'ordre de 180 à 230 mg est placée dans un creuset en platine et pesée avec précision.

#### Description de l'essai

Les thermogrammes ont été obtenus à l'aide de l'appareil « SETARAM DSC 92-16.18 » (figure 3.23)



Figure 3.23 SETARAM DSC 92-16.18

L'analyse thermique est conduite sous l'air suivant le programme de température suivant :

- Départ à la température ambiante (proche de 25°C) ;
- Chauffage linéaire depuis la température ambiante jusqu'à 1100°C et à une vitesse de 10 °C/min sous balayage d'air (80 ml/min).

L'exploitation des courbes permet d'identifier, et parfois de quantifier, les phases minérales contenues dans le béton. Leur présence ou leur absence est associée à des seuils de température. Par exemple, la pâte de ciment soumise à une élévation de température, subit plusieurs évolutions. La plus connue concerne la déshydratation de la portlandite [Ca(OH)2  $\Rightarrow$  CaO + H2O] qui se produit entre 450°C et 540°C. De même, les granulats subissent aussi des modifications consécutives à une forte élévation de température. Par exemple, nous citerons le cas de la décarbonatation des granulats calcaires [CaCO3  $\Rightarrow$  CaO + CO2] qui se produit vers 800°C.

#### 10.3.1. Courbe thermogravimétrique (ATG)

La courbe d'analyse thermique gravitationelle (ATG), permet de mieux calculer les diverses pertes ou gains de masse en précisant avec netteté les températures de début et de fin de réaction. La thermogravimétrie permet de déterminer :

- la teneur en eau liée aux hydrates (C-S-H, ettringite, etc.);
- la teneur en eau de la portlandite. Le départ de cette eau se produit entre 450 et 540°C;
- la teneur en eau correspondant aux groupements hydroxyle contenus dans certains minéraux des granulats (départ à partir de 800°C);
- la teneur en gaz carbonique CO<sub>2</sub> provenant de la décomposition de la dolomite et/ou de la calcite des granulats et/ou de la calcite provenant de la carbonatation du liant ;
- la perte au feu totale de l'échantillon de béton.

#### 10.3.2. Courbe d'analyse thermique différentielle (ATD)

Les courbes permettent d'identifier les phases ayant provoqué des pertes ou des gains de masse par la température maximale des pics comme par exemple :

- 110 130 °C : C-S-H et ettringite ;
- 175 190 °C : monocarboaluminate de calcium hydraté ;
- 230 240 °C : aluminate de calcium hydraté ;
- 250 270 °C : géhlénite hydratée ;
- 390 400 °C : brucite ;
- 460 510 °C : portlandite ;
- 575 579 °C : transformation quartz  $\alpha \rightarrow \beta$ ;
- 650 750 °C : calcite de carbonatation ;

- 780 800 °C : partie magnésienne de la dolomite ;
- 900 930 °C : cristallisation de la wollastonite.

## 11. Four et cycles de traitement termique

Les four etulisés dans cette recherche pour le chauffage des éprouvettes sont des fours electriques (de hautes temperatures,  $T_{max} = 1300^{\circ}$ C) de marque (Carbolite, Figure 3.24). La puissance de leur chauffage est de 45kW et ils sont capables d'assurer une montée en température de 15°C/min. Le volume des chambres internes (LxHxP) est de 80x70x110 cm et 40x30x50cm.



Figure 3.24, Eprouvettes à l'intérieur du four durant le chauffage à 500. °C

Deux cycles de chauffage ont été pris. Le premier pour l'étude de l'effet combiné temps-température et le second pour l'étude de l'effet des hautes températures et du mode de refroidissement.

**Cycle 1**; formé d'une montée rapide de temperature depuis l'ambiance jusqu'à la temperature programmee (300 °C. 600 °C et 900 °C), puis cette température est maintenue constante pour une durée de 1h, 3h, 6h et 9h et finalement une branche de refroidissent naturel.

**Cycle 2**; formé d'une montée rapide de temperature depuis l'ambiance jusqu'à la température programmée (105 °C. 250 °C, 500 °C, 750 °C, 900 °C. 1050 °C et 1200 °C), puis cette temperature est maintenue constante pour une durée de temps de 1h et finalement une branche de refroidissent naturel, par pulverisation d'eau et dans l'eau.

#### 12. Méthode simple pour l'analyse par traitement d'image

La durabilité et la qualité d'un béton dépendent de ses constituants (ciment, granulats etc.), de sa composion et des conditions de service (gel-dégel, variation de température, incendies etc.) auxquelles il est exposé. Le rôle de l'air entrainé dans le béton durci pour améliorer sa durabilité principalement vis-à-vis le gel-dégel est connu depuis 1940 [72]. Une des premières tentatives pour caractériser l'espacement des bulles d'air a été faite par Powers [73], qui a servi de base pour la norme ASTM C457 « *Standard Test Method for Microscopical Determination of Parameters of the Air-Void System in Hardened Concrete*» [74]. Cette méthode est largement reconnue comme une procédure à très long délai et qui nécessite un opérateur qualifié. La variabilité des résultats d'essais en utilisant cette méthode a été étudiée dans de nombreuses recherches [75 - 77].

De nos jours, le traitement et l'affichage des images numériques ne nécessite pas un matériel spécial. Avec les progrès technologiques modernes, les interfaces graphiques d'affichage des images sont devenues une partie intégrante d'un ordinateur personnel. Outre l'affichage des images en niveaux de gris avec un maximum de 256 nuances (8 bits), des images couleur avec jusqu'à 16,7 millions de couleurs vraies (3 canaux avec 8 bits chacun), peuvent aussi être affichées sur des ordinateurs peu coûteux avec une résolution d'affichage graphique allant jusqu'à 1600 × 1200 pixels. Par conséquent, le traitement d'images n'a besoin que d'une image numérisée qui peut être obtenue par une camera vidéo ou un appareil photo numérique. Cela a permis le développement d'un système automatique d'analyse de l'air occlus. Le plus remarquable des systèmes automatisés actuels est le « CXI » proposé par la firme « Concrete Experts International » au Danemark. Le système CXI est commercialisé sous le nom « Rapid Air 457 » système rapide analyse automatique du vide 457. Ce système effectue des analyses au moyen d'un appareil photo connecté à un ordinateur qui contrôle la platine motorisée (figure 3.25).



Figure 3.25: The Rapid Air 457. Le système d'analyse automatique de l'air occlus

D'autres recherches ont utilisé des scanners à plat pour l'acquisition d'images de surface du béton durci, puis les traiter par l'ordinateur (Figure 3.26). La méthode du scanner à plat développée par « Michigan Technological University [78] », fonctionne sur le principe de l'amélioration de contraste où les parties non-air apparaissent en noir et les vides d'air apparaissent en blanc. Préalablement à l'analyse d'un échantillon, 8 autocollants sont placés le long du périmètre de la surface polie. Ils protègent la vitre du scanner pour éviter les rayures. L'amélioration de contrast est obtenue en tirant des lignes parallèles qui se chevauchent avec une large pointe de marqueur noir. Après le séchage de l'encre, quelques cuillerées de poudre blanche (taille des grains 2 micromètres) sont étalées sur la surface en utilisant la face plane d'une lame de verre. Une lame de rasoir est utilisée pour gratter la poudre excédentaire. La poudre résiduelle est enlevée en essuyant avec un doigt propre légèrement huilé. Une fine pointe de marqueur noir est utilisée pour assombrir les vides dans les granulats. L'image est captée par un scanner (256 niveaux et résolussions de 3175 dpi) et ensuite traitée par ordinateur. Une bonne comparaison de ces deux techniques est donnée par Karl W. Peterson et al. [79 - 81].



Figure 3.26: Instruments nécessaires pour la méthode du scanner [78]

La méthode économique, pour la détermination du pourcentage de vide d'air dans le béton durci que nous avons développé, utilise aussi un scanner à plat. Elle diffère de la technique précédemment décrite, par une préparation simple des échantillons. Elle utilise de l'encre noir pour remplir les vides du béton. De ce fait et contrairement aux autres méthodes, les vides d'air apparaissent en noir et la pâte et agrégats apparaissent en gris. L'encre noire utilisée est celle destinée aux imprimantes à jet d'encre. Elle offre de nombreux avantages, sa viscosité permet une meilleure pénétration dans tous les vides accessibles et la taille moyenne de ses pigments est inférieure à 100 nm [82]. Sa granulométrie est inférieure à la taille des particules de poudre blanche (2µm) [83, 84]. Cela offre une précision

d'environ 20 fois plus et permet d'analyser avec un scanner de haute résolution des bulles d'air dont la taille est de l'ordre du nanomètre.

## 12.1. Équipements et matériaux nécessaires

Il s'agit d'une nouvelle technique peu coûteuse permettant d'estimer le pourcentage d'air occlus dans le béton durci en moins de 30 minutes. Il faut disposer d'un ordinateur personnel avec logiciels de traitement d'image, d'un scanner à plat, papier verre, pinceaux, encre noire et solvants. La description documentée des matériaux utilisés, équipements et manœuvres sont exposés dans les figures 3.27-3.30.



Figure 3.27: Matériaux utilisés



Figure 3.29: Scanner et ordinateur



Figure 3.28: Coloration des éprouvettes



Figure 3.30: Scanner des éprouves

## 12.2. Rehaussement du contrast de la surface

L'objectif de l'amélioration du contrast était de produire une surface où les trous dans le béton sont de couleur noire tandis que les phases restantes (pâte de ciment et les granulats) sont de couleur gris clair.
Ce contrast permet de distinguer clairement entre le « vide » et le « plein » dans l'image numérisée. Les étapes suivies dans cette étude étaient les suivantes:

- Pour enlever toute irrégularité et obtenir une surface lisse, la surface des échantillons a été polie avec du papier abrasif (disponible presque dans tous les magasins de matériaux de construction). Les résidus de polissage ont été enlevés par un pinceau et par soufflage d'air comprimé.
- A l'aide d'un pinceau, une épaisse couche d'encre noire a été soigneusement déposée sur la surface lisse en veillant à ce que tous les vides soit bourrés avec l'encre, puis on laisse sécher.
- Après séchage de l'encre, la surface du béton est soigneusement nettoyée avec un chiffon imbibé de solvant d'encre pour réduire le niveau de noir de la surface lisse qui prend la couleur gris à brun clair alors que les vides restent noirs.
- Les spécimens sont alors prêts à être numérisés.

