

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mohamed El Bachir Elibrahimi –

Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département Génie Civil



جامعة محمد البشير الإبراهيمي «برج بوعريريج»

كلية العلوم والتكنولوجيا

قسم الهندسة المدنية

Mémoire de fin d'étude

PRÉSENTÉ POUR L'OBTENTION
DU DIPLOME : Master

Filière : Génie Civil
Spécialité : Matériaux

THEME :

IMPACT DU RAPPORT EAU-CIMENT SUR LES MORTIERS SOUMIS AUX HAUTES TEMPÉRATURES

Préparé par : LAHOUASSA Ammar
KAALOUL Souhil

Soutenu le : 21/06/2016

Devant le jury composé de :

Mr. BOUZID Chaouki A/Allah	Président
Dr. MESSAOUDENE Ibrahim	Encadreur
Mr. ABDEMEZIAN Nabil	Examineur
Mr. AMRIOU A/Rachid	Examineur

Promotion : 2015/2016

Dédicaces

Avant tout, je tiens à remercier le dieu, et l'unique qui m'a offert le courage et la volonté nécessaire pour affronter les différentes de la vie.

Je dédie ce travail :

A mes parents et spécialement ma chère mère

A mes frères et mes sœurs

A kaaloul Souhil, mon cher ami et binôme

A tous mes amis

A mes collègues de promo master 2 génie civil

A tous les gens qui m'ont aidé de près ou de loin.

Lahouassa Ammar .

Dédicaces

Avant tout, je tiens à remercier le dieu, et l'unique qui m'a offert le courage et la volonté nécessaire pour affronter les différentes de la vie.

Je dédie ce travail :

A mes parents et spécialement ma chère mère

A mes frères et mes sœurs

A Lahouassa Ammar , mon cher ami et binôme

A tous mes amis

A mes collègues de promo master 2 génie civil

A tous les gens qui m'ont aidé de près ou de loin.

kaaloul Souhil.

Remerciement

Il n'est jamais facile de faire des remerciements, toujours peur d'oublier quelques noms ou des proches alors que nous vous prions de bien vouloir nous excuser si les lignes qui vont suivre vous paraissent incomplètes. Les gens qui nous entourent savent bien à quel point on les remercie.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude envers DIEU de nous avoir guidé dans la réalisation de ce modeste travail.

Nous tenons à remercier notre promoteur Dr . Messaoudene Ibrahim, pour le suivi, le soutien, les conseils et les encouragements qu'il nous a attribués.

Nous adressons nos remerciements à tous les enseignants de génie civil qui ont participé dans notre formation.

Nous voudrions remercier l'ensemble de notre jury de thèse, qui a bien voulu examiner ce travail, aussi nous tenons à remercier Mr. Bouzid chaouki A/allah et Mr.Aabd El Mazean Nabil et Mr. amrio pour leurs conseils et soutiens, le responsable du labo Zoubir ,et Fatiha, pour leur disponibilité.

Nous adressons nos remerciements à Oussama, Rabeh, Abdarrahman, Mohamed, hakim, Usman, hadi, Antar, Nabil, Abd Latif,Redha,Thamer,Abdelbaki.

Aussi, nous adressons nos remerciements à Bochra,Siham,
, Nadjet, Asma, Hanane, ...et tous nos collègues.

Et tous qui a nous aidé à réaliser notre travail.

Chapitre 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction.....	3
1.1. COMPOSITION ET HYDRATATION D’UN CIMENT PORTLAND.....	3
1.1.1 Composition d’un ciment portland.....	3
1.1.1.4 Aluminoferrite tétra calcique (C ₄ AF).....	5
1.1.1.1 Silicate tricalcique (C ₃ S).....	4
1.1.1.2 Silicate bicalcique (C ₂ S).....	4
1.1.1.3 Aluminate tricalcique (C ₃ A).....	4
1.1.1.4 Aluminoferrite tétra calcique (C ₄ AF).....	5
1.1.1.5 Les composés mineurs.....	5
1.1.2 Hydratation du ciment Portland.....	6
1.1.2.1 Hydratation du C ₃ S et du C ₂ S.....	6
1.1.2.2 Hydratation de C ₃ A.....	7
1.1.2.3 Hydratation de C ₄ AF.....	8
1.1.2.4 Hydratation en présence des additions minérales.....	9
1.2. MICROSTRUCTURE ET PROPRIETES FONDAMENTALES DES PATES DE CIMENT.....	9
1.2.1 Structure et morphologie des différents hydrates.....	9
1.2.1.1 Silicates de calcium hydratés (C-S-H).....	9
1.2.1.2 L’hydroxyde de calcium ou portlandite (CH).....	10
1.2.1.3 Les sulfoaluminates de calcium (AFt et AFm).....	11
1.2.1.4 La solution interstitielle.....	12

SOMMAIRE

1.2.2 Porosité et description du réseau poreux de la microstructure de la pâte de Ciment.....	12
1.2.2.1 Distribution des tailles de pores dans la pâte de ciment.....	13
1.2.2.2 Tortuosité et connectivité.....	15
1.2.3 Quelques paramètres influençant la structure poreuse de la pate de ciment.....	16
1.2.3.1 Influence du rappor E/C.....	16
1.2.3.2 Influence des additions minérales.....	17
1.2.4 Les différents états de l'eau dans la pâte de ciment.....	20
1.2.4.1 Eau de constitution ou eau chimiquement liée dans les hydrates.....	20
1.2.4.2 Eau physiquement liée ou eau adsorbée à la surface des hydrates.....	20
1.2.4.3 Eau dans les pores capillaires et les pores du gel.....	20
1.2.5 Interface pate-granulats ou zone de transition.....	20
1.3.EFFET DE HAUTE TEMPERATURE SUR LA MICROSTRUCTURE DU BETON.....	21
1.3. Effet de haute température sur la microstructure du béton.....	21
1.3.1 Principales modifications physico-chimiques du.....	21
1.3.1.1. Dans la pâte de ciment.....	21
1.3.1.2. Dans le squelette granulaire.....	25
1.3.2. Propriétés mécaniques du béton en fonction de la température.....	28
1.3.2.1. Résistance en compression.....	28
1.3.2.2. Résistance en traction à hautes températures.....	29
1.3.2.3. Module d'élasticité.....	30

SOMMAIRE

1.3.3. Les propriétés physiques	31
1.3.3.1. Perte de masse du béton.....	31
1.3.3.2. Evolution de la porosité.....	33
1.3.3.3. Variation de la densité apparente.....	35
1.3.4. Évolution des propriétés thermiques du béton avec la température	36
1.3.4.1 Conductivité thermique.....	36
1.3.5. Comportement au feu	37
1.3.5.1. Phénomène d'éclatement et d'écaillage.....	37
1.3.5.2. Effets de haute température sur l'énergie de fissuration du béton.....	40
Chapitre 2 : ETUDE EXPERIMENTALE	
2.1. Introduction	41
2.2. Les matériaux utilisés	41
2.2.1. Le ciment.....	41
2.2.2. Le sable normalisé.....	42
2.2.3. L'eau.....	43
2.2.4. Superplastifiants.....	43
2.3. MATERIELS UTILISE	43
2.3.1. Mini-cône	43
2.3.1.1. L'essai de mini cône.....	44
2.3.2. La confection des éprouvettes de mortier	47
2. 3.2.1. La confection des mortiers	47
2.3.2.1.1. La formulation du mortier normalise (EN 196-1).....	47

SOMMAIRE

2.3.2.1.2. Le malaxages.....	48
2.3.2.1.3. La préparation des éprouvettes.....	48
2.3.2.1.4. La conservation des éprouvettes.....	50
2.4. Les essais réalisés sur les matériaux utilisés.....	51
2.4.1. Les essais sur le mortier durci ;;	51
2.4.1.1. Les essais de la résistance mécanique.....	51
2.4.1.1.1. La résistance à la flexion NORME (EN 196-1).....	50
2.4.1.1.2. La résistance à la compression NORME (EN 196-1).....	52
2.5. Absorption capillaire.....	54
2.5.2. Grandeurs associées.....	54
2.6. Traitement thermique.....	56
2.6.1. Cycles de température.....	56
2.6.2. Eprouvette à l'intérieur du four.....	57
Chapitre 3 : RESULTATS ET DISCUSSION	
3.1 PROGRAMME EXPERIMENTAL.....	59
3.2 CARCTERISATION PHYSIQUE DES MORTIERS.....	60
3.2.1 Etude de la perte de masse.....	60
3.2.2 Absorption capillaire.....	61
3.3. CARACTERISATION MECANIQUE DES MORTIERS.....	62
3.3.1 Essai de compression.....	62
3.3.2 Essai de flexion.....	65
3.4 DISCUSSION DES RESULTATS.....	68
CONCLUSION GENERALE.....	70

Liste des tableaux

Chapitre 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau 1.1. Principaux constituants du ciment Portland et leurs caractéristiques.....5

Chapitre 2 : ETUDE EXPERIMENTALE

Tableau 2.1: Composition chimique et minéralogique du ciment CEM II/B 42.5.....41

Tableau 2.2. Les propriétés physiques et mécaniques de ciment utilisé.....42

Tableau 2.3. Caractéristiques du superplastifiant Medaflow 30.....43

Tableau 2.4. La masse totale (liquide) de MEDAFLOW 30.....44

Tableau 2.6. Opérations de malaxage des mortiers.....48

Chapitre 3 : RESULTATS ET DISCUSSION

Tableau 3.1: Résistances résiduelles de compression des mortiers.....62

Tableau 3.2: Résistances résiduelles de flexion des mortiers.....65

Liste des figures

Chapitre 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

- Figure 1.1.** Micrographie de clinker montrant ses quatre principales phases cristallines6
- Figure 2.22.** Disposition des éprouvettes de mortier dans le four.....6
- Figure 1.2.** Image de la précipitation des C-S-H et des cristaux de portlandite (lamelles hexagonales) obtenue en microscopie à balayage $G = \times 1010$7
- Figure 1.3.** Image des cristaux d'ettringite obtenue en microscopie à balayage.....8
- Figure 1.4.** Représentation schématique du C-S-H et de l'état de l'eau qui y est associé.....10
- Figure 1.5.** Représentation schématique d'un milieu poreux.....13
- Figure 1.6.** Echelle des porosités des matériaux cimentaires14
- Figure 1.7.** Modèle simplifié de la microstructure d'une pâte de ciment selon Powers
Particule de *CSH*; C : pore capillaire14
- Figure 1.8.** Modèle en couches de Feldman et Sereda. A : liaisons interfeuillettes, \times : eau dans les espaces intercouches, B : feuillettes de *C-S-H*, o : eau physiquement adsorbée, D : large pore du gel14
- Figure 1.9.** Longueur moyenne d'un pore par rapport à la longueur d'un échantillon.....15
- Figure 1.10.** Illustration de la tortuosité. Pour traverser cet échantillon, un fluide doit passer de vide en vide par les chemins préexistants (fissures, capillaires, etc.) et tous les cheminements possibles (exemple en pointillé) obligent le fluide à parcourir une longueur supérieure à celle de l'échantillon.....15
- Figure 1.11.** Représentation schématique de la pâte de ciment à l'état frais et à l'état durci,

LISTE DES FIGURES

montrent l'influence du rapport (E/C)	17
Figure 1.12. Illustration de l'effet filler.....	17
Figure 1.13. Effet de l'addition et du superplastifiant sur la distribution de la taille des pores des pâtes de ciment à E/C=0,6	18
Figure 1.14. Effet de l'addition et du superplastifiant sur la distribution de la taille des pores des pâtes de ciment à E/C=0,4.....	18
Figure 1.15. Influence des additions minérales sur la structure poreuse au cours du temps	19
Figure 1.16. Représentation schématique de la zone interface pâte - granulat	21
Figure 1.17. Courbes d'analyse thermo gravimétrique thermique et d'analyse thermique différentielle d'une pâte de ciment à différentes températures	22
Figure 1.18. Evolution des composants du ciment sous l'échauffement	23
Figure 1.19. Répartition des réactions de déshydratation du gel de C-S-H, de deshydroxylation de la Portlandite et de décarbonatation du carbonate de calcium dans la perte de masse issue des analyses thermiques différentielles D'une pâte de ciment traitée thermiquement	24
Figure 1.20. Courbes ATD des différents granulats. De haut en bas : calcaire, sable siliceux, basalte, sable silico-calcaire.Source (Khoury, 1992).	26
Figure 1.21. Transformations principales dues à la température entre la température ambiante et la température de la destruction du matériau béton	27
Figure 1.22. Résistance à la compression relative pour les bétons M30C, M75C, M75SC, M100C (Hager, 2004).....	29
Figure 1.23. Résultats des essais de résistance en traction relative obtenus par Thelandersson(1971), Felicetti & al (1985) comparés à ceux de la DTU et EUROCODE	30

LISTE DES FIGURES

Figure 1.24. Perte de masse des éprouvettes de béton étuvées à 105°C.	32
Figure 1.25. Comparaison de la distribution du volume cumulé fonction rayon d'accès des pores pour différents béton avant et après chauffage à 600°C.	34
Figure 1.26. Distribution des tailles des pores obtenus avec le porosimètre à mercure pour les bétons testés chauffés et non chauffés.	34
Figure 1.27. Densité apparente des bétons du Projet National BHP.....	35
Figure 1.28. Evolution de la conductivité thermique mesurée sur différents types de béton en fonction de la température.	36
Figure 1.29. Principales raisons d'apparition de l'écaillage, a) dilatation thermique empêchée d'après [89] b) pressions internes	38
Figure 1.30. Variations relatives de l'énergie de fissuration du béton avec La température (Heinfling, 1998).	40

Chapitre 2 : ETUDE EXPERIMENTALE

Figure 2.1. Sable normalisé.....	42
Figure 2.2. L'image sur les dimensions des granulats de sable normalisé.....	42
Figure 2.3. Mini cône.....	43
Figure 2.4. Schéma et dimensions du mini cône.....	43
Figure 2.5. La pâte de ciment.....	46
Figure 2.6.	46
Figure 2.7. Mesures de l'étalement sur pâtes.....	47
Figure 2.8. Le malaxeur à mortier.....	49
Figure 2.9. Le moule du mortier (4x4x16).....	50

LISTE DES FIGURES

Figure 2.10. La méthode de moulage des échantillons du mortier.....	50
Figure 2.11. Table de choc spécifié à la fabrication des mortiers.....	50
Figure 2.12. Les éprouvettes des mortiers et des pâtes de ciment avant le démoulage.....	50
Figure 2.13. Conservation des éprouvettes de mortier.....	51
Figure 2.14. Principe de la flexion sur prisme.....	51
Figure 2.15. L'éprouvette testée à flexion.....	52
Figure 2.16. La rupture en flexion.....	52
Figure 2.17. Le principe de l'essai à la compression du mortier.....	53
Figure 2.18. Eprouvette testée en compression.....	53
Figure 2.19. Dispositif expérimental de l'essai d'absorption capillaire.....	54
Figure 2.20. Représentation schématique de la cinétique d'absorption d'eau.....	55
Figure 2.21. Dispositif d'incendie.....	57
Figure 2.22. Disposition des éprouvettes de mortier dans le four.....	57
Figure 2.23. Évolution de la température en fonction du temps.....	58
 Chapitre 3 : RESULTATS ET DISCUSSION	
Figure 3.1: Evolution de la masse en Fonction du Rapport E/C et de la Température.....	60
Figure 3.2: Absorption capillaire.....	61
Figure 3.3: Resistance résiduelle en Compression.....	63
Figure 3.4: Resistance résiduelle relative en Compression.....	63
Figure 3.5: Microfissurations des mortiers au delà de 700 ⁰ C.....	64
Figure 3.6: Microfissurations des mortiers au delà de 800 ⁰ C.....	64
Figure 3.7: Resistance résiduelle en Flexion.....	66
Figure 3.8: Resistance résiduelle relative en Flexion.....	66

RESUME

La durabilité des bétons exige un contrôle efficace et effectif de tous les facteurs susceptibles d'affecter son comportement dans le temps. La teneur en ciment et le rapport eau-ciment sont les facteurs d'influence, de très loin les plus importants en matière de durabilité et qui doivent donc faire l'objet d'un contrôle suivi. C'est dans ce sens, que nous avons essayé dans ce travail expérimental de contribuer à la compréhension de l'influence du rapport eau-ciment sur les propriétés mécaniques des mortiers soumis aux températures élevées.

Des éprouvettes de mortier $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ sont étudiées. Quatre mortiers sont confectionnés conformément à la norme EN 196-1. Un mortier standard (sable normalisé, $E/C = 0,5$ et $C/S = 1/3$) et trois autres mortiers avec respectivement $E/C = 0,3$; $E/C = 0,4$ et $E/C = 0,6$. Les mortiers sont exposés à un chauffage lent dans un four jusqu'à la température cible (100, 200, 300, 400, 500, 600, 700 et 800°C) avec une rampe de $2^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, le palier de stabilisation dure une heure et le refroidissement s'effectue dans le four fermé jusqu'à température ambiante (environ $0,3^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$). Ce choix est guidé par les conditions incendie et intervention des secours. Ils sont ensuite testés en flexion 3-points et en compression. La perte de masse et l'absorption capillaire par immersion ont été étudiées.

Les résultats obtenus montrent qu'avant ou après sollicitations thermiques, les mortiers à fort rapport eau- ciment (0,5 et 0,6) présentent une diminution de résistance à la compression beaucoup plus marquée que les mortiers à faible rapport eau- ciment (0,3 et 0,4).

La résistance résiduelle à la flexion des différents mortiers présente une allure similaire à celle de la résistance résiduelle à la compression. Toutefois, dans la plage de température (200 à 300°C), nous avons observé une légère augmentation des résistances, surtout pour les rapports eau- ciment de 0,5 et 0,6.

Mots clés: Mortier, rapport eau-ciment, température, perte de masse, absorption capillaire, résistances.

ABSTRACT

Durability of concrete requires an efficient and effective control of all factors that may affect its behavior over time. The cement content and water-cement ratios the influencing factors, by far the most important sustainability and must therefore be monitored control. It is in this sense that we have tried in this experimental work to contribute to the understanding of the influence of water-cement ratio on the mechanical properties of mortars subjected to high temperatures.

4x4x16cm³ mortar specimens are studied. Four mortars are made in accordance with EN 196-1. A standard mortar (standard sand, W / C = 0.5 and C / S = 1/3) and three mortars with w / c = 0.3, respectively; W / C = 0.4 W / C = 0.6. Mortars are exposed to a slow heating in an oven up to the target temperature (100, 200, 300, 400, 500, 600, 700 and 800C) with a ramp of 2 ° C.min⁻¹, The stabilization step lasts one hour and cooling takes place in the closed oven to room temperature (about 0.3 ° C.min⁻¹). This choice is guided by the conditions and fire emergency services. They were then tested in three-point bending and compression. The loss of mass and capillary absorption by immersion was studied.

The results show that before or after thermal stress, mortars high water-cement ratio (0.5 and 0.6) show a decrease in compressive strength much greater than low water-cement ratio mortars (0.3 and 0.4).

The remaining flexural strength of different mortars has a similar shape to that of the residual compressive strength. However, in the temperature range (200 to 3000 C), we observed a slight increase in resistance, especially for water-cement ratios of 0.5 and 0.6.

Keywords: Mortar, water-cement ratio, temperature, mass loss, capillary absorption, resistors.

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

L'élévation de la température a de nombreuses conséquences, en terme phénoménologique, sur le matériau béton. Parmi ces conséquences « négatives », nous pouvons citer le retrait de dessiccation, la dilation thermique, le fluage et les transformations minéralogiques. Lors des expositions à des températures élevées, un matériau cimentaire subit un endommagement plus ou moins important. Le chauffage induit différentes modifications de ses propriétés et, en particulier, des changements de microstructure accompagnés de perte de résistances mécaniques et de masse [1-2]. Ces modifications sont respectivement responsables de la fissuration, de l'écaillage et de l'éclatement. Elles mettent en évidence la forte sensibilité des bétons exposés aux hautes températures, due essentiellement à l'eau résiduelle présente sous différentes formes en leurs seins. Sous l'effet de la chaleur, cette eau s'évapore et s'échappe de la pâte et entraîne une déshydratation des hydrates formés.

Les principales transformations de la matrice cimentaire avec une élévation en température sont décrites par [3-4] :

- Entre 30 et 105°C, on observe un départ de l'eau libre et une perte de l'eau liée[5,4] considère que l'eau libre est complètement éliminée à 120°C. [6] note une décomposition de l'ettringite et son élimination complète de la pâte de ciment avant 100°C. Entre 130 et 170°C, a lieu la double réaction endothermique de décomposition du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [4] [5]. Les premiers signes de destruction du C-S-H sont remarqués bien avant 100°C et se poursuivent jusqu'à 300°C [6] [7]. Entre 450 et 550°C, a lieu la décomposition de la Portlandite. Elle s'effectue en libérant de l'eau [4] [5] [8].

- La teneur en ciment et le rapport eau-ciment sont les facteurs d'influence, de très loin les plus importants en matière de durabilité et qui doivent donc faire l'objet d'un contrôle suivi. C'est dans ce sens, que nous avons essayé dans ce travail expérimental de contribuer à la compréhension de l'influence du rapport eau-ciment sur les propriétés mécaniques des mortiers soumis aux températures élevées (25-800°C).

Ce présent mémoire est structuré en trois chapitres :

- Le premier chapitre : consiste en une revue bibliographique sur les ciments, leurs hydratations et la durabilité des matériaux cimentaires soumis aux hautes températures

- Le deuxième chapitre présente les différents matériaux, matériels et méthodes d'essais utilisés.
- Le troisième chapitre est consacré aux résultats obtenus avec des discussions.

Les trois chapitres sont précédés par une introduction générale et suivis par une conclusion générale et perspectives.

CHAPITRE 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction :

Cette partie porte sur les constituants du ciment portland, leurs caractéristiques chimiques ainsi que leurs évolutions au cours de l'hydratation. Grâce à la simplicité de sa technologie, le ciment portland est de nos jours, le matériau le plus utilisé dans le domaine de la construction [9]. On peut théoriquement fabriquer du ciment Portland à partir de matériaux renfermant de la chaux, de la silice, de l'alumine et du fer. Quel que soit son lieu de fabrication, le ciment Portland possède toujours, à quelques exceptions près, la même composition.

Cependant, cette simplicité apparente cache une série de réactions chimiques très complexe que l'on ne sait pas toujours expliquer de façon précise. On peut donc dire que les produits à base de ciment Portland sont le fruit d'une technologie simple et d'une science complexe.

Ce premier chapitre a pour but de présenter essentiellement les aspects physicochimiques et microstructuraux liés à l'hydratation d'une pâte de ciment. En premier lieu, nous décrivons le ciment portland à l'état anhydre, puis les différents processus d'hydratation. En deuxième lieu, les différents aspects liés à la microstructure d'une pâte de ciment hydratée.

1.1. COMPOSITION ET HYDRATATION D'UN CIMENT PORTLAND:**1.1.1 Composition d'un ciment portland :**

Avant de décrire les mécanismes de l'hydratation du ciment il semble nécessaire de faire un rappel sur la nature et la composition du ciment le plus couramment utilisé. Et qui a d'ailleurs été utilisé dans ce projet, le ciment Portland.

Le ciment Portland est un liant hydraulique obtenu de la cuisson d'un mélange principalement composé de calcaire et d'argile. Ces matériaux doivent contenir respectivement des proportions appropriées de chaux (provenant de la pierre calcaire) et de fer, de silice et d'alumine (apportés par l'argile) [10]. Les matières premières sélectionnées sont broyées, moulues et dosées pour obtenir un mélange de composition chimique donnée. Le procédé de fabrication employé est sec ou humide; dans le procédé par voie sèche, le broyage, l'homogénéisation et le chargement du four se font avec des matériaux secs, alors que dans le procédé par voie humide, de l'eau est ajoutée et les mêmes opérations sont faites sur une pâte liquide. Après homogénéisation, les matières premières broyées sont introduites dans la partie supérieure d'un four. Dans la partie inférieure du four, la température est maintenue à environ 1450 °C pour transformer chimiquement la matière première en clinker de ciment. Le clinker est ensuite refroidi et réduit en poudre. Au cours de cette opération, on ajoute une faible

quantité de gypse (moins de 5%) afin de régulariser le temps de prise du ciment [11- 12]. Le produit pulvérisé ainsi obtenu constitue le ciment Portland. Le diamètre des particules de ciment est compris entre 1 et 80 μm et elles ont une surface spécifique mesurée avec l'appareil Blaine, de près de 300 m^2/kg [13], et une densité de l'ordre de 3,15.

Les ciments Portland sont normalement constitués à 95% de leur masse de quatre composants principaux qui sont :

1.1.1.1 Silicate tricalcique (C_3S) :

Cette phase constitue le composé principal du ciment (50 à 70%). Les cimentiers la désignent par le mot « alite » qui est une forme impure de C_3S . En effet, le C_3S contient soit en substitution des ions Ca ou Si, soit en insertion dans le réseau cristallin des traces de Mg, Al et Fe. Ces impuretés améliorent généralement la réactivité du ciment. La teneur en impureté du C_3S dépend, entre autres, de la nature des matières premières, de la température de cuisson et de mode de refroidissement du clinker. Il est bon de souligner que l'alite confère essentiellement sa résistance au ciment, en particulier à court terme [14].

1.1.1.2 Silicate bicalcique (C_2S) :

Le C_2S constitue entre 15 et 30% du ciment Portland. Les cimentiers le désignent par « bélite » qui est une forme impure de C_2S . Dans le C_2S , on retrouve, en plus du potassium, les mêmes ions étrangers que dans le C_3S , mais ils y sont en plus grande quantité. La bélite fournit au ciment sa résistance à long terme [14]. Il existe au moins quatre variétés polymorphiques de C_2S (α , $\acute{\alpha}$, β , γ) et leur domaine de stabilité est différent selon le chauffage et le refroidissement. La forme β est celle que l'on rencontre le plus souvent dans les clinkers industriels. Lors d'un refroidissement lent, la forme β peut se transformer en γ qui n'a aucune propriété hydraulique. Contrairement au C_3S , les propriétés hydrauliques du C_2S varient considérablement selon la variété polymorphique.

1.1.1.3 Aluminate tricalcique (C_3A) :

Le C_3A , qui représente de 5 à 10% de la composition du ciment Portland, est la phase du clinker dont la vitesse de réaction initiale est la plus importante. Dans les clinkers, la présence d'alcalis (surtout le sodium) modifie la symétrie cristalline du C_3A . Ainsi, selon la quantité totale d'alcalis dissous dans le réseau cristallin, le C_3A peut être cubique, orthorhombique ou monoclinique. Généralement dans le ciment, le C_3A est toutefois un mélange des formes

cubique et orthorhombique, mais rarement monoclinique. Le C₃A orthorhombique stabilisé par la présence de sodium est moins réactif que le C₃A cubique [15].

1.1.1.4 Aluminoferrite tétra calcique (C₄AF)

Le C₄AF représente entre 5 et 10% de la composition du ciment Portland. Les formes C₆A₂F et C₄AF sont les plus couramment rencontrées dans le ciment. La réactivité de l'aluminoferrite tétra calcique dans l'eau est modérée et elle augmente avec la teneur en alumine.

Les phases C₃A et C₄AF sont liquides à la température de formation du clinker, et elles constituent au cours du refroidissement, une phase interstitielle qui cristallise entre les cristaux de C₃S et C₂S.

1.1.1.5 Les composés mineurs :

Comme il a été dit précédemment, aucune des phases principales du clinker ne se trouve à l'état pur. La présence d'impuretés dans le clinker (MgO, sulfates alcalins, CaO₂) joue un rôle important sur les propriétés hydrauliques du ciment. Ces composés mineurs proviennent généralement des matières premières, du combustible et parfois des réfractaires ou des équipements.

Tableau 1.1. Principaux constituants du ciment Portland et leurs caractéristiques [16].

Composition approximative	3CaOSiO ₂	β-2CaOSiO ₂	3CaOA ₂ O ₃	4CaOA ₂ O ₄ Fe ₂ O ₃
Formule abrégée	C ₃ S	βC ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
Nom	Alite	Bélite		Phase ferrite
Principales impuretés	MgO, Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ ...	MgO, Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ ...	SiO ₂ , MgO, Alcalis...	SiO ₂ , MgO...
Forme cristalline commune	Monoclinique	Monoclinique	Cubique Orthorhombique	Orthorhombique
Proportion des composés présents (%)	35-65	10-40	0-15	5-15
Moyenne dans le ciment normal	50	25	8	8
Réactivité avec l'eau	Rapide	Lente	Rapide	Moyenne
Contribution à la résistance :				
• Bas âge	Bonne	Faible	Bonne	Bonne
• Long terme	Bonne	Excellente	Moyenne	Moyenne
Chaleur d'hydratation typique (kJ/kg)	Moyenne 120	Basse 60	Elevée 320	Moyenne 100

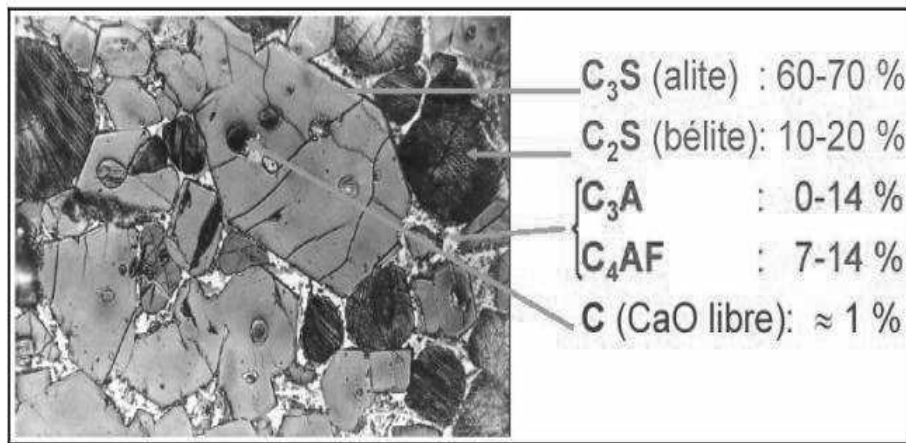


Figure 1.1. Micrographie de clinker montrant ses quatre principales phases cristallines [17].

1.1.2 Hydratation du ciment Portland :

La première théorie de l'hydratation du ciment date de la fin du siècle dernier [17]. Elle a été proposée par Le Chatelier (1887).

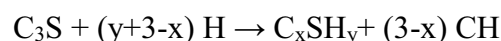
D'après la théorie de Le Chatelier ou théorie de la dissolution-cristallisation, le ciment mis en présence d'eau donne naissance à une solution sursaturée. Les composés anhydres se dissolvent puis les hydrates formés, peu solubles, précipitent sous forme de microcristaux, ce qui permet une nouvelle dissolution d'éléments anhydres. Les réactions se poursuivent jusqu'à la mise en solution de la totalité du liant. Le durcissement est alors dû à la multiplication et à l'adhérence des cristaux formés.

Comme le ciment portland est un mélange de différents constituants anhydres, il est nécessaire, dans un premier temps, de considérer séparément les processus d'hydratation de chacun de ces composants.

1.1.2.1 Hydratation du C_3S et du C_2S :

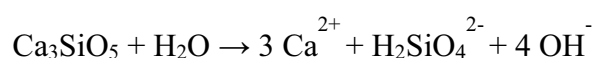
Elle produit des silicates de calcium hydratés notés C-S-H et de la portlandite [18-19].

La réaction complète est la suivante :

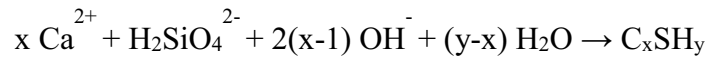


Elle peut être décomposée en trois étapes :

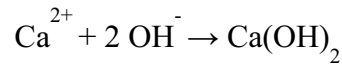
1) Dissolution congruente des grains de C_3S ayant subi une hydroxylation superficielle



2) Précipitation des ions silicates précipitent lorsqu'ils atteignent la sursaturation pour former des silicates de calcium hydratés de stœchiométrie variable. La dissolution du C_3S se poursuit simultanément



3) Précipitation des ions calcium sous forme de portlandite simultanément aux deux autres réactions.



L'hydratation du C_2S aboutit aux mêmes produits mais avec des cinétiques différentes .

Il existe cinq polymorphes du silicate bicalcique (ou bélite à pression ordinaire), mais seul le β - C_2S possède des propriétés hydrauliques significatives.

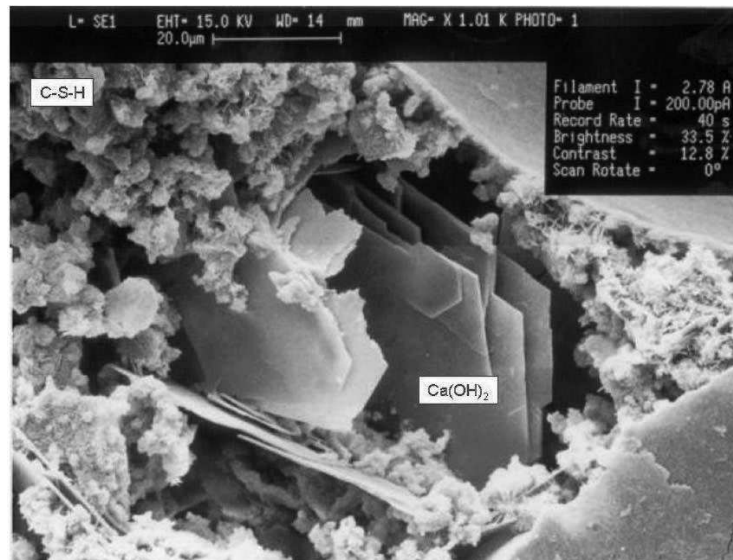
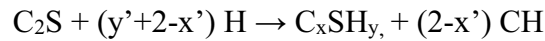
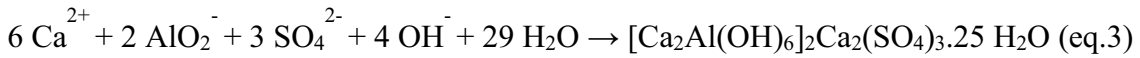
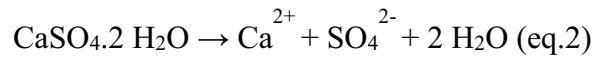
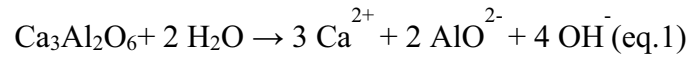


Figure 1.2. Image de la précipitation des C-S-H et des cristaux de portlandite (lamelles hexagonales) obtenue en microscopie à balayage $G = \times 1010$ [20].

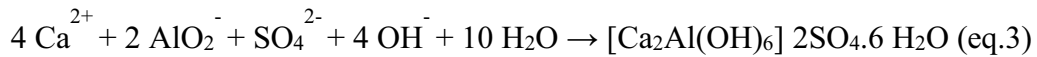
1.1.2.2 Hydratation de C_3A :

L'hydratation du C_3A , naturellement très réactif, dans le ciment, est contrôlée par l'ajout de sulfate de calcium sous forme de gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$), d'hémihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$) ou d'anhydrite (CaSO_4) [11-12]. Les réactions se déroulent selon la séquence suivante :

- 1) Période initiale de dissolution rapide du C_3A (eq.1) et du gypse (eq.2). Les ions se recombinaient instantanément pour former des cristaux d'ettringite ou trisulfoaluminate de calcium hydraté (TSA), de notation cimentière ($\text{C}_3\text{A} \cdot 3\text{CS} \cdot \text{H}_{32}$), composé apparaissant sous forme d'aiguilles très fines (eq.3).



2) Au bout de 10 à 24 heures, l'épuisement du gypse, généralement en défaut par rapport au C₃A (la formation d'ettringite consomme 3 moles de sulfate de calcium pour une mole de C₃A), fait chuter la concentration en ions sulfate. La solution devient sous-saturée par rapport à l'ettringite, qui est dissoute partiellement et qui forme avec le C₃A excédentaire du monosulfoaluminate de calcium hydraté [21], de notation cimentière (C₃A.CS.H₁₂)



A long terme, la composition en aluminates de la pâte de ciment dépend des proportions relatives de gypse et C₃A. Les ciments portland contiennent 8 à 12 % de C₃A et 5 % de gypse, soit un rapport molaire de 0,8 qui correspond théoriquement à un mélange de monosulfoaluminate de calcium hydraté et de C₃AH₆ issu de la réaction d'hydratation du C₃A seul, dont la réaction-bilan s'écrit : C₃A + 6 H → C₃AH₆. Cependant, l'analyse par diffraction des rayons X de pâtes de ciments courants hydratés, montrent généralement que la phase alumineuse majoritaire est l'ettringite.

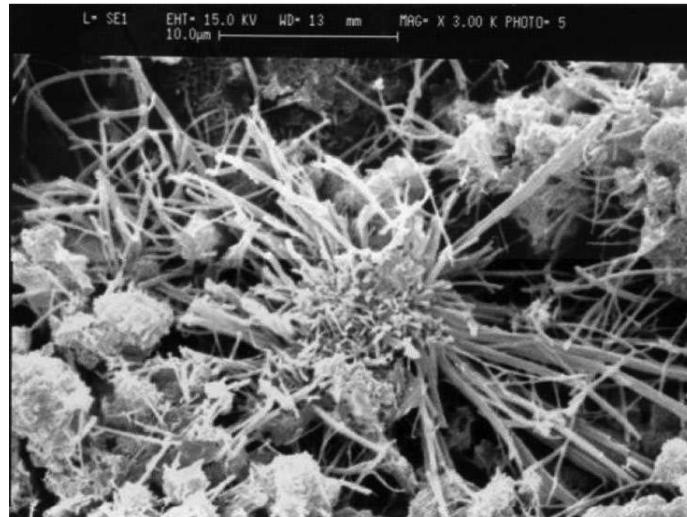


Figure 1.3. Image des cristaux d'ettringite obtenue en microscopie à balayage [20].

1.1.2.3 Hydratation de C₄AF :

L'hydratation du C₄AF est semblable à celle du C₃A mais la vitesse de réaction est plus lente et les hydrates formés contiennent du Fe₂O₃. Les produits de réactions sont les mêmes que ceux issus du C₃A en substituant aux aluminates des alumino-ferrites. En présence de sulfate de calcium, les phases hydratées sont C₃(A,F) 3CS.H₃₂, C₃(A,F) 3CS.H₁₂, et C₃(A,F) H₆.

1.1.2.4 Hydratation en présence des additions minérales :

Les additions minérales d'un ciment sont dites « pouzzolaniques » quand elles consomment l'hydroxyde de calcium de la pâte de ciment et la silice pour créer des CSH dits «secondaires», par opposition aux CSH obtenus par hydratation directe du C_3S et C_2S .

Le mécanisme d'hydratation de base reste le même pour un ciment ordinaire de type Portland et un ciment contenant des additions minérales, pourtant des différences sont observables. D'un point de vue cinétique, les réactions d'hydratation sont plus lentes en présence d'additions minérales. De plus, la nature des hydrates formes n'est pas la même.

La variation de composition de la solution porale en présence d'additions modifie le pH en fonction de la nature de celles-ci et influence la réactivité des espèces anhydres en orientant la formation des produits ou hydrates : l'hydroxyde de calcium n'est présent qu'en traces et la nature des CSH apparaît profondément changée (diminution du rapport C/S, variation morphologique) [22].

1.2. MICROSTRUCTURE ET PROPRIETES FONDAMENTALES DES PATES DE CIMENT :

La composition chimique et la morphologie de la matrice cimentaire influencent de façon significative les propriétés du béton. Ces caractéristiques de la pâte de ciment sont particulièrement déterminantes dans la durabilité des bétons exposés à des environnements agressifs. Les prochains paragraphes présentent brièvement la structuration et les propriétés fondamentales de la microstructure de la pâte de ciment.

1.2.1 Structure et morphologie des différents hydrates :

1.2.1.1 Silicates de calcium hydratés (C-S-H) :

Les hydrates les plus importants sont les C-S-H, ils sont de formes minéralogiques stables, quasi-insolubles, et représentent les parties majoritaires des hydrates dans la pâte de ciment hydraté (50 à 70%). il s'agit d'un gel qui influence en grande partie la plupart des propriétés de la pâte, notamment mécaniques et de durabilité [23].

Le gel de C-S-H est poreux, sa porosité représente environ 28% du volume total du gel. Les pores de gel, sont en fait les espaces qui contiennent de l'eau adsorbée sur les surfaces entre les feuillets. Ils sont de tailles très petites (20 Å à 30 Å).

• L'eau des pores de gel n'est pas "libre" car elle est fortement retenue sur les feuillettes par des forces de surface. Puisque les pores de gel sont extrêmement fins, ils contribuent très peu à la perméabilité de la pâte et du béton.

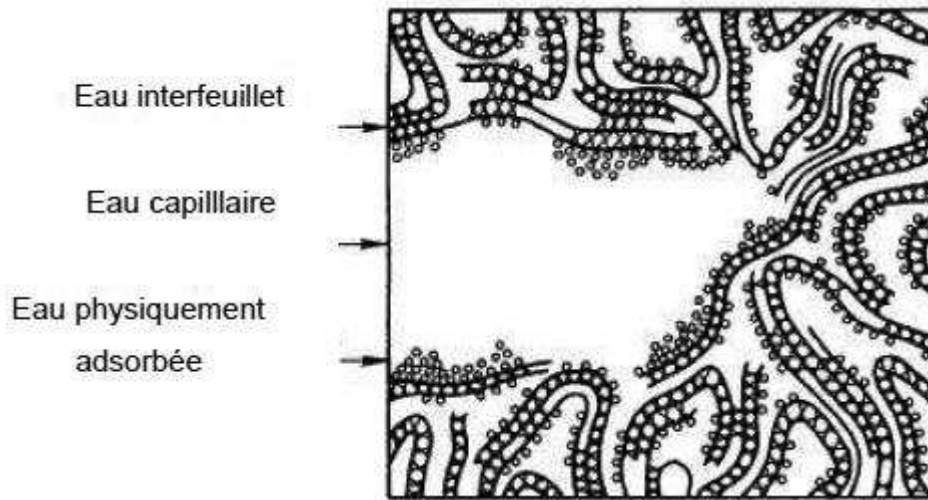


Figure 1.4. Représentation schématique du C-S-H et de l'état de l'eau qui y est associé [24].

Les C-S-H jouent le rôle de colle qui solidarise les granulats entre eux pour former un matériau rigide. Cette cohésion des C-S-H est due, en partie, aux forces de Van der Waals entre les particules colloïdales des C-S-H.

A l'équilibre (eq 4), le pH de la solution contenant les C-S-H est très alcalin et est voisin de 12,5. Les C-S-H sont des phases peu cristallisées dont l'équilibre en solution est complexe.



À des pH plus faibles, il peut y avoir lixiviation des ions Ca^{2+} . Les C-S-H subissent alors des transformations qui peuvent augmenter leur porosité et diminuer les propriétés mécaniques.

1.2.1.2 L'hydroxyde de calcium ou portlandite (CH) :

Très tôt après le coulage, le pH de la solution interstitielle des bétons se situe aux environs de 13,5. Lors des réactions d'hydratation, les silicates réagissent avec l'eau pour donner des hydrates (C-S-H) et la portlandite ($Ca(OH)_2$) légèrement soluble. Cette portlandite réagit avec les sulfates alcalins présents dans le ciment pour donner les hydroxydes correspondants :

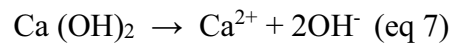


Le pH élevé est dû à la présence des ions OH^- provenant des bases alcalines et de la chaux dont la solubilité dépend précisément de la concentration en ions OH^- . Au bout de quelques heures, la solution interstitielle s'enrichit progressivement en bases alcalines $Na(OH)$ et

surtout K(OH), alors que la concentration en chaux décroît et devient négligeable à long terme ; ceci explique que le pH reste supérieur à 13 alors qu'une solution saturée de chaux n'a qu'un pH de 12,5.

La portlandite Ca(OH)_2 est un minéral stable en milieu basique. Elle se forme par précipitation dans l'espace poreux de la pâte de ciment. Elle représente 25 à 27 % de la pâte d'un ciment durcie, et 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.

L'équilibre chimique de la portlandite dans un milieu cimentaire sans présence d'alcalins s'établit à un pH très basique, de l'ordre de 12,4 et la concentration en calcium (21 mmol/kg) de la solution interstitielle s'écrit par l'équilibre suivant :



En présence d'alcalins (Na^+ , K^+), ces éléments fixent le pH de la solution interstitielle entre 13,5 et 14. La portlandite fixe alors uniquement la concentration totale en calcium en solution. L'équilibre de la portlandite (éq7) indique que cette concentration décroît de manière significative avec la hausse du pH.

Grace à la présence de la portlandite qui va en partie se trouver en équilibre de dissolution précipitation dans le réseau poreux rempli de l'eau de gâchage en excès qu'il sera possible de noyer les armatures d'acier dans la solution interstitielle du béton qui va passiver les aciers et inhiber leur corrosion. De plus, la portlandite est très sensible à un abaissement du pH de la solution interstitielle et, du fait de sa grande solubilité (solubilité 1,4 g/l), se dissout pour compenser le départ de certains ions surtout le calcium lors d'une agression chimique. Des essais expérimentaux [25] sur une pâte de ciment ont montré que la seule dissolution de la portlandite conduit à diviser par deux le module de Young de la pâte de ciment, ce qui a pour conséquence une diminution de la durabilité d'un béton.

1.2.1.3 Les sulfoaluminates de calcium (AFt et AFm) :

Ces hydrates sont minoritaires et occupent 15 à 20 % du volume solide de la pâte de ciment hydraté. On les retrouve généralement sous deux formes :

- Ettringite (trisulfoaluminates) aiguilles prismatiques.
- Monosulfoaluminate (plaquettes hexagonales).

L'ettringite est le seul minéral ternaire stable dans le système, par contre le monosulfoaluminate même dans les conditions normales n'est pas une forme stable et participe peu au développement de la résistance.

Par ailleurs la coexistence de ces deux minéraux contrôle la teneur en aluminat et sulfate en solution à de faibles teneurs.

1.2.1.4 La solution interstitielle :

Lors de l'hydratation, l'eau de gâchage se charge en ions. Ces ions ont pour origine les anhydres qui se sont dissous : C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF et gypse. La précipitation des hydrates se produit suivant des processus de germination et croissance de cristaux, en fonction de la concentration des ions de cette solution aqueuse, nommée dans la pâte de ciment hydratée la solution interstitielle.

La composition de la solution interstitielle pour une pâte de ciment hydratée se caractérise par une forte concentration en alcalins (de l'ordre de 100 à 300 mmol.l^{-1}), un pH très élevé (pH >13, 5 en présence d'alcalins) et une concentration en calcium assez faible (1 mmol.l^{-1}).

1.2.2 Porosité et description du réseau poreux de la microstructure de la pâte de ciment :

L'hydratation du ciment, conduit à la formation des différents hydrates qui se développent dans les espaces situés entre les grains de ciment anhydre initiaux. Il résulte de ce mode de remplissage des vides originels crée un réseau poreux [26] ayant une géométrie complexe et des dimensions très variables allant de quelques Angströms à la dizaine de micromètres [27].

Cependant, différents niveaux de connectivité peuvent exister pour un pore (**Figure 1.5**) :

- **Les pores aveugles ou bras morts** ; qui sont connectés uniquement par une voie. Ils peuvent donc être accessibles à un fluide extérieur mais ne participent pas au transport de matière à travers le matériau.
- **Les pores isolés** ; qui ne communiquent pas avec le milieu extérieur.
- **Les pores interconnectés** ; qui forment un espace continu dans le milieu poreux et participent au transport de matière à travers le matériau contrairement aux pores aveugles ou aux pores isolés. De plus, la présence de porosités, principalement interconnectées, permet aux agents potentiellement agressifs de pénétrer plus facilement à l'intérieur du matériau et donc d'atteindre rapidement les zones saines. Une porosité élevée du matériau permet donc une avance rapide du front de dégradation.

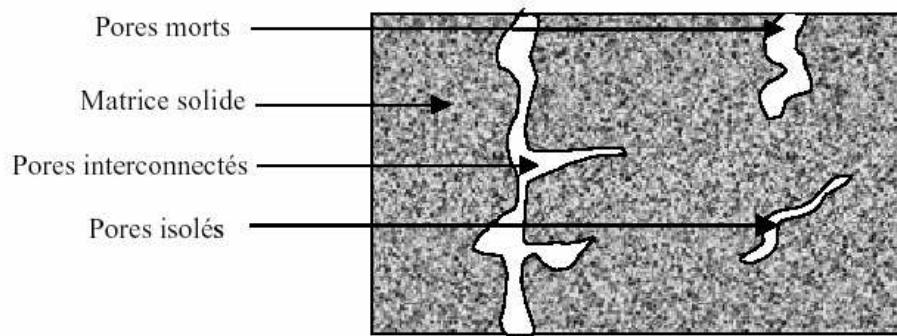


Figure 1.5. Représentation schématique d'un milieu poreux.

1.2.2.1 Distribution des tailles de pores dans la pâte de ciment :

On distingue conventionnellement deux types de pores [28]:

➤ Les pores capillaires :

Ces pores "capillaires", détectables par prosimètre au mercure sur des matériaux à fort rapport (E/C), sont des "vestiges" des espaces inter granulaires de la pâte fraîche, ils ont une taille de pores comprise entre (0,1 et 10 μm). Cette porosité occupe jusqu'à 30% du volume d'une pâte de ciment pour le cas d'un rapport (E/C = 0,65) [30].

➤ Les pores relatifs aux hydrates :

La porosité relative aux hydrates serait caractérisée par des vides plus petits, pratiquement pas affectés par le rapport (E/C) et qui seraient donc une caractéristique intrinsèque des hydrates formés. Dans cette catégorie de pores, sont à classer les pores du gel C-S-H de certaines modélisations (DAIMON & al. 1977) souvent citées dans la littérature :

- les pores inter-cristallites (espaces inter-lamellaires) situés entre les particules de gel.
- les pores intra-cristallites (espaces inter-feuillets).

Dans ce dernier cas, il s'agit d'espaces extrêmement petits de quelques Angströms de largeur, situés à l'intérieur même des particules de gel.

La frontière entre ces pores extrêmement fins, inter- et intra-cristallites, entre et à l'intérieur des particules de gel C-S-H, n'a toutefois jamais été bien établie.

D'après le modèle de (POWERS & BROWNYARD), la porosité intrinsèque du gel C-S-H serait d'environ 28 %. Indépendamment du rapport (E/C) et du degré d'hydratation [31-32-33].

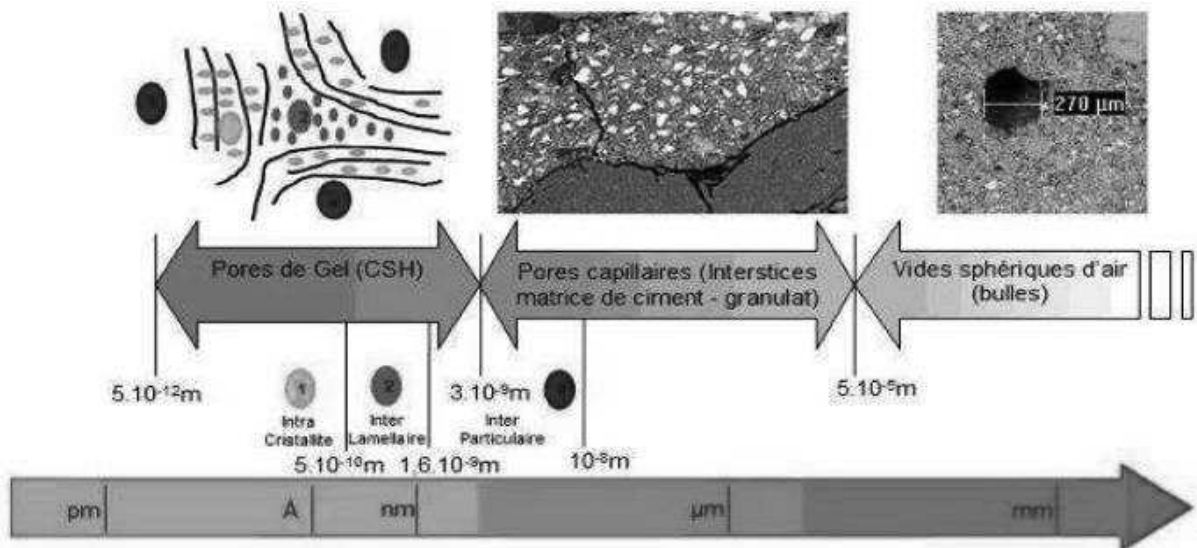


Figure 1.6. Echelle des porosités des matériaux cimentaires [34].