# 12.3. Acquisition des images

Un scanner à plat de haute résolution a été utilisé pour l'acquisition des images. Une feuille de papier qui comporte six ouvertures carrées (fenêtres de mesure) de 40mm x 40 mm (figure 3.29) est placée sur le scanner. Cette feuille sert de support pour les échantillons, protège le verre du scanner et fournit des points repères pour d'éventuelles mesures. Les échantillons sont ensuite placés sur les fenêtres de mesure (figure 3.30) et le scanner est lancé avec une résolution de 9600 x 9600 dpi (équivalent à la résolution en pixels de 2,5 x 2,5 microns). Jusqu'à six spécimens peuvent être scannés ensemble. La figure 3.31 montre une image typique obtenue dans une opération de scan.

# 12.4. Traitement de l'image numérisée

L'Image numérisée (format JPEG) a été stockée dans un ordinateur, puis analysée grâce à un logiciel de traitement d'images. L'ordinateur utilisé est un PC portable équipé d'un processeur Core 2 Duo 1,6 GHz et fonctionnant sous Windows Vista. Le logiciel utilisé pour le traitement d'images est le «Jasc Paint Shop Pro version 7.04 ». La figure 3.32 montre une photo de capture d'écran prise pendant le traitement d'image.

Les images capturées ont d'abord été codées en niveau de gris, alors la fonction d'ajustement – histogramme a été utilisée pour améliorer le niveau de noir, enfin l'image a été segmentée en deux couleurs noir et blanc ; la couleur noire correspond au vide d'air occlus et la couleur blanche représente la matrice durcie pâte et granulats.

Le pourcentage d'air occlus est alors automatiquement calculé comme étant le rapport (exprimé en pourcentage) entre le nombre des pixels noirs et le nombre total de pixels formant l'image.



Figure 2.31: Image typique obtenue par scan du béton ordinaire



Figure 3.32 : Photo de capture d'écran prise pendant le traitement d'image.

# 13. Application de cette méthode pour déterminer la densité de fissuration

Cette même méthode a été adaptée et appliquée pour déterminer la densité de fissuration des bétons endommagés par les hautes températures. A l'exception des deux points suivants, les étapes suivies étaient identiques à celles suivies pour la détermination de l'air occlus:

- 1. Durant l'étape de préparation des échantillons, ces derniers n'ont pas subi de polissage pour ne pas accroitre leur endommagement.
- 2. Le traitement des images numérisées a été adapté à ce type de problème.

Apres acquisition des images des bétons endommagés, les étapes de traitement sont illustrées sur les figures 3.33 – 3.36.



Figues 3.33. Passage en niveau de gris avec rehaussement des contours



Figure 3.35. Seuillage par maximation d'entropie et remplissage de trous.



Figure 3.34 Application du filtre médian



Figure 3.36 ; Deuxième squelettisation puis second ébarbulage et reconnexion des points les plus proches

# 14. Conclusion

Ce chapitre a successivement abordé les points suivants: les programmes expérimentaux en détail, les paramètres retenus, l'ensemble des résultats obtenus lors de la caractérisation des composants de base des matériaux à élaborer et décrit l'ensemble des matériels et les procédures d'essai

Nous exposerons, dans le chapitre suivant, les résultats obtenus selon les paramètres retenus, leurs discussions et confrontation avec les travaux antérieurs.

# Chapitre 04 **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

# **1. Introduction**

Le travail présenté dans ce chapitre a pour objectif de caractériser expérimentalement la réponse des bétons, ordinaire et à haute performance sous des conditions extrêmes de hautes températures, l'influence du cycle de refroidissement (lent et rapide) et également l'effet couplé de température-temps.

Les essais sont conduits dans les phases post-exposition à des hautes températures (phase résiduelle) et sans chargement. Par similarité avec le problème des incendies, nous avons choisi des cycles de chauffage allant jusqu'à 1250C. Cette température peut facilement être atteinte lors d'un incendie réel. Nous avons également envisagé de mesurer la perméabilité à l'eau et le taux d'absorption initiale qui donne une indication sur la durabilité des bétons sinistrés. Enfin, pour donner aux experts une idée sur l'état de dégradation d'un béton, des essais non destructifs ont été envisagés, nous mesurons la vitesse de propagation d'ultrasons à travers les éprouvettes endommagées et aussi l'état de dureté de la surface. Enfin, il nous paraît également nécessaire de vérifier le facteur de taille des éléments.

# 2. Influence de la température de chauffage

### 2.1. Resistance en compression

Les résultats de cette campagne d'essais sont montrés sur les Figures 4.1, 4.2 et 4.3. Ces figures présentent respectivement les valeurs relatives de résistances résiduelles en compression (en pourcentage de la résistance initiale à 25°C) du béton.

Les résultats des essais montrent que les résistances de 4 bétons augmentent entre 25 °C et 250 °C ; par la suite, ces résistances décroissent avec la température et ceci pour des valeurs de température allant de 250 °C jusqu'à 1250 °C. Ceci peut être expliqué par la rigidification de la microstructure de la pâte de ciment due au départ d'eau adsorbée. Au-delà de 500°C, les résistances de 4 bétons décroissent de façon plus ou moins régulière. De même, on constate que les valeurs des BHP et BHP-PP sont inférieures à celles obtenues sur le béton ordinaire.

Ces courbes montrent qu'à 250°C, les deux bétons gardent environ 85% de leurs résistances initiales. A 500°C, le BO est à 61% de sa résistance initiale et le BHP à 63%. Ceci indique une évolution quasisimilaire des résistances relatives de deux bétons testés. Les valeurs relatives des modules d'élasticité déterminés pour les 3 BHP sont supérieures ou égales aux valeurs retenues par le DTU.



Figure 4.1. Résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température (refroidissement dans l'air)



Figure 4.2. Résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température (refroidissement par arrosage)



Figure 4.3. Résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température (refroidissement dans l'eau)

### 2.2. Résistance en traction

.

Peu de chercheurs se sont intéressés à la résistance en traction de béton à hautes températures.

La résistance résiduelle en traction diminue quasi linéairement avec la température. La comparaison entre les courbes des évolutions des résistances en compression et en traction (Figures 4.4, 4.5 et 4.6) montre que le chauffage a eu plus d'effet sur la résistance en traction que sur la résistance en compression. Dès 250°C, la résistance en traction directe baisse de 15 à 20% alors qu'elle ne vaut que 8 à 9% pour la compression. Après exposition à 500 °C, les bétons gardent 60 à 63 % de leur résistance en compression alors qu'ils n'ont plus que 42 à 53 % de leur résistance en traction.



Figure 4.4. Résistances résiduelles relatives à la traction par flexion en fonction de la température (refroidissement dans l'Air)



Figure 4.5. Résistances résiduelles relatives à la traction par flexion en fonction de la température (refroidissement par arrosage)



Figure 4.6. Résistances résiduelles relatives à la traction par flexion en fonction de la température (refroidissement dans l'eau)

# 3. Influence du mode de refroidissement

# 3.1. Résistance en compression

Les résultats de résistance résiduelle à la compression des quatre types de béton soumis aux différents régimes de refroidissement sont donnés sur les figures 4.7 à 4.10.



Figure 4.7. Résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température et du mode de refroidissement (BO)



Figure 4.8. Résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température et du mode de refroidissement (BHP)



Figure 4.9. Résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température et du mode de refroidissement (BHP-PP)



Figure 4.10; résistances résiduelles relatives en compression en fonction de la température et du mode de refroidissement (BHP-PM)

Il est bien clair que la résistance résiduelle à la compression des bétons a été grandement influencée par les régimes de refroidissement. Parmi les trois modes de refroidissement et pour chaque type de béton, le refroidissement naturel (dans l'air) maintient une valeur relativement plus élevée de résistance résiduelle à la compression, alors que les deux autres modes de refroidissement (par trempe dans l'eau ou par pulvérisation) ont causé des chutes de résistance à la compression allant jusqu'à 30%. Il convient de noter que les échantillons chauffés à 1250 °C ont été gravement endommagés par le choc thermique résultant de la trempe dans l'eau et de pulvérisation, de sorte que ces échantillons n'étaient pas soumis à l'essai de résistance et leurs résultats ne sont pas présentés.

La pulvérisation d'eau peut avoir un effet sur la résistance à la compression similaire à celle par trempe dans l'eau. En vertu de refroidissement dans l'air après une exposition à 250 °C, la résistance résiduelle à la compression était encore plus élevée que la résistance initiale à la température ambiante, ce qui pourrait être attribué à une hydratation supplémentaire de ciment résiduelle dans le béton activé par la

température élevée [85]. Toutefois, après une exposition à 250 °C, l'augmentation de la résistance à la compression est plutôt insignifiante dans le cas de la trempe dans l'eau ou de pulvérisation d'eau.

Au-delà de 500°C, le BHP est beaucoup plus sensible au mode de refroidissement par pulvérisation d'eau que le BHP-PP et le béton ordinaire.

# 3.2. Résistance en traction

Les résultats de résistance résiduelle à la traction des quatre types de béton soumis à différents régimes de chauffage et de refroidissement sont donnés sur les figues 4.11 à 4.14.



Figure 4.11. Résistances résiduelles relatives en traction par flexion en fonction de la température et du mode de refroidissement (BO)



Figure 4.12; résistances résiduelles relatives en traction par flexion en fonction de la température et du mode de refroidissement (BHP)



Figure 4.13. Résistances résiduelles relatives en traction par flexion en fonction de la température et du mode de refroidissement (BHP-



Figure 4.14. Résistances résiduelles relatives en traction par flexion en fonction de la température et du mode de refroidissement (BHP-

Similaires aux résultats de résistance résiduelle à la compression, à chaque température cible, les résistances résiduelles à la traction sous le mode de refroidissement naturel (dans l'air) sont demeurées relativement plus élevées que celles obtenues par les deux autres régimes de refroidissement. Le BHP-PP contenant juste des fibres de polypropylène a subi une perte de résistance à la traction plus considérable que celle du BHP-PM incorporant des fibres de polypropylène et fibres d'acier. A haute température, le BHP-PM présente des performances, caractérisées par une diminution beaucoup plus lente de la résistance à la traction, nettement meilleures que le BHP-PP qui a été assez sévèrement endommagé par une exposition à des températures au-delà de 250 °C. Ce résultat est en bonne cohérence avec les travaux précédents de Peng et al. [86]

Il est bien connu que la résistance des bétons à hautes performances à l'écaillage explosif thermiquement induit, peut être améliorée par l'ajout des fibres de polypropylène [87]. Les résultats de

la présente recherche indiquent que la résistance au feu, sous la forme de résistance résiduelle relativement élevée des BHP, peut être améliorée beaucoup plus par ajout d'un mélange de fibre de polypropylène et d'acier que par ajout de fibre de polypropylène seule.