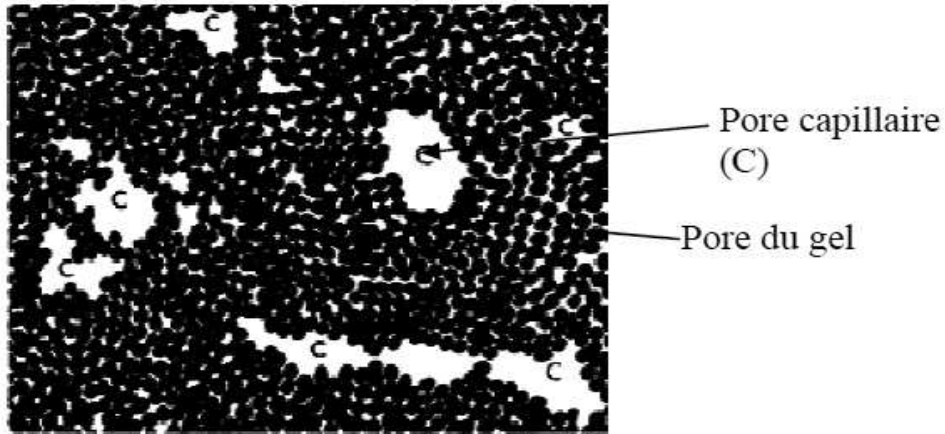


Figure 1.7. Modèle simplifié de la microstructure d'une pâte de ciment selon Powers.
Particule de CSH; C : pore capillaire [35].

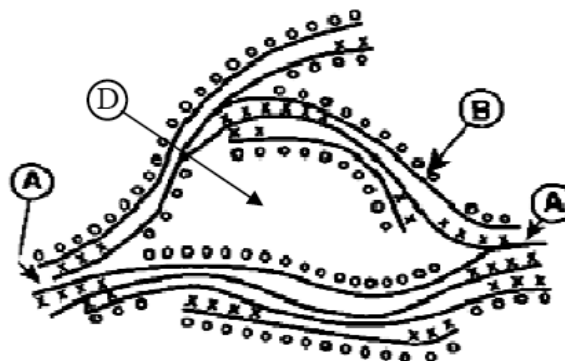


Figure 1.8. Modèle en couches de Feldman et Sereda. A : liaisons interfeuillet, x : eau dans les espaces intercouches, B : feuillet de C-S-H, o : eau physiquement adsorbée, D : large pore du gel [36-37].

1.2.2.2 Tortuosité et connectivité :

- La tortuosité (τ) caractérise le chemin d'écoulement d'un fluide à travers le réseau poreux, elle est définie selon [38] comme étant le rapport carré entre le chemin effectivement parcouru par le fluide (longueur effective d'écoulement : L_e) et la distance entre les points aval et amont (longueur d'écoulement apparente : L) du milieu considéré (Figure 1.9).

$$\tau = (L_e/L)^2 \dots\dots\dots$$

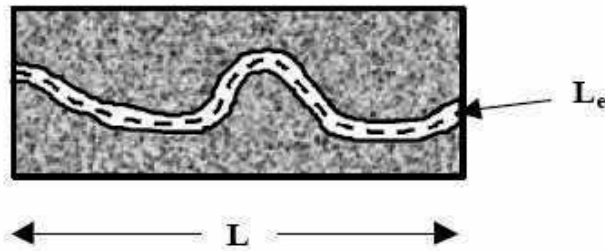


Figure 1.9. Longueur moyenne d'un pore par rapport à la longueur d'un échantillon.

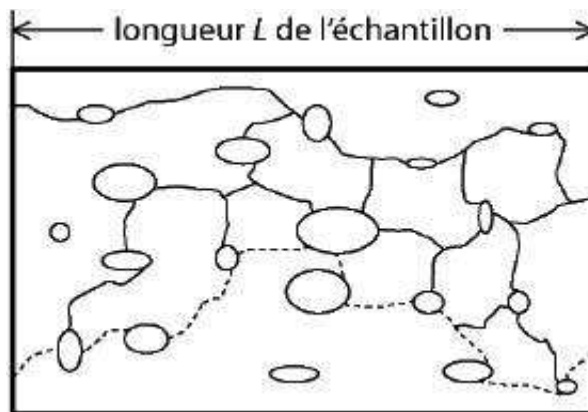


Figure 1.10. Illustration de la tortuosité. Pour traverser cet échantillon, un fluide doit passer de vide en vide par les chemins préexistants (fissures, capillaires, etc.) et tous les cheminements possibles (exemple en pointillé) obligent le fluide à parcourir une longueur supérieure à celle de l'échantillon.

Ce paramètre est dépendant de la porosité : une faible tortuosité nécessite une porosité importante, mais une porosité importante n'induit pas systématiquement une faible tortuosité. En effet, la tortuosité est dépendante, à la fois, de la quantité de vide à travers le matériau et de l'inter connectivité de ces vides.

Un matériau poreux constitué d'un réseau de pores fortement tortueux et discontinu est généralement très imperméable aux agents agressifs.

- La connectivité (C) est un paramètre topologique qui définit le degré avec lequel une structure poreuse est connectée (description de Cairns, puis de Fischermeister, rapportée par Dullien (1979)). Elle est définie grâce à la relation suivante :

$$C = b - n + 1 \dots\dots\dots$$

Avec :

b : Nombre de branches (ou d'orifices d'une cavité).

n : Nombre de noeuds (ou de cavité).

En général il est préférable que le réseau de pores capillaires soit constitué de pores les plus petits possible car le degré d'interconnexion y est plus faible [39].

La perméabilité de la pâte s'en trouve alors considérablement diminuée car il y a moins de chemins préférentiels pour le passage des liquides, des gaz ou des ions potentiellement agressifs.

1.2.3 Quelques paramètres influençant la structure poreuse de la pâte de ciment :

1.2.3.1 Influence du rapport E/C :

Le rapport (E/C) est un facteur de grande importance car, si l'augmentation de la quantité d'eau dans les matériaux cimentaires à l'état frais permet d'améliorer la maniabilité et l'ouvrabilité du matériau, elle augmente la porosité du matériau [40]. En effet, l'eau présente en excès, qui ne sert donc pas aux différents processus d'hydratation du ciment, s'évapore lors du séchage du matériau laissant les emplacements qu'elle occupait vides [41].

Lors de fabrication de la pâte fraîche, le rapport (E/C) gouverne directement l'espacement initial entre les grains de ciment en suspension dans l'eau de gâchage.

Sur la figure (11), on voit clairement que plus le rapport (E/C) est faible, plus, initialement, les grains de ciment sont rapprochés les uns des autres. L'espacement à combler entre les grains de ciment sont moins grands et il y a moins de chance d'avoir un grand vide ne pouvant pas être complètement rempli par les hydrates.

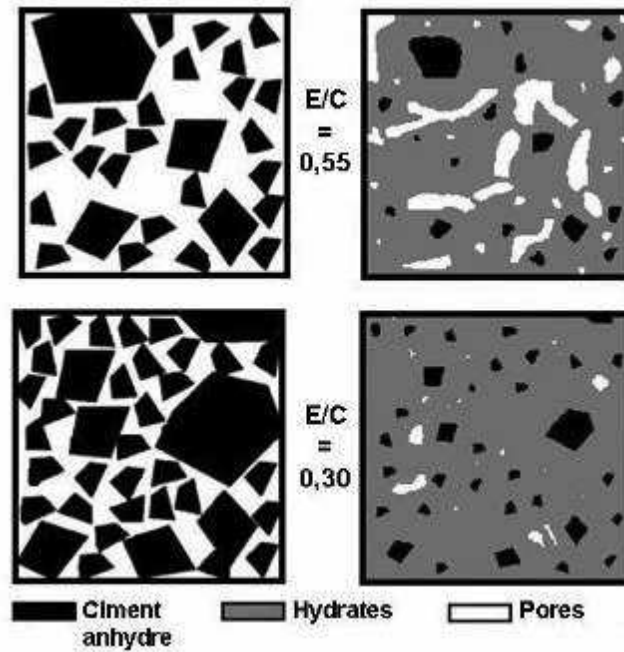


Figure 1.11. Représentation schématique de la pâte de ciment à l'état frais et à l'état durci, montrent l'influence du rapport (E/C) [42].

1.2.3.2 Influence des additions minérales :

➤ Influence des fillers calcaire :

L'utilisation d'un filler calcaire permet par définition de combler les vides entre les grains de dimensions plus importantes du ciment comme l'illustre la (**Figure 1.12**). Cela conduit à la réduction de la demande en eau de la pâte de ciment ainsi obtenue [43-44].

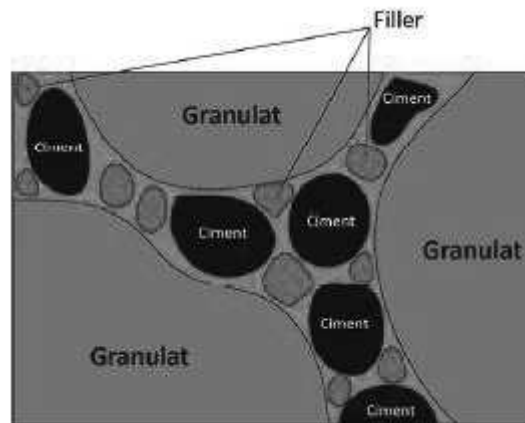


Figure 1.12. Illustration de l'effet filler [45].

Les fillers de calcaire réagissent avec les phases contenant des aluminates, ainsi que, avec les silicates de calcium anhydre présents dans le ciment Portland [46]. Quand ils sont ajoutés aux

matériaux cimentaires, ils constituent un lieu de nucléation et de germination pour les hydrates. Les recherches menées sur l'influence de l'utilisation de fillers calcaires sur la porosité ont montré que leur action est premièrement due à un impact physique [47]. La porosité initiale à combler est plus faible car la proportion volumique de solide est initialement plus importante à cause de l'ajout de fillers calcaires.

L'occupation d'une partie des vides inters granulaires par les fines réduisant ainsi la taille des pores capillaires. Il convient aussi de souligner que le taux de remplacement potentiel se situe aux environs de 20%.

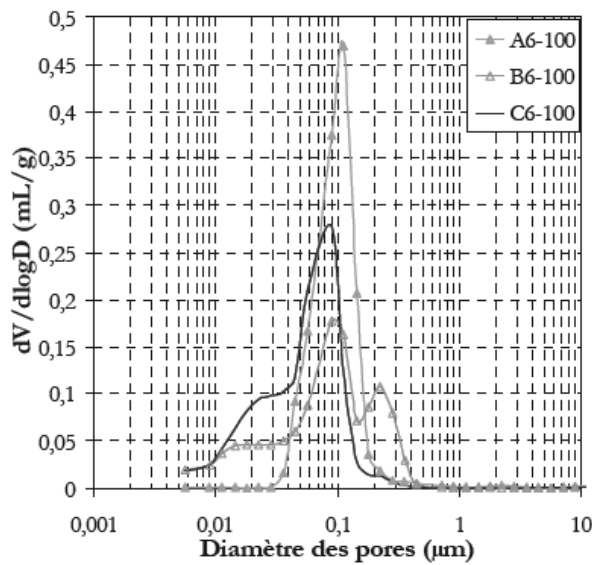


Figure 1.13. Effet de l'addition et du superplastifiant sur la distribution de la taille des pores des pâtes de ciment à E/C=0,6 [47].

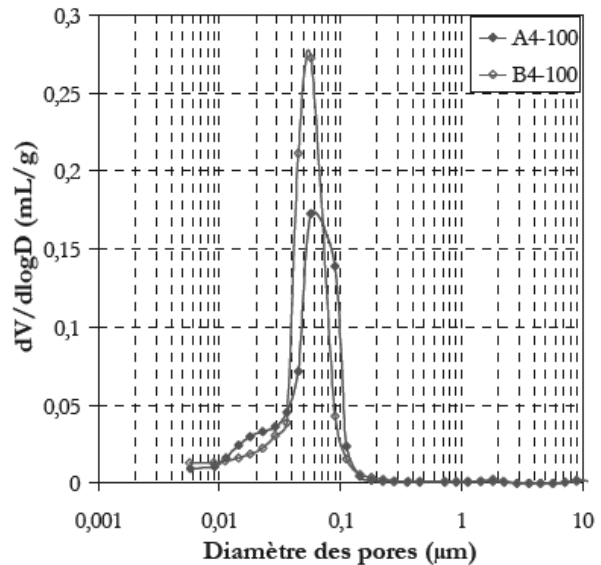


Figure 1.14. Effet de l'addition et du superplastifiant sur la distribution de la taille des pores des pâtes de ciment à E/C=0,4 [47].

➤ **Influence des additions pouzzolaniques:**

La microstructure des matériaux cimentaires s'affine au cours du temps par le tapissage des parois des pores capillaires et des pores créés lors de la disparition de la portlandite par les produits des réactions pouzzolaniques. Cette diminution de la porosité est graduelle, intrinsèque à la cinétique de réaction d'hydratation plus lente en présence d'additions. La réaction d'hydratation du ciment ordinaire étant rapide, sa microstructure prend forme dès les premiers jours contrairement à la pâte de ciment composé [48].

Feldman [49], a étudié la distribution porosimétrique de trois pâtes de même rapport (E/C ou E/L), à base de ciment ordinaire, de cendres volantes et de laitiers. Aux jeunes âges (jusqu'à

28 jours), la porosité est plus faible pour la pâte de ciment ordinaire. Au cours du temps la porosité diminue dans les trois pâtes traduisant le développement des hydrates. La porosité ne varie plus beaucoup pour la pâte de ciment ordinaire entre 28 jours et un an, contrairement aux pâtes contenant des additions où les réactions d'hydratation sont actives.

Au bout d'un an, les pâtes à base de ciment composé présentent de plus faibles porosités.

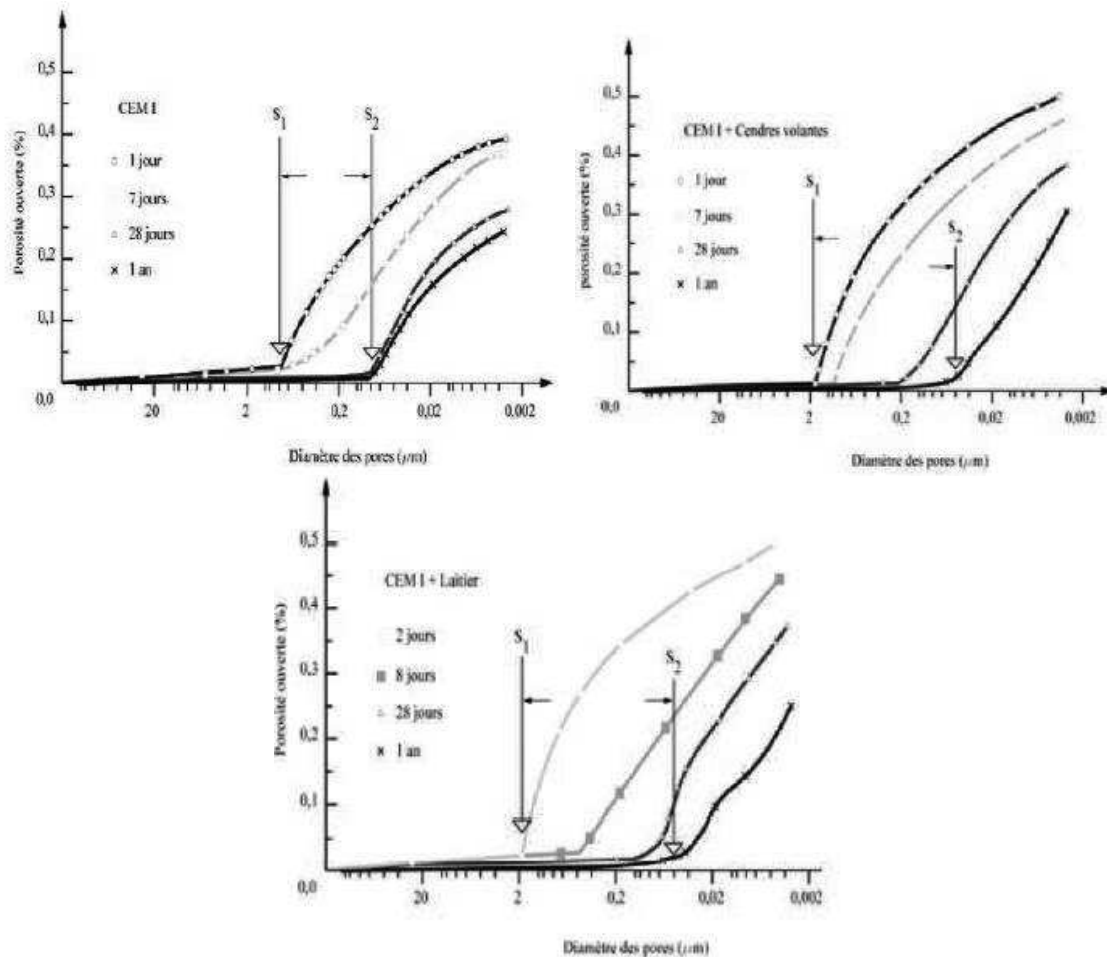


Figure 1.15. Influence des additions minérales sur la structure poreuse au cours du temps [49].

D'autres travaux montrent [50] que les laitiers semblent diminuer la porosité des pâtes de ciment aux jeunes âges plus que les cendres volantes. Il attribue cet effet à l'importante taille de la porosité des cendres volantes qui tant qu'elles n'ont pas réagi, additionnent leur porosité à celle de la pâte.

Les porosités mesurées par intrusion au mercure lors des travaux de Cook ou encore Pandey, donnent des porosités globales plus importantes pour les pâtes mûres contenant des cendres et/ou des laitiers, que les pâtes à base de ciment ordinaire [51-52].

C. Perlot [48] a montré que la porosité des mortiers à base de CEM V/A est plus fine que celle des mortiers à base de CEM I et comprend des tailles de petits pores plus variées.

1.2.4 Les différents états de l'eau dans la pâte de ciment:

Selon plusieurs chercheurs [53-54-55-56], il coexistent trois types d'eau dans la pâte de ciment:

1.2.4.1 Eau de constitution ou eau chimiquement liée dans les hydrates :

L'eau de constitution est l'eau éliminée pendant l'ignition du ciment, entre 105°C et 1000°C. Cette eau est dite non évaporable ; elle correspond aux groupements hydroxyles *Si-OH*, *Ca-OH* ou *Al-OH* présents dans la structure cristalline de la portlandite, de l'ettringite, du monosulfate et des particules de *C-S-H*.

1.2.4.2 Eau physiquement liée ou eau adsorbée à la surface des hydrates :

Il s'agit de l'eau adsorbée à la surface des hydrates, en particulier celle liée au gel de *C-S-H*.

1.2.4.3 Eau dans les pores capillaires et les pores du gel :

C'est l'eau présente dans les pores capillaires et pores du gel de diamètre supérieur à 1 nm. Cette eau est considérée comme libre. L'eau adsorbée et l'eau libre constituent l'eau évaporable (eau éliminée pendant le séchage jusqu'à 105 °C).

1.2.5 Interface pâte-granulats ou zone de transition:

La zone d'interface est aussi appelée (auréole de transition) ou (zone de transition interfaciale) représente un volume allant jusqu'au tiers, voire la moitié, du volume total de la pâte de ciment durci, cette région est connue pour avoir une microstructure différente de celle que l'on trouve au cœur de la pâte de ciment [57-59].

La zone d'interface pâte-granulat est généralement moins dense et plus poreuse que le reste de la matrice formée par la pâte de ciment hydraté. Elle présente souvent une plus grande densité de microfissures. Cette zone offre donc un chemin préférentiel pour le passage de l'eau, des gaz ou des ions, ces zones constituent les « maillons faibles » du matériau [58]. L'épaisseur de cette zone augmente avec la grosseur du granulat et avec le rapport (E/C), mais reste, dans tous les cas inférieure à 50 µm [59], cette particularité des matériaux cimentaires est attribuée à un excès local d'eau ; un film liquide se forme sur la surface du granulat au moment de gâchage, modifiant la liaison (nature et orientation des hydrates formés) qui s'établit un cours de l'hydratation entre la pâte de ciment et le granulat. Cette liaison dépend de la nature des granulats.

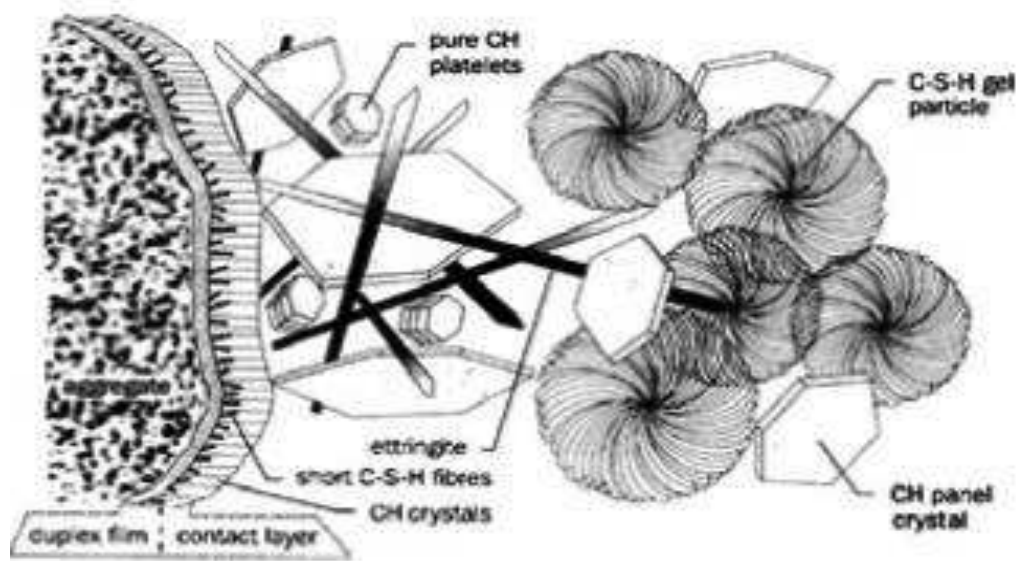


Figure 1.16. Représentation schématique de la zone interface pâte - granulat [60].

1.3.EFFET DE HAUTE TEMPERATURE SUR LA MICROSTRUCTURE DU BETON

1.3. Effet de haute température sur la microstructure du béton :

1.3.1 Principales modifications physico-chimiques du béton :

1.3.1.1. Dans la pâte de ciment :

- L'augmentation de la température au sein du béton va induire une décomposition chimique du gel C-S-H et une perte de l'eau libre, adsorbée et chimiquement liée. Ces processus vont engendrer des modifications importantes au niveau de la microstructure de la pâte de ciment (liaisons chimiques, forces de cohésion, porosité et distribution de la taille des pores) [61].

- Lors d'une augmentation de la température, les essais ATD permettent de mettre en évidence les réactions suivantes :

- Entre 30 et 105°C, on observe un départ de l'eau libre et une partie de l'eau liée. [62] [63] considère que l'eau libre est complètement éliminée à 120°C. [64] note une décomposition de l'ettringite et son élimination complète de la pâte de ciment avant 100°C.

- Entre 130 et 170°C, a lieu la double réaction endothermique de décomposition du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [63-65].
- Les premiers signes de destruction du C-S-H sont remarqués bien avant à 100°C et se poursuivent jusqu'à 300°C [22-26].
- Entre 450 et 550°C, a lieu la décomposition de la Portlandite. Elle s'effectue en libérant de l'eau [62-63].
- Autour de 570°C, on observe la transformation de phase des granulats quartziques α en granulats quartzique β , qui s'accompagne d'un gonflement [66].
- Dans le domaine allant de 600 à 700°C se produit la seconde étape de la déshydratation des silicates de calcium hydratés. Cette déshydratation s'accompagne d'une libération des molécules d'eau et de la création d'une nouvelle forme de silicates bicalciques [65].
- Le calcaire se décompose à partir de 650°C en produisant un dégagement de chaleur et en libérant du dioxyde de carbone suivant la réaction: $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ [65].
- A partir de 1300°C s'amorce la fusion de la pâte de ciment et des granulats, l'élimination des sulfates et l'évaporation des alcalins [66].

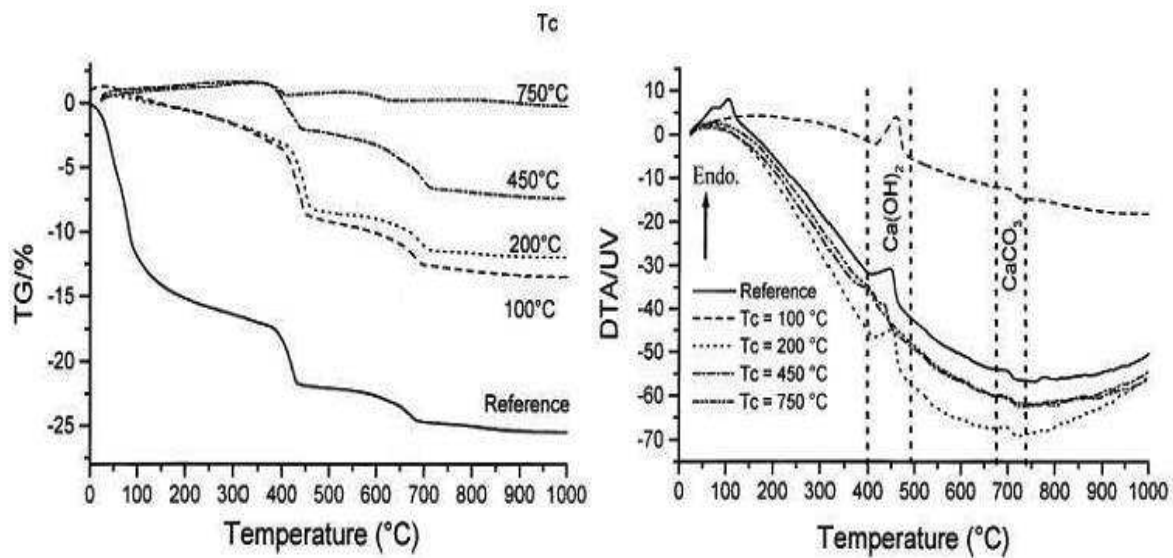


Figure 1.17. Courbes d'analyse thermo gravimétrique thermique et d'analyse thermique différentielle d'une pâte de ciment à différentes températures [65].

- La **figure (1.17)** présente les courbes d'analyses thermiques gravimétriques et différentielles réalisées sur une pâte de ciment après différents traitements thermiques. On y observe des zones bien marquées de décomposition de Portlandite et du carbonate de calcium.

La technique de la diffraction des neutrons, permet de suivre les transformations de phases des principaux constituants de la pâte de ciment. [64]

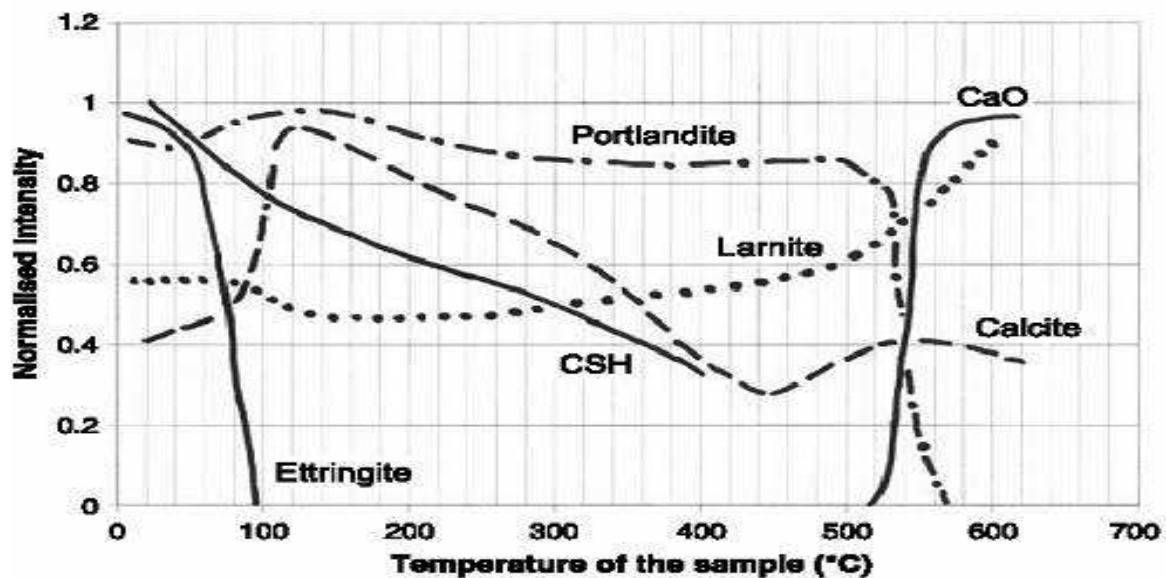


Figure 1.18. Evolution des composants du ciment sous l'échauffement [62].

- La **figure (1.18)** présente un résultat d'essai mené à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), sur une pâte de ciment chauffée à la vitesse de 1°C/min jusqu'à 700°C.

- L'observation des différentes courbes révèle une disparition complète de l'ettringite avant 100°C. La déshydratation du C-S-H débute bien avant 100°C et se poursuit jusqu'à 400°C. La Portlandite demeure stable au cours du chauffage, diminue subitement à 500°C et disparaît complètement au-delà de 600°C. Le départ de l'eau avec l'élévation de la température se traduit par une modification considérable des propriétés mécaniques du béton [64].

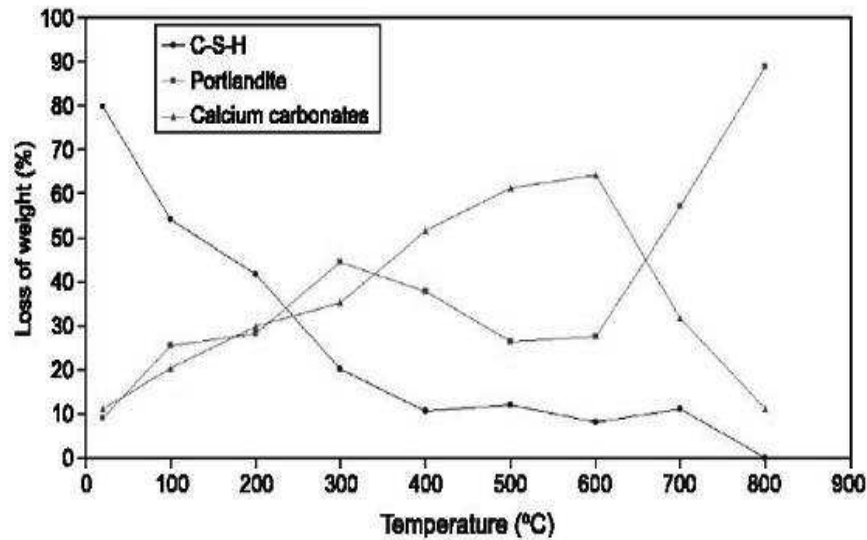


Figure 1.19. Répartition des réactions de déshydratation du gel de C-S-H, de deshydroxylation de la Portlandite et de décarbonatation du carbonate de calcium dans la perte de masse issue des analyses thermiques différentielles

D'une pâte de ciment traitée thermiquement [65]

- **La figure (1.19)** traduit la répartition en pourcentage des réactions de déshydratation du gel de C-S-H, de deshydroxylation de la Portlandite et de décarbonatation du carbonate de calcium, dans les pertes de masse issues des analyses thermiques différentielles d'une pâte de ciment traitée thermiquement. On observe ainsi que 80 % de la perte de masse d'une pâte de ciment non traitée thermiquement, soumise à une analyse thermique différentielle, est issue de la déshydratation du gel de C-S-H.

- Alors que 20 % de cette perte de masse est attribuée à la deshydroxylation de la Portlandite et à la décarbonatation du carbonate de calcium. Lors de cette déstructuration de la pâte de ciment,

- le volume des éléments anhydres formés est inférieur à celui des hydrates de départ. Ce qui a pour conséquence de modifier la structure de la pâte de ciment tant bien au niveau physique que chimique. Ainsi cette recrudescence des éléments anhydres lors du chauffage a pour conséquence l'augmentation de la taille des pores et de modifier l'architecture du réseau poreux [62].

1.3.1.2. Dans le squelette granulaire :

- Les granulats constituent le squelette en principe inerte du béton aux températures ambiantes (sauf cas pathologique, comme celui d'une réaction alcali-granat), mais aux températures élevées leur comportement est totalement différent. La montée en température provoque des changements de la structure des minéraux qui constituent la roche. Prenons les granulats siliceux fréquemment utilisés pour la fabrication du béton (minéraux: quartz, calcédoine, opale, silex).

- Dans la structure de ces minéraux contiennent de l'ordre de 20% d'eau combinée [67]. Cette eau, entre 120 - 600°C 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 SiO_4 est un édifice de tétraèdres (un atome de silicium entouré de 4 atomes d'oxygène) 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 β . La température de transition du quartz α - β 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 transformation de CaCO_3 en CO_2 et CaO . Le CaO libre présent dans les bétons chauffés puis refroidis réagit avec l'humidité et se transforme en Ca(OH)_2 en multipliant son volume par 2,5.

- 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.

- Les granulats constituent 60-80% du volume du béton. Les variations de leurs propriétés durant l'échauffement ont une grande influence sur les propriétés du composite.

Les propriétés d'un « bon » granulats du point de vue de l'utilisation à haute température sont:

- un faible coefficient de déformation thermique,
- l'absence de déformations résiduelles après refroidissement,
- une stabilité thermique, c'est à dire, un faible nombre de pics sur les courbes d'analyse thermique différentielle et d'analyse thermo gravimétrique ; soit peu ou pas de changements des phases,
- une structure mono minérale de la roche composante du granulat.

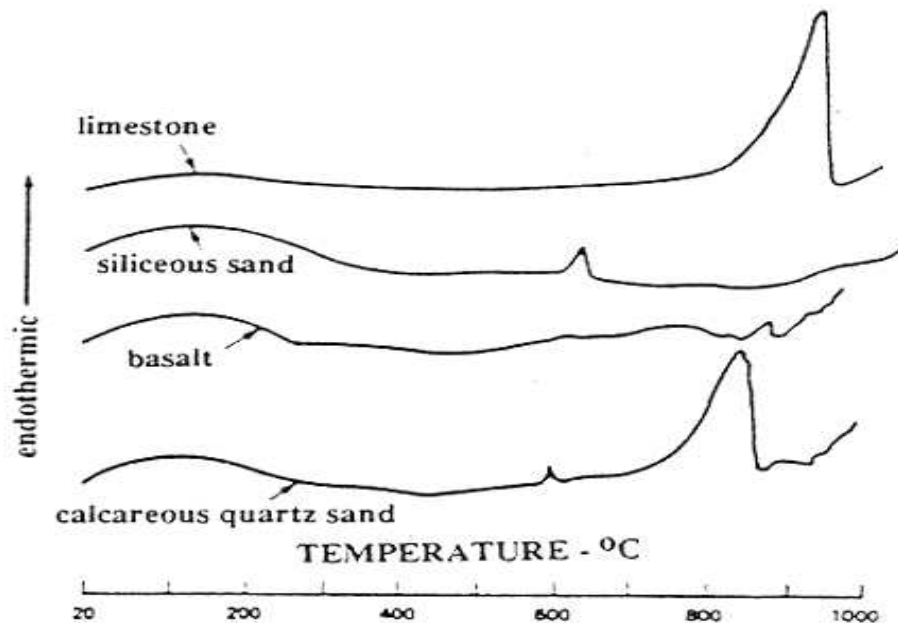


Figure 1.20. Courbes ATD des différents granulats. De haut en bas : calcaire, sable siliceux, basalte, sable silico-calcaire. Source (Khoury, 1992). [70]

- Dans la **figure (1.21)** nous avons regroupé les principaux phénomènes discutés dans les paragraphes **1.2.1.1** et **1.2.1.2**, liés aux changements des composants du matériau béton au cours de l'échauffement. Il est nécessaire de mentionner que les propriétés du matériau vont aussi dépendre de l'interaction entre la pâte et les granulats.

20°	Début du départ de l'eau		
100°C	Départ de l'eau libre 80°C-150°C déshydratation de l'ettringite 150-170°C décomposition du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 171°C fusion des fibres polypropylène Début de la déshydratation du CSH	éclatement	réactions hygrothermiques
200°C	Augmentation de la pression interne Petits pics endothermiques indiquant des effets de décomposition et d'oxydation d'éléments métalliques (ferriques) peuvent apparaître.		
300°C	Clivage des granulats silico-calcaires Température critique de l'eau (374°C)		
400°C	Décomposition de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}$	fissuration	
500°C	Changement des phases du quartz β - α (573°C)		
600°C	Deuxième phase de la décomposition du gel CSH avec la formation de β - C_2S . C'est la seconde étape de la déshydratation des silicates de calcium hydratés qui produit une nouvelle forme de silicates bicalciques		
700°C	Décomposition du carbonate de calcium. Le calcaire se décompose autour de 700°C en $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$, réaction fortement endothermique qui libère du gaz carbonique		
800°C			
.....			
1200°C			
1300°C	Destruction complète du béton et apparition de la phase liquide		

Figure 1.21. Transformations principales dues à la température entre la température ambiante et la température de la destruction du matériau béton [23].

I.3.2. Propriétés mécaniques du béton en fonction de la température :

I.3.2.1. Résistance en compression :

- L'essai de résistance à la compression résiduelle, est l'un des essais les plus couramment utilisés pour décrire l'évolution des propriétés mécaniques du béton avec la température. Il a l'avantage de se pratiquer sur un matériel simple (une presse hydraulique) et ne nécessite pas un personnel qualifié, à la différence de l'essai de compression à chaud. Ce dernier se pratique à la fin du palier de stabilisation de température au cours du cycle thermique. Il est considéré comme étant plus représentatif du comportement du matériau à haute température [64].

- Phan [71] dans ses travaux, rassemble les résistances en compression résiduelles obtenues au cours de ses essais et une partie des résultats obtenus par d'autres chercheurs. L'allure générale des courbes débute par une chute de résistance au voisinage de 100 à 150°C, suivi d'un accroissement de résistance entre 300 et 350°C, puis d'une chute de résistance continue avec la température au-delà de 350°C.

- Khoury [70] attribue la baisse de résistance enregistrée entre 100-150°C à un gain de fluidité de l'eau qui à ces températures a pour conséquence de réduire les forces de liaison entre les couches de C-S-H. Cette réduction d'énergie de surface entre gels développe éventuellement des groupes silanols (Si-OH HO-Si) qui ont la particularité de présenter des forces de liaison faibles.

- D'après Dias [72], le gain de résistance vers 300-350°C est dû à une augmentation des forces de liaisons entre hydrates et à un accroissement des énergies de surface. Les bétons à hautes performances (BHP) présentent un gain plus marqué et décalé vers les hautes températures par rapport aux bétons ordinaires (BO) [73].

- La raison de la baisse de résistance du béton est souvent attribuée à une modification de la microstructure de la pâte de ciment par déshydratation. Cette réaction de déshydratation étant chimiquement irréversible, la chute de résistance du béton est liée au degré d'hydratation de la matrice cimentaire. Cette explication est à nuancer dans la mesure où le clivage qui transforme le quartz α en quartz β dans des granulats siliceux à 573°C fragilise le granulat et peut entraîner également une chute des résistances mécaniques du béton [74].

- Les travaux menés par Gaweska [68], Dias et al. [72], Harada et al. [75] sur l'évolution des résistances à chaud et résiduelles sur un même béton montrent une baisse plus significative de la résistance résiduelle à la compression.

- Pour les essais de caractérisation du béton, le comité technique de la RILEM (T-129) [76] limite la vitesse de montée en température, suivant la taille des éprouvettes, afin de limiter la formation des forts gradients de température dans les échantillons. Ces forts gradients thermiques engendrent des fortes contraintes sources d'apparition des phénomènes d'instabilités dans le béton. Khoury [77] compare la résistance en compression résiduelle des bétons chauffés à une vitesse de 1°C/min à celle des bétons chauffés à 0,2°C/min. Il constate que les bétons chauffés à la vitesse de 0,2 °C/min ont une résistance inférieure aux bétons chauffés à 1°C/min. Ainsi la durée d'exposition du béton aux hautes températures est un facteur prépondérant dans la détermination du comportement du béton aux hautes températures. L'application d'une vitesse lente permet une transformation chimique plus complète dans le béton et donc une réduction plus significative des résistances.

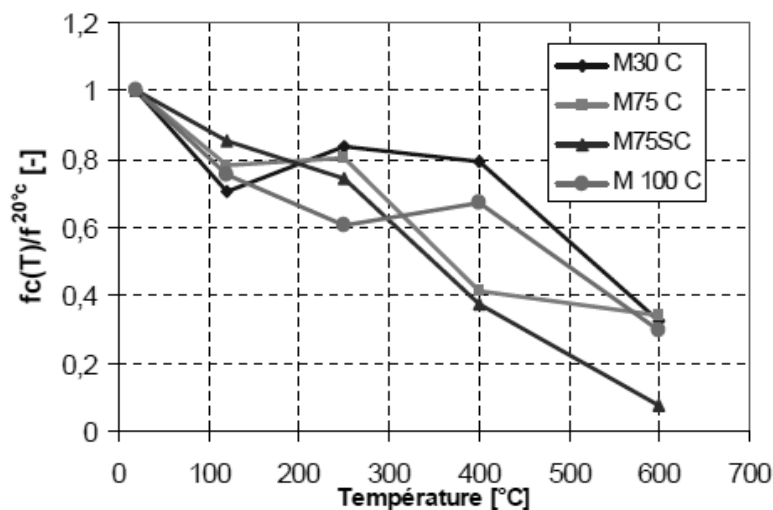


Figure 1.22. Résistance à la compression relative pour les bétons

M30C, M75C, M75SC, M100C (Hager, 2004). [68]

1.3.2.2. Résistance en traction à hautes températures :

- Peu de recherches ont été faites pour déterminer la résistance à la traction à hautes températures, vu la complexité de la réalisation des essais. La plupart des observations, de l'évolution de la résistance en traction en fonction de la température, sont réalisées après le refroidissement par fendage. [63-78] Sur la **figure (1.22)**, on présente les résultats de traction

directe à chaud obtenus par Thelandersson (1971) [78], Felicetti & al (1985) [79] comparés avec les valeurs proposées par l'EUROCODE 2 et le DTU Feu- Béton.

- Toutes les valeurs déterminées se situent au-dessous de celle du DTU. A partir de ce graphe, comme pour la variation de la résistance en compression, la résistance en traction chute avec l'élévation de la température. En effet, la résistance en traction du béton avec la température est affectée par les mêmes paramètres que pour la résistance en compression (nature du liant et des granulats, teneur en eau, vitesse de chauffage...). Par ailleurs, Harada & al. (1972)[80] affirment que, par rapport à la résistance en compression, la diminution de la résistance en traction est très marquée.

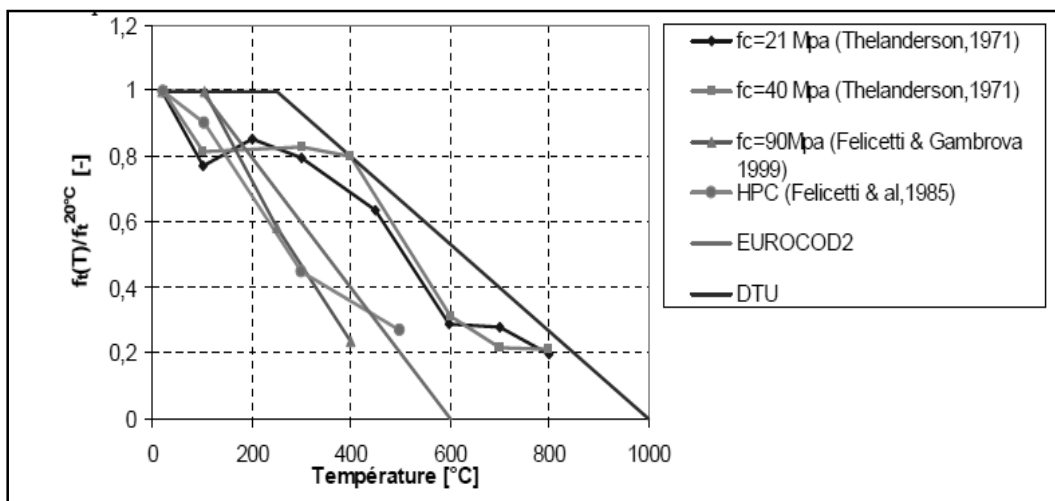


Figure 1.23. Résultats des essais de résistance en traction relative obtenus par Thelandersson(1971), Felicetti & al (1985) comparés à ceux de la DTU et EUROCODE 2.

1.3.2.3. Module d'élasticité :

- Le module d'élasticité statique peut être effectué à chaud en fin de palier de stabilisation ou en résiduel après la période de refroidissement. Ce module traduit l'évolution de la rigidité du béton avec la température.

- Noumowé [63] a effectué des essais de module d'élasticité résiduel, après un chauffage à 150°C, 300°C, 450°C et 600°C sur un béton ordinaire (38,1MPa) et sur un béton à hautes performances (61,1MPa). Il constate que la baisse du module d'élasticité des deux bétons

s'effectue de manière linéaire avec l'augmentation de la température et que la courbe d'évolution du module élastique résiduel du BHP reste très proche et semble similaire à celle du béton traditionnel. Sabeur [81] aboutit à la même constatation pour des mesures de module d'élasticité réalisé à chaux.

- Gaweska [68] a effectué des essais de module d'élasticité à chaud sur trois bétons de rapport E/C égal à 0,3, 0,4 et 0,5 chauffés aux températures respectives de 120°C, 250°C, 400°C et 600°C avec une vitesse de montée en température égale à 1°C/min. Elle constate, en dépit des modules initiaux différents, une baisse du module d'élasticité à chaud normalisé quasi-identique. Elle conclut, pour cette gamme de température, que le rapport E/C n'a aucune influence sur l'évolution du module d'élasticité avec la température.

- La comparaison du module d'élasticité mesuré à chaud et en résiduel effectuée par Gaweska [68] indique une diminution plus importante du module d'élasticité résiduel au-delà de 120°C. La différence entre les deux types d'essais semble croître avec l'augmentation de la température. Le gradient thermique additionnel induit durant la période de refroidissement et la réaction de réhydratation expansive de la chaux CaO semblent être à l'origine d'une fissuration additionnelle du matériau.

1.3.3. Les propriétés physiques :

1.3.3.1. Perte masse du béton :

- Lors d'une sollicitation thermique du béton à haute température, celui-ci perd de sa masse à cause du départ de l'eau libre contenue dans les capillaires et de l'eau liée contenue dans les hydrates qui s'évaporent et s'échappent par les pores. Il est important de distinguer la perte de masse des bétons mesurée en régime permanent (en fixant la température), de celle réalisée en régime transitoire (en fixant la vitesse de chauffage) des cycles thermiques [82].

- Lors d'une sollicitation thermique en régime permanent, la température au sein de l'enceinte chauffante est fixée dès le départ et n'évolue pas au cours du chauffage. Durant ce type d'essai, la perte de masse des échantillons se fait en deux étapes de manière logarithmique vers un seuil (**figure 1.24**). Au cours de la première étape, le béton perd très rapidement l'eau contenue dans les capillaires, puis la perte de masse ralentit et l'on tend petit

à petit vers un seuil limite de déshydratation au cours de la seconde étape. La température seuille appliquée au cours de ce type d'essai est de 105°C et correspond à la limite conventionnelle de départ de l'eau libre contenue dans les matériaux [82].

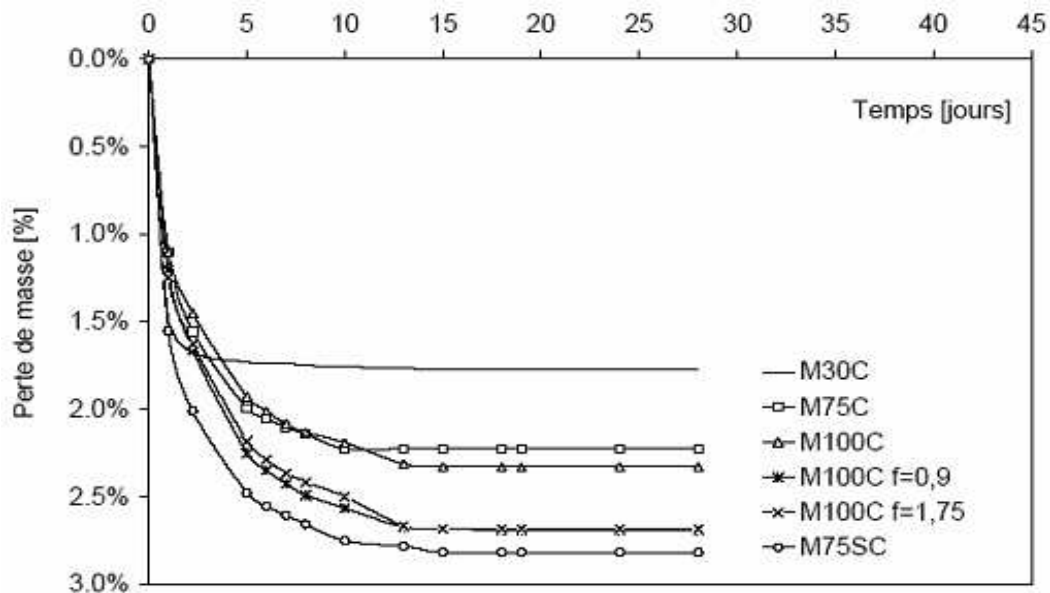


Figure 1.24. Perte de masse des éprouvettes de béton étuvées à 105°C. [68]

- Au cours des essais en régime transitoire, on applique une cinétique de montée en température de la température ambiante à la température cible. Il se dégage de la littérature trois domaines d'évolution de la perte de masse dans lesquels la variation de poids se fait de manière régulière et aux bornes des quelles on observe une variation sensible de la perte hydrique du béton. Les bornes de ces domaines diffèrent selon les auteurs. Mais nous retiendrons de manière générale que :

- Entre la température ambiante et 120°C : on observe une variation faible du poids (< 1%) due essentiellement au départ de l'eau libre des capillaires. Cette eau migre et s'échappe par les pores [83].
- De 120°C à 300°C, on observe une augmentation de la perte de poids des bétons. Cette variation de masse est due au départ de l'eau liée des hydrates et principalement du gel de C-S-H. C'est dans ce domaine que le taux de séchage passe par un maximum correspondant à la fin de la migration de l'eau évaporable [44].
- 300°C à 600°C, on assiste à un ralentissement du phénomène de déshydratation du béton. C'est dans ce domaine que se déroule la déshydratation de la Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et du carbonate de calcium CaCO_3 [70].

1.3.3.2. Evolution de la porosité :

- Quand le béton est soumis à de hautes températures, les changements physiques et chimiques se produisant au sein des phases solides, engendrent des changements dans la porosité totale et également dans la distribution de tailles des pores.

- Un important travail expérimental concernant l'évolution de la porosité a été réalisé par Hager (2004). [68] sur trois types de BHP: M100C, M75SC, M75C et un BO: M30C. Ces formulations sont celles étudiées dans le cadre du présent travail. La technique de porosité au mercure a été utilisée pour identifier la distribution volumique cumulée de rayon de pores (**figure 1.25**) et celle de la distribution des tailles de pores (**figure 1.26**).

- La première figure permet de donner un aperçu général de la porosité totale du béton et de son évolution avec la température. La deuxième permet de donner une distribution des tailles de pores dans le béton. Les pics y traduisent la plus grande population de pores présents dans le béton.

- L'analyse de la **figure 1.25** montre qu'après avoir été soumis à de hautes températures, le béton présente une augmentation significative (environ quatre fois) de la porosité totale et des dimensions des pores. La déshydratation du gel C-S-H, les contraintes thermiques et l'incompatibilité entre le retrait de la pâte et la dilatation des granulats sont les causes principales de cette augmentation de porosité.