# 4. Influence de l'effet combiné température-temps

L'étude de l'effet de couplage température-temps a porté sur des éprouvettes cubiques (figure 4.15) en béton ordinaire, à haute performance et haute performance avec ajout de fibres polypropylènes. Ces bétons ont été soumis à des températures de 300 °C, 500 °C et 700 °C pour des durées de 1h, 3h, 6h et 9h respectivement (figure 4.16).

Les résultats des résistances résiduelles en compression sont donnés sur les figures 4.17.A, .17.B et 4.17.C.



Figure 4.15. Eprouvettes cubiques à durant le chauffage.



Figure 4.16, Courbe température-temps comparée à la courbe ISO 834.

### 4.1. Résistance en compression

La figure 4.17 montre qu'à partir de 300 °C, la résistance résiduelle en compression décroit avec la température maximale atteinte et la durée d'exposition. Pour la température de 300 °C et pour une durée de chauffage de 1 h, une faible augmentation de la résistance en compression de l'ordre de 2%, 3% et 5% à été enregistrée respectivement pour le BO, BHP et BHP-PP. Pour cette durée de chauffage et pour les températures de 500 °C et 700 °C, les chutes de résistances observées ont été de l'ordre de 22-42% pour le BO, 10-54% pour le BHP et 6-38% pour le BHP-PP. D'autres recherches [88], ont indiqué que ces chutes des résistances sont dues à l'évaporation de l'eau libre et de l'eau combinée de la pâte de ciment.



Figure 4.17.A; Résistance à la compression du BO après chauffage



Figure 4.17.B. Résistance à la compression du BHP après chauffage



Figure 4.17.C. Résistance à la compression du BHP-PP après chauffage

Comme montré dans le tableau 4.1, pour des temps de chauffage de 3h, 6h et 9 h et une température de 500 °C, tous les bétons testés ont révélé une perte de résistance. La plus grande valeur de perte était 56 % pour le BO (9h) et la valeur la plus petite était 10 % pour le BHP (3h). A la température de 700°C, les valeurs les plus grandes et les plus petites étaient respectivement 89 % pour le BO (9h) et 54 % pour le BHP-PP (3h).

ut i	a temperature et	au temps	ue enaum	450
Туре	Temps de	températi	ure de chau	iffage °C
De béton	chauffage (h)	300	500	700
	1	+0.02	-0.22	-0.42
PO	3	-0.21	-0.34	-0.61
вО	6	-0.30	-0.65	-0.81
	9	-0.56	-0.82	-0.89
внр	1	+0.03	-0.10	-0.54
	3	-0.10	-0.38	-0.71
	6	-0.25	-0.60	-0.78
	9	-0.43	-0.76	-0.88
	1	+0.05	-0.06	-0.38
BHP-PP	3	-0.16	-0.30	-0.54
	6	-0.31	-0.46	-0.71
	9	-0.44	-0.68	-0.80
- perte de résistance, + Gain de résistance				

Tableau 4.1: Pertes et gain de résistance en fonctionde la température et du temps de chauffage

Ces pertes de résistance à la compression des bétons chauffés, résultent principalement des phénomènes compliqués qui se manifestent dans la microstructure du béton pendant le processus de

chauffage tel que les changements de volume, la décomposition et la déshydratation de la matrice cimentaire.

Selon Min et al. [89], la transformation de phase de Cristal de SiO<sub>2</sub> conduit à une augmentation de volume allant jusqu'à 0.85 %. La déshydratation, suivie par le processus hygroscopique du Ca(OH)<sub>2</sub>, conduit aussi à une augmentation de volume. De plus, l'expansion causée par l'élévation de température et le rétrécissement causé par la déshydratation de pâte de ciment aboutit en fin de compte à un changement de volume de 0.5 % [89]

### 4.2. Effet de la classe du béton

Comme on peut voir sur la figure 4.18 (A, B, C et D), généralement, pour un temps de chauffage moins, puis 6h, la perte de résistance du BHP surpasse celle de BO. Cette différence est notable, surtout à l'éventail des 25-300°C. Pour 9h de chauffage, HSC conserve 24% de sa résistance à 500°C et 12% à 700°C, tandis que pour le BO, les valeurs de résistance étaient 18% à 500°C et 11% à 700°C. Selon plusieurs auteurs [90-92], l'écaillage explosif du BHP s'observe dans la plage de température qui se situe entre 300 et 650°C. De nombreux facteurs ont été identifiés comme affectant l'écaillage explosif. Ces facteurs comprennent l'âge, l'humidité, le type de gravier et sable utilisé, méthode de séchage, le taux de chauffage. Dans cette étude, aucun écaillage explosif n'a été observé.



Figure 4.18.A. Résistances relatives en compression des bétons chauffés pendant 1h



Figure 4.18.B ; Résistance relatif en compression Des bétons chauffés pour 3h









# 4.3. Effet des fibres polypropylènes

Globalement, la résistance résiduelle de BHP a été trouvée moins importante que celle du BHP-PP principalement au-delà de 300°C et pour toutes les durées de chauffage. Cela confirme que les fibres de polypropylène peuvent améliorer sensiblement la résistance des BHP soumiss à des températures élevées en réduisant le risque d'écaillage explosif ainsi que sa dégradation et fissuration de sa surface comme montré sur la figure (4.19). Ce résultat est en concordance avec les travaux issus de la littérature [86, 87].

La figure 4.19 illustre l'état de surface de BO, BHP et BHP-PP chauffés à 700°C pendant 3h. Après l'exposition à haute température, de nombreuses fissures sont présentes sur la surface des éprouvettes du BHP, alors que les surfaces des bétons BO et BHP-PP ne contiennent que quelques fissures. Cela est dû à l'échappement d'abord de l'eau libre facilement évacuable à environ 105 °C, puis de l'eau combinée dans la matrice de ciment qui devient plus difficile comme rapporté par Min et al. [92].



Figure 4.19. Etat de surface de BO, BHP et BHP-PP chauffés à 700°C pendant 3h

# 4.4. Résistance en traction

Les valeurs résiduelles des résistances en traction par flexion pour les bétons BO, BHP et BHP-PP sont indiquées sur les figures 4.20.A, 4.20.B et 4.20.C.

Comme pour la résistance en compression, la résistance à la traction par flexion a été réduite après exposition à des températures élevées. Après 9h de traitement à la température de 700 °C, la résistance à la traction par flexion retenue était seulement 22%, 8% et 15% pour le BO, BHP et BHP-PP respectivement. Pour le béton à haute performance, sa dense structure induit des contraintes thermiques

dont résultent de nombreuses microfissures (Figure 4.19) qui réduisent les sections utiles. En conséquence, l'effet des fissures sur la résistance en flexion est plus visible que sur la résistance à la compression. Cela a également a été signalé par Min et al. [89].



Figures 4.20.A. Résistances à la traction par flexion du BO chauffé



Figures 4.20.B. Résistance à la traction par flexion du BHP chauffé





Les variations des gains et des pertes de résistance à la traction par flexion en fonction de la température et du temps de chauffage sont portées comme ont été signalés au tableau 4.2.

de la temperature et du temps de chauffage					
Туре	Temps de	température de chauffage °C			
De béton	chauffage, h	ıffage, h 300 500		700	
NSC	1	-11	-21	-53	
	3	-21	-25	-61	
	6	-38	-45	-72	
	9	-50	-64	-78	
HSC	1	-8	-21	-60	
	3	-14	-33	-64	
	6	-35	-46	-78	
	9	-47	-78	-92	
	1	-06	-13	-51	
HSC-PP	3	-16	-30	-69	
	6	-33	-40	-78	
	9	-49	-59	-85	

Tableau 4.2: Pertes et gains de résistance en fonction
de la température et du temps de chauffage

- Perte de résistance ; +Gain de résistance

Contrairement à la résistance à la compression lorsque la température était augmentée jusqu'à 300 °C et pour 1h du temps de chauffage, il n'y a eu aucune augmentation de la résistance en traction par flexion, mais plutôt elle baisse pour toutes les températures et les durées de chauffage.

Analogue aux pertes de résistance à la compression, la perte de résistance à la traction par flexion, résulte de la fissuration et des changements qui se produisent dans la matrice du béton au cours du chauffage et le rétrécissement causé par la déshydratation de la pâte de ciment. Les plus faibles valeurs résiduelles de la résistance en traction par flexion ont été observées pour le BHP et les plus élevés pour le BO et BHP-PP. Par conséquent, l'ajout des fibres de polypropylène au BHP améliore sa résistance résiduelle à la traction comme reporté précédemment au paragraphe 4.3.

# 5. Influence de la taille des éprouvettes

La plupart des pays utilisent des éprouvettes de tailles et de formes différents pour déterminer la résistance à la compression du béton. Toutefois, les éprouvettes utilisées sont soit des cylindres soit des cubes. Les éprouvettes cylindriques sont principalement utilisées en Algérie, États-Unis, Corée, France, Canada, Australie. Les cubes sont les plus utilisés au Jordanie, au Royaume-Uni, en Allemagne et dans

de nombreux autres pays européens. Dans plusieurs autres pays tel que la Norvège, des essais sont réalisés en utilisant les deux (cylindres et cubes).

En raison des différences dans la forme, le rapport hauteur/diamètre, le frottement entre l'échantillon et les plateaux de la machine de compression, les résistances obtenues sur cylindres et sur cubes peuvent être différentes.

Depuis le début des années 1900, de nombreuses études [93, 94, 95] sur ce sujet ont été effectuées. La plupart des recherches se sont concentrées sur les rapports entre la résistance d'un cylindre et celle d'un cube pour les bétons ordinaires. Récemment, des études portant sur l'influence de la taille et de la forme des éprouvettes sur la résistance à la compression du béton ordinaire et à haute performance ont été effectuées [96, 97, 98, 99]. Cependant, toutes ces études ont été limitées à la température ambiante et des études systématiques sur ce sujet à hautes températures sont très rares ou inexistantes.

Pour l'étude de l'influence de la température de chauffage et la taille des éprouvettes sur les résistances résiduelles à la compression du béton, trois types de moules ont été utilisés.

- Des moules cubiques de 50 x 50 x 50 mm
- Des moules cubiques de 100 x 100 x 100 mm
- Des moules cylindriques de 110 x 220 mm

Les éprouvettes ont été chauffées à des températures allant de 25 °C à 1250 °C et refroidis dans l'air ambiant. Il est à noter qu'à la température de 1250 °C, presque tous les cubes de 50 x 50 x 50 mm ont fondu, les cubes de 100 x 100 x 100 mm eux aussi ont fondu au point qu'ils s'étaient collés au fond du four. De ce fait, les résultats sont donnés pour les températures allant de 25 °C à 1050 °C seulement (figure 4.21).



Figures 4.21.A Résistance résiduelle relative du BO



Figures 4.21.B. Résistance résiduelle relative du BHP



Figures 4.21.C. Résistance résiduelle relative du BHP-PP



Figures 4.21.D. Résistance résiduelle relative du BHP-PM

Pour un même béton, à la température ambiante, la résistance à la compression déterminée sur des cubes est plus grande que celle déterminée sur des cylindres.

A 25 °C, les rapports des résistances à la compression  $f_{cu100}$  (déterminées sur cube de 100 x 100 x 100 mm) et  $f_{cu50}$  (déterminées sur cube de 50 x 50 x 50 mm) pour le BO, BHP, BHP-PP et BHP-PM sont

0.917, 0.882, 0.933 et 0.918 respectivement. Les rapports  $f_{cu100} / f_{cy}$  (déterminés sur cylindres de 110 x 220 mm) sont 1.245, 1.128, 1.131 et 1.129 pour le BO, BHP, BHP-PP et BHP-PM respectivement. On constate que la résistance à la compression dépend de la forme et de la taille des éprouvettes ainsi que de la classe de résistance du béton. Ce résultat est en concordance avec le Code CEB-FIP 1990 [96] qui préconise, pour la conversion des résistances des cubes et des cylindres, les valeurs de 1.25 pour le béton ordinaire et 1.12 pour le béton à haute résistance. Les travaux de Kim et al. [97], Mansur et al. [98] et Seong et al. [99], reportent des résultats semblables. Ils préconisent un facteur de conversion globalement de l'ordre de 1.2 et qui doit être diminué graduellement en fonction de la classe de résistance du béton.

A hautes températures (250 °C à 1050 °C), l'analyse statistique de la variation du rapport  $f_{cu100} / f_{cy}$  en fonction de la température montre que ce dernier suit une loi puissance de la forme :

 $\frac{(\underline{f_{auo}} 4 - 1)}{f_{cy}} \cdot T^{B}$ 

 $f_{cu100}$  : Résistance à la compression déterminée sur cube en MPa

 $f_{cy}$  : Résistance à la compression déterminée sur cylindre en MPa

A, B : Constantes

T : Température en °C

Les valeurs des constantes A et B (déterminées par régression non linéaire) et les coefficients de corrélation ( $R^2$ ) sont donnés dans le tableau 4.3

Classe du béton	A	В	$R^2$
BO	1.1712	-0.0064	0.96
BHP	1.1219	-0.0005	0.96
BHP-PP	1.1233	-0.0006	0.96
BHP-PM	1.1216	-0.0004	0.96

Tableau 4.3: Valeurs du modèle de variation  $f_{cu100} / f_{cy}$  en fonction de la température de chauffage

L'amortissement de l'accroissement de l'équation 4.1 et d'après la figure 4.21, on peut conclure qu'à haute température la résistance résiduelle du béton dépend beaucoup plus de la forme des éprouvettes que de leurs tailles.

### 6. Taux d'absorption initial

Le taux d'absorption Initial (ISAT) de l'eau par la surface du béton est la quantité d'eau absorbée par unité de surface du béton et durant un intervalle de temps donné, mesuré depuis le début de l'essai sous une charge hydraulique et une température constante. Cet essai a été initialement développé comme une méthode de laboratoire pour la mesure de la porosité du béton.

L'essai de taux d'absorption initial a été mené sur des cubes en béton de 100x100x100 mm selon la procédure indiquée dans le BS 1881: Partie 5. Les taux d'absorption de l'eau ont été relevés à 10, 30, 60 et 120 min immédiatement après le début de l'essai.



Figure 4.22. Variation de l'ISAT en fonction de la température de chauffage (BHP)

Les résultats de cet essai, pour le cas du béton à haute performance, sont présentés dans la figure 4.22 Pour tous les intervalles des essais, les valeurs de l'ISAT augmentent progressivement et quasi linéairement avec la température de chauffage allant de 25°C à 500 °C. Cela prouve que l'évolution de l'endommagement du béton dans cet intervalle de température se traduit principalement par l'augmentation de la capillarité et de la perméabilité causées par les changements de phase et par les déformations thermiques du matériau. Dans l'intervalle des températures élevées 500 °C - 1050 °C, le taux d'accroissement des valeurs de l'ISAT devient beaucoup plus rapide. A ces températures, la fissuration en surface du béton est plus visible. L'évolution rapide de l'endommagement du béton dans cet intervalle de température résulte d'une dégradation importante du matériau suite aux processus de séchage, de changement des phases, déshydratation et de la décomposition du matériau qui se traduit par une augmentation considérable de la densité de fissuration. Il est à noter que pour le béton BO, l'évolution de l'ISAT est globalement semblable a celui du BHP. Les valeurs de l'ISAT dans le domaine des températures 25°C - 500 °C sont plus grandes que celles du BHP, alors que dans le domaine des températures 500 °C - 1050 °C, c'est l'inverse. Cela nous permet de dire que les BHP sont beaucoup plus sensibles aux températures élevées que les bétons ordinaires.

# 7. Porosité totale

La porosité de béton est une caractéristique importante qui caractérise la durabilité d'un béton. Une grande porosité est préjudiciable à la résistance et la perméabilité du béton, particulièrement dans le cas des bétons fissurés en milieu agressif.

La porosité du béton durci a été déterminée selon la méthode ASTM C642. Les résultats de variation de la porosité totale du BHP en fonction de la température de chauffage est donnée sur la figure 4.23 Similairement aux résultats de l'ISAT, une augmentation de la température de chauffage allant de 25°C à 500 °C, conduit à une faible augmentation de la porosité du BHP. L'accroissement de la porosité dans cet intervalle de température est de l'ordre de 4%. Au-delà de 500 °C, cet accroissement augmente de manière exponentielle. La valeur de l'accroissement de la porosité dans l'intervalle des températures 500 °C - 1050 °C est de l'ordre de 62%. Les éprouvettes présentent en effet un dense réseau de fissures ouvertes.



Figure 4.23. Porosité totale en fonction de la température de chauffage

Pour le BO, les valeurs de la porosité sont plus grandes que celles du BHP dans l'intervalle des températures 25°C à 500 °C alors que dans le domaine des températures 500 °C - 1050 °C, l'accroissement de la porosité est beaucoup moins important que celui du BHP.

La présence des fibres de polypropylène dans le BHP-PP augmente la valeur de la porosité au-delà de 250 °C ; cela est dû à la fusion de ces fibres à la température de 160-170 °C, offrant ainsi une protection à ces BHP contre l'éclatement et l'écaillage suite à une exposition aux températures élevées.

### 8. Air occlus dans les bétons durcis.

Les valeurs de l'air occlus dans le béton frais ont été obtenues par la méthode ASTM C 23-04 (aéromètre à béton). Les quantités pour trois spécimens désignés par S1, S2 et S3 ont été mesurées et leur moyenne calculée ; les valeurs obtenues ont été comparées avec les résultats obtenus par la méthode économique de traitement d'images, que nous avons proposé pour des bétons durcis. Ces résultats sont groupés dans le tableau 4.3 et sont également reproduits sur la Figure 4.24.

Classa da	Valeurs de l'air occlus (%)							
Classe de	N	Méthode économique				ASTM	C 231-0	04
DetoII	$S_1$	$S_2$	<b>S</b> <sub>3</sub>	Moyenne	$S_1$	$S_2$	<b>S</b> <sub>3</sub>	Moyenne
BO	2.4	3.4	2.3	2.7	3.5	2.7	3.1	3.1
BHP	1.2	1.0	1.3	1.2	2,0	2,5	2,1	2.2
BHP-PP	5.2	5.7	6.3	5.7	4.8	5.4	5.1	5.1

Table 4.3: Valeurs de l'air occlus mesuré par les deux méthodes



Figure 4.24: Valeurs de l'air occlus obtenues par l'ASTM C 231-04 en fonction de ceux obtenues par la méthode

Ces résultats montrent qu'il existe une très bonne corrélation entre ces deux procédures. Des résultats similaires ont été reportés par Peterson et al. [83] en se basant sur l'étude de l'évaluation de l'air occlus des bétons frais et durcis par les quatre méthodes d'analyse d'image et par la méthode ASTM C 457.

# 9. Densité de fissuration

Les informations sur la densité et la distribution des fissures sont utiles pour déterminer la température minimum d'exposition. Cette propriété a été déterminée par la méthode économique de traitement d'image. La figure 4.25, montre l'état de surface du béton chauffé à différentes températures. La figure 4.26 montre le degré de fissuration du béton ordinaire en fonction de l'augmentation de la température de chauffage. La densité de fissuration est mesurée en unités de mm de longueur de la fissure par cm<sup>2</sup>. Chaque point de longueur de fissure est une moyenne mesurée dans 20 différents carrés de 40x40 mm<sup>2</sup>.



Figure 4.25. Etat de surface du béton chauffé à différentes températures



Figure 4.26. Densité de fissuration en fonction de la température de chauffage

Selon la figure 4.25, au-delà 500 °C, la densité de fissuration augmente fortement avec la température. A 1050 °C, la valeur de densité est quarante cinq fois supérieure à celle à température ambiante (de référence) et à 1250 °C, elle est cent six fois plus grande que la densité de fissuration du béton non chauffé. L'augmentation de la densité de fissuration explique très bien l'évolution de l'ISAT et de la porosité.

# 10. Microstructure des bétons endommagés.

# 10.1 Observation par microscope électronique à balayage

Les micrographes obtenus par microscope électronique à balayage (MEB) sur des bétons ordinaires (BO) et des bétons à haute performances (BHP) à température ambiante 25 °C et chauffés à 250 °C, 750 °C et 1050 °C sont présentés sur la figure 4.27.

La surface de l'échantillon de béton ordinaire qui n'a pas été soumis à des températures élevées (figure 4.27.A) ne présente pas de faciès d'altération et non plus de fissure particulière. La structure dense du BHP et la présence des cristaux d'ettringite pointus dans une vacuole (figure 4.27.B) témoignent que ce matériau n'a pas été dégradé thermiquement.

A 250 °C, des fissures au sein de la pâte de ciment du béton ordinaire sont visibles suite au départ de l'eau (figure 4.27.C); alors que pour le BHP (figure 4.27.D), il est bien clair que les produits d'hydratation formés jusqu'à 250 °C ayant une structure massive des CSH et sa porosité reste relativement faible.