- Une comparaison entre les différents types de béton montre que les trois courbes de distribution volumique cumulée du rayon des pores du béton témoin des trois BHP M75SC, M75C et M100C sont presque identiques. Par contre à 600°C, le BHP M75SC présente une porosité plus importante que les deux autres BHP. Ceci est dû à la différence de granulats entre les trois BHP avec un M75SC possédant des granulats silico-calcaires. En effet, des fissures ont été observées dans la plage de [100, 400 nm] dues probablement aux changements de phases dans les granulats silicocalcaires, accompagnées d'une augmentation de volume de 1 % à 573°C.

- En outre, le BO M30C montre une porosité plus importante que celle des trois BHP à 20°C et 600°C. Ceci s'explique

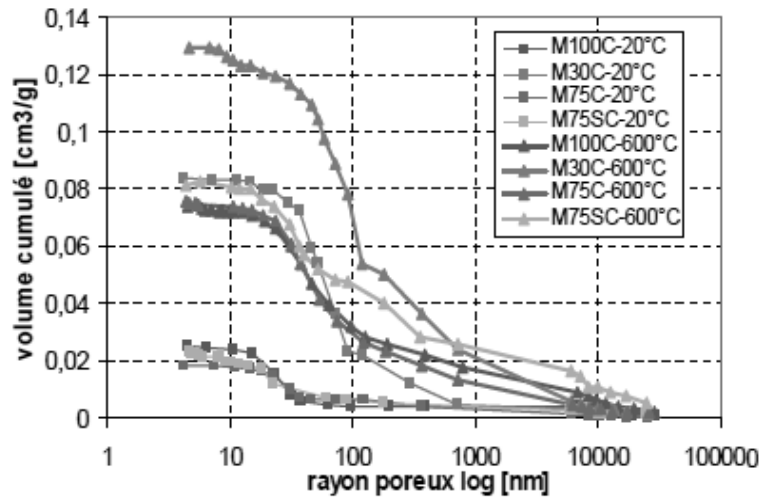


Figure 1.25. Comparaison de la distribution du volume cumulé fonction rayon d'accès des pores pour différents béton avant et après chauffage à 600°C. [28]

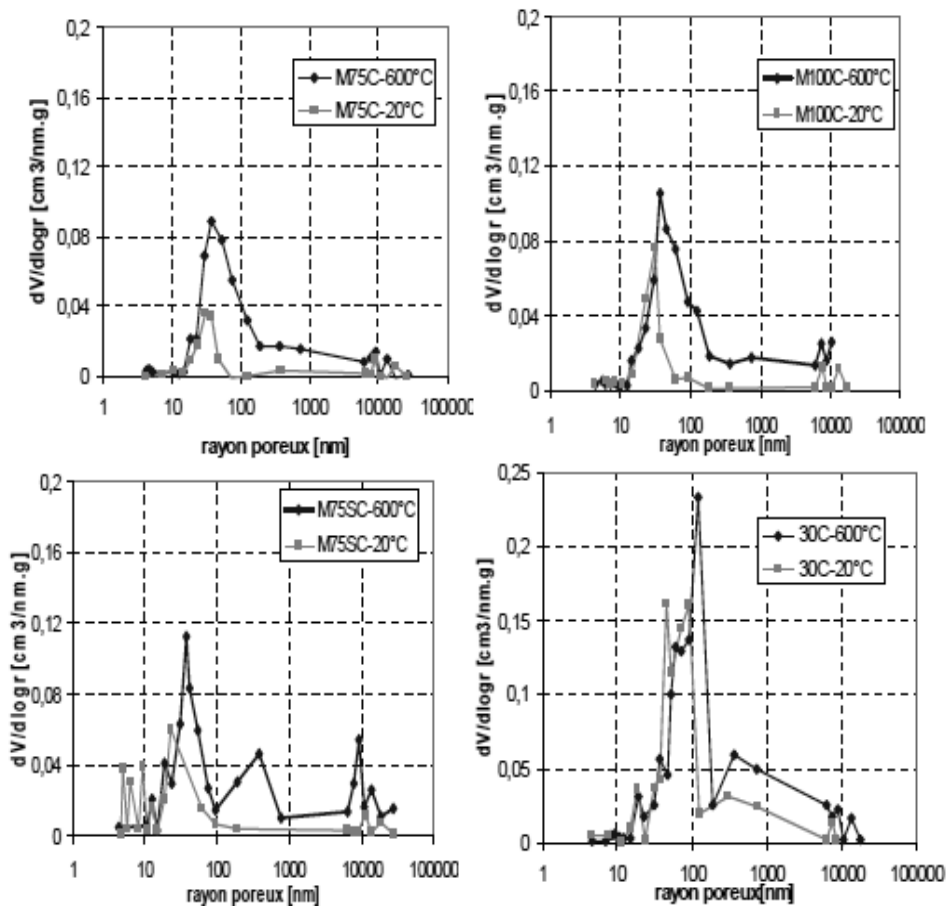


Figure 1.26. Distribution des tailles des pores obtenus avec le porosimètre à mercure pour les bétons testés chauffés et non chauffés. [67]

- Cette hypothèse permet d'expliquer la valeur importante du pic du BO: M30C par rapport aux autres bétons. Ayant des distributions presque identiques, dans le cas de la distribution du volume cumulé de rayon de pores (**Figure 1.26**), les deux BHP M100C et M75C ont des tendances similaires à 20°C et 600°C. En effet, une importante population de pores de diamètre moyen 31.3 nm est à noter pour les deux échantillons de ces deux BHP à 20°C. Cette similarité de tendance peut s'expliquer par des compositions similaires induisant des caractéristiques mécaniques comparables.

- D'une façon générale, pour les quatre bétons, la distribution des tailles de pores à 600°C est décalée par rapport à celle de 20°C avec une augmentation d'intensité des pics. Ceci traduit le fait qu'une augmentation de température induit une augmentation des tailles des pores.

1.3.3.3. Variation de la densité apparente :

- Parallèlement à la porosité a l'eau, il est possible de déterminer la densité apparente des bétons testes. A travers la même étude [85], la variation de la densité avec la température a été étudiée (Voir **figure 1.27**). Les auteurs constatent une faible diminution de la densité avec la température.

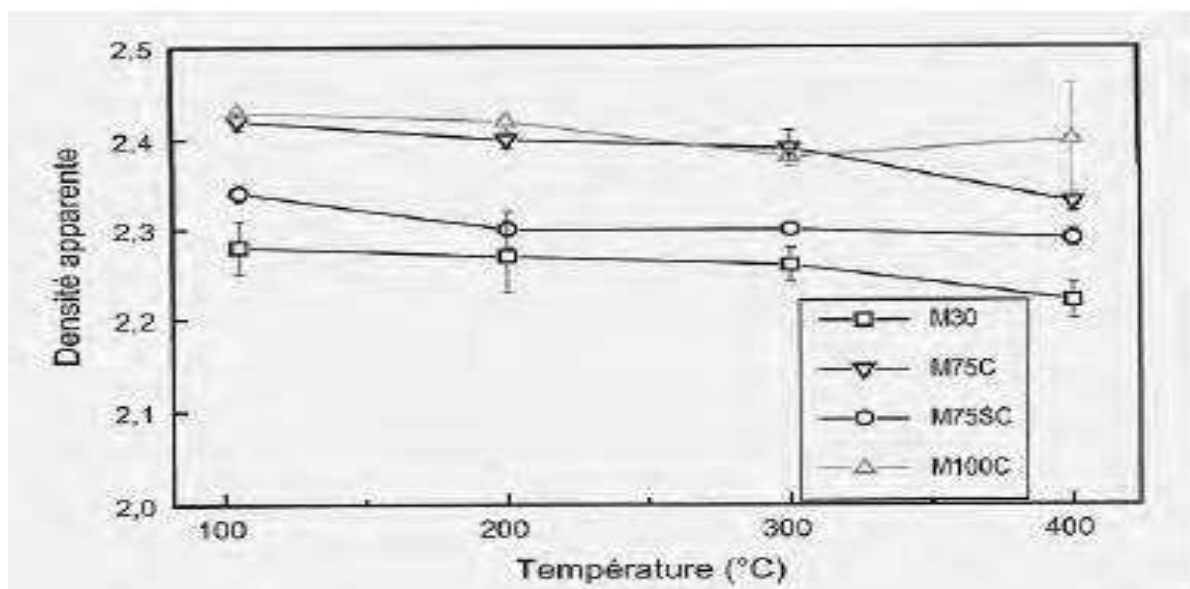


Figure 1.27. Densité apparente des bétons du Projet National BHP.

1.3.4. Évolution des propriétés thermiques du béton avec la température :

- Il est difficile de déterminer de façon intrinsèque les propriétés thermiques du béton en fonction de la température. Cette difficulté est due aux nombreux phénomènes qui se produisent simultanément au sein du matériau tels que l'évolution de la porosité, les phénomènes de transport et de changement de phases et les changements dans la composition chimique.

- Ainsi des relations uniques valables en toutes situations ne peuvent pas être établies pour décrire les variations de ces propriétés en fonction de la température. Cependant, pour les besoins de la modélisation, des relations restituant les tendances générales qui se dégagent des observations expérimentales peuvent être adoptées.

1.3.4.1 Conductivité thermique :

- Pour les bétons courants, la conductivité thermique diminue lorsque la température augmente. La mesure de la conductivité thermique sous hautes températures est très difficile à réaliser à cause de l'influence de plusieurs paramètres à savoir l'évolution de la porosité, la teneur en eau, le type de granulat et la formulation du béton. La diminution de la conductivité thermique en fonction de la température est assez marquée pour un béton de granulat silico-calcaire, faible pour un béton de granulats calcaires, et peu significative pour un béton léger (**figure 1.28**) [85].

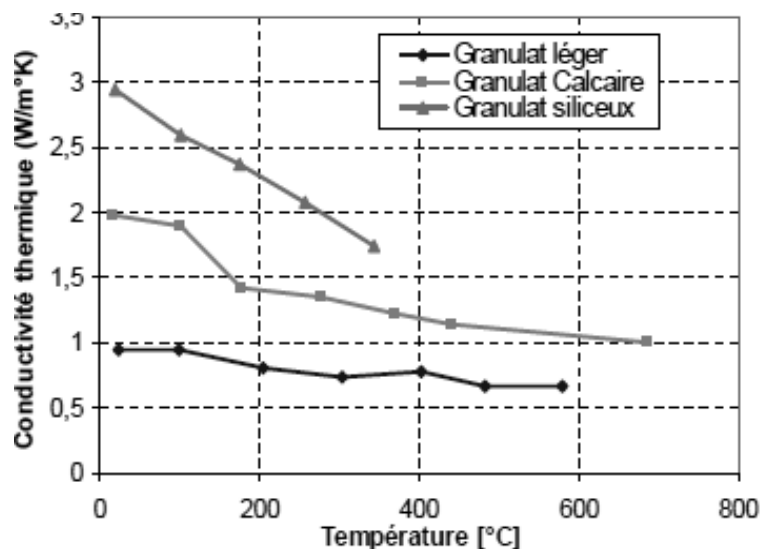


Figure 1.28. Evolution de la conductivité thermique mesurée sur différents types de béton en fonction de la température. [85]

1.3.5. Comportement au feu :

1.3.5.1. Phénomène d'éclatement et d'écaillage :

- Le matériau béton offre une bonne résistance au feu car il est incombustible. Mais les accidents survenus dans les tunnels ces dernières années ont montré une certaine sensibilité à l'écaillage et à l'éclatement des bétons. Le phénomène est plus marqué pour les bétons à hautes performances [86]. En effet, leur microstructure plus dense réduit la migration de l'eau et de la vapeur d'eau et engendre donc l'apparition des problèmes d'instabilité. A première vue, ces phénomènes semblent se produire de façon aléatoire et de manière non reproductible. Le phénomène d'écaillage et d'éclatement des bétons n'est pas complètement compris et à fortiori maîtrisé. Nous entendons par :

- « écaillage » : la rupture des couches ou des pièces proches de la surface d'un élément de structure en béton lorsqu'il est soumis à une haute et rapide augmentation de la température [87].
- « éclatement » : la soudaine désintégration de l'élément de structure en béton qui s'accompagne d'une libération d'une grande quantité d'énergie en projetant des morceaux de béton à grande vitesse dans toutes les directions [88].

- Dans la littérature on distingue actuellement deux principales écoles en ce qui concerne l'explication des phénomènes d'écaillage et d'éclatement. Elles s'appuient d'une part sur le rôle des contraintes thermiques et d'autre part sur celui des pressions des vapeurs d'eau :

- L'hypothèse d'un écaillage résultant de la dilatation thermique empêchée est soutenue par Bazant [89] et Ulm [90]. Ils considèrent que la destruction du matériau est due à des contraintes de compression parallèles à la surface chauffée. Ces contraintes de compressions entraînent une destruction du matériau par délaminage parallèle à la surface. D'après Bazant [89], les pressions de vapeur internes amorceraient simplement le développement des fissurations.
- L'hypothèse d'un écaillage résultant de la pression proche de la surface chauffée est décrite par Anderberg [91]. Il distingue trois régions dans un béton sollicité thermiquement. La première région assez loin de la surface chauffée contient de l'eau sous forme liquide. La seconde région proche de la surface chauffée est une zone sèche dont l'épaisseur croît dans le temps. La troisième région est située entre les deux zones citées précédemment. C'est dans cette troisième zone que se produit la déshydratation de

la matrice cimentaire et la vaporisation de l'eau liquide. Lors de la formation de la vapeur d'eau, celle-ci migre vers les régions sèches et froides du matériau où elle se condense. L'augmentation de pression, qui s'en suit, serait à l'origine de l'éclatement du béton.

- Harmathy [92] est le premier à avoir tenté d'expliquer le phénomène d'écaillage du béton. Il considère la présence des forts gradients thermiques et le développement de pression de vapeur d'eau comme les deux principales causes de l'écaillage du béton. En effet lorsque le béton est sollicité thermiquement à haute température, la vapeur d'eau se déplace vers les surfaces froides et se condense. Les pores se remplissent alors d'eau sous forme liquide qui migre vers les régions froides. La migration est rendue difficile par la condensation alors que de plus en plus de vapeur essaie de se déplacer. Ces pressions de vapeur associées aux fortes contraintes thermiques aboutissent à l'apparition du phénomène d'écaillage.

La **figure 1.29** illustre ce mécanisme d'écaillage.

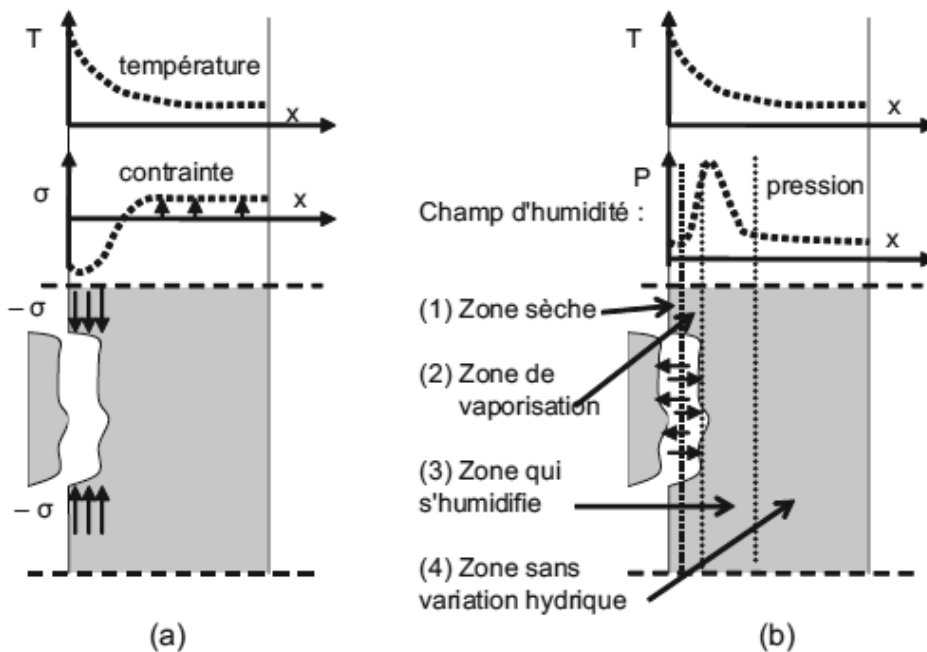


Figure 1.29. Principales raisons d'apparition de l'écaillage,

a) dilatation thermique empêchée d'après [89]

b) pressions internes [91].

- Plusieurs autres études menées sur ce sujet, notamment, par [91-93], Khoury [94] ont permis de recenser six principaux paramètres augmentant la probabilité de l'apparition du phénomène d'éclatement. Ces paramètres sont :

- La présence de l'eau et l'apparition des pressions internes sont considérées comme la principale cause de l'éclatement. En effet la formation d'un bouchon d'eau liquide dans la zone froide de condensation et augmentation de la pression de vapeur dans la zone adjacente contribuent de manière sensible à l'apparition du phénomène d'écaillage. Harmathy [92] et Hertz [93], ne considèrent que la teneur en eau massique du matériau inférieure à 3% comme un facteur limitant le phénomène d'éclatement des bétons.
- La faible porosité, notamment des bétons à hautes performances, est souvent associée à une faible perméabilité limitant le transfert des fluides dans les matériaux.
- Les contraintes thermiques, issues des forts gradients thermiques, notamment lors d'un échauffement rapide de la surface du béton, créent des contraintes de compression et de traction dans la structure susceptible de générer un écaillage du béton. Khoury [94] considère que ces contraintes jouent un rôle capital dans les instabilités dues à la géométrie du matériau.
- Les déformations thermiques empêchées génèrent des contraintes internes en compression dans la direction parallèle à la surface soumise au feu. Cette sollicitation en compression favorise la rupture de la structure, tandis que les pressions internes ne jouent qu'un rôle secondaire d'initiation de la fissuration.
- La vitesse de montée en température importante, provoquant des gradients thermiques importants, et donc des contraintes thermiques élevées.
- La présence des charges mécaniques favorise parfois l'éclatement du béton. Jahren [95] et Diederichs [96] le démontrent notamment par des essais avec pré charges ou sur des structures précontraintes.

- Nous le voyons donc, l'éclatement est la résultante des processus thermiques, hydriques et mécaniques couplés et éventuellement concurrents, impliquant un grand nombre de paramètres, tant à l'échelle du matériau qu'à celle de l'élément de structure. De ce fait le comportement à l'éclatement présente un caractère stochastique, comme en témoignent les essais au feu : dans des conditions expérimentales identiques, seulement une partie des éléments de structure testés présentent de l'écaillage ou éclatent [88].

1.3.5.2. Effets de haute température sur l'énergie de fissuration du béton :

- L'énergie de fissuration peut être définie comme l'énergie nécessaire à la création d'une fissure de surface unitaire. Les évolutions des propriétés mécaniques du béton (module d'élasticité, résistance en compression et en traction), dues à l'élévation de température, vont induire une évolution de l'énergie de fissuration. L'analyse des résultats obtenus par différents auteurs (Bazant 1978; Heinfliing, 1998) [89] [97] indiquent que la variation de l'énergie de fissuration du béton avec la température est un paramètre important influençant la capacité des modèles à prédire le comportement des structures en béton armé à hautes températures (Heinfliing, 1998). La **Figure (1.30)** présente l'évolution de la valeur moyenne de l'énergie de fissuration avec la température. On peut noter la dispersion des résultats pour cette caractéristique et une forte dépendance de l'énergie de fissuration aux paramètres énoncés par la résistance. [97]

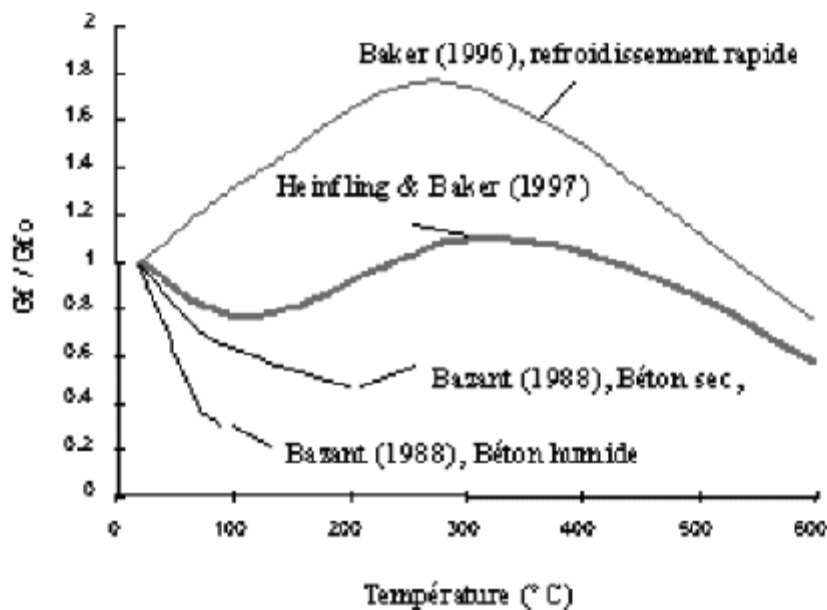


Figure 1.30.. Variations relatives de l'énergie de fissuration du béton avec La température

(Heinfliing, 1998). [97]

CHAPITRE 2

ETUDE EXPERIMENTALE

2.1. Introduction :

- La stratégie de cette étude est basée sur la compréhension de l'effet de rapport E/C sur le développement de la microstructure interne et des résistances mécaniques des matériaux cimentaires soumis à haute température. Cette deuxième partie a pour objectif de faire une présentation d'une façon ordonnée de tout le dispositif expérimental et des étapes des essais effectués dans ce travail : Matériaux utilisés et la méthodologie adoptée lors du travail de recherche expérimentale. Et ainsi nous expliquons la manière de préparation et de fabrication des éprouvettes de mortier normalisé avec différents rapports E/C (0,3, 0,4, 0,5 et 0,6). Enfin, nous présentons les essais mécaniques (compression et flexion), la perte de masse et l'absorption capillaire avant et après l'exposition à haute température.

2.2. Les matériaux utilisés :

2.2.1. Le ciment :

- Le ciment utilisé provient de l'usine **LAFARGE** (M'SILA), c'est du ciment **MATINE** de dénomination CEM II/B 42.5 NA 442.

- Les caractéristiques spécifiques de ce ciment tels que les analyses chimiques élémentaires, la composition minéralogique (composition hypothétique du clinker selon BOGUE), les propriétés physiques, les propriétés mécaniques, ...etc., sont présentés dans les Tableaux suivants (**Tableau 2.1**).

Tableau 2.1: Composition chimique et minéralogique du ciment CEM II/B 42.5

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	NaO ₂	SO ₃	RI	PAF	CaO ₁
%	23,07	4,94	4,88	58,95	/	0,35	0,13	1,92	/	3,44	0,73
	C ₃ S = 54,08		C ₂ S = 22,33		C ₃ A = 4,44		C ₄ AF = 15				

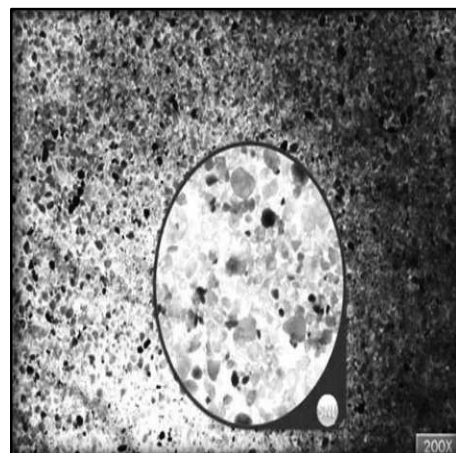
A noter : RI : résidus insolubles ; PAF : perte au feu ; CaO₁ : chaux libre

Tableau 2.2. Les propriétés physiques et mécaniques de ciment utilisé.

Propriétés physiques et mécaniques	Valeurs
Consistance normale de la pâte de ciment (%)	25-28.5
Finesse suivant la méthode de Blain (NA 231)	4150-5250
Retrait à 28 jours en $\mu\text{m/n}$	<1000
Expansion en mm	0.3-2.5
Temps de début de prise à 20°C (mn)	140-195
Temps de fin de prise à 20° C (mn)	195-290
La résistance à la compression en MPa de 02 jours (NA 234)	≥ 10
La résistance à la compression MPa de 28 jours (NA 234)	≥ 42.5

2.2.2. Le sable normalisé :

- Le sable normalisé utilisé dans notre étude est de qualité supérieure CEN (sable normalisé ISO) est un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie. Il est séché, criblé et préparé dans un atelier moderne offrant toutes les garanties de qualité et de régularité. Le sable est conditionné en sachets de polyéthylène contenant chacun 1350 ± 5 g. La composition granulométrique déterminée par tamisage est conforme aux exigences de la norme EN 196-1 et de la norme ISO 679-2009. Pour confectionner les échantillons de mortier suivant les normes.

**Figure 2.1.** Sable normalisé.**Figure 2.2.** L'image sur les dimensions des granulats de sable normalisé

2.2.3. L'eau :

- Afin d'éviter l'influence des ajouts agressifs qui se trouvent dans l'eau et pour assurer la bonne réaction entre l'eau et les compositions de ciment (réaction d'hydratation de ciment), l'eau utilisée pour la fabrication de mélange du mortier normalisé et des pâtes de ciment est l'eau de robinet, conformément à la norme XP P 18-303.

2.2.4. Superplastifiants :

Lors de cette étude nous avons utilisé les adjuvants provenant de GRANITEX Oued Smar. (Wilaya d'Alger). Le superplastifiant est :

MEDAFLOW 30, il est conforme aux exigences des normes NFP 18333 et NFP 18336. Il permet d'obtenir des bétons et mortiers de très haute qualité. En plus de sa fonction principale de superplastifiant, il permet de diminuer la teneur en eau du béton d'une façon remarquable, **Medaflow 30** est un superplastifiant de la troisième génération de type polycarboxylate, ses caractéristiques sont données dans le (**tableau 2.3**).

Tableau 2.3. Caractéristiques du superplastifiant Medaflow 30.