A 750 °C (figures 4.27.E et 4.27.F), on note bien une densification de la microstructure et une augmentation de la porosité résultante des phénomènes de déshydratation et décomposition des granulats calcaires. Enfin, à 1050 °C (figure 4.27.G et 4.27.H), on observe une transformation de phase, densification et vitrification de la matrice cimentaire. En effet, la décomposition des sulfoaluminates de calcium hydratés (ettringite et monosulfoaluminate) conduit entre autres à la formation de produit anhydre tel que l'anhydrite (CaSO<sub>4</sub>) et formation d'une structure vitreuse. Ceci s'explique probablement par le remplacement au cours de l'échauffement des liaisons hydrauliques par des liaisons céramiques [100] qui débutent à partir de 1000 °C.

Ces observations sont proches de celles obtenues par Piasta [101], Lin et al. [102], Wang et al. [103] et Luigi et al. [104].



Figure 4.27.A. Micrographe du BO à 25 °C



Figure 4.27.C. Micrographe du BO à 250 °C



Figure 4.27.E. Micrographe du BO à 750 °C



Figure 4.27.B. Micrographe du BHP à 25 °C



Figure 4.27.D. Micrographe du BHP à 250 °C



Figure 4.27.F. Micrographe du BHP à 750 °C



Figure 4.27.E. Micrographe du BO à 1050 °C



Figure 4.27.F. Micrographe du BHP à 1050 °C

# **10.2.** Observation par diffraction aux rayons X.

La figure 4.28 illustre les diagrammes de diffraction des rayons X des bétons BO et BHP à température ambiante (25°C) et chauffés à 250°C, 500°C et 750°C. Il est clair que la portlandite (CH) a été diminuée avec l'augmentation de la température jusqu'à 750 °C. Cela est dû à la décomposition thermique d'hydroxyde de calcium qui commence à 570°C. Fondamentalement, l'hydroxyde de calcium est mois important dans le BHP que dans le béton ordinaire, cela est dû aux réactions pouzzolaniques. D'une manière générale, en augmentant la température on observe que certaines phases disparaissent tels que l'ettringite et les carboaluminates, tandis que d'autres phases qui ne peuvent pas être observées à température ambiante après chauffage, elles deviennent détectables. Le tableau 4.4 résume les principales phases observées avec l'augmentation de la température.

Pour un faible échauffement (jusqu'à 200°C), la diffractométrie des rayons X détecte la disparition des raies caractéristiques de l'ettringite et du monocarboaluminate de calcium hydraté.

L'ettringite commence à perdre son eau de constitution à partir de 80°C et devient amorphe pour des températures supérieures à 100°C. Ceci la rend alors indétectable par cette technique. De même, le monocarboaluminate de calcium hydraté se déshydrate à partir de 150°C. Ceci explique ainsi la disparition de leur raie caractéristique.



Figure 4.28 ; Diagrammes de diffraction des rayons X des bétons BHP et BO

Entre 250 et 500 °C, la diffraction des rayons X ne met pas en évidence de changement caractéristique. Dans le domaine des températures comprises entre 500 et 750°C, la principale raie située à 4,9 Å de la portlandite disparaît. Ceci résulte de la déshydratation de la portlandite qui se produit entre 450 et 540°C. A 600°C, l'examen aux rayons X révèle la structure encore très bien cristallisée du chlorite (silico-aluminate hydraté ferromagnésien), avec néanmoins une modification notable du spectre par rapport à celui du béton initial. En effet, la raie principale du chlorite situé à 14Å est déplacée vers 13,5Å alors que la raie secondaire vers 7Å disparaît. L'échauffement du béton à 750°C conduit également à de légères modifications minéralogiques de la muscovite. La raie principale se déplace de 10Å à 9,9Å. A 750 °C, le chlorite est décomposé et la raie de diffraction vers 13,5Å disparaît du diagramme.

Pour le cas des bétons denses (BHP), le phénomène appelé «l'autoclavage interne » peut être observé dans ces bétons chauffés. La vapeur d'eau qui remplit le réseau poreux tend à s'échapper du béton. Si elle n'arrive pas à s'échapper facilement, la pression de vapeur augmente. La température et la pression de la vapeur qui augmentent, favorisent l'apparition des réactions hydrothermiques. Les réactions de ce type entraînent des changements significatifs de la microstructure des hydrates. Le phénomène est bien connu dans le domaine de la préfabrication qui emploie parfois des autoclaves.

Ce phénomène dans le cas des pâtes de ciment soumises aux températures élevées a été observé par Piasta [105]. Il conduit à une augmentation de la quantité de  $Ca(OH)_2$ . Au-delà de 200 °C, la carbonatation de la portlandite s'accélère. Ceci se manifeste par la diminution de la quantité de  $Ca(OH)_2$  en corrélation avec l'augmentation de la quantité de  $CaCO_3$ .

Mináral	Température						
Milleral	25°C	250°C	500°C	600°C	800°C		
Ettringite	9,7 Å	n.e.	n.e.	n.e.	n.e.		
Carboaluminates	7,57 Å	n.e.	n.e.	n.e.	n.e.		
Géhléniten	e.n.	e.n.	e.n.	e.n.	n.e.		
Portlandite	4,9 Å	4,9 Å	4,9 Å	n.e.	n.e.		
Calcite	3,03 Å	3,03 Å	3,03 Å	3,03 Å	n.e.		
Muscovite	10 Å	10 Å	9,9 Å	9,9 Å	9,85 Å		
Leuciten	e.n.	e.n.	e.n.	e.n.	n.e.		
Trémolite	8,43 Å	8,43 Å	8,43 Å	8,43 Å	8,43 Å		
Chlorite1	14,05 Å	14,05 Å	14,05 Å	13,5 Å.	n.e		

Tableau 4.4. Evolution de la minéralogie des hydrates [100]

n.e. = non existence

Les réactions hygrothermiques qui sont recherchées en autoclave pour augmenter la résistance au jeune âge du béton, peuvent apparaître durant l'échauffement du matériau et en présence de pressions internes de vapeur d'eau. Ainsi, la nature des hydrates peut changer au cours de l'échauffement affectant la résistance et le module d'élasticité (Verbeck et al. [106]).

Cependant, la déshydratation reste un de phénomènes majeurs durant l'échauffement de la pâte de ciment. La déshydratation change les hydrates en anhydres. Le volume des anhydres qui se créent est inférieur à celui des hydrates de départ. Ceci entraîne une augmentation de la porosité du système. La porosité totale augmente et la taille caractéristique des pores change.

### 10.3. Analyse par ATD et ATG du béton

Pour suivre l'évolution des phases solides caractéristiques du béton au cours de l'échauffement, l'analyse thermique différentielle (ATD) a été utilisée. Une prise d'essai de 200 mg de BHP (non chauffé) a été analysée suivant un chauffage linéaire depuis la température ambiante jusqu'à 1100°C avec une vitesse de 10°C/min.

La figure 4.29 montre la courbe des signaux ATD du béton de référence (non chauffé). Sur cette figure, on remarque trois pics importants distincts. Ces pics sont liés à des changements structurels produits par des transformations physico-chimiques complexes dans le béton au cours de chauffage.

Le premier pic qui coïncide avec une température de 116.0°C est associé à l'évaporation de l'eau libre ainsi qu'à la déshydratation de silicate de calcium hydraté (CSH) et de l'ettringite. Juxtaposé, un petit pic endothermique est observé à la température de 176.5°C ; ce pic indique la transformation des monocarboaluminates de calcium hydratés. Le pic observée à la température de 397.2°C montre une décomposition de la brucite (Mg(OH)<sub>2</sub>).

Le second pic endothermique important apparaît avec une température de 473.2°C, il est lié à la décomposition de la portlandite en chaux libre selon la réaction:

$$Ca(OH)_2CaO + H_2O$$
 (Equ. 4.2)

Le troisième pic coïncide avec la température de 902.5°C. Il est bien définit dans la littérature que dans l'intervalle des températures entre 700°C et 900°C les calcaires se décomposent, donc ce pic indique la décomposition des carbonates de calcium (CaCO<sub>3</sub>) dits aussi calcite, en libérant de la chaux selon la réaction:

# $CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$ (Equ. 4.3)

Notons que la déshydratation reste un des phénomènes majeurs durant l'échauffement des bétons. La déshydratation change les hydrates en anhydres. Le volume des anhydres qui se créent est inférieur à celui des hydrates de départ. Ceci entraîne une augmentation de la porosité totale du système.



Figure 4.29. Analyse thermique différentielle (ATD) du BHP

### 11. Vitesse de propagation des impulsions ultrasonores

Les corrélations entre les résistances à la compression et la vitesse de propagation du son ont déjà été utilisées pour essayer de prévoir les performances mécaniques. En outre, grâce au caractère instantané et non destructif de l essai, il est possible de suivre les évolutions avec la variation des températures. Ainsi, il nous a paru important de vérifier si ces corrélations persistent lorsqu'on est en présence de hautes températures. C'est une tentative d'appliquer ces mesures très simples et facilement réalisables sur les bétons endommagés à l'aide de l'équipement PUNDIT.

La figure 4.30 présente les résultats de l'essai de la vitesse des impulsions ultrasonores (UPV) en fonction de la température de chauffage. La fréquence des impulsions utilisées dans les essais sur le béton (transducteurs 54 kHz) est beaucoup plus faible que celle utilisée dans les essais sur les métaux. La longueur d'onde du signal est d'environ 7.62 centimètres. Comme le montrent les résultats des essais, la vitesse des d'impulsions s'amortit avec l'augmentation de la température maximale de

traitement et cela pour tous les régimes de refroidissement. En d'autres termes, le niveau des dommages est relativement proportionnel à la température maximale. Nous remarquons que la vitesse des ultrasons dans les éprouvettes soumises aux régimes de refroidissement rapide est plus faible que celui dans les éprouvettes refroidies dans l'air (refroidissement naturel). Cela implique que le refroidissement rapide contribue à l'accroissement de dommages. Toutefois, cette tendance ne s'applique pas à la comparaison entre le régime de refroidissement par immersion dans l'eau et le régime de refroidissement naturel parce que les éprouvettes ont été temporairement immergées dans l'eau, et l'eau pénètre dans leurs pores et leurs fissures. En conséquence, les résultats des essais issus des éprouvettes soumises à un refroidissement par immersion dans l'eau ne donnent pas une indication précise du niveau de dommage.

Les variations de la vitesse de propagation et le taux d'amortissement des impulsions sonores sont également influencés par la classe du béton.

Dans le BO, la vitesse des impulsions est moins importante que dans le BHP et leur décroissement en fonction de la température est parabolique dans le BO et le BHP-PM (fig. 4.30-A, 4.30-D), quasi linéaire dans le BHP (fig. 4.30-B) et hyperbolique dans le BHP-PP (fig. 4.30-C).

A la température de 250 °C, une légère augmentation de l'UPV est constatée, alors que pour les autres températures et pour les autres bétons on a un décroissement continuel de l'UPV.



Figure 4.30-A Vitesse des ultrasons en fonction de la temperature (BO)



Figure 4.30-B Vitesse des ultrasons en fonction de la temperature (BHP)









### 12. Dureté de la surface du béton

Grace au scléromètre, on peut rapidement et approximativement examiner la qualité d'un béton. L'essai consiste à mesurer en surface la dureté d'impact qui dépend de la résistance du béton à testé.

Les lectures des valeurs de rebondissement sont présentées sur la figure 4.31.

Les mesures de rebondissement ne présentent pas de changements significatifs dans l'intervalle de température  $25^{\circ}$  C –  $300^{\circ}$  C. Elles montrent même une légère augmentation car ces température de séchage et de durcissement de la couche de surface et les valeurs de rebondissement sont influencées principalement par l'état de la surface de béton à une profondeur ne dépassant pas 3 cm.

Globalement, l'évolution des valeurs de rebondissement en fonction de la température et de mode de refroidissement vont dans le même sens que les résistances à la compression obtenues par écrasement des cubes de béton. Pour les grandes résistances (cas des BHP où  $f_{c28} > 70$  MPa), le scléromètre ne permet pas d'examiner l'évolution de la résistance à la compression en fonction de la température comme le montre la figure 4.31 dans l'intervalle de températures 25 °C - 250 °C. Cette limitation est due à la valeur maximale du rebondissement ( $R_{max} = 55$  équivalent à  $f_{c28} = 70$  MPa)

L'essai au scléromètre est souvent utilisé parallèlement avec la vitesse des impulsions ultrasonores. Pour cela, nous avons tenté de corréler la résistance à la compression (fc) à l'UPV et la valeur de rebondissement (R). Par régression multiple non linéaire, à l'aide du logiciel *STATISTICA V10.0*, la meilleure relation qui relie ces trois paramètres, ayant un coefficient de corrélation R2=0.96, est la suivante :

$$f_{cu100} = A + B \cdot e^{(C \cdot R + D \cdot UPV)}$$
(Equ. 4.4)

<i>f</i> <sub>cu100</sub>	: Résistances à la compression déterminée sur cube en MPa
A, B, C et D	: Constantes
R	: Valeur de rebondissement
UPV	: Vitesse des impulsions ultrasonores en m/s <sup>2</sup>














Figure 4.31-C Valeur de rebondissement (R) en fonction de la temperature (BHP-PM)

## 14. Conclusion

Ce chapitre a permis de mettre en évidence la réponse du béton à des hautes températures, les variations de ces propriétés physiques et mécaniques ainsi que l'évolution de sa microstructure avec l'augmentation de la température. Plusieurs points peuvent être soulignés :

- 1. L'augmentation de la température au-delà de 250°C induit des dégradations notables des bétons et des changements considérables au niveau de leurs microstructures.
- 2. Les dimensions géométriques des pièces en béton favorisent la dégradation de masse lorsqu'elles sont faibles. L'influence de la taille des éprouvettes sous hautes températures n'a pas été étudiée auparavant. Très peu de recherches ont pris en considération ce facteur, mais juste à température ambiante.
- 3. La prolongation de la durée de chauffage accroît l'endommagement des bétons.
- 4. Les fibres polypropylènes améliorent le comportement au feu des bétons à hautes résistances et mieux encore si elles sont combinées avec des fibres métalliques.
- 5. Les résultats du test de l'absorption initiale ont montré que l'absorption de l'échantillon augmente lorsque la température et le refroidissement augmentent de taux. En outre, les résultats des essais

ont montré que les dommages thermiques dans le béton sont plus importants sous l'effet de la vitesse de refroidissement que sous l'effet du temps de retenue de la température cible.

- 6. les propriétés physiques et mécaniques du béton sont considérablement sensibles la température maximale et à la vitesse de refroidissement.
- 7. La perte de poids en dessous de 250 °C a été plus forte que celle au-dessus de 250 °C parce qu'elle est régie par l'évaporation de l'eau libre. La perte de poids à des températures supérieures à 250 °C est due à la perte de l'eau adsorbée et liée chimiquement dans le spécimen. La perte de poids est régie par la déshydratation.



## **Conclusions générale**

L'objectif de ce travail était d'apporter une contribution aux nombreuses recherches entreprises pour comprendre le comportement des bétons, notamment les bétons à hautes performances (BHP), soumis à de hautes températures.

Une des originalités de ce travail a résidé dans le développement d'une méthode simple et économique pour l'évaluation de la teneur en air occlus dans les bétons durcis et aussi les mesures de la densité de fissuration de surface du béton endommagé par les hautes températures.

Les matériaux qui ont fait l'objet de cette étude sont des bétons formulés spécialement pour les besoins de l'étude. Les caractéristiques mécaniques de ces bétons ont été établies à la température de référence à 25°C et comparées avec celles déterminées aux températures de 250°C, 500°C, 750°C, 1050°C et 1250°C. L'étude a consisté en la réalisation des observations du comportement mécanique sous différents cycle de chauffage et de refroidissement. Une telle approche nous a permis d'obtenir des informations très utiles pour les investigations post incendie et l'évaluation de la durabilité des bétons sinistrés. Afin de mettre en évidence l'influence du mode de refroidissement sur les valeurs des résistances résiduelles, des essais ont été menés sur des bétons refroidis par arrosage avec de l'eau ou par immersion dans l'eau.

Cette étude nous a permis d'observer les différences entre le comportement déterminé sous refroidissement rapide et refroidissement naturel du même matériau (même gâchage), testé après le même cycle de chauffe. Parmi les résultats intéressants de cette étude, nous pouvons citer la comparaison du comportement des bétons ordinaires et ceux à hautes performances avec ou sans ajouts de fibres polypropylènes et métalliques ainsi que l'étude du couplage température-temps. Sur la base des résultats obtenus, nous pouvons établir des conclusions concernant le comportement mécanique à haute température en mettant en évidence l'influence de ce facteur. Tout d'abord, nous avons constaté une diminution progressive des résistances mécaniques suite à l'échauffement.

Cette analyse expérimentale permet de déduire que l'eau libre est fortement responsable du développement des pressions internes et que la réduction de la teneur en eau doit induire de meilleures performances vis-à-vis de l'éclatement. Ces performances peuvent être largement améliorées par une augmentation de la microporosité ouverte du BHP. La présence de la porosité ouverte permet l'évacuation de l'eau au cours d'échauffement tout en minimisant les pressions de vapeur. Ce but peut être atteint par ajout de fibres polypropylènes en quantité 0.1-0.3 % du volume du béton, qui en

fondant à la température de 171°C créent les chenaux d'évacuation de la vapeur. Cette technique est déjà bien répandue dans la pratique et est préconisée par le document Eurocode 2.

Pour cette raison, nous nous sommes intéressés au comportement à hautes températures de ces bétons à hautes performances contenant des fibres polypropylènes. Tout d'abord, nous avons observé les changements provoqués par la température dans la structure de ces bétons. Notamment une technique de porosité à l'eau a été employée pour observer l'apparition de la porosité supplémentaire par rapport aux bétons non fibrés. De plus, les observations au microscope électronique à balayage ont été menées et celles-ci ont beaucoup enrichi cette étude.

Nous avons observé comment la présence des fibres dans le BHP et, après leur évaporation, la porosité supplémentaire, va modifier le comportement de ces bétons. Nous avons pu noter une réduction des performances mécaniques à l'état de référence due aux problèmes liés au compactage de ces bétons et en contrepartie, une nette amélioration du comportement à haute température. Les valeurs relatives de résistance en compression à 250°C des bétons fibrés par rapport au BHP sans fibres ont été de 30% plus importantes. Ceci a été attribué à la fonction des fibres décrite auparavant.

La comparaison des valeurs de la résistance en compression obtenues avec les valeurs proposées par les documents codificatifs en vigueur Document Technique Unifié, a été effectuée. Les valeurs de la résistance en compression relatives obtenues pour tous les bétons à haute performance restent inférieures aux valeurs attendues proposées par la norme DTU.



## **Bibliographie**

- ACI Committee 363. 1993. State-of-the-Art Report on High-Strength Concrete (ACI 363R-92). ACI Manual of Concrete Practice. American Concrete Institute, Detroit, MI, Part 1, 55pp.
- 2. P. C. Aitcin ,A. Neville, 1993. *High-Performance Concrete Demystified*. Concrete International, Jan, Vol. 15, No. 1, pp. 21-26.
- 3. S. W. Forster. 1994. *High-Performance Concrete Stretching the Paradigm*. Concrete International, Oct, Vol. 16, No. 10, pp. 33-34.
- 4. C. H. Goodspeed, S. Vanikar, et R. A. Cook. 1996. *Haut-Performance Concrete Defined pour Highway Structures*. International concret, fév., vol. 18, numéro 2, pp 62-67.
- Mohammad S. Z., Etude du comportement Thermo Hydrique d'une paroi en béton à hautes performances; Application au cas des enceintes de confinement en situation accidentelles, thèse Soutenue le 22 janvier 1999, INSA de Lyon
- By the High Performance Concrete Technology Delivery Team HIGH PERFORMANCE CONCRETE STRUCTURAL DESIGNERS' GUIDE, U.S. Department of Transportation, Federal Highway Administration, First Edition March 2005
- National Ready Mixed Concrete Association NRMCA, What, Why & How? Hight Strenght Concrete, CIP 33/1090/15.0/DMSC 2001
- Long T. Phan Nicholas J. Carino, Dat Duthinh, and Edward Garboczi International Workshop on Fire Performance of High-Strength Concrete, NIST, Gaithersburg, MD, February 13-14, 1997 Proceedings

- 9. Knut F Garshol, A *new fire protection mortar with unique properties*, Technical paper ITA Conference, Sydney, Australia, March 2002
- 10. The Concrete Centre, Concrete and Fire, USING CONCRETE TO ACHIEVE SAFE, EFFICIENT BUILDINGS AND STRUCTURES, First published 2004
- Henry Persson, Anders Lönnermark, *Tank Fires; Review of fire incidents 1951–2003*, SP Swedish National Testing and Research Institute, SP Report 2004
- INERIS, Développement d'une méthodologie d'évaluation des effets thermiques et toxiques des incendies d'entrepôts (DRA-03), Rapport intermédiaire Comportement de structures soumises à un incendie. Premières réflexions Direction des Risques Accidentels MAI 2001
- 13. Comportement au feu des tunnels routiers, Guide méthodologique, Centre d'études des tunnels, Mars 2005
- 14: Diederichs, U., Jumppanen, U. M. and Pentalla, V. "*Material properties of high strength concrete at elevated temperatures.*" LABSE 13th Congress, Helsinki. (1988).
- Bazant, Z.P ; Kaplan, M. Concrete at high temperature: material behaviour and mathematical modelling. Londonlonman concerte design and conconstruction series, 1996.412 p.
- Piasta, J. Heat deformations of cements phases and microstructures of cement paste, Matériaux et Constructions, N°102, pp.415-420. 1984.
- DIEDERICHS, U., JUMPPANEN, U. M. and PENTALLA, V., 1992. 'Behavior of high strength concrete at elevated temperatures'. Espoo 1989. Helsinki University of Technology, Department of structural Engineering, Report 92 p 72.