Superplastifiant	Extrait sec	Aspect	Couleur	PH	Densité
Medaflow (30)	30	Liquide	Brun clair	6 – 6,5	1,07 ± 0,01

2.3. MATERIELS UTILISE :

2.3.1. Mini-cône :

Le dispositif utilisé pour déterminer la rhéologie des pâtes de ciment est appelé [le mini cône (ASTM C-143)]. Ce dispositif est schématisé sur les figures 2.3 et 2.4. L'essai consiste à mesurer le diamètre d'étalement d'un coulis sur une plaque horizontale, en fonction de la variation de différents paramètres tels le temps, la quantité d'eau ou des superplastifiant, etc. Ses principaux avantages sont la facilité de mise en œuvre (peu de préparation et essai rapide), et la faible quantité de matériau nécessaire à sa réalisation (le volume du cône est inférieur à 40ml). Les essais sont reproductibles et souvent utilisés en Amérique du Nord par exemple pour la détermination du point de saturation en superplastifiant d'un mélange cimentaire.

L'appareil se compose d'un moule tronconique creux de 57,2 millimètres de hauteur, un diamètre du haut de 19 mm et du bas de 38,1 mm .le cône est place au centre d'une plaque en acier, et est rempli de pâte de ciments .Le cône est ensuite, soulève et la pâte s'écoule sur la table. Le diamètre Moyen (D_{moyen}) de l'étalement est mesure comme il suit :

$$D_{moyen} = \frac{D_1 - D_2}{2}$$



Figure 2.3. Mini cône

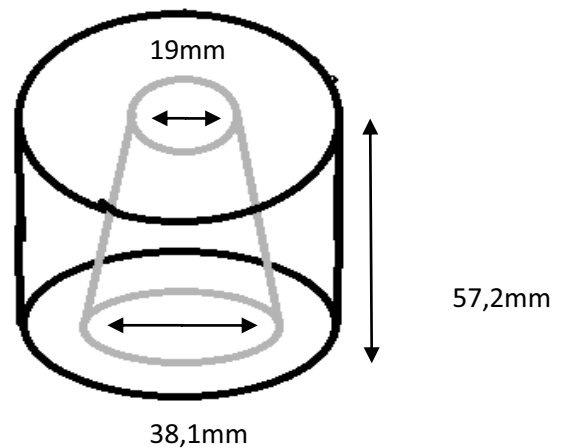


Figure 2.4. Schéma et dimensions du mini cône.

2.3.1.1. L'essai de mini cône :

➤ **COMPOSITION DES MELANGES ETUDIES :**

Deux rapport E/C utilisés en présence des superplastifiants est égal (0,3 et 0,4). Les dosages de superplastifiants sont pris en extrait sec (masse de solide)

Calcul l'extrait de sec de MEDAFLOW 30 (SP)

Par exemple: pour un dosage de 0,2% de la pâte de ciment d'extrait de sec de SP1

200g	→	100 %
X g	→	0,2 %

Donc: la masse de extrait de sec est égale 0,4g :

Calcul la masse totale (liquide) de MEDAFLOW 30

Le pourcentage d'extrait sec =30%, Le pourcentage d'eau dans le superplastifiant est égale 70%

$$\begin{array}{lcl} 0,8g & \longrightarrow & 30 \% \\ X g & \longrightarrow & 100\% \end{array}$$

Donc la masse de superplastifiant : 1,4 g

Les résultats sont regroupés dans le tableau 2.4 suivant

Tableau 2.4. La masse totale (liquide) de MEDAFLOW 30

SP %	Masse de l'Extrait sec (g)	Masse de SP (g)	Volume de SP extrait sec (ml)	Volume d'eau dans le SP (ml)	Volume d'eau (pour la confection de pate)	
					E/C=0.3	E/C=0.4
0,2%	0,4	1,33	1,25	0,93	59,07	79,07
0,4%	0,8	2,67	2,49	1,87	58,13	78,13
0,6%	1,2	4,00	3,74	2,80	57,20	77,20
0,8%	1,6	5,33	4,98	3,73	56,27	76,27
1%	2	6,67	6,23	4,67	55,33	75,33
1,2%	2,4	8,00	7,48	5,60	54,40	74,40
1,4%	2,8	9,33	8,72	6,53	53,47	73,47

➤ **CONDUITE DE L'ESSAI :**

1. Peser 200 g de ciment ;
2. Peser la quantité appropriée d'eau dans béccher de 250ml En générale, cet essai est effectué avec une pâte qui une a un rapport eau/ciment égale 0,3 et 0,4.
3. Peser la quantité de superplastifiant et l'ajouter à la quantité d'eau précédente.
4. Mélanger à la main le ciment et l'eau avec une spatule pendant une minute environ après le départ du chronomètre.

5. Mélange la pâte de ciment pendant 2 minutes en utilisant un malaxeur à mortier de laboratoire;
6. Ajuster la température du coulis à la température désirée (en général, cette température est de l'ordre de 20 °C).
7. Placer la plaque de plexiglas sur laquelle l'essai sera fait sur une table et vérifier qu'elle est bien au niveau ;
8. Placer le cône au center de cette plaque et, après 15 secondes se malaxage à la main pour homogénéiser la pâte, remplir le mini cône avec cette pâte;
9. Donner dix coups sur la partie supérieure du mini cône avant de le soulever rapidement de telle sorte que la pâte se répande sur la plaque de plexiglas:
10. Mesurer le diamètre de la pâte sur deux diamètres perpendiculaires après qu'elle s'est étendue et calculer la valeur moyenne de ces deux valeurs:
11. Remettre la pâte dans le bécher, mélange rependant 5 secondes, puis recouvrir le bécher d'une feuille de plastique
12. Nettoyer la plaque de plexiglas et le mini cône avec de l'eau et les sécher pour pouvoir procéder à l'essai suivant,
13. En général, un essai au mini cône est effectué 5,30 et 60 minutes après le malaxage pour suivre la perte d'affaissement de la pâte dans le temps.

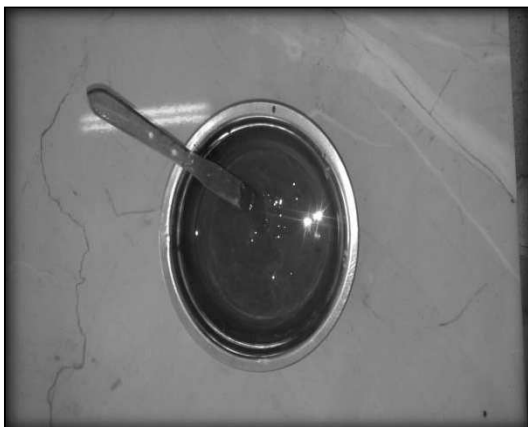
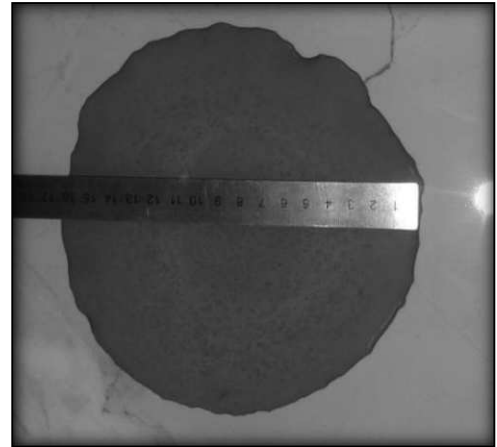


Figure 2.5. La pâte de ciment.



Figure 2.6. Le mini cône utilise pur déterminer la rhéologie des pâtes de

Figure 2.7. Mesures de l'étalement sur pâtes**2.3.2. La confection des éprouvettes de mortier:****2.3.2.1. La confection des mortiers :**

2.3.2.1.1. La formulation du mortier normalise (EN 196-1) :

- Les dosages des compositions et la fabrication des éprouvettes de mortier normalisé sont confectionnées selon un protocole très précis (Norme NF EN 196-1). Un moule est composé de trois éprouvettes, et doit être comporté d'un mélange en masse de **450 g ± 2g** de ciment, **1350 g ± 5g** de sable et **225 g ± 1 g** d'eau. Et en rapport une partie de ciment, trois parties de sable, et une demi-partie de l'eau, La salle doit être maintenue au degré de température de **20°C ± 2°C**. L'humidité relative supérieure à **65 %**, Les masses doivent être effectuées au moyen d'une balance dont la précision est de ± 0.1 g. La formulation de mortier est organisée sur le **(tableau 2.5)** .

Tableau 2.5. La formulation des mortiers.

Eléments	Quantité (g)			
	Ciment	450± 2g		
Sable normalisé	1350± 5g			
Eau	125± 1g	171± 1g	225± 1g	270± 1g
Rapport E/C	0.3	0.4	0.5	0.6
Superplastifiant	15g	12g	00	00

2.3.2.1.2. Le malaxages :

- Le malaxage du mortier est effectué par l'appareil spécifique dit le malaxeur (**figure 2.8**). On fait le mélange des assemblages d'un mortier pendant 4 minutes conformément aux prescriptions de la norme (EN 196-1) :

- Mettre le malaxeur en position de marche,
- Verser la quantité d'eau dans la cuve ou le récipient de malaxeur, de façon lente,
- Ensuite, verser la quantité de ciment de même manière à vitesse lente pendant 30s.
- Mettre le malaxeur en attente, puis on ajoute la quantité de sable régulièrement pendant les 30s suivantes.
- Mettre le malaxeur à vitesse lente et continuer le malaxage pendant 30s supplémentaires.
- Arrêter le malaxeur pendant 1 min 30s. Pendant les 15 premières secondes racler le mortier adhérent aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci.
- Reprendre ensuite le malaxage à vitesse rapide pendant 60 s.

- Les opérations de malaxage sont résumées sur le (**Tableau 2.6**).

Tableau 2.6. Opérations de malaxage des mortiers

Opérations	Introduction de l'eau	Introduction du ciment	Introduction du sable, faire le malaxage		Raclage de la cuve	Reprendre le malaxage	
Durée			30 s	30 s	15 s	1mn 15s	60s
Etat du malaxeur	Arrêt		Vitesse lente		Arrêt		Vitesse rapide

Figure 2.8. Le malaxeur à mortier.



2.3.2.1.3. La préparation des éprouvettes :

- Les éprouvettes des mortiers $4 \times 4 \times 16 \text{cm}^3$ doivent être moulées instantanément juste après la préparation du mortier.

- Enduire les parois latérales des moules par une couche légère d'huile de décoffrage.
- Fixer le moule et la hausse sur la table à chocs et introduire la première couche de mortier dans chaque compartiment.
- Etaler la couche en utilisant la plus grande spatule tenue verticalement.
- Serrer la première couche de mortier par 60 chocs (programmation de la machine).
- Introduire la seconde couche du mortier.
- Etaler la couche en utilisant la petite spatule tenue verticalement.
- Serrer la deuxième couche de mortier par 60 chocs (réglage de la machine).
- Retirer le moule et la hausse de la machine à chocs.
- Oter la hausse et enlever l'excédent de mortier avec la règle plate à araser.
- Etiqueter les moules pour identifier les éprouvettes (noms, date, caractéristiques)

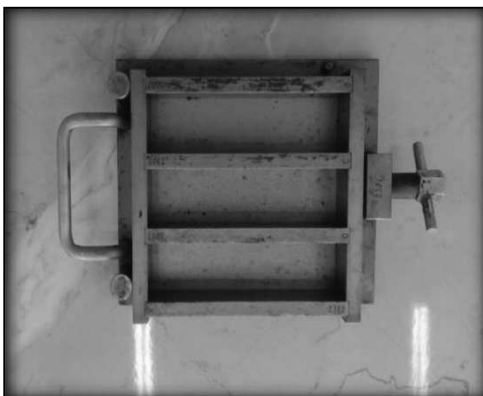


Figure 2.9. Le moule du mortier ($4 \times 4 \times 16$)

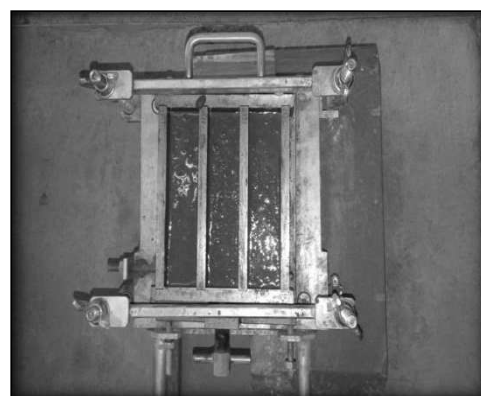


Figure 2.10. La méthode de moulage des échantillons du mortier

Figure 2.11. Table de choc
spécifié à la fabrication des
mortiers



2.3.2.1.4. La conservation des éprouvettes

- Dans notre étude, les moules des mortiers fabriquées sont placés dans un milieu ambiant à une température de 20 ± 2 °C, jusqu'au temps de décoffrage après 24 heure de la confection des mortiers. Les moules sont couverts et placés sur une table horizontale.

Figure 2.12. Les éprouvettes des
mortiers et des pâtes de ciment
avant le démoulage



- Les éprouvettes sont immergées dans l'eau à la température de $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ suivant la (figure 2.13) jusqu'au moment des essais mécaniques. Les éprouvettes doivent être retirées de l'eau, essuyées au maximum 15 min avant que l'essai soit exécuté

Figure2.13. Conservation des éprouvettes de
mortier



2.4. Les essais réalisés sur les matériaux utilisés :

2.4.1. Les essais sur le mortier durci :

2.4.1.1. Les essais de la résistance mécanique :

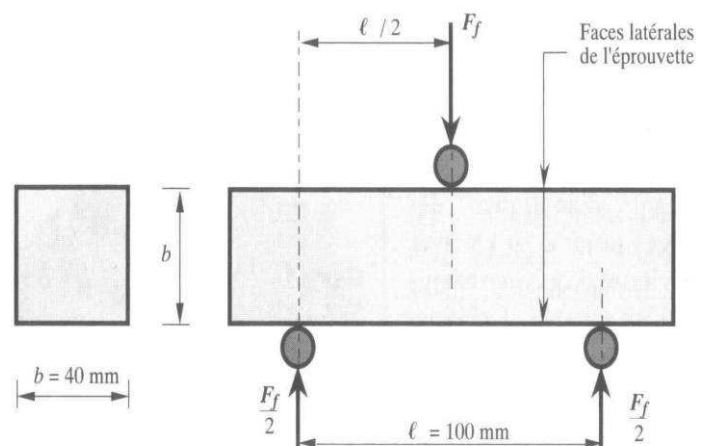
- Les essais les plus fréquents réalisés pour déterminer le comportement mécanique des mortiers sont l'essai de traction par flexion et l'essai à la compression.

2.4.1.1.1. La résistance à la flexion NORME (EN 196-1):

- Pour la détermination de la résistance à la flexion, on utilise la méthode de la charge concentrée à mi portée au moyen du dispositif de flexion normalisé.

- L'essai est dit l'essai de flexion 3 points, réalisé sur des prismes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$. Le protocole suivi est celui de la norme EN 12390-5

Figure 2.14. Principe de la flexion sur prisme.



-Le bâti et l'échantillon sont installés au centre de la presse. Au cours de l'essai, la presse est programmée et pilotée en force à une vitesse de 10 N/s. L'échantillon subit une force qui est répartie linéiquement sur la face supérieure. La répartition des contraintes est linéaire dans l'échantillon, la contrainte de traction étant maximale en face inférieure et pour une certaine valeur de contrainte, il y a rupture de l'éprouvette.

- La presse enregistre au cours de l'essai la force (F_f) en (N) et le déplacement de sa traverse en [mm]. Lors du dépouillement de l'essai, la résistance à la traction par flexion (R_f) est déterminée grâce à l'équation:

$$R_f = (1,5 \times F_f \times L) / b^3$$

Où :

- R_f : la résistance à la flexion en MPa.
- F_f : c'est l'effort maximal de compression en (N).
- L : la distance entre les appuis du bâti de flexion en (mm).
- b : largeur du prisme en (mm).



Figure 2.15. L'éprouvette testée à flexion.



Figure 2.16. La rupture en flexion.

2.4.1.1.2. La résistance à la compression NORME (EN 196-1):

-L'essai est effectué sur les demi-prismes obtenus dans l'essai de flexion, ils sont écrasés en compression sur les faces latérales de moulage sous une section de 40 mm x 40 mm. Les prismes sont testés en compression simple à l'aide d'un dispositif spécifique à la compression suivant la norme EN 196-1.

- Le prisme est soumis à une force de compression jusqu'à la rupture. Pour cela, la presse est pilotée en déplacement à une vitesse de 500 $\mu\text{m/s}$. Cette vitesse correspond à la vitesse imposée pour les mortiers normalisés. Le principe de l'essai de compression sur demi-prisme est donné par la **figure 2.17**

Figure 2.17. Le principe de l'essai à la compression du mortier.

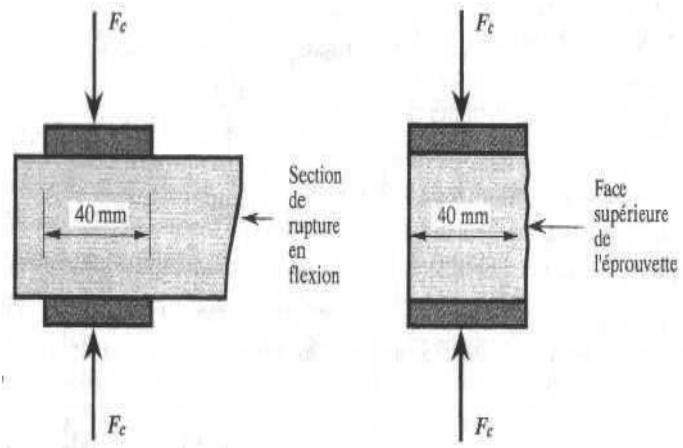


Figure 2.18. Eprouvette testée en compression.



- Pour déterminer la résistance à la compression (R_c), obtenue sur chaque prisme, la valeur de force maximale (F_c) est relevée et elle est introduite dans la formule suivant :

$$R_c = F_c (\text{max})/S$$

Où :

- S : est la section initiale du prisme ($40 \times 40 \text{ mm}^2$).
- F_c : est la force maximale de compression en (N).
- R_c : la résistance à la compression en (MPa).

2.5. Absorption capillaire :

Le principe de cet essai consiste à placer un échantillon de mortier dans 1 cm d'eau et de mesurer la variation de la masse au cours de temps.

Les échantillons sont préalablement séchés à 105 °C après 28 jours jusqu' à stabilisation du poids les faces latérales sont recouvertes d'aluminium étanche.

le coefficient d'absorption d'eau par capillarité (A_t) est ensuite déterminé par la relation :

$$A = \Delta W_t / \Delta \sqrt{t}$$

Le coefficient d'absorption par capillarité (A_t) de la pente de la partie linéaire de la courbe obtenue par le traçage de la variation de la masse par unité de surface en fonction de la racine carré du temps (t)



Figure 2.19. Dispositif expérimental de l'essai d'absorption capillaire.

2.5.2. Grandeurs associées

A partir des mesures, nous pouvons en premier lieu définir, pour chaque échéance de . mesure t , le **coefficient d'absorption c-** par le rapport suivant :

$$Ca_t = \frac{M_t - M_0}{A}$$

Où :

M_t : masse de l'échantillon à l instant t (en Kg)

M_0 : masse de l'échantillon après stabilisation du poids (après l' étuve).

A : section de l'échantillon en contact avec l'eau (en m)

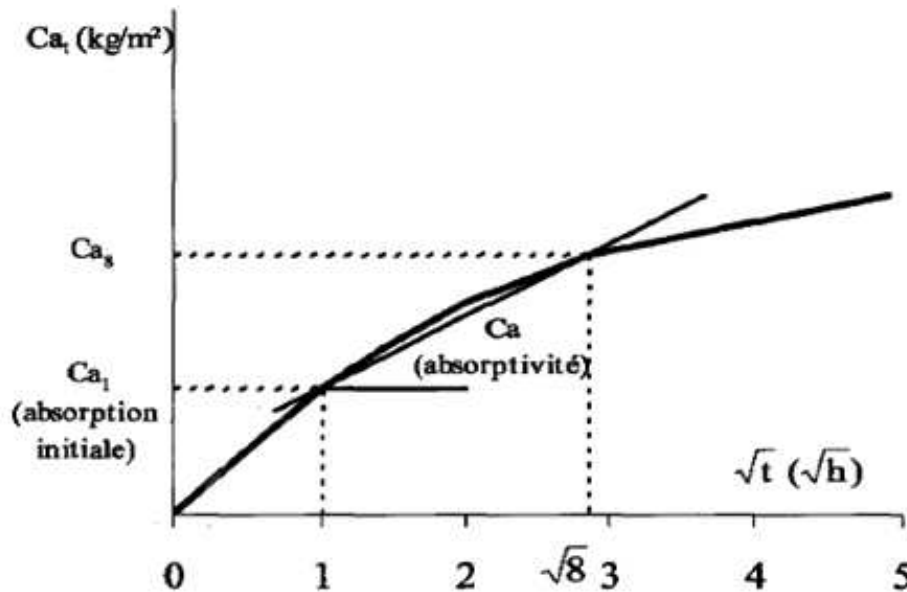


Figure 2.20. Représentation schématique de la cinétique d'absorption d'eau.

Si nous considérons que le réseau capillaire du mortier est idéal composé de pores interconnectés de section constante, nous pouvons facilement démontrer que le coefficient d'absorption capillaire est une fonction linéaire de la racine carrée du temps, Cependant, les résultats expérimentaux sur les matériaux cimentaires ont montré que cette linéarité n'est que partielle. En effet, la cinétique d'absorption suit, en fonction de la racine carrée du temps, une courbe de pente plus ou moins décroissante qui peut être distinguée en trois parties (**figure 2.20**).

- la première partie de la courbe traduit le remplissage des plus gros capillaires. Pour les bétons, la durée de cette période est comprise entre une heure et deux heures. Le coefficient d'absorption capillaire à **1 h** (ou **2h**), Ca_1 (ou Ca_2) désigne l'absorption initiale (exprimée en kg/m^2). C'est un paramètre important car les plus gros capillaires sont des chemins privilégiés pour la pénétration **des** fluides gazeux et liquides dans le béton.

- la deuxième partie de la courbe correspond au remplissage des capillaires plus fins. Elle se caractérise par une pente plus ou moins constante entre 1 heure (ou 2 heures) et 4 heures (ou 8 heures ou 24 heures) et correspond aux approches théoriques. Nous désignons par absorptivité cette pente (exprimée en $kg/m^2/h^{1/2}$).

L'absorptivité, peut être reliée au développement de la microstructure de la phase liante du béton avec la progression de l'hydratation.

- la deuxième partie de la courbe tend vers une asymptote horizontale et désigne la phase où la remontée capillaire atteint sa valeur maximum dans le matériau.

Pour la caractérisation de la contribution des additions minérales aux modifications de la structure poreuse, la grandeur adaptée est l'absorptivité. Ainsi, compte tenu que le coefficient d'absorption capillaire est proportionnel à la racine carrée du temps tant que la progression du front de la remontée capillaire dans l'éprouvette est libre, nous définissons par régression linéaire de l'ensemble des mesures qui se trouvent dans un domaine d'évolution linéaire du coefficient d'absorption Ca , le plus souvent entre 1 et 8 heures, (équation 5.3) L'absorptivité Ca , exprimé en $\text{kg/m}^2/\text{h}^{1/2}$, par la relation suivante :

$$Ca = \frac{\Delta Ca_t}{\Delta \sqrt{t}} \quad (Ca = \frac{Ca_8 - Ca_1}{\sqrt{8} - \sqrt{1}})$$

2.6. Traitement thermique

2.6.1. Cycles de température

Le four utilisé dans cette recherche pour le chauffage des éprouvettes est un four électrique de haute température, $T_{\text{max}} = 3000 \text{ °C}$ (**figure 2.21**). La puissance de leur chauffage est de 60 KW et il est capable d'assuré une montée en température de 10 °C/min .



Figure2.21. Dispositif d'incendie

2.6.2. Eprouvette à l'intérieur du four

Nous appliquons huit cycles de chauffage à différents paliers de température : 100, 200,300, 400, 500, 600,700 et 800 °C. La première phase du cycle se compose d'une rampe de montée en température de vitesse égale à 2°C/min. la seconde est un palier de température dans le four durant une heure. La dernière phase est une rampe de refroidissement jusqu'à la température ambiante (figure 2.22).

Figure 2.22. Disposition des échantillons de mortier dans le four

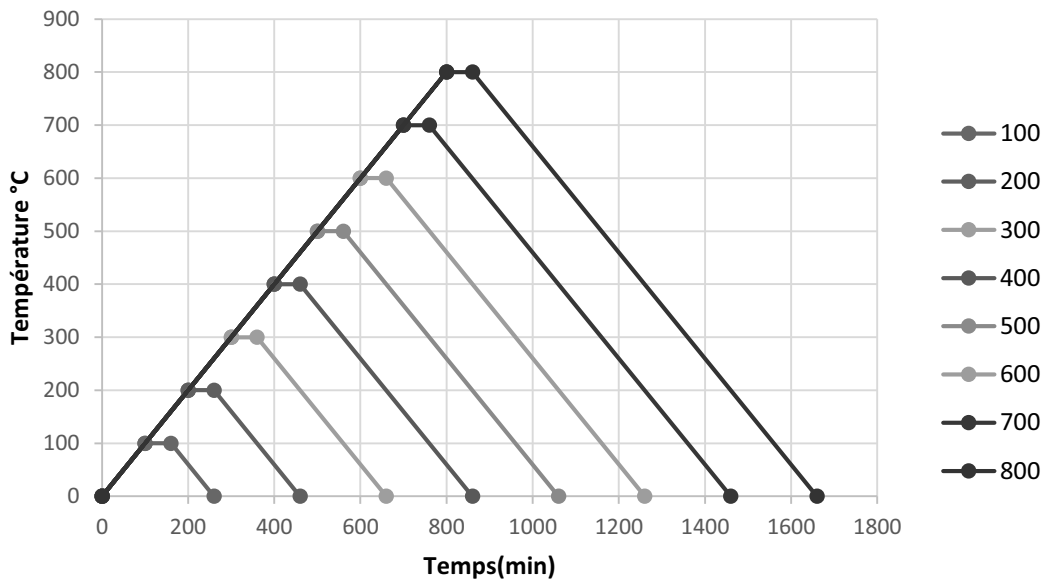
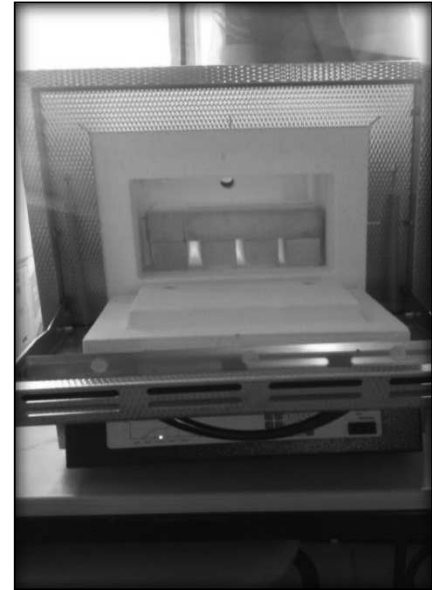


Figure 2.23. Évolution de la température en fonction du temps

La figure 2.23 présente les évolutions de la température en fonction du temps au cours des huit cycles de chauffage étudié. Les températures de consigne sont indiquées, le refroidissement est plus lent, ce qui limite les risques de choc thermique.

CHAPITRE 3

RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

3.1 PROGRAMME EXPERIMENTAL

Des éprouvettes de mortier $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ sont étudiées dans ce travail expérimental. 04 mortiers sont confectionnés conformément à la norme EN 196-1. Un mortier standard (sable normalisé, $E/C = 0,5$ et $C/S = 1/3$) et trois autres mortiers avec respectivement $E/C = 0,3$; $E/C = 0,4$ et $E/C = 0,6$.

Les rapports E/C de 0,3 et 0,4 impliquent l'utilisation d'un plastifiant pour avoir une rhéologie correcte. L'adjuvant utilisé, MEDAFLUID SFR122, est un super plastifiant (SP) à base de polymères combinés, fourni par l'entreprise GRANITEX (Alger- Algérie).

Les échantillons sont démoulés après 24h et conservées dans l'eau à 20°C pendant 30j, puis ils sont conservés en salle climatisée (25°C , 50%HR) jusqu'à obtention d'une masse constante. Ensuite, ils sont exposés à un chauffage lent dans un four jusqu'à la température cible (100, 200, 300, 400, 500, 600, 700 et 800°C) avec une rampe de $2^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, le palier de stabilisation dure une heure et le refroidissement s'effectue dans le four fermé jusqu'à température ambiante (environ $0,3^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$). Ce choix est guidé par les conditions incendie et intervention des secours. Ils sont ensuite testés en flexion 3-points et en compression. Aussi, la perte de masse et l'absorption capillaire par immersion ont été étudiées.

3.2 CARCTERISATION PHYSIQUE DES MORTIERS

3.2.1 Etude de la perte de masse

La figure 3.1 présente l'évolution de masses des éprouvettes de mortier. Les masses des mortiers chauffés (M_T : Masse à la température T) sont normalisées par rapport à la masse du mortier témoin (M_{25} : 30 jours de cure dans l'eau et mesurée à 25°C).

Dans la première zone qui varie de la température ambiante à 400°C, on constate des baisses de masses atteignant 10%. Dans la seconde zone qui va de 400°C à 600°C, on observe des maintiens de masse. Dans la troisième zone qui va de 600°C à 800°C, on observe une baisse continue de masse de l'ordre de 20%. Aussi, les masses sont réduites d'environ 3% à chaque fois que le rapport E/C diminue.

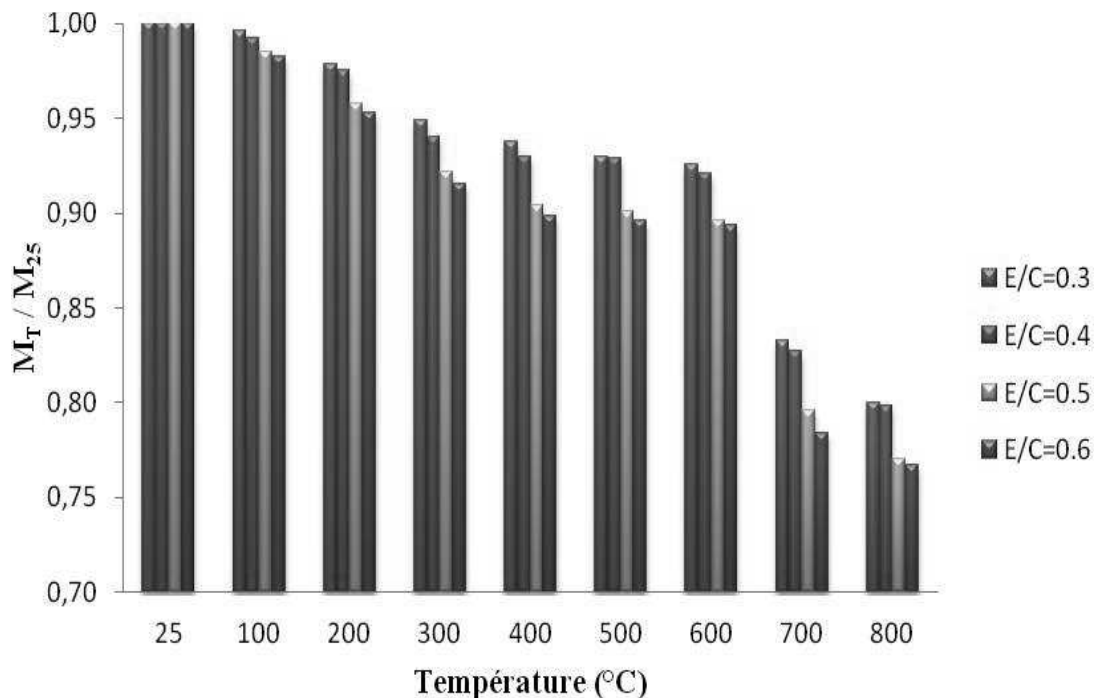


Figure 3.1: Evolution de la masse en Fonction du Rapport E/C et de la Température.

3.2.2 Absorption capillaire

L'absorption d'eau par immersion est le résultat des mouvements capillaires dans les pores du béton qui sont ouverts sur le milieu ambiant. Elle est déterminée par immersion d'une éprouvette de mortier dans l'eau jusqu'à masse constante et en mesurant l'augmentation de masse. Elle est exprimée en pourcentage de la masse sèche de l'éprouvette. La figure 3.2 présente l'évolution du coefficient d'absorption capillaire des éprouvettes de mortier en fonction de la température de chauffe et du rapport eau-ciment.

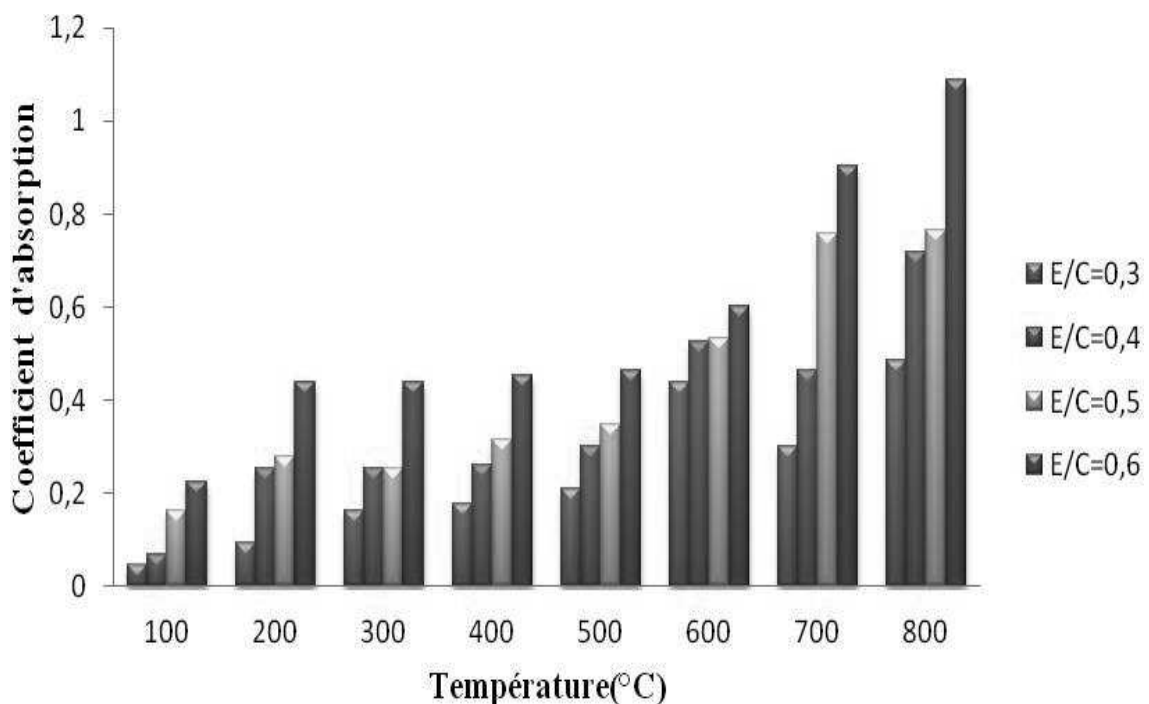


Figure 3.2: Absorption capillaire.

Un comportement inverse avec la perte de masse est observé. En effet, quelle que soit la température de chauffe, l'augmentation de l'absorption capillaire est proportionnelle avec le rapport E/C. Dans la première zone qui varie de la température ambiante à 200°C et pour un rapport E/C de 0,6, l'absorption capillaire incrémente de 20% de 25°C à 100°C et de 100°C à 200°C pour se maintenir à un même niveau dans la seconde zone qui va de 200°C à 500°C. Dans la troisième zone qui va de 500°C à 800°C, on observe une augmentation continue et significative de l'absorption capillaire variant de 60% à 600°C à plus de 100% à 800°C pour un rapport E/C de 0,6.

3.3. CARACTERISATION MECANIQUE DES MORTIERS

Les propriétés mécaniques des mortiers avant et après les sollicitations thermiques ont été déterminées grâce aux essais de compression et de flexion 3-points. Ces essais permettent d'évaluer l'incidence des sollicitations thermiques sur le comportement résiduel des mortiers.

3.3.1 Essai de compression

Le tableau 3.1 et les figures 3.3 et 3.4 présentent les résultats de résistances à la compression résiduelles et relatives (normalisée par rapport à la valeur initiale mesurée à 25°C du mortier témoin non chauffé) en fonction du rapport E/C et de la température.

Tableau 3.1: Résistances résiduelles de compression des mortiers

Température (°C)	<i>E/C=0,3</i>		<i>E/C=0,4</i>		<i>E/C=0,5</i>		<i>E/C=0,6</i>	
	Rc (Mpa)	Rr*	Rc (Mpa)	Rr*	Rc (Mpa)	Rr*	Rc (Mpa)	Rr*
25	66	1,0	57	1,0	38	1,0	36	1,0
100	41	0,6	35	0,6	26	0,7	24	0,7
200	35	0,5	32	0,6	23	0,6	19	0,5
300	55	0,8	44	0,8	26	0,7	21	0,6
400	51	0,8	43	0,8	24	0,6	18	0,5
500	30	0,5	30	0,5	15	0,4	11	0,3
600	33	0,5	32	0,6	12	0,3	12	0,3
700	34	0,5	30	0,5	11	0,3	9	0,3
800	23	0,3	18	0,3	5	0,1	4	0,1

Rr* = Rc(T)/Rc25 : résistance résiduelle relative en compression

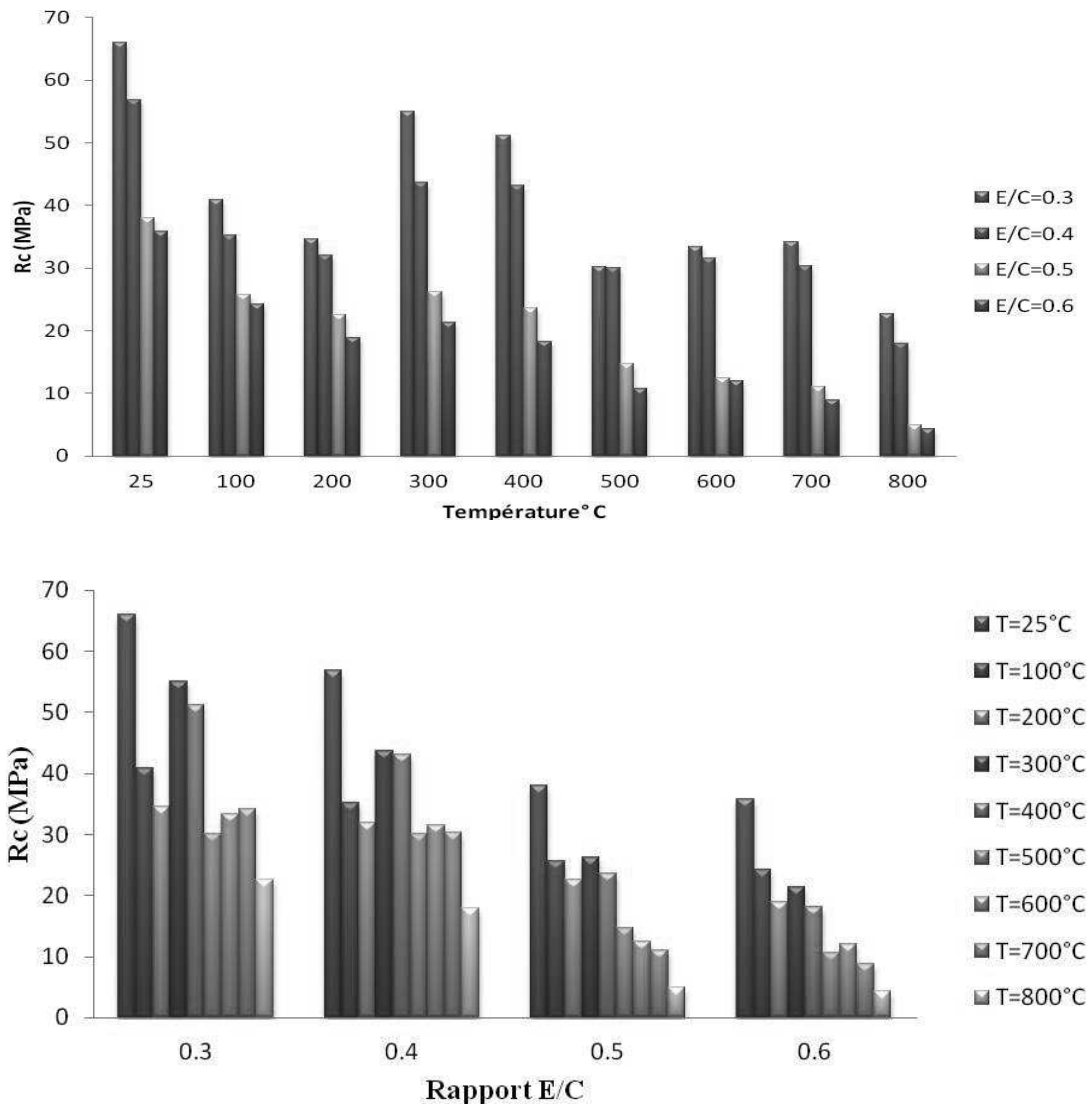


Figure 3.3: Resistance résiduelle en Compression. ‘

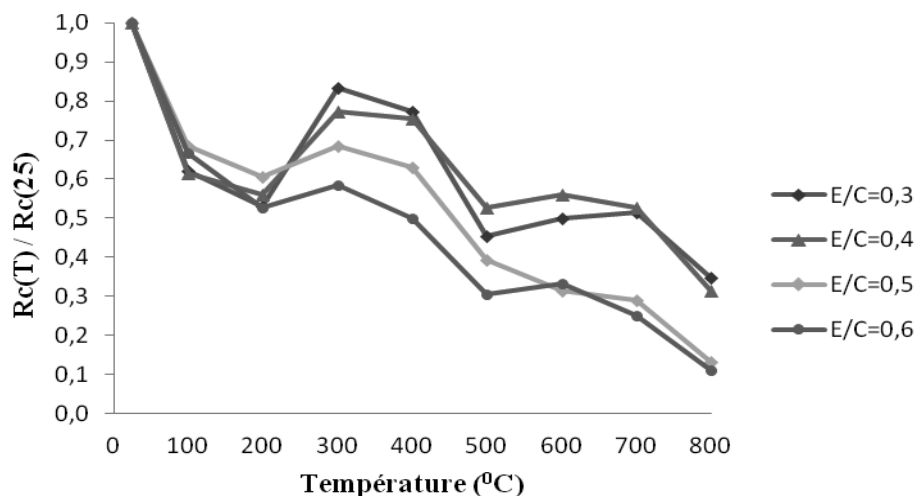


Figure 3.4: Resistance résiduelle relative en Compression.

La première observation évidente qu'on peut noter c'est qu'avant ou après sollicitations thermiques, les mortiers à fort rapport eau-ciment (0,5 et 0,6) présentent une diminution de résistance beaucoup plus marquée que les mortiers à faible rapport eau-ciment (0,3 et 0,4).

Pour un même rapport eau sur ciment, dans le premier domaine allant de la température ambiante à 200°C, les résistances diminuent de l'ordre de 40 à 50% de la résistance du mortier témoin non chauffé. Dans le second domaine (300 à 400°C), nous observons une légère augmentation pour un rapport eau-ciment de 0,3 et 0,4, en effet, les résistances résiduelles atteignent 80%, mais un maintien des résistances pour un rapport eau-ciment de 0,5 et 0,6. Enfin, au-delà de 400°C c'est à dire de 500 à 800°C, les résistances à la compression diminuent de manière significative quel que soit le rapport eau-ciment : de l'ordre de 23MPa pour un E/C de 0,3 ; 18MPa pour un E/C de 0,4 ; 5MPa pour un E/C de 0,5 et 4MPa pour un E/C de 0,6. Par ailleurs, il est important de souligner que ces mortiers présentent des microfissurations significatives (Figure 3.5 et 3.6).



Figure 3.5: Microfissurations des mortiers au delà de 700°C.

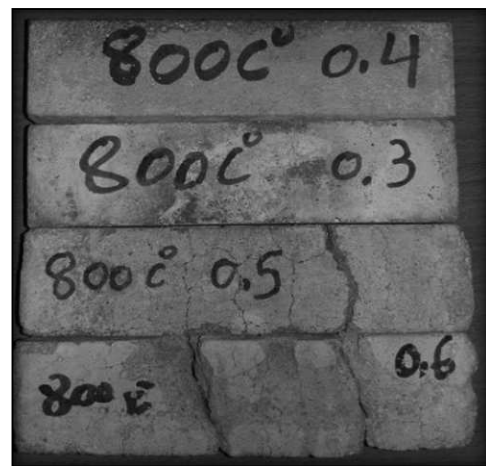


Figure 3.6: Microfissurations des mortiers au delà de 800°C

3.3.2 Essai de flexion

Il s'agit ici d'observer comment évolue la résistance à la flexion après une sollicitation thermique.

Le tableau 3.2 et les figures 3.7 et 3.8 présentent les résultats de résistances à la flexion résiduelles et relatives (normalisée par rapport à la valeur initiale mesurée à 25°C du mortier témoin non chauffé) en fonction du rapport E/C et de la température.

Tableau 3.2: Résistances résiduelles de flexion des mortiers

Température (°C)	<i>E/C=0,3</i>		<i>E/C=0,4</i>		<i>E/C=0,5</i>		<i>E/C=0,6</i>	
	Rf (Mpa)	Rr*	Rf (Mpa)	Rr*	Rf (Mpa)	Rr*	Rf (Mpa)	Rr*
25	5,0	1,0	4,2	1,0	3,8	1,0	3,6	1,0
100	4,0	0,8	3,5	0,8	3,6	0,9	2,5	0,7
200	4,7	0,9	3,8	0,9	3,8	1,0	3,6	1,0
300	5,1	1,0	4,0	1,0	4,8	1,3	3,8	1,1
400	3,8	0,8	2,5	0,6	3,2	0,8	2,5	0,7
500	3,6	0,7	1,6	0,4	1,4	0,4	1,4	0,4
600	1,6	0,3	1,2	0,3	1,6	0,4	0,7	0,2
700	2,0	0,4	1,4	0,3	1,0	0,3	0,9	0,2
800	1,4	0,3	0,2	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0

$Rr^* = Rf(T)/Rf25$: résistance résiduelle relative en flexion

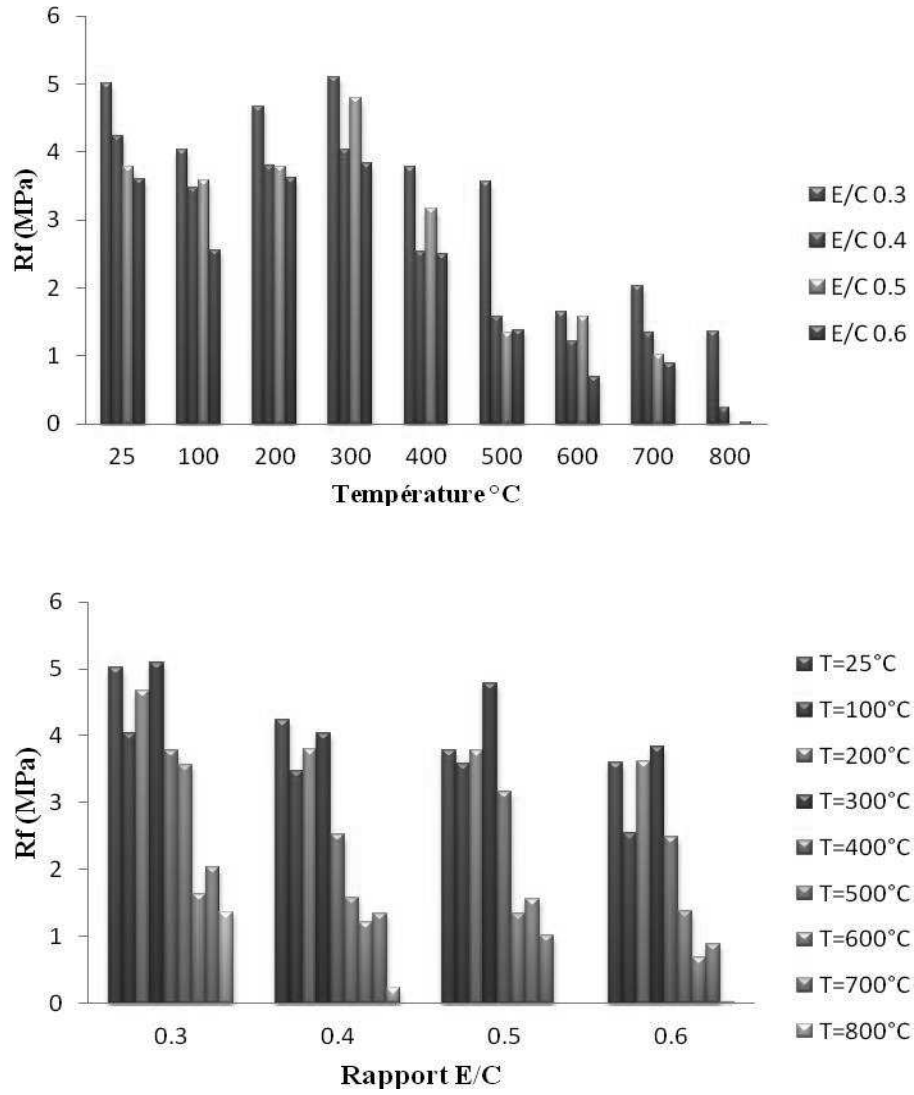


Figure 3.7: Resistance résiduelle en Flexion.

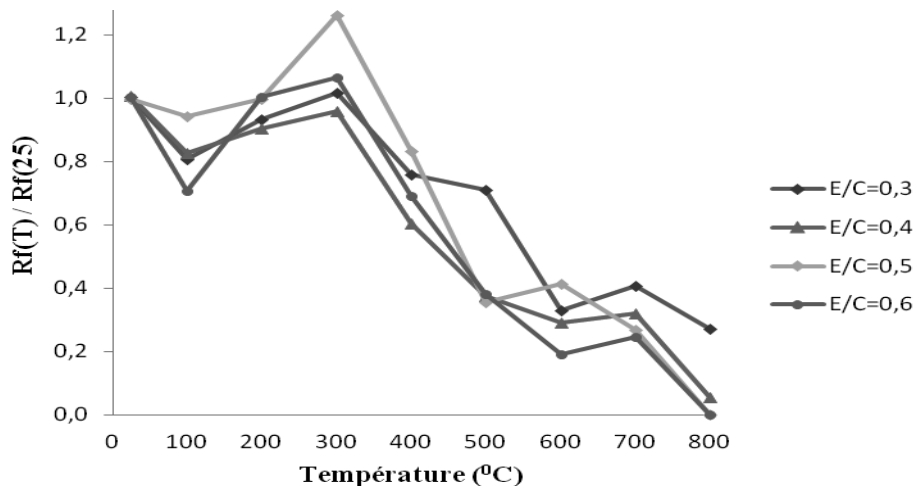


Figure 3.8: Resistance résiduelle relative en Flexion.

Comme pour les résistances à la compression, on distingue trois domaines. Dans le premier domaine allant de la température ambiante à 100°C, les résistances à la flexion diminuent d'environ de 20% pour des rapports eau-ciment de 0,3 et 0,4 et de 10% pour E/C de 0,5 et 30% pour un E/C de 0,6. Dans le second domaine (200 à 300°C), nous observons une légère augmentation des résistances, surtout pour les rapports eau-ciment de 0,5 et 0,6, en effet, les résistances dépassent celle du mortier témoin de l'ordre de 30% et 10% respectivement. Enfin, au-delà de 300°C c'est à dire de 400 à 800°C, les résistances à la flexion chutent de manière significative quel que soit le rapport eau-ciment pour s'annuler complètement à 800°C pour des rapports eau-ciment de 0,5 et 0,6.

3.4 DISCUSSION DES RESULTATS

Dans ce travail expérimental, nous avons essayé de contribuer à la compréhension de l'influence du rapport eau-ciment sur les propriétés mécaniques des mortiers soumis aux températures élevées.