- CASTELLOTEA M., ALONSOA, C., ANDRADEA, C., TURRILLASA, X., CAMPOC, J., 'Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied byneutron diffraction', Cement and Concrete Research 34 (2004) 1633–1644
- Fichant, S. Endommagement et anisotropie induite du béton de structures : Modélisation approchée. Thèse de Doctorat de l'ENS-Cachan, 1996.
- Noumowé, N.A. Effet de hautes températures (20°C-600°C) sur le béton. Casparticulier du BHP. Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon, 1995.
- 21. SCHNEIDER, U. 'Behaviour of concrete under thermal steady state and non-steadt state conditions', Fire and Materials 1976. 1, pp. 103-115
- KHOURY, G.A., GRAINGER, B.N. and SULLIVAN, G.P.E. 'Strain of concrete during first heating to 600°C under load'. Magazine of concrete research, 1985. Vol 37, pp 195-215.
- Kalifa, P. & Tsimbrovska, M. Comportement des BHP à hautes températures, État de la question et résultats expérimentaux. Cahier de CSTB n° 3078
- 24. Kalifa, P. et Menneteau, F.D. *Mesures de pression, température et perte en masse dans les bétons à hautes températures*, Rapport BHP 2000
- 25. SLIWINSKI J., EHRENFELD W.: Déformation thermiques des pâtes et des mortiers avec ajout de fumée de silice à haute température, Proc. of Int. Conf. « Concrete & Concrete Structures », University of Żilina, Slovakia, 1999, 83-88
- 26. Fichant, S. Endommagement et anisotropie induite du béton de structures : Modélisation approchée. Thèse de Doctorat de l'ENS-Cachan, 1996.

- BAZANT Z. P & KAPLAN M. F. (1996), "Concrete at High temperatures, Material properties and mathematical models", Concrete Design & Construction Series, © Longman, Group Limited 1996.
- 26. SCHNEIDER, U. 'Behaviour of concrete under thermal steady state and non-steadt state conditions'. Fire and Materials 1976. 1, pp. 103-115
- 27. KHOURY, G.A. 'Strain components of nuclear-reactor-type Nuclear Engineering and Design, 1995. nº 156, pp 313-321
- 28 KHOURY, G.A., GRAINGER, B.N. and SULLIVAN, G.P.E. 'Transient thermal strain of concrete :literature review, conditions within specimen and behaviour of individual constituents'. Magazine of concrete research, 1985. Vol 37, No 132, pp 131-144
- 29 PARROT, L. 'A study of transitional thermal creep in hardened cement paste'. Magazine of concrete research, Vol. 31 N 107. June 1979, pp.99-103
- ULM, F.J. 1999 'Couplages thermo-chémo-méchaniques dans les bétons'. Un premier bilan. Etudes et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées
- 31. ULM, F.J., COUSSY, O., BAZANT, Z.P.'The "*Chunnel*" *Fire. I: Chemoplastic Softening in Rapidly Heated Concrete*', Journal of Engineering Mechanics, March 1999, pp 272-282
- ILLSTON, J.M., SANDERS, P.D., 'The effect of temperature change upon the creep of mortar under torsional loading'. Magazine of Concrete Research. Vol.25; No.84. September 1973. pp 136-144
- KHOURY, G.A., MAJORANA, C., KALIFA, P., AARUP, B., GIANNUZZI, M., CORSI,
  F. 'The HITECO project on the effect of heat on high performance concrete, 1999

- Fahmi H.M., Bresler B., Polivka M. 'Prediction of creep of concrete at variable temperatures'. American Concrete Institute Journal, Proceedings. Vol. 70, No. 10, 1973, pp. 709–713.
- 35. Arthenari S., Yu C.W. '*Creep of concrete under uniaxial and biaxial stresses at elevated temperatures*'. Magazine of Concrete Research. Vol. 19, No. 60, 1967, pp. 149–156.
- Parrot, L. T. A study of transitionnal thermal creep in hardened cement paste. Magazine of Concrete Research, 1979, vol 31, n°107, p 99-103.
- 37. Mounajed G., Obeid W. Thermo-hygro-mechanical coupling of saturated and nonsaturated porous media, modelling by using finite element method » Workshop on modelling of deterioration in composite building components due to heat and mass transfer, Britsukuba, Japon, 22-23 janvier 1998.
- 38. Mounajed G., Obeid W. Un modèle thermo-hygro-mécanique pour la simulation du comportement au feu des bétons. –première conférence internationale Albert CAQUOT, modélisation et simulation en génie civile : de la pratique à la théorie. ENPC, 3-5 octobre 2001.
- Mounajed, G. Exploitation du nouveau modèle béton numérique dans SYMPHONIE. Cahiers du CSTB, n°3421 septembre 2002.
- 40. Mounajed, G., Boussa, H., Menou, A. Thermal mechanical damage of concrete exposed to high temperature. First International Conference on Applications of Porous Media Jerba, Tunisia, June 02-08, 2002.
- Mounajed, G., Ung Quoc, H., Boussa, H. Develpment of a new concrete damage model "MODEV" in SYMPHONIE F.E. code: Application to metallic anchor bolts. The Second Biot Conference on Poromechanics, August 26-28, 2002, Grenoble. France, p 917-923.

- 42. Mounajed G., Menou A., Boussa H., Pineaud A., Remond S. &, Cabrillac, R. « *Comportement au feu des bétons. Approche multi échelles de l'endommagement thermique et identification expérimentale des paramètres* », Revue Française de Génie Civil, 2003.
- 43. Mounajed G., Menou A., Boussa H., La borderie Ch. & Carre H. « Multi-scale approach of Thermal damage: Applications to concrete at high temperature». Fifth International Conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures, Vail, Colorado, 12-16 April 2004
- 44. RILEM TC 129-MHT: '*Compressive strength for service and accident conditions*. Materials and structures'. 28, pp 410-414.
- 45. RILEM TC 129-MHT: 'Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures; Part 4: Tensile strength for service and accident conditions' Materials and Structures / Matériaux et Constructions, Volume 33, mai 2000, pp 219 223
- RILEM TC 129–MHT.'Test methods for mechanical proprieties of concrete at high temperatures, Recommendations, Part 6 – Thermal Strain. Materials and Structures', supplement March 1997, pp 17-21
- RILEM TC 129–MHT. 'Test methods for mechanical proprieties of concrete at high temperatures, Recommendations, Part 7 – Transient Creep for service and accident conditions', Materials and Structures, Vol.31, June 1998, pp 290-295
- 48 RILEM TC 129–MHT. 'Test methods for mechanical proprieties of concrete at high temperatures, Recommendations, Part 8 – Steady – state creep and creep recovery for service and accident conditions', Materials and Structures, Vol.33, January –February 2000, pp 6–13
- ABRAMS, M., 'Compressive strength of concrete at temperatures to 1600 F'. ACI Special Publication SP 25, Détroit 1971.

- DIEDERICHS, U., JUMPPANEN, U. M. and PENTALLA, V., 1992. 'Behavior of high strength concrete at elevated temperatures'. Espoo 1989. Helsinki University of Technology, Department of structural Engineering, Report 92 p 72.
- MALHOTRA, V.M., WILSON, H.S. ET PAINTER, K.E., *Performance of gravelstone* concrete incorporating silica fume at elevated temperatures, Proc. of 1989 Trondheim (Norway) Conference, pp 1051-1076.
- 53. NOUMOWE, N.A. Effet de hautes températures (20°C-600°C) sur le béton. Casparticulier du BHP. Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon, 1995
- 54. KHOURY, G.A. Compressive strength of concrete at high temperatures: a reassessment.
  Magazine of Concrete Research, 1992. 44, n° 161, pp 291-309
- 55. Felecitti, R. & Gambarova, P.G. On the residual proprieties of high performance siliceous concrete exposed to high temperatures. Mechanics of Quasi-Brittle materials and structures, edited by G. Pijaudier-Cabot, Zdenek Bittnar & Bruno Gérard. Paris: Hermes, 1999, p 167-186.
- 56. CASTILLO, C. and DURRANI, A.J., 'Effect of transient high temperature on highstrength concrete', ACI Materials Journal, Jan-Feb 1990, pp 47-53
- PAPAYIANNI, J., VALIASIS, T. 'Residual mecanical proprieties of heated concrete incorporating different pozzolanic materials'. Materials and Structures, 1991.Vol. 24, pp 115-121
- PIMIENTA, P. « Propriétés des BHP à haute température Etude bibliographique ».
  Cahiers du CSTB. Cahier du CSTB n° 3352 Livraison 421 Juillet Août 2001.
- 59. MARECHAL, J. C. Variation in the moduls of elasticity and poisson ratio with temperature. ACI seminar on Concrete for Nuclear Reactors, Berlin1970.

- PINEAUD, A., REMOND, S., CABRILLAC, R., MENOU, A., BOUSSA, H., MOUNAJED, G. 'Etude expérimentale de l'influence des hautes températures sur l'énergie de fissuration des BHP'. Actes de XXIèmes Rencontres Universitaires de Génie Civil, La Rochelle 2-3 juin 2003, vol.1, p. 257-264
- 61. SHAH, S.P. AHMAD, S.H. 'Structural properties of High Strength Concrete and its Implicatios for Precast Prestressed Concrete'. PCI Journal. November-December 1985.
- 62. Harmathy, T.Z. et W.W. Stanzak, 1970. *Elevated temperature tensile and creep properties of some structural and prestressing steels*, American Society for Testing and Materials, STP 464 on Fire Test Performance, Philadelphie, PA, pp. 186-208.
- 63. Hertz K.D. "Limits of Spalling of Fire-Exposed Concrete", Fire Safety Journal 38 (2003) pp 103-116
- 64. Fibermesh®, F.E.D. No. 9 *The anti-spalling effects of polypropylene fiber on concrete during fires*, 2002
- 65. PAPAYIANNI, J., VALIASIS, T. 'Residual mecanical proprieties of heated concrete incorporating different pozzolanic materials'. Materials and Structures, 1991.Vol. 24, pp 115-121
- 66. IL-SEOK OH, *Effects of Aggregates on the Properties of Concrete*, CE566B Term Project Civil Engineering Department Iowa State University April 24, 2001
- Kodur, V.K.R. and McGrath, R., "Performance of High Strength Concrete Columns under Severe Fire Conditions", Proceedings Third International Conference on Concrete Under Severe Conditions, Vancouver, BC, Canada, pp. 254-268, 2001.

- MALHOTRA, V.M., WILSON, H.S. ET PAINTER, K.E., 'Performance of gravel stone concrete incorporating silica fume at elevated temperatures'. Proc. of 1989 Trondheim (Norway) Conference, pp 1051-1076.
- 69. KALIFA P., MENNETEAU F.D., QUENARD D., *Spalling and pore pressure in HPC at high temperatures*, Cement and Concrete Research, August, 2000, pp 1915-1927
- EMIGLIA, M. FELICETTI, R., GAMBAROVA, P.G., S Residual Capacity of HSC Thermally Demaged Deep Beams. Journal of Structural Engeneering, March 1999. pp 319-327
- VERBECK, G., COPELAND, L.E. 'Some physical and chemical aspects of high pressure steam curing'. Menzel symp. on high pressure steam curing. ACI publication 1972. SP-32, p.1-13.
- 72. Phan, L.T. "*Fire Performance of High-Strength Concrete*: A Report of the State-of-the-Art", National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD, pp. 105, 1996.
- Kodur, V.R., Sultan, M.A. "Structural behaviour of high strength concrete columns exposed to fire" Proceedings: International Symposium on High Performance and Reactive Powder Concrete, Vol. 4, 217-232, Sherbrooke, Quebec, 1998.
- Kodur V.K.R.; Cheng F.P.; Wang T.C. "Effect of strength and fiber reinforcement on the fire resistance of high strength concrete columns", ASCE Journal of Structural Engineering, 129(2), pp. 253-259, 2003.
- 75. Lars Kützing, Some Aspects of Designing High Performance Concrete with Fibre Cocktails LACER No. 3, 1998

- 76. Zdenek P. Bazant, Analysis of Pore Pressure, Thermal Stress and Fracture in Rapidly Heated Concrete, NIST Workshop on Fire Performance of High-Strength Concrete February 13-14,1997
- 77. X. Stefano Dal Pont, *Lien entre la perméabilité et l'endommagement dans les bétons à haute température*, thèse Soutenue le 21 Septembre 2004 au laboratoire L.A.M.I. ENPC.
- Bentz D.P., The virtual cement and concrete testing laboratory consortium annual report 2001. National institute of standards and technology, US department of commerce, décembre 2001
- Dupain R., Lanchaon R., Saint-Arroman J.C Granulats, Sols, Ciments et Bétons Caractérisations des matériaux de génie civil par les essais de laboratoire. Collection A. Capliez, educalivre, édition Casteilla mai 1995 P.256
- 72. H.L. Kennedy, The function of entrained air in concrete, J. ACI. 14, (1943) 529-542
- 73. T.C. Powers, *The air requirement of frost-resistant concrete*, Proc. Highway Res. Board 29, (1949)184-202.
- 74. American Society for Testing and Materials, Standard Test Method for Microscopical Determination of Parameters of the Air-Void System in Hardened Concrete, Designation: C 457 - 90, Philadelphia, PA, (1995).
- 75. Sommer, H.,"*The Precision of the Microscopical Determination of the Air-Void System in Hardened Concrete*" Cement, Concrete, and Aggregates, Vol. 1, No 2, (1979) 49-55,.
- Saucier, F., Pleau, R., and Vezina, D., "Precision of the Air Void Characteristics Measurement by ASTM C 457: Results of an Interlaboratory Test Program" Canadian Journal of Civil Engineering, Vol. 23, (1996). 1118-1128,.

- Simon, M., An Interlab Evaluation of the Variability in the ASTM C 457 Linear Traverse Method: Final Report, No. OR06-009/R198-006B, Missouri Department of Transportation Organizational Results, 83 p., December 2005.
- Peterson, K., Sutter, L., Van Dam, T., "Air Void Analysis of Hardened Concrete with a High-Resolution Flatbed Scanner" Proceedings of the 24th International Conference on Cement Microscopy, San Diego, California, (2002), 304-316.
- Carlson, J., Sutter, L., Peterson, K., Van Dam, T. "An Update on Application of a Flat-Bed Scanner for Performing ASTM C 457" Proceedings of the 27th International Conference on Cement Microscopy, Victoria, British Columbia, Canada, 2005
- Peterson, K., Air-Void Analysis of Hardened Concrete: Helping Computers to Count Air Bubbles like People Count Air Bubbles - Methods for Flatbed Scanner Calibration Ph.D. dissertation, Michigan Technological University, April 2008.
- Peterson, K., Air void analysis of hardened concrete via flatbed scanner M.Sc. thesis, Michigan Technological University, May 2001.
- Betcolour, <u>http://www.jetcolou.com/products/jcw.html</u> Aqueous Inkjet Colorants & Dispersions, web page accessed on June 17, 2009
- 83. Karl W. Peterson, Niels Thaulow, Chris W. Baumgart, Hisaaki Furuichi, Mitzi Casper Dipayan Jana, A round robin test on measurements of air void parameters in hardened concrete by various automated image analyses and ASTM C 457 method. Proceedings of the twenty-ninth conference on cement microscopy Quebec City, PQ, Canada, May 20-24, (2007), 34-69
- 84. U.H. Jakobsen, C. Pade, N. Thaulow, D. Brown, S. Sahu, O. Magnusson S. De Buck, G. De Schutter, *Automated air void analysis of hardened concrete a Round Robin study*, Cement and Concrete Research 36 (2006) 1444–1452

- Peng GF, Chan SYN, Anson M. Chemical kinetics of C–S–H decomposition in hardened cement paste subjected to elevated temperatures up to 800 °C. Advanced Cement Research 13 (2001) 47–52
- Peng GF, Yang WW, Zhao J, Liu YF, Bian SH, Zhao LH. Explosive spalling and residual mechanical properties of fiber-toughened high performance concrete subjected to high temperatures. Cement and Concrete Research 36 (2006) 723–727.
- Phan LT. Fire performance of high-strength concrete: a report of the state-of-the-art, NISTIR 5934. Building and Fire Research Laboratory, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD; 1996.
- 88. Husem M. The effects of high temperature on compressive and flexural strengths of ordinary and high-performance concrete. Fire Safety Journal 41 (2006) 155-163
- Min L. ChunXiang Q. Wei S. Mechanical properties of high-strength concrete after fire, Cement and Concrete Research 34 (2004) 1001–1005
- 90. Phan LT. Fire performance of high-strength concrete: a report of the state-of-the-art. Gaithersburg, Maryland: NISTIR 5934, Building and Fire Research laboratory, National Institute of Standards and Technology; 1996.
- 91. Ali F. Is high strength concrete more susceptible to explosive spalling than normal strength concrete in fire. Fire Mater 2002;26:127-30.
- 92. Phan LT, Carino NJ. *Mechanical properties of high strength concrete at elevated temperatures*. Gaithersburg, Maryland: NISTIR 6726, Building and Fire Research laboratory, National Institute of Standards and Technology; 2001
- Gonnerman, H.F., Effect of size and shape of test specimen on compressive strength of concrete. Proceedings ASTM. Vol. 25 (1925). Part 2, 237–250.

- 94. Gyengo, T.,. *Effect of type of test specimen and gradation of aggregate on compressive strength of concrete*. Journal. ACI 33 (1938), 269–283.
- 95. Murdock, J.W., Kesler, C.E., *Effect of length to diameter ratio of specimen on the apparent compressive strength of concrete*. ASTM Bulletin. 221 (1957), 68–73.
- CEB-FIP Model Code, Comite Euro-International du Beton (CEB), Bulletin D'Information No. 203/205, Lausanne, (1993) 437 pp.
- 97. Kim, J.K., Yi, S.T., Yang, E.I., Size effect on flexural compressive strength of concrete specimens. ACI Struct. J. 97 (2000) 2, 291–296.
- 98. Mansur, M.A., Islam, M.M.,. Interpretation of concrete strength for nonstandard specimens. J. Mater. Civil Eng. ASCE 14 (2002) 2, 151–155.
- 99. Seong-Tae Yi, Eun-Ik Yang, Joong-Cheol Choi, Effect of specimen sizes, specimen shapes, and placement directions on compressive strength of concrete, Nuclear Engineering and Design 236 (2006) 115–127
- 100. Techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées, *Présentation des techniques de diagnostic de l'état d'un béton soumis à un incendie, Méthodes d'essai n°*62, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Décembre 2005, ISSN 1167-489X, 119p.
- 101. Piasta, J.. "Heat deformations of cement paste phases and the microstructure of cement paste", Materiaux et Constructions, 17(102) 1984, 415-420.
- 102. Lin, W.M., Lina, T.D., and Powers-Couche, L.J.. "Microstructures of Fire-damaged concrete", ACI materials journal, 93 (3), 1996, 199-205.

- 103. Wang, X.S., Wu, B.S., and Wang, Q.Y. (). "Online SEM investigation of microcrack characteristics of concretes at various temperatures", Cement and Concrete Research, 35, 2004, 1385-1390.
- 104. Luigi Biolzi, Sara Cattaneo, Gianpaolo Rosati, Evaluating residual properties of thermally damaged concrete, Cement & Concrete Composites 30 (2008) 907–916
- 105. PIASTA, J. 'Heat deformation of cement phases and microstructure of cement paste'. Materials and structures: research and testing. RILEM. Paris. Vol. 17, n° 102, (1984) 415-420.
- 106. VERBECK, G., COPELAND, L.E. 'Some physical and chemical aspects of high pressure steam curing'. Menzel symp. on high pressure steam curing. ACI publication 1972. SP-32, p.1-13.