A la lumière des résultats obtenus, on peut dire que :

- avant ou après les sollicitations thermiques, les mortiers à fort rapport eau-ciment (0,5 et 0,6) présentent une diminution de résistance à la compression beaucoup plus marquée que les mortiers à faible rapport eau-ciment (0,3 et 0,4). La baisse de la résistance en compression résiduelle constatée sur tous les mortiers testés est due d'après [98] à une augmentation de l'énergie chimique de l'eau, qui permet, par l'accroissement du nombre de couches adsorbées à la surface des solides, d'augmenter les pressions de disjonction entre les différentes couches de C-S-H. Il indique également que le gain de résistance observé après un chauffage à 300°C (dans notre cas pour les rapports eau-ciment de 0,3 et 0,4) provient de l'hydratation supplémentaire de la matrice cimentaire due à la migration de l'eau libre dans les pores. Cette hydratation supplémentaire permet un accroissement des forces de liaison de type Van der Waal entre les gels de C-S-H, et est constatée par des essais de microdureté effectués par [99-100]. Au-delà de 400°C, tous les mortiers testés présentent une baisse de résistances résiduelles de compression significative. Les microfissurations en quantité importante observées sur les mortiers sont sans doute issues du phénomène de recristallisation de la Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ au cours de la réhydratation de la pâte de ciment [98].
- Après une sollicitations thermique de plus de 400°C, les mortiers à fort rapport eau-ciment (0,5 et 0,6) présentent une diminution de résistance beaucoup plus marquée que les mortiers à faible rapport eau-ciment (0,3 et 0,4). Ceci est sans doute lié à la différence de microstructure entre ces deux mortiers [101].
- la résistance résiduelle à la flexion des différents mortiers présente une allure similaire à celle de la résistance résiduelle à la compression. Toutefois, dans le second domaine (200 à 300°C), nous observons une légère augmentation des résistances, surtout pour les rapports eau-ciment de 0,5 et 0,6. En effet, les résistances dépassent celle du mortier

temoin de l'ordre de 30% et 10% respectivement. Dans cette plage de température, les mortiers à faible rapport E/C (0,3 et 0,4) présentent une résistance à la flexion inférieure comparativement au mortier à fort rapport E/C (0,5 et 0,6). Cela pourrait être expliqué par un affaiblissement du gel de C-S-H plus important dans la zone de transition pâte-granulats (dans notre cas, sable des mortiers) des bétons à faible rapport E/C [100]. En effet, la déstructuration du gel de C-S-H peut s'effectuer dans la plage de température comprise entre 100 et 300°C comme l'indique [102]. Au-delà de 300°C, les résistances à la flexion chutent de manière significative quel que soit le rapport eau-ciment pour s'annuler complètement à 800°C pour des rapports eau-ciment de 0,5 et 0,6. Cette baisse de résistance à la flexion avec l'augmentation de la température rejoint les résultats des études faites par [4-101-103-104-105], obtenus par l'essai de traction effectué sur des bétons.

- les résultats de l'étude de perte de masse et de l'absorption capillaire corroborent avec les résistances mécaniques.

**CONCLUSION
GENERALE ET
PERSPECTIVES**

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

La durabilité des bétons exige un contrôle efficace et effectif de tous les facteurs susceptibles d'affecter son comportement dans le temps. La teneur en ciment et le rapport eau-ciment sont les facteurs d'influence, de très loin les plus importants en matière de durabilité et qui doivent donc faire l'objet d'un contrôle suivi. C'est dans ce sens, que nous avons essayé dans ce travail expérimental de contribuer à la compréhension de l'influence du rapport eau-ciment sur les propriétés mécaniques des mortiers soumis aux températures élevées.

Les résultats obtenus montrent qu'avant ou après sollicitations thermiques, les mortiers à fort rapport eau- ciment (0,5 et 0,6) présentent une diminution de résistance à la compression beaucoup plus marquée que les mortiers à faible rapport eau- ciment (0,3 et 0,4).

La résistance résiduelle à la flexion des différents mortiers présente une allure similaire à celle de la résistance résiduelle à la compression. Toutefois, dans la plage de température (200 à 3000C), nous avons observé une légère augmentation des résistances, surtout pour les rapports eau- ciment de 0,5 et 0,6.

Comme perspective, il est intéressant d'étudier l'effet du rapport eau-ciment sur les bétons à hautes performances soumis aux hautes températures.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Serdar. A, Halit.Y and Bulent.B, (2008), "*High temperature resistance of normal strength and autoclaved high strength mortars incorporated polypropylene and steel fibers,*" Construction and Building Materials. Vol 22, pp: 504–512.
- [2] Fu.Y.F, Wong.Y.L, Poon.C.S, Tang.C.A and Lin.P, (2004), "*Experimental study of micro/macro crack development and stress-strain relations of cement-based composite materials at elevated temperatures,*" Cement and Concrete Research. Vol 33, pp: 789-797.
- [3] Schneider.U, Diederich.U and EHM.C, (1981), "*Effect of temperature on steel and concrete for PCRV'S,*" Nuclear engineering and design. Vol 67, pp: 245-258.
- [4] Noumowe. N.A, (1995) ,"*Effet de hautes températures (20-600°C) sur le béton - Cas particulier du béton à hautes performances,*" Thèse de doctorat, INSA de Lyon, France.
- [5] Alarcon-Ruiz.L, Platret.G, Massieu.E. A and Ehrlacher, (2005), "*The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste,*" Cement and Concrete research. Vol 35, pp: 609-613.
- [6] Castellote.M, Alonso.C, Andrade.C, Tirillas.X and Campo.J, (2004),"*Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction,*" Cement and concrete research. Vol 34, pp: 1633-1644.
- [7] Alonso.C and Fernandez.L, (2004),"*Deshydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperature environments,*" Journal of materials sciences. Vol 39, pp: 3015-3024.
- [8] Messaoudene.I, Molez.L, Jauberthie.R, Kessal.O and Slama.L, (2015), "*Effect of the Quenching in Water of the Cementitious Materials Subjected to Fire,*" Courrier du Savoir. Vol 20, pp: 09-14.
- [9] Aitcin P.C.(1995), "*Concrete the most widely used construction material, Adam Neville Symposium on Concrete Technology, 2nd CANMET/ACI International Symposium on Advances in Concrete Technology,*" SP-154, Las Vegas, pp: 257-266.
- [10] Kasmatkas.H, Panareswe .C., Alleng, .E.Cummmgs, (1991), "*Dosage et contrôle des mélanges de béton D*", Association Canadienne du Ciment Portland. P :2 13.
- [11] Baron. J, Olivier. JP et Weiss. JC, (1997), "*Les ciments courants , Les bétons, bases et données pour leur formulation*" , Edition Eyrolles, p :806.
- [12] Verbeck. G.J, Helmuth. R.H,(1968), "*Structures and physical properties of cement paste*", Proc.5th International Symposium on the Chemistry of Cement, Tokyo, 3, 3-1, pp:1-44.
- [13] Malhotrav.M., (1987), "*Propriétés du béton frais et du béton durci renfermant du laitier de haut fourneau granulé et broyé* ", Matériaux complémentaires en cimentation pour le béton, CANMET, V.M. Malhotra, ed., pp : 328-371

- [14] Barret. P, (1980), "Mécanismes d'hydratation des silicates de calcium (C_3S , C_2S) constituants des ciments vus à travers les concepts de la réactivité des solides". In proceeding of 7th symp, Chemistry of cement, Paris, pp: 86-92.
- [15] Mondal. P, and Jefferyj. W,(1975) "The crystal structure of tricalcium Aluminates ". Acta- Cryst, p: 31.
- [16] Mehta P.K., (1986) "Concrete Structure, Properties, and Materials", Prentice-Hall.
- [17] Romilliat. E,(2006), " Etude des modes d'action d'agents de mouture sur le broyage du clinker ", Thèse de Doctorat Université Jean Monnet de Saint-Etienne, p : 136.
- [18] BARRET .P,(1979), "Thermodynamique chimique : sur l'existence d'un stade d'hydroxylation superficielle dans le processus de dissolution du silicate tricalcique $3CaO$, SiO_2 et son influence sur la solubilité de ce constituant du ciment ". C. R. Acad. Sc. 1979, vol. 288 (Série C , pp: 461-464.
- [19] BARRET P., BERTRANDIE D, (1986), "Fundamental hydration kinetic features of the major cement constituents: Ca_3SiO_5 and bCa_2SiO_4 ". Journal de Chimie physique, vol. 83, n° 11/12, pp : 765-775.
- [20] Moudilou .E, (2000) "Cinétiques et mécanismes de relargage des métaux lourds présent en traces dans les matrices cimentaire "s. Thèse Université d'Orleans.
- [21] REGOURD, M., (1 986), " Microstructure of cernent blends including fly ash, silica fume, slag and fillers ", Rapport CERLLH.
- [22] Perlot C., (2005), " Influence de la decalcification de materiaux cimentaires sur les proprietes de transfert : application au stockage profond de dechets radioactifs " Thèse de doctorat Université Paul Sabatier de Toulouse U.F.R. P.C.A. et Faculte de Genie de l'universite de Sherbrooke.
- [23] DIAMOND. S, (2003) " A discussion on the paper Permeability and pore structure evolution of silico calcereous and hematite high-strength concretes submitted to high temperatures ". By Gallé C, Cement and Concrete Research, Vol.33, pp: 169-170.
- [24] MEHTA, P. K., (1986), " Concrete : structure, properties and materials", Prentice hall, Ed., pp :105-169.
- [25] CHAUSSADENT.T, BAROGHEL-BOUNY.S, PERRIN.B, BONNET, FRANCOIS, S.R. et FRANCY.O ,(2000), " Analyse des interactions physico-chimiques entres les chlorures et le béton. " Rapport technique 3, LCPC, France, p: 45.
- [26] BAROGHEL-BONY, V, (1994), " Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons : méthodes, analyse, interprétations ", Edition du laboratoire central des ponts et chaussés, Paris.
- [27] BAROGHEL .V,(1989). "Etude de la sorption de l'eau dans le béton durci", (Mémoire de D.E.A. de l'E.N.P.C. Paris, p: 109.

- [28] J. BARON et al ,(1995) ” *Le béton hydraulique (connaissance et pratique)* ” ; Presses de l'école nationale des Ponts et Chaussées, France.
- [30] VERBECK, G.J., HELMUT, R.H., (2005), ” *Structures and physical properties of cement paste* ”, 5th International Congress on the Chemistry of Cement, thème III.C : Structural models for hydrated cement pastes, Proceedings session III, pp: 1-32.
- [31] OBERHOLSTER (R.E.) ” *Pore structure, permeability and diffusivity of hardened cement paste and concrete in relation to durability : status and prospects, in Proceedings of the "8th International Congress on the Chemistry of Cement"*”, Rio de Janeiro, Brasil, 1986, sous-thème 4.1 : Pore structure, permeability and diffusivity as related to durability. Finep, Rio de Janeiro, 1986, vol. 1, pp 323-335.
- [32] BEAUDOIN (J.J.) - BROWN (P.W.), (1992) ” *The structure of hardened cement paste, in Proceedings of the "9th International Congress on the Chemistry of Cement"*”, New Delhi, India, 1992, thème III.C : Structural models for hydrated cement pastes. National Council forment and building materials, New Delhi, vol. 1, pp: 485-525.
- [33] POWERS (T.C.) - BROWNYARD (T.L.), (1946) ” *Studies of the physical properties of hardened Portland cement paste* ”. ACI Journal, Proa, vol. 43, parti to 9, pp: 47-48.
- [34] DELMAS, L. and BAILLOT, T, (2006), ” *Influence de la mise en oeuvre sur la porosité des bétons* ”, Projet de Recherches technologiques, Institut National des Sciences Appliquées, France, p : 62.
- [35] Powers, T.C. (1958). ” *Structure and physical properties of Hardened Portland Cement Paste* ”. Journal of the American Ceramic Society 41 (1), pp: 1-6.
- [36] Feldman, R.F., Sereda, P.J. (1970). ” *A new model for hydrated Portland cement and its practical implications*”. Engineering Journal 53(819), pp: 53-59.
- [37] Folliot, A., Buil, M. (1982). ” *La structuration progressive de la pierre de ciment in ,Le béton hydraulique.* ” Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées pp: 223-236.
- [38] D. Quénard, H. Sallée, (1991) ” *Le transfert isotherme de la vapeur d'eau condensable dans les matériaux microporeux du bâtiment* ”, Cahiers de CSTB, n° 2525.
- [39] QUENARD, D., KALIFA, P., PARDO. O, (1999), ” *Mesure du facteur de formation et de la perméabilité dans les pates de ciment* ”, thème de recherche OA9 du LCPC, février, CSTB, Paris, p : 14.
- [40] Sahu, S., (2004) , ” *Determination of water–cement ratio of hardened concrete by scanning electron microscopy. Cement and Concrete Composites* ”, 26(8): p :987-992.
- [41] Bouasker, M., (2006) ” *Retrait chimique des mortiers au très jeune âge : influence des inclusions granulaires* ”. in XXIVeme Rencontres Universitaires du Génie Civil. La Grande Motte. pp : 1-8.

- [42] Buil, M. and J.-P. (1992) "Ollivier, *Conception des bétons : la structure poreuse*, in *Ladurabilité des bétons*", J. Baron and O.J. Pierre. Presse de l'école nationale des ponts et chaussées: Paris. pp : 57-106.
- [43] Jones MR., Zheng L., Newlands MD, (2003) "*Estimation of the filler content required to minimise voids ratio in concrete*" Magazine of Concrete Research 55, No. 2, pp:193-202,
- [44] Fares H., (2009), "*Propriétés mécaniques et physico-chimiques de bétons autoplaçants exposés à une température élevée*", thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise
- [45] Diederich. P, (2010), "*Contribution à l'étude de l'influence des propriétés des fillers calcaires sur le comportement autoplaçant du béton*", these doctorat, l'Université Toulouse III - Paul Sabatier, pp: 32-33.
- [46] Bentz, D.P., (2006) "*Modeling the influence of limestone filler on concrete hydration using CEMHYD3D*", Cement and Concrete Composites, 28 pp:124-129.
- [47] A.E. Hamami,(2009) "*Vers une prediction de la perméabilité au gaz à partir de la composition des matériaux cimentaires*", Thèse de Doctorat, Université de La Rochelle.
- [48] Perlot C., (2005), "*Influence de la decalcification de materiaux cimentaires sur les proprietes de transfert : application au stockage profond de dechets radioactifs*" Thèse de doctorat Université Paul Sabatier de Toulouse U.F.R. P.C.A. et Faculte de Genie de l'universite de Sherbrooke.
- [49] Feldman R.F., (1983), "*Significance of porosity measurement on blended cement performance*", American Concrete Institute, Symposia proceedings: 1st International Conference on Use of Fly Ash, Silica Fume, Slag and other Mineral By-products in Concrete, Montebello, Ed. Malhotra V.M., USA, 1, pp: 415-433.
- [50] Hooton R. D., (1984), "*Permeability and pore structure of cement pastes containing fly ash, slag, and silica fume*", Blended cements, American Society for testing and materials, Ed Frohnsdorff G., ASTM STP 897, Philadelphia, USA, pp: 128-143.
- [51] Cook D.J., Cao H.T., Coan E.P., (1987), "*Pore structure development in Portland/fly ash blends*", Materials Research Society, Symposia proceedings: Microstructural development during hydration cement, Ed. Struble L.J., Brown P.W., USA, 85, pp: 201-213.
- [52] Pandey S.P., Sharma R.L., (2000), "*The influence of mineral additives on the strength and porosity of OPC mortar*", Cement and Concrete Research, 30, pp: 19-23.
- [53] Tamtsia, B. T., Beaudoin, J.J. (2000). "*Basic creep of hardened cement paste. A reexamination of the role of water*". Cement and Concrete Research 30: pp: 1465-1475.
- [54] Wang, P.S., Ferguson, M. M., Eng, G., Bentz, D. P., Ferraris, C. F., Clifton, J. R. (1998). "*¹H nuclear magnetic resonance characterization of Portland cement: molecular diffusion of water studied by spin relaxation and relaxation time-weighted imaging*". Journal of Material Science 33 pp: 3065-3071.

- [55] Jensen, O.M., Hansen, P.F. (2001). " *Water-entrained cement-based materials.I'*". Principles and theoretical background. Cement and Concrete Research 31,pp: 647-654.
- [56] Brouwers, H.J.H. (2004). " *The work of Powers and Brownyard revisited'*" Part 1. Cement and Concrete Research 34, pp: 1697-1716.
- [57] DJERBI, A., (2007), " *Influence d'un endommagement mécanique sur la perméabilité augaz et sur la diffusion des ions chlorures*", Thèse de Doctorat, Université de Nantes, p: 195.
- [58] BUILLI, M., Ollivier, J.P., (1992), " *Conception des bétons : la structure poreuse , La durabilité des bétons* ", Presses de l'ENPC, France, chapitre 3, pp : 57-106.
- [59] Diamond, S., and J. Huang (2001), " *The ITZ in concrete - A different view based on image analysis and SEM observations*", Cement and Concrete Composites, 23(2-3), pp:179-188.
- [60] van Breugel, K., E. A. B. Koenders, Y. Guang, and P. Lura (2004), " *Modelling of Transport Phenomena at Cement Matrix—Aggregate Interfaces*", Interface Science, 12(4), pp: 423-431.
- [61] SABEUR. H, (2006)" *Etude du comportement du béton à hauts températures, une nouvelle approche thermo-hydro-mécanique couplée pour la modélisation du fluage thermique transitoire*".
- [62] ALARCON-RUIZ L., PLATRET G., MASSIEU E., EHRLACHER A. (2005)" *The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste*". Cement and Concrete research, Vol. 35, pp : 609-613.
- [63] NOUMOWE. A, (1995)" *Effet de hautes températures (20-600°C) sur le béton - Cas particulier du béton à hautes performances*". Thèse de doctorat Génie Civil, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon et Univ (INSA), Lyon I.
- [64] CASTELLOTE M., ALONSO C., ANDRADE C., TIRILLAS X., CAMPO J., , (2004)" *Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction*". Cement and concrete research, Vol. 34, pp: 1633-1644.
- [65] ALONSO. C and FERNANDEZ. L. , (2004)" *Deshydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperature environments*". Journal of materials sciences, Vol. 39, pp: 3015-3024
- [66] SCHNEIDER. U and DIEDERICH. U, (1981)" *Effect of temperature on steel and concrete for PCRVS*". Nuclear engineering and design, Vol. 67, pp : 245-258.
- [67] FELICETTI. R and GAMBAROVA. P.G, (1995)" *Effects of High Temperature on the Residual Compressive Strength of High-Strenght Siliceous Concretes*". ACI materials Journal, Vol.95, No.4, Jul-Aug.
- [68] HAGER.I,(2004)" *Comportement à haute température des bétons à haute performance : évolution des principales propriétés mécaniques*". Thèse de doctorat, Ecole nationale des ponts et de chaussées,.

- [69] BERKANE. M ET BELAYALI. F, (2011)"*Influence de la chauffe et effet de la réhydratation sur le comportement mécanique des bétons*". Memoir master 2, université de BBA, Juillet, pp: 15.
- [70] KHOURY. G.A, (1992)"*Compressive strength of concrete at high temperatures: a reassessment*". Magazine of Concrete Research, 44, n° 161, pp: 291-309.
- [71] PHAN. L.T AND CARINO. N.J, (2003)"*Codes provisions for high strength concrete strength – temperature relationship at elevated temperature*". National institute of standards and technology, Materials and structures, Vol. 36, N°256, pp: 91-98.
- [72] DIAS W.P.S, KHOURY G.A, SULLIVAN P.J.E, (1990)"*Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperature up to 700°C*". ACI materials journal, title n°87-M18,.
- [73] CASTILLO. C AND DURRANI. A.J, (1990), "*Effect of transient high temperature on high-strength concrete*". ACI materials journal, title n°87-M7, pp: 47-53.
- [74] FELICITTIR.,GAMBAROVA.P.G., SORAM.N., KHOURY G.A. (2000)"*Mechanical behaviour of HPC and UHPC in direct tension at high temperature and after cooling*". Fifth Rilem symposium on fibre-reinforced concretes N°5 Lyon, France, pp: 749-758.
- [75] HARADA T., TAKEDA J., YAMANE S., FURUMURA F., (1970)"*Strength, elasticity and thermal properties of concrete subjected to elevated temperatures*". International seminar on concrete for nuclear reactors, Germany, 5 October, Vol. 1, pp: 377-406.
- [76] Rilem Technical Committees 129-MHT, (1995)"*Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures, Part 1: Introduction, Part 2: Stress-strain relation, Part 3: Compressive strength for service and accident conditions*". Materials and Structures, Vol. 28, N° 181, pp: 410-414.
- [77] Khoury G.A., Grainger B.N., Sullivan P.J.E ,(1986)"*Strain of concrete during first cooling from 600°C under load*". Magazine of concrete research, Vol. 38, pp: 3-12.
- [78] THELANDERSSON. S, (1971)"*Effect of high temperatures on tensile strength of concrete*". Lund Institute of Technology, Division of Struct, Mech, and Concrete Constr, Neostyled, Lund, p: 27.
- [79] FELICETTI, R., GAMBAROVA, P.G., SORA, MP.N., KHOURY, G.A (1985)"*Mechanical Behaviour of HPC and UHPC in Direct Tension at High Temperature and After Cooling*".
- [80] HARADA. T., TAKEDA J., YAMANE S. AND FURUMURA F, (1972)"*Strength, elasticity and thermal properties of concrete subjected to elevated temperatures*". In International Seminar on Concrete for Nuclear reactors, ACI Special Publication, paper SP34, p 377-406.
- [81] SABEUR H., COLINA H., BEJJANI M., (2007)"*Elastic strain, young's modulus variation during uniform heating of concrete*". Magazine of concret research,vol59, pp : 559-566.

- [82] KANEMA. T, (2007)"*Influence des paramètres de formulations sur le comportement à haute température des bétons*". Thèse de doctorat de l'université de Cergy-Pontoise.
- [83] MALIER. Y, (1982)"*Action de la température sur les propriétés du béton durci*". In : Baron J., Sauterey R., Le béton hydraulique, Paris presses de l'ENPC, pp :409-422.
- [84] NOUMOWÉ N.A., CLASTRES P., DEBICKI G., BOLVIN M, (1994)"*High Temperature Effect on High Performance Concrete: Strength and Porosity*". Third CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete. Nice, France.
- [85] COLLET. Y, (1977)"*Etude des propriétés du béton soumis à des températures élevées entre 200 et 900°C*". Annales des Travaux Publics Belges, no 4, pp:332-338.
- [86] DIEDERICHS. U and JUMPPANEN. U.M, (1992)"*High temperature properties and spalling behaviour of high-strength concrete*". Verlag für architektur und techn.wissencheften, Ernst & schn, pp:191-197.
- [87] ARUPFIRE, (2005)"*fire resistance of concrete enclosures*". 13 Fitzroy Street, London, Octobre.
- [88] PHAN. L, T, Lawson J.R., Davis F.L, (2001),"*Effects of elevated temperature exposure on heating characteristics, spalling, and residual properties of high performance concrete*". Materials and structures, Vol. 34, pp: 83-91.
- [89] BAZANT. Z.P, (1978)"*Pore pressure and drying of concrete at high temperature*". Journal of the engineer mechanics, pp: 1059-1079.
- [90] ULM F-J., COUSSY O., BAZANT Z.P, (1999), "*The "Chunnel" fire. I: chemoplastic softening in rapidly heated concrete*". Journal of engineering mechanics, March, pp: 272-282.
- [91] ANDEBERG. Y, (1997), "*international workshop on fire performance of high-strength concrete*". NIST, Gaithersburg, md.
- [92] HARMATHY. T.Z and SHORTER G.W, (1961), "*Discussion on the fire resistance of prestressed concrete beams*". Proceedings, Institution of Civil engineers, Vol. 20,pp: 313-315.
- [93] HERTZ. K.D, (2003), "*limits of spalling of fire – exposed concrete*". Fire safety journal, Vol. 38, pp: 103-116.
- [94] KHOURY. G.A, (2003)"*Effect of heat on concrete*". International centre for mechanical sciences.
- [95] JAHREN. P.A, (1989)"*Fire resistance of high strength/dense concrete with particular reference to the use*". American Concrete Institute, pp:1013-1049.
- [96] Diederichs U., Jumppanen U.M, Penttala V, (1989), "*Behaviour of high strength concrete at high temperatures*". Espoo, Helsinki University of technology, department of structural engineering, report 92.

- [97] HEINFLING. G, (1998), "*Contribution à la modélisation numérique du comportement du béton et des structures en béton armé sous sollicitations thermomécaniques à hautes températures*". Thèse de doctorat, INSA de Lyon, p : 227.
- [98] Dias.W.P.S, Khoury.G.A and Sullivan. P.J.E, (1990), "*Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperature up to 700°C*," ACI materials journal. Title n°87-M18.
- [99] Xu.Y, Wong.Y.L, Poon.C.S and Anson. M, (2003), "*influence of PFA on cracking of concrete and cement paste after exposure to high temperature*," Cement & Concrete research. Vol 33, pp: 2009-2016.
- [100] Khandaker.M and Hossain.A, (2006), "*high strength blended cement concrete incorporating volcanic ash: performance at high temperatures*," Cement & concrete composites. Vol 28, pp: 535-545.
- [101] Kanema Tshimanga.M, (2007), "*Influence des paramètres de formulation sur le comportement à haute température des bétons*," Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, France.
- [102] Jonatka.L and Niirnbergerova.T, (2005), "*effect of temperature on structure quality of cement paste and high-strength concrete with silica fume*," Nuclear Engineering and Design. Vol 235, pp: 2019-2032.
- [103] Ezziane.M, Kadri.T, Molez.L, Jauberthie.R and Belhacen.A, (2015), "*High temperature behaviour of polypropylene fibres reinforced mortars*," Fire Safety Journal Elsevier. Vol 71, pp: 324-331.
- [104] Li.M, Qian.CX and Sun. W, (2004), "*Mechanical properties of high-strength concrete after fire*," Cement and concrete research. Vol 34, pp: 1001-1005.
- [105] Chang.Y.F, Chen.Y.H, Shen.M.S and Yao.G.C, (2006), "*Residual stress-strain for concrete after exposure to high temperatures*," Cement and concrete research. Vol 36, pp: 1999-2005.